

Shim-pack

Scepter Diol-HILIC

取扱説明書

■はじめに

優れたカラム性能を持つShim-pack Scepter Diol-HILIC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 Diol-HILIC	ジヒドロキシプロピル基

■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 Diol-HILIC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 - 0.3mm (UHPLC : 0.1 - 0.2 mm)、外径1.6mm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せん。

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ュームが考えられます。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。

汎用的なフェラル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ルがないNexlockの使用を推奨します。

エンドフィッティング内部の部品破損の場合は、保証(交換)の対象外となります。

■カラムの取り扱い

カラムを落としたり、ぶつい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*

*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。圧力はカラム長、カラム温度、有機溶媒の種類等によって異なるため、流速を適宜調整してください。

カラムの使用pHおよび使用温度は以下の範囲を目安としてください。

使用pH範囲	使用温度範囲	
2.0-10.0	常用温度 (推奨) 20~40°C	上限温度 50°C

※カラム寿命は、使用pHのほか、温度や移動相組成などの条件により大きく異なります。一般的に、カラム温度、緩衝液や添加剤の濃度は高いほど、有機溶媒濃度は低いほど、カラム寿命を低下させる要因となります。

※アルカリ側で長期使用される場合は、5~10 mMなど低濃度緩衝液を用い、低温 (<30°Cなど) で分析されることをお勧めします。

■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 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

■移動相溶媒の選択

移動相は、アセトニトリル/水または緩衝液 (90/10~60/40程度(v/v)) がもっとも適しており、その他に下記に示す一般的な水溶性有機溶媒が使用可能です。HILIC分離では、逆相分離とは反対に、移動相の極性を下げることで、および有機溶媒濃度を上げることで保持が増大します。充填剤表面に安定した水和層を形成させ分離再現性を高めるため、少なくとも3%以上の水溶液を含む移動相を使用してください。

[使用可能溶媒と溶媒強度 (溶出力低~高)]

テトラヒドロフラン (THF) <アセトニトリル<2-プロパノール<エタノール<メタノール<水

※THF使用時はPEEK配管などの耐溶媒性にご注意ください。

移動相として使用する緩衝液は、酢酸アンモニウム緩衝液もしくはギ酸アンモニウム緩衝液が適しています。塩濃度は移動相全体に対して10~20 mM程度を目安とし、分離や溶解性に応じて5~200 mMの範囲で調整してください。

グラジエント溶出を行う場合、分析中の塩濃度が一定となるよう各移動相組成を調整してください。移動相の使用前および置換時に塩類の析出がないことを十分確認してください。リン酸塩など有機溶媒への溶解性が低い塩の使用は避けてください。

■試料

試料はできるだけ初期移動相と同一組成の溶媒に溶解してください。移動相よりも溶出力の高い溶媒に溶解した場合は、ピークがブロードになり分離能や再現性が低下することがあります。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に、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が目詰まりや汚れが考えられます。

- 移動相は0.45 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 (0.2~0.45 μm) などで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。

■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2 mm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（0.15 mm以下）の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。また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。

■カラムの洗浄

一般にカラムは以下の方法で洗浄してください。

- アセトニトリル/水（50/50）など、移動相よりも溶出力の高い有機溶媒/水の混合液を通液し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。水比率は50%程度が適していますが、さらに洗浄が必要な場合はアセトニトリル/水(5/95)を通液してください。
- 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、あらかじめ固相抽出等により前処理（クリーンアップ）を行うことをお勧めします。

■カラムの保管

カラムを長期間保管する場合には、出荷時の封入溶媒のアセトニトリル/水（90/10）で置換してください。緩衝液や塩類を含む移動相を使用する場合は、塩が析出しないよう置換手順にご注意ください。

■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/>

gsupport@glc.shimadzu.co.jp