

High Performance Packed Column for HPLC

CoreFocus

Shim-pack PREP Series

INSTRUCTION MANUAL

1. Introductions

- Shim-pack "PREP" series of columns are 20 mm I.D. x 250 mm long stainless steel tubes packed with totally porous, irregular-shaped silica particles (particle size: 15 μ m, pore size: 10 nm) with chemically modified surfaces. This series has been designed exclusively for preparative LC.
- The silica packing is fully end-capped to suppress residual silanol-group influences.

2. Operating Care

- Mobile phase flow in the direction indicated on the column label only.
- Maximum pressure is 25 MPa. Lower pressures (up to 15 MPa) result in a 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.
- Take care not to apply shocks to the column, such as dropping it on the floor.
- It is recommended to filter the mobile phase and sample solution with a membrane filter or similar beforehand. Contaminants in the mobile phase or sample solution may lead to clogging of the filter at the column's top or clogging of the packing material, resulting in a reduced lifespan of the column.

3. Selection of Mobile Phase

<PREP-ODS, -C8, -TMS>

- 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 as follows:

Salt: Potassium biphosphate

Counter ion (acidic samples): tetrabutylammonium ions

Counter ion (basic samples): pentanesulphonic ions

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

- Non-polar substances that do not elute with only methanol or acetonitrile may be eluted by adding tetrahydrofuran or chloroform to methanol or acetonitrile.

<PREP-NH₂>

Reversed Phase Applications

Please use it in the same way as PREP-ODS.

Normal Phase Applications

N-hexane, chloroform, etc. are used, and isopropanol, ethanol, etc. are added to speed up the elution of the compounds.

At the time of shipment, an aqueous solvent is enclosed, so when using it in normal phase, please wash it with isopropanol once. (At this time, be sure to set the flow rate to 2 mL/min or less.)

Anion Exchange Applications

Use a mixture of phosphate buffer, acetonitrile, and methanol.

<PREP-SIL>

N-hexane, chloroform, etc. are used, and isopropanol, ethanol, etc. are added to stop the elution of components.

Column	P/N	Functional group	Guaranteed minimum theoretical plates	Shipping solvent
Shim-pack PREP-SIL	228-00814-91	-	4000	n-Hexane/ethanol = 90/10
Shim-pack PREP-ODS	228-00815-91	Octadecyl group	5000	85% Methanol
Shim-pack PREP-C8	228-00816-91	Octyl group	5000	70% Methanol
Shim-pack PREP-TMS	228-00817-91	Trimethyl group	5000	60% Methanol
Shim-pack PREP-NH ₂	228-17879-91	Aminopropyl group	4000	65% Acetonitrile

4. Maintenance of Column

<General Precautions>

- When removing the column for storage, always seal both ends and store it in a place with minimal temperature fluctuations.
- If the column pressure increases, first remove the column and check for any resistance up to the column inlet. An increase in the column's own resistance is often caused by a blockage in the inlet filter (both the inlet and outlet filters are 2 µm).
- When washing the column, it is recommended to set the flow rate to 2 mL/min or lower.

<PREP-ODS, -C8, -TMS>

- After use, wash and store with methanol.
- If salts have been added to the mobile phase, thoroughly rinse the salts with water first, then store using the above method.
- If amines such as triethylamine or tetra-n-butylammonium have been added to the mobile phase, wash with a methanol/0.5% phosphoric acid solution mixture (50/50, v/v) and then with methanol. (Do not rinse with water only.)
- To remove non-polar substances strongly retained by the packing material, wash with highly soluble solvents such as tetrahydrofuran or chloroform.

<PREP-CN, -NH₂>

In the case of reversed phase mode

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

In the case of normal phase mode

- Ensure to enclose and store the mobile phase.
- To eliminate polar compounds that are strongly held by the packing, wash using isopropanol or similar solvents.
- For sugar analysis, wash with a 50/50 (v/v) mixture of acetonitrile and water, and subsequently store in a 70/30 (v/v) mixture of acetonitrile and water.

In the case of anion exchange mode

Flush a water/acetonitrile mixed solvent with the same organic solvent ratio as the mobile phase to wash out the salts. Then store it in a 70/30 (v/v) mixture of acetonitrile and water.

<PREP-SIL>

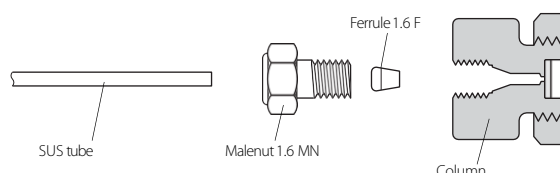
- Store with the same solvent as the mobile phase.
- For removing adsorbed polar compounds from the column, wash with isopropanol, etc.

5. Column Connection

- For installing the column with stainless steel piping, the following connection parts are required.

Product	P/N	Qty.
Malenut 1.6 MN	228-16001	2
Ferrule 1.6 F	228-16000	2

- Connect the column as illustrated in the figure below. Be careful not to tighten it too much.



6. Disposal Precautions

Separate the column from general industrial or household waste and dispose of it in accordance with local government regulations.

7. Technical Support

If you encounter any performance defects, please contact your local Shimadzu sales office for assistance. However, please note that we cannot guarantee the lifetime of the columns, nor can we accept any claims when performance has degraded due to non-compliance with the operation procedures outlined above, or as a result of normal aging.

*Please note that the appearance, specifications, and the contents of this instruction sheet are subject to change without notice.

High Performance Packed Column for HPLC

CoreFocus

Shim-pack PREPシリーズ

取扱説明書

1. はじめに

- Shim-pack PREP シリーズは、全多孔性破砕状シリカ(15 µm、細孔径10 nm)に各種固定相を安定に化学結合させた充填剤を内径20 mm、長さ250 mmのステンレス管に充填した分取用カラムです。
- Shim-pack PERPシリーズでは、残存シラノール基の影響を抑えるため、エンドキャップ処理が行われています。

2. ご使用にあたって

- カラムには、移動相の流れの方向 (FLOW) が表示してあり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、25 MPaですが、長期間安定にご使用いただくためにはできるだけ低い圧力(15 MPa以下)でご使用ください。
- 移動相の使用可能pH範囲は、2~7.5です。
- カラムは床に落とすなどの衝撃を与えないようご注意ください。
- 移動相、試料溶液はあらかじめ、メンブランフィルターなどを用いてろ過した後使用することをおすすめします。移動相、あるいは試料溶液中の浮遊物はカラム上部のフィルターの目づまり、あるいはカラム充填剤上部の目づまりの原因となり、カラム寿命の低下につながります。

3. 移動相について

〈PREP-ODS、-C8、-TMS〉

- 逆相クロマトグラフィーで一般に用いられる水/メタノール/水/アセトニトリル混合液が基本となります。
- イオン性物質の分析では、リン酸二水素カリウムなどの塩類の添加、pH調整、さらにはカウンターイオン(たとえば塩基性試料には、ペンタンスルホン酸イオン)の添加により保持をコントロールすることができます。ただし、この際使用可能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溶出しにくい極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させることができます場合があります。

〈PREP-NH₂〉

逆相モードの場合

- PREP-ODSなどと同様にご使用ください。

順送モードの場合

- n-ヘキサン、クロロホルムなどを用い、成分の溶出を早めるために、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ので順相でお使いの際には、一度イソプロパノールで洗浄してください。(この時、流量は必ず2 mL/min以下に設定してください)

陰イオン交換モードの場合

- リン酸緩衝液とアセトニトリル、メタノールの混合液などを用います。

〈PREP-SIL〉

- n-ヘキサン、クロロホルムなどを用い、成分の溶出をはやめるためにイソプロパノール、エタノールなどを添加します。

カラム名称	P/N	官能基	保証理論段数	封入溶媒
Shim-pack PREP-SIL	228-00814-91	なし	4000	n-ヘキサン/エタノール=90/10
Shim-pack PREP-ODS	228-00815-91	オクタデシル基	5000	85%メタノール
Shim-pack PREP-C8	228-00816-91	オクチル基	5000	70%メタノール
Shim-pack PREP-TMS	228-00817-91	トリメチル基	5000	60%メタノール
Shim-pack PREP-NH ₂	228-17879-91	アミノプロピル基	4000	65%アセトニトリル

4. カラムの保守について

- カラムを装置よりはずし保管する場合は、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時は、まずカラムを取りはず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ーのつまりが原因です。（フィルターは、入口、出口とも2 μ mです。）
- カラムを洗浄する際は、流量を2mL/min以下に設定されることをおすすめします。

〈PREP-ODS、-C8、-TMS〉

- 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場合は、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などのアミン類を移動相に添加した場合は、メタノール/0.5%リン酸水溶液=50/50(v/v)の混合液で洗浄した後、メタノールで洗浄してください。（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。

〈PREP-NH₂〉

逆相モードの場合

- PREP-ODSなどと同様です。

順相モードの場合

- 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。
- 糖分析にご使用の場合は、アセトニトリル/水=50/50(v/v)の混合液で洗浄後、アセトニトリル/水=70/30(v/v)で保管してください。

陰イオン交換モードの場合

- 水/アセトニトリル混合溶媒（移動相と同じ有機溶媒混合比）で塩類を流し出し、アセトニトリル/水=70/30(v/v)で保管してください。

〈PREP-SIL〉

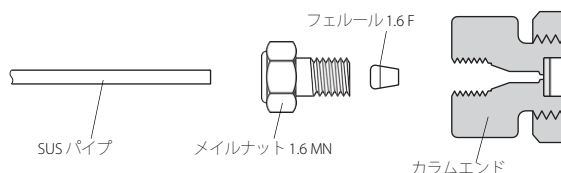
- 移動相で保管してください。
- 充てん剤に強く保持されている極性物質を除去するには、イソプロパノールなどで洗浄してください。（ただし、吸着活性が若干低下することがあります。）

5. カラムの接続について

- この充てんカラムの接続には、以下に示すカラム接続部品が必要です。

品名	P/N	個数
メイルナット 1.6 MN	228-16001	2
フェルール 1.6 F	228-16000	2

- カラムの接続は下図のように行ってください。このとき、必要以上に強く締め過ぎないでください。



6. カラムの廃棄について

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。

7. 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。

島津分析コールセンター

電話番号 : 0120-131691（フリーダイヤル）
075-813-1691

E-mailアドレス : analytic@group.shimadzu.co.jp

* 受付時間は平日9:00~12:00、13:00~17:00

（土日祝日、当社休業日は休ませていただきます。）

※ 本取扱説明書および製品の外観は予告なく変更することがありますので、ご了承ください。