

**CoreFocus**

**Shim-pack™ UC Series**

取扱説明書

■ はじめに

Shim-pack UC シリーズは、高純度シリカゲル母体充填剤を充填した超臨界流体クロマトグラフ用カラムです。超臨界流体クロマトグラフィー (SFC) は、超臨界二酸化炭素を移動相に用いた分離手法です。メタノールなど様々な極性の有機溶媒を添加することで、移動相の極性を変化させることができ、分離パターンを変化させることができます。この時、SFC分析におけるモディファイアとは添加する有機溶媒のことを指します。Shim-pack UC 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。
- 同封の出荷検査レポート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保管してください。カラムの出荷検査はHPLC条件で実施しているものがありますが、超臨界二酸化炭素と相溶性のある溶媒で置換・封入後出荷しています。

■ 各カラムの性能と仕様

Shim-pack UC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。それぞれのカラムのシリカゲルへの修飾基およびエンドキャッピングの有無、ガードカラムの有無は下記になります。

カラム	修飾基	エンドキャッピング	ガードカラム <sup>*2</sup>
Shim-pack UC-Sil <sup>*1</sup>	-	×	×
Shim-pack UC-Sil II	-	×	○
Shim-pack UC-Diol <sup>*1</sup>	ジオール基	×	×
Shim-pack UC-Diol II	ジオール基	×	○
Shim-pack UC-NH <sub>2</sub> <sup>*1</sup>	アミノプロピル基	×	×
Shim-pack UC-CN <sup>*1</sup>	シアノプロピル基	×	×
Shim-pack UC-RP <sup>*1</sup>	極性基内包型オクタデシルシリル基	×	×
Shim-pack UC-GIS II <sup>*1</sup>	オクタデシルシリル基	○	×
Shim-pack UC-ODS	オクタデシルシリル基	○	○
Shim-pack UC-Phenyl <sup>*1</sup>	フェニル基	×	×
Shim-pack UC-Amide <sup>*1</sup>	カルバモイル基	×	×
Shim-pack UC-HyP	ヒドロキシフェニル基	○	○
Shim-pack UC-Py	ピリジニル基	○	○

カラム	修飾基	エンドキャッピング	ガードカラム <sup>*2</sup>
Shim-pack UC-PBr	ベンタプロモベンジル基	○	○
Shim-pack UC-Choles	コレステリル基	○	○
Shim-pack UC-PyE	ビレニルエチル基	○	○
Shim-pack UC-Triazole	トリアゾール基	×	○
Shim-pack UC-NaE	ナフチルエチル基	○	○
Shim-pack UC-PolyBT	ポリブチレンテレフタレートコーティング	-	×
Shim-pack UC-PolyVP	ポリ(4-ビニルピリジン)基	-	×

<sup>\*1</sup> カラムサイズは内径 2.1 mm、4.6 mm のみ。

<sup>\*2</sup> ガードカラムはいずれも内径 10 mm、長さ 20 mm、粒子径 5 μm のみ。

各カラムには下記の溶媒が封入されて出荷されています。

カラム	出荷時封入溶媒
Shim-pack UC-Sil	n-ヘキサン/エタノール = 95/5
Shim-pack UC-Sil II	
Shim-pack UC-Diol	
Shim-pack UC-Diol II	n-ヘキサン/エタノール = 90/10
Shim-pack UC-NH <sub>2</sub>	n-ヘキサン/エタノール = 98/2
Shim-pack UC-CN	
Shim-pack UC-RP	
Shim-pack UC-GIS II	メタノール
Shim-pack UC-ODS	メタノール/アセトニトリル = 90/10
Shim-pack UC-Phenyl	メタノール
Shim-pack UC-Amide	
Shim-pack UC-HyP	n-ヘキサン/エタノール = 90/10
Shim-pack UC-Py	
Shim-pack UC-Triazole	
Shim-pack UC-PBr	メタノール/アセトニトリル = 90/10
Shim-pack UC-Choles	
Shim-pack UC-PyE	
Shim-pack UC-NaE	
Shim-pack UC-PolyBT	エタノール
Shim-pack UC-PolyVP	

注記

カラム封入溶媒と混和しない溶媒へ置換する場合は（例えばn-ヘキサンからメタノールへ）、両方の溶媒に混和する中間極性溶媒（エタノールや2-プロパノールなど）をカラム容量の10倍以上（150 × 4.6 mm I.D.ならば約25 mLなど）流した後に、目的の溶媒に置換してください。

■ カラムの取り付け

- カラムのラベルに表示された方向 (→) に通液します。
- カラム内径や分析条件に合った内径/長さで、接続部の外径 1.6 mm の SUS 製配管を、SUS 製メイルナット (フィッティング) を使用してカラムに接続してください。
- PEEK 製の配管、メイルナットは使用しないでください。
- カラム接続部は、フェルール先端から出る配管の長さは約 3.3 mm です。カラムを接続する配管にフェルールが固定されている場合、適合性を確認してください。

**注 記**

・ 流路内の汚れ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。あらかじめモディファイアーとして用いられる溶媒（例：メタノールなど）を送液し、装置流路内を洗浄してください。

- ・ カラムジョイント部分に接続配管を奥まで挿入し、余分な空隙が生じないようにしてメイルナット（フィッティング）で固定してください。試料が滞留すると、溶出の早いピークの形状悪化や汚染の原因になります。
- ・ 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。
- ・ カラム性能の発揮のために配管容量は最小限が適当ですが、分析条件（試料注入量が多い場合やカラム温度が高い場合など）によってはインジェクターとカラム間に一定容量が必要な場合もあります。分析系に適した配管を選択してください。
- ・ 分取カラムの場合は、高流量で配管にかかる圧力を考慮して、内径の大きめの配管を使用してください。

**注 記**

・ カラムの使用開始時はドレインに廃液できる状態（質量分析計（MS）をご使用の際は、カラムの溶出液がMSに入らない流路に変更）にし、モディファイアーとして用いられる溶媒（例：メタノールなど）をカラム容量の5倍程度以上流して洗浄してください。カラム平衡化時にベースラインが安定しない場合は、ベースラインが安定するまで送液することを推奨します。

**■ 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。
- ・ カラムを分解しないでください。
- ・ カラムの密栓は必要以上に強く締めつけないでください。
- ・ 以下の表に示す圧力・温度・pH範囲以内で使用してください。

カラム	最大耐圧	使用温度 上限	pH範囲
Shim-pack UC-PolyBT	30 MPa	40°C	2-7.5 <sup>*4</sup>
Shim-pack UC-PolyVP			
上記以外	粒子径3 μm : 50 MPa <sup>*3</sup>	50°C	
	粒子径5 μm (I.D. 2.1-10 mm) : 30 MPa 粒子径5 μm (I.D. 20-28 mm) : 23 MPa		

<sup>\*3</sup> 「KHK/JAIMA S 0901」に適合するために、内径4.6 mmのカラムは35 MPa以下でご使用ください。

<sup>\*4</sup> pH 7-7.5 の範囲で使用の場合、25°C以下での使用を推奨

- ・ カラムを取り外す時は、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からカラムを取り外してください。圧力がかかったままで接続部分を緩めると、装置内の炭酸ガスや溶媒が噴出し大変危険です。また、炭酸ガスの気化膨張に伴いカラムが急冷されますので、カラム内のシール材が変形して充填剤の漏れを引き起こすおそれがあります。
- ・ 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。

- ・ 分析対象がイオン性化合物の場合、モディファイアーに添加剤を加えることによりピーク形状や分析再現性が向上します。
- ・ UC-RP, UC-GIS II, UC-Phenyl, UC-CN, UC-Diol, UC-Sil, UC-Amide, UC-NH2 を使用する場合は、テトラヒドロフラン (THF)、ヘキサフルオロイソプロパノール (HFIP) および トリフルオロエタノール (TFE) をモディファイアーに用いることは避けてください。
- ・ UC-PolyVPカラムは、無添加条件でも分析可能ですが、ピーク形状がすぐれない場合、ギ酸アンモニウム、酢酸アンモニウムをモディファイアーに加えます。（酸性モディファイアーの使用で保持挙動が大きく変わり、塩基性モディファイアーの通液で保持挙動が元に戻ります。）
- ・ UC-PolyBTカラムは、モディファイアーには酢酸エチルやテトラヒドロフラン (THF) も使用できますが、ヘキサフルオロイソプロパノール (HFIP) および トリフルオロエタノール (TFE) を用いることは避けてください。

**■ カラムの洗浄と保管**

- ・ 添加剤を除いた有機溶媒でカラム容量の10倍以上洗浄してください。添加剤が残存した状態で、無添加条件で分析すると、溶出順序や保持時間が変わることがあります。
- ・ メタノールやエタノールに置換してください。（長期保管のときは、出荷時有機溶媒への置換を推奨します。）
- ・ 付属のプラグで密栓をし、温度変化が小さく、湿気の少ない涼しい清潔な暗所に保管してください。

**■ 試料**

試料は非極性溶媒（例：ヘキサン、クロロホルム）への溶解が推奨されます。試料が溶解しない場合、非極性溶媒と極性溶媒との混液（例：ヘキサン/2-プロパノール、クロロホルム/メタノール）やモディファイアーとして用いられる溶媒（例：メタノールなど）に溶解してください。なお、水を含むような高極性試料を大量に注入すると、分離能が低下したり、カラムの入口部で試料が析出することがあります。

**■ 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の目詰まりや汚れが考えられます。

- ・ モディファイアーは 0.45 μm 以下のメンブランフィルターなどでろ過することを推奨します。
- ・ 試料液は、メンブランフィルター (0.2 ~ 0.45 μm) などろ過してから注入してください。

## ■ テクニカルサポート

Shim-pack UC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

#### 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 FAX：03-5835-0124

#### 関西支店

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](mailto:gssupport@glc.shimadzu.co.jp)