

Shim-pack

# GIST/GISSシリーズ

## 取扱説明書

### ■はじめに

優れたカラム性能を持つShim-pack GIST/GISS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。

分類	製品名	化学結合基	母体
逆相	Shim-pack GIST C18 Shim-pack GIST C18-AQ Shim-pack GISS C18	オクタデシル基 (C18)	高純度全多孔性球状シリカ
	Shim-pack GIST C8 Shim-pack GISS C8	オクチル基 (C8)	
	Shim-pack GIST Phenyl	フェニル基	
	Shim-pack GIST Phenyl-Hexyl	フェニルヘキシル基	
	Shim-pack GIST PFPF	ペンタフルオロフェニルプロピル基	
	順相	Shim-pack GIST NH2	
HILIC	Shim-pack GIST Amide	アミド基	

### ■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。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 GIST/GISSシリーズは、新規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。

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。互いに混合しない溶離液（例：順相から逆相）の置換は、イソプロパノールなどの中間極性溶媒を間に流して行います。

### ■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 - 0.3mm（UHPLC：0.1 - 0.2mm）、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。

カラム外要因によるピークお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
フェールール 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	130MPa

**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。

### ■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、カラムの入り口で試料が析出したりします。

### ■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（0.2~0.45μm）などで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。

## ■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。

カラムは高圧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。

粒子径	推奨圧力
1.9 μm, 2 μm	80 MPa以下
HP 3 μm	50 MPa以下
3 μm, 5 μm	20 MPa以下

急激な圧力変動には注意してください。

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。

カラムの使用pH範囲、使用温度は以下を参考にしてください。

製品名	使用pH範囲 (常用温度 20-40°C)	上限温度	
Shim-pack GIST C18 Shim-pack GIST C18-AQ Shim-pack GISS C18	1-10 ※1,2,3	60°C (pH 1-7)	50°C (pH 7-10)
Shim-pack GIST C8 Shim-pack GISS C8 Shim-pack GIST Phenyl-Hexyl	1-10 ※1,2,3	60°C (pH 2-7)	50°C (pH 7-9)
Shim-pack GIST Amide	2-8.5 ※2	60°C (pH 2-7)	50°C (pH 7-8.5)
Shim-pack GIST Phenyl Shim-pack GIST NH2 Shim-pack GIST PFPP	2-7.5 ※2	60°C (pH 2-7.5)	

### 注 記

- ※ 1 使用するpHや温度、移動相組成などの条件により、カラム寿命は大きく変化します。安定して長期間使用するために、カラム温度を下げ、低濃度の緩衝塩や添加剤を用い、有機溶媒を含んだ移動相で分析することをお勧めします。pH 1～2における分析は、TFA、ギ酸、酢酸、リン酸塩等の使用を推奨します。またpH 10における分析は、5mM程度の有機系緩衝液（トリエチルアミン等）の使用を推奨します。有機溶媒を含まない緩衝液だけで分析する場合には、pH 2～8の範囲で使用してください。
- ※ 2 早期劣化を防ぐために、移動相のpHは上記の範囲を超えないように注意してください。
- ※ 3 pH 1～2またはpH 9～10で使用する場合は、低温で分析することをお勧めします。また、メタノールなどの有機溶媒を含んだ移動相の使用をお勧めします。

## ■分取カラムの流量

分取カラムは、下記の点に注意してお使い下さい。

- 最適流量は、下記リストの流量範囲で得られますが、使用される移動相によっては圧力がかかりかかりますので、なるべく20MPa以下でお使い下さい。100mL.D.の場合は10MPa以下でお使い下さい。
- 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お勧めします。

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

## ■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。

NH<sub>2</sub>カラムを糖分析など逆相系溶離液で使用した場合には、水/アセトニトリル= 50/50等を通液して洗浄し、さらに水を15-30分程度通液して洗浄してください。保管時には100%アセトニトリルを30分程度通液して置換してください。また、1ヶ月以上保管する場合は、1ヶ月に1回程度アセトニトリルを通液してください。

NH<sub>2</sub>カラムを順相系移動相で用いた場合は、エタノールや2-プロパノールを通液し洗浄してください。保管時には、n-ヘキサン/2-プロパノール=90/10, v/vなどに置換して保管してください。

Amideカラムを緩衝塩が含まれる溶離液で用いた後は、親水性物質除去のために水濃度の高い移動相（水50%程度）で通液し、保管時にはアセトニトリル濃度の高い水（アセトニトリル80%以上）に置換して保管して下さい。

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 GIST/GISS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](mailto:gsupport@glc.shimadzu.co.jp)

※ 外観および仕様は改良のため、予告なく変更することがありますのでご了承ください。