

CoreFocus

Shim-pack Scepter™ Series

取扱説明書

■はじめに

優れたカラム性能を持つ Shim-pack Scepter シリーズを安定して長期間使用するために、本取扱説明書をよくお読みの上、正しく使用してください。

■仕様

本製品の製品仕様は下記のとおりです。

製品名	化学結合基
Shim-pack Scepter C18 Shim-pack Scepter HD-C18	オクタデシル基 (C18)
Shim-pack Scepter C8	オクチル基 (C8)
Shim-pack Scepter Phenyl	フェニル基
Shim-pack Scepter PFPP	ペンタフルオロフェニル基
Shim-pack Scepter C4-300	ブチル基 (C4)

■ご使用にあたって

カラムの外観、梱包等に異常がないかを確認してください。充填剤名、粒子径、カラムサイズ等に誤りはないかを確認してください。

出荷検査レポートが同封されていることを確認してください。カラムシリアルNo.、カラム性能、検査移動相などが記載されていますので大切に保管してください。

■カラムの性能

Shim-pack Scepter シリーズは、製造にあたり厳格な品質管理を行い、安定した品質の製品をお客様にお届けしております。カラムには原則として検査時の移動相が封入されています。

移動相を置換する場合は、有機溶媒同士の混和性や塩の析出に十分ご注意ください。

■カラムの取り付け

カラムには通液方向があります。カラムラベルに表示された方向 (→) を確認して接続してください。

接続配管には内径 0.25–0.3 mm (UHPLC : 0.1–0.2 mm)、外径 1.6 mm のPEEK 製またはSUS 製チューブ (UHPLC : SUS製チューブ) を使用してください。1.9 μm 粒子充填カラムは、5 μm や 3 μm 粒子充填カラムと比べて圧力が高くなります。分析システムや接続配管の耐圧にご注意ください。一般的には、60 MPa 程度以上の耐圧を有した UHPLC 対応システムでの使用が適しています。

カラム外要因によるピーク広がりを抑えるために、配管は必要最小限の長さにするのが適当です。

カラムの接続にはメイルナットを使用してください。接続の際には、余分な空隙が生じないように気を付けてください。なお、メイルナットは下記の製品名、製品番号で入手できます。

品名	P/N	備考	耐圧
メイルナットPEEK	228-18565-84	5個入り	20 MPa
メイルナット 1.6 MN	228-16001	1個入り	130 MPa
フェルール 1.6 F	228-16000-10	1個入り	130 MPa
UHPLC フィッティング 2 S	228-56867-41	1個入り	130 MPa
Nexlock フィッティング	228-62544-90	1個入り	130 MPa

注 記 流路内の汚れや空気がカラムの中に入ると、カラムが劣化することがあります。カラムを接続する前には必ず移動相を送液し、流路を洗浄してください。

溶出の早いピークがテーリングする場合、その原因としてデッドボリウムが考えられます。カラムジョイント部分に接続配管が奥まで挿入されているか確認してください。

また、インジェクターおよび検出器への配管は、使用するカラムの内径やその分析系に適した内径、長さの配管を選択してください。特にセミマイクロカラムなどを用いて低流量で分析する場合には配管の影響が大きくなります。

■メタルフリーカラム接続時の注意

接続は必ず手締めしてください。スパナ等により必要以上に締め付けると破損する恐れがあります。配管または密栓の取り付け、取り外しは、ステンレス管ではなくエンドフィッティングを押さえた状態で行ってください。エンドフィッティングが緩むと漏れが生じる場合があります。

汎用的なフェララー一体型の接続用部品の場合、締めすぎた状態で使用するとフリット部分が破損する場合があります。カラム接続にはフェラールがない Nexlock の使用を推奨します。

■試料

試料はなるべく移動相と同じ組成の溶媒 (グラジエント時は初期溶媒) に溶かしてください。

移動相より溶解力の強い溶媒に溶かした試料を多量に注入すると、分離能が低下したり、カラムの入口部で試料が析出したりします。また、試料や試料溶解溶媒に含まれる塩類がカラム内で析出することがないよう、これらの移動相への混和性を確認してから注入してください。

■カラムの取り扱い

カラムを落としたり、ぶつけたりしないでください。強いショックを与えるとカラムが劣化する原因となります。

カラムは高い耐圧性を有していますが、長期間安定して使用するために以下の表に示す圧力以内で使用してください。また、使用圧力上限付近での連続使用や、急激な圧力変化はカラム寿命を低下させる要因となるためご注意ください。カラムを取り外す時は圧力計の表示が0になってから行ってください。

試料注入バルブの緩慢な操作や圧力変動の大きいオートサンプラーは、カラム入口に急激な圧力変化を与え、カラムの早期劣化につながりますので注意してください。

粒子径	カラムサイズ	上限圧力
1.9 μm	内径 2.0~3.0 mm	100 MPa
3 μm, 5 μm	内径 2.1~4.6 mm	45 MPa*
5 μm	内径 10 mm	10 MPa
	内径 20~30 mm	30 MPa
	内径 50 mm	20 MPa

*通常 30 MPa 以下で使用してください。上限圧力付近での連続使用はカラム寿命を低下させる要因となります。

移動相には水系から非水系溶媒まで使用できますが、極性が極端に異なる溶媒間の置換を繰り返すとカラム性能が低下する恐れがあります。使用可能な一般的有機溶媒は、アセトニトリル、メタノール、テトラヒドロフラン(THF)などです。なお、THF使用時はPEEK配管などの耐溶媒性にご注意ください。

溶離液のpHなどの条件によってはカラム寿命に影響する場合があります。通常は20~40℃の間で使用してください。アルカリ側で長期使用される場合は、1~10mMなど低濃度の有機系緩衝液を用い、低温(<30℃など)で使用されることをお勧めします。

Shim-pack Scepter HD-C18 は、疎水性が大きい充填剤であるため、有機溶媒比率が低い移動相への置換、平衡化が難しい場合があります。有機溶媒比率は、メタノール：15%以上、より極性が低い有機溶媒：10%以上を目安としてください。また、メタノール/水系からアセトニトリル/水系への置換でアセトニトリルの組成比が20%以下では保持時間やピーク形状に異常が発生する場合があります。このような場合は60%アセトニトリル水溶液で一旦置換した後、移動相に置換してください。

製品名	使用pH範囲	上限温度	
Shim-pack Scepter C18 Shim-pack Scepter HD-C18	1.0-12.0	70 °C (pH 1-7)	50 °C (pH 7-12)
Shim-pack Scepter C8	1.0-12.0	70 °C (pH 1-7)	50 °C (pH 7-12)
Shim-pack Scepter Phenyl	1.0-10.0	50 °C	
Shim-pack Scepter PFPP	1.0-8.0	50 °C	
Shim-pack Scepter C4-300	1.0-10.0	90 °C (pH 1-7)	50 °C (pH 7-10)

■分取カラムの取り扱い

分取カラムでカラム温度をかけると移動相の温度が不均一になり、ピークのブロードニングやピーク割れなどの異常が生じる場合があります。加温して使用される場合は、移動相のプレヒートを行うことを推奨します。

■カラムの流量

流量は、下記のリストを参考にしてください。

粒子径	カラム内径	推奨流量範囲
1.9 μm	2.0/2.1 mm	0.2 ~ 0.8 mL/min
	3.0 mm	0.4 ~ 1.6 mL/min
3 μm, 5 μm	2.1 mm	~0.2 mL/min
	3.0 mm	~0.4 mL/min
	4.6 mm	~1.0 mL/min

・分取カラムを使用する場合、移動相の流量が通常の分析カラムに比べてかなり多くなりますので、流路の配管もそれに応じて、内径0.8mmもしくは1.0mmのものをお使いください。

流量が多くなると、サンプル注入時のバルブの切り替えで一時的に流路が閉ざされるために、カラムに負担がかかり、カラムの劣化の原因となります。出来ればインジェクターにバイパスを付けることを推奨します。

■UHPLCカラム使用時のシステム上の注意

システム流路における試料の拡散(カラム外拡散)は、カラム性能に大きく影響します。特に内径2mmのカラムを用いる場合は、下記に示すように分析システムの使用環境を最適化してください。

- 1) インジェクタ~カラム間、カラム~検出器間の配管はできるだけ短く、内径の小さい(0.15mm以下)ものを用いるとともに、接続部分に空隙が生じないようにご注意ください。
- 2) 検出器のフローセルはセミマイクロ用もしくはマイクロ用などの低容量タイプをご使用ください。サンプルループを最小化してください。

検出器のレスポンスやデータ処理装置のデータサンプリング速度は、1ピークあたり10データポイント以上となるようピーク幅に応じて最適化してください。1.9 μm カラムを用いたUHPLC分析の場合、保持が短くシャープなピークに対応できるよう、レスポンスは0.1 sec以下、データサンプリング速度は10 points/sec以上を目安としてください。

■カラムの目詰まり等

圧力上昇やピーク割れの原因としては、カラム入口のフィルターの目詰まりや汚れが考えられます。

- ・移動相は 0.2 μm 以下のメンブランフィルターなどでろ過してから使用してください。
- ・ポンプとインジェクター間にゴーストラップDSを装着すると効果的です。
- ・試料液は、メンブランフィルター (0.2 μm) などでもろ過してから注入してください。
- ・ガードカラムを用いると本カラムの目詰まりを防止できます。

ベースラインドリフトおよびノイズの原因として、溶存空気によるポンプ動作不良、UV検出器使用時の光量低下、高温分析における気泡発生、溶媒純度などが考えられます。

■カラムの洗浄

一般にカラムは以下の方法で洗浄してください。

- ・移動相に緩衝液や塩を含まない場合は、移動相を構成する有機溶媒の濃度を高めて、カラムに残存する保持の大きな物質を洗浄してください。有機溶媒は 100% まで使用できます。特に脂溶性の高い成分が吸着している場合、THFを添加すると効果的な場合があります。
- ・移動相に緩衝液や塩を含む場合は、これらを含まない水/有機溶媒混合液(移動相と同等比率)に一旦置換した後、上記と同様に洗浄してください。50 mM 程度の緩衝液や塩であれば、60% アセトニトリル水溶液に直接置換できます。
- ・pH限界付近で使用後、水のみで洗浄するとカラム劣化を引き起こす場合があります。前述の水/有機溶媒混合液や 60% アセトニトリル水溶液で洗浄してください。
- ・タンパク質や多糖類などの高分子化合物がカラムに吸着した場合、洗浄により除去することは一般的に困難です。これらを含む試料や夾雑物の多い試料の場合、あらかじめ前処理を行う、もしくはガードカラムの使用することを推奨します。

■カラムの保管

逆相カラムで緩衝塩やイオンペア剤などを含む移動相を使用した場合は、塩を除いた移動相により十分洗浄してください。長期保管時、メタノール等で置換してから保管してください。

保管する場合は付属のプラグで密栓をして、温度変化が小さく、湿気の少ない涼しい清浄な暗所に保管してください。

■テクニカルサポート

Shim-pack Scepterシリーズは厳しい品質管理のもとで製造、検査、包装、出荷されておりますが、万一不具合がございましたら、下記の窓口までご連絡ください。

ただし、寿命に関する内容、および前記取り扱い注意事項に従わないで使用して劣化したものにつきましては、保証いたしかねます。

島津シーエルシー

東日本営業課

住所：東京都台東区浅草橋5-20-8 CSタワー5F

TEL：03-5835-0120 FAX：03-5835-0124

西日本営業課

住所：大阪市東淀川区東中島1-18-22

新大阪丸ビル別館9F

TEL：06-6328-2255 FAX：06-6328-2277

<https://solutions.shimadzu.co.jp/glc/>

gssupport@glc.shimadzu.co.jp