

取扱説明書

はじめに

Shim-pack IC-C4 は、イオン性官能基を有するポリマーゲルを充てん剤としたイオンクロマトグラフィー用カラムです。リチウム、ナトリウム、カリウムなどのアルカリ金属イオン、カルシウム、マグネシウムなどのアルカリ土類金属イオン、アンモニウムなどの陽イオンの分析に使用します。

Shim-pack IC-C4 は、陽イオン交換クロマトグラフィーを分離モードとした分析用カラムで、ノンサブレッサ方式のイオンクロマトグラフィーに最適化したカラムです。

Shim-pack IC-C4 のガードカラムには Shim-pack IC-GC4 を使用してください。

仕様

● 充てん剤

項目	内容
基材	ポリメタクリレートゲル
イオン交換基	カルボキシル基
粒径	7 μm

● カラム管

材質
PEEK (ポリエーテルエーテルケトン) 樹脂

● 分析用カラム

P/N	品名	形状
228-41616-91	Shim-pack IC-C4	150 × 4.6 mm i.d.

● 使用条件

条件	内容
圧力 (損失)	差圧として 6.5 MPa 以下
温度	最高 50 °C (常用 40 °C)
流量	最大 1.2 mL/min (常用 1.0 mL/min)

カラムの性能

Shim-pack IC-C4 は製品ごとに品質検査された後に出荷されています。その結果は検査成績書にまとめられ、製品パッケージの中に添付されています。

出荷時における各製品は以下の規格を満たしています。ただし、この規格は、本カラムが適用できるすべての化合物に対して、保持時間やピーク形状を保証するものではありません。

品名	規格	条件
IC-C4	$T_r = 15 \sim 20$ min (Ca) $N > 5,000$ (K) 分離度 2.0 以上 (Na/NH ₄)	移動相: 2.5 mM しゅう酸水溶液 流量: 1.0 mL/min 温度: 40 °C 検出: 電気伝導度 試料: Li 0.5 μg/mL Na, NH ₄ 2 μg/mL K, Mg, Ca 5 μg/mL 注入量: 50 μL 注入

注記 化合物の溶出時間およびピーク形状は使用状態によって変化します。本カラムを使用して分析法を開発、検証するときは、あらかじめカラムが規格を満たしていることを確認してください。

カラムの取り付け

本シリーズのカラムを装置に取り付ける際には、以下の点に留意してください。

- 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、外径 1.6 mm の PEEK 製チューブを使用してください。カラム外要因によるピークの広がりを抑えるために、配管は必要以上に長くしないでください。
- カラムの接続には付属の PEEK 製メイルナットを使用してください。接続するときは、余分な空隙が生じないように気をつけてください。なお、予備の PEEK 製メイルナットは以下の製品名、製品番号で入手できます。

品名	P/N	備考
メイルナット PEEK	228-18565-84	5 個入り

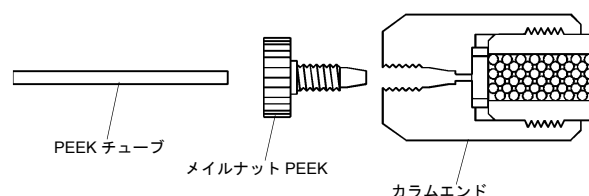


図 1: カラムの接続図

- ガードカラムは下図のようにインジェクタと分析用カラムの間に取り付けます。接続には付属の PEEK 製メイルナットを使用してください。

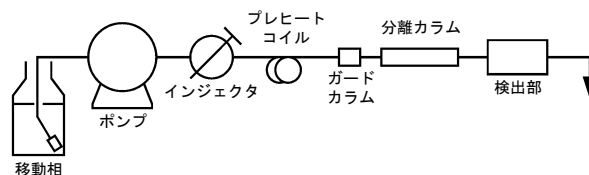


図 2: 流路図

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必ず移動相を送液し、流路を洗浄してください。

■移動相溶媒

本シリーズのカラムでは、基本的に酸の水溶液を移動相に使用します。酸にはしゅう酸のほか、硫酸、硝酸、りん酸などや緩衝液も使用できます。

標準の移動相は 2.5 mmol/L しゅう酸水溶液です。

移動相中の水素イオン濃度が高いほど陽イオンが早く溶出しますので、必要に応じて酸の濃度を変化させ、陽イオンの保持を調整できます。

なお、本カラムに使用できる移動相の pH は約 2～9 の範囲です。

移動相にはメタノールまたはアセトニトリルを 5% 以下の濃度で含有させることができます。

移動相を調製するときは、以下の点に留意してください。

- 移動相の調製に使用する試薬には試薬特級またはそれに準ずるグレード以上のもの、水や有機溶媒には HPLC 用またはそれに準ずるグレード以上のものを使用してください。試薬中の不純物が分析に影響するときは、試薬を変更することで改善できることがあります。
- 移動相や洗浄液中の不溶性物質を除去するため、あらかじめメンブランフィルタ (0.2～0.45 μm) でろ過した後、通液してください。浮遊物があるときはカラムの目詰まりの原因になります。

■試料

本シリーズのカラムに注入できる試料は pH 2～9 の水溶液です。ただし、5% 以下の濃度であれば、水と混和する有機溶媒を含有していてもかまいません。これらの範囲を超えるときは、水で希釈するか、移動相に使用している酸または目的成分以外の塩基で中和します。

カラムに試料を注入するときは、以下の点に留意してください。

- 試料に疎水性の高い化合物や移動相中で析出またはゲル化する化合物が含まれるときは、固相抽出または液相抽出などの前処理によって、化合物を除去してください。
- 試料にたんぱく質などのイオン性高分子が含まれるときも、抽出や限外ろ過によって、同様に除去してください。
- 試料は、あらかじめメンブランフィルタ (0.2～0.45 μm) でろ過した後、注入してください。

注記 試料のろ過にはイオンクロマトグラフィー専用のメンブランフィルタを使用してください。通常のメンブランフィルタでは、フィルタに付着しているイオンによって試料が汚染されることがあります。

■カラムの取り扱い

本シリーズのカラムを使用するときは、以下の点に留意してください。

- カラムは「■仕様」の項に記載された使用条件を守って使用してください。急激な圧力変化はカラムを劣化させることがありますので、避けてください。

- カラムを取り外すときは、カラム温度が室温になっていること、圧力がかかっていないことを確認してください。
- カラムには落下などの衝撃を与えないでください。

■カラムの洗浄

本シリーズのカラムに多価の陽イオンや脂溶性物質などが吸着しますと、目的イオンの溶出時間が変化したり、ピーク形状が悪くなったりすることがあります。そのような現象が見られた場合は、ガードカラムが接続されているときにはガードカラムを取り外して回復するかどうか確認します。回復すればガードカラムだけを洗浄または交換します。回復しなければ(ガードカラムごと)通液方向を逆にして接続し、以下の手順で洗浄してください。洗浄によって回復することがあります。なお、洗浄後はカラムを元の通液方向に戻して使用してください。また、流路に洗浄液が残らないように、十分に移動相で置換してください。

<洗浄手順>

水を約 5 mL 通液し、次いで 20 mM エチレンジアミン四酢酸 2 ナトリウム水溶液とアセトニトリルの混合液 (20/1, v/v) を約 50 mL、最後に水約 5 mL を 0.5 mL/min ずつ通液する。

注記 カラムの汚染状態によっては洗浄効果が十分に現れないことがあります。使用するときは必ずガードカラムを接続し、定期的に交換するようにしてください。

■カラムの保管

本シリーズのカラムを 1 週間以上使用しないときは、カラムを装置から外し、カラム充てん剤を乾燥させないため、両端にストッププラグで栓をして、なるべく冷所で保管してください。1カ月を越えて長期間保管するようなときは、1カ月を超えない期間内に清浄な移動相でカラム内の封入液を入れ替えてください。

注記 充てん剤が一度乾燥してしまいますと再生不能になります。保管するときはカラム両端の栓をしっかりと締めてください。

■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。

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

※ 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。