

CoreFocus

Shim-pack Scepter™ Series [逆相カラム] Shim-pack Scepter Claris Series [逆相カラム]

取扱説明書

■はじめに

Shim-pack Scepter Series / Shim-pack Scepter Claris Series は有機シリカハイブリッド基材を採用したカラムです。本取扱説明書の対象はShim-pack Scepter Series / Shim-pack Scepter Claris Series の逆相モードカラムです。優れたカラム性能を持つ Shim-pack Scepter Series / Shim-pack Scepter Claris Series 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。

■カラムの仕様

Shim-pack Scepter Series / Shim-pack Scepter Claris Series 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。なお、原則として、カラムの出荷時封入溶媒は 100% アセトニトリルです。Shim-pack Scepter Series / Shim-pack Scepter Claris Series 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表の通りです。

■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 : 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。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PEEK 製チューブを使用しないでください。
- 1.9 μ m 粒子充填カラムは、5 μ m や 3 μ m 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は、短く、内径の小さい配管を選択することが有効です。
- カラムの接続にはメイルナットもしくは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。カラムの接続についてはシステムガイドなど、LCシステムの取扱説明書も併せて参照してください。
- メイルナットもしくはフィッティングは下記の製品名、製品番号(P/N)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
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。

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
Scepter C18-120 / Scepter Claris C18-120	オクタデシルシリル基	12	360	20	○
Scepter C18-300 / Scepter Claris C18-300		30	N.D.	N.D.	○
Scepter HD-C18-80 / Scepter Claris HD-C18-80		8	430	25	○
Scepter C8-120 / Scepter Claris C8-120	オクチル基	12	360	17	○
Scepter Phenyl-120 / Scepter Claris Phenyl-120	フェニルブチル基		360	17	○
Scepter PFPP-120 / Scepter Claris PFPP-120	ペンタフルオロフェニル基		360	15	×
Scepter C4-300 / Scepter Claris C4-300	ブチル基	30	N.D.	N.D.	○

- 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。目安としてフェルールの先端から配管が5 mm程度出た状態で締結し、取り外したときにフェルールの先端から配管が2~3 mm出た状態であれば正常です。
- インジェクター - カラム - 検出器間の配管は、使用するカラムの内径やその分析系に適した内径、長さのもの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。

■カラムハードウェアについて、および、メタルフリーカラム使用時の注意点

Shim-pack Scepter Series および Shim-pack Scepter Claris Series には全部で3種類のカラムハードウェアがあります。それぞれの製品名とそれに付随するカラムハードウェアは下表の通りです。

製品名	カラムハードウェア
Shim-pack Scepter Series	ステンレス
Shim-pack Scepter Series [Metal free]	ステンレス (外側) と PEEK (内側) の2重管
Shim-pack Scepter Claris Series	イナート分析向けコーティング処理済みステンレス

Shim-pack Scepter Series [Metal free] の使用時は以下の点にご注意ください。

- 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カラムエンドを押さえた状態で行ってください。カラムエンドが緩むと漏れが生じる場合があります。
- 汎用的なフェルル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ルールがないピークライニング配管の使用を推奨します。
- カラムエンド内部の部品破損の場合は、保証(交換)の対象外となります。

詳しくはShim-pack Scepter Series [Metal free] 購入時にカラム箱に付属の[カラム接続時のご注意]、もしくは、下記 URL/QRコードからご確認ください。

参照：[カラム接続時のご注意]

https://www.an.shimadzu.co.jp/hplc/consumables/shimpack_scepter.pdf



■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下表に示す圧力以下で使用してください。なお、上限圧力はカラムハードウェアに限らず共通です。また、上限圧力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。

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

* 常用耐圧は30 MPaです。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。
- 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もご検討ください。
- カラムの使用 pH および使用温度範囲は以下の範囲を目安としてください。使用 pH 限界付近では10%以上の有機溶媒を含む移動相を使用してください。使用 pH 限界付近では、温度や移動相組成などの条件によってカラム寿命が短くなる場合があります。

製品名	使用pH範囲	推奨使用温度範囲	
		常用温度	上限温度
Scepter C18-120 Scepter Claris C18-120	1-12	20 - 40 °C	90°C (pH 1-7) 50°C* (pH 7-12)
Scepter C18-300 Scepter Claris C18-300			
Scepter HD-C18-80 Scepter Claris HD-C18-80			
Scepter C8-120 Scepter Claris C8-120			
Scepter Phenyl-120 Scepter Claris Phenyl-120	1-10	50 °C*	90°C (pH 1-7) 50°C* (pH 7-12)
Scepter PFPP-120 Scepter Claris PFPP-120	1-8		
Scepter C4-300 Scepter Claris C4-300	1-10		

* pH7以上で使用する場合、推奨上限温度の50°Cを超えた使用は可能ですが、使用温度が高くなるほど劣化の速度は速くなります。

注 記

移動相にイオンペア試薬を用いた分析に使用したカラムは、イオンペア試薬を用いていない分析のカラムと比較して、溶出順序・保持時間・ピーク形状などが大きく変わることがあります。イオンペア試薬の使用履歴のあるカラムは、イオンペア試薬専用カラムとするなど専用化して使用することをおすすめします。

■移動相溶媒の選択

- 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。ただし、THF 使用時は流路に使用する配管などの材質の耐溶媒性にご注意ください。

注 記

互いに混合しない水系溶媒から非水系溶媒への変更は、両方の溶媒に混和するイソ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(150×4.6mmI.D.ならば約25mL)を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半分に落として通液するなど、圧力に注意して置換してください。

- 移動相の 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 °C の間で使用してください。アルカリ条件下で長期使用される場合は、1 - 10 mM など低濃度の有機系緩衝液を用い、低温 (< 30°C など) で使用することを推奨します。
- Shim-pack Scepter HD-C18 は、疎水性が大きい充填剤のため、有機溶媒比率が低い移動相への置換や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、使用する移動相に置換してください。

■カラムの流量

推奨流量範囲は下表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
5 μm	10 mm	~5.0 mL/min
	20 mm	~20.0 mL/min
	30 mm	~42.0 mL/min

■分取カラムの取り扱い

- 分取カラムの加温により、移動相の温度が不均一になることで、ピーク形状の悪化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。
- 流路の配管は移動相流量に合わせて、内径が 0.5 mm - 1.0 mm のものをご使用ください。
- 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ます。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(グラジエント溶離時は初期溶媒)に溶かしてください。移動相より溶解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-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	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 mmID ×30 mm	35 MPa
	228-59921-94	カートリッジ (2個) ホルダー (1個)	4.0 mmID ×20 mm	
ゴーストラップDS-HP	228-59931-91	パックドタイプ (1本)	2.1 mmID ×30 mm	100 MPa

*質量分析計を検出器とした場合、本製品由来のブリードノイズが生じる場合がありますので、ご使用にならないでください。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。
 - * ガードカラムはカートリッジタイプのカラムで、分析用カラムとは別売りです。なお、[Metal free] 用のカートリッジカラムや Shim-pack Scepter Claris と同様のコーティング処理を施したカートリッジカラムは取り扱いをしております。また、カートリッジカラムを使用する際は別売りのカートリッジホルダーが必要です。分析用 (3 μm, 5 μm)、高速分析用 (1.9 μm)、分取用の3種のカラムホルダーの中から、使用するカートリッジカラムの用途、長さ、内径などに合わせて選択ください。
- 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もご検討ください。

■内径の小さいカラムや粒子径の小さいカラムの使用した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、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) インジェクター - カラム - 検出器間の配管は内径の小さい(0.15 mm 以下)のものを用い、デッドボリウ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。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

一般にカラムは以下の方法で洗浄してください。洗浄および置換の際の通液量はカラム容量の5倍以上が目安です。

- ・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やイオンペア剤などを含む移動相を使用した場合は、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。この時、塩が析出しないよう置換手順にはご注意ください。
- ・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。
- ・長期間保管時は、出荷時の封入溶媒の 100% アセトニトリルで置換してください。水系溶媒比率の高い状態でカラムを保管するとカラムが劣化しやすくなります。
- ・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

Shim-pack Scepter Series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。

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：大阪市北区豊崎3-1-22 淀川6番館6F

TEL：06-7221-0750

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

gsupport@glc.shimadzu.co.jp