

工具なしでリークのない接続を可能にする 画期的なセルフタイト GC カラムナット

アプリケーションノート

環境

著者

Ken Lynam
Agilent Technologies, Inc.

要約

特別に設計された GC 注入口、検出器用セルフタイトカラムナットおよび MS トランスファーライン用セルフタイトカラムナットは、85 %/15 % ベスペル/グラファイト (またはポリイミド/グラファイト) フェラルを使用した 300 回以上の注入でリークのない密封を維持します。これに対し、同じタイプのフェラルを使用した標準のカラムナットでは、わずか数回の注入で締め直しが必要です。セルフタイトカラムナットのもう一つの利点として、使用後に標準の MS トランスファーライン用カラムナットのようにフェラルの貼りつきに苦勞する必要はなく、容易に取り外すことができる点が挙げられます。

はじめに

ベスペル/グラファイト (またはポリイミド/グラファイト) フェラルは、材料の清浄さにより長い間 GC/MS 分析に使用されてきました。これらのフェラルを使用する際の欠点の 1 つとして、GC オープンの加熱サイクルによってフェラルが縮み、リークが生じる点があります。[1] これらのフェラルを使用する場合、材料の欠点を認識し、フェラルが縮んだときに締め直さなければなりません。つまり、このフェラルはユーザーの慣れを必要とし、常に問題に対応する必要があります。

このアプリケーションノートでは、数百回の注入を通じてベスペル/グラファイトフェラルへの圧力を維持し続けるセルフタイトカラムナットのリークフリー性能について説明します。数百回もの加熱サイクルでこれらのフィッティングの性能をテストするために、沸点の低いものから高いものまでが含まれる US-EPA 8270 ショートミックスを選択しました。[2] このプロセスを、Agilent 7890A GC と Agilent 5975C GC/MSD システム、および Agilent 7890B GC と Agilent 5977 シリーズ GC/MSD システムの組み合わせを使用して繰り返し、従来のフィッティングとセルフタイトナットの加熱サイクル時の性能を比較しました。



Agilent Technologies

セルフタイトカラムナットの設計には、使いやすさを向上すると同時に、従来のフィッティングよりも大きい手締め取り付け用のウィング(羽)が含まれています。新しいカラムナットはサイズが大きいため、流路にコールドスポットが発生する可能性があり、これがコールドスポットで析出しやすい化合物のクロマトグラフィーにマイナスの影響を与えることがあります。多環状芳香族炭化水素 (PAH) はこのような影響を受けることでよく知られており、流路の冷えた表面、つまりコールドスポットで気相が凝集し、これがピークテーリングとして現れます。このような理由により、コールドスポットがないことを証明するために PAH を使用しました。

材料とメソッド

注入口とトランスファーラインコネクタの評価に使用した 3 つの Agilent GC/MS システムは、7890A GC と 5975C シリーズ GC/MSD システム、7890B GC と 5977 シリーズ GC/MSD システム、および 7890A GC とトリプルアクシスディテクタ搭載 5975B シリーズ GC/MSD システムの組み合わせです。カラム、注入口、チューニングパラメータ、および機器条件は比較のために一定に維持しました。各機器は、標準またはセルフタイトナットのテスト完了時に注入口とトランスファーライン接続のみを変更しました。

半揮発性標準、p/n CUS-3086 (半揮発性分析対象、2,000 µg/mL) および p/n US-108N (半揮発性内部標準混合物、4,000 µg/mL) は Ultra Scientific Kingstown (米国、ロードアイランド州) から入手しました。マニュアルシリンジおよびクラス A のガラス器具を使用して、公称濃度 8 µg/mL の作業用標準溶液を Ultra-Resi 分析グレードの塩化メチレン (Avantor Performance Products、米国、ペンシルベニア州、センターバレー) で調製しました。

PAH 標準は Agilent Technologies (米国、カリフォルニア州、サンタクララ) から入手しました (p/n 8500-6035)。マニュアルシリンジとクラス A の計量ガラス器具を使用して、公称濃度 5 µg/mL の作業用標準をイソオクタン (Avantor Performance Products) で調製しました。

表 1. Agilent 7890A GC と Agilent 5975C GC/MSD システムを組み合わせたときのクロマトグラフィー条件

カラム:	Agilent J&W DB-UI 8270D、20 m × 0.18 mm、0.36 µm (p/n 121-9723)
オープン:	32 °C で 0.8 分間保持、25 °C/min で 32~320 °C、4.8 分間保持
ガスフィルタ:	ガスクリーン GC/MS 1/8 インチキット (p/n CP17974)
キャリア:	ヘリウム、48.5 cm/s (1.2 mL/min)、32 °C、EPC コンスタントフロー
注入口:	イナートシェルおよびトップウェルドメント付きブリット/スプリットレス (p/n G3452-60570 および G3452-60586)
インジェクタ:	Agilent 7683B オートサンブラ
注入量:	10 µL パルスドスプリットレス、320 °C、0.73 分まで 45 psi、0.75 分で 60 mL/min のパーシ流量
注入口ライナ:	Agilent ウルトライナートダブルテーパー、ウールなし (p/n 5190-3983)
ゴールドシール:	Agilent ウルトライナートゴールドシール (p/n 5190-6144)
シリンジ:	Agilent ブルーラインオートサンブラシリンジ、10 µL (p/n G4513-80220)
フェラル:	注入口およびトランスファーライン (p/n 5181-3323)
カラムナット:	汎用カラムナット、1/16 インチ、六角、2 個 (p/n 5181-8830)
MS ナット:	MS インタフェースカラムナット (p/n 05988-20066)
セルフタイトナット:	セルフタイトカラムナット、GC 注入口、検出器用 (p/n 5190-6194)
セルフタイトナット:	セルフタイトカラムナット、MS トランスファーライン用 (p/n 5190-5233)
検出器:	MSD SCAN モード、10~450 amu、イオン源温度 325 °C、四重極温度 180 °C、トランスファーライン温度 320 °C

表 2. Agilent 7890B GC と Agilent 5977 シリーズ GC/MSD システムを組み合わせたときのクロマトグラフィー条件

カラム:	Agilent J&W DB-UI 8270D、20 m × 0.18 mm、0.36 µm (p/n 121-9723)
オープン:	32 °C で 0.8 分間保持、25 °C/min で 32~320 °C、4.8 分間保持
ガスフィルタ:	ガスクリーン GC/MS 1/8 インチキット (p/n CP17974)
キャリア:	ヘリウム、48.5 cm/s (1.2 mL/min)、32 °C、EPC コンスタントフロー
注入口:	イナートシェルおよびトップウェルドメント付きブリット/スプリットレス (p/n G3452-60570 および G3452-60586)
インジェクタ:	Agilent 7683B オートサンブラ
注入量:	10 µL パルスドスプリットレス、320 °C、0.73 分まで 45 psi、0.75 分で 60 mL/min のパーシ流量
注入口ライナ:	Agilent ウルトライナートダブルテーパー、ウールなし (p/n 5190-3983)
ゴールドシール:	Agilent ウルトライナートゴールドシール (p/n 5190-6144 UI)
シリンジ:	Agilent ブルーラインオートサンブラシリンジ、10 µL (p/n G4513-80220)
フェラル:	注入口およびトランスファーライン (p/n 5181-3323)
カラムナット:	汎用カラムナット、1/16 インチ、六角、2 個 (p/n 5181-8830)、注入口用
MS ナット:	MS インタフェースカラムナット (p/n 05988-20066)
セルフタイトナット:	セルフタイトカラムナット、GC 注入口、検出器用 (p/n 5190-6194)
セルフタイトナット:	セルフタイトカラムナット、MS トランスファーライン用 (p/n 5190-5233)
検出器:	MSD SCAN モード、10~450 amu、イオン源温度 325 °C、四重極温度 180 °C、トランスファーライン温度 320 °C

表 3. Agilent 7890A GC と Agilent 5975B シリーズ GC/MSD システムを組み合わせたときのクロマトグラフィー条件 – PAH 分析

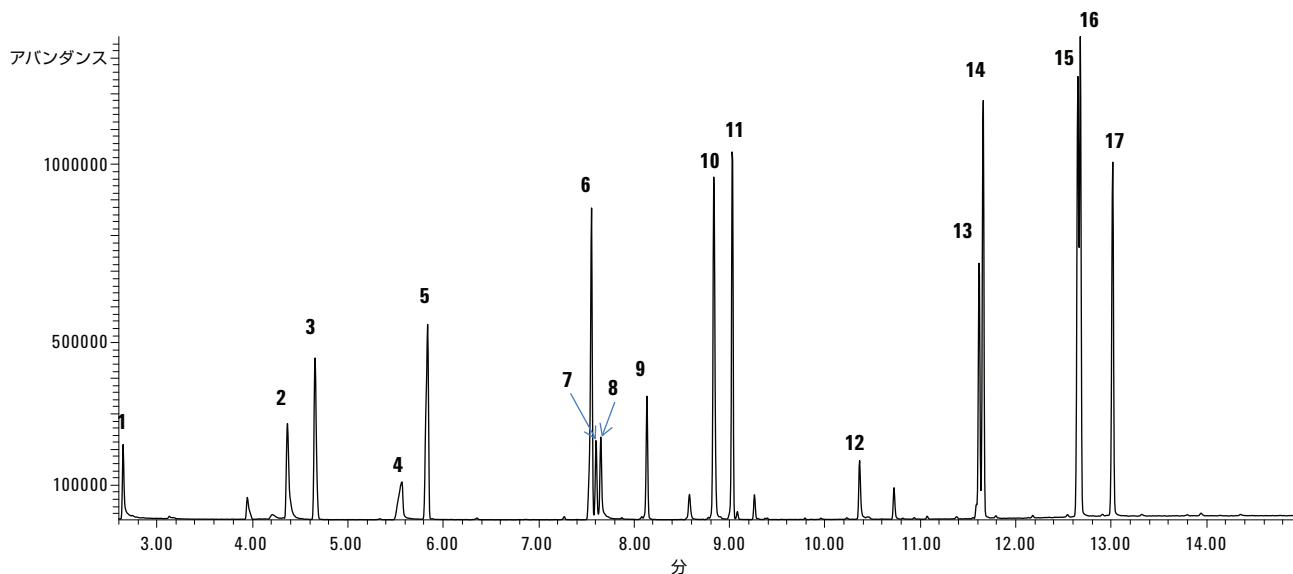
カラム:	Agilent J&W DB-UI 8270 D, 20 m x 0.18 mm, 0.36 μm (p/n 121-9723UI)
オープン:	40 °C、1.0 分間、12 °C/min で 40~100 °C、20 °C/min で 100~210 °C、1.3 分間保持、15 °C/min で 210~310 °C、5.3 分間保持
ガスフィルタ:	ガスクリーン GC/MS 1/8 インチキット (p/n CP17974)
キャリア:	ヘリウム、48.5 cm/s (1.2 mL/min)、40 °C、コンスタントフロー
注入口:	MMI バルスドスプリットレス、45 psi、0.73 分間、320 °C で 0.1 μL、総流量 64.2 mL/min、3 mL/min スイッチドセプタムパージ、ガスセーブオフ、0.75 分後に 60 mL/min のパージフロー
サンプル:	EPA 16 PAH 混合物、5 μg/mL
注入口ライナ:	Agilent ウルトライナートダブルテーパー、ウールなし (p/n 5190-3983)
ゴールドシール:	Agilent ウルトライナートゴールドシール (p/n 5190-6144)
シリンジ:	Agilent ブルーラインオートサンブラシリンジ、10 μL (p/n G4513-80220)
フェラル:	注入口およびトランスファーライン (p/n 5181-3323)
カラムナット:	汎用カラムナット、1/16 インチ、六角、2 個 (p/n 5181-8830)、注入口用
MS ナット:	MS インタフェースカラムナット (p/n 05988-20066)
セルフタイトナット:	セルフタイトカラムナット、GC 注入口、検出器用 (p/n 5190-6194)
セルフタイトナット:	セルフタイトカラムナット、MS トランスファーライン用 (p/n 5190-5233)
MSD:	MSD SCAN モード、10~450 amu、イオン源温度 325 °C、四重極温度 180 °C、トランスファーライン温度 320 °C

その他の消耗品

バイアル:	茶色シラン処理済みスクリーバイアル、100 個 (p/n 5183-0716)
バイアルキャップ:	緑色スクリーキャップ (p/n 5185-5861、500 個)
バイアルインサート:	ガラス/ポリマーフィート、250 μL (p/n 5181-8872)
セプタム:	アドバンストグリーン (p/n 5183-4759)
注入口フェラル:	UltiMetal Plus フレキシブルメタルフェラル、10 個 (p/n G3188-27501)
拡大鏡:	20 倍拡大鏡ルーペ (p/n 430-1020)
PAH 標準:	PAH 混合物、500 μg/mL (p/n 8500-6035)
シリンジ:	交換可能ニードル、PTFE ブラウンジャ、1 mL (p/n 5190-1539)、0.5 mL (p/n 5190-1525)

結果と考察

セルフタイトカラムナットを反復加熱サイクルテストで使用した公称濃度 8 μg/mL の半揮発性ショートミックス + 内部標準溶液の一般的な全イオンクロマトグラム (TIC) を図 1 に示します。最初に溶出する分析対象、n-ニトロソジメチルアミンは半揮発性サンプルセット内の低沸点化合物で、これに対しベンゾ[b]フルオランテンとベンゾ[k]フルオランテンは、PAH を含むサンプルセット内の高沸点化合物です。



凡例

1. N-ニトロソジメチルアミン	7. 2,4-ジニトロフェノール	13. 3,3' ジクロロベンジジン
2. アニリン	8. 4-ニトロフェノール	14. クリセン D-12
3. 1,4 ジクロロベンゼン D-4	9. 4,6 ジニトロトルエン	15. ベンゾ[b]フルオランテン
4. 安息香酸	10. ペンタクロロフェノール	16. ベンゾ[k]フルオランテン
5. ナфтаレン-D8	11. フェナントレン-D10	17. ペリレン D-12
6. アセナフテン-D10	12. ベンジジン	

図 1. 半揮発性ショートミックスの全イオンクロマトグラムの例、8 ng オンカラム。表 1 の条件

図 2A の TIC は半揮発性ショートミックスと、注入口と質量分析計へのトランスファーラインに取り付けられた 85%/15% ベスベル/グラファイトショートフェラルを使用した汎用カラムナット、MS インターフェースカラムナットの評価の開始を示しています。図 2B の TIC は 25 回の加熱サイクル後の同じシステムを示しています。下部トレースの初期のベースラインの立ち上がりは、特に高温に曝された後の低い温度で生じるフェラルの縮みによるエアリークが原因です。明らかに、この注入で早期に溶出する分析対象の積分または定量、あるいはその両方の結果は疑わしいものとなります。リークの大きさにより、注入の開始時点から信号を表示するためには下部トレースの Y 軸を 3 倍に拡大する必要がありました。

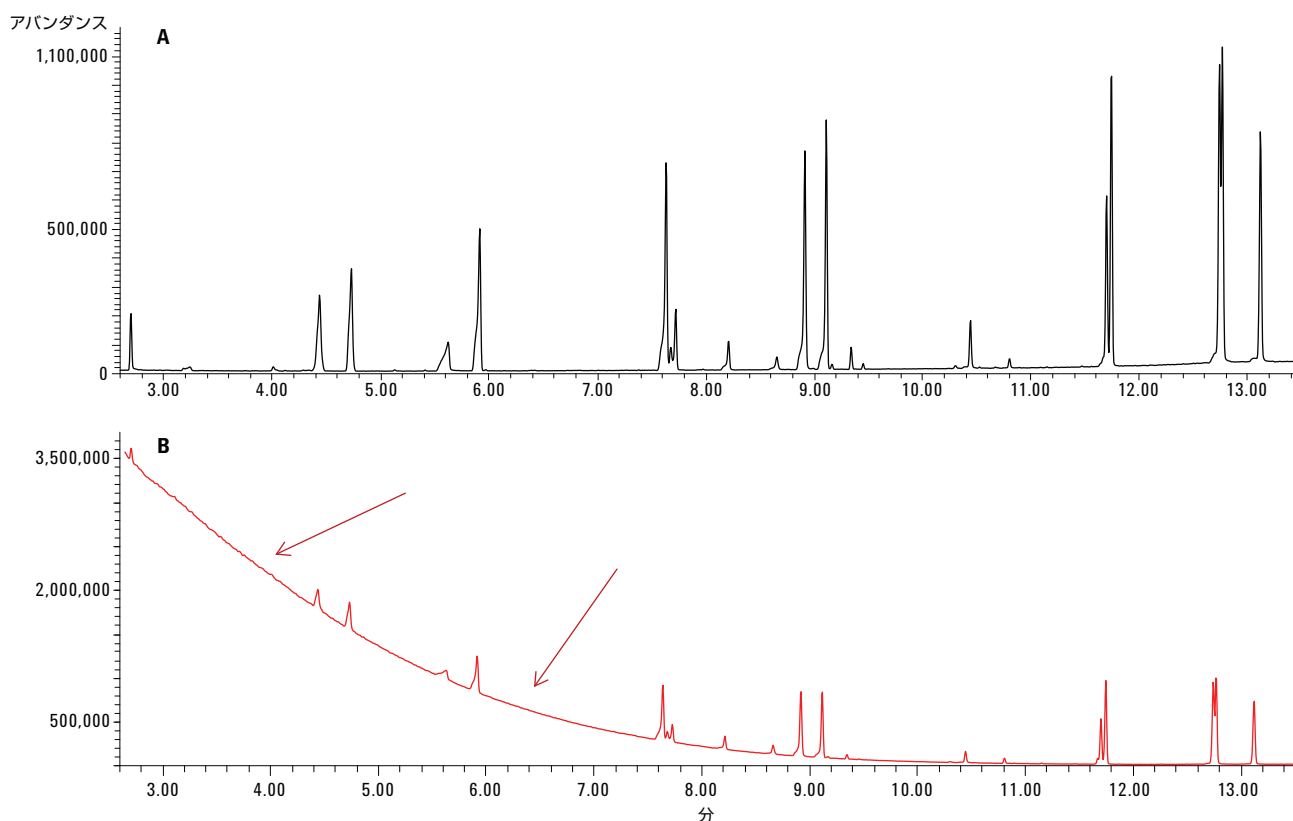


図 2. 85%/15% ベスベル/グラファイトフェラルと汎用カラムナット、MS インターフェースカラムナットを使用した取り付け時 (A) および 25 回の注入後 (B) の半揮発性ショートミックスの全イオンクロマトグラム (TIC)。矢印で示した空気の漏れの大きさにより、注入開始から信号を表示するために下部トレースの Y 軸を 3 倍に拡大する必要がありました。表 1 の条件

図 3 では、MS トランスファーラインフィッティングを締め直した直後と 25 回の注入後に汎用カラムナット、MS インターフェースカラムナットの評価を続けています。締め直し後も MS トランスファーラインのフェラルは縮み続け、オープン温度サイクルに繰り返し曝されたため、昇温の最低温度では正しく密封されませんでした。

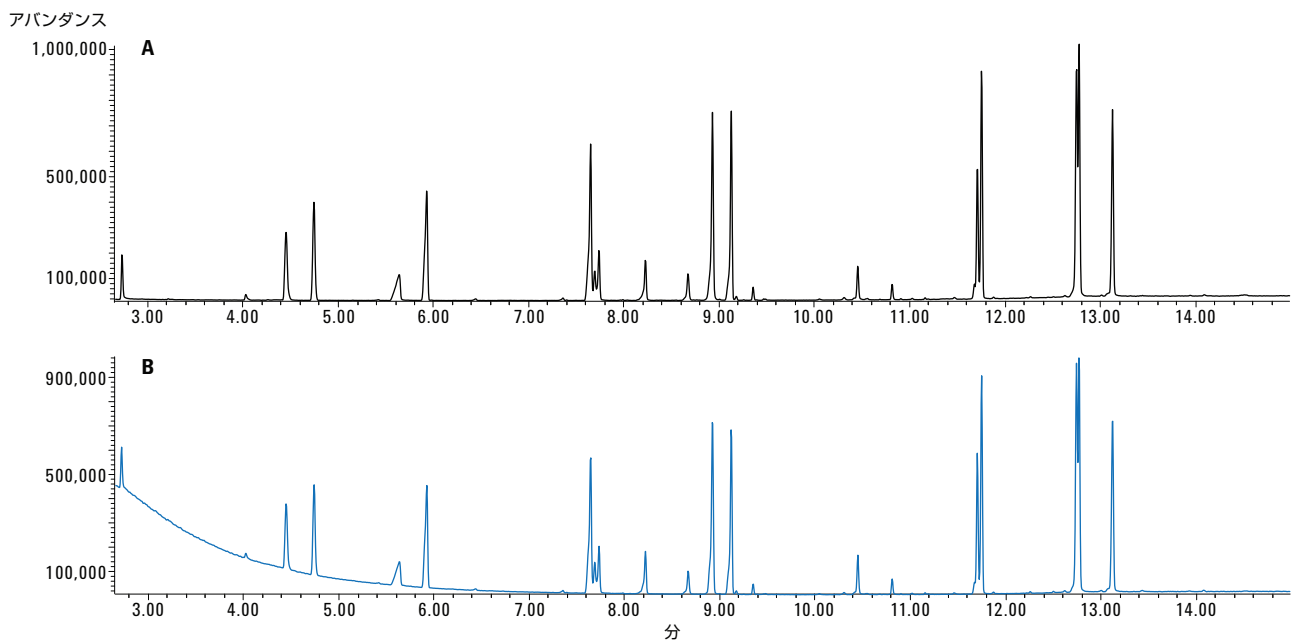


図 3. 85 %/15 % ベスベル/グラファイトフェラルと汎用カラムナット、MS インターフェースカラムナットを使用したフェラル締め直し直後 (A) およびその後の 25 回の注入後 (B) の半揮発性ショートミックスの全イオンクロマトグラム。表 1 の条件

図 4 に、セルフタイトカラムナットを使用した 300 回以上の注入前後の TIC トレースを示します。ここでは空気の侵入の形跡は見られません。300 回を超える注入後の空気および水のチェックにより、窒素 m/z 28 が 69 ピークの 1% 未満であり、空気の侵入がないことが確認されました。セルフタイトカラムナットに取り付けられた標準の 85%/15% ベスベル/グラファイトフェラルでは、この結果を得るためにフェラルを締め直す必要はありませんでした。

300 回を超える注入後にセルフタイトカラムナットとフェラルを取り外すと、フェラルはカラムチューブとフィッティングから容易に取り外せました。標準のカラムナットでは、ベスベル/グラファイトフェラルが MS トランスファーラインナットに張り付き、ナットからフェラルを取り外すために歯科治療用器具が必要です。セルフタイトカラムナット、MS トランスファーライン用からのフェラルの取り外しが容易なため、フィッティングの再使用が大幅にシンプルなプロセスになります。

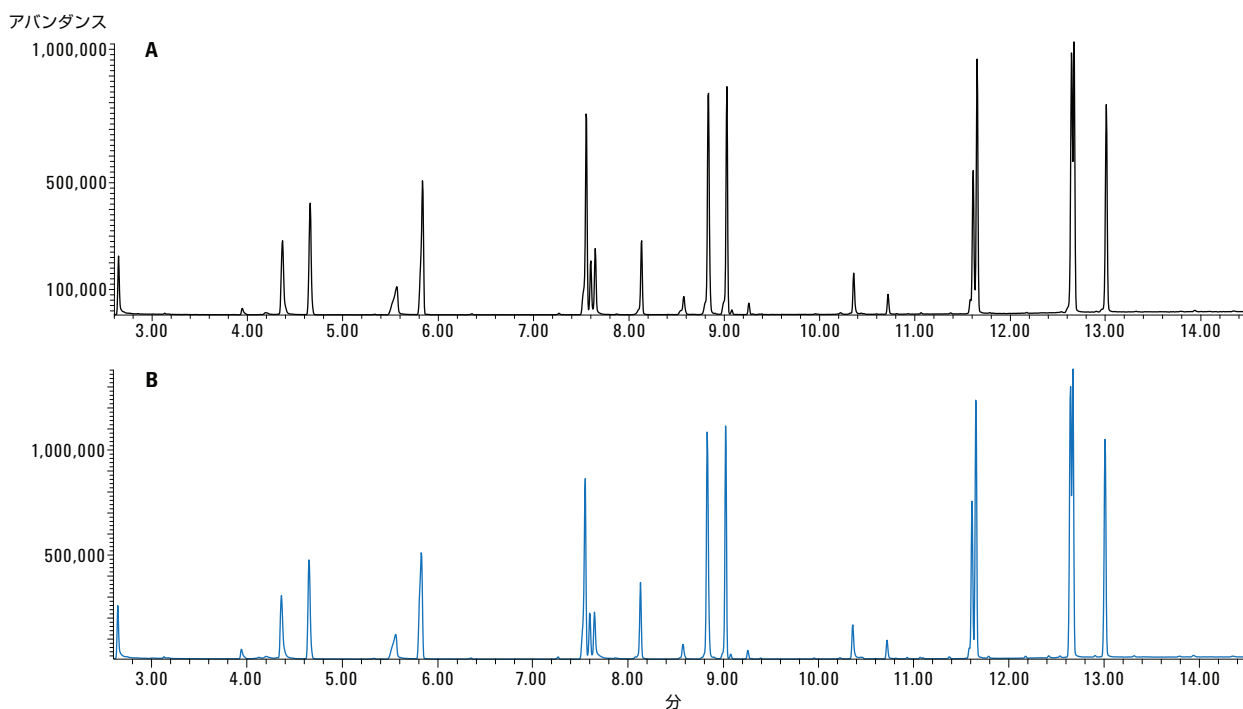


図 4. 85%/15% ベスベル/グラファイトフェラルとセルフタイトカラムナットを使用した取り付け時 (A) および 300 回以上の注入後 (B) の半揮発性ショートミックスの全イオンクロマトグラム。表 1 の条件

図 5 の TIC トレースは、セルフタイトカラムナットを使用した 400 回の注入後のリークのない性能を示しています。フィッティングの締め直しは不要です。これらの結果は、2 番目の機器、つまり 7890B GC と 5977 シリーズ GC/MSD システムの組み合わせで得られたものです。念のために 200 回を超える注入後に新しいセプタムを取り付け、セプタムを数百回貫通することで生じさせた機械的なリークによりフィッティングの評価が低下しないことを確認しました。もう一度、今回は 400 回の注入後に空気および水のチェックを行いました。空気漏れの兆候は見られませんでした。

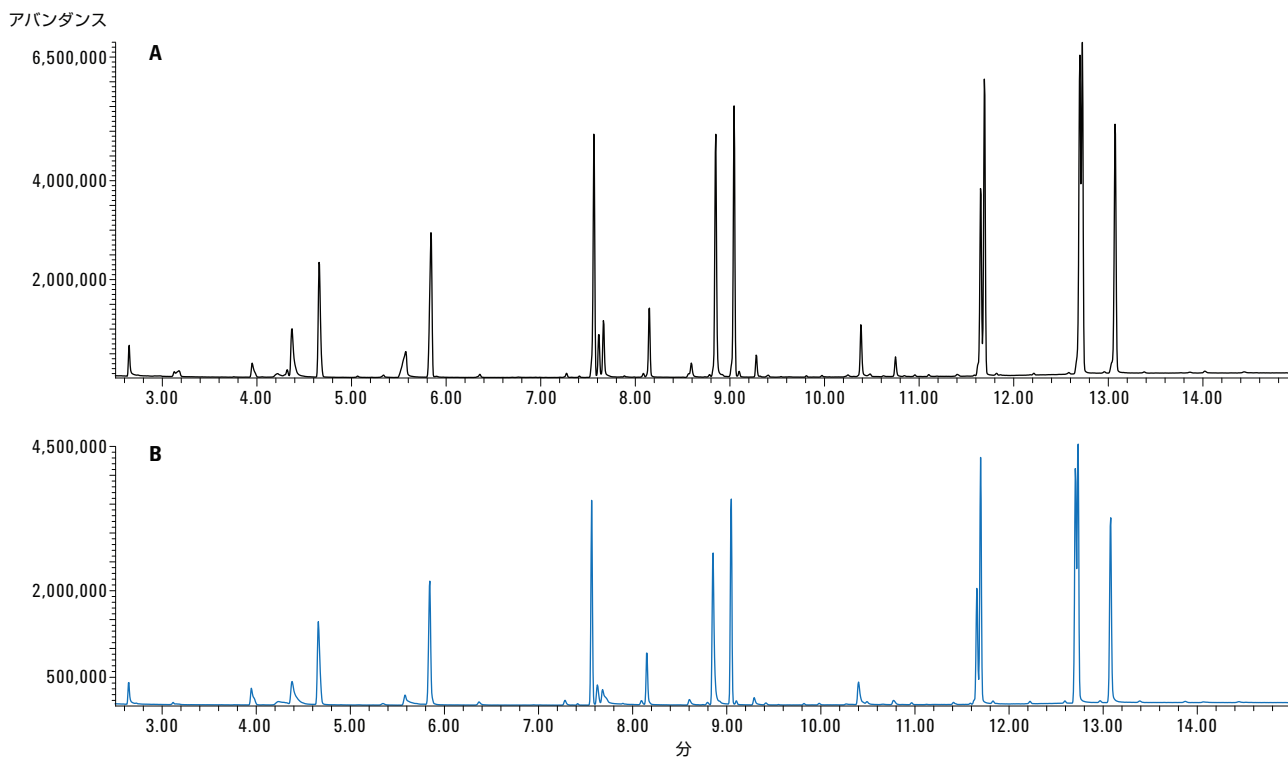
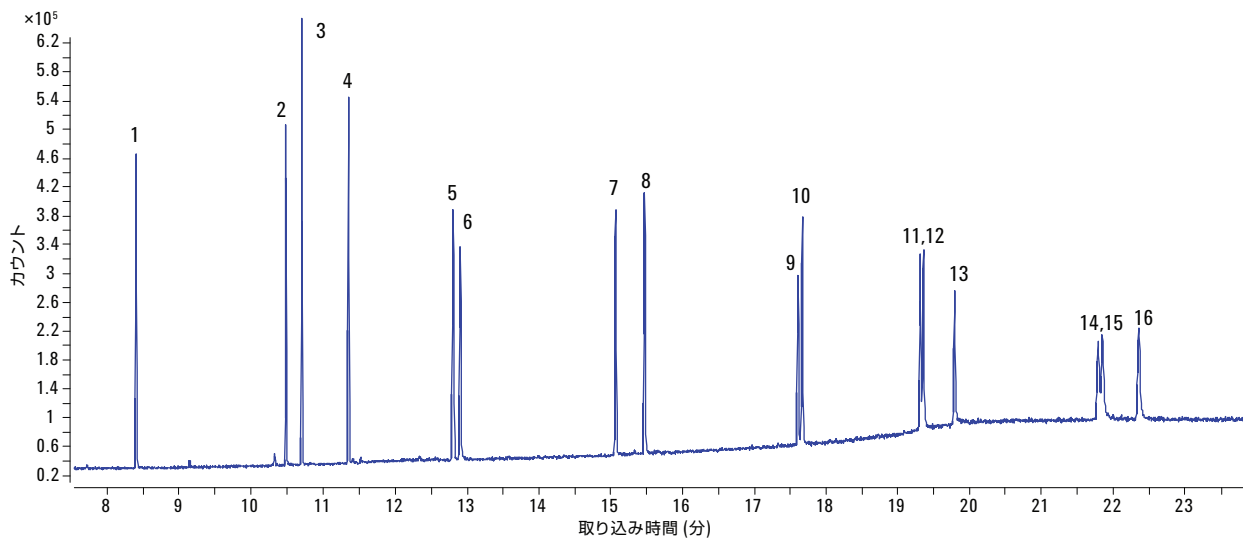


図 5. 85 %/15 % ベスベル/グラファイトフェラルとセルフタイトカラムナットを使用した取り付け時 (A) および 400 回以上の注入後 (B) の半揮発性ショートミックスの全イオンクロマトグラム。表 2 の条件

図 6 の全イオンクロマトグラムは、セルフタイトカラムナットを使用した 16 種類の US-EPA PAH のトレースの例です。この混合物を使用し、新しいフィッティングによって PAH ピークのテーリングにつながるコールドスポットが流路に形成されないことを示しました。



凡例

- | | | |
|------------|-------------------|-----------------------|
| 1. ナフタレン | 7. フルオランテン | 13. ベンゾ[a]ピレン |
| 2. アセナフチレン | 8. ピレン | 14. インデノ[1,2,3 cd]ピレン |
| 3. アセナフテン | 9. ベンゾ[a]アントラセン | 15. ジベンゾ[a,h]アントラセン |
| 4. フルオレン | 10. クリセン | 16. ベンゾ[g,h,i]ペリレン |
| 5. フェナントレン | 11. ベンゾ[b]フルオランテン | |
| 6. アントラセン | 12. ベンゾ[k]フルオランテン | |

図 6. 85 %/15 % ベスベル/グラファイトフェラルとセルフタイトカラムナットを使用した 16 種類の PAH の全イオンクロマトグラム。表 3 の条件

図 7A のトレースは、標準のカラムナットを使用した 16 種類の US-EPA PAH の TIC です。図 7B のトレースは、同一のシステム上の同一のソリューションの TIC です。今回はセルフタイトカラムナットを使用しています。コールドスポットの形成を示すテーリングの上昇は見られませんでした。図 7B のピーク形状は図 7A のピークと同程度か、それ以上シャープです。

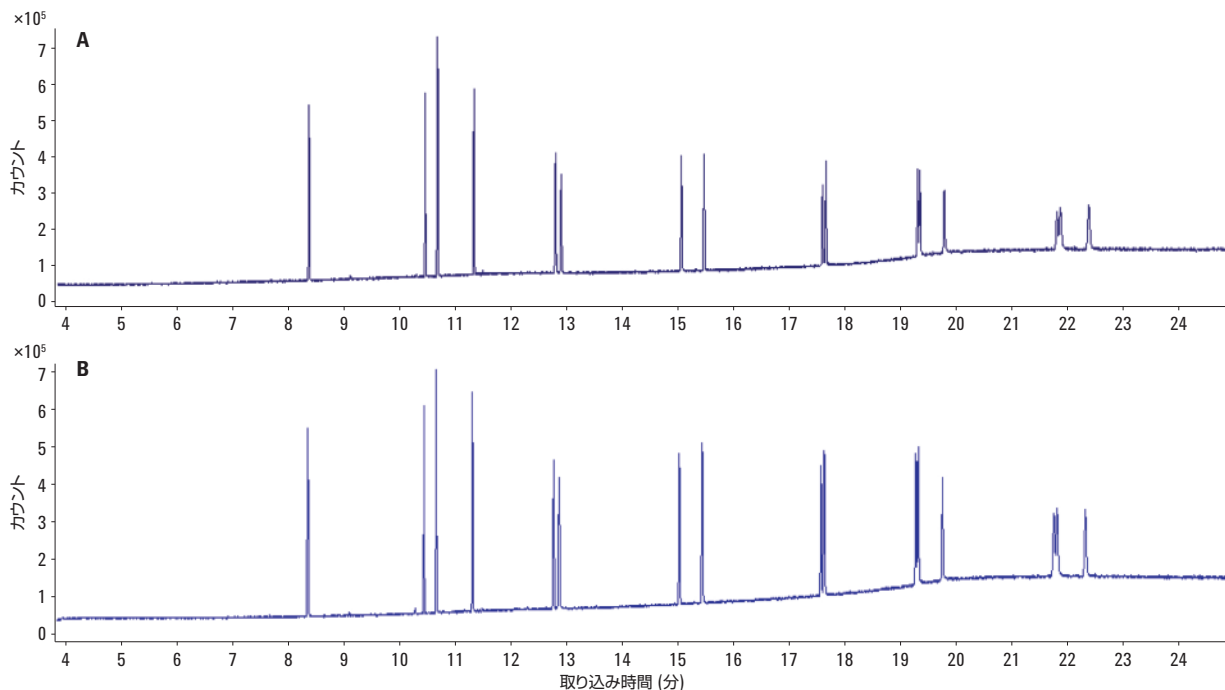


図 7. 85 %/15 % ベスベル/グラファイトフェラルを用いた標準フィッティング (A) とセルフタイトカラムナット (B) を比較する 16 種類の PAH の全イオンクロマトグラム。コールドスポットの形成がないことに注意してください。表 3 の条件

結論

85 %/15 % ベスペル/グラファイトフェラルを使用したセルフタイトナットは、32~320 °C の加熱サイクル、300 回を超える注入で完全なシールを提供します。ユーザーが注入口や MS トランスファラインのフィッティングを締め直す必要はありません。これに対し、同じタイプのベスペル/グラファイトフェラルを使用した標準フィッティングでは、わずか数回の加熱サイクル後にリークが発生し、トランスファーラインで締め直しが必要でした。これらのセルフタイトナットはベスペル/グラファイトフェラルを一切締め直す必要がないため、使いやすさが大幅に向上しています。

セルフタイトナットのもう 1 つの主要な特長は、ベスペル/グラファイトフェラルが内部に張り付かない点です。ナットを容易に交換し、フィッティングを再利用できます。トランスファーラインナットから古いフェラルを苦勞して取り外す必要はありません。

参考文献

1. M. Klee. *Sep. Sci.* (2012).
<http://www.sepscience.com/Techniques/GC/Articles/197-/GC-Solutions-18-All-About-GC-Ferrules-Part-2-Graphite-and-Polymeric-Ferrules>
2. Anon. *Method 8270D*. United States Environmental Protection Agency, Washington, DC, USA (2007).
<http://www.epa.gov/osw/hazard/testmethods/sw846/pdfs/8270d.pdf>

詳細情報

これらのデータは一般的な結果を示したものです。アジレントの製品とサービスの詳細については、アジレントの Web サイト (www.agilent.com/chem/jp) をご覧ください。

www.agilent.com/chem/jp

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2013

Printed in Japan

November 22, 2013

5991-3612JAJP



Agilent Technologies