

学会創立20周年記念特集

キャピラリー LC を支えるグッズの紹介

竹内豊英

(岐阜大学工学部応用化学科)

1. はじめに

研究室では、長年にわたりキャピラリー LC の高性能化を目標に研究を進めてきたが、その中で研究を支えてくれた器具、部品、ノウハウなどがたくさんある。本稿ではそれらをいくつか紹介し、キャピラリー LC に興味をもたれる研究者の皆様に少しでも役に立つことがあれば幸いである。

2. 簡易ポンプ

2.1 ガスタイトシリンジを装着したマイクロフィーダー

ガスタイトシリンジを装着したマイクロフィーダーは、サブ $\mu\text{L}/\text{min}$ ～数10 $\mu\text{L}/\text{min}$ の流量を達成するのに都合がよい。

ガスタイトシリンジの耐圧性が7 MPa 程度であるので流量の制限はあるが、洗浄を含めて数 ml の移動相を用意すれば分離検討実験ができるので非常に都合がよい。図1のマイクロフィーダーは東電機工業製のものであるが、廃業のため現在は手に入れることはできない。このマイクロフィーダーに伊藤製作所の MS-GAN050 (0.5 mL) あるいは MS-GAN025 (0.25 mL) ガスタイトシリンジを装着



図1 マイクロフィーダー(東電機工業製)



図2 マイクロフィーダー (8300シリーズ: エルテックス社製 http://l-tex.net/syringe_pump/)

して利用している。このマイクロフィーダーの場合、歯車の選択および使用するシリンジの断面積に依存して10種類の流量が選択できる。

最近になってエルテックス社から図2に示すような簡易シリンジ型ポンプが市販されている。シリンジとして伊藤製作所の MS-GAN050 (0.5 mL) を装着すると、0.1～30.0 $\mu\text{L}/\text{min}$ の流量が選択できる。

2.2 ガス圧を利用した送液

透過性の高いモノリス型キャピラリーカラムを分離カラムとして利用する場合、数気圧で通常の分離を達成できることがある。このような場合、ガス(窒素、ヘリウム、アルゴンなど)圧送液で充分目的を達成できる。移動相は切替バルブに装着したループに満たされる。

3. インジェクター

研究室で利用しているインジェクターとして、Upchurch Scientific 社製の M-435 Micro Injection Valve や Valco 社製の C4 Microbore Internal Sample Injector などがある。前者の場合、試料注入体積は装着するループの体積になるが、ループの素材として外径0.375 mm×内径0.075 mm (または0.05 mm) の PEEK チューブが適している。実際の試料注入体積は溝の体積(約0.05 μL)とループの体積を加えた値となる。一方、後者の場合、注入体積は0.01、0.02または0.05 μL などが選択できる。

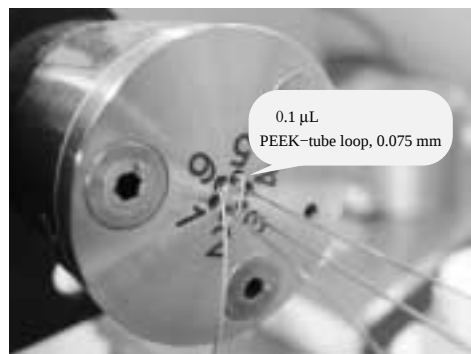


図3 M-435 Micro Injection Valve から調製したインジェクター

4. 分離カラム

分離カラムはフューズドシリカキャピラリーを使用して作製している。フューズドシリカキャピラリーを用いると、他の材質のチューブから作製したカラムより高い性能を達成することができる。図4の場合にはテフロン管を連結管とし、石英ウールをフィルターとして使用している。

ユニオンを使用して分離カラムを調製することで分離カラムの耐圧性を高めることができる。この場合には、フィルターとして1/16"あるいは1/32"のスクリーンが有用である。スクリーンは厚みが小さく（～0.075 mm）、試料成分の拡散が抑えられる。スクリーンのSEM写真を図5に示す。

5. アクセサリー

5.1 各種チューブ

キャピラリー LC でよく利用されるフューズドシリカキャピラリーの外径（約0.36 mm）を鑑み、同程度の内外径を有する PEEK チューブが市販されており、連結などに利用できる。0.015" (0.38 mm) ID×1/16"OD、0.050 mm ID×0.36 mm OD、0.075 mm ID×0.36 mm OD など是有用である。0.015" (0.38 mm) ID×1/16"OD サイズのチューブは、



石英ウール

図4 充填キャピラリーカラム

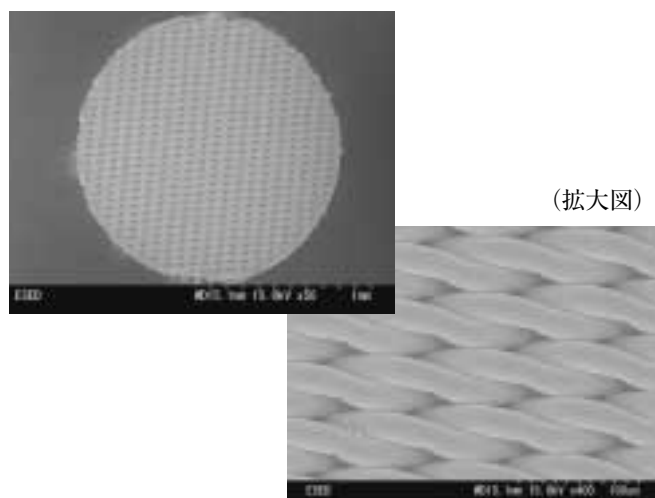


図5 スクリーン（1/16"外径）のSEM写真

PEEK の他に PTFE（テフロン）管や FEP など同等のものが市販されており利用できる。

5.2 ナノ Y コネクター

図6のナノ Y コネクター（NanoTight Y Connector; Upchurch Scientific）はキャピラリー LC においてスプリットやポストカラム反応を行うのに有用である。デッドボリュームは公称17 nl である。



図6 ナノ Y コネクター

5.3 その他の治具

研究室で利用しているその他の治具を紹介する。



図7 背圧用シリンジ

検出器の下流側にガスタイトシリンジを取り付けておくと、フローセルに適当な背圧がかかり、気泡の発生を抑えることができる。さらに、流量のチェックや廃液溜めとしても機能する。



図8 マイクロトーチ

テフロン管を加熱して加工するのに有用である。



図9 孔径調節器

テフロン管に石英ウールを入れる際やテフロン管の内径を少し拡大するのに使用する。