

# Shimadzu High Performance Packed Column for HPLC

**Shim-pack**

## IC-SA3/-SA3(G)

### Instruction Manual

#### ■ Introduction

Shim-pack IC-SA3 is a polymer gel-based column with an anion exchange group for ion chromatography. It is a high-resolution analytical column used for the analyses of anions such as chlorate, chlorite, bromate in addition to fluoride, chloride, bromide, nitrate, nitrite, sulfate and phosphate. This column is applicable to suppressed ion chromatography. Shim-pack IC-SA3(G) is a guard column for protection of Shim-pack IC-SA3.

#### ■ Specifications

##### ● Packing

Item	Contents
Type of support	Polyvinyl alcohol resin
Ion exchanger	Quaternary ammonium group
Particle size	5 $\mu$ m

##### ● Construction Materials

Material
PEEK (polyether ether ketone)

##### ● Analytical Column

P/N	Description	Dimensions
228-41600-91	Shim-pack IC-SA3	250 mm $\times$ 4.0 mm <i>i.d.</i>

##### ● Guard Column

P/N	Description	Dimensions
228-41600-92	Shim-pack IC-SA3(G)	10 mm $\times$ 4.6 mm <i>i.d.</i>

##### ● Operational Conditions

Condition	Contents
Pressure	Max. 15 MPa
Temperature	20 - 60 °C
Flow rate	Max. 1.0 mL/min
pH	3 - 12
Organic solvent	Max. 10% either of methanol or acetonitrile

When adding an organic solvent to the mobile phase, check the specifications of the equipment including the suppressor. Note that organic solvents cannot be used with the cartridge suppressor and membrane suppressor (ICDS-40A) manufactured by Shimadzu (as of July 2023).

#### ■ Column Performance

Each Shim-pack IC-SA3 column is shipped only after strict factory inspection. The results are summarized on the performance report with the test chromatogram, which is included in the package. (It is not applicable to a guard column.) Shim-pack IC-SA3 is supposed to meet the right standard and performance as indicated below, but this does not represent a guarantee of the retention time or peak shape for every applicable samples.

**NOTE:** Compound retention times and peak shape may vary with usage. Before developing an analytical method with the column, verify that the column satisfies the above standards.

case of the sample containing silicate, a negative peak associated with silicate may be observed before fluoride. In addition, it is possible to adjust retention of carbonate and/or silicate by optimizing the mobile phase condition.

Description	Criteria	Chromatographic Conditions
IC-SA3	$N > 10,000$ ( $\text{NO}_2^-$ )	Mobile Phase: 3.6 mmol/L Sodium Carbonate Flow Rate: 0.8 mL/min Temperature: 45 °C Detection: Suppressed Electroconductivity Sample: Nitrite ion 5 $\mu$ g/mL Injection Volume: 50 $\mu$ L

#### ■ Column Installation

Consider the following points when this series of the column is installed on the system.

- The flow direction of the column is shown on the column (→). When installing the column, ensure that this flow direction matches the mobile phase flow direction.
- Use PEEK tubing with an inner diameter of 0.25 - 0.3 mm and an outer diameter of 1.6 mm. Prevent peak broadening caused by dead volume by keeping tubing lengths as short as possible. However, the pre-heating coil kit (P/N 228-45714- 91) must be set between the injector and the column.
- The column is connected with supplied PEEK Male nuts. Ensure that the fittings are connected properly to avoid creating dead volume between the tubing and the column interface. Extra nuts can be ordered by referring to the part number below.
- The guard column is installed between the injector and the analytical column. Use supplied PEEK Male nuts for the connections.

Item Name	P/N	Comment
Male nut, PEEK	228-18565-84	5/pkg

**NOTE:** The stain or air in the flow line may deteriorate the column. Before connecting the column, be sure to flow the mobile phase to flush the flow line.

#### ■ Mobile Phase Solvent

This column is generally used with sodium carbonate buffer as a mobile phase. Typical mobile phase is as follows.

3.6 mmol/L Sodium Carbonate aqueous solution.

The higher the pH and/or the concentration of carbonate ions in the mobile phase, the earlier the anions elute. Therefore, it is possible to adjust retention of anions by changing pH or carbonate concentration, if necessary. The pH range of the mobile phase should be 3-12. The mobile phase may contain up to 10 % methanol or acetonitrile. In addition, solvents should be HPLC grade or an equivalent, and the reagents should be high purity grade or an equivalent.

## ■ Sample

The sample which can be injected is an aqueous solution with pH 3-12. Water miscible organic solvents can be included in the sample, only if the concentration is less than 10 %. When the sample does not meet the requirement, it should be diluted with water or mobile phase, or performed a sample pretreatment by a solid-phase extraction. In case of samples containing organic solvents, pressure may increase. For this case, it should be diluted with water or mobile phase as well to prevent from the excessive pressure beyond the maximum limitation.

When the sample is solid which cannot be solved in water, or which is an organic solvent which is non-miscible with water, sample pretreatment must be performed to extract target ions to water. Consider the following points when injecting the sample.

- When the sample contains highly hydrophobic compounds or compounds that precipitate or gel in the mobile phase, remove them by a pretreatment such as solid phase extraction or liquid phase extraction.
- When ionic macromolecules such as proteins are included, remove them from the sample prior to analysis by extraction or ultrafiltration.
- Filter the sample through a membrane filter (0.2 - 0.45 µm) prior to injection.

**NOTE:** The filters specified to ion chromatography should be used. General use filters may contain anions and it may cause contaminate the samples.

## ■ Column Handling Precautions

Consider the following points when using the column.

- Observe the pressure, temperature, and flow rate limits given in “■ Specifications”. In particular, do not allow the pressure to exceed 70 %. The steep pressure change over the column may cause deterioration.
- Disconnect the column at room temperature without applying pressure.
- Do not shock the column by banging it or dropping it.

## ■ Flushing the Column

Some kinds of problems may be occurred such as increase of the column pressure, variation of the retention time, deterioration of peak shape and reduction of the peak area, when metal ions (including hydroxide formation etc.), multivalent anions such as proteins or hydrophobic organic compounds are adsorbed in the column. In case that these phenomena are observed, it might be ameliorable by flushing the column.

- Flushing the column is performed by the appropriate solvent selected one of the three solvents described below based on the primary factor of the contamination. Deliver the appropriate flushing solvent onto the column with the pump.
- The method of cleaning the guard column and the analytical column is the same but wash them separately.
- Place the tube from the exit of the column into a waste bottle directly in order to prevent the waste solution from flowing into the detector.
- Set the half of standard analytical flow rate or 0.5 mL/min as the flow rate for column flushing, unless otherwise specified. Column pressure may be higher depending on the contamination or flushing solvent. In case of such higher pressure, decrease the flow rate to reduce pressure under the typical pressure.
- Typical flushing period should be one to two hours. After

flushing, deliver enough of the mobile phase to wash out the flushing solvent completely.

### Flushing solvent -1

Retrailing of F<sup>-</sup> peak or diminution of PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> peak intensity.

Deliver mixture of aqueous solution containing 50 mmol/L EDTA-2Na with acetonitrile (10/1, v/v) for approximately 12 hours. (Subsequent to that, deliver the mobile phase for 15 minutes at 0.5 mL/min followed by at the analytical flow rate for around 2 hours. Then, connect to the suppressor.)

### Flushing solvent -2

For hydrophobic (multivalent electrolytic) contaminants

Deliver 10-fold concentration of the mobile phase. (Subsequent to that, deliver the mobile phase for an hour at 0.5 mL/min and then, connect to the suppressor.)

### Flushing solvent -3

For hydrophobic contaminants

Deliver 5% acetonitrile aqueous solution for 10 minutes followed by acetonitrile for an hour. (Observe the column pressure since it may increase. Subsequent to this procedure, deliver purified water for 30 minutes at 0.5 mL/min and then, the mobile phase for an hour at the same flow rate followed by connecting to the suppressor.)

100% acetonitrile is only for column flushing. For normal use, the maximum of acetonitrile is 10%. Column flushing should be performed only when it is necessary. Arbitrary flushing with different type of solvents may cause reduction of column performance or rise in pressure due to degradation of the resin. Further, these column flushing procedures may not guarantee recovery of the column performance.

**NOTE:** For suppressor system, prior to the column flushing process, place the tube from the exit of the column into a waste bottle directly in order to prevent the waste solution from flowing into the suppressor. After the flushing, deliver enough of the mobile phase to wash remaining solution before the suppressor is connected. In case that solution containing EDTA flows into a suppressor, the suppressor may be clogged.

**NOTE:** The column cannot be regenerated if it is heavily contaminated. Use the guard column and replace it at regular interval to prevent from contamination.

## ■ Column Storage

When the column is not used in a short term, disconnect it from the instrument and cap both ends with the provided stop-plugs and keep in a room under stable ambient temperature. Do not store in the place where it may be under higher temperature or the mobile phase may freeze. If column is not used and stored within one month, it is not necessary to replace the mobile phase. In case of long-time storage more than one month, it is recommended to replace the filled mobile phase into new one at regular interval.

**NOTE:** The packing material cannot be regenerated if it is completely dried. Seal both ends of the column firmly for storage dried. Seal both ends of the column firmly for storage.

## ■ 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.

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

島津高速液体クロマトグラフ用  
高性能充てんカラム

Shim-pack

## IC-SA3/-SA3(G)

## 取扱説明書

## ■はじめに

Shim-pack IC-SA3 は陰イオン交換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分析カラムです。ふっ化物イオン、塩化物イオン、臭化物イオン、硝酸イオン、亜硝酸イオン、硫酸イオン、りん酸イオンなどの他、亜塩素酸、塩素酸、臭素酸の分析にご使用いただける、高分離タイプの陰イオン分析カラムで、サブレッサ方式のイオンクロマトグラフィーに使用します。Shim-pack IC-SA3(G) は Shim-pack IC-SA3 の保護に用いるガードカラムです。

## ■仕様

## ● 充てん剤

項目	内容
基材	ポリビニルアルコールゲル
イオン交換基	第4級アンモニウム基
粒径	5 $\mu\text{m}$

## ● 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
228-41600-91	Shim-pack IC-SA3	250 × 4.0 mm i.d.

## ● ガードカラム

P/N	品名	形状
228-41600-92	Shim-pack IC-SA3(G)	10 × 4.6 mm i.d.

## ● 使用条件

条件	内容
圧力	最大 15 MPa
温度	20 ~ 60 °C
流量	最大 1.0 mL/min
pH	3 ~ 12
有機溶媒	メタノール、アセトニトリルのいずれかを最大 10%

移動相に有機溶媒を添加する場合は、サブレッサを含む装置側の仕様をご確認ください。なお、島津製作所製のカートリッジ式サブレッサ、膜式サブレッサ (ICDS-40A) では、有機溶媒は使用できません (2023年7月現在)。

## ■カラムの性能

Shim-pack IC-SA3 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 (ガードカラムは対象外)。

Shim-pack IC-SA3 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。

**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、検証するときには、あらかじめカラムが上記の規格を満たしていることを確認してください。

品名	規格	条件
IC-SA3	$N > 10,000$ ( $\text{NO}_2^-$ )	移動相: 3.6 mmol/L 炭酸ナトリウム水溶液 流量: 0.8 mL/min 温度: 45 °C 検出: 電気伝導度 (サブレッサ方式) 試料: 亜硝酸イオン 5 $\mu\text{g/mL}$ 注入量: 50 $\mu\text{L}$

## ■カラムの取り付け

本カラムを装置に取り付けるときは、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。ただし、インジェクタからカラムまでは、カラムオープン内での予備加熱のために 300 ~ 600 mm 程度の長さにするのが適当です。
- 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。接続の際には、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品名、部品番号で入手できます。
- ガードカラムは分析用カラムの前に取り付けます。接続には付属の PEEK 製メイルナットを使用してください。

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

**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、流路を充分洗浄してください。

## ■移動相溶媒

本カラムでは、基本的に炭酸ナトリウム緩衝液を移動相に使用します。典型的な移動相条件は次のとおりです。

3.6 mmol/L 炭酸ナトリウム水溶液

移動相中の炭酸イオン濃度が高いほど陰イオンが早く溶出するので、必要に応じて pH または炭酸塩の濃度を変化させ、陰イオンの保持を調整することができます。なお、本カラムに使用できる移動相の pH は 3 ~ 12 です。移動相にはメタノールまたはアセトニトリルを 10% 以下の濃度で含有させることができます。なお、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を使用してください。また、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。

**注記** 上記移動相条件では、移動相中の炭酸に由来するピークが亜硝酸イオンの直前に見られます。また、けい酸イオンを含む試料では、ふっ化物イオンの直前に、けい酸イオン由来の負ピークが見られます。亜硝酸イオンの微量濃度を測定するときは、吸光度検出器を併用いただくことをお勧めします。また、移動相条件を変更することで、炭酸イオン、けい酸イオンの溶出位置を調整することも可能です。

## ■試料

本カラムに注入できる試料は pH3 ～ 12 の水溶液です。10 % 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、水または移動相で希釈するか、もしくは固相抽出で前処理を行ってください。有機溶媒を含む試料では、一時的な圧力上昇が発生することがあります。このときも、水または移動相で希釈して、最大使用圧力を超えないようにしてください。試料が固体で水に溶解しないときや、水と混和しない有機溶媒に溶解しているときは、前処理によって目的イオンを水に抽出します。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  $\mu\text{m}$ ) 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陰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。特に圧力については、最大圧力の 70 % 以下の条件で使用してください。急激な圧力変化はカラムを劣化させることがあるので、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

カラムに試料中の金属イオン（水酸化物などの形態を含む）やたんぱく質などの多価陰イオン、有機物などの疎水性物質が吸着すると、カラム圧の上昇、目的イオンの保持時間の変化、ピーク形状の悪化、ピーク面積値の減少などが現れることがあります。このような現象が見られたときは、カラムの洗浄によりある程度回復することがあります。

- カラムの洗浄は、汚染の原因により以下に示した 3 種類の洗浄液のいずれかを選び、ポンプを用いて洗浄液を通過して行ってください。
- ガードカラムについても全く同じ洗浄方法を適用することができます。メインカラムとガードカラムは別々に洗浄してください。
- 洗浄液をカラム通過するときは、特に指定の無い場合は分析時と同じ「順方向」で通過してください。
- カラム出口から出た洗浄液は検出器などに流れないように、廃液びんへ直接配管を接続するなどの処置を行ってください。
- 洗浄時の流量は、特に指定がなければ分析時の流量の半分としてください。カラムの汚染や洗浄液の種類によってはカラム圧が高くなる場合がありますが、そのような場合は流量を下げても圧力を超えないようにしてください。

- 洗浄時間は、通常 1 ～ 2 時間程度としてください。洗浄後は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。

### 洗浄液 -1: $\text{F}^-$ のテーリングや、 $\text{PO}_4^{3-}$ が小さくなったとき

50 mmol/L EDTA-2Na 水溶液とアセトニトリルの混合液 (10/1、v/v) を 12 時間程度通過してください。その後、移動相を 0.5 mL/min で約 15 分間、さらに分析流量で約 2 時間通過した後、サブプレッサを接続してください。

### 洗浄液 -2: 親水性物質 (多価電解質) により汚染されたとき

10 倍濃度の移動相を通過してください。その後、移動相を 0.5 mL/min で 1 時間通過した後、サブプレッサを接続してください。

### 洗浄液 -3: 疎水性物質により汚染されたとき

5% アセトニトリルを 10 分間通過後、100% アセトニトリルを 1 時間通過してください。その際、カラム圧が上がりやすいのでご注意ください。その後、精製水を 0.5 mL/min で 30 分間、移動相を同じ流速で 1 時間通過した後、サブプレッサを接続してください。

100% アセトニトリルは洗浄時だけ通過してください。使用時は最大 10% までです。カラムの洗浄は必要なときのみ実施してください。みだりに組成の異なる溶液を通過すると、充てん剤の性質に変化をもたらして性能低下や圧力上昇の原因となることがあります。なお、ここに示した洗浄方法は、カラム性能の回復を保証するものではありません。

**注 記** サブプレッサ方式の場合は、カラム洗浄液がサブプレッサに流れ込まないように、カラムの出口から廃液びんへ直接配管を接続するなどの処置を行ってから洗浄操作を実行してください。また、洗浄後はカラムに溶離液を通過し、洗浄液を十分に洗い流してからサブプレッサを接続してください。EDTA がサブプレッサに流れ込むとサブプレッサが目詰まりする可能性があります。

**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

本カラムをしばらく使用しないときは、カラムを装置から外し、両端にストッパプラグで栓をして、温度変化の少ない室内で保管してください。温度が高くなる場所や凍結の恐れのある場所では保管しないでください。1 ヶ月以内の保管のときは、封入液は移動相のままで問題ありません。1 ヶ月を超えて保管する際には、定期的に移動相により封入液の入れ換えを行ってください。

**注 記** 充てん剤は一度乾燥すると、再生できません。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](mailto: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。