

High Performance Packed Column  
for High Performance Liquid Chromatograph

Shim-pack

IC-A3/-GA3

## Instruction Manual

## ■ Introduction

Shim-pack IC-A3 is an polymer gel based column with an anion exchange group for ion chromatography. It is optimized for non-suppressed ion chromatography with high theoretical plate number and excellent selectivity, and enables the separation of many kinds of organic and inorganic anions. Shim-pack IC-GA3 is a guard column for protection of Shim-pack IC-A3.

## ■ Specifications

## ● Packing

Item	Contents
Type of support	Polyacrylate resin
Ion exchanger	Quaternary ammonium group
Particle size	5 μm

## ● Construction Materials

Material
PEEK (polyether etherketone)

## ● Analytical Column

P/N	Description	Dimensions
228-31706-91	Shim-pack IC-A3	150 × 4.0 mm <i>i.d.</i>

## ● Guard Column


P/N	Description	Dimensions
228-31706-92	Shim-pack IC-GA3	10 × 4.6 mm <i>i.d.</i>

## ● Operational Conditions

Condition	Contents
Pressure	Max. 12.0 MPa (less than 8.0 MPa is recommended)
Temperature	Max. 50 °C (40 °C is recommended)
Flow rate	Max. 1.8 mL/min (1.2 mL/min is recommended)
pH	3 - 8.5
Organic solvent	Max. 70% either of ethanol, methanol or acetonitrile

## ■ Column Performance

Each Shim-pack IC-A3 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-A3 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.

Description	Criteria	Chromatographic Conditions
IC-A3	$N > 5,000$ (NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> peak)	Mobile Phase: 8 mmol/L <i>p</i> -Hydroxy benzoic acid 3.2 mmol/L Bis-Tris 50 mmol/L Boric acid Flow Rate: 1.2 mL/min Temperature: 40 °C Detection: Non-suppressed Electroconductivity Sample: Nitrate ion 30 μg/mL Injection Volume: 10 μL injection

## ■ 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

## ■ Mobile Phase Solvent

For an anion analysis by a non-suppressed ion chromatography, aromatic carboxylic acid (phthalic acid, *p*-hydroxy benzoic acid etc.) or boric acid can be used as an mobile phase. Typical weak acidic mobile phase condition is shown as below.


- Mixture solution of 8 mmol/L *p*-hydroxy benzoic acid, 3.2 mmol/L Bis-Tris and 50 mmol/L boric acid.


The pH range of the mobile phase for this column should be 3-8.5. It is possible to adjust retention of anions by optimizing concentration of the carboxylic acid in the mobile phase, if necessary. The mobile phase may contain up to 70% either of ethanol, methanol or acetonitrile. In addition, solvents should be HPLC grade or an equivalent, and the reagents should be high purity grade or an equivalent. When impurities in the reagent influence the analysis, it might be ameliorable by changing the regent.

## ■ Sample

The sample which can be injected onto the column is an aqueous solution with pH 3-8.5. Water miscible organic solvents can be included in the sample, only if the concentration is less than 70 %. 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 can not be solved in water, or 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 highly hydrophobic compounds or compounds with which precipitation or gelation takes place in the mobile phase is included, sample pretreatment such as solid-phase or liquid-phase extraction is necessary prior to analysis.
- 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 contamination in the sample.

 **NOTE:** First time of using column  
This column filled with 70% ethanol after the inspection is shipped. Pressure may be higher with same flow rate of standard mobile phase, as viscosity of ethanol is higher than standard mobile phase. Please keep the flow rate under 1/4 of typical flow rate until they filled solvent in the column have been substituted to the mobile phase to prevent from the over-pressure in the column. It may take 30 min at the flow rate 0.2 mL/min.

## ■ Column Handling Precautions

Consider the following points when using the column.

- Observe the conditions indicated 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 ambient 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 phenomenon 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 flusing solvent onto the column with the pump.


- 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 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 multivalent ionic contaminants>  
120 mol/L potassium hydrogen phthalate in aqueous solution

<Flushing solvent -2: For hydrophobic contaminants>  
Mixture of aqueous solution containing 8 mmol/L *p*-hydroxy benzoic acid and 3.2 mmol/L Bis-Tris, with acetonitrile (1/1, v/v) Methanol can be used as a substitute for acetonitrile.


<Flushing solvent-3: For higher pressure or variation of the retention time etc.>  
Mixture of 20 mmol/L (sodium) phosphate buffer pH 2.5 containing 100 mmol/L sodium perchlorate, with ethanol (1/2,v/v). Deliver this solution in the opposite direction against the analytical flow.

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:** 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.

## ■ 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-A3/-GA3

## 取扱説明書

### ■はじめに

Shim-pack IC-A3 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カラムです。本カラムはノンザプレッサー方式のイオンクロマトグラフィーに最適化した分析用カラムで、高い理論段数と優れた分離選択性を有しており、多様な無機イオン、有機酸イオンの分離が可能です。Shim-pack IC-GA3 は Shim-pack IC-A3 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	ポリアクリレートゲル
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
228-31076-91	Shim-pack IC-A3	150 mm $\times$ 4.6 mm <i>i.d.</i>

- ガードカラム

P/N	品 名	形 状
228-31706-92	Shim-pack IC-GA3	10 mm $\times$ 4.6 mm <i>i.d.</i>

- 使用条件

条 件	内 容
圧 力	最大 12.0 MPa（常用 <8.0 MPa）
温 度	最高 50 $^{\circ}\text{C}$ （常用 40 $^{\circ}\text{C}$ ）
流 量	最大 1.8 mL/min（常用 1.2 mL/min）
pH	3 ～ 8.5
有機溶媒	エタノール、メタノール、アセトニトリルのいずれかを最大 70%

### ■カラムの性能

Shim-pack IC-A3 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、製品パッケージのなかに添付されています（ガードカラムは対象外）。

Shim-pack IC-A3 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。

品 名	規 格	条 件
IC-A3	$N > 4,000$ ( $\text{NO}_3^-$ )	移動相：8 mmol/L <i>p</i> -ヒドロキシ安息香酸 3.2 mmol/L Bis-Tris 50 mmol/L ほう酸 流 量：1.2 mL/min 温 度：40 $^{\circ}\text{C}$ 検 出：電気伝導度（ノンサプレッサ方式） 試 料：硝酸イオン 30 $\mu\text{g/mL}$ 注入量：10 $\mu\text{L}$

### ■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。なお、カラムの入り口部分に予備加熱のためプレヒートコイルキット（P/N 228-45714-91）をご使用ください。
- 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製品名、製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

### ■移動相溶媒

ノンサプレッサ型イオンクロマトグラフィーによる陰イオンの分析には一般に芳香族カルボン酸（フタル酸、*p*-ヒドロキシ安息香酸など）や、ほう酸などの弱酸の水溶液が移動相として用いられます。標準の弱酸性移動相条件は次のとおりです。

- 8 mmol/L *p*-ヒドロキシ安息香酸と 3.2 mmol/L Bis-Tris、および 50 mmol/L ほう酸の混合水溶液
- 通液することのできる移動相の pH は 3 ～ 8.5 の水溶液です。必要に応じて pH や移動相中の有機酸濃度を変化させ、陰イオンの保持を調整することができます。また、移動相にはエタノール、メタノール、アセトニトリルのいずれかを 70% 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。試薬中の不純物が分析に影響する場合は、試薬を変更することで改善することがあります。

### ■試料

本カラムに注入できる試料は pH 3 ～ 8.5 の水溶液です。70 % 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、前処理により目的イオンを水に抽出します。試料を注入するときには、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溶離液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。

**● 注 記** カラムを初めてご使用になるとき  
本カラムは、検査後にカラム封入液として 70% エタノール水を充てんして出荷しています。エタノールは移動相よりも粘性が高く、同じ流量で送液した場合には圧力が高くなります。移動相への液置換が完了するまでは、流量を分析時の 1/4 程度に低く設定し、カラムに過剰な圧力がかからないよう注意する必要があります。溶離液への置換は、流量 0.2 mL/min で 30 分間送液することで行ってください。

### ■カラムの取り扱い

本シリーズのカラムを使用するときには、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などが吸着すると、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液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。

- 洗浄液をカラム通液するときには、特に指定の無いときは分析時と同じ「順方向」で通液してください。
- 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もしくは、0.5 mL/min 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たて常用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: 多価電解質により汚染されたとき

120 mmol/L フタル酸水素カリウム水溶液

洗浄液 -2: 疎水性物質により汚染されたとき

8 mmol/L *p*-ヒドロキシ安息香酸と 3.2 mmol/L Bis-Tris を含む水溶液とアセトニトリルの混合液（1/1, v/v）アセトニトリルの代わりにメタノールも使用可能です。

洗浄液 -3: 圧力上昇、保持時間減少など

100 mmol/L 過塩素酸ナトリウムを含む 20 mmol/L りん酸（ナトリウム）緩衝液 pH 2.5 とエタノールの混合液（1/2, v/v）を、分析時の通液方向の「逆方向」から送液してください。

カラムの洗浄は必要などきにのみ実施してください。みだりに組成の異なる溶液を通液すると、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** 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。使用するときに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

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ヵ月以内の保管には封入液は移動相のままで問題有りません。1ヵ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。保管するときに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。