

CoreFocus

Shim-pack™ GIS Series

取扱説明書

■ はじめに

Shim-pack GISシリーズは、高純度シリカゲル母体充填剤を充填したHPLC用カラムです。

優れたカラム性能を持つ Shim-pack GIS 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。

■ 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。充填剤ロットNo.、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 GIS シリーズは、母体シリカゲルの検査から化学修飾後の検査、充填後のカラム性能検査までを弊社独自の厳しい規格のもとで行っていますので、常に同じ品質が得られ、安心してご使用になれます。Shim-pack GIS シリーズの仕様について、それぞれのカラムの修飾基、細孔径、比表面積、炭素含有量およびエンドキャッピングの有無は下記になります。

カラム	修飾基	細孔径 (nm)	比表面積 (m ² /g)	炭素含有量 (%)	エンドキャッピング
Shim-pack GIS C18	オクタデシルシリル基	10	450	15	○
Shim-pack GIS C18-P	オクタデシルシリル基			29	×
Shim-pack GIS RP-Shield	極性基内包型オクタデシルシリル基			9	×
Shim-pack GIS C8-L	オクチル基			5	○
Shim-pack GIS CN	シアノプロピル基			14	×
Shim-pack GIS SIL	-			-	×
Shim-pack GIS HILIC	ジオール基			20	×

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

分離タイプ	カラム	出荷溶媒
逆相	Shim-pack GIS C18 ^{*1}	Water : Acetonitrile = 35/65(v/v)
	Shim-pack GIS C18-P ^{*1}	
	Shim-pack GIS RP-Shield ^{*1}	
	Shim-pack GIS C8-L ^{*1}	
順相	Shim-pack GIS CN	n-Hexane : Ethanol = 98/2(v/v)
	Shim-pack GIS SIL	n-Hexane : Ethanol = 95/5(v/v)
HILIC	Shim-pack GIS HILIC ^{*2}	Water : Acetonitrile = 5/95 (v/v)

*1：下記のカラムの出荷溶媒は Water : Acetonitrile = 50/50 (v/v) となります。

- ・ 内径 4.0 mm以下 & 全粒子径 & 長さ 50 mm 未満
- ・ 内径 4.6 mm & 粒子径 4, 5 μm & 長さ 50 mm 未満
- ・ GIS C18 & 全内径 & 粒子径 2 μm & 長さ 50 mm 以下
- ・ GIS C8-L & 長さ 50 mm 以下
- ・ GIS C18-P & 内径4.6 mm & 粒子径 3 μm & 長さ50 mm 未満

*2：下記のカラムの出荷溶媒は異なります。

- Water : Acetonitrile = 2/98 (v/v)
- ・ 内径3.0 mm以下&長さ100 mm
- Acetonitrile = 100
- ・ 内径4.6 mm以下 & 長さ 75 mm以下
- ・ 内径6.0 mm以上 & 長さ 50 mm以下

互いに混合しない順相条件の移動相から逆相条件の移動相への変更は、両方の移動相に混和する2-プロパノールやジオキサンなどの中間極性溶媒を通常カラム容量の10倍以上(内径4.6 mm、長さ150mmの場合、約25 mL)流してから置換してください。なお、中間極性溶媒は圧力が高くなりますので、流量を調整して通液してください。

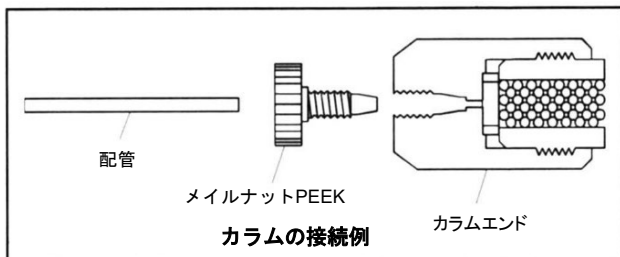
注 記

順相分析用途として使用履歴のある Shim-pack GIS CN および GIS SIL カラムに逆相条件の移動相を用いる際は、あらかじめ十分に溶液置換をした後、分析を開始してください。また、逆相条件の移動相を用いた後は、充填剤細孔内部の水や緩衝塩などを置換するのに非常に時間がかかります。置換が不十分な状態で順相分析を行なった場合、溶出順序や保持時間が大幅に変わることがありますので、順相分析用途カラムと逆相分析用途カラムはそれぞれ専用品をご用意することをおすすめします。

■ 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の場合は 0.1 - 0.2 mm)、外径 1.6 mm の PEEK 製または SUS 製チューブ (UHPLCの場合は SUS 製チューブのみ) を使用してください。ただし、テトラヒドロフラン(THF)、クロロホルム、濃硫酸、濃硝酸、ジクロロ酢酸、アセトン、ジクロロメタン、ジメチルスルホキシド (DMSO)、ヘキサフルオロイソプロパノール (HFIP) などのフッ素系有機溶媒を使用する際には 接液部材質の耐溶媒性を確認し、PEEK 製チューブの使用を控えてください。
- カラム外要因によるピークの広がりを抑えるために、配管は必要最小限の長さにしてください。
- カラムの接続にはメイルナットおよびフィッティング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、メイルナットおよびフィッティングは下記の製品名、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 フィッティングキット	228-45717-01	2個入り	35 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



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あらかじめ移動相を送液し、装置流路内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。
- メイルナットを必要以上に強く締めつけないでください。
- 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。

■ 試料

試料は移動相と同じ組成の溶媒 (グラジエント溶離時は初期溶媒) に溶かすことを推奨します。移動相より溶出力の高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する場合があります。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、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の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。なお、ゴーストラップDSは下記の製品名、製品番号で入手できます。

品名	P/N	内容(数量)	サイズ	内部容量	耐圧
ゴーストラップDS	228-59921-92	カートリッジ (2個) ホルダー (1個)	7.6 mm I.D. ×30 mm	約 700 μL	35 MPa
	228-59921-94	カートリッジ (2個) ホルダー (1個)	4.0 mm I.D. ×20 mm	約 150 μL	
ゴーストラップDS-HP	228-59931-91	バックドタイプ (1本)	2.1 mm I.D. ×30 mm	約 60 μL	100 MPa

*検出器に質量分析計を用いる場合は、本製品由来のブリードノイズが生じる場合があるため、本製品の使用を控えて下さい。また、イオンペア試薬を用いた分析では、イオンペア試薬が本製品に保持され、保持時間やピーク形状に影響を与える場合があります。

- 試料は、メンブランフィルター (0.2 - 0.45 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 for UHPLC や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。ベースラインドリフトおよびノイズが発生した際、カラムを洗浄しても改善が見られない場合は、装置や分析条件等の見直しをご検討ください。

■ カラムの取り扱い

- カラムを落としたり、ぶつけないでください。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。
- カラムの推奨移動相 pH 範囲は、pH 2 - 7.5 です。推奨よりも移動相 pH が高い場合はシリカゲルが溶解し、pH が低い場合は結合相が加水分解され、カラムの早期劣化につながります。
- カラムの使用上限温度は 60°C (上記の使用 pH 範囲内での使用時) です。ただし、常用温度である 20 - 40°C を超えた温度での使用は、移動相条件によってはカラムの劣化を早める場合がありますので、ご注意ください。
- カラムは高压スラリー法にて充填されているため、高い耐圧性を示しますが、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。

製品	推奨最大使用圧力
粒子径 3 μm 以上のカラム	20 MPa
粒子径 3 μm の HP シリーズカラム	50 MPa
粒子径 2 μm のカラム (C18のみ)	80 MPa

- カラムを取り外す前に、必ず装置圧力計の表示が 0 MPa になっていることを確認してください。
- 急激な圧力変動はカラムの早期劣化につながります。試料注入バルブの緩慢な動作は避けてください。分取カラムのご使用時は、インジェクター部にバイパスを付けることをお勧めします。

- 分析開始時に、化合物の保持時間の再現性不良、ベースラインのドリフト、ノイズ等がある場合は、カラムの平衡化が十分でない可能性があります。分析に使用する移動相を用いて、カラム容量の5倍程度以上を目安に通液するなど、改善がみられるまで送液することを推奨します。改善が見られない場合は、装置や分析条件等の見直しをご検討ください。

■ 分取カラムの流量

最適流量は、下記の通りです。使用される移動相によっては圧力がかかりますので、20 MPa 以下でのご使用を推奨します。ただし、内径が100 mm* の場合は 10 MPa 以下でお使い下さい。

* 内径 100 mm のカラムをお求めの際は ■テクニカルサポートの窓口（島津ジーエルシー）までお問い合わせください。

内径	最適流量範囲
7.6 mm	2 - 4 mL/min
8.0 mm	2 - 4 mL/min
10 mm	3 - 5 mL/min
14 mm	5 - 10 mL/min
20 mm	10 - 20 mL/min
30 mm	20 - 45 mL/min
50 mm	60 - 130 mL/min

- 移動相の流量が、通常の分析カラムに比べて多くなるので、流路の配管もそれに応じて、内径が 0.8 mm もしくは 1.0 mm のものをお使い下さい。
- 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。インジェクター部にバイパスを付けることをお勧めします。

■ 内径の小さいカラムや粒子径の小さいカラムを使用したUHPLC分析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、分離性能に大きく影響します。特に内径 2.1 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) インジェクター - カラム - 検出器間の配管は内径の小さい(0.15 mm 以下)ものを用い、デッドボリュームをできるだけ小さくしてください。また、配管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。
- 3) 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、ピーク幅に応じて最適化してください。

■ カラムの洗浄と保管

- 洗浄時は塩を除いた移動相を用いてカラム容量の5倍以上を通液して十分洗浄してください。塩などの添加剤がカラム内に残存した状態で分析すると、溶出順序や保持時間が変わることがあります。

- 長期保管時はメタノールなどの100%有機溶媒や出荷封入溶媒等に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。

■ カラムの廃棄

カラムは産業廃棄物として、「廃棄物の処理及び清掃に関する法律（廃棄物処理法）」および各自治体の条例に従って処理してください。

■ テクニカルサポート

本カラムの技術的なご質問やご相談については、下記の窓口で承ります。ただし、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。

株式会社 島津ジーエルシー

本社

住所：東京都台東区浅草橋5-20-8 CSタワー5F

TEL：03-5835-0120

関西支店

住所：大阪府北区豊崎3-1-22 淀川6番館6F

TEL：06-7221-0750

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

gsupport@glc.shimadzu.co.jp