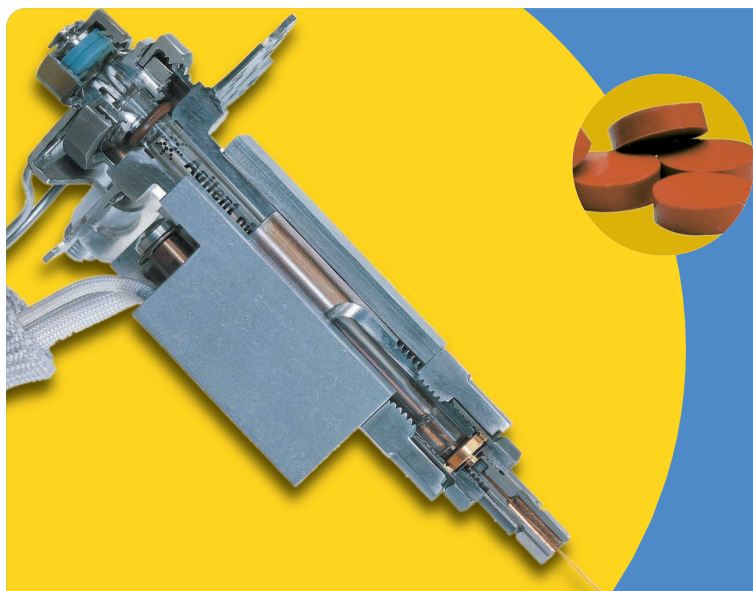


GC注入口部品カタログ

Agilent GCシステムの性能を最適化する



Agilent Technologies

Agilent GCシステムの性能を最適化する

- [illegible]

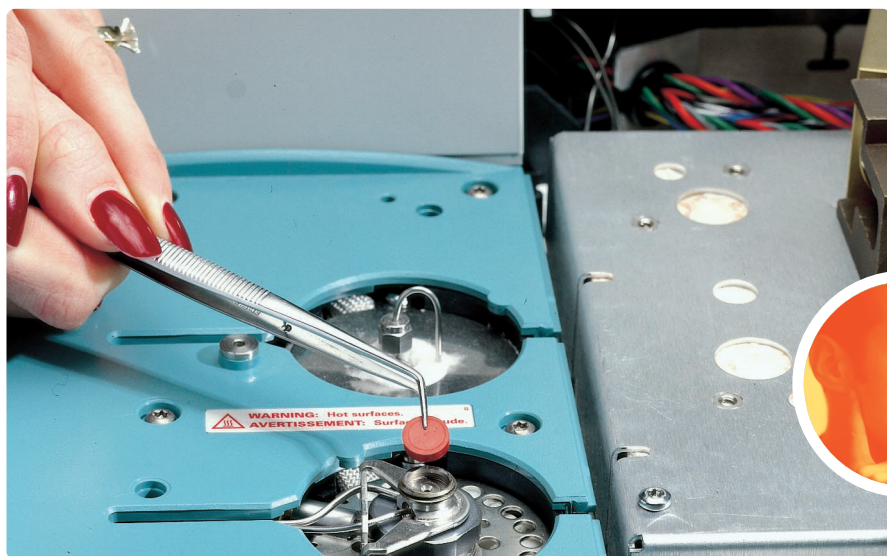


最適なライナの選択や困難なアプリケーション問題の解決など、クロマトグラフに関することはすべて業界のリーダーであるAgilentにお任せください。

セプタム

注入口セプタムは、サンプル導入時の重要なコンポーネントです。カラムにはキャリアガスの流れを確保するために、ヘッド圧力がかかっています。セプタムは、この圧力に耐えてガス漏れを防止し、また、カラムに空気が混入するのを防ぐ役割があります。セプタムにはいくつかのサイズと材質があり、注入口のタイプや分析時の必要性を考慮して選択します。

セプタムは通常、推奨される最高温度以下で使用されます。一般的に低温用セプタムは高温用より軟らかく、シール性に富み、より多くの注入回数に耐えることができます。しかし推奨温度以上で使用すると漏れや分解が起こる可能性があり、サンプルのロス、カラム流量の減少、カラム寿命の低下およびゴーストピーク等の原因になります。



● 機能

セプタムはサンプル流路を外界と隔てる目的で使用されます。内部に圧力がかかっている状態でも、カラム内を汚染せずに容易に穿孔できる必要があります。一般的なセプタムの材質は、高温使用可能な低ブリードのシリコンラバーです。

● 交換の必要性

セプタムを定期的に交換することにより、次のような問題を防ぐことができます。

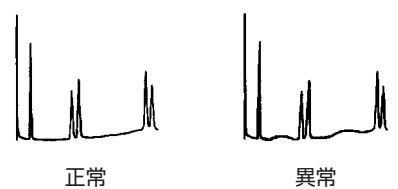
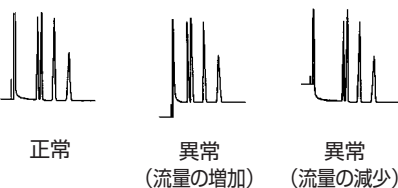
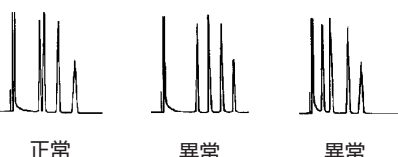
- ・ 漏れ
- ・ 分解
- ・ サンプルのロス
- ・ カラム流量またはスプリット・ベント・フローの減少
- ・ ゴーストピーク
- ・ カラムの性能低下

● 問題を最小限に抑えるには

セプタムに関する問題を抑えるには次の点に注意してください。

- ・ 推奨温度内で使用する
- ・ 定期的に交換する
- ・ セプタムナットを締めすぎない
- ・ 可能であればセプタム・パージを使用する
- ・ オートインジェクタを使用する
- ・ 鋭利なシリジニードルを使用する

セプタムのトラブルシューティング

状 況	考えられる原因	対応方法
ゴーストピーク/ベースラインのうねり  正常 異常	セプタムブリード	インジェクタ・ヒータをOffにして異常なピークがなくなるようであれば、高温で使用可能なセプタムに交換するか、注入口の温度を下げる
大きいピーク後のベースラインの変化  正常 異常 異常 (流量の増加) (流量の減少)	注入時またはその直後セプタムに大きな漏れが存在する(通常はニードルサイズが大きいことが原因)	セプタムを交換するか、小さいサイズのニードルを使用する
リテンション・タイムが長くなる  正常 異常 異常	キャリアガスがセプタムまたはカラム接続部から漏れている	漏れないか確認し、セプタムを交換するか必要であれば接続部を締め直す

注入口セプタムの特性のまとめ

セプタムタイプ	ブリード	寿命	使用温度
BTO (ブリード/ 温度最適化)	✓✓✓ (高温使用に 最適化)	✓	最高400℃
ロングライフ	✓	✓✓✓	最高350℃
アドバンスドグリーン	✓✓	✓✓	最高350℃

✓✓✓ = 最高 ✓✓ = 非常に良い ✓ = 良い

● プレミアム・セプタム

Agilentプレミアム・ センターガイド・セプタム

弊社のプレミアム・セプタムは注入面にくぼみがあるため、毎回同じ位置にシリンジニードルが挿入できます。

- ・ センターガイドによりニードルが簡単に挿入でき、セプタムかすの発生も減少
- ・ ニードルが曲がりにくい
- ・ 注入口に正確にフィットするように正確にモールドされている
- ・ バッチ毎に Agilent 6890 GC-FID でブリードテストを実施



部品番号5183-4757



部品番号5183-4761



部品番号5183-4759

Agilentブリード/温度最適化 セプタム(BTO)

- ・ 使用温度の範囲が最大、低ブリード
- ・ 最高使用温度：400℃
- ・ 注入口への粘り着きがほとんどない
- ・ コンデショニング済かつ汚染防止のためのガラス容器入り
- ・ “MS”グレードカラムでの分析時に好適

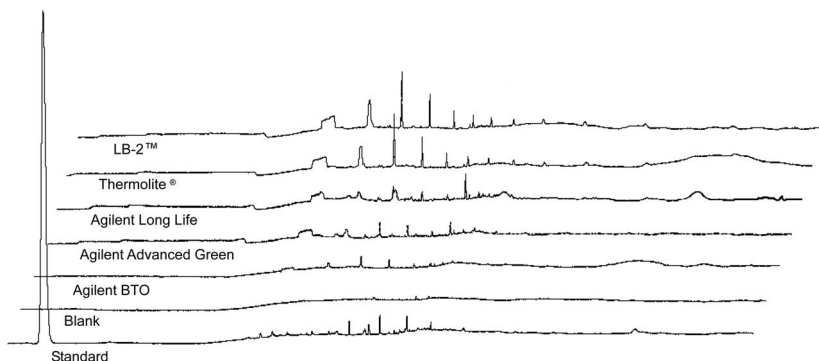
Agilentロングライフセプタム

- ・ 寿命を伸ばし「芯抜け」を減らすために前もって穴のあけられているセプタム
- ・ オートサンプリング向き
- ・ 夜間運転に最適
- ・ 最高400回まで注入可能
- ・ 注入口温度は350℃まで
- ・ 45デュロメータと軟らかいため、オートサンプリングニードルに優しい材質

Agilentアドバンスドグリーン セプタム

- ・ 高温使用時に長寿命を誇るグリーンセプタム
- ・ より多くの注入回数に耐えることができる
- ・ 注入口への粘り着きが小さい
- ・ 注入口温度は350℃まで
- ・ 汚染防止のためのガラス容器入り
- ・ 他社の“グリーン”セプタムよりも経済的

Bleed Test - Comparison of GC Septa



GC分析条件

装置: Agilent 6890
 カラム: DB-5
 15 m x 0.53 mm I.D., 1.5 µm film
 P/N: 125-5012
 Carrier: Helium at 4 mL/min constant flow
 Oven: 50°C for 15 minutes
 50 - 250° at 20°C/min
 250°C for 15 min
 Injector: Splitless, 250°C
 10 minute purge activation time
 Detector: FID, 280°C



● 汎用セプタム

Agilent汎用セプタムは、流し込み成型された改良シリコンラバーです。このセプタムはレンガ色またはグレーで、350℃の注入口温度で200回以上の自動注入が可能です。弊社は品質検査を実施した高品質のセプタムのみを提供しており、信頼できるクロマトグラフをご提供します。

経済的なAgilentの汎用セプタムには、次の特徴があります。

- ・ 低ブリードで、装置のメンテナンスのためのダウンタイムが少ないラボ
- ・ 最高温度の注入口で使用する200回以上の注入が可能
- ・ ニードルの穿孔が容易で、ニードルの挿入時や複数回の注入による漏れに対する耐久性が高い
- ・ 便利な24または25個パックで、汚染防止のためのガラス容器入り



● Merlinマイクロシールセプタム

- ・ スプリット/スプリットレス注入口用の標準的なセプタムよりも低ブリードで寿命が長い
- ・ サンプルの種類や操作状況により2000回以上の注入が可能
- ・ セプタムの交換およびセプタムの破片が原因でおこる注入口ポートライナの交換による、装置のダウンタイムを大幅に減少
- ・ 二つのシールメカニズム：ダブルOリングシールによってシリンジニードル回りを、スプリング付ダックビルによって注入口側をシールしています。

セプタム注文情報

	部品番号	価格(円)
プレミアム・セプタム		
BTOセプタム(レンガ色)		
11mmセプタム、5880、5890、6850、6890用(50個)	5183-4757	8,100
5mmセプタム、オンカラム用穴あき(50個)	5183-4758	8,600
Agilentアドバンスドグリーン(グリーン)		
11mmセプタム、5880、5890、6850、6890用(50個)	5183-4759	7,600
5mmセプタム、オンカラム用、穴あき(50個)	5183-4760	7,600
Agilentロングライフセプタム(オレンジ)		
11mmセプタム、5880、5890、6850、6890用(50個)	5183-4761	11,000
5mmセプタム、オンカラム用、穴あき(50個)	5183-4762	11,000
汎用セプタム		
低ブリードグレイセプタム		
9.5mm(3/8")セプタム、5700シリーズ、5830/40用(24個)	5080-8728	2,500
11mmセプタム、5880、5890、6850、6890用(24個)	5080-8896	3,000
11mmセプタム、5880、5890、6850、6890用(144個)	5080-8894	10,000
9.5mm(3/8")セプタム、5700シリーズ、5830/40用(144個)	5080-8726	7,900
低ブリードレッドセプタム		
11mmセプタム、穴なし、5880、5890、6850、6890用(25個)	5181-1263*	3,300
11mmセプタム、穴あき、5880、5890、6850、6890用(25個)	5181-3383*	3,400
5mmセプタム、穴あき、オートサンブラおよびマニュアルオンカラム注入用(25個)	5181-1260*	3,300
5mmセプタム、穴なし、高注入口圧対応(25個)	5181-1261*	3,300
9.5mm(3/8")セプタム、5700シリーズ、5830/40用(24個)	5181-1283*	3,900
ブルーセプタム		
11mmセプタム、5880、5890、6850、6890用(5個)	9301-1083	1,100
ホワイトセプタム		
9.5mm(3/8")テフロンバックセプタム、5700シリーズ、5830/40用(12個)	5080-8745	1,700
9.5mm(3/8")テフロンバックセプタム、5700シリーズ、5830/40用(100個)	5080-8707	10,000
Merlinマイクロシールセプタム		
高耐圧セプタム		
高耐圧Merlinマイクロシールスタータキット(高耐圧セプタム、ナット)	5182-3442	33,000
マイクロシール高耐圧セプタム、交換用*	5182-3444	19,000
マイクロシール高耐圧ナット、交換用	5182-3445	15,000
マイクロシールセプタム・バイアル・シリリングキット (高耐圧Merlinマイクロシール、23ゲージシリリング×6、バイアル+キャップ×500)	5181-8839	66,000
標準圧Merlinマイクロシールセプタム		
標準圧Merlinマイクロシールセプタム(30psi)、交換用	5181-8815	15,000
マイクロシールPTFEナットライナ、交換用(2枚)	5182-0853	1,000
標準圧Merlinマイクロシールスタータキット(ナットおよびセプタム1個)	5181-8816	26,000
標準圧Merlinマイクロシールスタンダードキット(ナットおよびセプタム2個)	5181-8833	33,000

*高耐圧用セプタムは古いナット(ゴールドで“303C”の刻印あり)では締められません。

フェラル

カラムの接続部のシールに適切でないフェラルや使い古したフェラルを使用すると、分析が不安定になり、信頼できる結果が得られません。不適切なフェラルを使用すると、カラム接続部と装置の間で漏れや他の汚染が起こる原因となり、カラムや検出器の性能に悪影響をおよぼします。最適な状態を維持するために、カラムの交換時および使用中のカラムのメンテナンス時に、フェラルを毎回交換することをおすすめします。



Agilentでは様々な材質、形態のフェラルを用意しており、カラム接続部でリークが発生しない、装置に最適のフェラルを提供しています。

キャピラリーGCカラムで使用される代表的なフェラルには、グラファイト、Vespel、Vespel/グラファイトの三種類があります。使用最高温度はそれぞれグラファイトフェラルで450℃、ベスペルフェラルで280℃、ベスペル/グラファイトフェラルで380℃になります。

カラムフェラルのタイプ

	利点	注意点
グラファイト	使いやすく、シールが安定しており、高い温度まで使用できる	軟らかいため、容易に変形し破損するため、 ・システムが汚染されやすい ・GC/MSインターフェースには使用不可
VespelおよびVespel/グラファイト	耐久性が高く、寿命が長い	昇温分析の注意点 ・頻繁に締めなおす必要がある ・漏れやすくなる 検出器の種類(NPDおよびECD)によって、ポリマーブリードが問題になる場合がある

機能

フェラルの役割は、カラムやライナとシステムの接続部をシールすることです。フェラルは漏れがなく、さまざまなカラムの外径に対応するものが理想的です。また、カラムやフィッティングに固着せず、温度変化に柔軟に対応できることも重要です。

交換の必要性

フェラルの破損は次のような状況から判別できます。

- ・酸素がシステム内に漏入するバックグラウンドノイズ
- ・酸素が漏入することによるカラムブリードの変化
- ・サンプルの劣化
- ・サンプルのロス
- ・検出信号やノイズの増加
- ・リテンション・タイムの再現性の悪化

問題を最小限に抑えるには

一般的なフェラルの取り付け時の注意点は次のとおりです。

- ・固く締めすぎない
カラムのナットは初め手で締め、その後レンチで増し締める
- ・常に汚れを取り除いておく
- ・使用前に空焼きする
- ・指紋やオイルなどの汚染を避ける
- ・フェラルを再利用する前に、ルーペなどで割れ目やくずの付着、その他の破損がないか検査する
- ・新しいカラムやインジェクタおよび検出器の部品を取り付ける場合は、フェラルも交換する

フェラルのトラブルシューティング

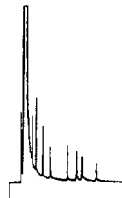
フェラル交換後に起こりやすい問題

正常なピーク



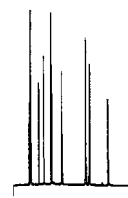
注入口、FID共に適切にカラムが取り付けられている

溶媒ピークのテーリング



カラムが注入口に正しく取り付けられていないか、フェラルの破片がキャリアガスの流路に入っている可能性がある

異常なピーク比



キャピラリー注入口においてカラムの位置が適切でない(フェラル先端からカラム先端までの長さが長すぎる、または短すぎる可能性があるため、長さが4ミリから6ミリであることを確認する)

100%グラファイト・フェラル

フェラルを含むすべてのAgilentグラファイト製品には、高純度のグラファイトが使用されています。一部の検出器で干渉が起こる原因となる硫黄や他の汚染物質が含まれていません。

高純度のグラファイトを使用したフェラルはとても軟らかく変形が容易なので、ヒューズド・シリカやガラス製カラムを効率的にシールでき、検出器や注入口の汚染の原因となる過剰なグラファイト・フラッシュが発生しません。適切に取り付けるにはまず指でナットを締め、さらにレンチでナットを1/4回転させます。

Agilentのカラムナットには2つのタイプがあり、これらのフェラルに対応しています。

- ・汎用カラムナット(部品番号5181-8830)は六角形のヘッドで、レンチでを用いて締めるタイプ
- ・指締めタイプのカラムナット(530 μ mカラム：部品番号5020-8293、320 μ m以下カラム用：部品番号5020-8292)はレンチで締める必要がない
ただし100%グラファイト フェラルのみ使用可能

100%グラファイトフェラルは軟らかく、くずが出やすいため、GC/MSインターフェースでの使用はお勧めしません。

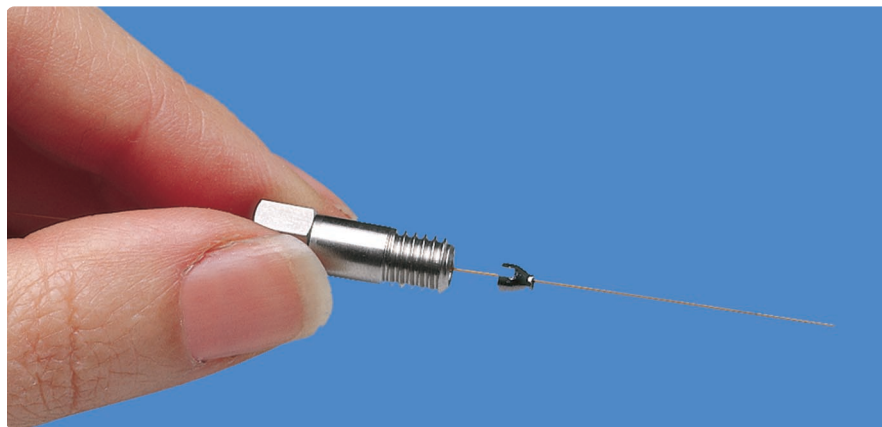


ベスペル/グラファイト (85%/15%)フェラル

ベスペル/グラファイト混合フェラルは、酸素透過性が低く、またベスペル100%フェラルよりも熱による縮みも小さいという特長があります。ベスペル/グラファイトフェラルは、GC/MSやECDなどの酸素の影響を受けやすい検出器に推奨されますが、他のFIDやNPDなどの検出器にも使用できます。

さらに、ベスペル/グラファイトフェラルは適切に取り付けることで確実に漏れのない接続が可能です。適切に取り付けるには、まず指でナットを締め、その後レンチでナットを1/4回転させます。

ベスペル/グラファイトフェラルはとても固く変形が困難なため、カラム径の種類によっては対応できない場合があります。確実にシールするために、フェラルの穴はカラムの外径と正確に対応している必要があるため、Agilentではキャピラリカラムの径に応じた特定のフェラルを用意しています。カラム径に対応していない大きな穴のフェラルを使用すると、大量リークの原因になります。もしチェックを怠り、注入口のシールが不適切なまま使用を続けると、カラムブリードが高くなり、カラムの寿命が短くなります。検出器側のシールが適切でないと、ノイズの増加の原因となります。MSDの場合はイオン源の酸化が進み、メンテナンスの機会が増える原因になります。



キャピラリカラムで使用するベスペル/グラファイトフェラルには、使用するナットに応じて2つのタイプがあります。標準タイプのフェラルは、汎用カラムナットに対応しています。もう一方のフェラルは少し長く、GC/MSシステムで使用されるMSインタフェースナットに対応するように設計されています。大きいフェラルは、注入口と他の種類の検出器との接続にも使用できますが、長いフェラルに対応する特別に設計されたナット（部品番号05988-20066）が必要です。

Agilentでは、ベスペル/グラファイトフェラルを使用する際、最初に温度プログラムを実施した後にカラムナットをさらに1/4回転締めることを推奨しています。空焼き済みのフェラルでも、温度プログラムを実施した後に多少縮むことがあります。

ベスペル/グラファイトのナットとフェラルの組み合わせ

標準的なフェラルと標準的なナット

汎用カラムナット	+	ベスペル/グラファイト・フェラル
5181-8830		5181-3323 (カラム内径0.1、0.2、0.25mm) 5062-3514 (0.32mm) 5062-3512 (0.45および0.53mm)
ロングフェラル	+	MSインタフェースナット
05988-20066		5062-3508 (カラム内径0.1、0.2、および0.25mm) 5062-3506 (0.32mm) 5062-3538 (0.45および0.53mm)

100% ベスパルフェラル

Vespelは非常に固い、高温使用可能なポリイミドです。ベスパルフェラルは酸素透過率が低く、金属やガラスの接続部をシールするのに向いています。ただし、ベスパルフェラルは変形が困難なため、カラム内径に対応したフェラルの穴のサイズを適切に選択することが重要です。

100% ベスパルの弱点は、温度プログラムを繰り返すことにより縮むことです。



www.agilent.co.jp/chem/yan

Agilent推奨フェラルの選択

フェラル/シール タイプ	最高温度	使用方法	制限事項
グラファイト (100%)	450°C	キャピラリカラム用の汎用フェラル FIDおよびNPDに推奨 高温使用およびクールオンカラム・ アプリケーションに推奨 取り外しが容易	MSまたは酸素に弱い 検出器には向かない
ベスパル/グラファイト (85%/15%)	350°C	キャピラリカラム用の汎用フェラル MSおよび酸素の影響を受けやすい 検出器に推奨 接続部のシール性が最も高い	再利用不可
ベスパル (100%)	280°C	定温分析向き 再利用でき、取り外しが容易	昇温分析時に 締め直しが必要

フェラル注文情報

	フェラル内径 (mm)	カラム内径 (mm)	数量	部品番号	価格 (円)
汎用グラファイト・フェラル					
(ショートフェラル)	0.5	0.1, 0.2, 0.25, 0.32	10個	5080-8853	5,400
	1.0	0.53	10個	5080-8773	4,200
	0.4	0.05-0.25	10個	500-2114	4,200
	0.8	0.45, 0.53	10個	500-2118	4,200
85% ベスベル、15%グラファイト・フェラル					
(ショートフェラル)	0.4	0.1, 0.2, 0.25	10個	5181-3323	6,400
	0.5	0.32	10個	5062-3514	6,000
	0.8	0.45, 0.53	10個	5062-3512	6,100
空焼き済み85% ベスベル、15%グラファイト・フェラル					
(ロングフェラル)	0.3	0.1	10個	5062-3507	7,100
	0.4	0.1, 0.2, 0.25	10個	5062-3508	7,100
	0.5	0.32	10個	5062-3506	5,700
	0.8	0.53	10個	5062-3538	5,700
GC/MS用に推奨					
100% ベスベル高性能フェラル					
(ショートフェラル)	0.4	0.1, 0.2, 0.25	10個	5181-3322	6,400
	0.5	0.32	10個	5062-3513	6,000
	0.8	0.45, 0.53	10個	5062-3511	6,000
低温分析のみでの使用を推奨					
特殊フェラル85% ベスベル、15%グラファイト					
2ホール	0.4 ID holes	0.1, 0.2, 0.25	10個	5062-3580	9,500
	0.5 ID holes	0.32	10個	5062-3581	9,500
穴なし			10個	5181-3308	6,000
カラムナット					
ショートナット					
汎用カラムナット、1/16 in、六角			2個	5181-8830	2,600
指締めカラムナット、0.53mmカラム用*			1個	5020-8293	2,100
指締めカラムナット、0.32mm以下のカラム用*			1個	5020-8292	2,100
プラグ(盲栓)			1個	5020-8294	2,000
6850用カラムナット			2個	5183-4732	7,100
ロングナット					
MSインタフェース用カラムナット			1個	05988-20066	2,000
GC/MSフェラル用カラムナット			1個	05921-21170	1,900
カラムナット用レンチ、1/4、5/16 in			各1個	8710-0510	2,200

*グラファイト・フェラルのみで使用できます
パーフェクトフィットを実現するためには、ショートナットとショートフェラル、ロングナットとロングフェラルの組み合わせで使用してください。

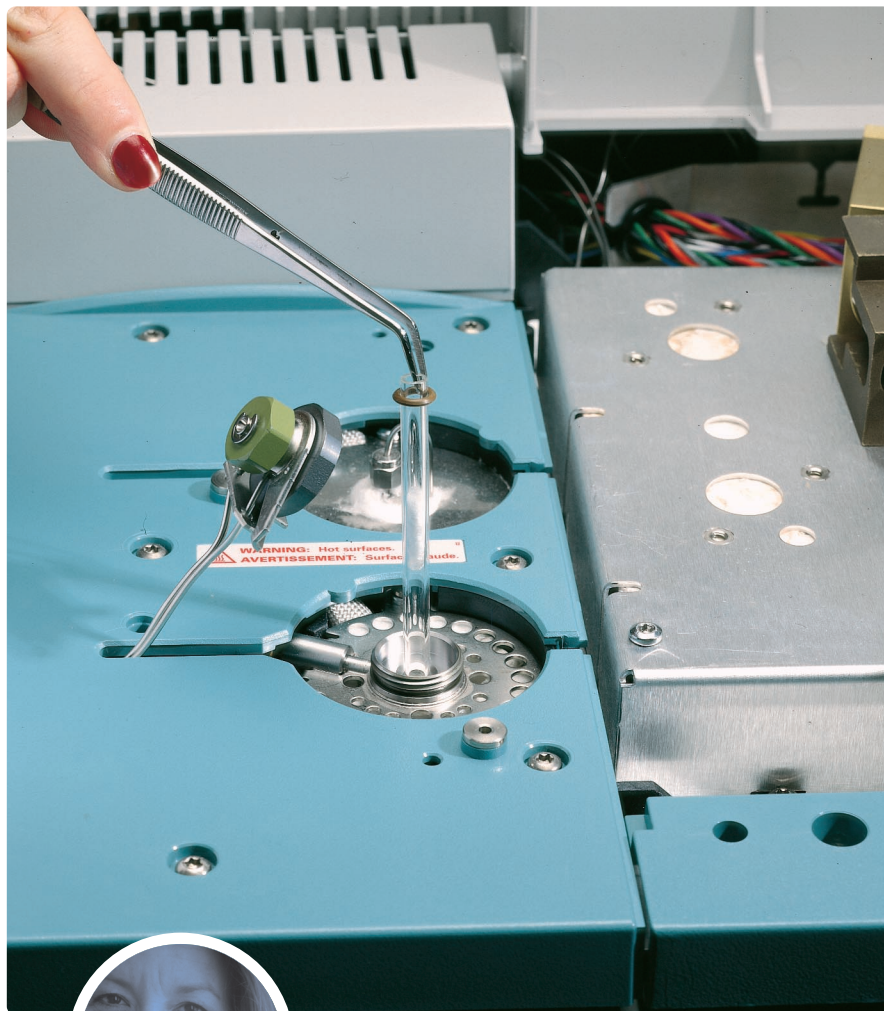
ライナ

Agilentでは、GCスプリット、スプリットレス用のライナを豊富に取り揃えています。ライナは、Agilentの寸法精度や化合物に対する不活性性についての厳しい規格に適合するように設計、製造されています。

たとえば、Agilentのスプリットレス・ライナと他社製品との最大の相違点は、ライナ外径の寸法精度を上げるために研磨が施されているところです。このため注入口に完全にフィットし、スプリットレス注入の性能を最大に引き出すことができます。

特定のアプリケーションに適したライナを選択するのは難しくも取り組み甲斐のある作業です。各アプリケーションを実施する際に考慮する必要があるライナの特性は次の三つです。

- ・ライナ容積
- ・ライナの処理および不活性度
- ・注入口を通過するキャリアガス流路やサンプルの気化に対するライナの設計特性



www.agilent.co.jp/chem/yan

● 機能

注入口ライナはサンプルを気化してカラムに送り込むという、注入口システムで最も重要な役割を担っています。

● 交換の必要性

定期的にライナ交換がされていない場合や適切なライナが使用されていない場合には、次のような問題が起こる可能性があります。

- ・ピーク形状の悪化
- ・ディスクリミネーション
- ・再現性の低下
- ・サンプルの分解
- ・ゴーストピーク

● 問題を最小限に抑えるには

ライナは次の状況を考慮して定期的に交換します。

- ・それまでの使用状況
- ・サンプルの汚れ
- ・以下のようなクロマトグラフの異常：
 - ピーク形状の悪化
 - ピークのディスクリミネーション
 - 再現性の低下
 - サンプルの熱分解

ライナの特徴

容積

注入口の目的は、正確に再現できる方法でサンプルをガスクロマトグラフの中に導入することです。気化されたサンプルは液体サンプルを正確に再現している必要があります、特に意図した場合を除いて、化学的な変化を起こさないようにサンプルを導入する必要があります。注入口は高温に保たれ、液体サンプルを気化してカラムヘッドに送り込みます。液体から気体への変化により、サンプル容積は非常に大きく変化します。発生するガスの容積は、ライナの容積に収まる程度の大きさである必要があります。ガスの容積がライナの容積よりもはるかに大きいとバックフラッシュが発生し、セプタム・パージおよびスプリットラインにおいてサンプルロスが発生するため、測定感度や再現性が損なわれます。バックフラッシュは、サンプル残留の原因にもなります。



大きな容積 (800 μ L 以上) のライナは内径が大きく、通常 1 μ L 以上の注入量で使用されます。小さい容積のライナは内径が小さく、このライナを使用するのは通常、少ない注入量 (1 μ L 未満) の場合や 100 μ m 内径カラムによる高速分析の場合、ガスサンプルを使用する場合、ヘッドスペース、パージ&トラップなどの外部サンプリングデバイスを使用する場合です。

気化容積電卓ツールについて

Agilentではソフトウェアツール(気化容積電卓)を提供しています。このツールを使用すると、Agilent注入口ライナの注入口温度と圧力の組み合わせから、さまざまな溶媒の気化容積を知ることができます。このソフトウェアは無料で、Agilentホームページ www.agilent.com/chem にてダウンロードできます。“Technical Support”、“User Contributed Software”をクリックして、“GC Pressure/Flow Calculator”をクリックするとダウンロードが始まります。



ライナの不活性化処理

注入口ライナの表面に活性点が存在するとサンプル化合物の吸着が起こり、ピークがテーリングして感度や再現性を低下させる原因になります。そのため通常は不活性化剤を使用して、ライナのガラス表面に存在する活性点を被覆するかまたは活性点と反応させます。Agilentでは、不活性で再現性が良く、寿命の長いライナを実現するために、ライナに不活性化処理を施しています。スプリットレス・アプリケーションを実施する場合、または多少でも極性を持つ化合物を分析する場合は、不活性化処理されたライナを使用することをおすすめします。

不活性化処理されたライナであっても使用を繰り返すことで活性を示し始めます。その場合には、ライナを交換しましょう。ライナをクリーニングして粒状物質を取り除き、溶媒で洗浄して低揮発性化合物を除去する方法もありますが、適切なクリーニング方法を選択することは容易ではありません。使用する溶媒の種類によっては不活性化層が取り除かれてしまったり、ツールによってライナのガラス表面に傷が付く可能性があり、予期しない活性点を発生させる原因になるためです。

ライナ設計の特徴

寸法

- ・ライナの外径によって、スプリットモードまたはスプリットレスモードでより効率的に使用できるライナが異なる
- ・外径の大きいライナは、ライナ内により多くのサンプルを保持することができ、分析成分の回収率を改善できる
- ・Agilentのスプリットレス・ライナはすべて厳密な寸法で設計されており、注入口に密着してサンプルが金属表面に接触するのを最小限に抑える
- ・小さい外径のライナは、注入口内のキャリアやスプリットフローの通気抵抗が小さいため、スプリット注入に使用する
- ・スプリット注入用の大容量ライナは、広範囲のスプリット比にも使える寸法精度を持っている

テーパ

ライナ先端のテーパやライナ内部が細くなっている理由は次のとおりです。

- ・底部のテーパによりサンプルをカラムの先端部に集中させる
- ・底部のテーパにより注入口の金属部にサンプルが接触するのを防ぐ
- ・中央部のテーパによりガラスウールを適切な位置に維持する
- ・上端のテーパによりサンプルのバックフラッシュを防ぐ

正確な分析を行うためには、カラムの先端をテーパの半分の位置にするか、フェラルの先端からカラム先端が6mm突き出す状態にするなど、カラムを正しく取り付けする必要があります(図1を参照してください)。アプリケーションによってはカラムの深さ設定を変更したほうが良い結果を得られることもあります。そのため装置のマニュアルを参照して適切なカラムの取り付け位置を確認し、アプリケーションに適した取り付け位置を設定する必要があります。再現性のある定量分析を実施するには、カラムの取り付け位置を再現することが重要です。



パッキング材

ガラスウール

ライナの多くには、不活性化処理が施されたガラスウールがパッキング材として用いられています。ガラスウールは大概ライナの中央部分付近に入っており、次のような役割を持っています。

- ・表面積が増えることによりサンプルの気化を促進し、温度によるディスクリミネーションを最小限に抑える
- ・不揮発性の成分およびセプタムの破片をトラップする
- ・シリンジニードルに付着するサンプルを取り除くことにより再現性を向上し、サンプルの残留物がセプタムやMerlinマイクロシールに残るのを防ぐ

ライナの中央付近にガラスウールが充填された、Agilent部品番号5183-4647および5183-4711などのライナは、自動注入時やMerlinマイクロシールセプタムを使用する場合に使用することをお勧めします。

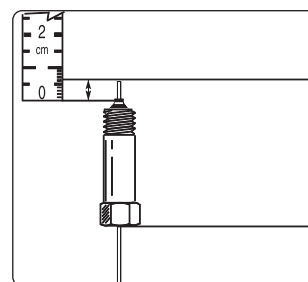
ライナの底部にあるガラスウールの主な目的は、不揮発性の成分のトラップです。一般に次の化合物を分析する場合は、ガラスウールの使用はお勧めしません。

- ・フェノール類
- ・有機酸
- ・農薬
- ・弱酸性化合物(アミン類)
- ・薬物
- ・高反応性の極性化合物
- ・熱変性を受けやすい化合物

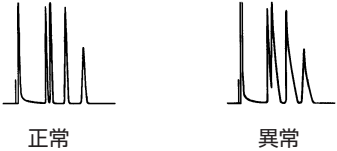
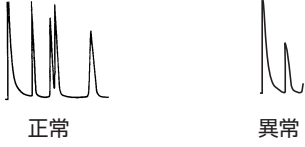
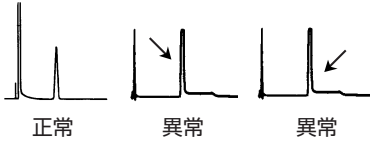
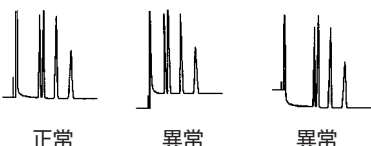
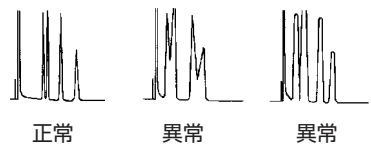
ガラスカップ

ガラスカップは、サンプルの気化と混合を促進する目的でライナ内に取り付けられています。ガラスカップ・ライナにもガラスウールや不活性なパッキングを使用し、再現性を向上することができます。ガラスカップ・ライナは、電子式圧力コントロールの注入口にはお勧めしません。

図1.



ライナのトラブルシューティング

状 況	考えられる原因	対応方法
ピークのテーリング 	カラム、注入口ライナ、あるいは汚れたゴールドシールにサンプルが吸着している ニードルが注入口ライナに当たっているか、パッキングが破損している カラムの先端が適切にカットされていない (サンプルの吸着) 注入口ライナの破損または欠け	新しい不活性処理されたライナを使用するか、汚れのないライナを再利用しガラスウールを交換するか、ゴールドシールを汚れていないものに取り換える ライナからパッキングの一部またはすべてを取り除く カラムを取り外して汚れを取り除き、高性能のヒューズドシリカキャピラリー用カッティングツール (セラミックカッタやAgilentカラムカッタなど) で直角にカットし、カラムを再度取り付け 注入口のトータル流量を40mL/min以上にする
ピークのリーディング 	サンプル分解	注入口ライナを取り外し、汚れがないか確認する 新しい不活性処理されたライナを使用するか、ガラスウールや充填材を取り替える
ピークの前後のベースラインが上昇する 	サンプルの分解	注入口ライナを取り外し、汚れがないか確認する 新しい不活性処理されたライナを使用するか、ガラスウールや充填材を取り替える
大きいピークの後にベースラインが変化する 	カラムとライナがアライメントされていない	カラムの端と注入口ライナが正常にインストールされていることを確認する 必要に応じて調整を行う
原因不明のピーク 	カラムまたは注入口ライナが汚染されているか劣化している	寿命を延ばすために、ガードカラムを使用する 新しい不活性処理されたライナを使用するか、ガラスウールや充填材を取り替える カラムの先端を最低6インチに切り取る

Agilent推奨ライナ

Agilentの注入口ライナーは、開発時に、先に挙げたパラメータに重点をおいて研究およびテストが行われました。総力を結集して行われたライナーの開発テストの結果、分析メソッドの開発時や最適化を行う時、または現在のメソッドに問題がある場合などにお勧めできる一連のライナーを生み出しました。

スプリット注入用 ライナー

Agilentスプリット・ライナーにはガラスウールが充填されており、底にテーパがあります。また、取り付けやすいようにガラス・ビードがあり、不活性化処理されています。Agilent部品番号：5183-4647(最適なスプリット性能を得るために、厳密に寸法を調整してあります)。

スプリットレス注入用 ライナー

片方テーパでガラスウールのない、不活性化処理されたライナーです。

Agilent部品番号：5181-3316



一般的なスプリット/スプリットレス注入用 ライナー

Agilent部品番号5183-4647に類似した設計ですが外径および不活性化処理が異なり、スプリット/スプリットレス注入の両方に対応できるようになっています。

Agilent部品番号：5183-4711

ダイレクト注入用 ライナー

ガラスウールのない、不活性化処理されたストレートライナーです。Agilent部品番号：5181-8818(ガスサンプル、ヘッドスペース、ページ&トラップを使用するアプリケーションのみに使用します)。

Agilent部品番号：5181-3316

ダイレクトコネクトライナー

ダイレクトコネクトライナーは非常に不安定な化合物の分析や、注入口によるサンプル分解なく、GCまたはGC/MS分析で最大限の性能を得る必要のあるお客様に対するAgilentの新しいソリューションです。このライナーは、6890/5973 GC/MSDでEPA 8270メソッドを最適化するように設計されています。

ダイレクトコネクトライナーは不活性化処理済みで、シングルまたはダブルテーパがありカラムにプレスフィット接続できます。さらに、小さなドリル孔がライナーの側面にあり、孔のサイズと位置はAgilent R&DエンジニアによってEPC用に最適化して設計されています。部品番号は次頁参照

フォーカスライナー

フォーカスライナーの使用により再現性を向上し、分析結果が改善できます。フォーカスライナーには注入口ポートライナーの理想的な位置に、正確に調整されたガラスウールが入っています。注入部分のガラスウールにより表面積が増えるため気化が促進され、また不揮発性のサンプルの残留物をトラップできます。更にサンプルを注入するニードルに残ったサンプルの残留物を取り除き、その結果再現性が向上します。

部品番号は次頁参照

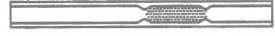
弊社では特定のアプリケーション用に幅広い種類のライナーを提供しています。

ライナーO-リング

ライナーは注入口内部でベスベルO-リングまたはグラファイトシールでシールされています。変形しやすく壊れやすいグラファイトに比べ、ベスベルO-リングは容易に取り外しおよび交換ができます。グラファイトシールは注入口温度が350℃以上の場合に使用します。

部品番号は次頁参照

ライナ注文情報

		アプリケーション	ライナ容積 (μ l)	1本 部品番号 価格(円)	5本/パック 部品番号 価格(円)	25本/パック 部品番号 価格(円)
Agilent推奨ライナ						
	スプリット用、低圧力損失、 ガラスウール入、テーパ付、 不活性化処理ライナ	スプリット注入向き	870	5183-4647 4,700	5183-4701 21,000	5183-4702 94,000
	スプリットレス用、シングルテーパ付、 ガラスウールなし、不活性化処理ライナ	スプリットレス注入向き	900	5181-3316 3,900	5183-4695 16,000	5183-4696 71,000
	ダイレクト注入用、2mm ID、 不活性化処理ライナ	直接注入向き (ガスサンプル、 ヘッドスペース、 バージ&トラップ用)	250	5181-8818 3,200	5183-4703 12,000	5183-4704 52,000
	ライナ、一般的スプリット/スプリットレス用、 ガラスウール入、テーパ付、 不活性化処理ライナ	スプリット/ スプリットレス注入用	870	5183-4711 3,700	5183-4712 15,000	5183-4713 64,000
スプリットレス用ライナ						
	スプリットレス用、シングルテーパ付、 ガラスウール入、不活性化処理ライナ		900	5062-3587 4,000	5183-4693 17,000	5183-4694 74,000
	スプリットレス用、ダブルテーパ付、 ガラスウールなし、不活性化処理ライナ		800	5181-3315 4,800	5183-4705 22,000	5183-4706 97,000
ダイレクト注入ライナ						
	ライナ、ダイレクト注入用、2mm ID、 不活性化処理なし、石英製		250	18740-80220 3,700	5183-4707 16,000	5183-4708 71,000
	ダイレクト注入用、1.5mm ID、不活性化処理なし (ガスサンプル、ヘッドスペース、バージ&トラップ用)		140	18740-80200 2,300	5183-4709 9,500	5183-4710 41,000
	ストレート、スプリットレス、4.0mm ID		990	210-3003 2,700	210-3003-5 12,000	
その他のライナ						
	スプリット注入口ライナ スプリット用、ガラスウール入、不活性化処理なしライナ		990	19251-60540 2,600	5183-4691 11,000	5183-4692 45,000
	スプリット注入口ライナ(マニュアル注入用) スプリット用、カップ付、ガラスウールなしライナ		800	18740-80190 5,500	5183-4699 24,000	5183-4700 105,000
	スプリット用、カップ付、ガラスウール入、 パッキング入(電子式圧力コントロール[EPC]での 使用には適しません)、マニュアル注入用		800	18740-60840 5,700	5183-4697 26,000	5183-4698 112,000
ダイレクト接続ライナ						
	シングルテーパ・ダイレクトコネクトラライナ、4mm ID、不活性化処理				部品番号 G1544-80730	価格(円) 7,300
	デュアルテーパ・ダイレクトコネクトラライナ、4mm ID、不活性化処理				部品番号 G1544-80700	価格(円) 7,300
フォーカスライナ						
	フォーカスライナ、テーパなし(5年)	ID 4.0 mm	ウール Yes	寸法 6.3 mm X 78.5 mm	部品番号 210-4004-5	価格(円) 12,000
	フォーカスライナ、テーパ付(5年)	ID 4.0 mm	ウール Yes	寸法 6.3 mm X 78.5 mm	部品番号 210-4022-5	価格(円) 16,000
ライナO-リング						
	バイトンO-リング(12個)				部品番号 5180-4182	価格(円) 1,200
	グラファイトO-リング、スプリットレス・ライナ用(10個)				部品番号 5180-4173	価格(円) 6,200
	グラファイトO-リング、スプリット・ライナ用(10個)				部品番号 5180-4168	価格(円) 6,200

装置用部品および 消耗品

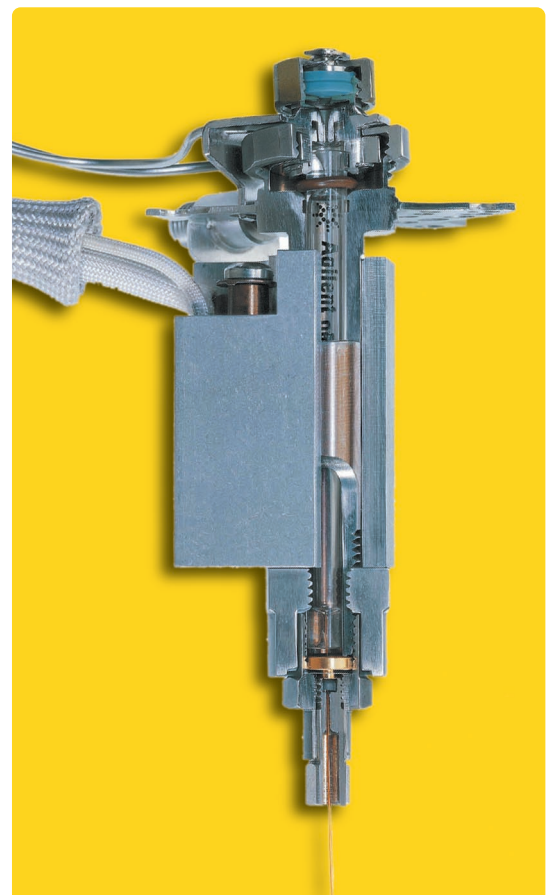


Agilent GCシステムにはAgilent純正部品を使用し他社の類似品の使用は避けてください。弊社の注入口は、弊社の部品との組み合わせにより最高の性能を引き出すようにAgilentエンジニアによって設計され、テストを実施した後、製造されています。さらに、弊社ではシステムの一部の部品のみでなくすべての交換部品を取り扱っております。Agilentの消耗品および交換部品を使用することで、装置と部品がパーフェクトフィットし、最高の性能を引き出すことができます。

6890/6850シリーズ用GCスプリット/スプリットレス注入口部品

説明	部品番号	価格(円)
セプタム・リテーナ・ナット、グリーン、標準	18740-60830	5,600
リテーナ・ナット、ヘッドスペース用大口径、黒	18740-60835	5,800
シェルウェルドメント(注入口ライナを入れる部分)	G1544-80570	30,000
リテーニング・ナット(注入口下部で リデュースングナットとペアで止めるナット)	G1544-20590	3,200
リデュースングナット(金メッキシールが入っているナット)	18740-20800	4,200

部品の分解図をご覧になりたい場合は5890、6890および6850シリーズGC用ユーザーまたはサービスマニュアル、またはwww.agilent.com/chemを参照してください。



適切なスプリット/スプリットレス注入口部品の選択方法

Agilentの純正交換部品およびサプライ用品

スプリット注入は、対象成分が約500 ppm以上の場合のサンプルの導入方法として最適です。スプリットレス注入は、GC微量分析用のサンプルを導入する有効な方法です。一貫した結果を得るためには、適切なセプタム、ライナー、およびフェラルを選択する必要があります、交換時期を認識しておくことが必要です。



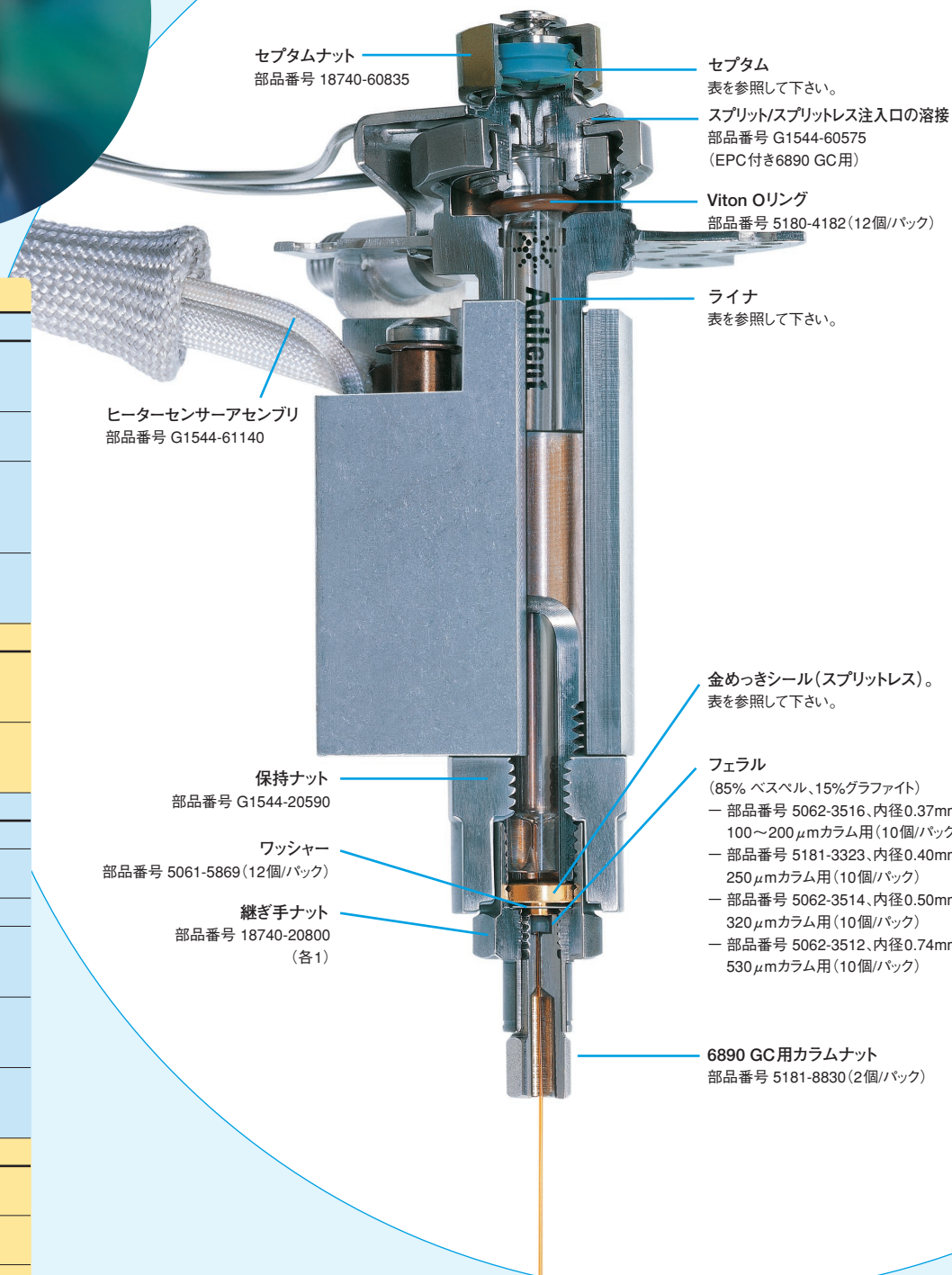
システムを正しく設定し、保守すれば、分析方法は堅牢で再現性のあるものになります。次の表に、最も一般的な注入口部品の選択と交換についてのガイドを示します。複数のオプションが記載されている場合は、各カテゴリの最も上の部品が、ほとんどのアプリケーションに対応します。

適切な注入口部品のための選択ガイド

項目/部品番号	利 点	用 途	例
セプタムのタイプ			
ブリードおよび温度最適化済みセプタム 5183-4757	中心にくぼみがあるため、ニードルが貫通しやすく、開く穴もわずか。 ブリードおよび高温に最適なパフォーマンス。	注入口温度が最大400℃までのアプリケーション。	オンカラム注入ができない場合の重い炭化水素混合物の分析。
Agilent高機能緑色セプタム 5183-4759	中心にくぼみがあるため、ニードルが貫通しやすく、開く穴もわずか。	注入口温度が350℃未満のほとんどのアプリケーション。	EPA半揮発性化合物の分析方法。
汎用赤色セプタム 5181-1263	中心にくぼみがあるため、ニードルが貫通しやすく、開く穴もわずか。 ブリードが少なく、寿命の長いコスト効率のよいセプタム。	注入口温度が350℃未満のほとんどのアプリケーション。	EPA半揮発性化合物の分析方法。
Merlin Microsealセプタム 5182-3444。 Merlin Microseal 5182-3442と併せて使用。	寿命のきわめて長いセプタム技術。 粒子の発生なし。	高スループット。中程度のクロマトグラフィー温度でのルーチン分析。	原料の面積パーセント純度検定。
密封のタイプ			
金めっきシール 18740-20885	ステンレススチールシールよりも不活性。 ほとんどのスプリットレスインジェクター流速に適切な流体動力学。	スプリットレス注入、または、インジェクター流速が200mL/minのスプリット注入。	通常のバージ流速を使用したすべてのスプリットレス注入。
金めっきシール、クロスノッチ 5182-9652	ステンレススチールシールよりも不活性。 ほとんどのスプリットインジェクター流速に適切な流体動力学。	インジェクターの総流速が200 mL/minを超えるスプリット注入のみ。	高スプリット流速を使用した、複雑な混合物の面積パーセント純度検定。
ライナーのタイプ			
スプリット			
ライナ、スプリットのみ、テーパー、不活性化、低圧力降下、5183-4647	ガラス綿と底部のテーパーによって注入精度が向上。	特に電子圧力制御(EPC)注入口を使用したスプリット注入。	複雑な混合物の面積パーセント純度検定。
スプリットレス			
シングルテーパーライナ 5181-3316	不活性化、カラムに流量を集中。	ほとんどのスプリットレスアプリケーション。	EPA半揮発性化合物の分析方法。
シングルテーパー、ガラス綿 5062-3587	不活性化、カラムに流量を集中。 ガラス綿によって、不揮発性の残留物質の影響が緩和される。	汚れたサンプル用。注意:活性を持つ分析対象物では、ガラス綿によって問題が発生する場合があります。	不活性化分析対象物を使用した生物学的/土壌抽出物の微量分析。
二重テーパーライナ、不活性化 5181-3315	シングルテーパーと同じ。 ただし、バックフラッシュの防止に役立つ。	非常に揮発性の高い溶媒を使用した高温における大量の注入。	水、メタノール、塩化メチレンが溶媒で、インジェクタ温度が250℃を超える場合。
オートサンブラのシリンジのタイプ			
10 µl、固定ニードル、23-26s 5181-1267	強度を上げ、開く穴を小さくするために、内径が先細になっている。	スプリットまたはスプリットレス注入。	ほとんどのスプリットレスアプリケーション。
10 µl、固定ニードル、26s 9301-0714	セプタムの穴を小さくするための、一般的な内径の小さいニードル。	スプリットまたはスプリットレス注入。	ほとんどのスプリットレスアプリケーション。
5 µl、固定ニードル、23-26s 5181-1273	5181-1267と同じ形状で最少0.5 µlの注入が可能。	少量の注入が必要なスプリットまたはスプリットレス注入。	カラム/検出器の過負荷を防止する高濃度のサンプル。
10 µl、固定ニードル、先端がテフロンブランジャ、23-26s、5181-3354	気密、小さいヘッドスペース注入に使用。	環境ヘッドスペース分析、場合によっては水の注入にも使用。	環境ヘッドスペースについては、「アプリケーションノート」J5966-1473Eを参照。
10 µl、固定ニードル、23ゲージ、ALS 9301-0713セプタム。	Merlin Microsealセプタム専用。	Merlin Microsealセプタムに必要。	原料の面積パーセント純度検定。



PerfectFit 注入口純正部品



交換が必要な時期

可変。ニードルの状態によって異なる。
通常は50～100回の注入後。

可変。ニードルの状態によって異なる。
通常は50～100回の注入後。

可変。ニードルの状態によって異なる。
通常は100回の注入後、または漏れが観察されたとき。

可変。ニードルの状態によって異なる。
2000回の注入後、または漏れが観察されたときにチェック。

極性を持つ分析対象物の応答が許容可能なレベル以下になったとき、または過度のテーリングが見られたとき。

極性を持つ分析対象物の応答が許容可能なレベル以下になったとき、または過度のテーリングが見られたとき。

精度が低下したとき、またはライナが汚れたとき。

極性を持つ分析対象物の応答が許容可能なレベル以下になったとき、または過度のテーリングが見られたとき。

分析対象物のピークのテーリングが許容できないレベルになったとき。

極性を持つ分析対象物の応答が許容可能なレベル以下になったとき、または過度のテーリングが見られたとき。

ニードルまたはシリジブランジャが曲がったとき。

ニードルまたはシリジブランジャが曲がったとき。

ニードルまたはシリジブランジャが曲がったとき。

テフロンが摩耗したとき、またはニードルが曲がったとき。

ニードルまたはシリジブランジャが曲がったとき、またはセプタムを交換したとき。

6890/6850スプリット/スプリットレス注入口アセンブリ

セプタム皿付近一式のチューブ付アセンブリ。ガスコントロール方式、ヘッドトラップの形、バルブの有無によって部品番号が異なります。

マニュアル圧力注入口用、5890兼用	19251-60575	33,000
EPC注入口用、1/4インチ径ベントトラップ接続タイプ、初期標準	G1544-60575	30,000
EPC注入口用、1/4インチ径ベントトラップおよびケミカルフィルタ接続タイプ、ECD用	G1544-80580	13,000
S/SLインサートウェルドメント	G1544-60585	51,000
EPC注入口用、カートリッジ式ベントトラップ接続タイプ、現在標準		
バルブ付6890用、1/4インチ径ベントトラップ接続タイプ	G1580-60575	45,000
バルブ付6890用、カートリッジ式ベントトラップ接続タイプ	G1580-60585	40,000

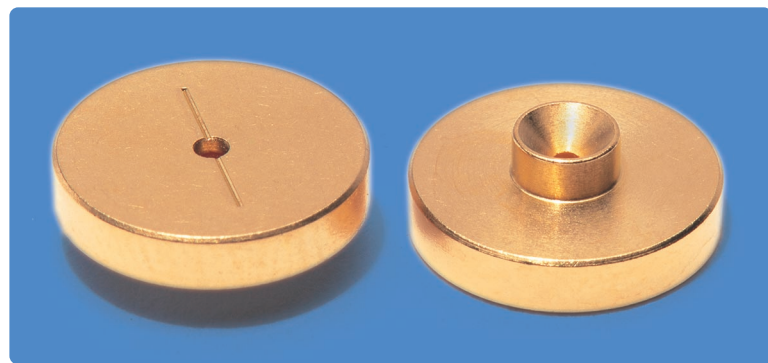
5890スプリット/スプリットレス・マルチモード注入口部品

セプタム・リテーナ・ナット、グリーン、標準	18740-60835	5,800
ヘッドスペースサンプル用リテーナ・ナット、大口徑、黒	18740-60830	5,600
リテーニングナット(注入口下部でリデュースングナットとペアで止めるナット)	19251-20620	3,700
リデュースングナット(金メッキシールが入っているナット)	18740-20800	4,200

部品の分解図をご覧になりたい場合は5890、6890および6850シリーズGC用ユーザーまたはサービスマニュアル、またはwww.agilent.com/chemを参照してください。

ライナシール

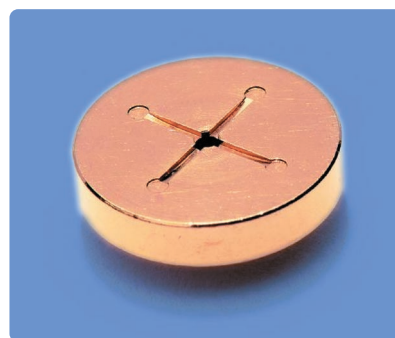
ステンレス製シール	18740-20880	3,100
金メッキシール、標準	18740-20885	3,800
金メッキシール、クロス溝、テーパ底ライナ向き	5182-9652	5,100



金メッキシール、標準、部品番号 18740-20885



www.agilent.co.jp/chem/yan



金メッキシール、クロス溝、テーパ底ライナ向き、
部品番号 5182-9652

Agilent GC注入口部品の詳しい情報が必要な場合は、横河アナリティカルシステムズ株式会社 0120-477-111までご連絡ください。
またはお近くの弊社代理店にご相談下さい。

© Agilent Technologies, Inc. 2001

January 24, 2002
5988-3466JAJP

横河アナリティカルシステムズ株式会社

●カスタマサービスセンター ☎ 0120-477-111

- 1) システム、製品および部品に関するご相談窓口
- 2) 製品の操作、アプリケーションの問合せおよび故障時の連絡窓口
- 3) ユーザートレーニングの申し込み窓口

本 社 〒180-8543 東京都武蔵野市中町1-15-5
ホームページ <http://www.agilent.co.jp/chem/yan>

お問い合わせは

ANC-38

●横河アナリティカルシステムズ 取扱店一覧

下記の代理店の分析計担当部署にお問い合わせください。

代理店名	住 所	電 話
美和電気工業・札幌	札幌市北区北20条西7-20	011-737-1151
美和電気工業・盛岡	盛岡市前九年3-19-52	019-646-4341
美和電気工業・仙台	仙台市太白区長町南3-37-13	022-249-8103
美和電気工業・福島	福島市腰浜町20-14	0245-31-6320
相生電気・北関東	熊谷市銀座4-10-8	0485-24-7234
相生電気・群馬	高崎市江木町1720-1	027-326-1180
相生電気・小山	小山市城北6-4-13	0285-23-8088
相生電気・さいたま	さいたま市宮原町4-15-6	048-669-1511
太陽計測・つくば	つくば市大字上ノ室2074	0298-57-2452
東京電機産業・新潟	新潟市紫竹山7-4-32	025-244-6171
東京電機産業・千葉	千葉市稲毛区作草部1-19-3	043-252-6012
西 川 計 測 (株)	港区三田3-13-16 三田43森ビル	03-3453-1337

代理店名	住 所	電 話
西川計測・横浜	横浜市中区長者町5-85	045-242-4162
協立電機(株)	静岡市中田本町61-1	054-288-8880
横河商事・中部	名古屋市中村区烏森町7-336	052-471-7124
横河電陽(株)	富山市永楽町32-13	0764-41-1831
金陵電機(株)	大阪市淀川区新高3-3-11	06-6394-1163
旭電気(株)	倉敷市老松町3-7-10	086-422-5711
新川電機・広島	広島市中区竹屋町8-6	082-247-6447
新川電機・高松	高松市伏石町672-1 丸忠第2ビル	087-868-6600
新川電機・西中国	徳山市五月町10-45	0834-21-2788
新川電機・九州	福岡市博多区博多駅南2-11-12	092-451-1747
西川計測・大分	大分市高城本町5-3	0975-58-0856
西川計測・熊本	熊本市山崎町66-7 栄泉中央ビル	096-355-5500