

**CoreFocus**

**Shim-pack Scepter™ Diol-HILIC-120**  
**Shim-pack Scepter Claris Diol-HILIC-120**

取扱説明書

■はじめに

Shim-pack Scepter Diol-HILIC-120 / Shim-pack Scepter Claris Diol-HILIC-120 は有機シリカハイブリッド基材にジヒドロキシプロピル基を結合させた親水性相互作用クロマトグラフィー (Hydrophilic Interaction Chromatography: HILIC) 用カラムです。

優れたカラム性能を持つ Shim-pack Scepter Diol-HILIC-120 / Shim-pack Scepter Claris Diol-HILIC-120 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 Scepter Diol-HILIC-120 / Shim-pack Scepter Claris Diol-HILIC-120 は、製造にあたり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。なお、原則として、カラムの出荷時封入溶媒はアセトニトリル：水 = 90 / 10 (v/v) です。Shim-pack Scepter の仕様について、それぞれのカラムの修飾基、細孔径、比表面積およびエンドキャッピングの有無は下記になります。

製品名	修飾基	細孔径 (nm)	比表面積 (m <sup>2</sup> /g)	エンドキャッピング
Scepter Diol-HILIC-120 / Scepter Claris Diol-HILIC-120	ジヒドロキシプロピル基	12	360	No

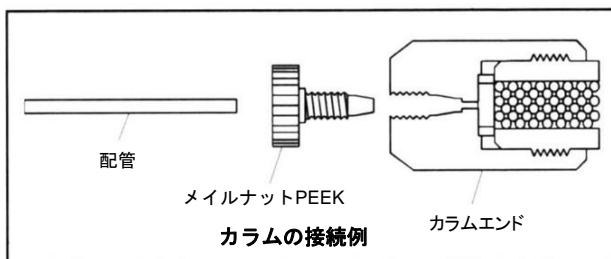
■カラムの取り付け

- 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。一方、本カラムはHILIC分析向けカラムであり、アセトニトリル/水または緩衝液との組み合わせでの使用を想定しておりますが、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 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。なお、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
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2S	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。目安としてフェルール先端から出る配管の長さは約 2.4 mm です。
- インジェクター - カラム - 検出器間への配管は、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。

## ■ 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 Diol-HILIC-120 および Shim-pack Scepter Claris Diol-HILIC-120 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を以下の表に示します。

製品名	カラムハードウェア
Shim-pack Scepter Diol-HILIC-120	ステンレス
Shim-pack Scepter Diol-HILIC-120 [Metal free]	ステンレス (外側) と PEEK (内側) の2重管
Shim-pack Scepter Claris Diol-HILIC-120	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 Diol-HILIC-120 [Metal free] の使用時は以下をご確認の上、注意して取扱ください。

- 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。
- 汎用的なフェラ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ラーがないピーククリー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 Diol-HILIC-120 [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](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。

粒子径	カラムサイズ <sup>*1</sup>	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 <sup>*2</sup>

<sup>\*1</sup> 上記リストにないカラムをお求めの際は p3 下記に記載の窓口 (島津ジーエルシー) までお問い合わせください。

<sup>\*2</sup> 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もご検討ください。
- 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	推奨使用温度範囲	
	常用温度	上限温度
2.0 - 10.0	20 - 40 °C	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。

## ■ 移動相溶媒の選択

- 本カラム使用時の移動相は、アセトニトリル/水または緩衝液 (90/10-60/40 程度 (v/v)) が最も適しており、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、および有機溶媒濃度を上げるにより保持が増大します。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% 以上の水系溶媒を含む移動相を使用してください。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。

[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、用いる検出器や分離・溶解性に応じて 5 - 200 mM の範囲で調整してください。
- グラジエント分離を行う場合、分析中の塩濃度が一定となるよう各移動相組成を調整することを推奨します。
- 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。特に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。
- 水系溶媒比率の推奨上限は 50% 程度です。

## ■ 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。なお、下記の推奨流量範囲はアセトニトリル/水または緩衝液との組み合わせでの使用時の目安になります。

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

## ■ 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。移動相よりも溶出力の高い溶媒に溶解した場合、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、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トラップDSを装着すると効果的です。なお、ゴーストトラップ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
ゴーストトラップDS	228-59921-92	カートリッジ(2個) ホルダー(1個)	7.6 mmIDx 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 mmIDx 20 mm	約 150 μL	
ゴーストトラップDS-HP	228-59931-91	パックドタイプ(1本)	2.1 mmIDx 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ります。そのため、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、本体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扱いをしておりません。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(3μm, 5μm)、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、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。
- 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流量はカラム容量の5倍以上が目安です。

- ・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。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。洗浄時に、カラムに残存する保持の大きな物質を溶出したい場合は、アセトニトリル：水 = 50 / 50 (v/v) 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ください。水比率の推奨上限は 50% 程度ですが、さらに洗浄が必要な場合はアセトニトリル：水 = 5 / 95 (v/v) 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)を行い、ガードカラムを使用することをお勧めします。
- ・長期間保管時は、出荷時の封入溶媒のアセトニトリル：水 = 90 / 10 (v/v) 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、以下の窓口で承ります。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。

### ⊕ 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 FAX：03-5835-0124

#### 関西支店

住所：大阪府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/>  
gsupport@glc.shimadzu.co.jp