

## High Performance Packed Column for HPLC

**CoreFocus**

# Shim-pack IC-A1/IC-GA1

## INSTRUCTION MANUAL

### 1. Introduction

The Shim-pack IC-A1/GA1 is an ion chromatography column filled with a polymer gel that contains anionic exchange groups. The Shim-pack IC-A1 is an analytical column optimized for non-suppressed ion chromatography, designed to analyze inorganic anions and organic acid anions. This column is characterized by its wide usability of eluent pH, ranging from acidic to alkaline conditions. Shim-pack IC-GA1 is a guard column used to protect the Shim-pack IC-A1.

### 2. Specification

(Materials)

Packing material	Base material	Poly(methacrylate) gel
	Functional group	Quaternary ammonium groups
	Particle size	12.5 $\mu\text{m}$
Column body	Material	Stainless steel

(Size)

Parts Number	Product	Size
228-17733-91	Shim-pack IC-A1	100 mm x 4.6 mm I.D.
228-17734-91	Shim-pack IC-GA1	10 mm x 4.6 mm I.D.

(Condition)

Pressure	< 5.0 MPa (Less than 2.0 MPa is recommended)
Temperature	< 50°C (40°C is recommended)
Flow rate	< 20 mL/min (1.5 mL/min is recommended)
pH	2 - 11
Organic solvent	Up to 10% of either Acetonitrile or Methanol can be added.

### 3. Column Performance

At the time of shipment, each product conforms to the following specifications (excluding guard columns). Please note that these specifications do not guarantee retention time or peak shape for all compounds that can be applied to this column.

Specification	Condition
N > 2,000 ( $\text{NO}_3^-$ peak)	Eluent: 2.5 mmol/L Phthalic acid + 2.4 mmol Tris (hydroxymethyl)aminomethane + 16.2 mmol/L Boric acid solution Flow rate: 1.5 mL/min Temp.: 40°C Detection: Conductivity detector (Non suppressor) Sample: $\text{NO}_3^-$ (10 mg/L, 35 $\mu\text{L}$ injection)

**Note** Retention times and peak shape may vary with usage. Before developing an analytical method with this column, verify that the column meets the above standard specification.

### 4. Column Installation

Consider the following points when this column is installed to the LC 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. To prevent peak broadening caused by dead volume, keep tubing lengths as short as possible. To avoid temperature fluctuations, the pre-heating coil kit (P/N 228-45714-91) is set between the injector and the column.
- Use the supplied PEEK male nuts for connecting this column. Ensure that the fittings are connected properly to avoid dead volume between the tubing and the column. Extra nuts can be ordered by referring to the part number below.

Product	Part Number	Remarks
Male nut PEEK	228-18565-84	5 pcs / 1 pack

- The guard column is installed between the injector and the analytical column. Use the supplied PEEK male nuts for the connections.

### 5. Eluent

In the analysis of anions using non-suppressed ion chromatography, weak acid aqueous solutions such as aromatic carboxylic acids (phthalic acid, p-hydroxybenzoic acid, etc.) and boric acid are generally used as eluents. The standard eluent are as follows.

- 2.5 mmol/L phthalic acid and 2.4 mmol/L tris(hydroxymethyl)aminomethane
- This column can be used with eluents with a pH range of 2 to 11, allowing for analysis under basic eluent conditions. The pH and organic acid concentration in the eluent can be adjusted as needed to modify the retention of anions. Additionally, the eluent may contain either methanol or acetonitrile at concentrations up to 10%.
- Use reagents of special reagent grade or higher. For water and organic solvents, use HPLC grade or equivalent quality. If impurities in the reagents affect the analysis, changing the reagents may improve the results.

### 6. Analytical Sample

The sample which can be injected onto the column is an aqueous solution with pH 2-11. 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. 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 - 0.45µm) prior to injection.

**Note** For sample filtration, please use a membrane filter specifically designed for ion chromatography. Other membrane filters may contaminate the sample with adhered anions.

## 7. Column Handling Precautions

Consider the following points when using this column.

- Follow the conditions indicated in "Specifications". In particular, the pressure should not exceed 70%. Sudden pressure changes across 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.

## 8. Column Cleaning

Adsorption of metal ions (including hydroxides), multivalent anions such as proteins, and hydrophobic substances from organic materials onto the column can lead to increased column pressure, changes in elution times for target ions, degraded peak shapes, and reduced peak areas. In such cases, performing a column cleaning may partially restore functionality.

- Cleaning should be conducted by selecting one of the two cleaning phase below based on the cause of contamination and flushing the solution using solvent delivery pump.
- The same cleaning method applies to the guard column, but the main column and guard column should be cleaned separately.
- The cleaning phase should be flushed through the column in the same "forward" direction (→) as during analysis.
- Ensure that the eluent from the column does not flow into the detector. Connecting the piping to a waste bottle directly.
- The flow rate during cleaning should be approximately half of the analytical flow rate or 0.5 mL/min. Depending on the column's contamination or the type of cleaning solution, column pressure may increase; in such cases, reduce the flow rate to avoid exceeding the typical operating pressure.
- The cleaning time should be about 1 to 2 hours. After cleaning, thoroughly replace the cleaning solution with the eluent to ensure no cleaning solution remains in the flow path.

### Cleaning Solution 1)

When contaminated by polyvalent electrolytes:  
120 mmol/L potassium hydrogen phthalate aqueous solution.

### Cleaning Solution 2)

When contaminated by hydrophobic substances:  
A mixture of standard eluent and acetonitrile (9/1, v/v)  
(methanol can also be used instead of acetonitrile).

Perform column cleaning only when necessary. Frequent cleaning may alter the properties of the packing material, leading to performance degradation and increased pressure. Please note that the cleaning methods described here do not guarantee the restoration of column performance.

**Note** Depending on the contamination level of the column, the cleaning effect may not be sufficient. Please make sure to always connect a guard column and replace it regularly.

## 9. Column Storage

When the column is not used, disconnect it from the instrument and cap both ends with the supplied stop-plugs and storage under stable ambient temperature. Do not store in the place where it may be under higher temperature or the eluent may freeze. If column is not used and stored within one month, it is not necessary to replace the analytical eluent. In case of long-time storage more than one month, it is recommended to replace the filled eluent into new one at every month.

**Note** The packing material cannot be regenerated if it is dried. Ensure that both ends of the column are securely capped during storage.

## 10. Disposal Precautions

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

## 11. 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.

## CoreFocus

## Shim-pack IC-A1/IC-GA1

## 取扱説明書

## 1. はじめに

Shim-pack IC-A1/GA1は陰イオン交換基を有するポリマーゲルを充てんしたイオンクロマトグラフィー用カラムです。Shim-pack IC-A1はノンサプレッサ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、無機陰イオンや有機酸イオンを分析対象とし、溶離液のpHが酸性からアルカリ性の条件まで広く使用できるのが特長です。Shim-pack IC-GA1はShim-pack IC-A1の保護に用いるガードカラムです。

## 2. 仕様

(材質など)

充てん剤	基 材	ポリメタクリレートゲル
	イオン交換基	第四級アンモニウム基
	粒子径	12.5 $\mu\text{m}$
カラム管	材 質	ステンレス

(サイズ)

部品番号	品 名	サイズ
228-17733-91	Shim-pack IC-A1	100 mm x 4.6 mm I.D.
228-17734-91	Shim-pack IC-GA1	10 mm x 4.6 mm I.D.

(使用条件)

圧 力	最大5.0 MPa (常用 < 2.0 MPa)
温 度	最高50°C (常用40°C)
流 量	最大20 mL/min (常用15 mL/min)
pH	2~11
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%

## 3. カラムの性能について

出荷時における各製品は以下の規格を満たしています (ガードカラムは対象外)。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、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。

規 格	条 件
N > 2,000 ( $\text{NO}_3^-$ ピーク)	溶離液: 2.5 mmol/L フタル酸 + 2.4 mmol/L トリス (ヒドロキシメチル) アミノメタン + 16.2 mmol/L ホウ酸水溶液 流 量: 1.5 mL/min 温 度: 40°C 検 出: 電気伝導度検出器 (ノンサプレッサ方式) 試 料: 硝酸イオン 10 $\mu\text{g/mL}$ 、30 $\mu\text{L}$ 注入

## 注意

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、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。

## 4. カラムの取り付けについて

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 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。ただし、カラムの入り口部分には予備加熱のために、プレヒートコイルキット (P/N228-45714-91) 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

- 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。

## 5. 溶離液について

ノンサプレッサ方式のイオンクロマトグラフィーによる陰イオン分析には一般に、芳香族カルボン酸 (フタル酸、p-ヒドロキシ安息香酸等) やほう酸等の弱酸水溶液が溶離液として用いられます。標準の弱酸性溶離液条件は次の通りです。

- 2.5 mmol/L フタル酸と2.4 mmol/L トリス (ヒドロキシメチル) アミノメタンの混合水溶液
- 本カラムは溶離液のpHが2~11の範囲で使用可能で、アルカリ性の溶離液条件でも分析が行えます。必要に応じてpHや溶離液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、溶離液にはメタノールとアセトニトリルのいずれかを10%以下の濃度で含有させることができます。溶離液を調製する際には、以下の点にご留意ください。
- 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場合があります。

## 6. 試料について

本カラムに注入できる試料はpH2~11の水溶液です。ただし、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場合は、水または溶離液で希釈するか、もしくは固相抽出で前処理してください。

試料が固体であって水に溶解しない場合や水と混和しない有機溶媒に溶解している場合は、前処理により目的イオンを水に抽出します。試料を注入する際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場合は、固相抽出または液相抽出などの前処理により除去してください。

- ・ 試料にたんぱく質などのイオン性高分子が含まれる場合も、抽出や限外ろ過により同様に除去してください。
- ・ 試料は予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。

**注意** 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。他のメンブランフィルタでは付着した陰イオンにより試料が汚染されることがあります。

## 7. カラムの取り扱いについて

本カラムを使用する際には、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%以下の条件で使用するのが適当です。また、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。
- ・ カラムを取りはずす時には、カラム温度が室温になっていること、また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。

## 8. カラムの洗浄について

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の陰イオン、有機物などの疎水性物質などが吸着しますと、カラム圧の上昇、目的イオンの溶出時間の変化、ピーク形状の悪化、ピーク面積値が小さくなるなどの現象が現れることがあります。このような現象が見られた場合、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下記の2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することで行ってください。
- ・ 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が、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。
- ・ 洗浄液のカラムへの通過は、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、分析時の流量の半分程度が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て通常時の使用圧を超えないようにしてください。
- ・ 洗浄時間は、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溶離液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  
標準溶離液とアセトニトリルの混合液 (9/1、v/v)  
(アセトニトリルの代わりにメタノールも可)

カラムの洗浄は必要なときにのみ実施してください。頻繁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、ここに示します洗浄方法は、カラム性能の回復を保証するものではありません。

**注意** 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。ご使用の際には、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。

## 9. カラムの保管について

本カラムをしばらく使用しない時は、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凍結の恐れのある場所では保管しないでください。一ヶ月以内であれば、ご使用の溶離液を封入液として保管できます。一ヶ月を超えて保管する際には、一ヶ月毎に溶離液で封入液の入れ換えを行ってください。

**注意** 一度乾燥した充填剤は再生不能となります。保管の際にはカラム両端の栓をしっかりと締めてください。

## 10. 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。

## 11. 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](mailto: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的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。