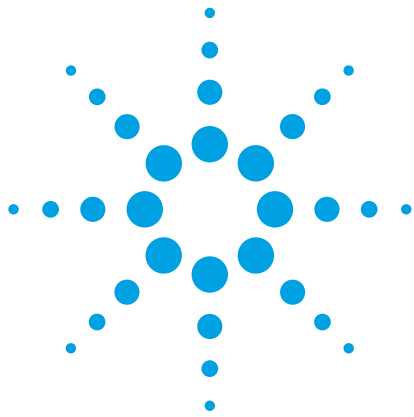




Agilent UltiMetal Plus による チューブ、コネクタ、および フィッティングのステンレスの不活性化

技術概要

はじめに

最先端の GC および GC/MS 機器は、さまざまなマトリクスに低 ppb レベルで含まれる多くの成分を精密かつ高い再現性で測定するための重要な分析ツールです [1]。精密な分析測定を行うには、化合物が特性を変えずに流路を通過しなければなりません。流路にはさまざまな金属成分が含まれることがあるため、農薬、アルコール、または極性の高い化合物など、化合物の活性 (反応性) がアルカンよりも高い場合には不活性化する必要があります。この技術概要では、Agilent UltiMetal Plus 不活性化ステンレスチューブやステンレスコネクタおよびフィッティングのテストを行い、ベアステンレスやさまざまな方法によって不活性化された製品と比較しました。アジレントは、反応性の高い成分を非常に低い検出下限で調べる必要があるため、1980 年代に開発された UltiMetal 不活性化充填剤の性能をさらに向上させました。これが UltiMetal Plus です。UltiMetal Plus 技術は特にスチールおよびステンレス表面に適用されるため、メソッドでステンレス製品が指定されている場合に最適です。UltiMetal Plus 技術によって性能が大幅に向上しました。この実験では、アジレントと他社製品を比較しています。

チューブやフィッティングは、さまざまな業界や GC アプリケーションで使用されています。チューブとコネクタの不活性度は、特に GC 流路で使用する場合に重要です。

化合物の分解や吸着は、次のようなさまざまな要素の影響を受けます。

- 表面不活性度
- 表面積
- 接触時間
- 濃度または量
- 対象化合物の種類
- 温度

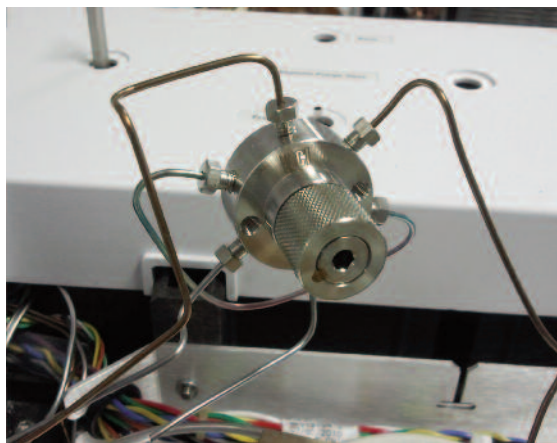


Agilent Technologies

化合物は可逆的な相互作用を起こすことがあり、その結果、ピークテーリングが発生します。不可逆的な相互作用を示すこともあり (金属表面への吸着または反応、または触媒による分解)、その場合は回収率が低下します。両方が組み合わさって発生することもあります。

チューブはステンレス製トランスファーライン (多くの場合 1/16 インチ)、キャピラリチューブ (GC でガードカラムとして使用)、機器の接続または設置用のチューブ (1/16、1/8、および 1/4 インチ) に分けることができます。ステンレスキャピラリチューブは、一般に使用されるフューズドシリカの代わりに使用されます。図 1 にステンレストランスファーラインの用途を示します。

A. バルブおよびサンプルループへの接続



B. ガスサンプル注入口



図 1. 流路の 1/16 インチステンレストランスファーラインの例。活性 (反応性) の高い化合物を分析するには、これらを不活性化する必要があります。

チューブだけが流路のコンポーネントではありません。コネクタ部品 (図 2 および 3 に不活性 GC 結合の例を示す) やフィッティングも含まれます。これらのコネクタとフィッティングの不活性化は非常に重要です。UltiMetal Plus フレキシブルメタルフェラルの不活性度については、アプリケーションノートに記載されています [2]。流路中のフェラルの接触面積は非常に小さいものですが、特定の化合物に対する不活性度が向上しています。外側の小さい領域で対象化合物との相互作用が発生するため、アジレントはステンレスチューブの外側に UltiMetal コーティングを追加することを決定しました。実験により、UltiMetal 外部コーティングによって流路の不活性度が向上することがわかりました。

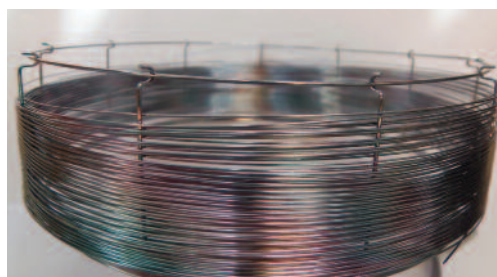


図 2. Agilent UltiMetal Plus 処理済み部品の例。GC カラムの外側は、不活性度を上げるために Agilent UltiMetal コーティングが施されています。



図 3. GC 流路の重要な接続と活性点の例。A) GC 注入口への取り付け、B) Agilent CPM ユニオン、不活性 (p/n G3182-60580)、フューズドシリカカラムを Agilent UltiMetal Plus ステンレスチューブに接続します。カラム外側の小さい領域が流路内に含まれます (フェラルの後ろの正しい長さは 0.1~0.5 mm)。C) Agilent UltiMetal Plus チューブを切断すると、比較的小さい不活性なベアステンレス領域 (赤) が生成されます。長さが固定された短い Agilent UltiMetal Plus チューブ断片では、チューブの端も不活性化できます。

設置時にはチューブを切断する必要があるため、接続部で小さいベアステンレス領域が対象化合物と接触します。これは容易に回避することはできません。合成水晶はメタルフリーのため、フューズドシリカチューブでは切端で対象化合物が金属 (酸化物) に曝されることはありません。

結果と考察

テスト方法

タンデムカラムを使用して、コネクタまたはチューブの不活性度を確認しました (図 4)。化合物は最初リファレンス GC カラムで分離され、その後、コネクタとチューブの一部を通過しました。このチューブを水素炎イオン化検出器 (FID) に接続しました。システムの不活性度は流路全体の影響を受けるため、システムテストを実施して、基準不活性プロファイルを確立しました。システム活性度のわずかな違いを測定するために、高いレベルの初期不活性度が求められていました。カラム設定に導入する対象化合物の量をテスト用混合物の注入量、スプリット比、濃度から計算しました。ピークの非対称性と複数のテスト成分の相対または絶対回収率は、コネクタとチューブ部品の不活性度を比較するために使用する重要なパラメータでした。

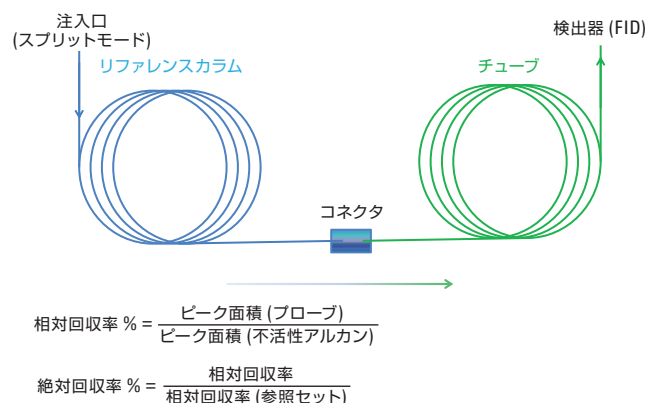


図 4. タンデムおよびポストカラムテストの原理

標準試料

表 1 および 2 に示すように、この実験では 2 種類のテスト混合物を使用しました [4、5]。

表 1. テスト混合物 60 (0.1 mg/mL シクロヘキサンまたはジクロロメタン)

	化合物
1	1-オクタノール
2	<i>n</i> -ウンデカン
3	2,6-ジメチルフェノール
4	2,6-ジメチルアニリン
5	<i>n</i> -ドデカン
6	ナフタレン
7	1-デカノール
8	<i>n</i> -トリデカン (100 % 参照として使用)
9	デカン酸 ME

表 2. 高不活性混合物、ジクロロメタン溶液 (スプリット 1:75)

ピーク番号	化合物	ng*
1	メタン	
2	プロピオン酸	1
3	<i>iso</i> -ブチル酸	1
4	<i>n</i> -ブチル酸	1
5	オクタン	0.5
6	オクタン	0.5
7	1-ニトロブタン	1
8	4-ピコリン	2
9	リン酸トリメチル	5
10	1,2-ペンタンジオール	2
11	プロピルベンゼン	1
12	1-ヘプタノール	1
13	3-オクタノン	1
14	デカン (100 % 参照として使用)	1

* スプリット注入後のオンカラム量の計算値は使用したスプリット比によって異なります。

性能の向上

カラムおよびチューブの内部表面積は比較的大きいものです (表 3)。対象化合物と表面の接触時間が比較的に長いこと、ガードカラムとトランスファーラインのチューブの不活性度は非常に重要です。最適なクロマトグラフィー分析を行うには、高い性能を持つ不活性な充填剤が必要です。この高いレベルのシステム不活性度により、テーリングの少ない、より対称性の高いピーク形状、重要な成分の分離度の向上、反応の直線性の向上、検出下限の向上が実現します。

表 3. GC 流路のさまざまなコンポーネントの表面積の比較 (10 m のチューブ)

コンポーネント	面積 (cm ²)
チューブ 0.25 mm (外径 0.5 mm)	79
チューブ 0.32 mm (外径 0.5 mm)	100
チューブ 0.53 mm (外径 0.8 mm)	166
チューブ 0.75 mm (外径 1/16 インチ)	236
チューブ 1 mm (外径 1/16 インチ)	314
チューブ 2.1 mm (外径 1/8 インチ)	659
チューブ 4.3 mm (外径 1/4 インチ)	1,350
Agilent Ultimate ユニオン (p/n G3182-60580) (1.8 mm)	0.05
GC カラム (30 m × 0.25 mm)	237
オープンアジレントライナー (内径 4 mm)	99

ライナーの表面積はチューブと比べて比較的大きくなりますが、注入技術によってこの部分の重要度は異なります。スプリット注入ではライナー表面との接触時間が 1 秒未満で (スプリット流量が 100 mL/min の 800 µL ライナーでは、総ライナーボリュームが 1 秒間に 2 回フラッシュされる)、カラムフローだけがライナーを通過するため、1 分間のスプリットレス注入よりも重要度は大きく下がります。

Agilent Ultimate Union の内部表面積は比較的小さいものですが、活性点を遮蔽するためにできる限りの不活性化が必要です。コネクタ内部表面の傷の他に、壊れたフューズドシリカによって接続部の活性が高くなることがあります。コネクタの設置手順に従

い、UltiMetal Plus フレキシブルメタルフェラルを使用することで、リークのない不活性な接続を実現できます [3]。損傷した、また不活性でないコネクタの影響を図 5 に示します。

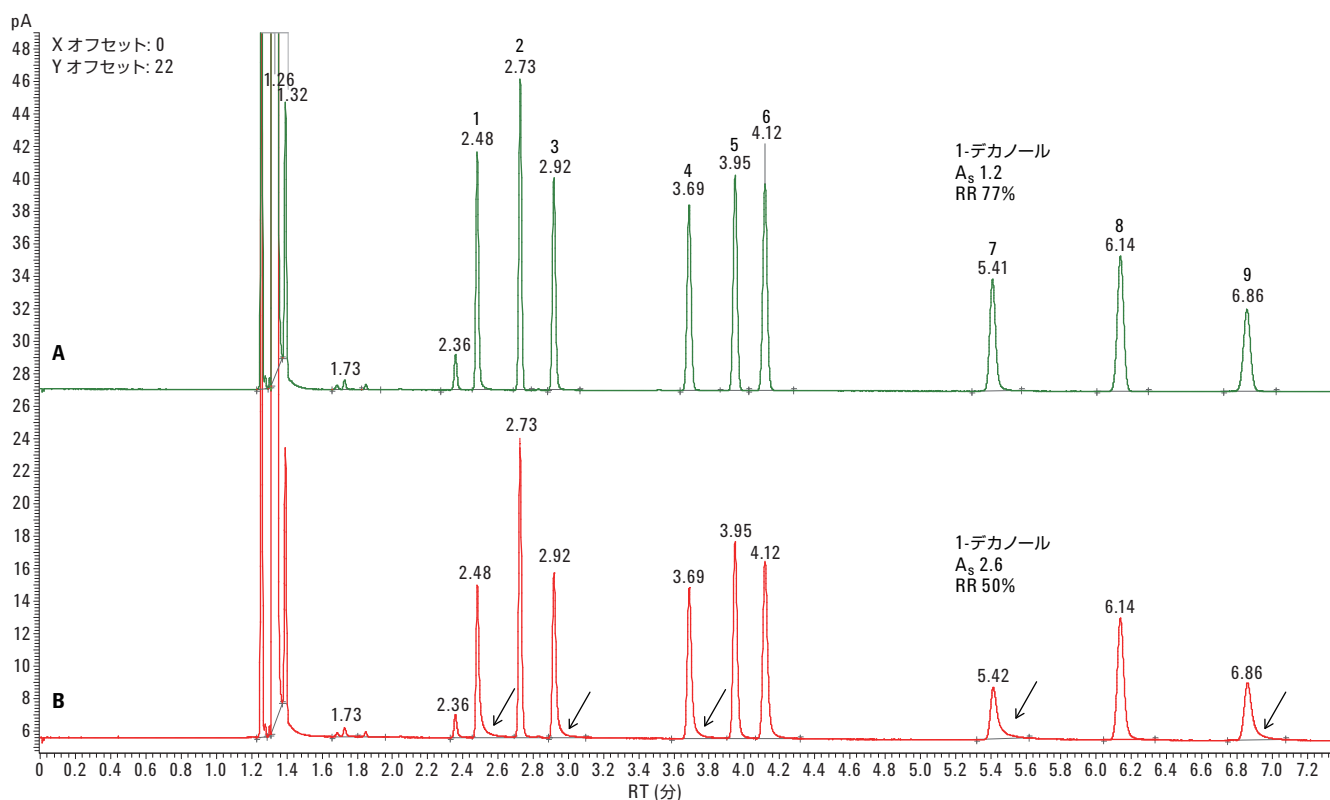


図 5. Agilent Ultimate Union が損傷または破損すると、フューズドシリカが流路の一部に含まれます (B)。重要度の低いテスト混合物 60 の化合物のピーク形状も影響を受けます。1-デカノールの相対回収率 (1-デカノールの面積 / n-トリデカンの面積) が低くなったことに加えて、テーリングまたは非対称性も大きくなりました。損傷したコネクタを適切に不活性化された Agilent UltiMetal Plus と交換すると、システムの不活性度は直ちに復元されました (A)。

タンデムテストを使用する前に、システムテストを行ってリファレンスカラムだけをテストし、コネクタとチューブまたはカラムの一部を追加した後に再度テストを行います。特定の仕様 (ピーク形状および回収率) を基準にしてシステムテストを行った後、テストに使用することができます。

多くの場合、分析者はチューブの一部を分析カラムの前のリテンションギャップまたはガードカラムとして使用するため、ポストカラムのテストと異なる結果が得られることがあります。図 6 では、リファレンスカラムの後 (タンデム)、またはカラムの前 (逆タンデム) に設置された 2 m × 0.53 mm UltiMetal Plus ガードの一部を比較しています。

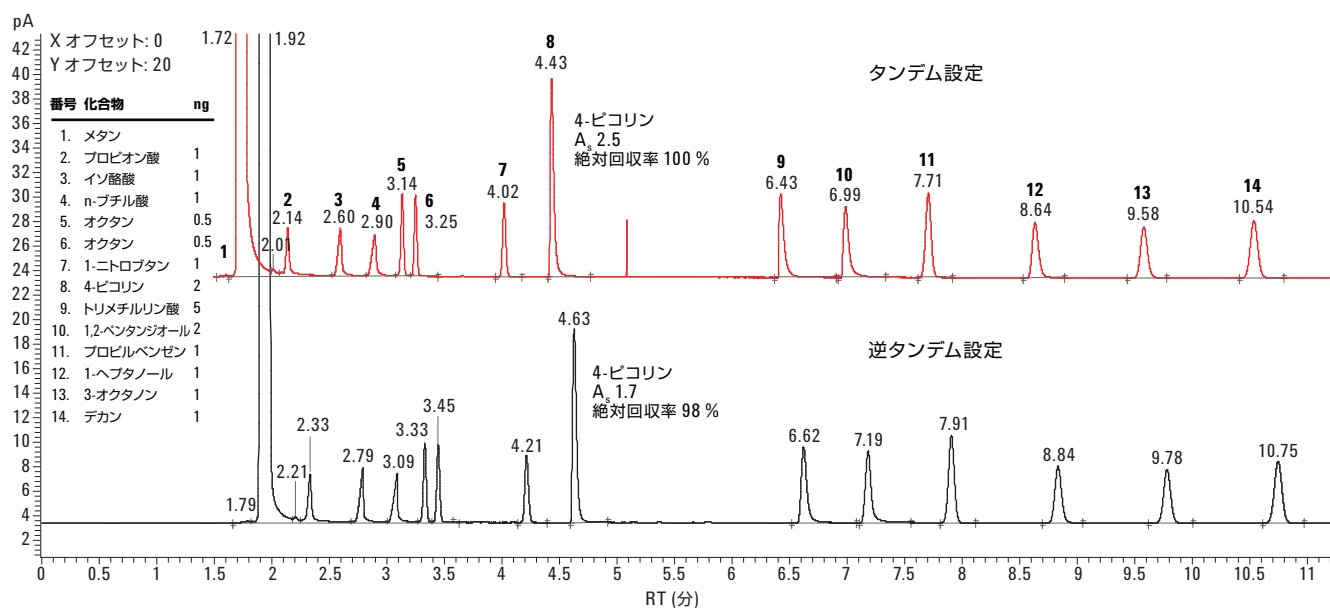


図 6. 2 m x 0.53 mm Agilent UltiMetal Plus ガードカラム (p/n CP6576) のプレ (逆) およびポスト (タンデム) テストの比較。Agilent J&W VF-5ms、30 m x 0.25 mm、0.25 μm (p/n CP8944) GC リファレンスカラムを使用し、Agilent UltiMetal Plus フレキシブルメタルフェラル付きの Agilent Ultimate ユニオン (p/n G3182-60580) を使用してチューブを接続しました。非常に重要なテスト混合物 (高不活性混合物) を使用して、不活性化ステンレスチューブの不活性度を ng レベルでテストしました [4]。結果をリファレンスシステムテストと比較し、絶対回収率を計算しました。スプリット注入を使用してプローブを注入し (1 μL、スプリット 1:75)、オープンに 60 °C に設定し、水素をキャリアガスとして使用しました (1.35 mL/min の定流量)。

実験により、これらの条件でのポストカラム設定は、不活性度をテストするには困難であることがわかりました。さまざまなプローブの相互作用を表 4 にまとめます。逆タンデム設定を使用した場合はテスト混合物は分離されず、溶媒およびプローブのバンドとして溶出されます。これがピーク形状の違いの原因と

して考えられます。注入口における直線速度は低下しましたが、さらに重要なテストにはなりません。タンデム設定では、プローブは小さいバンドとしてカラムを通じて溶出され、カラムと個々のプローブとの直接的な影響だけがテストされました。

表 4. 高不活性混合物を使用したテストプローブの表面の相互作用

プローブ	カテゴリ	相互作用
プロピオン酸 (シクロヘキサンと共溶出)	酸	塩基性度
i-C4 酸	酸	塩基性度
n-C4 酸	酸	塩基性度
C8=	アルケン	極性
n-C8	アルカン (n-C8)	不活性 (炭化水素マーカー)
ニトロブタン	NO ₂ 基を持つアルカン	双極子
4-ピコリン (4-メチルピリジン)	塩基	酸性度/シラノール
TMP (リン酸トリメチル)	塩基	酸性度/シラノール (リテンションインデックスシフトはシラノール量によって異なる)
1,2-ペンタンジオール	ジアルコール	シラノール/金属不純物 (カラムの損傷を評価するためのジオール (酸素/水の影響 – 2 つの非常に一般的な汚染物質)、およびシラノール基)
n-プロピルベンゼン	芳香族 (不活性)	不活性
1-ヘプタノール	アルコール	シラノール (残留 Si-H との相互作用)
3-オクタノン	ケトン	極性
n-デカン	アルカン (n-C10)	不活性 (炭化水素マーカー)

種類の異なるチューブのテスト

さまざまなタイプの Agilent UltiMetal Plus チューブの一例を表 5 に示します。

表 5. さまざまなタイプの Agilent UltiMetal Plus チューブとその用途

製品タイプ	用途
ガードカラム、キャピラリ	ガードカラムまたは リテンションギャップ
キャピラリチューブ	Restek SilcoNert 2000 (Sulfinert) チューブを直接置き換え
トランスファーライン、 外径 1/16 インチ	トランスファーライナーに使用、 GC とバルブの接続
バルクチューブ、1/16、1/8、 および 1/4 インチ	ガスサンプリングに使用、汎用

ガードカラムのテスト

分析カラムの前に設置されるガードカラムは、汚れたサンプルの注入によって導入されるマトリックスの汚染物質から分析カラムを保護します。ガードカラムはサンプル流路の一部であるため、不活性度は重要です。UltiMetal Plus ガードカラムの温度安定性を最大 450 °C でテストしました (表 6)。この結果は、長時間高温に曝された後の最小限のテーリングや安定した保持力から、UltiMetal Plus 不活性層が温度に対して高い耐性を持つことを示しています。

表 6. 450 °C で数時間加熱した後にテスト混合物 60 (120 °C、3 mL/min の定流量の水素) を使用した Agilent UltiMetal Plus ガードカラム (25 m × 0.53 mm) のテスト

450 °C に 維持した時間 (時間)	保持係数 (%)	非対称、 1-デカノール	リテンション インデックス、 1-デカノール	リテンション インデックス、 デカン酸 ME	ブリード (pA)
0	100	1.4	1,270.1	1,306.1	16.5
4	99	1.4	1,270.1	1,306.0	15.4
8	98	1.5	1,270.0	1,306.0	15.2
12	96	1.4	1,270.0	1,306.1	14.7
20	94	1.3	1,270.0	1,306.0	14.9

メガボアガードカラム、0.53 mm

2 m × 0.53 mm ガードカラムを高不活性混合物を使用してテストし、他社製ガードカラムと比較しました (図 7)。UltiMetal Plus ガードについてはほぼ対称なピークと高い回収率が得られたのに対し、他社ガードカラムには多くのピークテーリングが見られました。

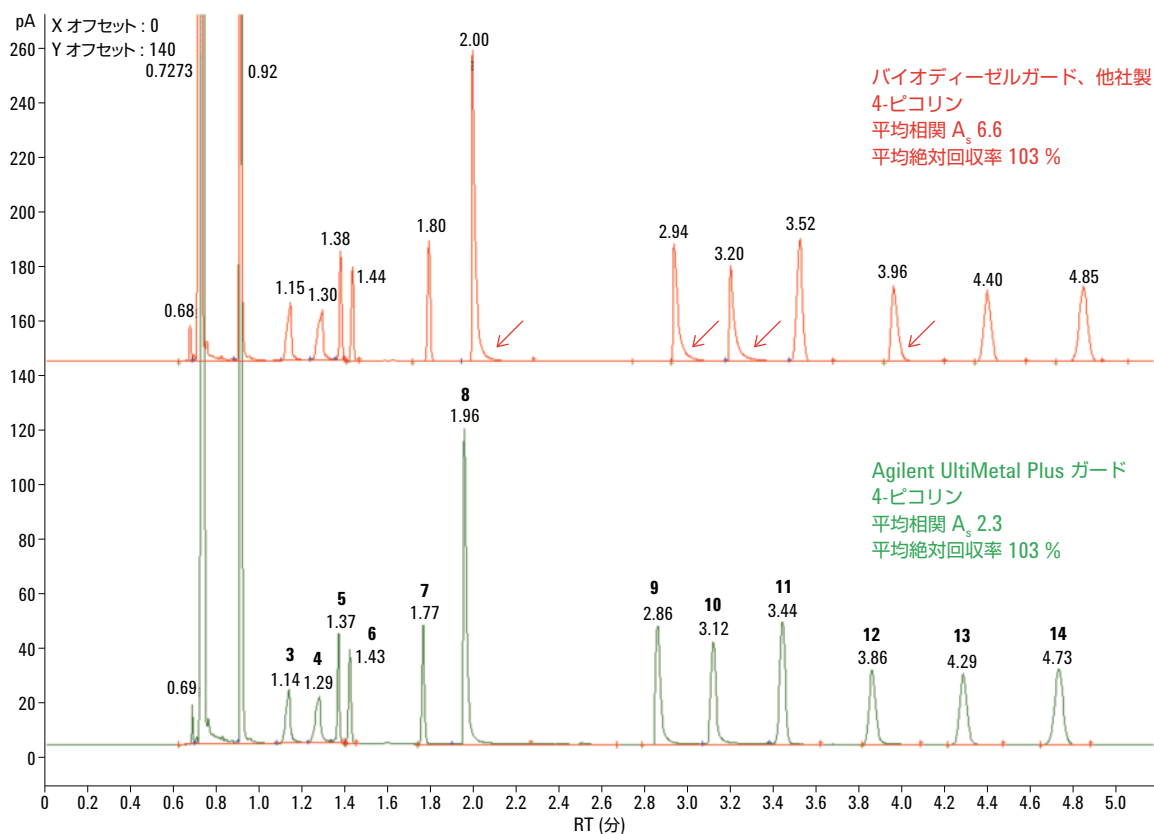


図 7. 高不活性混合物を使用した 2 m × 内径 0.53 mm Agilent UltiMetal Plus ガードおよび他社製バイオディーゼルガードのタンデムテスト (4.7 mL/min の定流量の水素、オープン 60 °C)。ピークの同定およびオンカラム量の計算値については表 2 を参照)。Agilent J&W VF-5ms、30 m × 0.25 mm、0.25 μm (p/n CP8944) GC リファレンスカラムに不活性 Agilent CPM ユニオン (p/n G3182-60580) および Agilent UltiMetal Plus フレキシブルメタルフェラルを使用しました。

ナローボアガード、0.25 mm

ナローボア、5 m × 0.25 mm UltiMetal Plus ガードカラムでは他社製ガードカラムと類似した結果が得られました (図 8)。アジレントチューブでは、分析困難なほとんどのテストプローブについて、低いテーリングプロファイルと高い回収率が得られました。

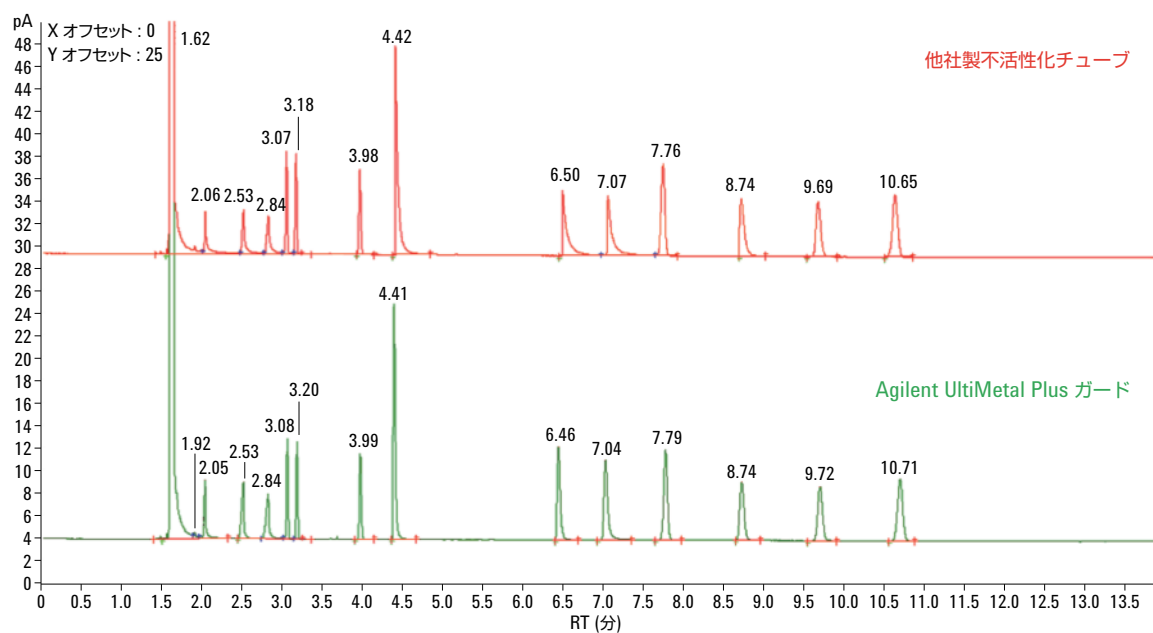


図 8. 高不活性混合物を使用した 5 m × 0.25 mm Agilent UltiMetal Plus ガードカラムと他社製品のタンデムテスト (1.35 mL/min の定流量の水素、オープン 60 °C)。Agilent J&W VF-5ms、30 m × 0.25 mm、0.25 μm (p/n CP8944) GC リファレンスカラムに不活性 Agilent CPM ユニオン (p/n G3182-60580) および Agilent UltiMetal Plus フレキシブルメタルフェラルを使用しました。

0.25 mm チューブ、30 m の UltiMetal Plus 処理

UltiMetal Plus 処理後のカラム全長の不活性度を確認するために、30 m カラム (内径 0.25 mm) を約 5 m の部分に分けてテストしました。6 個目の部分は 5 m よりもわずかに短くなったため、テスト混合物 60 についてのこの部分のリテンションタイムは短くなりました (図 9)。

4 本のカラムのテストを行いました。1-デカノールのピーク対称性と絶対回収率データを表 7 に示します。異なるカラム部分で多少の変動があることに加えて、タンデムテストでも 4 つのチャネルに不活性度の変動が多少ありました。

UltiMetal Plus 不活性化はチューブ全長で等しく行われていました。

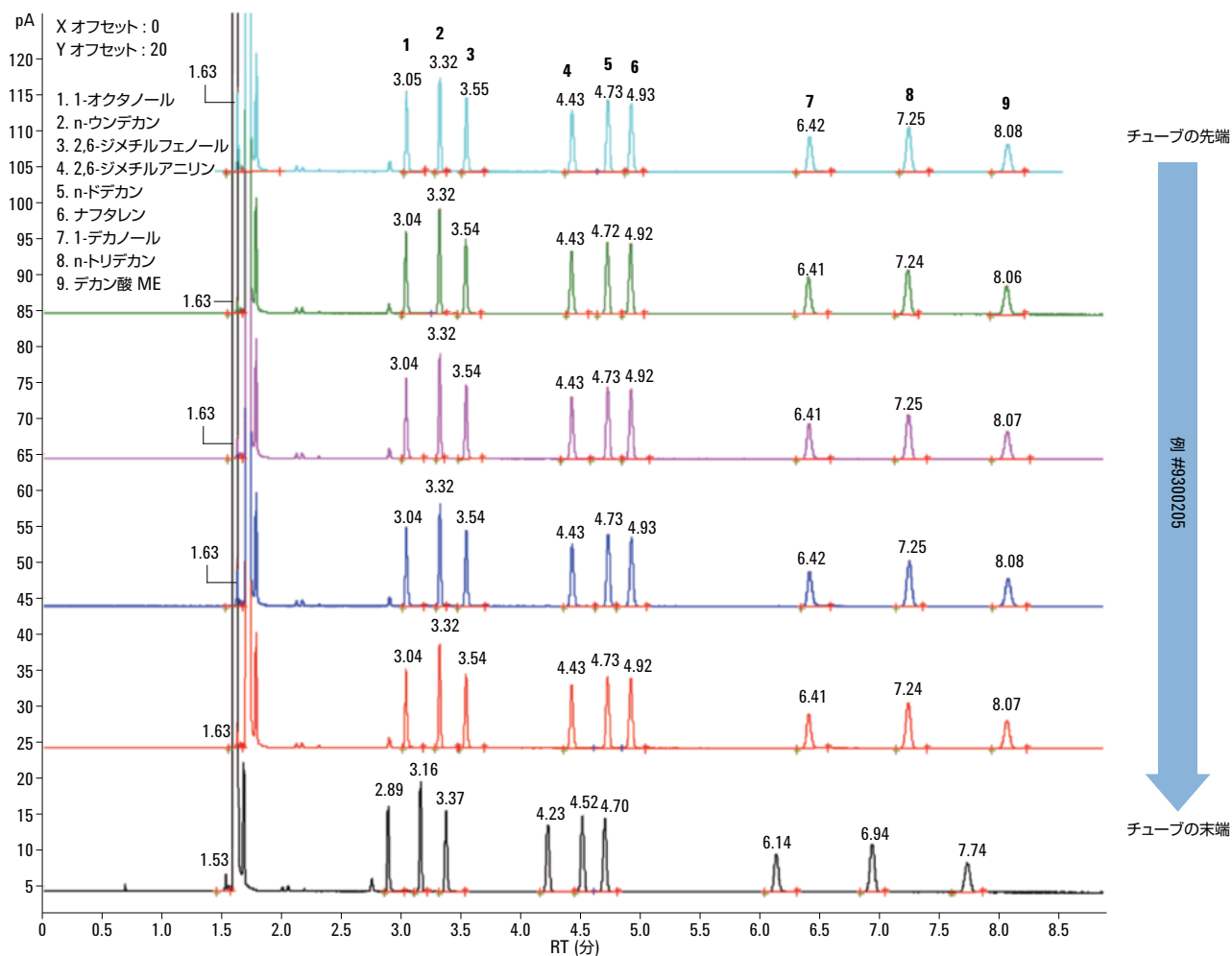


図 9. 30 m × 内径 0.25mm Agilent UltiMetal Plus 処理済みチューブの全長で一貫した性能。カラム (番号 9300205) を 6 つの部分に分割し、テスト混合物 60 を使用してタンデムテストを行いました。ピーク ID については表 2 を参照してください。

表 7. 4 本の 30 m × 0.25 mm Agilent UltiMetal Plus ステンレスカラムを使用した 1-デカノール (テスト混合物 60) のタンデムテストの結果 (5 m の部分に分けてテスト)

カラム番号								
9300209			9301597		9300205		9300202	
部分	非対称性	絶対回収率 (%)	非対称性	絶対回収率 (%)	非対称性	絶対回収率 (%)	非対称性	絶対回収率 (%)
1	1.1	96	1.3	98	1.1	93	1.3	100
2	1.1	96	1.4	97	1.2	97	1.3	104
3	1.1	95	1.2	98	1.1	93	1.3	101
4	1.1	96	1.3	102	1.2	93	1.4	105
5	1.2	95	1.2	93	1.2	89	1.3	103
6	1.3	89	1.3	96	1.2	92	1.2	107
平均	1.1	94	1.3	97	1.2	93	1.3	103
RSD (%)	7	3	5	3	4	3	4	3

タンデムテスト、UltiMetal Plus チューブ、0.53 mm

図 10 は、UltiMetal Plus 0.53 mm チューブのタンデムテストを比較したものです。オリジナルの UltiMetal 製品、UltiMetal Plus チューブ、他社製チューブの不活性度を比較しました。

すべての厳密なプローブが溶出し、不活性度も許容範囲内でしたが、リン酸トリメチルと 1,2-ペンタンジオールではテーリングが多く見られました。オリジナルの UltiMetal チューブと比較すると、UltiMetal Plus 技術によって不活性度が大幅に向上していました。他社製品はわずかに多くのテーリングを示しました。

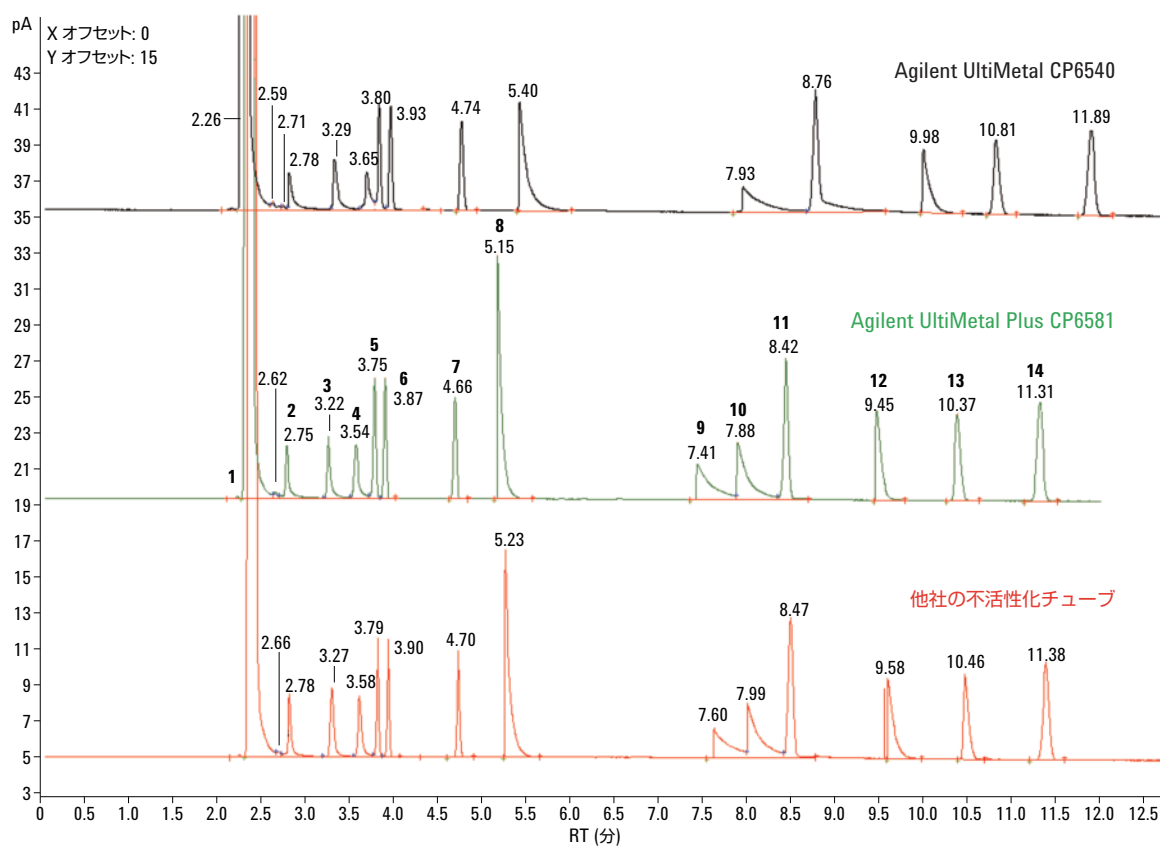


図 10. 5 m × 0.53 mm チューブのタンデムテスト (1.35 mL/min の定流量の水素、オープン 60 °C)。ピークの同定とオンカラム量の計算値については、表 2 を参照してください。Agilent J&W VF-5ms、30 m × 0.25 mm、0.25 μm (p/n CP8944) GC リファレンスカラムに不活性 Agilent CPM ユニオン (p/n G3182-60580) および Agilent UltiMetal Plus フレキシブルメタルフェラルを使用しました。

トランスファーライン、1/16 インチ

GC およびスイッチングバルブのほとんどの接続には、1/16 インチのトランスファーラインチューブを使用しています。活性成分の損失を最小限に抑えるためには、トランスファーラインの不活性度も重要なパラメータになります。図 11 に、UltiMetal Plus 不活性化トランスファーラインのテスト結果を示します。未処理ステンレスチューブは活性度が高く、多くのプローブは不可逆的に吸着されて溶出しません。他社製チューブの性能は通常のステンレスチューブの性能を超えましたが、UltiMetal Plus チューブよりは劣っていました。

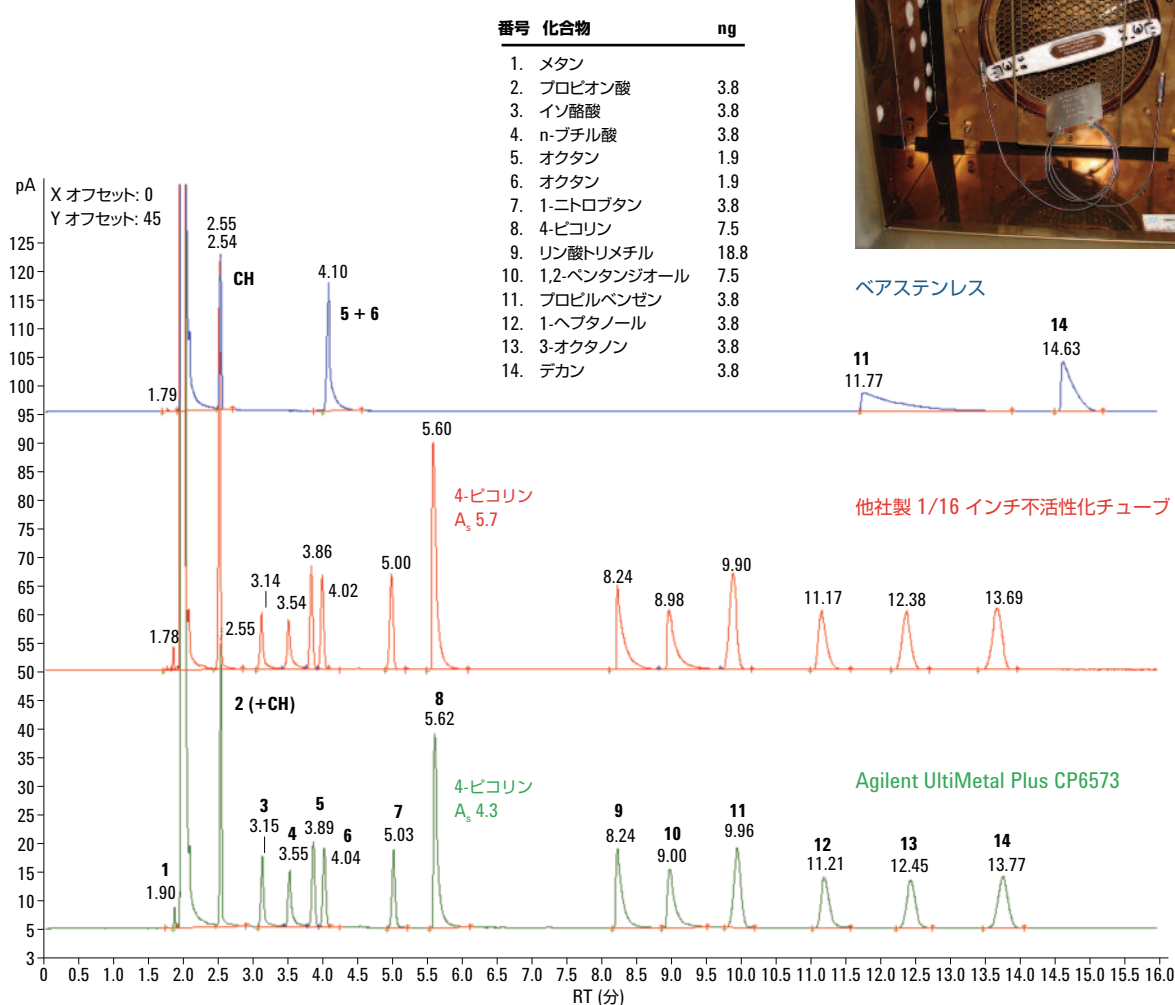


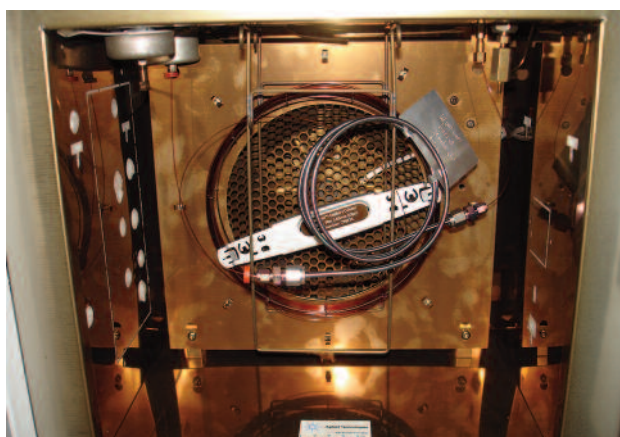
図 11. 1/16 インチ × 0.75 mm のトランスファーラインを、高不活性混合物を使用し (表 2 に示すように量は 1/3.75)、スプリット比 1:20 で 1 m 部分としてテストしました (4.7 mL/min の定流量の水素、オープン 60 °C)。メガボア Agilent J&W VF-5ms、30 m × 0.53 mm、0.5 µm GC リファレンスカラム (p/n CP8974) を使用しました。

バルクチューブ

3つの異なるタイプのバルクチューブ、外径 1/16 インチ (内径 1 mm)、外径 1/8 インチ (内径 2.1 mm)、外径 1/4 インチ (内径 4.3 mm) が用意されています。1/8 インチチューブ (1 m) の結果を図 12 に示します。内部容量が大きいため、メガボア VF-5ms GC カラムを使用しました。1/8 インチを 1/16 インチに変換できる特殊な不活性化コネクタがないため、標準の金属コネクタを UltiMetal Plus で不活性化し、1 m のチューブを接続するために

使用しました。システム参照セットとして、UltiMetal Plus 不活性化 1/8 インチチューブの短い断片 (3 cm) を、チューブを切断することなく 2つのリデュースユニオンとともに使用しました (完全に不活性化)。金属フェラルを使用して、フューズドシリカチューブをリデュースユニオンに接続しました。

ベアステンレスおよび UltiMetal 処理スチールと比較したところ、UltiMetal Plus 技術によって不活性度が向上していました。



内部を Agilent UltiMetal Plus で処理した 1/8 インチチューブ

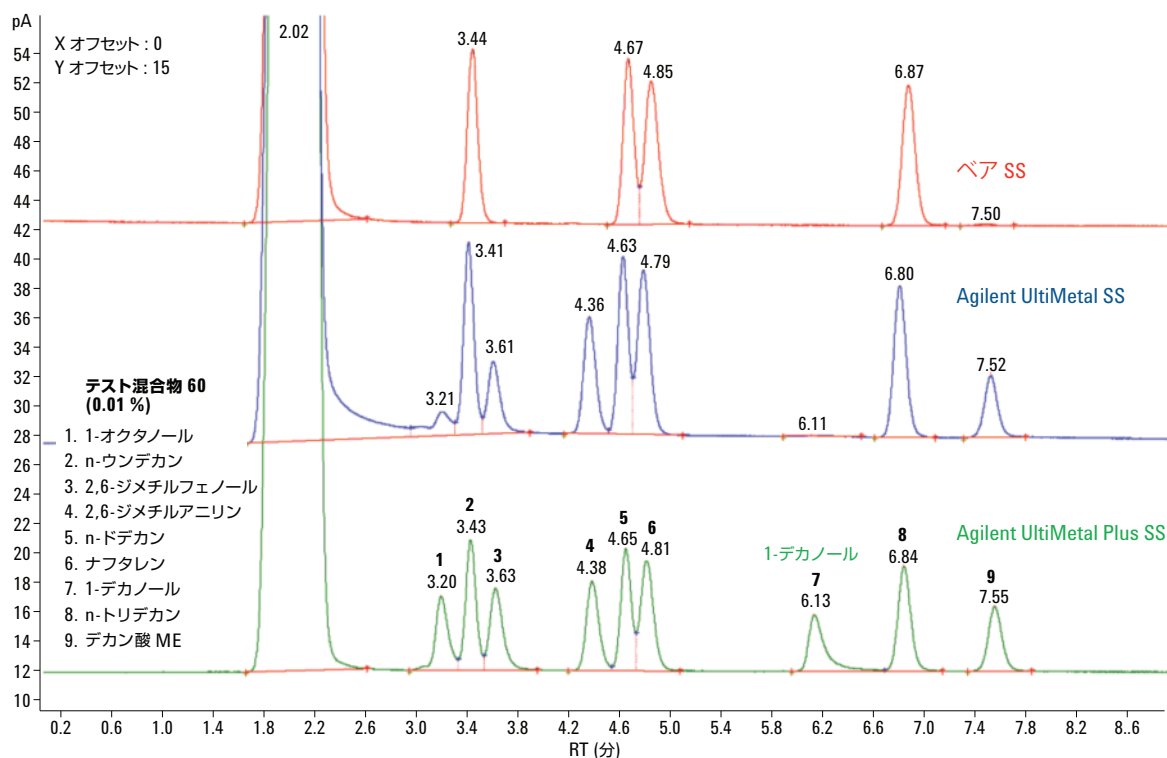


図 12. メガボア Agilent J&W VF-5ms、30 m × 0.53 mm、0.5 μm GC リファレンスカラム (p/n CP8974) を使用した、テスト混合物 60 によるさまざまな 1 m × 1/8 インチチューブのタンデムテスト (4.7 mL/min の定流量の水素、オープン 120 °C)。カラム内部は目視確認できます (虹色、ここでは青から紫)。

キャピラリチューブと不活性化フューズドシリカの比較

複数のタイプのスチール不活性化チューブに加えて、不活性化フューズドシリカの不活性度を比較しました (図 13、表 8)。上に示す (A) システムテストは初期不活性プロファイルを示しています。その後のクロマトグラムは、同一のリファレンスカラムとコネクタを使用したさまざまなチューブタイプ (5 m × 0.53 mm) の不活性性能を示しています。

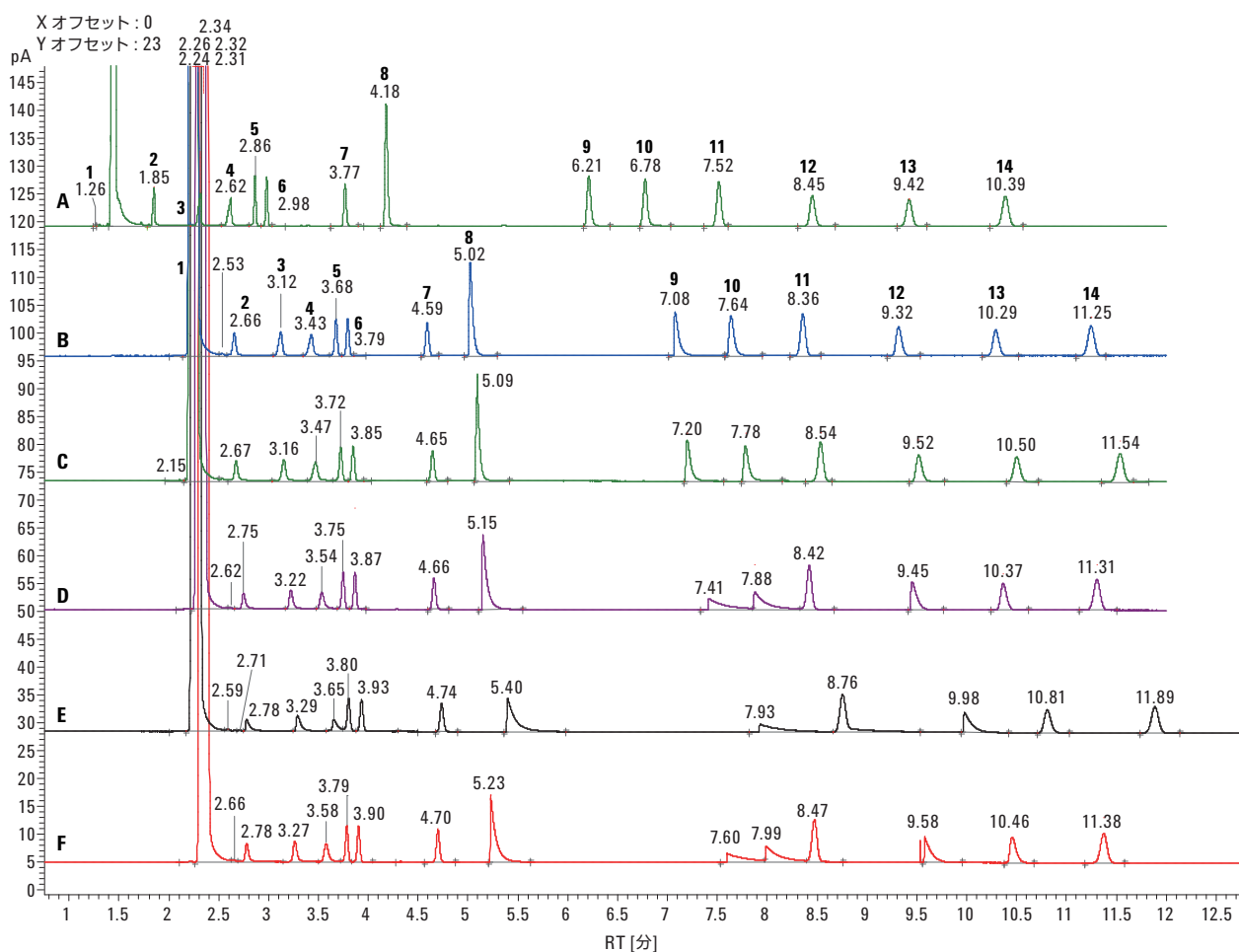


図 13. さまざまなタイプのチューブの比較、5 m × 0.53 mm、高不活性混合物を使用。A) Agilent J&W VF-5ms (p/n CP8944) および Agilent CPM ユニオン (p/n G3182-60580) のシステムチェック、B) 非極性 (無極性) 不活性化フューズドシリカ、C) Agilent UltiMetal Plus ガード、ステンレス (p/n CP6577)、D) Agilent UltiMetal Plus チューブ、ステンレス (p/n CP6581)、E) Agilent UltiMetal チューブ、ステンレス (p/n CP6540)、F) 他社製不活性化チューブ。チューブのテストは、1.35 mL/min の定流量の水素および 60 °C で、高不活性混合物を用いたタンデム設定により行いました。オンカラム量と成分を表 2 に示します (スプリット 1:75、1 µL の注入)。

表 8. さまざまなタイプの 5 m × 0.53 mm チューブの比較、高不活性混合物を使用

化合物	A		B		C		D		E		F	
	A _s	RR (%)	A _s	RR (%)	A _s	RR (%)	A _s	RR (%)	A _s	RR (%)	A _s	RR (%)
プロピオン酸	0.5	45	1.1	47	1.3	45	2.8	40	6.4	38	1.6	44
<i>i</i> -C4 酸	0.3	49	0.8	50	1.0	49	2.0	42	3.7	45	1.5	48
<i>n</i> -C4 酸	0.3	49	0.8	49	1.0	48	2.1	41	1.9	35	1.6	46
C8=	1.0	50	1.0	51	1.0	51	1.0	52	0.9	56	0.9	52
<i>n</i> -C8	1.0	50	1.0	50	1.1	50	1.0	50	1.0	54	1.0	51
ニトロブタン	1.2	53	1.1	53	1.1	52	1.1	51	1.2	52	1.1	53
4-ピコリン	1.5	169	3.1	169	2.4	168	10.1	162	18.0	137	15.5	164
TMP	1.2	101	6.5	102	4.6	100	51.5	81	60.7	83	60.0	71
1,2-ペンタンジオール	1.1	105	2.0	104	2.5	99	21.5	98	共溶出		28.5	101
<i>n</i> -プロピルベンゼン	1.0	107	1.1	107	1.0	107	1.0	111	1.3	156	1.0	115
1-ヘプタノール	1.1	82	1.4	83	1.5	82	5.6	80	9.6	80	16.9	79
3-オクタノン	1.1	80	1.2	80	1.1	80	1.5	80	1.4	80	2.3	80
<i>n</i> -デカン	1.0	100	1.0	100	1.0	100	1.0	100	1.0	100	0.9	100

RR = 相対回収率、*n*-デカンと比較
AS (非対称) を 10 % ピーク高さで測定

A) Agilent J&W VF-5ms (p/n CP8944) および Agilent CPM ユニオン (p/n G3182-60580) のシステムチェック、B) 非極性 (無極性) 不活性化フューズドシリカ、C) Agilent UltiMetal Plus ガード、ステンレス (p/n CP6577)、D) Agilent UltiMetal Plus チューブ、ステンレス (p/n CP6581)、E) Agilent UltiMetal チューブ、ステンレス (p/n CP6540)、F) 他社製不活性化チューブ

これらのデータから、テスト混合物の活性プローブに対し、UltiMetal Plus ガードチューブが無極性の不活性化フューズドシリカと同等かそれ以上の不活性度を持つことがわかりました。UltiMetal Plus ステンレスガードは優れた不活性性能を持っており、不活性化フューズドシリカチューブに代わるさらに堅牢なカラムです。

UltiMetal Plus チューブ、温度安定性および柔軟性

GC カラムの外部 UltiMetal コーティングの温度安定性を 450 °C でテストし、通常のステンレスカラムと比較しました (図 14)。外部は機械的に安定しているように見え、熱暴露後も色に変化はありませんでした。

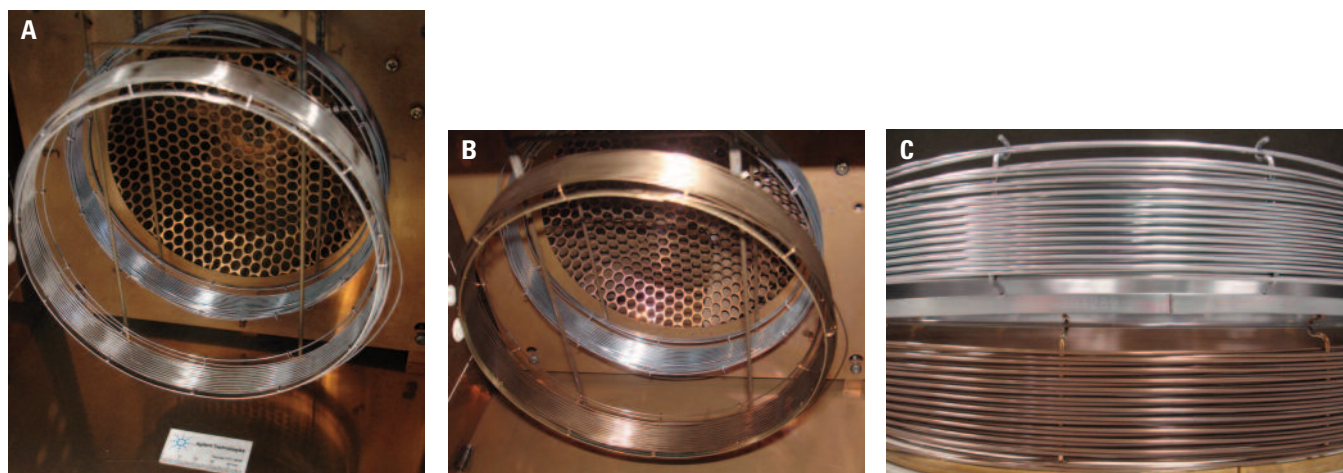


図 14. GC カラムの外観。内径 0.53 mm、450 °C で 5 日間加熱した後に Agilent UltiMetal でコーティングし、未処理ステンレスカラムをリファレンスカラムとして使用しました。いずれのカラムも開始前に十分にすすぎました (A)。加熱後、未処理カラムを茶色になるまで酸化しましたが、Agilent UltiMetal 不活性化カラムは虹色の外観を維持しました (B、C)。

UltiMetal 処理済みステンレスチューブの折り曲げには、維持できる最小半径に制限があります。UltiMetal 層は過度の折り曲げにより損傷を受けることがあり、これが流路の不活性度に影響を与えることがあります。このテストでは、折り曲げ後のチューブ外側の変化を目視確認しました。外径 1/8 および 1/4 インチのチューブでは、標準のパイプ折り曲げツールを使用できます。1/16 インチチューブでは、半径 2 cm 以上であれば安全に使用できます。1 m × 内径 0.25 mm のキャピラリーチューブを直径が 2.5 および 10 cm になるように巻き (図 15)、US EPA8270 ショートミックスを使用して不活性度をテストしました。

EPA8270 ショートミックスを使用したタンデムテストのクロマトグラムの例を図 16 に示します。

折り曲げ後の不活性層の損傷はチューブの不活性度に影響を与えることがあります。測定から、UltiMetal Plus および他社製不活性化チューブの不活性度に変化は見られず、この 2 つの間の機械的な安定性に大きな違いがないという結論が得られました。図 17 に最も厳密なテストプローブ (2,4-ジニトロフェノール) の比較を示します。観察された差は測定の変動内に収まっていました。

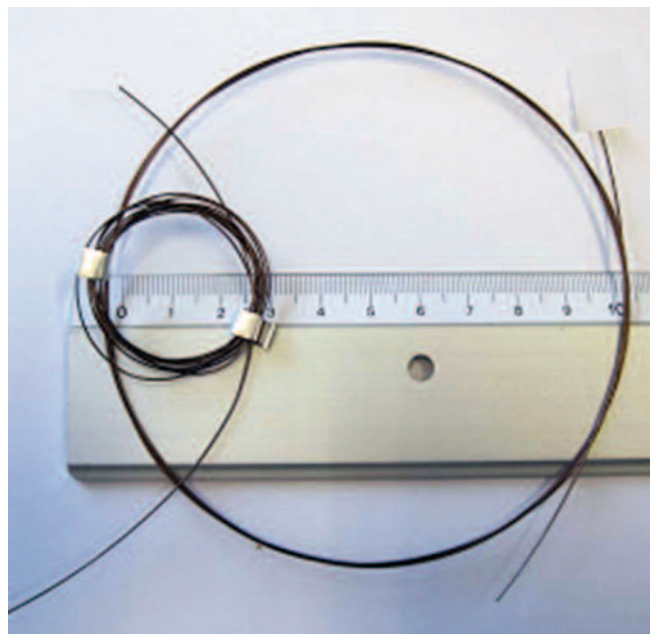


図 15. 0.25 mm Agilent UltiMetal Plus チューブを直径 2.5 および 10 cm に曲げて比較するための柔軟性テスト

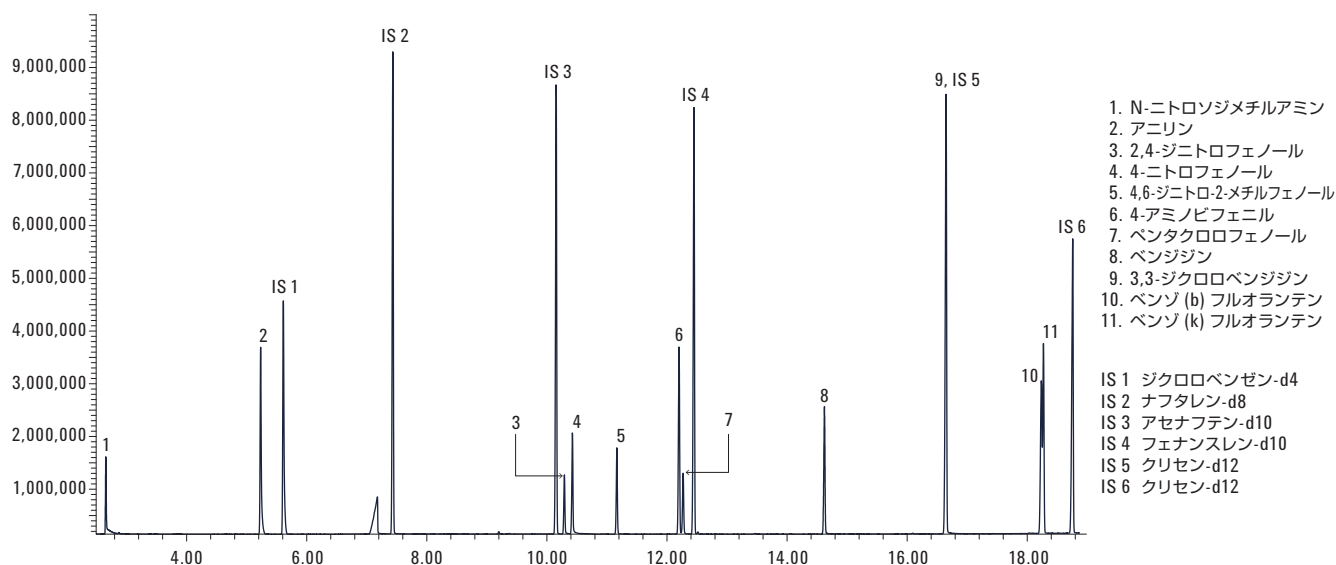


図 16. GC/FID を使用した EPA8270 ショートミックスのタンデムテストクロマトグラム (20 ng レベル、内部標準では 40 ng)。1 μ L のサンプル (スプリットレスモード、0.75 分、30 mL/min、250 $^{\circ}$ C) を G4513B オートサンブラを使用してスプリット/スプリットレス注入口を用いた Agilent 7890A GC に注入しました。ヘリウムを、3 mL/min の定流量でキャリアガスとして使用しました。Agilent J&W HP-5ms、50 m $\times$ 0.32 mm、0.52 μ m GC カラム (p/n 19091S-112) を、40 $^{\circ}$ C (1 分) から 15 $^{\circ}$ C/min で 310 $^{\circ}$ C (0 分) までプログラミングしました。40 ppm の内部標準 (重水素化 PAH) が含まれる、5 μ m テスト標準ジクロロメタン溶液を使用しました。

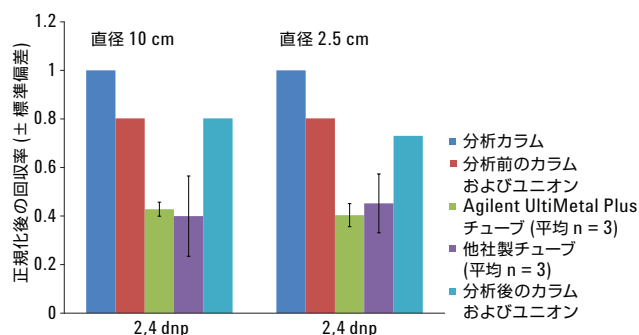


図 17. 2.5 および 10 cm の直径に曲げた Agilent UltiMetal Plus チューブと他社製チューブの比較 (1 m ステンレスチューブ、内径 0.25 mm、外径 0.5 mm、n = 3)

結論

ベアステンレスと比較したところ、Agilent UltiMetal Plus 処理済みステンレスでは大幅に優れた不活性度が得られました。他社製チューブとの比較では、同等またはそれ以上の不活性度が確認されました。UltiMetal Plus チューブは外部が不活性化されているため、チューブを機器またはコネクタに接続したときに不活性度が大きく向上するといった利点を持っています。リークのない不活性の堅牢な接続を得るためには、Agilent UltiMetal Plus コネクタ、フェラル、およびフィッティングの使用をお勧めします。

参考文献

1. Anon. “UltiMetal Plus – Advanced Chemistry for Stainless Steel Surface Deactivation” Technical Overview, Agilent Technologies, publication number 5991-3357EN (2014).
2. Ken Lynam “Agilent Inert Flow Path Enhancements Improve Drugs of Abuse Testing” Application Note, Agilent Technologies, publication number 5991-1859EN (2013).
3. Anon. “Agilent Ultimate Union Kits (G3182-61580 and G3182-61581)” Installation Guide, Agilent Technologies, publication number G3182-90580 (2013).
4. J. Luong, R. Gras, W. Jennings. *J. Sep. Sci.* **30**, 2480 (2007).
5. Anon. “Agilent J&W Ultra Inert GC Columns: A New Tool to Battle Challenging Active Analytes” Technical Overview, Agilent Technologies publication number 5989-8665EN (2008).

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. 2014

Printed in Japan

May 6, 2014

5991-4499JAJP



Agilent Technologies