

# High Performance Packed Column for High Performance Liquid Chromatograph

**Shim-pack**

## CLC Series

### Instruction Manual

#### ■ Introduction

The Shimadzu Shim-pack "CLC" Series of columns are 6 mm *i.d.* × 15 cm long stainless steel tubes packed with totally porous, spherical silica particles (5 μm particle diameter 100 Å pore diameter) with chemically modified surfaces. This series has been designed for analytical separations.

This silica packing are fully end-capped to suppress residual silanol-group influences.

The CLC series consists of seven types of stationary phase groups as shown in Table 1.

#### ■ Operating Care

- Mobile phase flow in the direction indicated on the column label only.
- Maximum usable pressure is 350 kg/cm<sup>2</sup>; lower pressures (≤ 150 kg/cm<sup>2</sup>) result in longer lifetime at high efficiency.
- To protect the chemically modified silica surface do not use solutions of lower than pH 2 or higher than pH 7.5.
- Do not subject to shock such as from dropping, etc.
- Dust particles in mobile phase or sample solution lead to plugging at the column inlet filter or at the top of column bed. Filter the mobile phase and sample solution prior to use, if necessary.

#### ■ Column Performance

Column test report and chromatogram are included. Guaranteed efficiency in terms of theoretical plate numbers is shown in Table 1.

#### ■ Column Connection

- Tubing kit available for column connection is listed in the following table.

Item Name	P/N	Comments
Column connector kit ASSY	228-17943-92	Ferrule 1.6 F × 2 Male nut 1.6 MN × 2

- Observe the appropriate connection method as illustrated in the Figure.

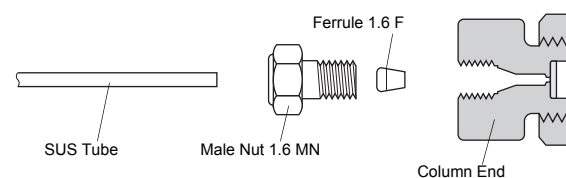


Fig.1 : Column Connection

- Do not overtighten as this will result in damage to the fittings.

#### ■ Mobile Phase Solvent

<CLC-ODS, -C<sub>8</sub>, -TMS, -Phenyl>

- A polar organic solvent (e.g., methanol, acetonitrile, etc.) and an aqueous buffer are commonly used as a mobile phase. For the separation of ionic substances, appropriate adjustment of pH and/or addition of salts and/or counter ions may result in improved elution times and peak shapes. Recommended are  
Salt: Potassium dihydrogen phosphate  
Counter ion (acidic samples): tetrabutylammonium ions  
Counter ion (basic samples): pentanesulphonic ions

**NOTE:** Make sure mobile phase pH is within the specified usable range.

- To elute strongly adsorbed substances more rapidly, employ a stronger non-polar solvent of either an isocratic or binary composition (eg., addition of tetrahydrofuran to methanol/water brings earlier elution).

<CLC-CN, -NH<sub>2</sub>>

Reversed Phase Applications

- Same as in ODS, etc.

Normal Phase Applications

- n-Hexane, chloroform, etc. are commonly used as mobile phase solvents. To speed up elution, add an increased proportion of iso-propanol or ethanol to the mobile phase.
- Before use in normal phase, wash the column with isopropanol as the column is shipped with an aqueous medium prefill. (On washing, maintain the flow rate at less than 0.5 mL/min to avoid high pressure across the column.)

Ion Exchange Applications [CLC-NH<sub>2</sub>]

- A mixture of phosphate buffer and organic solvents, such as methanol or acetonitrile, is commonly used.

<CLC-SIL>

- The column is employed in normal phase separation.
- n-Hexane, chloroform, etc. are commonly used as mobile phase solvents. To speed up elution, add an increased proportion of isopropanol or ethanol to the mobile phase.

#### ■ Maintenance of Column

<General Precautions>

- For long term storage wash the column and fill it with appropriate solvent followed by plugs to seal the column.
- If an abnormally high pressure is observed disconnect the column and observe pressure drop indicating the column is at fault. In many cases, plugging occurs at the inlet filter (Filters of inlet and outlet are 2 μm). Wash the filters in a ultrasonic bath after disassembly of the column ends.
- For washing, set flow rate at 0.5 mL/min or less to avoid over pressure.

<CLC-ODS, -C<sub>8</sub>, -TMS, -Phenyl>

- After use, wash with methanol then store with plugged ends to prevent evaporation.
- If salts were added to the mobile phase, first wash with water sufficiently, then store as described above.
- However, if amines, such as trimethylamine or tetrabutyl ammonium, were added to the mobile phase, wash with a mixture of methanol 50/0.05 % phosphoric acid 50, then with methanol. Do not pump with water only.
- For removing adsorbed matter from the column top, use a wash solvent having strong dissolving power such as tetrahydrofuran or chloroform, etc.

<CLC-CN, -NH<sub>2</sub>>

In the Case of Reversed Phase

- Same as in the case of CLC-ODS, etc.

In the Case of Normal Phase

- Store filled with the ordinal normal phase solvent.
- For removing adsorbed polar matter from the column top, wash with isopropanol, etc.
- In case of sugar analysis by CLC-NH<sub>2</sub>, wash with a mixture of acetonitrile 50/water 50 and store with a mixture of acetonitrile 70/water 30.

In the Case of Anion Exchange

- Wash out the salt from the mobile phase by a water/acetonitrile mixture (same composition as mobile phase, but no salt), then store with a mixture of water 30/acetonitrile 70.

<CLC-SIL>

- Store with the same solvent as the mobile phase.
- For removing adsorbed polar matter from the column top, wash with isopropanol, etc.

#### ■ Technical Support

It is the customer's responsibility to develop and validate analytical conditions for a particular application. However, Shimadzu offers technical support by e-mail and phone for customers who need help.

Write specific questions to [analytic@group.shimadzu.co.jp](mailto:analytic@group.shimadzu.co.jp) or call your local representative.

Table 1

Column Description	P/N	Stationary Phase	Separation Mode	Guaranteed Minimum Theoretical Plates	Shipping and Storage Solvent Prefill
Shim-pack CLC-SIL	228-00807-91	silica	adsorption	8,000	n-Hexane 99.5/Isopropanol 0.5
Shim-pack CLC-ODS	228-00808-91	octadecyl group	reversed phase	9,000	70 % Methanol
Shim-pack CLC-C <sub>8</sub>	228-00809-91	octyl group	reversed phase	9,000	70 % Methanol
Shim-pack CLC-TMS	228-00810-91	trimethyl group	reversed phase	9,000	60 % Methanol
Shim-pack CLC-CN	228-00811-91	cyanopropyl group	reversed phase (normal phase)	9,000	60 % Methanol
Shim-pack CLC-Phenyl	228-00812-91	phenyl group	reversed phase	9,000	60 % Methanol
Shim-pack CLC-NH <sub>2</sub>	228-16725-91	aminopropyl group	reversed phase (normal phase) (ion exchange)	3,000	75 % Acetonitrile

\* The contents of this instruction sheet are subject to change without notice.

■はじめに

Shim-pack CLC シリーズは、全多孔性球状シリカゲル（直径 5 μm、細孔径 100 Å）に各種固定相を安定に化学結合させた充てん剤を内径 6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に充てんした分析用カラムです。

Shim-pack CLC シリーズでは、残存シラノール基の影響を抑えるため、充分なエンドキャップ処理が行われています。

Shim-pack CLC シリーズには、表 1 の 7 種類があります。

■ご使用にあたって

- カラムには、移動相の流れの方向（FLOW）が表示されていますので逆方向には流さないでください。
- カラムの最高使用圧は、350 kg/cm<sup>2</sup> ですが、長期間安定して使用するために、できるだけ低い圧力（150 kg/cm<sup>2</sup> 以下）で使用してください。
- 移動相の使用可能 pH 範囲は、2 ~ 7.5 です。
- カラムには床に落とすなどの衝撃を与えないよう注意してください。
- 移動相、試料溶液はあらかじめ、メンブランフィルタなどを使用してろ過した後使用することをおすすめします。移動相または試料溶液中の浮遊物はカラム上部のフィルタの目詰まりやカラム充てん剤上部の目詰まりの原因になり、カラム寿命の低下につながります。

■カラムの品質保証

このカラムには、検査成績書と検査クロマトグラムがついています。  
保証理論段数は、表 1 のとおりです。

■カラムの接続

- この充てんカラムには、以下のようなカラム接続ジョイント類が必要です。

品名	P/N	備考
カラムコネクタキット	228-17943-92	フェールール 1.6 F ×2 メイルナット 1.6 MN ×2

- 充てんカラムを装置に取り付ける前に、接続ジョイントをカラムの両端に接続してください。

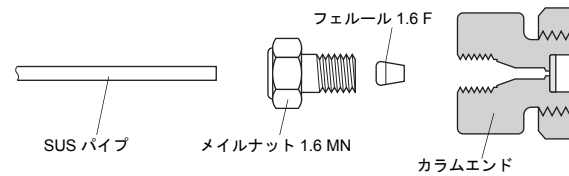


図 1：カラムの接続

この場合、必要以上に強く締めないでください。無理な締め付けはジョイント部の破損につながります。

■移動相溶媒

< CLC-ODS, -C<sub>8</sub>, -TMS, -Phenyl >

- 逆相クロマトグラフィーで一般に使用される水 / メタノール、水 / アセトニトリル混合液が基本になります。
- イオン性物質の分析では、りん酸二水素カリウムなどの塩類の添加、pH 調整、カウンターイオン（たとえば酸性物質には、テトラブチルアンモニウムイオン、塩基性物質には、ペンタンスルホン酸イオン）の添加によって保持をコントロールすることができます。ただし、使用可能 pH 範囲に充分留意してください。
- メタノールやアセトニトリルだけでも溶出しにくいきわめて極性の低い物質は、メタノールやアセトニトリルにテトラヒドロフランやクロロホルムを添加すると溶出することができます。

< CLC-CN, -NH<sub>2</sub> >

逆相モードのとき

- CLC-ODS などと同様に使用してください。

順相モードのとき

- n-ヘキサン、クロロホルムなどを使い、成分の溶出を早めるためには、イソプロパノール、エタノールなどを添加します。
- 出荷時には水系溶媒が封入されています。順相で使用するときは、一度イソプロパノールで洗浄してください。（このとき、流量は必ず 0.5 mL/min 以下に設定してください。）

陰イオン交換モードのとき [CLC-NH<sub>2</sub>]

- りん酸緩衝液と、アセトニトリル、メタノールの混合液などを使用します。

< CLC-SIL >

- n-ヘキサン、クロロホルムなどを使い、成分の溶出を早めるためには、イソプロパノール、エタノールなどを添加します。

■カラムの保守

- カラムを装置から外し保管するときは、必ず両端に栓をして、温度変化の少ない場所で保管してください。
- カラム圧が上昇したときは、まずカラムを取り外しカラム入口までに抵抗がかかっていないか調べてください。カラム自身の抵抗の増大は、多くの場合入口フィルタの詰まりが原因です。（フィルタは、入口、出口とも 2 μm です。）前記の洗浄を行っても回復しないときは、カラムエンドを外しフィルタ（カラムエンドに埋め込まれています）を超音波洗浄してください。
- カラムを洗浄するときは、流量を 0.5 mL/min 以下に設定することをおすすめします。

< CLC-ODS, -C<sub>8</sub>, -TMS, -Phenyl >

- 使用後は、メタノールで洗浄、保管してください。
- 移動相に塩類を添加したときは、まず水で塩類を充分洗い流してから上記の方法で保管してください。
- ただし、トリエチルアミンやテトラブチルアンモニウムイオンなどのアミン類を移動相に添加したときは、メタノール / 0.05 % りん酸水溶液 50/50 程度の混合液で洗浄した後、メタノール洗浄してください。（水だけを流さないでください。）
- 充てん剤に強く保持されている非極性物質を除去するには、テトラヒドロフラン、クロロホルムなどの溶解性の大きい溶媒で洗浄してください。

< CLC-CN, NH<sub>2</sub> >

逆相モードのとき

- CLC-ODS などと同様です。

順相モードのとき

- 移動相で保管してください。
- 充てん剤に強く保持されている極性物質を除去するには、イソプロパノールなどで洗浄してください。
- CLC-NH<sub>2</sub> を糖分析に使用するときは、アセトニトリル / 水 50/50 混合液で洗浄後、アセトニトリル / 水 70/30 で保管してください。

陰イオン交換モードのとき (CLC-NH<sub>2</sub>)

- 水 / アセトニトリル混合溶媒（使用したアセトニトリルの混合比にする）で塩類を流し出し、アセトニトリル / 水 70/30 で保管してください。

< CLC-SIL >

- 移動相で保管してください。
- 充てん剤に強く保持されている極性物質を除去するには、イソプロパノールなどで洗浄してください。（ただし、吸着活性が若干低下することがあります。）

■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。

島津分析コールセンター

フリーダイヤル ☎ 0120-131691  
e-mail : analytic@group.shimadzu.co.jp

表 1

カラム名称	P/N	固定相	分離モード	保証理論段数	装てん溶媒
Shim-pack CLC-SIL	228-00807-91	シリカ	吸着	8,000	n-ヘキサン 99.5/ イソプロパノール 0.5
Shim-pack CLC-ODS	228-00808-91	オクタデシル基	逆相	9,000	70% メタノール
Shim-pack CLC-C <sub>8</sub>	228-00809-91	オクチル基	逆相	9,000	70% メタノール
Shim-pack CLC-TMS	228-00810-91	トリメチル基	逆相	9,000	60% メタノール
Shim-pack CLC-CN	228-00811-91	シアノプロピル基	逆相 順相	9,000	60% メタノール
Shim-pack CLC-Phenyl	228-00812-91	フェニル基	逆相	9,000	60% メタノール
Shim-pack CLC-NH <sub>2</sub>	228-16725-91	アミノプロピル基	逆相 順相 イオン交換	3,000	75% アセトニトリル

※ 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。