

Shimadzu High Performance Packed Column for HPLC

Shim-pack
IC-SA4

Instruction Manual

■ Introduction

Shim-pack IC-SA4 is a polymer gel-based column with anion exchange group for ion chromatography. It is a high-resolution analytical column used for the analyses of anions such as fluoride, acetate, formate, chlorate, chloride, nitrite, bromide, nitrate, phosphate, sulfate and others. This column is applicable to suppressed ion chromatography.

■ Specifications

● Packing

Item	Contents
Base material	Polyvinyl alcohol resin
Ion exchanger	Quaternary ammonium group
Particle size	3.5 μm

● Column Body Material

Material
PEEK (polyether ether ketone)

● Analytical Column

P/N	Description	Dimensions
228-59500-91	Shim-pack IC-SA4	150 mm × 4.0 mm <i>i.d.</i>

● Guard Filter

P/N	Description
228-50346-01	Filter, A-356 ASSY
228-50346-02	Filter, A-701 0.5 μm Frit

● Operational Conditions

Condition	Contents
Pressure	Max. 15 MPa
Temperature	20 - 60 °C
Flow rate	Max. 1.2 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-SA4 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. Shim-pack IC-SA4 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.

Description	Criteria	Chromatographic Conditions
IC-SA4	$N > 15,000$ (SO_4^{2-})	Mobile Phase: 1.7 mmol/L Sodium Carbonate/ 5.0 mmol/L Sodium Hydrogen Carbonate Flow Rate: 0.8 mL/min Temperature: 50 °C Detection: Suppressed Electroconductivity Sample: Sulfate 5 μg/mL Injection Volume: 50 μL

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.

■ 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.
- 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 filter 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.

1.7 mmol/L Sodium Carbonate /
5.0 mmol/L Sodium Hydrogen Carbonate aqueous solution

For this mobile phase, a ten-fold concentrated solution can be made so it can be diluted 1/10 at the time of use. Vacuum degassing at a mobile phase preparation is not recommended. The excess carbonate removal may vary retention time by the resorption of carbonate. Do not sonicate the solution (to dissolve the reagent), or nitrite may be produced in the mobile phase and affects the quantitative results of nitrite. The mobile phase should be prepared just before use. Solvents should be special grade reagent 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. Filter the sample through a membrane filter (0.2 μm) prior to injection.

NOTE: Use the membrane filter specified to ion chromatography, anions on the general use filters may contaminate the sample.

■ Column Handling Precautions

Consider the following points when using the column.

- Observe the pressure, temperature, and flow rate limits given in “■ Specifications”. 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 with the direction shown on the column.
- 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 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

For tailing of F⁻ peak or reduction of PO₄³⁻ 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 hydrophilic (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 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 filter 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.

■ Technical Support

Shimadzu offers technical support for customers who need to help. Contact your local representative or a nearby Shimadzu sales office if needed.

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

取扱説明書

■ はじめに

Shim-pack IC-SA4 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、水道法準拠の水道水質分析専用開発された陰イオンクロマトグラフィー用高分離タイプの分析カラムで、サブプレッサ方式のイオンクロマトグラフィーで使用します。水質基準項目であるふっ化物イオン、塩化物イオン、亜硝酸イオン、硝酸イオン、塩素酸イオンの他、酢酸イオン、ギ酸イオン、臭化物イオン、りん酸イオン、硫酸イオンなどの同時分析にご使用いただけます。けい酸イオンとふっ化物イオンの分離が可能な移動相組成を標準としています。

■ 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	3.5 μ 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
228-59500-91	Shim-pack IC-SA4	150 mm \times 4.0 mm <i>i.d.</i>

● ガードフィルタ

P/N	品名
228-50346-01	FILTER, A-356 ASSY
228-50346-02	FILTER, A-701 0.5 μ m フリット

● 使用条件

条件	内容
圧力	最大 15 MPa
温度	20 ~ 60 $^{\circ}$ C
流量	最大 1.2 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、サブプ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プレッサ、膜式サブプレッサ (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-SA4 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。

Shim-pack IC-SA4 は以下の規格で出荷されています。ただし、本規格は本カラムが適用できるすべての化合物に対して、その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-SA4	$N > 15,000$ (SO_4^{2-})	移動相: 1.7 mmol/L 炭酸ナトリウム/ 5.0 mmol/L 炭酸水素ナトリウム混合水溶液 流量: 0.8 mL/min 温度: 50 $^{\circ}$ C 検出: 電気伝導度 (サブプレッサ方式) 試料: 硫酸イオン 5 μ g/mL 注入量: 50 μ L

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、検証する際には、予め、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。

■ カラムの取り付け

本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 mm~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。
- ガードフィルタはカラムの直前に取り付けてください。
- 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製メイルナットは下記の品名、部品番号で入手できます。

品名	部品番号	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

本カラムで使用する標準の移動相条件は次のとおりです。

1.7 mmol/L 炭酸ナトリウム /
5.0 mmol/L 炭酸水素ナトリウム 水溶液

上記移動相組成の十倍濃度原液を調製し、使用時に超純水で10倍希釈し分析用移動相を調製してください。移動相調製時に減圧脱気は行わないでください。過剰に炭酸を除去したことにより、炭酸の再吸収による濃度変化が生じ溶出時間が変化する場合があります。また、試薬溶解のために超音波洗浄器を使用しないでください。移動相中に亜硝酸イオンが生成し、微量の亜硝酸イオンの定量に影響する場合があります。移動相は要事調製してください。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じるグレード以上のものを使用してください。

■ 試料

本カラムに注入できる試料はpH 3～12の水溶液です。試料は、あらかじめ孔径 0.2 μm のメンブランフィルタでろ過した後、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。

■ カラムの取り扱いと一般注意事項

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。
- 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。
- 洗浄液をカラムに通過するときは、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、最大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: F^- のテーリングや、 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御注意ください。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のみ通過してください。カラムの洗浄は必要など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フィルタを接続し、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、カラムを装置からはずし、両端にストッププラグで栓をして、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冷蔵庫、凍結の恐れのある場所では保管しないでください。保管時の封入液は移動相のままです。一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

本カラムについての技術的なご質問やご相談については、下記窓口で承ります。

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。

⊕ 島津製作所

分析計測事業部

〒604-8511 京都市中京区西ノ京桑原町 1