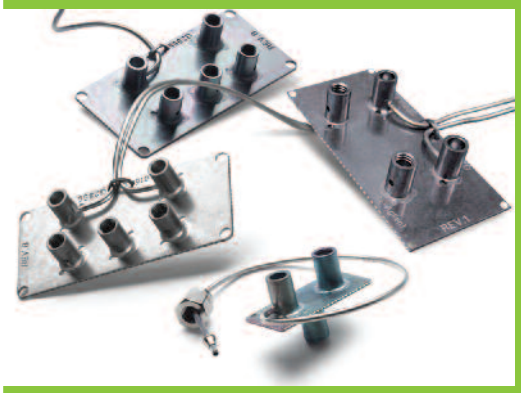


キャピラリ・フロー・テクノロジー バックフラッシュ

結果と生産性を飛躍的に向上させる最新テクノロジー

Our measure is your success.

products | applications | software | services

Agilent Technologies

サイクルタイムを短縮し、ラボの生産性を向上させるシンプルな方法

GC および GC/MS 分析では、溶出の遅い化合物や複雑なマトリクスを含むサンプルを扱うことが多くあります。このような分析では、早い時間に溶出するピークの検出と定量を目的とすることが多く、次の分析を開始する前に、高沸点化合物を排出するためにさらに高い温度と長い分析時間が必要になります。

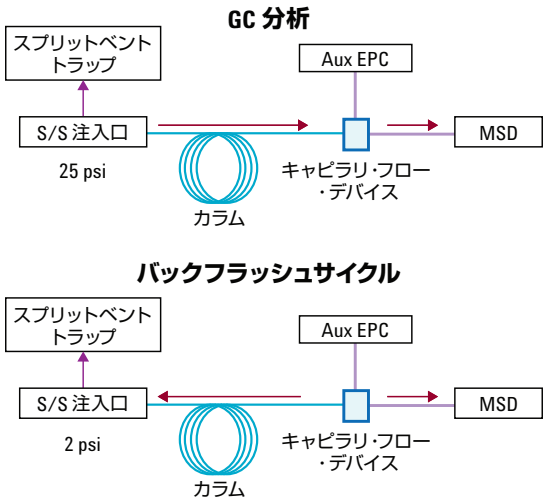
アジレントは、より効率的な分析方法を提供します。

最後の測定対象化合物が溶出した直後にカラム内のガス流を逆流させるバックフラッシュを使用すると、分析品質の向上、時間の短縮、コストの削減を実現することができます。この手法により、長く保持されるサンプル成分を溶出するための長い空焼き時間と高い温度が不要になります。このような成分をカラムの逆方向に流し、スプリットベントから排出することで、キャリーオーバー、カラムの汚れ、リテンションタイムの変化、MSD (質量検出器) ソースの汚染を防止できます。

Agilent キャピラリ・フロー・テクノロジーのバックフラッシュを使用すると GC 分析の生産性がさらに向上します。

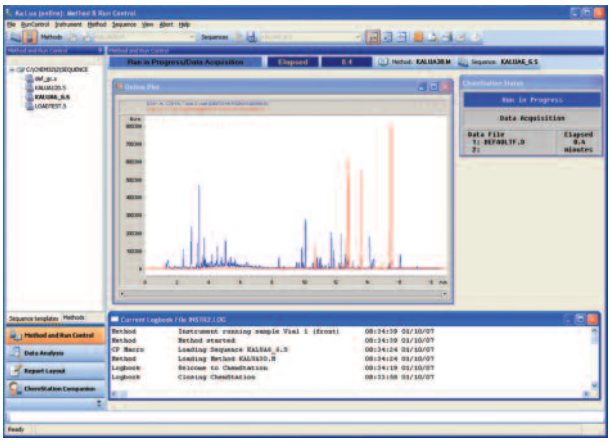
- **サイクルタイムの短縮** — 分析時間の短縮と迅速な冷却により、結果をすばやく得ることができるようになり、装置ごとの 1 日あたりの測定サンプル数が増加します。
- **稼動時間の増加** — 高沸点化合物の除去により、カラムのトリミングや検出器のメンテナンスの頻度が減るだけではなく、必要なリキャリブレーションも減少します。
- **コストの削減** — 高沸点化合物が除去され、カラムが高い空焼き温度に曝されなくなるため、カラムの寿命が延びます。
- **結果の向上** — バックフラッシュによってカラムブリードが大幅に減少し、ゴーストピークが排除され、ピーク積分の品質が向上します



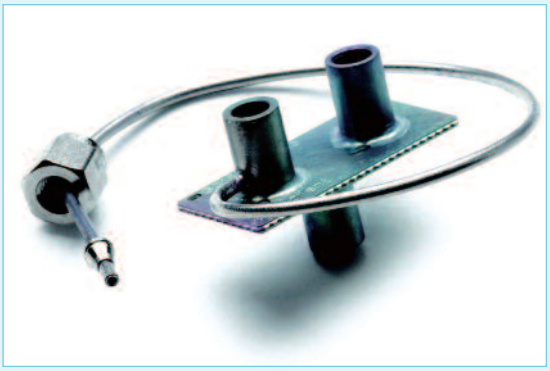


バックフラッシュの仕組み

Aux EPC (エレクトロニックニューマティクスコントロール) モジュールまたは PCM (ニューマティクスコントロールモジュール) が2 番目のガスソースとなります。通常の動作では、Aux EPC または PCM の圧力により、キャピラリ・フロー・テクノロジー・デバイスのフローがわずかに増加します。バックフラッシュ中は、注入口圧力を下げ、Aux EPC または PCM 圧力を上げるため、カラムフローの強制的な逆流が発生し、注入口のスプリットベントから排出されます。



Agilent ChemStation ソフトウェアは、キャピラリ・フロー・テクノロジーにより実現するバックフラッシュなどの生産性向上機能を完全にサポートしています。



キャピラリ・フロー・テクノロジーによる性能と生産性の向上

従来のバックフラッシュは、ロータリバルブ、ステンレス製チューブ、サンプルフローパスのフィッティングで構成されています。この配管などでデッドボリュームが大きくなり、熱容量も大きく、また活性点も存在します。その結果、ピークの広がり、対象化合物の消失などの問題が発生することがあります。また、いずれかの段階でリークの発生の可能性もあります。

アジレント独自のキャピラリ・フロー・テクノロジーにより、信頼性が高く、リークの削減を可能とする接続が実現されます。この不活性で低熱容量、かつ低デッドボリュームのデバイスは、GC オーブンの極めて高い温度にも耐えることができます。また、消費電力も小さく、サンプルあたりのキャリアガスも減少します。

- **低い熱容量**のデバイスはオーブン温度の上昇に正確に追従するため、従来法のバックフラッシュで頻繁に見られるピークテーリングを回避できます。
- **デッドボリュームが最小限に抑えられるため、**ピークの歪みやサンプルの消失が回避されます。
- **キャピラリ・フロー・テクノロジー用のフェラルおよびフィッティング**により、昇温分析を何度も実行した後でもリークが発生しないため、稼動時間が最適化され、精度の良い結果が得られます。
- **流路全体が不活性**であるため、不安定な対象化合物の消失が最小限に抑えられます。

バックフラッシュなどの Agilent キャピラリ・フロー・テクノロジーの利点について
詳しくは、www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

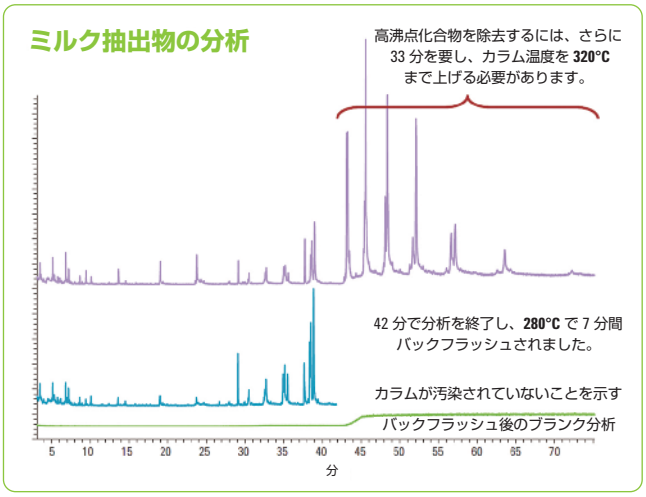
優れた結果を迅速に

分析時間を大幅に削減

食品抽出物の分析では、最後の対象化合物の後に溶出するマトリクス成分を排出するために、分析時間を延長し、温度を上げることが頻繁にあります。

最後の対象成分が溶出した後、7 分間バックフラッシュすることで、トータルで 75 分間であった(上部クロマトグラム) 分析時間が 40 分間に短縮され、オーブン温度の上限が 320˚C から 280˚C までに低下しました。

合計で 35 分間、分析時間が 46% も短縮されました。カラムを高い空焼き温度に曝す必要がなくなり、過剰なカラムブリードと残留物の MSD への導入が防がれました。



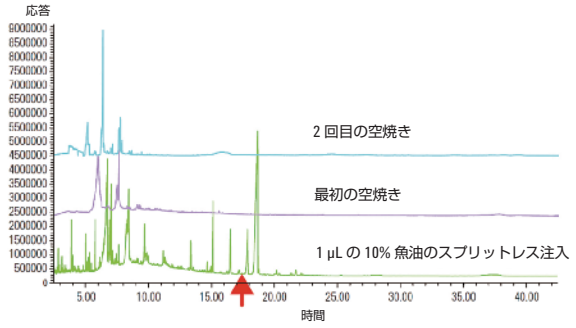
(Agilent 7890A GC/5975C MSD にキャピラリ・フロー・テクノロジー (パージ付き 3-Way スプリッタ) を使用。アジレントアプリケーションノート 5989-6018JAJP を参照)

サンプルキャリーオーバーとリテンションタイムシフトを解決

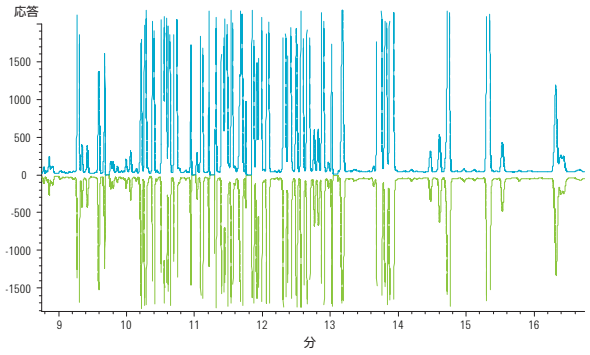
魚油抽出物のように、分析時間を延長して温度を上げても、溶出の遅いすべてのサンプル成分を除去できない場合があります。

バックフラッシュを使用しない場合: 左図では、最上部のクロマトグラムが、1µL スプリットレス注入による GC/FID 分析を示しています。赤い矢印は対象化合物の溶出の終わりを示します。オーブン温度をさらに 25 分間 290°C に維持しても、30 分間 310˚C まで上げて行った次の 2 回のブランク分析からわかるように、長く保持されるサンプルマトリクスを次の分析前に除去することはできていません。魚油の注入残留物が明らかに観察されており、これがリテンションタイムの大きな不安定要因となっています。

バックフラッシュを使用した場合: 右図は、連続して実施した魚油の最初の注入 (上のクロマトグラム) と 6 回目の注入 (下のクロマトグラム：反転表示) を示しています。分析ごとにカラムをバックフラッシュすることで、魚油残留物の蓄積を防止できました。この比較は、魚油の蓄積によってベースラインの揺れやリテンションタイムの変化が生じていないか確認できます。



空焼きを複数回行った後もキャリーオーバーが見られます。



バックフラッシュすることで魚油残留物の蓄積が防止され、その結果、サンプルキャリーオーバーとリテンションタイムの変化が回避されています。

(Agilent 7890A GC とデュアル ECD およびキャピラリ・フロー・テクノロジー（ Deans スイッチ）を使用。アジレントアプリケーションノート 5989-6095JAJP を参照)

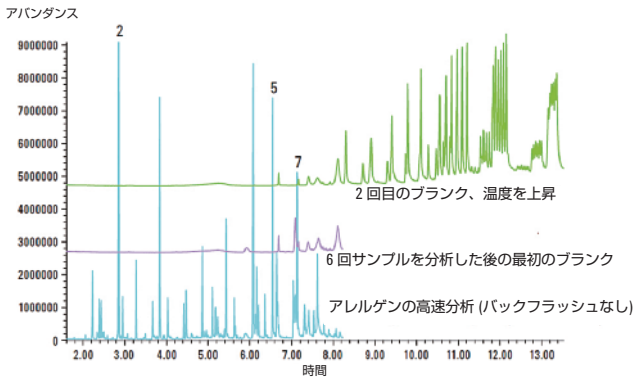
ゴーストピーク、キャリーオーバー、不安定なベースラインの排除

化粧品香料の GC/MS 分析は、洗浄剤、ワックス、油脂などの低揮発性または不揮発性マトリクス成分により分析が困難になることがあります。この例では、シャンプーサンプルを直接注入し、キャピラリ・フロー・テクノロジー (QuickSwap デバイス) を使用して、低揮発性成分の効果的なバックフラッシュを行いました。

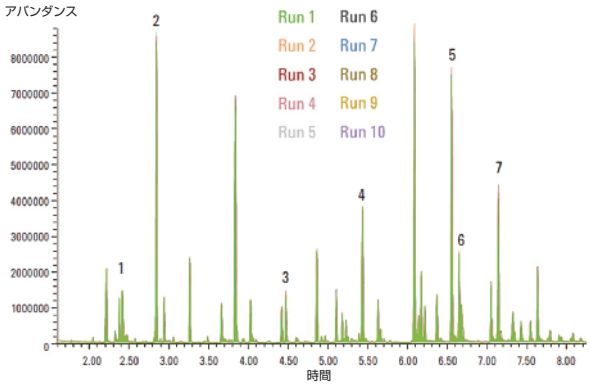
バックフラッシュを使用しない場合: 左図、最下部の GC クロマトグラムは、シャンプー抽出物の 6 回目の分析を示しています。最後の対象成分が溶出した約 8 分後に停止しました (240°C)。同じ期間で実施した中央のクロマトグラムは、6 回の分析後の最初のブランク分析を示しています。ベースラインの揺れやゴーストピークと同様に、サンプルキャリーオーバーも明らかに現れています。ここでは別の問題も発生しています。最上部のクロマトグラムは、温度を 320°C まで上げて行った 2 回目のブランク分析を示します。ここでは、長く保持されるマトリクスのピークが明らかに現れています。これが、カラムの劣化、少ないサンプル成分の検出と同定の問題、MS 性能の低下、ソースのクリーニング頻度の増加を徐々に引き起こすことがあります。

バックフラッシュを使用した場合: 右図に、分析終了ごとにバックフラッシュを行った、10 回の連続した分析を重ねて示します。この図は、リテンションタイムの安定性とピーク面積の再現性が優れていることを示しており、キャリーオーバー、ゴーストピーク、ベースラインの上昇は一切見られません。さらに、分析時間が 20% 短縮され、オーブンのリサイクル時間も短縮されるという利点もあります。

化粧品中香料アレルゲンの分析



以降のブランク分析でも、特に高い温度で高沸点サンプル成分が溶出し続けます。



バックフラッシュを使用し、10 回連続して行った分析を重ねて表示したところ、サンプルキャリーオーバーまたはカラムブリードが原因で発生するゴーストピークが一切ないことがわかります。

(Agilent 5975C GC/MSD とキャピラリ・フロー・テクノロジー (QuikSwapデバイス) を使用。
アジレントアプリケーションノート 5989-6460JAJP を参照)

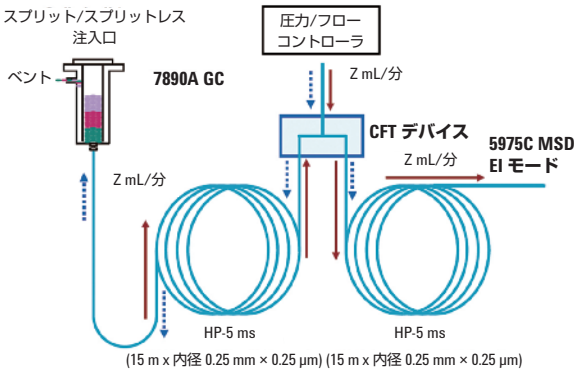
バックフラッシュなどの Agilent キャピラリ・フロー・テクノロジーの利点について
詳しくは、www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

GC/MS: プレカラムバックフラッシュによる MSD 感度の維持

フロー感度が極めて高い検出器を使用した微量分析では、ポストカラムバックフラッシュに比べてプレカラムバックフラッシュは、利点がいくつかあります。

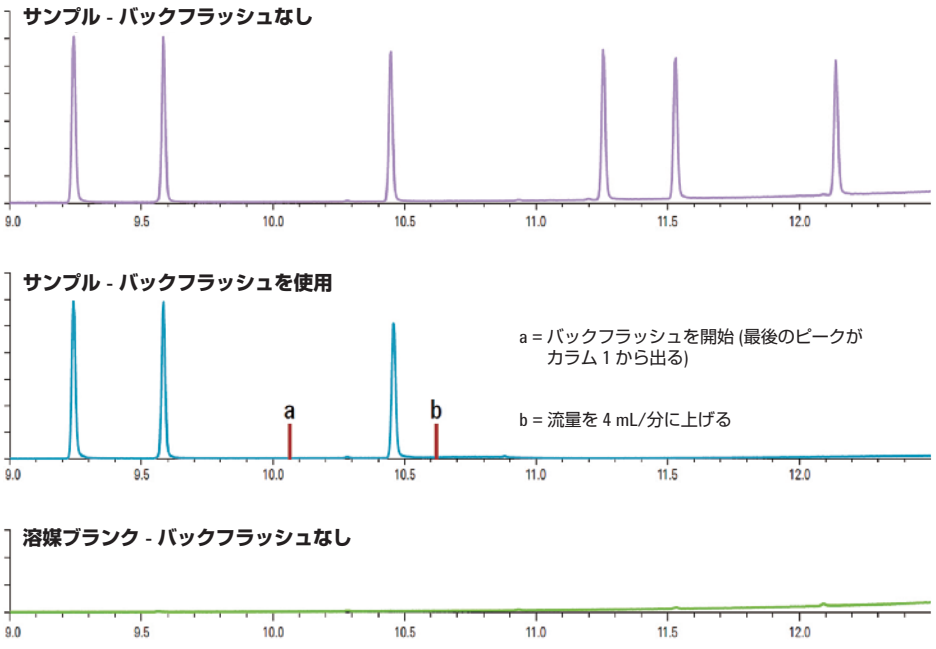
圧力制御された T 字型キャピラリ・フロー・デバイスをプレカラムと分析カラムの間に使用し、2 番目のカラム (分析カラム) のカラム流量が元のメソッドのカラム流量と同じになるように、Purged Union 経由でAux EPCを設定します。プレカラムの注入口圧力を下げながら、2 本目の分析カラムで分析を続けることにより、同時バックフラッシュを実行します。または、注入口圧力を下げ、Purged Union の圧力を上げることで、最後の対象化合物が溶出した後に分析後バックフラッシュを開始することもできます。この構成により、MSD のベントなしでプレカラムと注入口をメンテナンスできるようになります。また、ターボポンプおよびディフュージョンポンプ MSD システムのどちらでも使用することができます。

迅速なバックフラッシュを使用した、高感度 GC/MS 分析用のシンプルなT 字型パージドユニオン



実線は分析中の順方向のフローを示し、破線はバックフラッシュフローを示します。

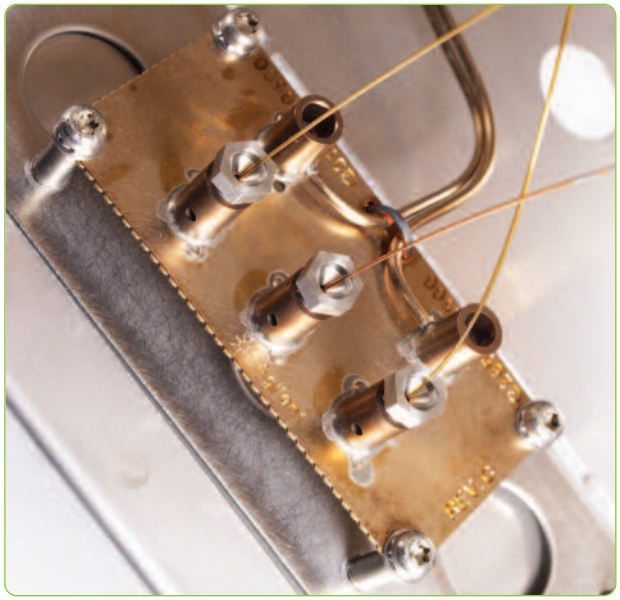
圧力制御された T 字型パージドユニオンを使用したバックフラッシュ



この例では、最上部のクロマトグラムが 6 本のピークの標準クロマトグラムを示しています。ここでは、3 番目のピークが最後の対象化合物と考えられ、4 番目以降のピークは、溶出の遅い最初の干渉物質です。中央のクロマトグラムは、(a) 10.1 分にバックフラッシュを行ったクロマトグラムです。ここではプレカラムでフローが減少し、2 番目のカラムでは増加します。測定対象の 3 番目のピークは測定できていますが、それ以降の溶出の遅い化合物は MSD に入らない点に注目してください。最下部のクロマトグラムはこの測定後のブランク分析です。キャリーオーバーは一切見られません。

(GC/MS のキャピラリ・フロー・テクノロジー。アジレントアプリケーションノート 5989-6460JAJP および 5989-9359EN)

簡単に活用できるアジレントのバックフラッシュ機能



新規に GC を導入する場合でも、既存の 7890 または 6890 シリーズ GC に機能を追加する場合でも、Agilent キャピラリ・フロー・テクノロジーの利点を最小限の時間とコストで活用することができます。この機能を利用する際に必要なデバイスは次のとおりです。

パージ付きキャピラリ・フロー・テクノロジー・アクセサリキットまたは GC オプション
次のいずれかを使用します。

- 圧力制御 T 字型ティ
- パージ付き Ultimate ユニオン
- パージ付き (2-Way または 3-Way) スプリッタ
- QuickSwap
- Deans スイッチ
- GC x GC フローモジュレータ

フローソース— Aux EPC モジュールまたは PCM
PCM とAux EPC の両方とも、リテンションタイムの再現性と安定性を確保するためにリアルタイムの周囲温度補正を提供します。PCM は、さらに精度の高いリテンションタイムの再現性と安定性を確保するために、リアルタイムの大気圧補正も提供します。Aux EPC には圧力制御用のチャネルが 3 つあります。

説明	部品番号
7890A/6890N 用アクセサリキットと新しい 7890A GC 用のオプション	
キャピラリ・フロー・テクノロジー Deans スイッチ	G2855B、G3440A オプション 888
キャピラリ・フロー・テクノロジー 2-Way スプリッタ (メイクアップガス)	G3180B、G3440A オプション 889
キャピラリ・フロー・テクノロジー 3-Way スプリッタ (メイクアップガス)	G3183B、G3440A オプション 890
キャピラリ・フロー・テクノロジー QuickSwap	G3185B、G3440A オプション 885
キャピラリ・フロー・テクノロジー Purged Union	G3186B
キャピラリ・フロー・テクノロジー GC x GC フローモジュレータ	G3486A、G3440A オプション 887
7890A GC 用 PCM	G3471A、G3440A オプション 309
6890 GC 用 PCM	G2317A
7890A GC 用 Aux EPC	G3470A、G3440A オプション 301
6890 GC 用 Aux EPC	G1570A
スペア部品	
SilTite 金属製フェラル、1/16 インチ×内径 0.4 mm、カラムナット× 2 (内径 0.20 ～ 0.25 mm カラム用)、10 個入りパック	5184-3569
SilTite 金属製フェラル、1/16 インチ×内径 0.5 mm (内径 0.32 カラム用)、10 個入りパック	5184-3570
SilTite 金属製フェラル、1/16 インチ×内径 0.8 mm、カラムナット× 2 (内径 0.53 mm カラム用)、10 個入りパック	5188-2789
フューズドシリカ、不活性化 0.100 mm × 5 m (リストリクタ用)	160-2635-5
フューズドシリカ、不活性化 0.200 mm × 5 m (リストリクタ用)	160-2205-5

バックフラッシュなどの Agilent キャピラリ・フロー・テクノロジーの利点について詳しくは、www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

多様な分析ニーズに対応する高性能
Agilent J&W GC カラムおよび消耗品



J&W カラムをはじめとするアジレントの GC 用消耗品は、Agilent GC および GC/MSD システムの生産性を最大限に引き上げるように設計、製造、およびパッケージされています。アジレントは、クリーンで不活性な流路を確保するための消耗品を提供しています。独自の不活性化注入口ライナから、J&W 低ブリードカラム、注入口ゴールドシールまで、アジレントの消耗品は、活性点への曝露や放出された汚染物質からサンプルを保護し、結果の品質を向上させます。

詳細情報

ホームページ:
www.agilent.com/chem/jp

カストマコンタクトセンタ
フリーダイヤル 0120-477-111

本製品は薬事法に基づく医療機器の登録を行っておりません。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。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本文書を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。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。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2010
Printed in Japan February 18 , 2010
5990-5358JAJP

Agilent Technologies