

DualPore OPEN 使い方のコツ

1. TLCで展開溶媒の分離条件を定める
2. パーツを組み立て・カラムを前洗浄する
3. サンプルをカラムにロードする
4. カラムに溶媒をフローする
5. 使用後のカラムを洗浄する

従来シリカゲルと比べて極性溶媒の比率を3割ほど下げて使用すると、似たような分離挙動になります。

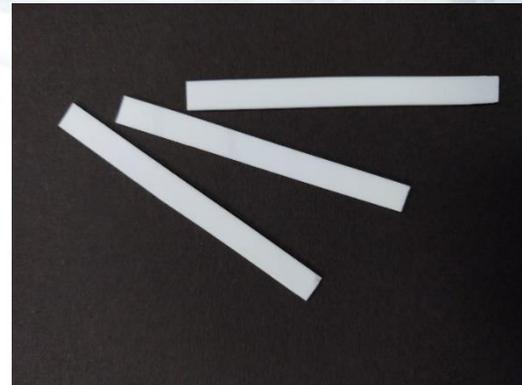
- ヘキサン:酢酸エチル=1:1 → 4:1
- ヘキサン:酢酸エチル=3:1 → 40:1(少量加えるのがポイント)

市販TLCにてヘキサン:酢酸エチル=3:1で $R_f=0.7$ 以上の低極性化合物や、原点に吸着して取れない高極性化合物はDualPore SILでも分離を苦手です。その場合はDualPore ODSの使用と酢酸エチル等での抽出をおすすめします

DualPore OPEN/Flash 分離能チェック用

DualPoreTLCスティック

DualPoreシリカをスティック状にしたTLCです
初期の展開溶媒検討用にお使いください



- ✓ ガラス支持板がなく割れやすいのでご注意ください
- ✓ UV未対応です

使用方法

- 平らなピンセット等でやさしさを込めてお取扱いください
- スポットを打ちすぎるとバンドが広がる傾向があります
- ヘキサン:酢酸エチル=4:1を目安に分離条件を定めてください
 - ✓ 市販TLCから極性溶媒の比率が20%程度下がります
 - ✓ 6ページ以降をご参照いただきおおよその分離条件をチェックする場合を目安としてください
- 小型のサンプル瓶で立てかけて展開すると便利です
- 呈色試薬処理後に加熱する場合はホットプレートが便利です
 - ✓ ホットプレート=キムワイプを敷くと移動せず加熱しやすくなります
 - ✓ ヒートガン=風向きと並行にすると折れにくくなります
- 簡易分取TLC（PLC）として使用も可能です
- アルコールで洗うと再利用できます

DualPore TLCスティック は1本が高価です。カラム後に分離したかを調べる場合は安価な市販TLCをおすすめします

パーツ組み立て

ソルベントリザーバー
ドライロードはこちらで

専用コネクタ
注射器も挿入可



オープンカートリッジ
組立図

ソルベントリザーバー
ドライロードも可能

ルアーロック式
ねじ込むだけ

キャップは外せます。



ルアー接続型ロングカラム
組立図

カラム洗浄・サンプルロード

×カルシウム・ナトリウム塩を含むサンプルはカラムの寿命を極端に縮めますのでご注意ください

洗浄

(順相) メタノール2CV→展開溶媒1CVで洗浄

(逆相) メタノール2CV→展開溶媒or水1CVで洗浄

- ✓ 再使用前にアルコールで洗っていただければメタノールでの洗浄は省略可能です
- ✓ メタノールの代わりにエタノール・2-プロパノール・アセトニトリルなどお好みの溶媒でお使いください
- ! ヘキサン・メタノールなど種類や使用温度によって混ざりにくい場合があります

ロード

1. 溶液にしてサンプルロード

カラムのフリット上に展開溶媒に溶かしたサンプルを注射器などで直接ロードします。

- ✓ 高分離能が必要であればサンプル溶液高さ1cm以下を目安に
- ✓ 空気が入ってしまってもOKです
- ✓ 別売りの固相抽出用カラムでの前処理やプレフィルターを使用するとカラム寿命が延びます
- ✓ 最大負荷量は8ページ以降の表を目安にサンプル量を決めてください

2. シリカと混ぜてドライロード（※原点吸着除去キットをご利用ください）

移動相に溶けにくいサンプルはシリカ粉体にまぶしてソルベントリザーバーに入れ、カートリッジ上部に接続します。

! 従来シリカゲルはドライロードなどでも併用しないでください。保持挙動が異なり分離できません

カラム分離・洗浄・保管 OPEN

カラム分離

Rf値から算出した溶出溶媒量を目安にフラクションを回収してください
(順相) ヘキサン: 酢酸エチルorメタノール (逆相) 水:メタノールorアセトニトリルなど

- ✓ TLCを省略する場合、徐々に溶媒極性を上げて溶出を早くすると効果的です
- ✓ TLCと同一溶媒組成で10CV流すと $R_f = 1.0 \sim 0.1$ 程度を分離できます
- ✓ ゆっくり流すほど分離能は向上します

洗浄・保管

メタノール2CVで洗浄してください
溶媒を充填したままでも、空気を送り脱液して保管も可能です

- ✓ カラムを立てたまま保管すると長持ちします
- ! 水の存在下で加水分解によりカラムの劣化を早めます。有機溶剤100%に置換して保管ください**

再利用

使用上限目安は10回ですが、サンプル・溶媒・保管条件などによって変動します
カラム入り口が着色してきたら寿命です

- ✓ カラム上部に隙間が空いてきた場合、フィルターを上から押して隙間を埋めてください
- ✓ 再利用時には同じ種類の化合物の分離に使用することをおすすめします
- ✓ 原点吸着した成分との反応が気になる場合は原点吸着除去キットをご利用ください

Rf値とカラムサイズ・溶媒比の関係

TLCのRf値と溶出時のカラム溶媒体積比CVに以下の相関があります
DualPore OPEN/Flashで分離の際に、必要溶媒量の比率を概算できます

$$CV = 1 / Rf$$

CV≡カラム体積比=溶媒比 (DualPoreの場合)

カラム体積が20mLの場合、Rf=0.5であれば40mL流すとフラクション回収できます

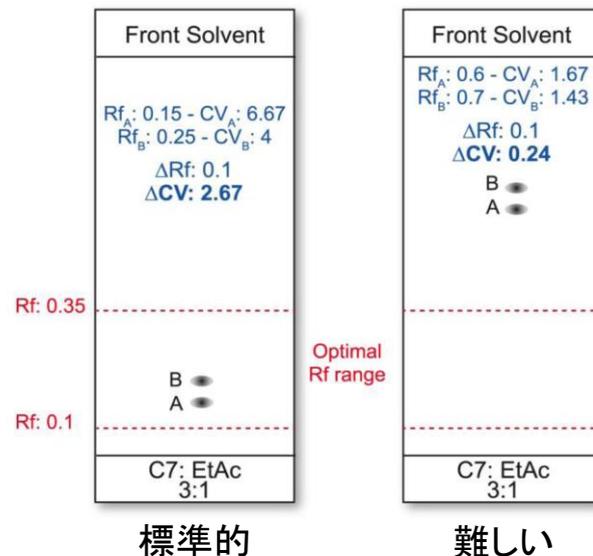
Rf値の逆数の差分 ΔCV より、分離の難易度が決まります
 $\Delta CV > 1.5$ になるよう溶媒組成比を調整すると楽に精製できます

$$\Delta CV = CV_A - CV_B = 1 / Rf_A - 1 / Rf_B$$

$\Delta CV = \sim 1.5$: 難しい(精密精製向け)

$\Delta CV = 1.5 \sim 4$: 標準的

$\Delta CV = 4 \sim$: 簡単(粗精製向け)



RfとCVの関係

Rf	0.1	0.15	0.2	0.25	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
CV	10	6.67	5	4	3.3	2.5	2	1.65	1.4	1.25	1.1

注: 従来粒子はCV=カラム体積 × (1-空隙率)で算出されます

TLCのRf値比 ΔCV からカラムサイズに応じてサンプル負荷量を決めてください

TLCとカラムは相関していますが、溶媒の微妙な比率や温度でも変わります。
あくまでもフラクション回収の目安としてお考え下さい。

■ 簡単(粗精製向け)

||
10-2.5wt%

■ 普通

||
0.7-2.5wt%

■ 難しい(精密精製向け)

||
0.1-0.7wt%

Rf値と ΔCV の相関表

$$\Delta CV = CV_A - CV_B = 1 / Rf_A - 1 / Rf_B$$

Rf _B \ Rf _A	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1
1	9.0	4.0	2.3	1.5	1.0	0.7	0.4	0.3	0.1	0.0
0.9	8.9	3.9	2.2	1.4	0.9	0.6	0.3	0.1	0.0	-
0.8	8.8	3.8	2.1	1.3	0.8	0.4	0.2	0.0	-	-
0.7	8.6	3.6	1.9	1.1	0.6	0.2	0.0	-	-	-
0.6	8.3	3.3	1.7	0.8	0.3	0.0	-	-	-	-
0.5	8.0	3.0	1.3	0.5	0.0	-	-	-	-	-
0.4	7.5	2.5	0.8	0.0	-	-	-	-	-	-
0.3	6.7	1.7	0.0	-	-	-	-	-	-	-
0.2	5.0	0.0	-	-	-	-	-	-	-	-
0.1	0.0	-	-	-	-	-	-	-	-	-

6mLカラム

カラムの最適サンプル量

ΔCV 分離の難しさ	$\Delta CV < 1.5$ 難しい（精密分離向け）	$\Delta CV = 1.5 - 4$ 標準的	$\Delta CV > 4$ 簡単（粗精製向け）
負荷量範囲	3 - 21 mg	21 - 75 mg	75 - 300 mg

✓ ΔCV は6ページ「Rf値とカラムサイズ・溶媒比の関係」をご参照ください

最適流速

1CVの 容量[mL]	おすすめ流速	目安となる1秒間の液滴数
6 mL	2 ~ 4 mL/min	1 ~ 2滴/秒

- ✓ ゆっくり流すと高分離能。早く流すと分離能が低下傾向。時間優先or分離能優先で選んでください。
- ✓ 秒間液滴数はカラム出口からの液滴の落ちる速度目安としてください。

Rf値とカラム出口総液量の目安

Rf値	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1.0
カラム出口 総液量	60mL	30mL	19.8mL	15mL	12mL	9.9mL	8.4mL	7.5mL	6.6mL	6mL

- ✓ Rf=0.8・0.5・0.3の成分は、それぞれ7.5mL・12mL・19.8mL付近でカラム出口からフラクション回収できる。
- ✓ 6mL時点から1mLずつ回収すれば、Rf=0.5~1.0の成分をある程度分けることができる。→難しい場合はカラムを連結する。

12mLカラム

カラムの最適サンプル量

ΔCV 分離の難しさ	$\Delta CV < 1.5$ 難しい（精密分離向け）	$\Delta CV = 1.5 - 4$ 標準的	$\Delta CV > 4$ 簡単（粗精製向け）
負荷量範囲	6 - 42 mg	42 - 150 mg	150 - 600 mg

最適流速

1CVの 容量[mL]	おすすめ流速	目安となる1秒間の液滴数
12 mL	3 ~ 6 mL/min	1 ~ 3 滴/秒

- ✓ ゆっくり流すと高分離能。早く流すと分離能が低下傾向。時間優先or分離能優先で選んでください。
- ✓ 秒間液滴数はカラム出口からの液滴の落ちる速度目安としてください。

Rf値とカラム出口総液量の目安

Rf値	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1.0
カラム出口 総液量	120mL	60mL	40mL	30mL	24mL	20mL	17mL	15mL	13mL	12mL

- ✓ Rf=0.8・0.5・0.3の成分は、それぞれ15mL・24mL・40mL付近でカラム出口からフラクション回収できる。
- ✓ 12mL時点から2mLずつ回収すれば、Rf=0.5~1.0の成分をある程度分けることができる。→難しい場合はカラムを連結する。

12gカートリッジ

カラムの最適サンプル量

ΔCV 分離の難しさ	$\Delta CV < 1.5$ 難しい（精密分離向け）	$\Delta CV = 1.5 - 4$ 標準的	$\Delta CV > 4$ 簡単（粗精製向け）
負荷量範囲	12 - 84 mg	84 - 300 mg	300 - 1200 mg

✓ ΔCV は6ページ「Rf値とカラムサイズ・溶媒比の関係」をご参照ください

最適流速

1CVの 容量[mL]	おすすめ流速	目安となる1秒間の液滴数
26 mL	5 ~ 10 mL/min	3 ~ 6 滴/秒

- ✓ ゆっくり流すと高分離能。早く流すと分離能が低下傾向。時間優先or分離能優先で選んでください。
- ✓ 秒間液滴数はカラム出口からの液滴の落ちる速度目安としてください。

Rf値とカラム出口総液量の目安

Rf値	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1.0
カラム出口 総液量	260mL	130mL	86mL	65mL	52mL	43mL	36mL	33mL	29mL	26mL

- ✓ Rf=0.8・0.5・0.3の成分は、それぞれ33mL・52mL・86mL付近でカラム出口からフラクション回収できる。
- ✓ 26mL時点から3mLずつ回収すれば、Rf=0.5~1.0の成分をある程度分けることができる。→難しい場合はカラムを連結する。

25gカートリッジ

カラムの最適サンプル量

ΔCV 分離の難しさ	$\Delta CV < 1.5$ 難しい（精密分離向け）	$\Delta CV = 1.5 - 4$ 標準的	$\Delta CV > 4$ 簡単（粗精製向け）
負荷量範囲	25 - 175 mg	175 - 625 mg	625 - 2500 mg

最適流速

1CVの 容量[mL]	おすすめ流速	目安となる1秒間の液滴数
41 mL	5 ~ 10 mL/min	3 ~ 6 滴/秒

- ✓ ゆっくり流すと高分離能。早く流すと分離能が低下傾向。時間優先or分離能優先で選んでください。
- ✓ 秒間液滴数はカラム出口からの液滴の落ちる速度目安としてください。

Rf値とカラム出口総液量の目安

Rf値	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1.0
カラム出口 総液量	410mL	205mL	135mL	103mL	82mL	68mL	57mL	51mL	45mL	41mL

- ✓ $Rf=0.8 \cdot 0.5 \cdot 0.3$ の成分は、それぞれ51mL・82mL・135mL付近でカラム出口からフラクション回収できる。
- ✓ 41mL時点から5mLずつ回収すれば、 $Rf=0.5 \sim 1.0$ の成分をある程度分けることができる。→難しい場合はカラムを連結する。

40gカートリッジ

カラムの最適サンプル量

ΔCV 分離の難しさ	$\Delta CV < 1.5$ 難しい（精密分離向け）	$\Delta CV = 1.5 - 4$ 標準的	$\Delta CV > 4$ 簡単（粗精製向け）
負荷量範囲	40 - 280 mg	280 - 1000 mg	1 - 4 g

最適流速

1CVの 容量[mL]	おすすめ流速	目安となる1秒間の液滴数
69 mL	8 ~ 17 mL/min	5 ~ 10 滴/秒

- ✓ ゆっくり流すと高分離能。早く流すと分離能が低下傾向。時間優先or分離能優先で選んでください。
- ✓ 秒間液滴数はカラム出口からの液滴の落ちる速度目安としてください。

Rf値とカラム出口総液量の目安

Rf値	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1.0
カラム出口 総液量	690mL	345mL	228mL	173mL	138mL	114mL	97mL	86mL	76mL	69mL

- ✓ Rf=0.8・0.5・0.3の成分は、それぞれ86mL・138mL・228mL付近でカラム出口からフラクション回収できる。
- ✓ 69mL時点から8mLずつ回収すれば、Rf=0.5~1.0の成分をある程度分けることができる。→難しい場合はカラムを連結する。

120gカートリッジ

カラムの最適サンプル量

ΔCV 分離の難しさ	$\Delta CV < 1.5$ 難しい（精密分離向け）	$\Delta CV = 1.5 - 4$ 標準的	$\Delta CV > 4$ 簡単（粗精製向け）
負荷量範囲	0.1 - 0.8 g	0.8 - 3 g	3 - 12 g

✓ ΔCV は6ページ「Rf値とカラムサイズ・溶媒比の関係」をご参照ください

最適流速

1CVの 容量[mL]	おすすめ流速	試験管に15mL溜める秒数
205 mL	15 ~ 31 mL/min	30 ~ 60 秒

- ✓ ゆっくり流すと高分離能。早く流すと分離能が低下傾向。時間優先or分離能優先で選んでください。
- ✓ 秒間液滴数はカラム出口からの液滴の落ちる速度目安としてください。

Rf値とカラム出口総液量の目安

Rf値	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1.0
カラム出口 総液量	2050mL	1025mL	677mL	513mL	410mL	338mL	287mL	256mL	226mL	210mL

- ✓ Rf=0.8・0.5・0.3の成分は、それぞれ256mL・410mL・677mL付近でカラム出口からフラクション回収できる。
- ✓ 210mL時点から15mLずつ回収すれば、Rf=0.5~1.0の成分をある程度分けることができる

330gカートリッジ

カラムの最適サンプル量

ΔCV 分離の難しさ	$\Delta CV < 1.5$ 難しい（精密分離向け）	$\Delta CV = 1.5 - 4$ 標準的	$\Delta CV > 4$ 簡単（粗精製向け）
負荷量範囲	0.3 - 2.3 g	2.3 - 8.3 g	8.3 - 33 g

最適流速

1CVの 容量[mL]	おすすめ流速	試験管に25mL溜める秒数
574 mL	40 ~ 85 mL/min	12 ~ 25 秒

- ✓ ゆっくり流すと高分離能。早く流すと分離能が低下傾向。時間優先or分離能優先で選んでください。
- ✓ 秒間液滴数はカラム出口からの液滴の落ちる速度目安としてください。

Rf値とカラム出口総液量の目安

Rf値	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1.0
カラム出口 総液量	5740mL	2870mL	1894mL	1435mL	1148mL	947mL	804mL	718mL	631mL	574mL

- ✓ Rf=0.8・0.5・0.3の成分は、それぞれ718mL・1148mL・1894mL付近でカラム出口からフラクション回収できる。
- ✓ 574mL時点から50mLずつ回収すれば、Rf=0.5~1.0の成分をある程度分けることができる

負荷量・最適流速・フラクション量 カラム体積100mLあたり

カラムの最適サンプル量

ΔCV	$\Delta CV < 1.5$ 高分解能 (チャレンジャー)	$\Delta CV = 1.5 - 4$ 普通	$\Delta CV > 4$ 粗精製 (簡単)
負荷量範囲	50 - 350 mg	350 - 1250 mg	1250 - 5000 mg

最適流速(カラム管内径)

カラム直径	おすすめ流速	目安となる1秒間の液滴数
Φ10 mm	2.5 mL/min	1 滴/秒
Φ15 mm	5 mL/min	3 滴/秒
Φ20 mm	9 mL/min	5 滴/秒
Φ30 mm	21 mL/min	12 滴/秒

- ✓ ゆっくり流すと高分離能。早く流すと分離能が低下傾向。時間優先or分離能優先で選んでください。

Rf値とカラム出口総液量の目安

Rf値	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1.0
カラム出口 総液量	1000mL	500mL	330mL	250mL	200mL	165mL	140mL	125mL	110mL	100mL

- ✓ Rf=0.8・0.5・0.3の成分は、それぞれ125mL・200mL・330mL付近でカラム出口からフラクション回収できる。
- ✓ 100mL時点から10mLずつ回収すれば、Rf=0.5~1.0の成分をある程度分けることができる。→難しい場合は粉体を高く積む。

(一覽表)カラムサイズ・負荷量・流速の関係

規格	ΔCV 1 - 1.5	ΔCV 1.5 - 4	ΔCV 6 - 10	1CV 容量[mL]	おすすめ流速
オープン6mL	3 - 21 mg	21 - 75 mg	75 - 300 mg	6 mL	2 ~ 4 mL/min
オープン12mL	6 - 42 mg	42 - 150 mg	150 - 600 mg	12 mL	3 ~ 6 mL/min
12gカートリッジ	12 - 84 mg	84 - 300 mg	300 - 1200 mg	26 mL	5 ~ 10 mL/min
25gカートリッジ	25 - 175 mg	175 - 625 mg	625 - 2500 mg	41 mL	5 ~ 10 mL/min
40gカートリッジ	40 - 280 mg	280 - 1000 mg	1 - 4 g	69 mL	8 ~ 17 mL/min
120gカートリッジ	0.1 - 0.8 g	0.8 - 3 g	3 - 12 g	205 mL	15 ~ 31 mL/min
330gカートリッジ	0.3 - 2.3 g	2.3 - 8.3 g	8.3 - 33 g	574 mL	40 ~ 85 mL/min
容量100mLあたり	50 - 350 mg	0.35 - 1.25 g	1.25 - 5 g	100 mL	n/d

- ✓ ゆっくり流すと高分離能。早く流すと分離能が低下傾向
→時間優先or分離能優先かで決めてください
- ✓ 適正流速を2倍近く超えても使用可能です

(一覽表)Rf値とカラム出口総液量の目安

カラムタイプ	規格	Rf値 カラム出口総液量[mL]											
		0.1	0.15	0.2	0.25	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1.0
オープンカートリッジ	6mL	60	40	30	24	19.8	15	12	9.9	8.4	7.5	6.6	6
	12mL	120	80	60	48	40	30	24	20	17	15	13	12
ルアー接続型 ロングカラム	12g	260	173	130	104	86	65	52	43	36	33	29	26
	25g	410	273	205	164	135	103	82	68	57	51	45	41
	40g	690	460	345	276	228	173	138	114	97	86	76	69
	120g	2050	1367	1025	820	677	513	410	338	287	256	226	210
	330g	5740	3829	2870	2296	1894	1435	1148	947	804	718	631	574

例えば6mLカートリッジの場合・・・

- ✓ Rf=0.8・0.5・0.3の成分は、それぞれ7.5mL・12mL・19.8mL付近でカラム出口からフラクション回収
- ✓ 6mL時点から1mLずつ回収すれば、Rf=0.5～1.0の成分をある程度分けることができる
→難しい場合はカラムを連結するか粉体を高く積む。

TLCとカラムは相関していますが、溶媒の微妙な比率や温度でも変わります。
あくまでもフラクション回収の目安としてお考え下さい。