

Agilent J&W キャピラリ GC カラム

据付

この説明は、アジレントが製造するほぼすべてのキャピラリカラムに当てはまります。新しい GC カラム (PLOT カラムなど) には、より具体的なコンディショニング、手入れ、メンテナンス手順がある場合があります。

カラムが期待どおりに確実に機能するように、新しい GC カラムに付属するすべての情報を必ず読んでください。

フューズドシリカキャピラリ GC カラム (図 1) は、下記で構成されます。

- チューブを破損から保護する茶褐色のポリイミド外装コーティング
- フューズドシリカチューブ
- チューブの内壁に均一にコーティングされた固定相。よく用いられる相は、シリコンベースのポリマー (ポリシロキサン)、ポリエチレングリコール、固体吸着剤です。

キャピラリ GC カラムの性能を最大限に引き出し、寿命をできるだけ延ばせるよう、これらの推奨ガイドラインに従って適切に設置してください。

ポリイミドコーティング

固定相

フューズドシリカ

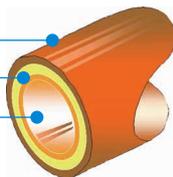
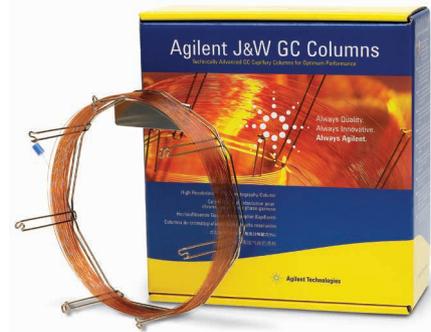


図 1. キャピラリカラム



キャピラリカラムの取付用ツール

- ダイヤモンドまたはカーバイド、サファイアチップペンシル、あるいはセラミックカッターなどのカラム切断用ツール
- カラムテスト用混合物 (オプション)
- フローメータ (流量計) (オプション)
- リークディテクタ (オプション)

1.トラップ、キャリアガス、セプタム、ライナをチェックする

ガストラップの有効期限を確認し、必要に応じて交換します。注入口に新しいセプタムを取り付けます。特に汚れたサンプルを注入した後や活性化化合物を分析する場合は、必要に応じて注入口ライナと金メッキシールをクリーニングまたは交換してください。カラム内の液相は、室温を超えると酸素によって容易に劣化します。キャリアガスラインにトラップを使用すると、カラムの寿命を延ばし、バックグラウンドノイズを最小限に抑えられます。キャリアガスには、Agilent ガスクリーン GC/MS フィルタなど、酸素や水分、炭化水素を除去するインジケータリングフィルタの使用を強くお勧めします。

検出器のガスラインにも Agilent ガスクリーンフィルタを追加して、感度と寿命を向上させることができます。

2.ナットとフェラルをカラムに取り付け、カラムの端を慎重にカットする

警告：注意してください。オープンや注入口は、火傷を負うほど熱くなっている可能性があります。注入口が熱くなっている場合は、耐熱手袋を着用して手を保護してください。

警告：ガラスまたはフューズドシリカキャピラリーカラムの取り扱い、切断、取り付けの際には、破片が飛び散って目に入るおそれがあるため、安全メガネを着用してください。刺し傷を防ぐため、カラムの取り扱いには注意してください。

カラムナットとフェラルをカラムの一方の端に取り付けます。カラム品名版がオープンのドアに向くように、カラムをオープン内に吊します。大半の Agilent J&W キャピラリーカラムには入口と出口の指定はありません。特定の入口と出口の指定を持つ一部のカラム（例えば、出荷時にガードカラムやパーティクルトラップが取り付けられているものなど）については、カラムに付属している特定の取り付けガイドラインを読み、それに従ってください。

ナットとフェラルを取り付けた後、カラムの端をカットします。カラムのカットする部分を指に当てます。適切な切断工具を使用して、カラムの外側に 1 回の動作で刻みを入れます。チューブを完全に切断しないようにしてください。刻みを入れた場所の両側のカラムをつかみ、刻みの部分で曲げて切断します。ルーペでカラムの端を調べます。切断面がチューブの壁に対して直角で、切りくず、バリ、凹凸がないことを確認してください（図 2）。必要に応じて再切断してください。

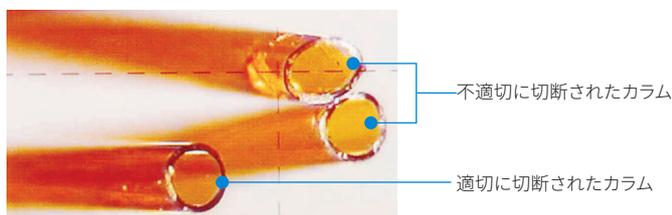


図 2. フューズドシリカキャピラリーカラムの切断

3.カラムを注入口に取り付ける

GC オープンのカラムハンガーにカラムを設置します。カラムチューブがオープンの側面に触れないようにしてください。

カラムを一部ほどいて、注入口に接続されるチューブの部分が滑らかに湾曲するようにします。チューブにストレスがかかり破損の原因となる可能性があるため、きつく曲げないでください。カラムタグや鋭いエッジなどがカラムをこすらないようにしてください。

注入口へのカラムの最適な挿入長さは、注入口のタイプによって異なります。適切な挿入長さや挿入方法については、GC の取扱説明書を参照してください。

カラムが適切に位置決めされた状態で、カラムナットを手で締めます。Agilent のセルフタイトカラムナットを使用する場合、指で締めるだけで十分です。セルフタイトナットを使用する場合は、レンチを決して使用しないでください。ナットが壊れ、リークの原因になります。標準のナット（セルフタイトではないナット）の場合は、レンチを使用してさらに 1/2 回転締めてください。フィッティング内でカラムが動く場合は、さらに 1/4 回転締めます。リークのないシールができないと、カラムが急速かつ永久に損傷を受けてしまいます。ナットを締めている間はカラムを動かさないでください。

フェラル、特にグラファイト/ポリイミド製のものは、加熱するとわずかに変形します。注入口と検出器が冷えているときにカラムを取り付けた場合は、フィッティングを締め直します。また、カラムのコンディショニング後に、カラムナットがしっかりと締まっているのを確認することもよく行われます。

4.キャリアガスをオンにする

ヘッド圧力を調整して、キャリアガスの流量を適切な値にします（表 1）。表の値は、分析のスタート時としてのみ推奨されます。実際のヘッド圧は、手順 9 で設定したキャリアガスの流速または流量によって異なります。

カラムの反対の端をヘキサンの入った小さなバイアルに入れます。安定した泡の流れが見えるはずですが、泡が見られない場合は、キャリアガスの供給、フローコントローラなどをチェックして、設定が適切であるか、リークがないかを確認してください。続ける前に、ヘキサン（溶媒）を拭き取ってください。

表 1. He キャリアガスのカラムヘッド圧力設定の概略値 (psig)

長さ (m)	カラム						
	内径 (mm)						
	0.10	0.18	0.20	0.25	0.32	0.45	0.53
10	35-45	5-10					
12			10-15				
15				8-12	5-10		1-2
20	75-100	10-20					
25			20-30				
30				15-25	10-20	3-5	2-4
40		35-50					
50			30-60		15-25		
60				30-45	20-30	6-10	4-8
75						8-14	5-10
105					60-80		10-15

キャリアガスの選択

高純度のヘリウムと水素が、キャピラリカラムに適したキャリアガスです。窒素も使用可能です。水素は、内径の細い GC カラムでの使用をお勧めします。99.999 % 以上のガス純度が推奨されます。避けるべき最も重要な不純物は酸素です（酸素 1 ppm 未満）。

ガスラインを清潔でリークのない状態に保ちながら最高品質のガスを確実に供給するために、Agilent ガスクリーン精製システムなどのガスフィルタを使用することを強くお勧めします。ガスを清浄な状態に保つことにより、カラムの損傷および感度の低下、機器のダウンタイムのリスクを低減できます。

警告：水素は、4 ~ 10 % の水素濃度で空気と爆発性の混合物を形成します。水素は拡散性が高いため、この濃度になる可能性は低いものの、危険性は無視できません。水素をキャリアガスとして使用する場合は、水素センサの使用をお勧めします。

5. 検出器にカラムを挿入する

カラムを検出器に取り付ける際は、ステップ 2 および 3 の検出器側の取り付け上の注意に従ってください。精度の高いフローメータを使用して、すべての検出器ガス流量を確認してください。

6. リークがないか検査する

初めてカラムを加熱する前に、GC システムにリークがないか検査してください。リークディテクタの使用が、注入口と検出器のフィッティングをチェックする最も信頼できる方法です。**Snoop® は使用しないでください。**液体の使用が必要な場合は、イソプロパノール/水の 50/50 混合物を試してください。

7. キャリアガス流と適切なカラム取り付けを確認する

圧力電子制御 (EPC) により、キャリアガスの線速度または流量を直接入力できます。正確な速度または流量値を設定するには、PC ソフトウェアに、または GC キーパッドを使用して正しいカラム寸法を入力することが重要です。

注：スマートキー付きの GC カラムの場合、カラム寸法と仕様が自動的に入力されます。

正確な内径情報については、カラムに付属のカラムパフォーマンスサマリーシートを常に参照してください。

ステップ 4 の説明に従って、または保持されない化合物を注入して、キャリアガスの流れを確認します。保持されない化合物の例を表 2 に示します。

表 2. 保持されない化合物¹

検出器	化合物
FID	メタン、ブタン
TCD	メタン、ブタン、アルゴン、空気
ECD	塩化メチレン ² 、SF ₆ 、CF ₂ Cl ₂
NPD	アセトニトリル ^{2,3}
PID	エチレン、アセチレン
MS	メタン、ブタン、アルゴン、空気

¹ これらの化合物の大部分は、PLOT カラムにかなりの量が保持されます。

² 液体を注入しないこと。非常に希薄なヘッドスペース注入を使用してください。

³ アセトニトリルは、ほとんどのカラムで 100 °C 未満の温度では保持されます。カラムを 100 °C 以上に加熱して線速度を設定してください。

手順

カラム温度 35 ~ 40 °C で、スプリットモードのスプリット/スプリットレス注入口を使用して、保持されない化合物 1 ~ 2 μL を素早く注入します。ダイレクトまたはクールオンカラムモードを使用する場合は、サンプルが検出器を飽和させないように保持されない化合物を希釈します。

非常にシャープで対称的なピークが得られるはずですが (図 3)。スプリットレス注入では、少量のピークテーリングが観察される場合があります。ピークが現れない場合は、キャリアガスが流れていない可能性があります。レギュレータ、ガス供給、フローコントローラが適切に設定されていることを確認してください。検出器、シリンジ、PC が接続され、正常に機能していることを確認します。保持されない化合物がテーリングしている場合は、注入口にリークがあるか、カラムの取り付けが不十分であるか、スプリット比が低すぎる可能性があります。カラムを取り付け直して、注入口にリークがないか確認します。続行する前に、テーリングのないピークが得られることが必要です。

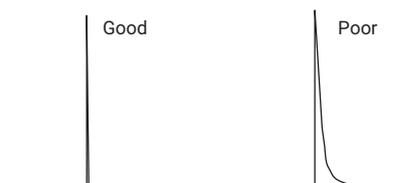


図 3. メタンのピーク

8. カラムをコンディショニングする

注意：キャリアガスを流さずに、またはキャリアガス流に酸素が存在する状態でカラムを加熱すると、カラムが急速かつ永久的に損傷します。

カラムをキャリアガスで 15 分間パージします。カラムを上限温度またはメソッドの最高操作温度より 10 ~ 20 °C 高い温度のいずれか低い温度まで加熱します。カラムの上限温度を超えないようにしてください。カラムが損傷します。

カラムがコンディショニング温度に達したら、ベースラインを観察します。5 ~ 30 分間上昇し、さらに 30 ~ 90 分間下降します。コンディショニング温度に達してから 1 ~ 3 時間後には、フラットなベースラインが得られるはずですが、2 ~ 3 時間経ってもベースラインが安定しない場合、または一定に保たれない場合は、コンディショニングプロセスを中止してください。^{*}不安定なベースラインは、キャリアガスラインまたは注入口でのリーク、またはシステムの汚染によって引き起こされている可能性があります。続行する前に、いずれかの問題を修正してください。

通常、極性固定相と厚膜は、無極性相と薄膜よりも安定するまでに長い時間が必要です。PLOT カラムには、特別なコンディショニング手順が必要です。適切な手順については、カラム情報シートを参照してください。

ECD や MSD などの一部の検出器は、カラムのコンディショニング中にカラムが検出器に接続されていないと、より早く安定する場合があります。

検出器側を取り外した状態でカラムをコンディショニングすると、カラムの端のごく一部が損傷する場合があります。カラムを検出器に接続する前に、露出したカラムの端を 10 ~ 20 cm 取り除きます。

^{*}厚膜および PLOT カラムは、さらに時間がかかることがあります。

9. キャリアガス速度を正確に設定する

キャピラリカラムの場合、平均線速度 (μ) は体積流量よりも、キャリアガスに関してより適切で意味のある基準です。キャリアガスの線速度は、リテンションタイムと効率に直接影響します。

EPC のない GC

キャリアガスの粘度が変化するため、キャリアガスの速度はオープン温度によって変化します。特定の分析では、線速度を常に同じ温度（多くの場合、初期オープン温度）に設定します。保持されない化合物を 1 ~ 2 μ L 注入し、ピークのリテンションタイムと次式を使用して線速度を計算します。目的の平均線速度が得られるまで、カラムヘッド圧力を調整します。

$$\mu = L/t_r$$

式
 μ = 平均線速度 (cm/秒)
 L = カラム長さ (cm)
 t_r = 保持されないピークのリテンションタイム (秒)

推奨平均線速度
ヘリウム： 30 ~ 40 cm/秒
水素： 50 ~ 80 cm/秒

EPC のある GC

線速度は、PC ソフトウェアまたは GC キーパッドに入力可能で、一定となります。システムが線速度を正確に設定できるようにするには、正しいカラム寸法を PC ソフトウェアまたは GC キーパッドに入力する必要があります（カラムにスマートキーがない場合）。内径の最も正確な値については、カラムパフォーマンスサマリーシートに記載されている寸法を参照してください。長さは、カラムケージのループ数を数え、標準ケージカラムの場合は 0.54 m、5 インチケージの場合は 0.40 m を掛けることで推定できます。詳細については、Agilent テクニカルサポートにお問い合わせください。

10. ブリードテスト

カラムをコンディショニングした後、既存のメソッドの温度プログラムを使用してブランク（注入なし）クロマトグラムを実行するか、40 ~ 50 °C で開始して 10 ~ 20 °C/min で昇温し、コンディショニング温度で 10 ~ 15 分間保持します。今後の比較のために、このバックグラウンドトレースを保存します。図 4 を参照してください。

ブランククロマトグラムにピークがあってはなりません。ピークは、通常は注入口に汚染の問題があることを示しています。通常の使用でカラムが劣化するにつれて、ベースラインの上昇が大きくなります。以前に得られた温度よりもはるかに低い温度でベースラインの上昇が発生した場合は、カラムや GC が汚染されているか損傷している可能性が高くなります。

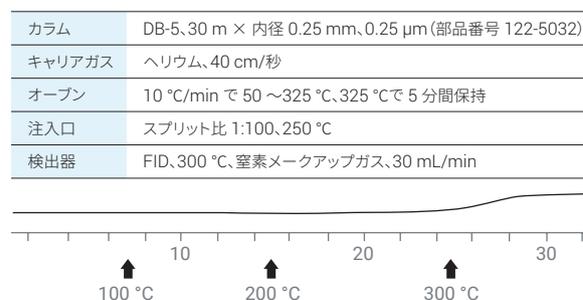


図 4. ブリードプロファイル

11. テスト混合物を分析する

アジレントは、機器とカラムの品質を検証するための検出器と、カラム固有のチェックアウト用標準溶液を提供しています。各カラムに含まれるパフォーマンスサマリークロマトグラムは、品質の証明として特定の Agilent チェックアウトミックスを使用しています。新しいカラムではパフォーマンスサマリーシートを参考に、メソッドパラメータと標準を複製してテストを実行することを強くお勧めします。新しいカラムでこのクロマトグラムを正確に再現できない場合は、設置または操作・機器に問題があることを示している可能性があります。サンプル分析を進める前に、問題を修正する必要があります。

12. カラムの使用に関する考慮事項

カラム寿命を最大限に延ばすためには、カラムが取り付けられているけれども分析に使用されていないときに、カラム温度を 100 °C 未満に保ってください。

カラムの保管

カラムの両端を GC セプタムで密封し、元の箱に戻します。再び取り付けるときには、カラムの端をカットして、セプタムの小片がカラムに残っていないことを確認してください。

化学的適合性

結合および架橋された固定相は、少量の水または有機溶媒の注入で損傷を受けることはありません。無機酸 (HCl、H₂SO₄、H₃PO₄、HNO₃ など) および塩基 (KOH、NaOH など) は、キャピラリカラムに注入しないでください。固定相が急速に損傷を受けます。化学的に損傷を受けた場合は、カラムの入口から 1/2 ~ 1 メートルを取り除くと、カラム性能が回復することがよくあります。

カラムの洗浄

次の非結合カラムは溶媒洗浄しないでください：DX-1、DX-4、SE-30、SE-54、HP-101、HP-17、Carbowax 20M、HP-20M、Cyclodex-B、CycloSil B、HP-Chiral β、CP- シクロデキストリン、CP-Chirasil Val、HP-88、CP-Sil 88、CAM、CP-Volamine、CP-TCEP。

PLOT カラムは溶媒洗浄しないでください。他のすべてのアジレント標準および架橋 WCOT カラムは、溶媒洗浄可能です。

リテンションギャップ

非結合カラムの固定相は、注入プロセス中に容易に破壊されます。カラムの前に 2.5 ~ 5 メートルのリテンションギャップを取り付けてください。これにより、特にオンカラムおよびスプリットレス注入口での固定相の損傷が最小限に抑えられます。

温度上限

カラムには、動作温度の下限と上限の両方があります。下限は通常、液体から固体へ相変化する温度を示します。この制限を下回ると、分離が不十分になり、ピーク形状の問題が発生し、カラムが損傷するおそれがあります。

多くの場合、上限は 2 つ指定されます。低い方は等温分析の温度限界です。カラムをこの温度で長時間保持しても害はありません。高い方はプログラムリング (昇温分析) の温度限界です。短時間 (<10 分) であれば、カラムをこの限界まで加熱することができます。

上限を超えてカラムを加熱すると、カラムの寿命が大幅に短縮されます。GC オープンの最高温度はカラム最高使用温度制限以下に設定してください。

アジレントの先進的な GC カラムの開発背景

フーズドシリカ GC カラムを考案したアジレントは、架橋型シリカセンサーリマーを用いた初の GC 固定相を開発した J&W Scientific を 2000 年に統合しました。このパートナーシップにより、有名な DB および HP カラムファミリーが統合され、Agilent J&W GC カラムが誕生しました。これに続く革新的な製品には、Agilent J&W Ultra Inert、High Efficiency、LTM、PAH GC カラムなどがあります。2010 年にアジレントは、Varian を買収し、PLOT、Select、VF、CP-Sil を業界で最も広範かつ革新的な GC カラム製品をポートフォリオに加えました。

感度と性能に優れた低ブリードカラム

カラムブリードは、スペクトルの完全性を低下させ、稼働時間を短縮し、カラム寿命を短くする可能性があります。しかし、Agilent GC カラムには、特に微量分析を行う MS ユーザー向けに、優れた不活性度と高い温度上限を特徴とする幅広い低ブリード固定相と標準固定相が用意されています。

より良い結果をもたらすより良い精度

Agilent GC カラムは、厳密な保持係数 (k) 仕様に準拠しており、一貫したリテンションと分離を促進します。また、リテンションインデックスが狭く、1 メートルあたりの理論段数が多いため、狭いピークが保証され、近接して溶出するピークの分解能が向上します。

業界で最も厳格な品質管理

アジレントの厳格な試験に合格したカラムは、分析が非常に困難な化合物でも、常に信頼性の高い定性および定量結果を提供します。例えば、酸および塩基のピーク高比率を測定することで、きわめて広範な化合物に対して最高レベルの性能を確実に実現します。また、広範囲の化学的に活性な化合物のピーク対称性とテーリングもモニタリングしています。

アジレントは世界をリードする GC キャピラリカラムのプロバイダであり、優れた品質と比類のないサービス・サポートを提供できるのはアジレントだけです。

高品質の GC 消耗品でカラムの性能を維持する

認定消耗品

ウルトライナーライナ

ウルトライナー GC ライナは活性化化合物に対して、表面吸着を防ぎ、堅牢で再現性と信頼性の高い微量分析を実現します。ノンスティックライナ O リングは、微量分析に重要な汚染物質のガス放出がないように調整され、事前に洗浄されていることが認定されています。

UltiMetal Plus フレキシブルメタルフェーラル

斬新で柔軟な設計により、各フェーラルがカラムの周りをやさしく圧縮し、カラムの破損やリークを防ぎます。ステンレス構造は、温度サイクル中もその形状を保持し、締め直す必要なくリークのない接続を維持します。同時に化学的に不活性化されているため、微量レベルの活性化化合物の分析に不可欠な不活性表面を提供します。

認定ゴールドシール

独自の独自プロセスにより、極めて安定した滑らかで不活性な表面が得られ、注入口が密閉され、リークやサンプルの劣化を防ぐことができます。活性化化合物や、高感度分析を行う場合に、極めて重要です。

Agilent セルフタイトカラムナット

この独自のステンレス製 GC カラムナットは、アダプタや特別なツールなしでリークのない接続を実現します。

カラムの設置

固定および測定ツール

時間が経ってもフィッティング内でカラムが適切な長さに保たれることで、GC 再現性が保証されます。

ガスの管理

Agilent ガスクリーンフィルタ

キャリアガスの不純物をろ過して、カラムの損傷、感度低下のリスクを軽減し、微量分析を改善します。

ADM フローメータ

ガスの混合が正しく行われないと、ピークテーリング、ゴーストピーク、リテンションタイムのシフト、分離能の低下、ベースラインノイズの増加が起こる可能性があります。ADM フローメータは、混合ガスの流量測定に最適です。

CrossLab CS リークディテクタ

ガスのリークは、検出器のノイズや不安定なベースラインの原因になるほか、カラム寿命を縮め、高価なキャリアガスの無駄にもつながる可能性があります。アジレントのリーク検出器は、システム内のリークをすばやく特定する簡単な方法です。

役立つ GC リソース

消耗品や部品を簡単に検索：[agilent.com/chem/eselector](https://www.agilent.com/chem/eselector)

GC の動画：

[アジレントのガスクロマトグラフィー YouTube チャンネル](#)

トラブルシューティングシリーズ

[agilent.com/chem/gc-troubleshooting](https://www.agilent.com/chem/gc-troubleshooting)



ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンター

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、
医薬品医療機器等法に基づく登録を行っていません。
本文書に記載の情報、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。

DE86114494

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2022

Printed in Japan, October 17, 2022

5994-5240JAJP