

Shim-pack

IC-Bromate/(G)

取扱説明書

1. はじめに

Shim-pack IC-Bromate/-Bromate(G)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カラムです。臭素酸イオン、亜塩素酸イオン、よう素酸イオンの分析に使用します。

Shim-pack IC-Bromate(G)は**Shim-pack IC-Bromate**の保護に用いる専用ガードカラムです。

2. 仕様

(材質など)

充てん剤	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	9 μ m
カラム本体	材 質	PEEK(ポ リエーテルエーテルソ ン)樹脂

(カラム形状)

部品番号	品 名	形 状
228-46884-91	Shim-pack IC-Bromate	150 mm X 4.0 mm <i>i.d.</i>
228-46884-93	Shim-pack IC-Bromate(G)	10 mm X 4.6 mm <i>i.d.</i>

(使用条件)

圧 力	IC-Bromate	最大 7.0 MPa (常用<3.0 MPa)
	IC-Bromate(G)	最大 0.8 MPa (常用<0.5 MPa)
温 度	最高 60℃ (常用 40℃)	
流 量	最大 20 mL/min (常用 1.0 mL/min)	

3. カラムの性能について

Shim-pack IC-Bromate 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-Bromate/(G)は以下の規格で出荷されています。

品 名	規 格	条 件
IC-Bromate	N>3500 (臭素酸) 溶出時間 5.30~5.70 分 カラム圧力: 3.0MPa 以下	移動相: 1.8 mM 炭酸ナトリウム/1.7 mM 炭酸水素ナトリウム混合水溶液 流 量: 1.0 mL/min 温 度: 40℃ 検 出: 紫外吸光度検出器 (210nm) 試 料: 臭素酸イオン、亜塩素酸イオン 各 10 μ g/mL 50 μ L 注入
IC-Bromate(G)	カラム圧力: 0.5MPa 以下	

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、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。

4. カラムの取り付けについて

本カラムを臭素酸分析(三臭素イオン法)に使用する場合は、専用配管部品キットの取扱説明書も併せてご覧ください。以下に一般取り扱い事項を示します。

- ・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 0.25mm~0.3mm、外径 1.6mm 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、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、300~600mm 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. 移動相について

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通りです。

- ・ 1.8mM 炭酸ナトリウム/1.7 mM 炭酸水素ナトリウム混合水溶液

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しますので、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。

移動相を調製する際には、以下の点に留意してください。

- ・試薬には高純度グレード(試薬特級以上)のものを使用してください。また、水は超純水を、有機溶媒は HPLC 用またはそれに準ずるグレードのものを使用してください。

6. 試料について

本カラムに注入できる試料は pH 3～12 の水溶液です。これらの範囲を超える場合は、水または移動相で希釈するか、イオン除去用固相抽出カラムで処理します。

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移動相中で析出またはゲル化する化合物が含まれる場合は、固相抽出または移動相で希釈後ろ過するなどの前処理により除去してください。
- ・試料は、予めメンブランフィルタ (0.2～0.45 μ m) でろ過した後、注入してください。

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)や多価の陰イオン、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、ガードカラムを流路から取り外すことで現象が回復すればガードカラムのみを、回復しなければ分析カラムとガードカラムの両方を洗浄することで、症状が回復することがあります。洗浄は、カラムを逆方向に接続して、下記手順に従って行ってください。この時、カラムから排出される洗浄液は流路に接続せず廃液瓶などに直接受けるようにしてください。(廃液チューブなどの使用は可能です)

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①で性能が回復しない場合は洗浄手順②をお試ください。

<洗浄手順①>

流量 0.5mL/min(逆方向)

5 分間 : 純水

60 分間 : 10mM EDTA-2Na 水溶液

5 分間 : 純水

流量 1.0mL/min(順方向)

120 分間 : 移動相

<洗浄手順②>

流量 0.5mL/min(逆方向)

5 分間 : 純水

60 分間 : 10 倍濃度の移動相と HPLC 用アセトニトリルを 7:3(容量)で混合した洗浄液

5 分間 : 純水

流量 1.0mL/min(順方向)

60 分間 : 移動相

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、それを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 1 週間以上使用しない時は、カラムを装置からはずし、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では保管しないでください。保管時の封入液はご使用の移動相で結構です。なお、出荷時の封入液は「カラムの性能について」の項に記載した移動相です。

注意 充てん剤が一度乾燥してしまいますと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. テクニカルサポートについて

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

東京 : 03-3219-1691

京都 : 075-813-1691

FAX : 075-841-9326 (東京/京都共通)

※ 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 (075) 823-1195

Shim-pack**IC-Bromate/(G)****Instruction Sheet****1. Introduction**

Shim-pack IC-Bromate/-Bromate(G) is the anion exchange column, which packing material is polymer gel. These are used for separation of bromate ion, chlorous acid ion and iodate ion.

Shim-pack IC-Bromate(G) is the special guard column for Shim-pack IC-Bromate.

2. Specifications

Packing material	Particle	Polyvinyl alcohol gel
	Modification	Quaternary ammonium
	Particle size	9 μ m
Column body	material	PEEK(poly ether ether ketone)

P/N	Product Name	Size
228-46884-91	Shim-pack IC-Bromate	150 mm X4.0 mm i.d.
228-46884-93	Shim-pack IC-Bromate(G)	10 mm X4.6 mm i.d.

Pressure	IC-Bromate	Max7.0 MPa (typ.<3.0 MPa)
	IC-Bromate(G)	Max0.8 MPa (typ.<0.5 MPa)
Temperature		Max60°C (typ.40°C)
Flow rate		Max2.0mL/min (typ.1.0mL/min)

3. Column Performance

The Shim-pack IC-Bromate column is produced under good quality control. The performance report with the test chromatogram is included in this column package (except for the guard column). Shim-pack IC-Bromate/(G) being shipped with the following specification.

Product name	Specification	Condition
IC-Bromate	N> 3500(Bromate) Elution time:5.30~5.70min Column pressure:<3.0MPa	Mobile phase:1.8mM Sodium Carbonate /1.7mM Sodium hydrogen carbonate Flow rate:1.0 mL/min Temperature:40°C Detect:UV(210nm) Sample:Bromate ion, Chlorite ion each 10 μ g/mL Injection volume 50 μ L
IC-Bromate(G)	Column pressure : <0.5MPa	

Note:The elution time and the peak shape vary in the condition. When the development of the analysis method and verification are given by using this column, confirm the column specification before use.

4. Column Installation

When use this column for the bromate analysis system,

please refer to the instruction manual of kit for a bromate analysis system. General information for handling are shown in the following.

- The flow direction of the column is shown on its body (→). When installing the column, ensure that this flow direction matches the mobile phase flow direction.
- Tubings of the connection must be used the PEEK tubing, 0.25 or 0.3 mm I.D. and 1.6 mm O.D.. Do not make them too long to prevent the broadening of the peak. But, only the length of the tubings from the injector to the column should be 300~600mm for preheating.
- The column is connected with supplied PEEK malenuts. Ensure that the fittings are connected properly to avoid creating dead volume between the tubing and the column interface. The product name and the parts number of the spare PEEK malenuts are as follows.

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

- The guard column is installed in front of the column for the analysis.

5. Mobile Phase

This column usually uses sodium carbonate buffer. A typical mobile phase is as following.

1.8mM sodium carbonate / 1.7mM sodium hydrogen carbonate solution.

Anion is eluted earlier if the carbonate ion concentration of the mobile phase is higher, so it is possible to change the elution time of the anion, by pH or the concentration of the sodium carbonate solution adjusting. pH of the mobile phase which can be used for this column is 3 to 12.

Pay attention to the following point when you make a mobile phase.

- Water and an organic solvent to be used must be a HPLC grade. Or, use the thing of the grade according to that.

6. Samples

Samples which can inject into this column are the water solution and pH range is 3 to 12. Dilute it with water or mobile phase, or else process it with the ion removal solid phase extraction column when the sample exceed these ranges.

Pay attention to the following point when you inject a sample.

- If the sample includes highly hydrophobic substances or substances which will be precipitation or gel in the

mobile phase, remove them using by solid phase extraction or dilute by water or the mobile phase.

• Samples are preferably filtered through a membrane filter of 0.2-0.45µm pore size.

7. Handling

Pay attention to the following point when use this column.

- This column should be used under the condition mentioned in the specifications. Especially, please use under 70% of the conditions of the maximum pressure. Please pay attention not to make a rapid pressure change. It will make a column deterioration.
- When remove this column, confirm that there is no pressure and the temperature of the column is as same as room temperature.
- Do not make a shock to the column dropping, ex.

NOTE: The column cannot be regenerated, if the column packings dry. It must be sealed tightly with the supplied plugs when storage.

8. Flushing the column

If the column adsorbs metal ion (including hydroxide), multivalent anion or hydrophobic, the phenomenon such as rise of the column pressure, unstable retention time, bad shape of the peak and reduction of the area value will appear. Flush the guard column if the phenomenon is recovered by removing the guard column from the flow line when such a phenomenon appears.

If the phenomenon is not recovered by removing the guard column from the flow line, please flush both of the analytical column and the guard column. To flush the column, reverse the direction of flow and flush the column as following.

When flush the column, disconnect the column from the flow line, and drain flushing liquid (the drain tubing can be used).

After flushing the column, reconnects the column so as to be the same flow direction as the mobile phase flow direction. To prevent flushing liquid flows in the flow line, replace it with a mobile phase.

If the column do not recover by flushing procedure 1, try flushing procedure 2.

< Flushing procedure 1>

Flow rate	: 0.5mL/min(reverse direction of flow)
5min	: Pure water
60min	: 10mM EDTA-2Na aqueous
5min	: Pure water
Flow rate	: 1.0mL/min(normal direction of flow)
120min	: Mobile phase

< Flushing procedure 2>

Flow rate	: 0.5mL/min(reverse direction of flow)
5min	: Pure water
60min	: Mobile phase of ten times concentration/ acetonitrile (HPLC grade) = 7:3 (v/v)
5min	: Pure water
Flow rate	: 1.0mL/min(normal direction of flow)
60min	: Mobile phase

NOTE: The column cannot be regenerated, if it is heavily contaminated. Use the guard column to prevent from contamination.

9. Column Storage

For storage more than one week, remove the column from the system, cap both ends of the column so that the solvent can not evaporate and keep in the place where a temperature change is small. Do not keep it in the place where temperature in high. When storage the column, mobile phase can be used for sealing liquid. A sealing liquid in shipping is mentioned in [3.Column Preformance].

NOTE: The column cannot be regenerated, if the column packings dry. It must be sealed tightly with the supplied plugs when storage.

10. 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 for customers who need help.

Write specific questions to

analytic@group.shimadzu.co.jp

in English or Japanese, or call your local representative.

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

SHIMADZU CORPORATION

**ANALYTICAL & MEASURING
INSTRUMENTS DIVISION**

1, Nishinokyo-Kuwabaracho, Nakagyo-ku, Kyoto, 604-8511, Japan