

金属フェラルSiTite™を用いた GC, GC/MSにおける キャピラリーカラムの最新接続手法

初級講座 ーカラム接続の基礎ーも含む

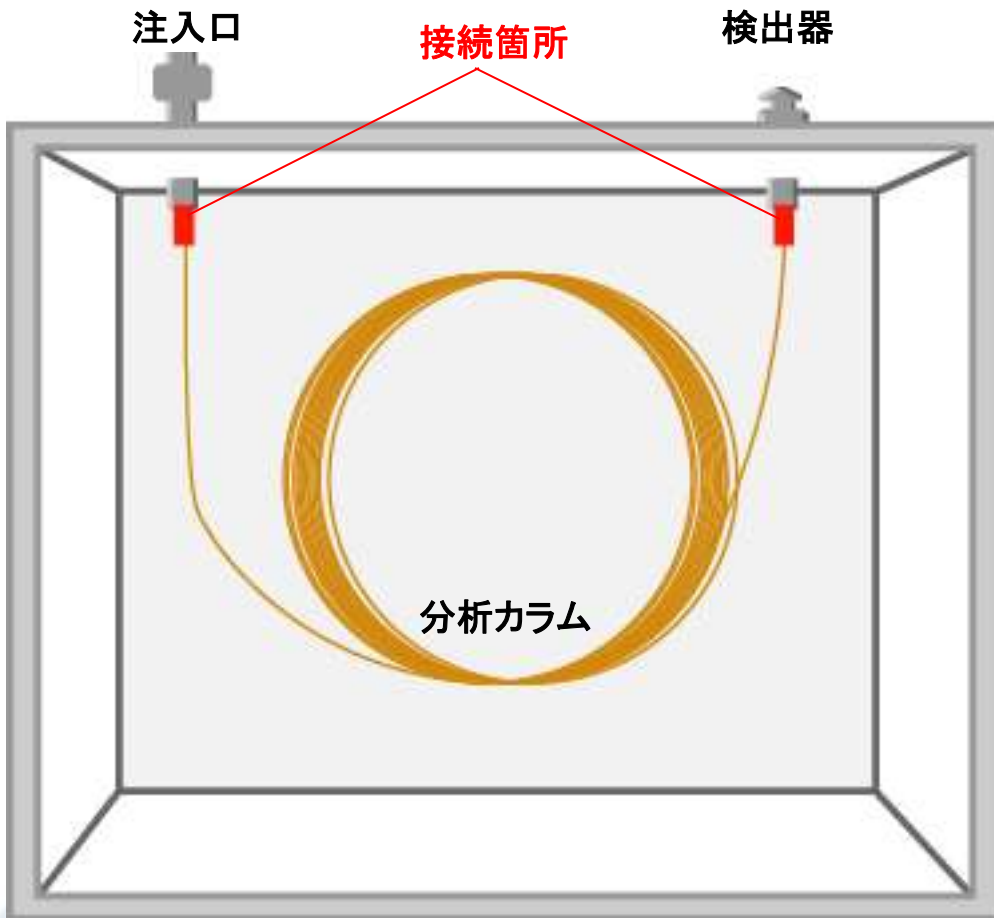


キャピラリーカラムの接続



キャピラリーカラムの接続

GC装置への接続

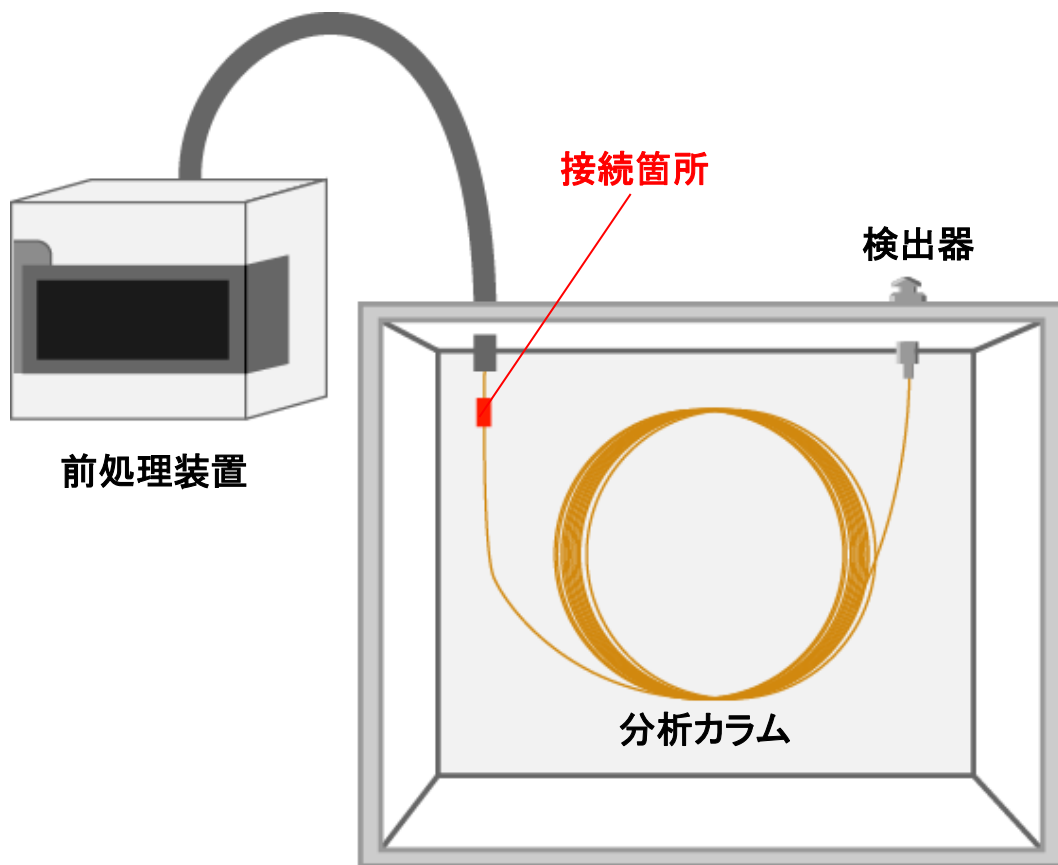


接続部品のフェラル材質 選択 注意点

- ◆ 分析温度 高い？低い？
- ◆ カラム交換頻度 多い？少ない？
→ フェラル再使用
- ◆ 検出器の種類 大気圧検出器？MS？
→ 酸素透過性
- ◆ 分析成分 吸着特性強い？弱い？
→ 材質に由来
- ◆ 温度サイクル あり？なし？
→ 増し締め必要性

キャピラリーカラムの接続

前処理装置からの接続



接続部品のフェラル材質 選択 注意点

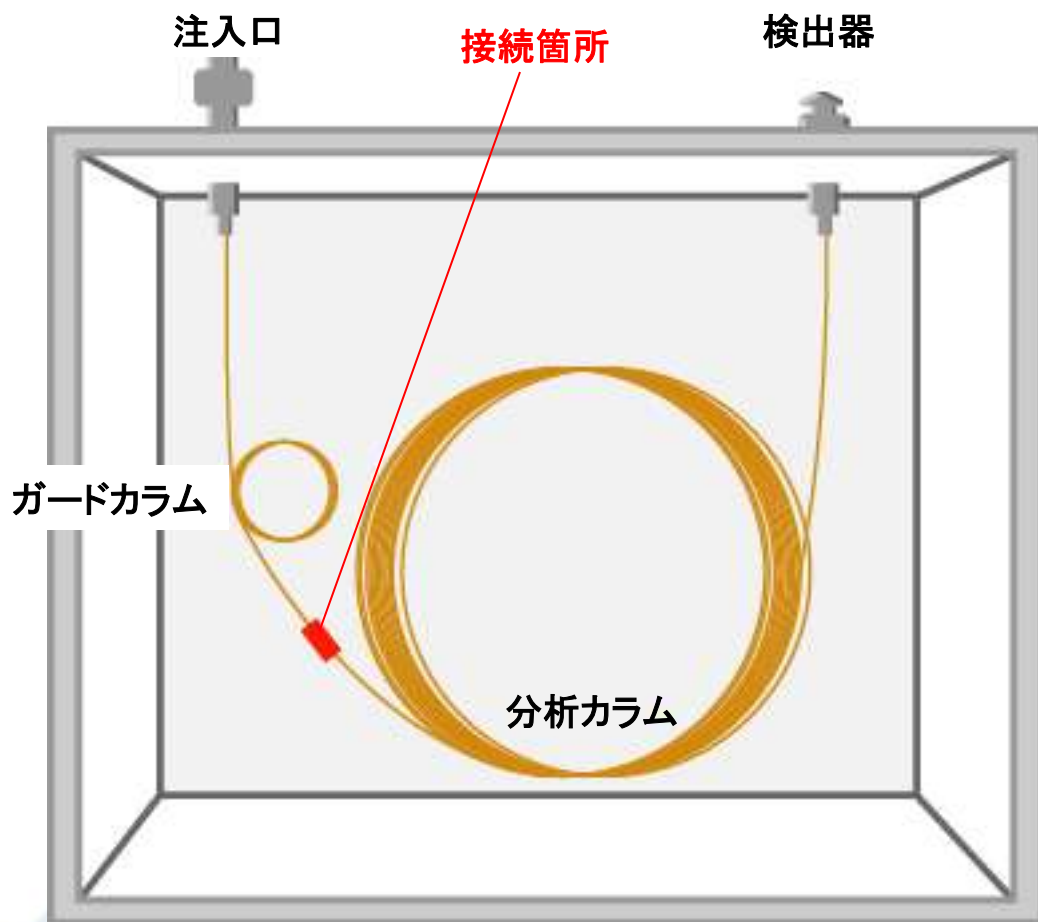
- ◆ 分析温度 高い？低い？
- ◆ カラム交換頻度 高い？低い？
→ フェラル再使用
- ◆ 検出器の種類 大気圧検出器？MS？
→ 酸素透過性
- ◆ 分析成分 吸着特性強い？弱い？
→ 材質に由来
- ◆ 温度サイクル あり？なし？
→ 増し締め必要性
→ **注入口や検出器への接続よりも影響大**

接続部品(コネクター)の選択

→ 後述

キャピラリーカラムの接続

ガードカラムの接続



【ガードカラムとは…】

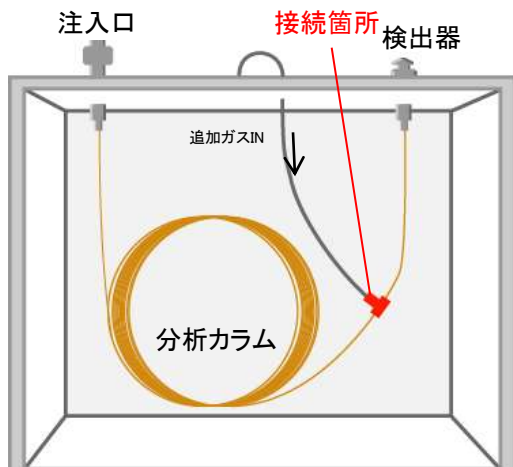
ガードカラムは、マトリクス/汚れの多い分析で多用される手法です。分析カラムの前段に固定相の無い(不活性処理済み)フューズドシリカチューブを接続します。サンプルに含まれる汚れから分析カラムを守る(長寿命化やカラムをカットすることによるリテンションの変動を防止できます。また、Splitless注入における溶媒液化での効果的なピークフォーカシングが期待できます。

※ 最近ではガードカラムと分析カラムが一体となった製品もあります。

キャピラリーカラムの接続

高機能GCシステム

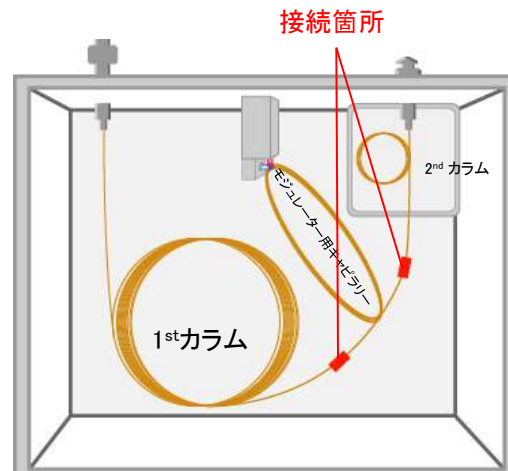
バックフラッシュシステム



【バックフラッシュとは…】

目的成分の溶出を終えたあと、追加ガスを加えて高沸点成分を注入口(スプリットベント)から排出するアプリケーションです。分析時間の短縮が可能となります。

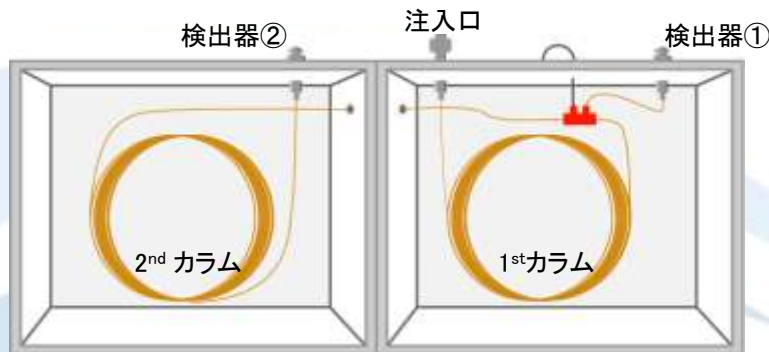
GCxGCシステム



【GCxGCとは…】

2種類のカラムを直列に接続し、2ndカラムへは細かいトラップ&リリースを繰り返しながら導入するため高分離な分析が可能となるアプリケーションです。

MDGCシステム



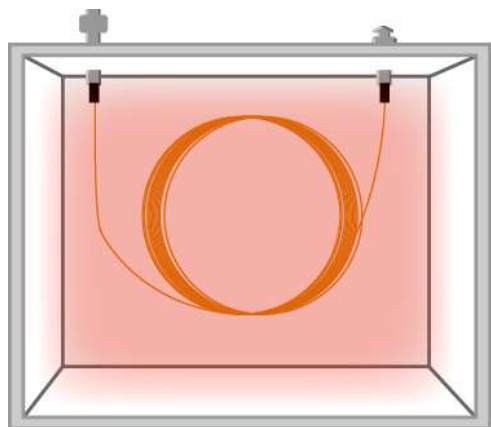
【MDGC(マルチディメンショナルGC)とは…】

不分離ピークのハートカットと二つのカラムを用いることにより高分離な分析を行うことが出来るアプリケーションです。

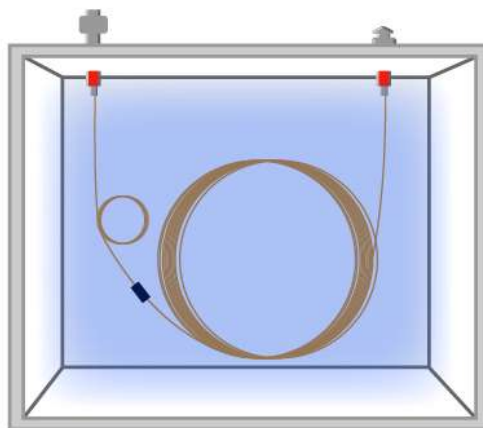
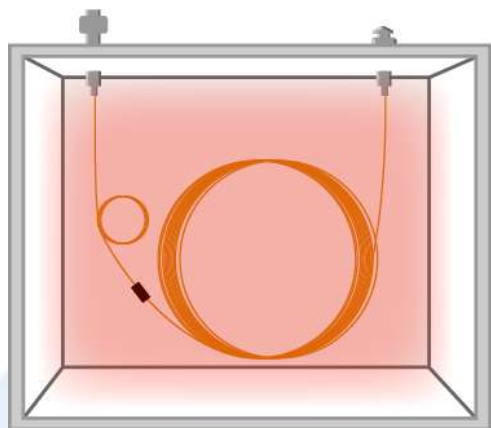
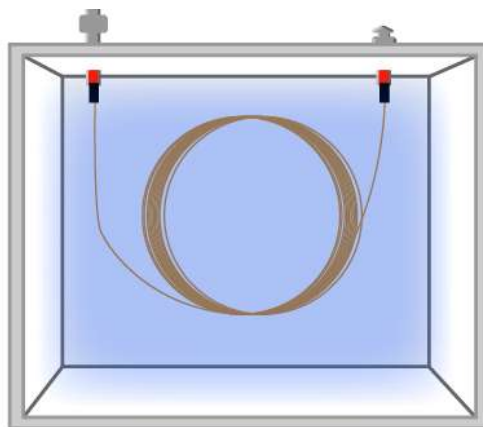
ワンポイント: 増し締めについて

増し締め: GCオープン温度を昇温降温させるサイクルによってフェラルが収縮して緩みが生じる
 ⇒ その緩みを再度シールさせるために再度ナットを締めること

GCオープン温度が高い



GCオープン温度が低い



【注入口/検出器における接続】

注入口/検出器における接続では接続口自体に温度がかけられているため、緩みは少ない。

【ユニオンを使ったカラムとチューブの接続】

GCオープン内中空における接続ではオープンの昇降温度がそのまま影響するため緩みが大きい。

⇒ 注意が必要

フェラルについて (形状・材質など)



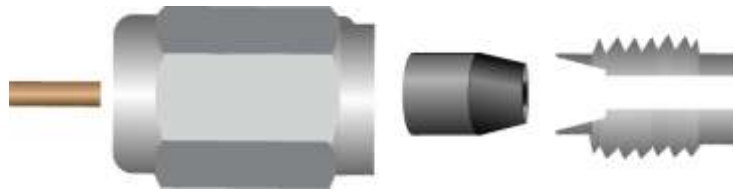
フェラルとは

装置や素子、ユニオンにおける接続において使用する部品

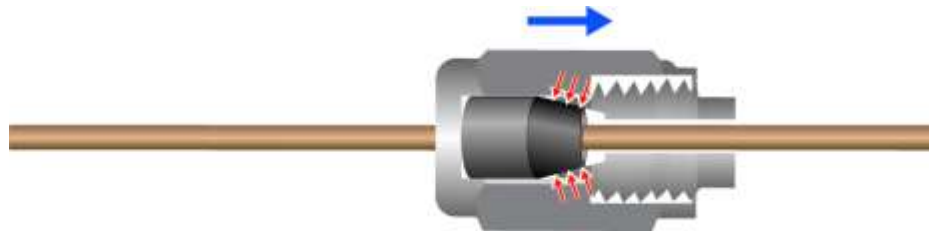
ナットと共に用いてキャピラリーカラム(キャピラリーチューブ)を接続口に接続する



穴のあいた円柱形で片側を尖らせた(テーパ)形状



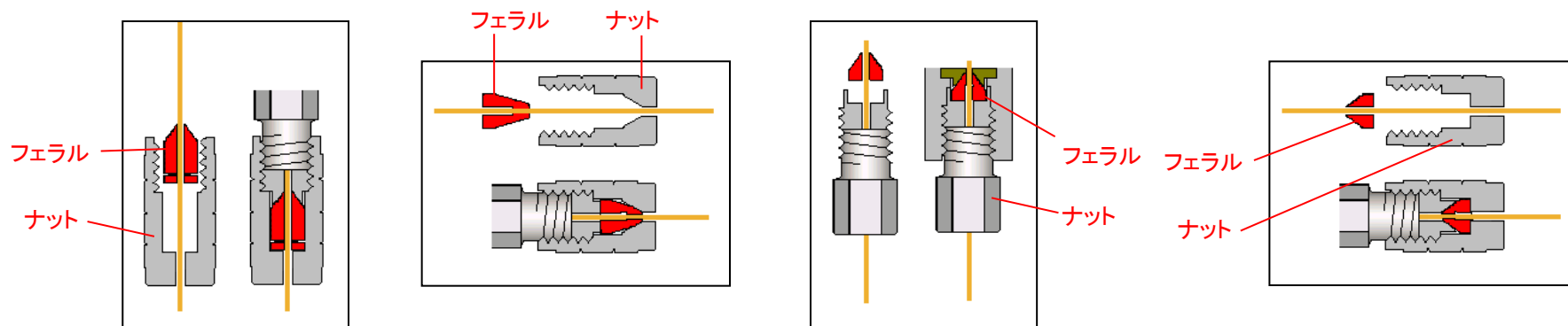
ナットを締めると『フェラルのテーパ』が『受け口のテーパ』に押し当てられ、先端がカラムを締める



フェラルの選択

① 形状の選択 - 装置デザイン、ユニオンデザインに依存

ナットとフェラルの形状はメーカーによって様々。(オスナット・メスナット・順フェラル・逆フェラル)



② 材質の選択 - 分析条件によって特性の合ったものを選択

材質は、「グラファイト」、「グラファイト/ベスペル®」、「ベスペル®」、「金属 (SiITite™)」の4種類があります。

③ 穴径の選択 - 接続するカラムに合ったものを選択

0.25mmID、0.32mmID、0.53mmIDキャピラリーカラム等々

グラファイトフェラル 特徴

- ・ 柔らかい
（取り扱いが簡単・形状が変わり易くシールさせ易い）
- ・ 酸素の透過性がある（MSインターフェースに使用不可）
- ・ うまく使えば再使用可能
- ・ カラム内にフェラルカスが混入する可能性がある
- ・ 取付時にナットを締めこみ過ぎて、過度に受け口に押し付け、
注入口や検出器の接続口に残ってしまう恐れがある
- ・ 最高使用温度450°C
- ・ 低コスト





フェラル材質 - グラファイト/ベスペル®

グラファイト/ベスペル®フェラル 特徴

- ・ グラファイトとベスペル®の複合素材
- ・ 機械的に頑丈（硬い）
- ・ 酸素透過性なし（MSインターフェースに使用可能）
- ・ 再使用は不可
- ・ 熱収縮性がある
GCオーブンを昇降温した後は、増し締めが必要
- ・ ナットに固着し易い
- ・ 最高使用温度350°C（高温アプリケーションに不適）





フェラル材質 ベスペル®

ベスペル®フェラル 特徴

- ・機械的に極めて頑丈
- ・熱収縮が大きい（増し締めが必要）
- ・最高使用温度280℃



現在、SGEではベスペル®フェラルは製造中止となっています

金属 (SiITite™) フェラル 特徴

- ・ 極めて頑丈な材質
- ・ 高いシール性
- ・ 酸素透過性なし (MSインターフェースに使用可能)
- ・ 再使用は不可
- ・ ナットに固着しない
- ・ 専用ナットでの使用が必要
- ・ フェラルカスが出にくい
- ・ 増し締め不要 GCオーブンの繰返し昇温でも緩みが発生しない
- ・ 最高使用温度700°C以上
- ・ 締め込み過ぎるとカラムを折ってしまう可能性がある





ワンポイント:フェラル穴径の選択

キャピラリーチューブ 内径 から選択

→ 一般的にはOKだが厳密には×

【 フューズドシリカ (溶融石英) キャピラリーカラム 内径と外径 】

カラム内径	カラム外径	フェラルの選択
0.1-0.25mm内径	= 0.35-0.363mm外径	⇒ グラファイトなら0.5mm内径フェラル ⇒ グラファイトベスペル® or SilTite™なら0.4mm 穴内径フェラル
0.32mm内径	= 0.43mm外径	⇒ どの材質でも0.5mm穴内径フェラル
0.53mm内径	= 0.68mm外径	⇒ どの材質でも0.8mm穴内径フェラル

注意！！稀に例外が存在する。

キャピラリーチューブ 外径 から選択



フェラルの穴径選択にはチューブの外径をご確認ください。

金属フェラルSiTite™を活用した 最新のキャピラリー接続手法





SilTite™を活用した製品

1. SilTite™ FingerTite
2. SilTite™ ユニオン & μ -ユニオン
3. 多流路接続デバイス SilFlow™

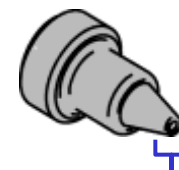
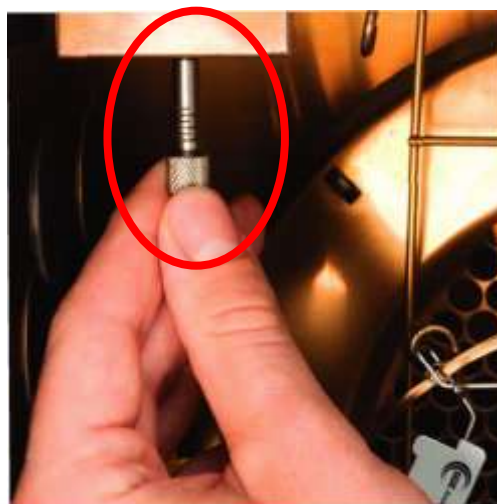
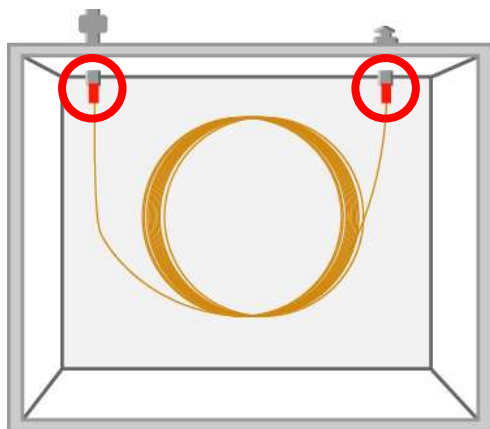
SilTite™ FingerTite



SilTite™を活用した製品①

SilTite™ FingerTite

手締めでキャピラリーカラムをGC装置に接続できるナットとフェラル



先端がシャープで厚みが薄いデザインのため
手締めの弱いトルクでもキャピラリーをしっかりと
かしめてシールすることが可能

- ・GCキャピラリーカラムの装置への取り付けを**手締めで素早く簡単に**
- ・SilTite™金属フェルールを採用 — 昇温/降温の温度サイクル後も**増し締め不要**
- ・リークフリー、低ブリード、高耐熱性材質、**高放熱性デザイン**、酸素透過性無し
- ・**各社GC【島津製作所、アジレント、パーキンエルマー、ブルカー(バリアン)】に対応**

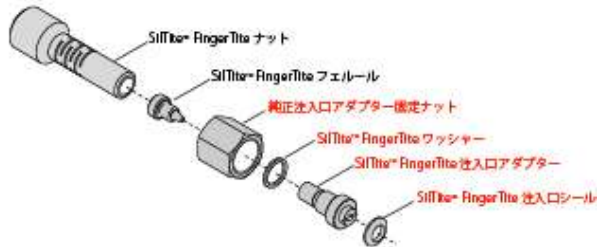
SilTite™を活用した製品①

SilTite™ FingerTite 取付方法

アジレントGCスプリット/スプリットレス注入口への取り付け



島津GC2010スプリット/スプリットレス注入口への取り付け



MSインターフェースの取り付け



最初だけ専用アダプターのインストールが必要

⇒ その後はフェラルだけの交換でOK

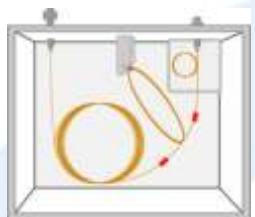
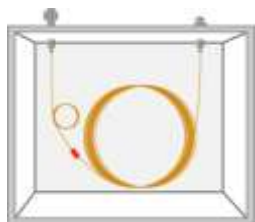
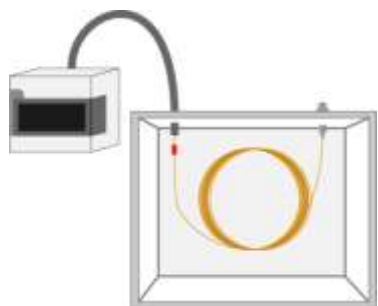


SilTite™ ユニオン & μ -ユニオン



ユニオン & μ -ユニオン

キャピラリーカラム同士の接続に使用



キャピラリーコネクターの種類

ガラスコネクター (*比較製品)



ユニオン



μ -ユニオン



SilTite™を活用した製品②

比較製品

ガラスコネクター

ガラスチューブで内面が中央にいくほど細くなっている



【メリット】

- ◆ 差し込むだけの簡単接続
- ◆ 熱追従性が良い

【デメリット】

- ◆ シール性に不安がある

以前は、GCオーブンの温度を一回上げると、カラム外面のポリイミドが溶けてシールさせることが出来たが、最近ではポリイミドの品質が向上し、400℃程度でもなかなか溶けなくなってきた。そのため、このことから、そのシール性へ不安が大きくなっている。

- ◆ ガラス材質のため物理的衝撃に弱い
- ◆ GCオーブン内に設置する時に注意が必要

オーブンファンの風により、接続部分に応力がかかってリークを起こしたり外れる可能性がある。

SilTite™を活用した製品②

ユニオン



【メリット】

- ◆ シール性が高い
- ◆ 一方のカラム/チューブを固定したまま片側だけの交換が可能

【デメリット】

- ◆ 熱追従性があまり良くない（ミニユニオンで全長20mm）
GCオープンの急激な（速い）昇温分析の場合、コールドスポットになる可能性がある
- ◆ 接続にスパナが必要で接続作業が若干面倒
- ◆ サンプルがシラノール面に接触する
SGEのキャピラリー用ユニオンは、内面表面がガラスに加工しています。

SilTite™を活用した製品②

μ-ユニオン



【メリット】

- ◆ 小さくて取り回しが容易(全長9mm. 重量0.5g)
軽くて小さいためオープンファンの風により、接続部分に応力がかかっても外れたり漏れたりすることが無い
- ◆ シール性が高い
- ◆ 専用治具を使って接続作業が容易
- ◆ 熱追従性に優れる
- ◆ 成分の接触する可能性のあるフェラル内面は不活性処理済み
- ◆ 低コスト

【デメリット】

- ◆ ダブルテーパーフェラルを採用のため再接続時は両チューブとも切断しなくてはならない (数ミリ程度)

多流路接続デバイス SiFlow™





SilTite™を活用した製品③

多流路接続デバイス SilFlow™

キャピラリーカラム流路の分岐や追加ガスの導入に使用



3種類のSilFlow™ — 3ポート・4ポート・5ポート



SilTite™を活用した製品③

多流路接続デバイス SilFlow™ 特徴

◆ 3枚のウェハーを張り合わせたデザイン

細い高精度な流路設計が可能

◆ 内面不活性

不活性処理済み

◆ 低デッドボリューム接続

◆ 優れた動作安定性

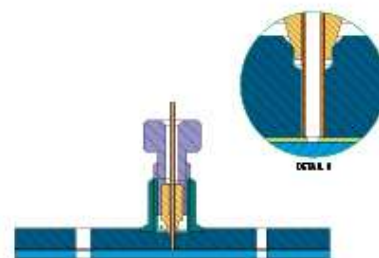
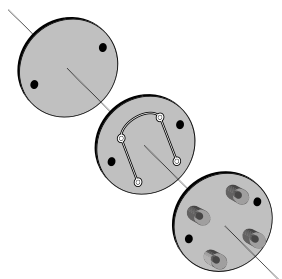
- ・ 圧力範囲 — 25,000psi (170,000kPa)の圧力まで使用することができます。
- ・ 熱追従性 — 20°C/minの昇温レートまで追従することが可能
- ・ 最高温度 — 金属部品で構成されているためGCで使用する温度範囲は問題なし

◆ 簡単リークフリー接続

専用治具で接続作業が容易

◆ コスト

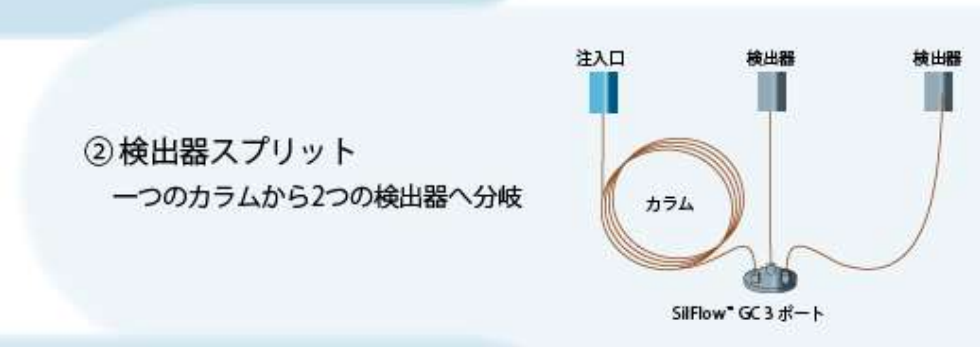
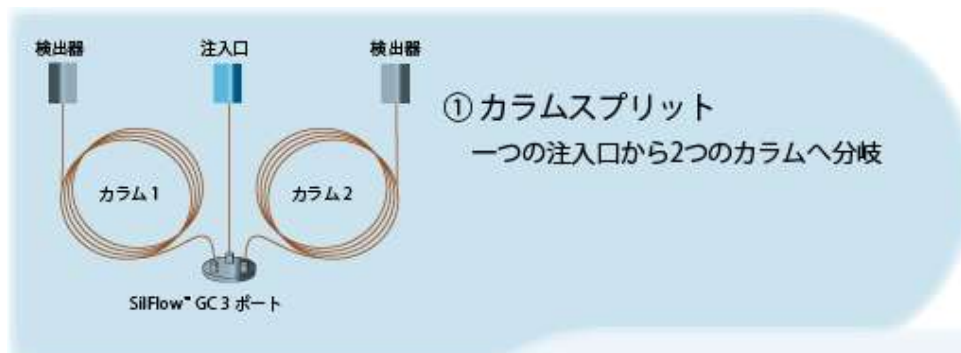
3ポートSilFlow™キット ¥83,600 / 4ポートSilFlow™ 94,800 / 5ポートSilFlow™ ¥100,300



SilTite™を活用した製品③

多流路接続デバイス SilFlow™ 応用例

キャピラリーカラム流路の分岐 (3ポート or 4ポートSilFlow™)



SilTite™を活用した製品③

多流路接続デバイス SilFlow™ 応用例

バックフラッシュ (3ポートSilFlow™)

SilFlow™ GC 3ポート

【①分析モード】
 分析カラムから流出するキャリアガスは目的成分を運び、追加ガスと合流して検出器へ。
 難揮発成分は、カラムからの溶出に時間がかかります。

【②バックフラッシュモード】
 全ての目的成分が検出器へ到達した時点で注入口の圧力をOFF (0 psi) にして、追加ガスを分析カラムに逆流させて、溶出の遅い難揮発成分を注入口Splitベントから排出することにより、短い時間で分析カラム内の難揮発成分の除去を行います。

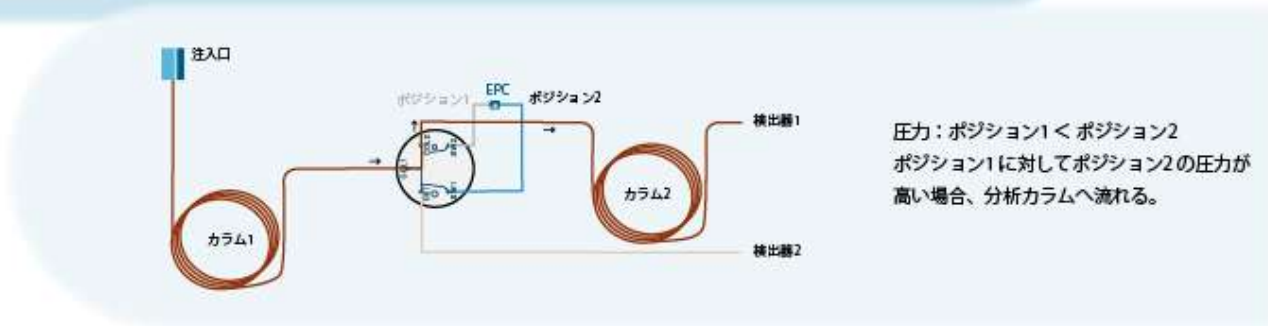
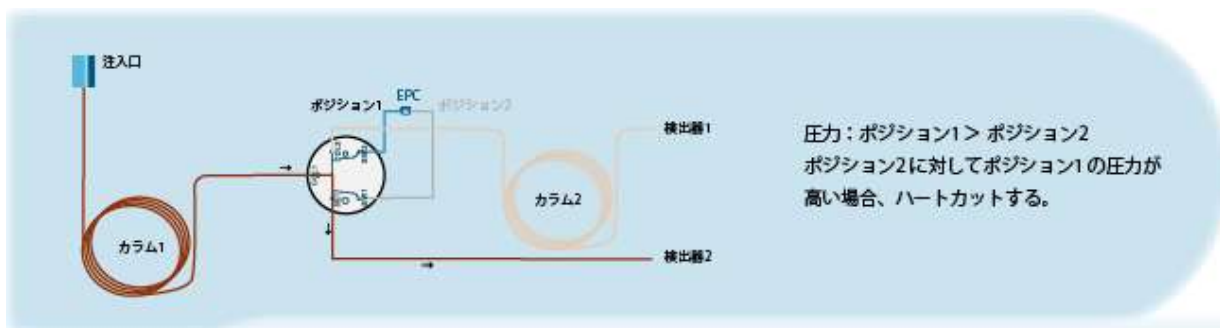
SilFlow™ GC 3ポート

*バックフラッシュシステムを構築するためには追加ガスモジュール(追加EPC)が必要になります。
 追加ガスモジュールに関してはご使用のGC装置のメーカー様にお問い合わせください。

SilTite™を活用した製品③

多流路接続デバイス SilFlow™ 応用例

ハートカット (5ポートSilFlow™)



*ハートカットシステムを構築するためには追加ガスモジュール(追加EPC)が必要になります。
追加ガスモジュールに関してはご使用のGC装置のメーカー様にお問い合わせください。



SilTite™を活用した製品 まとめ

注入口・検出器の接続に

◆ SilTite™ FingerTite

スパナ要らずで作業が簡単

カラム同士の接続に

◆ μ-ユニオン

不活性流路、小さくて取り回しが簡単

流路の分岐・メイクアップガスの追加の接続に

◆ SilFlow™

不活性流路、複数のカラムの取付も簡単