



all about FITTINGS



all about FITTINGS

by John W. Batts, IV

目次

前書き	4
序文	5
概論	6
フィッティングとは？	8
実験装置におけるフィッティングの重要な役割	
フィッティングの機能とは	17
授業では教えてくれないフィッティングの基礎	
どんなフィッティングがあるか	23
使っているフィッティングの簡単な見分け方	
樹脂か金属—どちらを選ぶ？	27
最良のフィッティング選びとは？一緒に考えてみましょう	
HPLCとは何か？	31
これに関して多く語っていますが	
どうやって	40
キャピラリーチューブを使う？アダプタ？など色々	
付録	51
必要かもしれない役に立つ“色々”	

Copyright© 2003 by John W. Batts, IV
All rights reserved.

Reproduction or translation of any of this book without the written permission of the copyright owner is unlawful. Request for permission should be addressed to Upchurch Scientific®, a division of Scivex®, a unit of IDEX®, PO Box 1529, Oak Harbor, WA 98277.

Printed in the United States of America
The following Trademarks and Registered Trademarks are found in this book:
Upchurch Scientific® is a Registered Trademark of Upchurch Scientific, Inc.
Derlin®, Teflon® and Tefzel® are Registered Trademarks of E. I. du Pont de Nemours and Company
PEEK™ polymer is a Trademark of Victrex, plc.
Kel-F® is a Registered Trademark of the 3M Company
NanoPort™ is a Trademark of Upchurch Scientific, Inc.
Halar® is a Registered Trademark of Ausimont USA, Inc.
Radel® is a Registered Trademark of BP Amoco Polymers

前書き

HPLC システムにおいてフィッティングやチューブは重要な要素ですがしばしば軽視されてきました。使用した事がない者が一目見ただけでは、フィッティングの形式やブランドはほとんど違いがないか、同一に見えます。複雑な部品ではありませんが、その用途と使い方をしっかり理解することは HPLC における特定の問題を避けるために不可欠です。

本書の原稿を読み直した時、このようにシンプルで分かりやすい HPLC 用フィッティングの機能や使用法の説明書は見たことがないことに気付きました。本書は、対話形式を取る事で小説のように読めて、しかし技術的な詳しい情報が的確に伝わるように編集されています。アニメキャラクターは読者を概念の核心へ導くのに役立つことでしょう。2-3 時間読むだけで、HPLC 用フィッティングの働きや様々なフィッティングの用途等を十分理解出来るようになるでしょう。

Upchurch Scientific 社は HPLC 用フィッティングの設計に改革をもたらした企業であると同時にフィッティングの主な供給業者の一社ですが、この中の情報は自社の露骨な(もしくは薄っぺらな)宣伝ではなく、むしろ私の書庫で技術関係書籍の一つとして残る真に教育を目的としたものであることを最後に申し上げます。

— John W. Dolan, Ph.D.
 LC トラブルシューティングマネージャー
 LC/GC マガジン

序文

何十年間も科学者たちは実験室で様々な装置を使ってきました。皮肉なことに、殆ど全ての時間と経費がこうした装置とその装置で何をするかを教えるために費やされ、フィッティングを使った適切な接続方法を理解するためにはほとんど何もなされてきませんでした。

Upchurch Scientific 社が過去に提供してきた中で広く読まれている冊子に創始者である Paul Upchurch 著の“HPLC Fittings”があります。この冊子は HPLC 装置や関連付属品とフィッティングの基本的な情報を提供しており、世界中の様々な大学や研究所で科学者に頼りにされてきました。

しかしながら、近年の進歩に伴い、従来の使用目的と新しい傾向の両方に焦点を当てるためこの冊子の再編集が必要になりました。

キャピラリーを使用する装置の使用や LC-MS といった複数の装置を連動させる機会が増えるにつれ、フィッティングについてより詳細で且つ基本的な情報の必要性が非常に高まってきました。

本書の目的は大方の研究で必要とされるフィッティングの正しい使い方や、適切な種類を選定するために欠かせない情報を提供することにあります。

あらゆる実験で必要となるフィッティングを正しく選定する際、この冊子が参考となりお役に立てれば幸いです。

改訂に向けたご提案や、必要なフィッティングを選定する上でご要望がありましたら、気軽にいつでも弊社にご連絡下さい。

Happy Connecting !!

— John W. Batts, IV
 Upchurch Scientific, a division of Scivex, a unit of IDEX

概論

all about FITTINGS へようこそ!!

フィッティングや付属品の基本と分析方法の一つである HPLC の基礎を理解する手助けを目的とした旅の始まりです。

おそらく本書で扱う項目の中にはよくご存知のものがあるでしょう。しかし、フィッティングや付属品について多くの基本的な情報が大学レベルの講義でも取り上げられていないことがしばしばあるため、一般に知られていないことに気がきました。

さらに悪いことに、ほとんどのフィッティングや付属品メーカーは技術用語、数学的寸法、膨大な材料名の列記といった自分達独自の用語を使い、ユーザーがこれを理解することを期待しているのです。

そこでこの本が役に立つのです！！

本書にはフィッティングの呼び方、装置内で使われる個所と使用方法、種類の異なるフィッティングの互換性等フィッティングの基礎的な情報を入れました。特別な専門用語についての様々な意見や LC-MS のような連結クロマトグラフィーシステムで必要となる用法も含めました。

読み進める内に、的確にフィッティングを選択できる自信がつくことでしょう。

アイコン

下記のアイコンはこの冊子の欄外に登場し、特に重要な情報を強調しています。



Key Concept

“Key Concept” (キーコンセプト)
特に注意して頂きたい重要な概念。



This or That

“This or That?” (あれか？これか？)
製品の選択や使用個所を決める際必要かもしれないより詳しい情報。



I've Struck Gold

“I've Struck Gold!” (発見！)
実用的なポイント又は理解するのに役立つ要点。



Pardon Moi

“Pardon Moi?” (ちょっと教えて下さい)
よく聞かれる質問。



Help Me

“Help Me!” (ヘルプ)
説明の補足や理解を助ける情報。



Point of Interest

“Point of Interest” (こんな話を知っていますか？)
言わずにはいられないフィッティングに関する面白い話。

フィッティングとは？



Pardon Moi

決して聞かれることのない質問の中でも上位に来る質問の一つです。実際、意外なことにシステムが故障して初めてどこにフィッティングが使われているか知るので。

いずれにしてもフィッティングとはいったい何なのでしょう？辞書によると

「配管装置で他の部品と結合、調整、適合するための小さな部品」

となっています。

別の言い方をすれば、パイプ(ここではチューブ)の取り付け、適合、調整が必要な箇所全てにフィッティングが使われています。

普通の実験装置にはフランジ付ーフランジレス、金属ー非金属、高圧ー低圧、平底ーコーン底、内蔵ー外付け、レンチ締めー指締め等ありとあらゆるフィッティングが使われています。

HPLC Fittings の中で Paul Upchurch は

クロマトグラフを使用する者は皆 HPLC システムを使うために多くの時間をフィッティングに割いていると認識しています。どんな実践的な HPLC 作業をするにしろ、HPLC システムの配管に精通していなければなりません。

と述べています。

フィッティングの知識がいかに大切かを知るチャンスです。

さあ少し基礎についてお話ししましょう。

ナットとフェルールで構成されているシステムを分析装置業界では一般に“フィッティング”と呼んでいます。

最終的に、システムの中で使うナットとフェルールの選択には以下の様な要素が関わってきます：

- ① 受け側ポートのネジ山
- ② 受け側ポートの形状
- ③ 使用するチューブのサイズとタイプ
- ④ ポートの材質
- ⑤ 予測される圧力

その他

これらの要素を使い、うす暗い「フィッティングの小道」を幾らか明るくできるか見ていきましょう。

あーしまった！！ (AWW, Nuts! - おそらく Nuts とナットをかけているジョーク？)

フィッティングシステムを構成する2つの重要な要素の内1つはナットと呼ばれています。ナットは駆動力を供給し、この力でフェルールが配管部を締め付けます。

通常、ナットはローレット目付き、六角形、四角形といった締め付けに関わるヘッド部の形状とネジ部の種類で分類され、受け側に合ったものを選べるようになっています。今使用している製品を識別し、その他にどのような製品があるかを知るため、一つ一つ詳しく説明しましょう。

ネジ(Threads)

多くのナットは“外ネジ”で、ナットの外側にネジがあります。しかし、ナットの中には“内ネジ”のものがあり、これらは一般に“キャップ型ナット”や“メスナット”と呼ばれています。(P10 図1参照)



Key Concept



Key Concept



This or That



外ネジ付きナット



内ネジ付きナット

図1 - ネジ付きナット

ほとんどのナットが外側にネジがあるので、このナットに話を絞りましょう。

フィッティングのネジの特徴は2つの数字で表されます。はじめの数字はネジの直径を指し、2つ目の数字はネジ山の間隔を指しています。例をあげてみましょう。

低圧送液で最もよく使われるのは 1/4-28 と呼ばれるネジです。ハイフンで区切られている 2 つの数字に注目してみましょう。では上記の説明に沿って、このタイプのネジについて基礎情報を読み取ってきましょう。

最初に来る数字の 1/4 がネジの直径を表すことはもう分かっていますから、最初の糸口は見つかっています。この場合単位はインチなので、つまりネジの直径は 4 分の 1 インチということになります。直径はネジ山の端から端までの寸法です。つまりネジの最大直径です。

ネジを表記するもう 1 つの数字は最初の数字程分かり易くはありません。どんな意味があると思いますか？この数字はネジ山の間隔を指していると言う事を思い出してください。

何か思い当たりましたか？もしフィッティングに 28 個の山があると思ったら、心配する必要はありません。しかし、残念ですが正しい答えではありません。この場合数字が表すのは、1 インチあたりいくつのネジ山があるか、という事です。

なぜ単にそのナット上のネジ山の数ではないのでしょうか？

それは様々な場合に当てはめられる呼び方ではないからです。ナットの長さが変わる度にネジ山の仕様も変えなければいけなくなり、標準化するのがとても難しくなります。しかし、もしネジ山が“1 インチあたりのネジ山数”と言った単位で表されるなら、ナットの長さが 1/2 インチであろうと 5 フィートであろうと、関係なく同じ“呼び名”でよいのです。

他のネジも見てください。10-32 ネジもよく使われます。

10-32 ネジは高圧クロマトグラフィー装置において使われ、ほとんどの場合外径 1/16 インチかそれより細いチューブと一緒に使われています。ではこのネジの呼び方は何を表しているのでしょうか？

もう 1 度言います。はじめの数字がネジの直径を表していることはもう知っていますね。しかし、この場合直径 10 インチのネジと言うわけではありません。

“フィッティングの世界”ではインチネジが直径 1/4 インチ以下になると、ネジ径を表すのにゲージサイズが使われます。よって“10”という表記はゲージサイズ 10 を意味し、これはほぼ 3/16 インチです。

では“32”はどうでしょう？ 1/4-28 の例と同じように、1 インチあたり 32 山あるということです。そして同様に“インチあたりの山数”は様々な場合に当てはめられる呼び方です。

ではネジ山の間隔はどちらのフィッティングが狭いと思いますか？10-32 のほうが 1 インチあたりの山数が多く、つまりネジピッチが細かいと言えます。

思考の糧

ほとんどの高圧を要する用途で 1/4-28 より 10-32 の方が使われているのはなぜでしょう？ネジ山の密度が高く、即ちネジの山数が多いほどポート内で反対方向の圧力に対する抵抗力が高くなり、ナットが抜ける危険性が減るのです。

これで分かりましたね！



Pardon Moi



I've Struck Gold



Help Me

もしかしたらお気づきかもしれませんが“インチネジ”という用語が少し前に出てきましたね。これは他のよく使われる寸法と同様に、メートルネジナットというものがあるからです。実験装置で最も頻繁に使われるメートルネジは M6×1 です。(単に M6 と表記されたものもよく見ると思います。)インチネジフィッティングで学んだ原則をメートルネジフィッティングにも当てはめてみましょう。

まず、始めの数字はナットのネジ径を表しましたね。ここではメートルネジなので、直径 6 ミリメートルと言うことです。(このネジのややこしいところは、6 ミリが 1/4 インチに非常に近く、このタイプのフィッティングと 1/4-28 ネジフィッティングとの区別が非常に難しい点です。)

“1”の部分は隣接するネジ山間の距離を示します。つまりこのネジ山は 1 ミリ間隔という事です。これはインチネジと正反対の計り方です。10-32 や 1/4-28 といったインチネジは 1 インチあたりの山数を数えているのに対し、メートルネジはネジ山一つが何ミリかを測っています。

二つの方式の違いもありますが、非常に多くの点で類似しています。これを学ぶうちにネジの名前を付けた経緯や理由がもっと分かってくることでしょう。

どの位分かったかテストしてみましょう

ネジの名前の意味を学びましたね。これを他のネジに当てはめ、呼び名からネジの種類がわかるか試して下さい。

5/16-24 ネジです。

このネジの直径は？ 1/4 インチの中に山はいくつあるでしょう？

答えはこのページの下にあります。



I've Struck Gold

ヘッド部形状

フィッティングは今まで述べて来たようなネジだけで語れるものではありません。ナットを選択する上で重要なもう一つの要素はヘッド部の形状です。



六角ヘッド



レンチフラットヘッド



ローレット目

図2

多くのナットはレンチを使用しないとしっかりと締められません。ナットには“六角ヘッド”や“レンチフラットヘッド”といった形状があり、径により直線の辺から辺までの長さがわかります。これによりレンチの選択ができます。

しかしこれ以外のナットはレンチ無しで締めることができます。指だけでしっかりと締められます。残念ながら、“六角ヘッド”や“レンチフラットヘッド”形状のナットを指で締めるのは非常に困難です。そのため、指で簡単に締められるようにギザギザ(ローレット)を付け、接触面積を増やし、指との摩擦を大きくすることがよくあります。

その他の要素

ネジサイズやヘッド形状の他にもナットの選定を左右する要素があります。

1 つはナットの全長です。長いナットは角度の付いたポートで隣接するフィッティング間の隙間を増やすには非常に向いています。しかし、長いナットは“スペースが問題になる”ポートでは邪魔になる可能性もある。こうしたポートでは短いナットが合っているかもしれません。

ほとんどのナットにある貫通穴は“スルーホール”と呼ばれ、その径がチューブの外径に相当することが多いため、使用するチューブの径も考慮しなければなりません。従って、フィッティングシステムでナットを選ぶ時は、使用するチューブの外径を調べる必要があります。

もう 1 つの主な要素としてはナットの素材があります。ほとんどのナットがステンレス製だった頃はさほど重要ではありませんでしたが、指で締めることの出来るナットが登場して以来、様々な樹脂がナットに使用されるようになりました。



Key Concept



This or That

Delin®, Teflon®, Tefzel®, ポリプロピレン、PCTFE、PEEK™や PPS などの選択肢があります。そして新たな素材には耐薬品性、ネジの強度、色等の点でそれぞれ利点と欠点があります。付録の樹脂参考表を見たり、フィッティングの納入業者に問い合わせ、最適なフィッティングを選んで下さい。

フェルール

ここまでの“ナットの知識”は全て頭に入りましたね。しかしフィッティングの話はまだ折返し地点だということを忘れないで下さい。

実のところ保持しているのはナットではなく、フェルールです。

標準的な実験室用フィッティングシステムはチューブの外側に外部からの圧縮力もしくはグリップ力がかかります。圧縮するための力を与えているのはナットですが、実際にチューブを圧縮し固定しているのはフェルールです。

フェルールはナットほど複雑ではありませんが、選択の目安となる特徴が幾つかあります。



図3 — 様々なフェルール

どんな形をしているのか？

図3にあるように様々な形や大きさのフェルールがありますが、どれもテーパー状になっています。この先端部でフェルールはチューブを掴むというこの部品としての働きをするのです。

どこで使われるか？

ネジを切ったポートは“高圧”と“低圧”に分けられると述べました。“高い”“低い”の定義は話をしている相手によりしばしば異なりますが、1つの判断材料はフィッティングが差し込まれるポートの形状です。

一般的に低圧向けのポートは平底になっています。言い換えると、ネジを最後まで 締めるとポートの底はチューブの断面と平らに接し、その中央に“スルーホール”がある状態になります。この種のポートに使われるフェルールはテーパーになっている方がポートの底ではなくナット側に向いています。



図4a — 平底ポートとフィッティング

平底の低圧向けポートはフランジ付きチューブに使われてきました。このタイプの接続ではチューブが小さなトランペットのように広がり、チューブ自体がポート内でシールの働きをします。しかし、フランジ付きチューブは耐圧に限界があり、フランジによる接続を維持し続けるのが非常に難しいため、フェルールを別に用意し、簡単に、確実にシールする方法が好まれます。フェルールによりフランジを使わずにチューブをポートに接続できることから、このフェルールはしばしば“フランジレス”と呼ばれます。



Point of Interest



図4b — コーンポートとフィッティング

これに対し高圧ポートは内側のネジが終わる部分から先がテーパーになっており、その先に“チューブポケット”と呼ばれる小さなくぼみがあります。その径は差し込むチューブ径とほぼ同じです。この様なポートではフェルールのテーパーになっている方がナットではなくポート側に向いています。

小さなフェルールの歌

フェルールは圧力が高いとポートを向く。
圧力が低いとナットを向く。



Key Concept



I've Struck Gold

材質

フェルールの特徴で非常に大事なものに材質があります。

フェールの多くは、ステンレス、PEEK、Tefzel (ETFE)、ポリプロピレン、Kel-F® (PCTFE)といった素材で製造されています。PEEK 樹脂(ベージュ色)やステンレスは高圧用途のフェールでよく使われます。ETFE やポリプロピレンなどの軟らかい樹脂は、専用というわけではありませんが、主に低圧用途で使われます。

最後のまとめ

予想していたかもしれませんが、ナットもフェールもフィッティングシステムの重要な要素です。それがこの話のポイントです。この二つの要素はフィッティングシステムを構成し、一対で機能するように設計されているのです。

どんな接続システムであれ、ナット単独ではチューブを保持することは出来ませんし、ナットの原動力なしではフェールはチューブを保持できません。

ナットとフェールは相互に機能して初めて、チューブをその外側から固定し、密閉状態を維持し続けるのです。

次章へ進みましょう



Key Concept

フィッティングの機能とは

ここまでフィッティングの基本に関して時間を割いてきて、いくつか新しい単語を調べてきました。では今度はこれらがどのように機能するのかを見ていきましょう。

ただ手始めに少し基礎的な点を確認しておきましょう。ここから先「フィッティング」について話す時はいつでも、殆どの場合ナットとフェールを組み合わせさせたシステムを指していることとなります。(フィッティングにはナットとフェールが一体となっているものがあることを覚えておいて下さい。)

では、掘り下げていきましょう！

フィッティングの機能を理解するには、フィッティングが何をしなければならないかを知る事が重要です。

フィッティングには主に2つの機能があります。

- ① 流路からの液漏れ(もしくはガス漏れ)を防ぐ。
- ② 対抗圧によりチューブが動かないように保持する。

これらの役割は当たり前のように聞こえるかもしれませんが、インラインの流路を高い圧力を受けながら流れる化学薬品の性質を考えるとフィッティングの仕事が容易でないことに気付かれるかもしれません。

ではどのようにして役割を果たしているのでしょうか？

フィッティングは普通“外部圧迫”と呼ばれる方法で機能します。つまり、チューブを保持する時、フィッティングはチューブの外側の壁を圧迫しています。フィッティングの材質により、スエジという方法による恒久的な圧迫であったり、チューブの壁との摩擦力によりチューブを保持する一時的な圧迫であったりします。



Key Concept



Help Me



ではこの圧迫力はどのようにして発生するのでしょうか？
これは“インターフェアアングル”と呼ばれる概念に関係しています。
少し技術的に話になりますので、掘り下げていきましょう。

既にフェルールの少なくとも片方の端がテーパになっている事が多く、その向きは
フィッティングの耐圧によって決まることを述べました。
受け側のポート内の形状によることは言うまでもありません。
通常フェルールのテーパ部分（もしくはフェール一体型の場合はフィッティング）は
受け側のテーパ部分に向き、2つの角度の付いた面が合致して接続します。

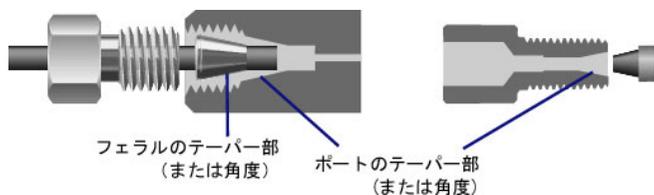


図5 — フェールの向き

では上記の角度をもつ2つの面が結合する時、起こりうる3つの事例を見ていきましょう。

① フェールの角度がポートの角度より大きい場合

この場合フィッティングを締めてもフェールのテーパ部は差込側のテーパ部に
全く接しません。と言うより接触はフェールの側面で部分的に生じ、フェールの
テーパ部でチューブをしっかり圧迫することができません。

② フェールとポートの角度が一致する場合

この事例では角度が一致する為、フェール全体が差し込みポートに
完全にはまり、付属のナットをいくら締めても2つの接合面は単にきつく食い込んで
いくだけです。結果として、チューブには圧迫力がかかりません。

③ フェールの角度がポートの角度より小さい場合

まずフェールの先がポートに接触し、フィッティングを締めるにつれ、
フェールはポートの角度に沿って変形し、チューブを圧迫して行きます。
これを求めているのです。

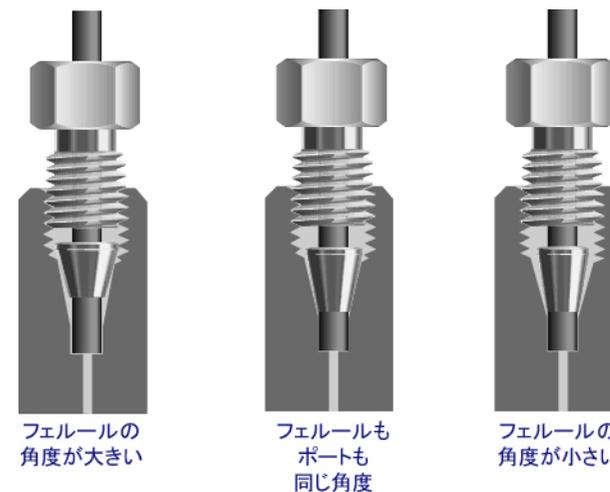


図6 — フェールの角度とポートの角度の関係

チューブの外側だけでなく、フェールの外面とポートのテーパ部も
密着を保たなければなりません。密着度はポートとフェールの両方の表面が
どのような品質かにより変わります。どちらの表面に欠陥があっても漏れるが
生じる危険性があります。

スエジするか否か

スエジの概念は前に簡単に述べました。ではスエジの過程をもう少し詳しく見て行きましょう。
スエジングとは何でしょうか、どのように機能するのでしょうか、なぜ今日いまだに
好まれているのでしょうか。



I've Struck Gold



Point of Interest

まず、要約すると、スエジとはフェルールを恒久的にチューブに取り付けることで、もっぱら圧力が高い用途で使われます。必ずというわけではありませんが、一般的にフィッティングとチューブ双方ともステンレス製です。



Help Me

チューブにフェルールをスエジするには、つなげるチューブにナットを取付けつけます。フェルールはナットのすぐ下に来るようチューブに取付けます。その際、フェルールのテーパ部分がナット側でない方を向いていることを確認して下さい。(フェルールの歌を覚えていますか?)

ナットとフェルールをつけたら、チューブをポートの底に突き当たるまで挿入してください。(この方法はほとんどのポートで使えますが、中にはチューブをしっかり受け止める事が出来ないような形状のポートもあります。この場合、フェルールの先からチューブが出るよう注意して下さい。ただし出すぎないようにして下さい。)

チューブの位置を保ちながら、ナットを指でしっかり締め、その後レンチを使って3/4回転して下さい。一般にこれでスエジが完了し、フェルールはチューブの表面にかしめられます。これらの作業が的確に行われたか確認するためには、緩めてポートから抜き、フェルールが外れてこないか調べてみます。緩い場合は、フィッティングとチューブを再びポートに差し、1/4回転してはフェルールがチューブに固定されたか調べることを繰り返します。

思考の糧

フィッティングのスエジは幾つかの大きな利点をもたらします。1つは永久にチューブに付いている事。これによりスエジをしたフィッティングは高圧に耐える事が出来るのです。その耐圧は、殆どの場合、フィッティングを差し込んだ機器の定格圧力を越える値です。

又、スエジしたフィッティングが永久に付着しているため、フィッティングをチューブといっしょに管理できます。なにかの弾みで抜けると言うことがありません。(これは細かいものを扱う際大変に便利です。)

残念ながら、フィッティングとチューブが恒久的に付着していることは大きな欠点にもなってしまいます。なぜでしょう？ それは一度スエジ加工をしてしまうと、このフィッティングは1つのポートにしか使うことが出来なくなるからです。

フィッティングにスエジ加工をした場合、常にある長さのチューブがフェルールから飛び出しています。この様にしないと、フェルールが噛む場所が無いからです。問題は、メーカーにより、必要な長さが若干異なると言うことです。(図7参照)つまりポートに一度スエジされたら、クロマトグラフで最良な結果を得るには、そのフィッティングはそのポートでしか使えないと言うことです。他のポートに使用しようすると、デッドボリウムが出来たり化学薬品が漏れ出したりします。特に様々なメーカーの装置を使用するときこうしたことが起こります。

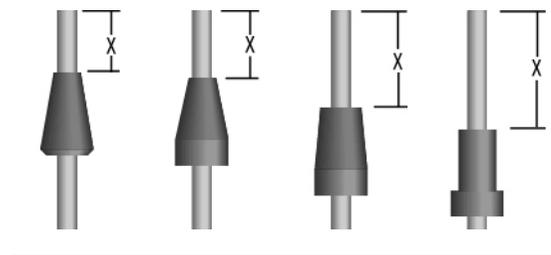


図7 — メーカーごとに異なるX部の寸法

対処法

フィッティングで最も頻繁に起こる問題は化学薬品の漏れです。(例えば様々なブランドのHPLCカラムに切り替える時)漏れが発生したときにはまずフィッティングがしっかり締められているか確認する事が大切です。しかし、漏れを直すにはフェルールの付け直しや交換が必要となる事が多いのです。ところが、スエジ加工されたフィッティングではフェルールがチューブに永久的に付着しており、付け直しや交換ができません。つまり2つのフェルールとナットの付いたチューブごと全部破棄しなければならなくなり、非常に費用がかさみ柔軟性に欠けます。



Pardon Moi



This or That

何か対処法は無いのでしょうか？

指で締めるフィッティングを使う方法があります。この方法だとスエジ加工された金属フィッティングより利点が多く、欠点は非常に少ないのです。

スエジ加工で一番面倒な点は工具が必要だと言うことです。1箇所や2箇所のレンチ締めなら問題ないでしょうが、状況によっては大量に締めたり緩めたりする作業が必要となり、常に工具が必要となると煩わしく時間が係ることとなり、そうした時間は分析に充てた方がいいと思われます。



Point of Interest

フィッティングの耐圧とその耐圧のために必要な締め具合がいつも障害となっていました。金属製フィッティングにはレンチを使う以外の方法がないと思われた頃、フィッティング界の先駆者である Paul Upchurch と Hans Schick は 1982 年～1983 年のほとんどの時間をレンチやスエジ加工を必要としない高耐圧性指締めフィッティングの開発に費やしました。新しいフィッティングは耐久性、耐薬品性のある樹脂製で指だけで締める事が出来ました。

すでに述べた以外にも利点があったため、指締め式フィッティングは実験室に必要不可欠なものとなりました。

- 生物学的耐性** 多くの生物学的サンプルは鉄に相互作用します。鉄はステンレスの主構成成分であり、ほとんどの樹脂には含まれません。
- 汎用性** 多くの方がシステムごとに特定の金属性フィッティングを使い分けるよう強いられてきましたが、多くの場合システム全体でたった一種類の指締め式フィッティングで済むようになりました。
- 互換性** 金属製フィッティングと違いスエジ加工で固定されずチューブに永久密着しないため、指締め式フィッティングは必要に応じて付け直しができます。

どんなフィッティングがあるか

フィッティングの機能が分かると、次に興味を持つのは現在使用しているフィッティングの種類を知り、他の使用できるものと交換できるようになりたい、ということでしょう。

これまでに説明してきたフィッティングの特徴を下記のようにまとめました。これらがフィッティングを判別し選択する際、手助けとなるでしょう。

- ① フィッティングのネジ山
- ② フィッティングの形状(コーン型か平底か)
- ③ 接続するチューブのサイズ
- ④ フィッティングの材質
- ⑤ フィッティングの長さ

ネジのほかの呼称

フィッティングのネジについては、というよりは、フィッティングの呼称が何を表すかについては既に述べています。復習すると、各々の呼称は2つの数字から構成されていて、両方ともネジの何かを示しています。例えば 1/4-28 という呼称で“1/4”は最大直径が 1/4”インチであることを指し、“28”はフィッティングの軸部に1インチ当たりネジ山がいくつあるかを指します。

しかし、自分が使用しているフィッティングの種類をどのように言い表しますか？フィッティングの種類がわからない時、ネジの種類を伝えることは最も有効な方法の一つでしょう。

ネジの種類は普通の定規と目視で判別できます。まず、次ページ図8aのようにフィッティングのネジ部に定規を当てます。この方法では短くともネジの 1/4”以上を測るとよいでしょう。



Pardon Moi

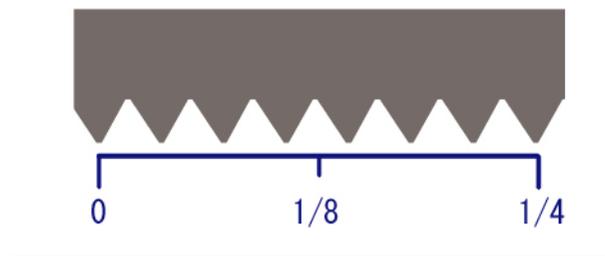


図 8a — ネジ山を数えてください

次にフィッティングの胴の部分に沿って 1/4" の長さまでネジ山を数えます。

注意:最初のネジ山は始点なので山数に含めないで下さい。

もしインチネジを使っていると、定規の 1/4" の目盛りとフィッティングのネジ山が合います。(図 8a の場合 1/4" の長さで山は 7 ヶです。)ここまできたら、あとは単純にこの数を 4 倍にすると 1 インチあたりのネジ山数、つまりスレッドピッチが分かります。(もしメートルネジをお使いならこの方法は使えません。もう少し後に説明します。)

1 インチあたりのネジ山数が分かれば、ネジ部の直径はもっと簡単に分かります。フィッティングのネジ胴部を定規の上に載せ、下図 8b の様にネジ山の端から端までの最大幅を計るだけです。8b の場合は 1/4" です。

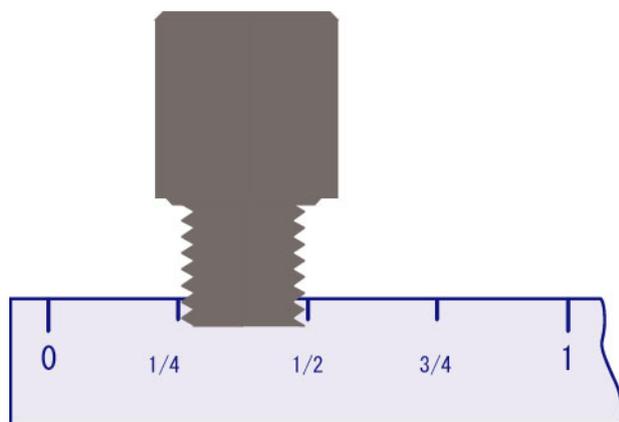


図 8b — ネジ径

クロマトグラフィーで使用されるインチネジの多くは下の表のように、直径とスレッドピッチが一致しています。

1インチあたりのネジ山の数	直径
20	1/2"
24	5/16"
28	1/4"
32	3/16" (ゲージ10)と 9/64" (ゲージ6)

もちろん他のバリエーションもありますが、最初はこの表から始めるのが良いでしょう。

メートルネジのフィッティングでは計り方が若干異なりますが概念は同じです。

クロマトグラフィーやその関連分野に於いて、最もよく使われるメートルネジのフィッティングは "M6" と呼ばれていますが、この呼称は専門的には不完全で、正式には M6 × 1 です。これまでの話を思い出して頂ければ、"M6" なので直径 6 ミリ、"× 1" の部分からネジ山が 1 ミリ間隔ということを表しているとお分かりになることでしょう。1 インチあたりのネジ山数が分かるインチネジとは対照的です。(詳細 P12)



メートルネジのスレッドピッチを計るには、ミリ刻みの定規をネジの胴部を当てます。フィッティング頭部側のネジ山を定規の目盛りに合わせます。他のネジ山が目盛りとどの様な位置関係になっているか見て下さい。最も一般的に使われているメートルネジは定規の目盛りとネジ山が完全に一致します。他のメートルネジフィッティングの場合ネジ山が 1 ミリ幅ではないかもしれませんが、しかし何らかの規則に従っていることでしょう。(例えば M3 × 0.5 ネジの場合 5 ミリの間に 10 個ネジ山があります。)

メートルネジフィッティングの直径を計る方法はインチネジフィッティングの場合と同じです。



簡単に知りたい場合・・・

ネジの計測練習が済みましたので、下の表を使ってもっと簡単にフィッティングのネジ山を判別しても結構です。

この表の使い方は、フィッティングを影の上に置き、一致するものがあるか調べるだけです。影はネジの完全な複写です。この為、ネジを素早く確かめたい時や、自分の計測を確認するのに使えます。



どのネジを使っているか

使っているフィッティングを下の楕に重ねネジの種類を判別してください

U.S 規格ネジ (インチネジ)

6-32



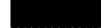
6-40



10-32



1/4-28



5/16-24



1/2-20



メートル(ミリ)ネジ

M6



M8 x 1



図9 — ネジの影

樹脂か金属か—どちらを選ぶ？

フィッティングを使う人がだれでも直面するジレンマに、金属製と樹脂製とどちらのフィッティングを選択すればよいか、というものがあります。この他にも多くの質問を受けます。

- ・ 自分のシステムには既にステンレス製のフィッティングが使用されているのでこれを使い続けなければなりませんよね？
- ・ 使用している化学薬品やサンプルはフィッティングと相互作用しますか？
- ・ 金属製チューブを使用している場合、樹脂製のフェールールやナットは使えませんよね？
- ・ どの種類のフィッティングが必要な圧力に耐える事が出来るでしょうか？

ではごく一般的な疑問や懸念に焦点を当てて行きましょう

本当にフィッティングを交換できるのか？

分析をしている多くの有能な方々は装置に元々付属していたフィッティングと同種のフィッティングを使用しなければならないと思い他の選択肢を考えません。実際、これこそステンレスフィッティングが相変わらず人気がある主な理由なのです。

この罨を避けるにはフィッティングがどんな役割を求められているかを考えることが必要です。耐圧性は高いか低い？どんな化学的環境か？作動温度は？これらの疑問に答えていくと、恐らく樹脂フィッティングが元々のステンレスフィッティングと同じ働きが出来、使い易くコストが低いと言う事に気付くでしょう。

接続するチューブが金属製か半硬性樹脂かに係わらず、樹脂製フィッティングは素晴らしい選択です。皮肉な事に逆は成り立ちません。樹脂製フィッティングが採用されている箇所の多くではステンレスフィッティングが使えません。特に樹脂製フィッティングでチューブを樹脂製ポートにつないでいる用途では使用出来ません。ステンレス製フィッティングを使用するとポートを傷付けることになりかねません。

フィッティングを選定する際、考慮すべきもう一つの要素はどのようにフィッティングを使うか、ということです。チューブとポートを一对一で接続し減次に抜かない予定なら、ステンレス製フィッティングが良い選択といえることが多いでしょう。しかし、頻繁にフィッティングを接続し直したり、チューブを様々な場所に使用する場合、例えば HPLC システムでマルチカラムを使用する場合等は樹脂製フィッティングが最良の選択です。

化学的環境はどうでしょう？

これは非常に大切な質問で、どんなフィッティングを使う場合にも考慮しなければならない事項です。耐性のない化学薬品がフィッティングに付くと、フィッティングの密閉性とネジ山の構造が損なわれてしまいます。

常に化学的環境を考慮してください！！

さらに多くのフィッティングがフェルールとナットの 2 つの部品によって構成されていることから、ナットとフェルール双方の素材の耐薬品性を考慮しなければいけません。例えば指締め式のフィッティングで、PEEK 製のフェルールと Delrin 製ナットを使っている場合、低濃度の trifluoroacetic acid を使用する用途で PEEK 製フェルールは十分に機能しますが、もし溶液がナットと長時間接触した場合（例えばフィッティングが前もって緩められ、化学薬品の溶液がポートのネジ山に触れた場合など）、樹脂は触れた部分から腐食してしまい、フィッティングの機能が損なわれ、結果として液漏れが起こります。

耐薬品性に関する最新の情報を得られる資料は沢山出ています。（耐薬品性情報のまとめがこの冊子 P60 の付録に付いています。）インターネット上でも他の情報が得られます。フィッティングの選択を最終決定する前にこうした資料をぜひ参照されますようお願いいたします。



Point of Interest

どのチューブとどの素材を組み合わせるか

すでに述べたように、樹脂製、金属製問わずほとんど全てのチューブに樹脂製フィッティングが使用出来ます。フィッティングの保持力が予想される圧力より大きい限り、接続に関して何の問題もないでしょう。

逆に金属製フィッティングに樹脂製チューブを繋げるのは非常に危険で不可能です。金属の方が樹脂よりはるかに強度がある為、チューブ壁を非常に強く締め付けて、金属製フィッティングが樹脂製チューブを傷つけたり、使用出来ない程チューブの内径を潰してしまう恐れがあります。

表1 フィッティングの応用

フィッティング	チューブ	ポート	薦められるか？
樹脂	樹脂	樹脂	はい
樹脂	金属	樹脂	はい
樹脂	樹脂	金属	はい
金属	金属	金属	はい
金属	樹脂	金属	いいえ
金属	樹脂	樹脂	いいえ
金属	金属	樹脂	いいえ

どれを選ぶの？

樹脂の上に金属
それは危なすぎる
金属の上に樹脂
それでいい

圧力は？

金属製フィッティングの代わりに樹脂製フィッティングを使用する際係わってくることの1つに圧力との関係があります。実際、金属製フィッティングのほとんどは樹脂製フィッティングよりはるかに高圧に耐えます。しかし、本当に知りたいのは、一体フィッティングはどのくらいの圧力まで耐えなければいけないか、ということでしょう。1平方インチ (psi) あたり 1000 ポンドの圧力しか掛からない時、10,000 psi まで耐えるステンレス製フィッティングと、6,000 psi まで耐える樹脂製フィッティングの選択肢があるなら、両方ともその役割を果たせるので、どちらを選んででもかまいません。

超高圧に係わる用途の場合、大抵の分析者は金属製ナットとフェルールを使用したがるでしょう。しかしもう少し低圧で一般的な高圧がかかる場合は、普通、樹脂製フィッティングも選択肢に入れられるでしょう。必ずメーカーのデータシートを参照し、フィッティングが必要なる圧力に耐えうるか確認してください。

要約

樹脂製フィッティングは様々なそして一般的な配管接続で選択肢となり得ます。理由は：

- ・ 樹脂製フィッティングには様々な種類があります。
- ・ 樹脂製フィッティングは多くの場合優れた耐薬品性があります。
- ・ 樹脂製フィッティングは要求されるほとんどの圧力に耐える事が出来ます。
- ・ 樹脂製フィッティングは殆ど誰でも使えます。
- ・ 樹脂製フィッティングは何度も再利用が可能です。

最終結果

樹脂製フィッティングは、同種のステンレス製や、その他の金属製のものよりはるかに優れています。

HPLC とは何か？

フィッティングの話をするなら、それを使う主要な送液の用途である HPLC の話を少しはするのが適切と思われます。

HPLC とは High Performance Liquid Chromatography の頭文字をあわせて作った単語です。(HPLC では動作圧力が極めて高いことから、多くの人は P=Pressure だと思っ

ていますが、実際には Performance を指します) HPLC は 1960 年代から使われ始めました。この技術により既知或いは未知の成分のサンプルを成分ごとに分離出来るようになり、サンプル中の各成分の分量計測を可能にしました。しかも、この技術は普通破壊を伴わないため、HPLC システムで分析したサンプルを別のテストに続けて使用する事が出来るので実験室では大変役に立つ方法です。

移動相として知られている化学的な流体にサンプルを入れ、サンプルを化学的活性微粒子で固定相として知られている物が詰まったカラムと呼ばれる特別なチューブへ運ぶことで分離が生じます。カラムの中でサンプルは固定相と移動相の双方と相互作用し、成分ごとに化学的分離されます。システム内の他の装置が分離されたサンプルの成分をデータ化し集計します。データはクロマトグラムと呼ばれるグラフの形で印刷されます。

HPCL システムの構成は？

先に進む前に、標準的な HPLC システムの構成について理解する事が重要です。



Point of Interest



Key Concept



This or That

HPLC システムには 7 つの基本的な要素からなり、それぞれきわめて重要な役割があります。

溶媒槽 — 溶媒槽には化学的な溶液が入っていて、これがシステム内を流れます。この溶液は分析系統全般を移動することから、**移動相**と呼ばれます。

ポンプ — ポンプは移動相を溶媒槽からシステムの残りの部分へと送り出します。高圧で安定した流量の送液が可能なることからデュアルピストンポンプが一般的に使用されています。

インジェクションバルブ — インジェクションバルブはサンプルを移動相に注入します。6 ポート、2 ポジションバルブが最も一般的です。(下図 10 参照)
この種類のバルブにより、システムの他の要素に殆ど或いは全く影響することなく、設定した量のサンプルをいつも同じ量だけ移動相の流路に注入出来ます。

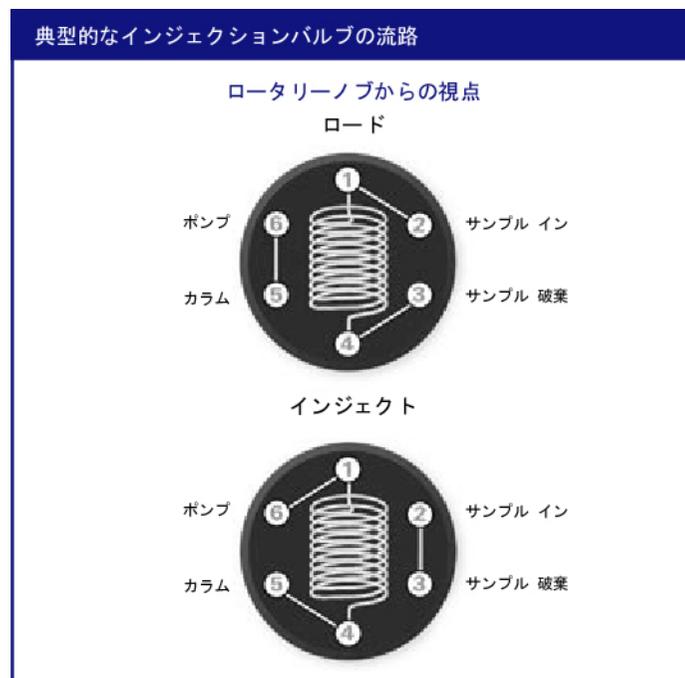


図 10

インジェクションバルブの発明はサンプルの注入と分析を自動化するという点で、クロマトグラフィーにとって正に革命的でした。元々 1 日 20~40 種類のサンプルを処理する能力を持った分析技術として始まりましたが、HPLC システムは適切な装置との組み合わせにより、1 日何百というサンプルを扱え、遺伝子の高速処理、プロテオーム研究ばかりでなく、迅速な創薬開発にもつながりました。

カラム — しばしば HPLC システムの“心臓部”とも呼ばれるもので、一種の化学的“フィルター”と考えてください。既述の通り、カラムは特定の長さで内径を持つチューブで、通常小さなビーズが詰まっています。普通、このビーズはサンプルの成分と相互作用し分離を促進する為の化学物質で被覆されています。システム内で動かないので、**固定相**と呼ばれるビーズは直径が極小さいシリカゲルの粒で octadecylsilane (C18) が表面に化学結合しているものが最もよく見受けられます。シリカの代わりに他の樹脂が使用されたり、他の特殊な充填材が使われる場合もあります。ビーズの表面に結合している C18 の他に、カラム内での分離を更に促進する為に、特殊な分子をベースの素材に結合することも可能です。

検出器 — 検出器はカラムで分離されたサンプルの成分が移動相と共に運ばれて来るのを“見る”働きをします。最も一般的に使用される検出器は紫外線を **フローセル**と呼ばれる特殊な窓に通すものです。サンプルの成分がフローセルを通過すると、フローセルの光透過量が変わります。検出器の電子が、通過した光量の変化を信号に変換します。

費用が下がるにつれ、他の検出器も頻りに使用されるようになりました。質量分析計 (MS) や核磁気共鳴 (NMR) 検出器と言った検出器などが多くの実験室でますます使用されるようになってきています。改良された検出方法をクロマトグラフを使う研究者も使用出来るようになってきた為、既に多くの実験室の支えとなっている HPLC の分析技術としての用途はますます広がってきています。



Point of Interest

記録計 ー記録計は検出器によって生成された信号を変換し、クロマトグラムを描き出します。(下の時間対信号のグラフ参照)

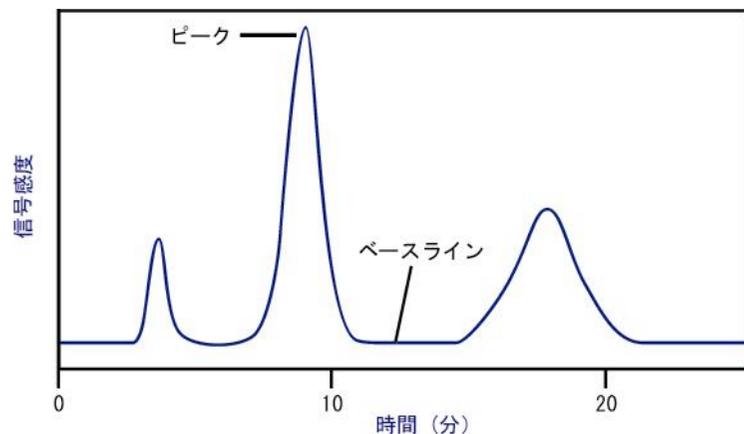


図 11 クロマトグラム(例)

初期の頃、これは検出器の信号に反応して動くペンが付いた単なるチャート記録計にすぎず、制御された一定の速度で送られるグラフ紙上に書き込む装置でした。描かれたピークを丁寧に切り取り紙の重さを秤で測定し、(そうなんです。重さを量っていたのです。)セミ定量データを探っていたのです。今日、記録装置とは普通、検出器からの信号を変換するだけでなく、データをデジタル処理するように組まれたソフトウェアを装備したコンピュータです。これにより情報の再現性は向上し、より微量なサンプルの使用が容易となりました。

廃液槽 ー基本的な HPLC システムの最後の構成装置は廃液槽で、システム内を通過した後の移動相の全てやサンプルの成分を安全に集めます。

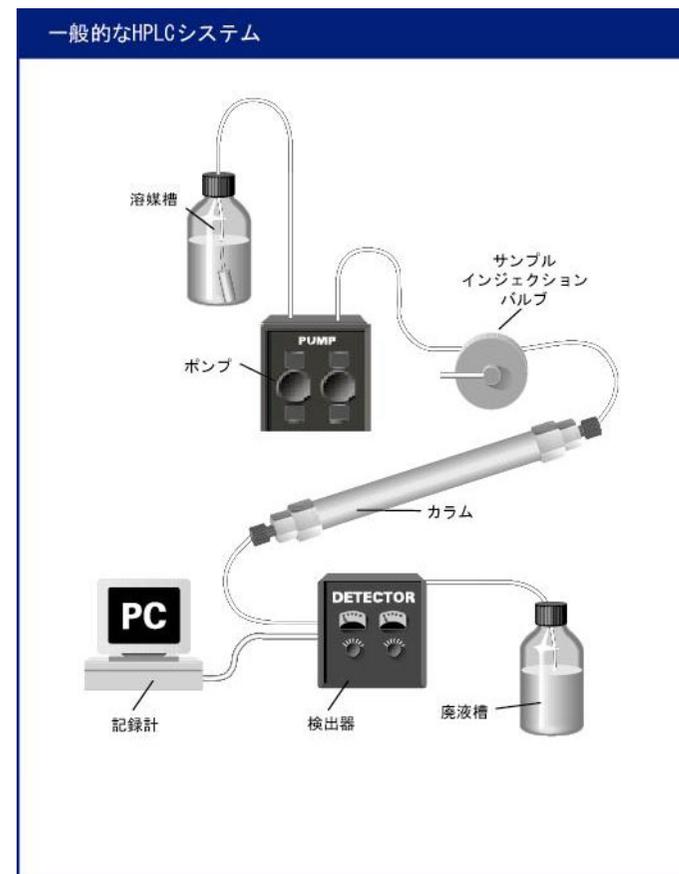


図 12

構成装置をシステムとして見ると

これで HPLC システムの主要な構成装置が基本的に理解できたと思いますので、もう一度全過程を振り返ってみましょう。移動相は準備されるとポンプによりシステム内へ送り出され、サンプルと混じりカラムへと送られます。サンプルの成分はカラム内を移動する内に固定相や移動相と選択的に相互作用し分子のようなグループに分離します。カラムを出ると、サンプルの成分グループは成分を“見る”検出器を通り、検出器は信号を記録装置に送り、ここでデータの収集と処理が行われます。廃棄する液体は廃液槽に集められます。



Point of Interest



Key Concept

他のシステム要素

HPLC システムは 7 つの基礎装置無しでは機能しませんが、これ以外に追加しても機能します。実際、標準的な HPLC システムの性能を向上させる為に使用される付属品が多くあります。

フィルター — 溶媒槽や流路中の多くの場所に使用され、フィルターはシステムの性能を維持するのに不可欠な役目を果たします。フィルターは固形の微粒子がシステム内を通過するのを防ぎます。フィルターを忘れると、装置が損傷し、作動出来ない時間が長くなり、不完全なクロマトグラフが出る恐れがあります。(フィルターに関する詳細は P.51 からの付録を参照)

ガードカラム — ガードカラムは名前の通りの働きをします。つまり、分析の中心となるカラムを守ります。一般的に分析カラムを小型にしたもので、分析カラム内部に不可逆的に結合してしまうサンプル成分を捕獲する為に用います。ガードカラムは保険のような役割を持ち、多額の費用がかかることが多い分析カラムの交換時期を遅らせる助けとなります。

バックプレッシャーレギュレーター(BPR) — BPR は普通検出器と廃液槽の間に設置されます。流路を加圧し、溶液中に溶存している可能性のある気体が溶液から出て移動相流路で気泡となるのを防ぎます。(もし気泡が検出器のフローセルを通過すると、“ノイズ”と呼ばれる現象がクロマトグラムのベースラインに現れ分析の精度を制限してしまいます。)
(BPR に関する詳細は付録 P55～56 参照)

何がどこに？

もちろんフィッティングは、構成装置間の掛け橋としてのチューブで構成装置をつなぐ時使われる標準的な道具です。しかし、フィッティングに関して最もよく聞かれるのが、“自分のシステム内のどこにこれら全てのフィッティングを使うのか？”という疑問です。言い換えると、どうしたらどこに何を使用するか分かるのか？ということです。

一般的には耐圧で分類するという識別方法があり、フィッティングの選択肢を狭める事が出来ます。

普通、フィッティングは“高圧”フィッティングと“低圧”フィッティングに分けられます。同様に“低圧”とは流路の圧力が 1,000 psi(～70 bar)を超えない用途やシステム内の区域を指し、“高圧”の区域では流路は 6,000 psi(～400 bar)を超える耐圧があります。(高圧フィッティングと低圧フィッティングの違いについては本書で既に述べています。)

HPLC システムには一般的に圧力がかかる区域が 3 つあり、それぞれにフィッティングのグループがあります。1 つ目の区域は溶媒槽とポンプの吸入口との間です。ここは典型的な低圧域で、ポンプが移動相を溶媒槽から吸引し普通幾分の負圧が生じます。一般的に低圧、低価格のフィッティングが使用され、多くの場合 1/4-28 平底で外径 1/8”チューブ用です。

2 つ目の区域はポンプの吐出口からインジェクションバルブを通り、HPLC カラムまでの間です。この区域では液流がカラム内の固定相により制限され、フィッティングもポンプ同様高い背圧を受けます。



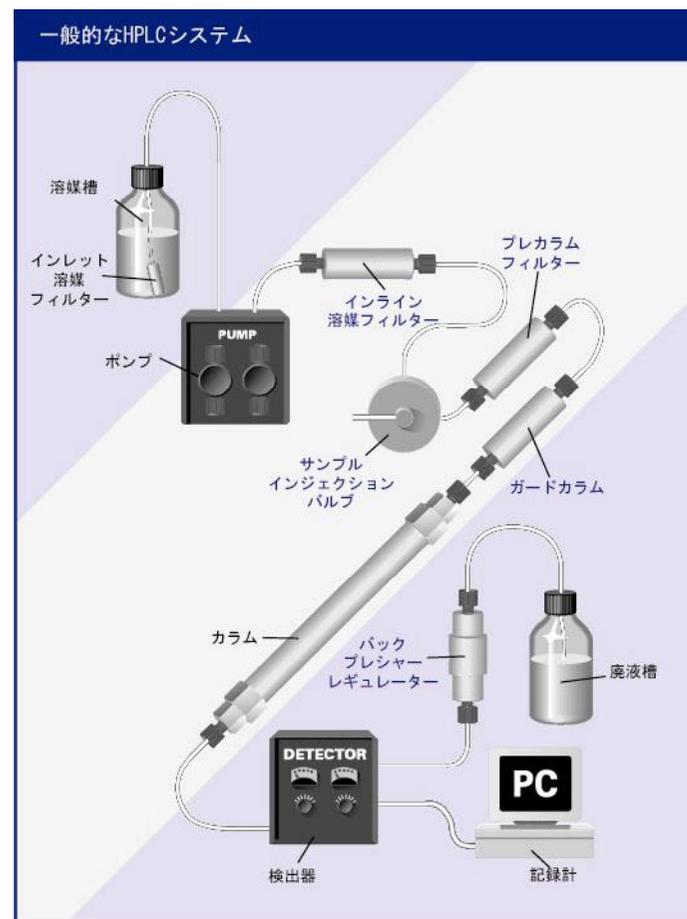
Pardon Moi

この第2区域で一般的に使われるフィッティングは高圧フィッティングで、多くは10-32コーン型の外径1/16"もしくは1/32"のチューブ用です。この区域のフィッティングは高い性能が要求される為、フィッティングの価格は普通高めです。

最後に、3つ目の区域はカラムの出口側のチューブから検出器を通り廃液層までの間を指し、普通常圧付近ですが、例えばバックプレッシャーレギュレーター(BPR)等の装置が追加された場合は若干圧力の上昇が見られます。この第3区域での圧力は一般的に低い為、標準の1/4-28平底で外径1/16"のチューブ用のフィッティングを使うことが想定されています。

低圧区域であるにもかかわらず、大半の研究室では10-32コーン型、外径1/16"チューブ用フィッティングが他の種類のフィッティングより多く用意されている、と考えるOEM(相手先ブランド製造)メーカーを数多く目にします。したがってこの区域の装置で使われる差込ポートは、流路内の圧力が低いにもかかわらず、“高圧”フィッティング向けとなっている場合があります。

次ページの図にはフィッティングの種類とその使用する場所を含め、どのようにシステムが組み立てられているかが理解しやすいように“付属品”が組み込まれたHPLCシステムを載せました。



■ 低圧向けフィッティング

□ 高圧向けフィッティング

図 13

どうやって…

例えば外径 1/16”のチューブと外径 1/8”のチューブを 1 回の接続でつなぎたいとか、どのようしたらキャピラリーチューブと上手に接続出来るかといったような、特定の事例で生じる疑問に答える“実践応用編”が無ければ、完全なフィッティングの説明書とは言えないでしょう。

では適切な接続をしたい時よく聞きたくなることや誤解しがちな重要なポイントを少し見ていきましょう。

どうやって合わせるか？

機器メーカーが列記されたリストと部品や装置の様々なチューブ径やネジポートの形状を前にして、特定の配管をするのにアダプターを探さなければならない事がよくあります。

それとも合わせようとしなくても合うのか？

皮肉なことですが、アダプターを使って接続しようとする時、実はアダプターは必要ではない、という場合がよくあります。この事を良く理解する為にアダプターとユニオンを区別してみましょう。

基本的にアダプターは二つの異なった種類のネジやポートの形状を適合させるのに対しユニオンの両端はネジやポートが同じ形状になっています。

この点を説明するために、図 14 では様々なコネクターがアダプターやユニオンに分別されています。

先に進む前に、重要なポイントとして一つ一般的な経験則を押さえておきましょう。つまり、ユニオンは普通アダプターと同じ性能が有りますがアダプターに比べ安価です。それなら使えるところにはどこにでもユニオンを使った方が賢明ではないでしょうか？

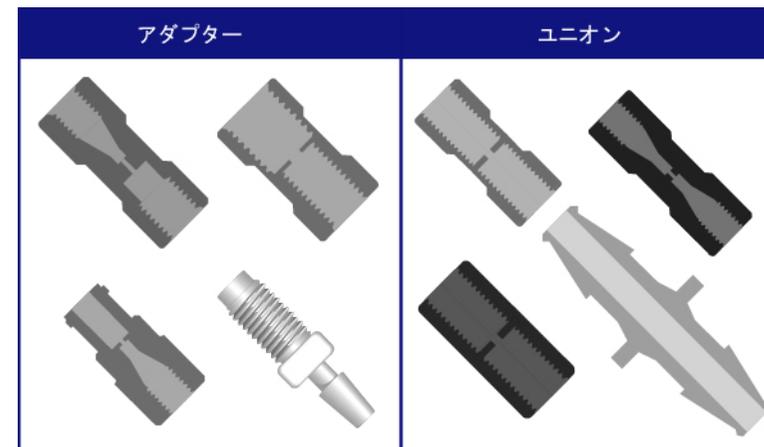


図 14 — アダプター 対 ユニオン

本当に考えなければならない疑問はこれです：

ユニオンを使用出来る場合かどうかどうしたら分かるのか？

まず接続を調べ、低圧になるか高圧になるかを確定します。明確に判別出来ない時がありますが、少なくとも推測は出来るはずですが。

例えば、外径 1/16”の PEEK 製チューブを外径 1/8”テフロンチューブに接続したい時は低圧接続であると言った方が安全でしょう。実際テフロンチューブの耐圧によって接続が制限されるので、PEEK チューブの耐圧がどれ位かは問題ではありません。

接続に必要な圧力の区別が出来たら、フィッティング供給業者から調達可能なものを見つけ出してください。(例えば低圧接続の場合、低圧ユニオンで両端が 1/4-28、平底型の物はたくさんありますし、内ネジが M6 や 5/16-24 の物も見つけられるでしょう。)

これらの情報を使ってすべき事は手元のチューブのサイズに合い、ユニオンの反対側にも適合するフィッティングを見つける事です。もしその様なフィッティングがあれば、チューブ同士の外径が異なってもユニオンを使って接続する事が出来ます。



Key Concept



I've Struck Gold

では前の例を引き続き見ていきましょう。外径 1/16”と外径 1/8”の低圧接続です。

この接続をしなければいけない時、アダプターを探す人が多いでしょう。もちろん、多数の業者がこの目的に使用できるアダプターを製造しています。しかしながら多くのメーカーや供給業者は外径 1/16”と外径 1/8”のチューブ用 1/4-28 平底フィッティングを扱っています。

つまりチューブのサイズが異なっても性能面で妥協することなく、安価なユニオンが使えるのです。

もちろんアダプターしか使用できない事例もまだ多くあります。しかしユニオンが使えるのではないかと入手可能な製品を調べる価値がある場合も多いのです。

キャピラリーチューブの接続

もう一つお話ししておかなければいけない重要な項目として、キャピラリーチューブの接続という最近急激に成長している分野があります。

分析技術と用途の面からより少ない流量が求められるにしたがい、分析方法に適應するため流路に使用するチューブの径も小さくする必要が出てきました。キャピラリーチューブ用のコネクターを選定し使用するには特別な指針が役に立ちます。

まず外径 1/16”以下のチューブをキャピラリーチューブと定義します。(外径 1/16”のチューブは歴史的にほとんどの HPLC システムに使用されている主力のチューブである為です。)

流量が少なくなると、チューブの外径、内径は共に小さくなります。クロマトグラフィーや関連する分野では最近、外径 1/32”や外径 360 マイクロメートル(μm)といったチューブ径のものが使われる事が多くなり、これらのチューブ径を扱うには外径 1/16”のチューブでは必要とされなかった特別な技術が必要となります。外径 1/16”チューブ等の大きめのサイズ用に設計されたポートに細いチューブを使用する際このことが特に明らかになります。

分析をする方はよく既存の機器、例えばポンプ、インジェクションバルブやカラムにさえも、キャピラリーチューブを使用しようとします。しかしながら、ポートの形状に関する問題が多く発生します。

一般的に市場に出回っているほとんどの機器の高圧用ポートは、内部に外径 1/16”チューブを保持する構造を持っています。つまりポート内部のくぼみに外径 1/16”のチューブが入る様になっているのです。直径が同じチューブを使用する限りは接続によってデッドボリュームが生じても最小限に抑える事が出来ます。しかし、ポートを設計する時想定された径より小さい径のチューブを使用すると、接続部にデッドボリュームが生じてしまい、キャピラリーを使う装置では非常に問題となります。(図 15 参照)

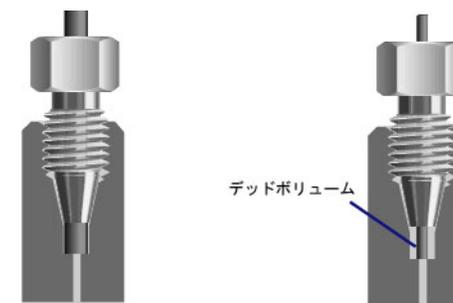


図 15 — キャピラリーを使う装置での潜在的なデッドボリューム

多くのメーカーにより大きな外径のチューブ用ポートに細いキャピラリーチューブを適應させる方法が開発されてきました。利用可能な選択肢の中で、よく使われるものとして目に付く方法が二つあります。

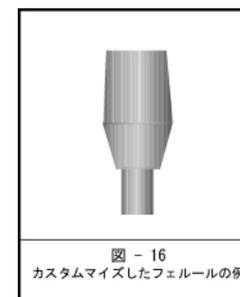


図 - 16
カスタムマイズしたフェルールの例

一つ目の選択肢は大き目のチューブ用フェルールに見た目は似ていますが、キャピラリーチューブに適合しやすいように小さな穴が開いた特注のフェルールです。加えてこの目的に使われるフェルールは接続部のデッドボリュームを減らす為に、長さの一定なノーズと呼ばれる部分がフェルールのテーパ部より先に延びています。この様なフェルール構造は普通チューブをしっかりと固定し、寿命も長いものです。しかし欠点があることを考慮しなければなりません。



I've Struck Gold



Point of Interest

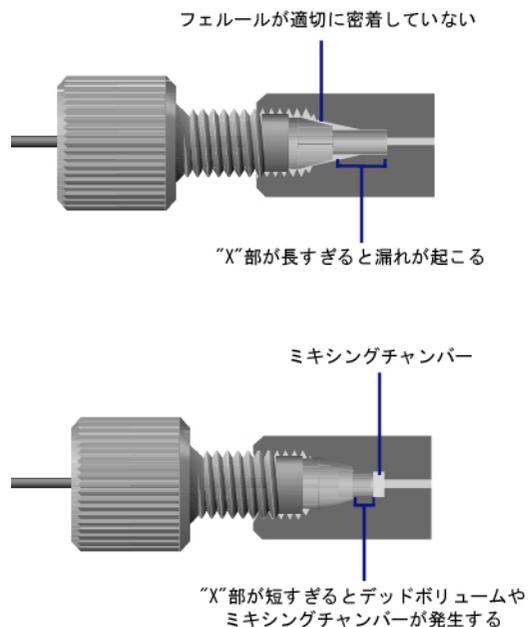


図 17

まず、特注で穴を開けるフェルールは“経済性に逆行しています。”（言い換えると安価ではありません。）一般的に高価な材料を使い、製造方法も射出成型ではなく機械加工によるため、費用を高くしてしまいます。

次に更に重要なのが、形状が決まっているので用途が限られてしまうという点です。ポートの内部形状はそれぞれ異なる為、形状が決まったフェルールを使うと適切な密着を妨げ、ポート内に移動相やサンプルが溜まる空洞を残してしまいます。こうしたデッドボリュームのポケットは、前に使用した液の滞留や、ピーク割れ、ピークゾーンの広がりといった問題をはじめとする形の悪いクロマトグラフを引き起こします。キャピラリーを主に使う装置ではサンプル量や流速が大変に小さいので、デッドボリュームのポケットはデータの質に大きな影響を及ぼします。

二つ目の選択肢はスリーブを使用するというもので、特注フェルールに見られる二つの欠点を解決します。

スリーブは一般に標準的なポートに適合するような外径になっています。（普通 1/16”）スリーブがポートの一番下に届くまでフェルールを通して滑っていくので、フェルールの先にあるチューブの隙間は塞がれ、接続部でデッドボリュームが生じるのを防ぐ助けとなります。

チューブスリーブには本来の役割の他にいくつかの利点があります。一つはスリーブの構造上キャピラリーチューブの外側を保持するため、フィッティングから外す際にチューブが損傷するのを防ぐというものです。又、チューブスリーブは押し出した材料で出来ているので、様々な種類の材料で製造出来ます。更に押し出し加工は精密な穴あけ機械加工に比べ同心で接続でき、配管の貫通穴がより精密につながり、流路内の乱流と混合を減少します。

こうした理由から、今使用しているチューブの寸法に合わせてポートを特別に設計しているのであれば、キャピラリーチューブをポートに接続するためにチューブスリーブを使用するというのは好ましい方法です。

しかし例えばラボ・オン・チップ方式のようにネジ付きポートのスペースが十分ないような事例はどうすればいいのでしょうか？ このような技術を使用している人々の多くは接続にフィッティングを使う代わりに、仕方なく接着剤でチューブを接着しています。この方法は保持力が弱い、分析されるサンプルとチューブを固定している接着剤（多くの場合エポキシ）との相互作用といった数多くの問題を引き起こします。

一つの解決法は、基盤の表面に直接ネジ付きポートを接着することです。この方法で移動相やサンプルから接着剤を隔離すると、エポキシではなく従来のフィッティングを使ってチューブを確実に接続出来ます。専用に開発された製品として弊社の NanoPorts™があります。



Key Concept



I've Struck Gold

フューズドシリカとポリマーキャピラリーチューブの切断

キャピラリーチューブを使用する時、適切なフィッティングを接続する以外に、接続やクロマトグラフィーの為に考慮すべきことがあります。

1つはどれだけ上手にチューブを切断できるかという事です。キャピラリーチューブの種類と使用する切断工具次第で、結果は劇的に変わります。

まずフューズドシリカキャピラリーチューブを例にとってみましょう。最も一般的な切断方法はセラミックカッターを使うものです。この“工具”は鋭い刃の付いたただのセラミック片でフューズドシリカチューブの表面を引いて使います。チューブの表面に切れ目が付き、その切れ目で簡単に折れるようになります。

理論的にはこの方法でまずまずの切断面が得られるはずですが、実際にはそうなりません。チューブの上でセラミックカッターを引いた時、刃の力で樹脂コーティングが細かく裂け、その下にあるフューズドシリカが粉々になってしうことがよくあります。チューブは一見良さそうに見えますが、使用するとコーティングやフューズドシリカチューブが砕けて、大切な内部流路に詰まってしまう可能性があります。先端部が損傷したチューブを通常の圧縮フィッティングで固定しようとする、チューブが完全に粉碎し、液漏れやシステムの部品の詰まり、もしくはその両方が起こる事があります。

もしフューズドシリカチューブをいつも同じようにきれいに切断したいなら、チューブの円周に沿って切れ目を入れるとよいでしょう。このように切断するための工具はかなり高価ですが、その結果(そして毎日の頭痛の種が減ること)を考えるとカッターの値段の比ではではないでしょう。しかもこの工具は非常に扱いやすいのです。

面白い事にチューブの周囲に沿って切断すると言う概念はポリマーキャピラリーチューブにも当てはめられます。但し別の理由からです。ポリマーキャピラリーチューブが使用される時、内径は非常に小さく、0.002”やそれ以下の場合がしばしばあります。内径がここまで小さいと、チューブの穴を詰まらせずにポートの中心と同心に保ち、接続部に過剰な圧力がかからないようすることが極めて重要になってきます。そこで精密な切断方法の出番です。

もしチューブを刃で単に薄く切断しようとする、刃の押す力が樹脂にかかり、内径の中心がずれたり潰れることが頻繁に起こるでしょう。この切断方法はフューズドシリカチューブで起きたように樹脂チューブを傷つけるものではありませんが、内径の変化によってはチューブをほぼ使用不能にしまいます。この危険を避けるためポリマーキャピラリーチューブを切断する場合もチューブの円周に沿って切断する方法が最善となります。

繰り返しますが、この方法で切断するための工具は若干高価です。しかし値段以上の利益があります。

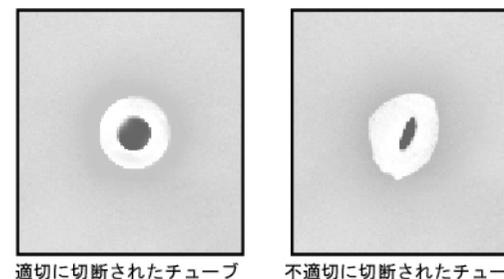


図 18 — ポリマーチューブの切断面

どうして内径は大事なのでしょう？

他に直面する可能性がある主な問題の一つとして用途に合った内径を選ぶということがあります。低流量で非常に微量のサンプルしかない時、出来る限り内径を細くする努力が必要です。流路を非常に細くすれば液体を出来る限り速くA地点からB地点へ送る事が出来ますが、チューブの流路に沿ってかかるバックプレッシャーを忘れがちです。樹脂製フィッティングが使用されている部分で、システムの圧力が高くなりすぎるとフィッティングの摩擦力により保持されていたチューブが抜けて液が漏れ、システムが使えなくなったり、サンプルが失われたりといった望ましくない結果が起こってしまうかもしれません。様々な要因がシステムの圧力を上げる原因となりますが、チューブ内径が一番影響を及ぼします。

流路内で想定されるバックプレッシャーが計算できる便利な公式を P57 の付録“圧力に関して”に載せてありますので参照して下さい。



Key Concept

空き(Void)、デッド(Dead)、スウェプト(Swept)・・・興味深い概念

接続部の“デッドボリューム”量について聞かれることがあります。しかし通常これは質問が間違っています。

デッドボリュームを聞いてくる人の大半が、実は接続部の内部容量を必要としており、内部容量中どれくらい“デッド”(死んでいる)と見なされるかを聞いているのではありません。

ではこれらの用語の意味は？

製品の内部容量を意味する用語が三つあります。

空き容量(Void volume)－これは内部の総容量を単に別の言い方で表しているだけで、接続部内で液体が流れる事の出来る空間と定義されています。

デッドボリューム(Dead volume)－空き容量(Void volume)の一部で流路から外れている部分です。(下図19参照)

スウェプトボリューム(Swept volume)－空き容量(Void volume)の一部で流路に直接接続している部分です。

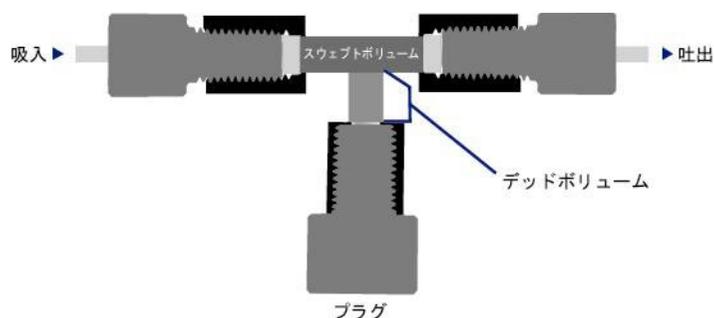


図 19 — 内部容量の定義

数学的に表すと、デッドボリュームとスウェプトボリュームを足すと空き容量となります。

空き容量=デッドボリューム+スウェプトボリューム

しかし、特にキャピラリーが接続される用途では、デッドボリュームは以下のようにクロマトグラフィーに非常に望ましくない影響を引き起こします。

- ① 分析遅延
- ② ピークの広がり
- ③ 分解能の低下
- ④ サンプルの持ち越し
- ⑤ ピークの割れ
- ⑥ ガスの滞留

接続部の内部容量を最少に保つことに加え、可能ならデッドボリュームを全て取り除く必要があります。従ってキャピラリーを接続する際は以下の関係が望ましいこととなります：

空き容量=スウェプトボリューム (出来る限り小さく)

役に立つメモ： 空き容量のほとんどをスウェプトボリュームにする為には、装置内の穴の径とチューブ内径を可能な限り近付けることです。これによりチューブから出た液体が確実に内部流路を流れるようになります。径を一致させれば接続部を通る際に液の流れが乱れる度合いを減らすことも出来ます。

ちょっとしたメモ

接続部のデッドボリュームを可能な限り最少量に保つ方法を話してきましたが、接続部でスウェプトボリュームをどの位まで小さく出来るかは、実際には限界があるという事を覚えておいてください。しばしば機械的な限界により 0.005" (125 μm) 以下の穴を開ける事が出来ない等の理由があるのです。(注意：標準的な接続をつくるには機械加工では限界があるということが、キャピラリーフローに必要な細い通路を形成するための特別な化学的エッチング(腐食法)や工具を使うラボ・オン・チップ技術の使用を広める原動力の一部となっています。)



Key Concept



Point of Interest

最後に

簡単な参考書一つでフィッティングに関して必要な知識を全て得るのは困難ですが、この本が役立つことをお分かり頂け、これからも繰り返し参照されるものであり続けるようにと願っています。

もしご質問や今後の改訂版に向けたご提案がございましたら、気軽に弊社のカスタマーサービススタッフまでご連絡下さい。今回の改訂版も関心をもたれた方々のご提案により多くの改良を加えることが出来ました。

付録

フィッティングではないのですが・・・

本書はフィッティングの全てに関する参考書ですが、フィッティング以外の付属品で多くの用途に使える便利なものがあります。こうした一般的な付属品の中にフィルターとバックプレッシャーレギュレーター(BPR)があります。

フィルター、フィルターどこにでもフィルター

“一体全体なぜフィルターなど必要なのか？”と思うかもしれません。そう思うのはあなただけではありません。自分たちの流路はきれいだと思っても、実際はそうではないことがよくあり、フィルターの使用が非常に重要な場合があります。

様々な粒子が液体の流れの中で浮遊している可能性があります。(見えないからといって、存在しないという訳ではありません。)ごみ、サンプルから発生した固形物、シール材の擦り切れた粒子等のためフィルターが重要となってくるのです。

例えば HPLC システム内でどこにフィルターが必要となるか検証してみましょう

- ① “まず初めに・・・”フィルターを設置するのに最適な場所の一つがシステム全体の一番最初の部分、つまり溶媒槽内の液体吸入チューブ口です。(P31 から始まる HPLC に関する話の初めの方にでてきた基本的な HPLC システム構成を思い出して下さい。)

この場合、粒子を確実に溶媒槽内で捕獲するために大型で細かい穴が沢山あいている多孔質のフィルターが使用されます。

ここで、“しかし HPLC 級の化学薬品を使用しているし、溶媒槽に移す前に真空濾過しているのに、これでは濾過が不十分なのではないか？”と思うかもしれません。過程の最初になぜフィルターが必要なのか実際の例を用いて説明しましょう。



Pardon Moi



Point of Interest

ある研究室の話です。ここでは様々な HPLC の方法を使い、そのどれもが水を必要としています。ビンに入っている HPLC 級の水を使わずに、多段逆浸透ろ過装置で水の処理をして不純物を完全に除去していました。

水は化学の教授に教わったように殺菌し、3 回すぎ洗いをした非常に清浄な容器に入れますが、標準手順で「水は 2 週間しか使う事が出来ず、それ以降は廃棄し交換すること」とあります。

なぜ溶液の寿命が最長 2 週間なのか分かるまでにさほど時間はかかりませんでした。

水が 2 週間以上容器に残ってしまった事がありました。研究室の技術者は容器を空にするのを忘れ帰宅して週末になってしまい、水はそのまま使われませんでした。月曜の朝、その水はもう水と呼べるような物ではありませんでした。数日前まで透明で飲めそうだったものがひどく濁りバクテリアやゴミがいっぱいになっていました。目には見えませんが、この様な変化は日々進行していて、2 週間を過ぎると目に見えるほどになったのです。

しかし幸運な事に、吸入チューブの口に大きなフィルターが付いていた為、「成長し続けるドロドロの汚れ」は高価な HPLC ポンプに全く入りこみませんでした。

ではこの様に重要なフィルターは何と呼ばれているのでしょうか？

これは溶媒槽の中の溶媒吸入チューブに取り付けるので「溶媒フィルター」と呼ばれています。その上溶媒フィルターはチューブを容器から出ないように沈めるのに役立ちます。

溶媒フィルターは普通大きくて多孔性です。流れを阻害することなくバクテリアやゴミ等の固形粒子を流路内に入り込まないようにします。多くのフィルターと同じように消耗品なので定期的に交換しなければなりません。

(注意: 溶媒フィルターを使用するのに適したもう一つの場所はヘリウムスパージング用チューブの末端です。スパージングとは移動相がシステム内に送られる前に移動相から気体を取り除く技術です。この場合フィルターはヘリウムをより効果的に分散させ、気体に起因する粒子を取り除き移動相に入るのを防ぐという二つの役割を果たします。スパージング技術の詳細は Dr. John W. Dolan 著 "Mobile-Phase-Degassing - Why, When, and How" LC-GC 第 17 巻 10 番 1999 年 10 月号を参照して下さい。)

- ② “ライン内に保つ” 次にフィルターが最もよく使われる場所は流路内で“インラインフィルター”と呼ばれます。

インラインフィルターを設置する最初の場所はポンプのすぐ後です。

“今溶媒槽で濾過したばかりなのになぜまた濾過するのか？”と疑問に思うかもしれません。

もう一つフィルターが必要な理由は溶液が濾過された後に入ってくる粒子があるからです。そしてこれがよく起こるのです。

ほとんどの HPLC ポンプは樹脂シールに通したピストンが前後に動きます。シール材は高圧環境に耐えなければならないので、ピストン表面を非常に強く押さえていて、そのためシール材の内壁にかなりの摩擦を生じます。この摩擦によりシール材の内壁から粒子が剥がれ落ちてしまい、この粒子でポンプの後にあるシステムの精密な装置が詰まる可能性があります。

システムが壊れるのを防ぎシステムのダウンタイムを最小限に食い止める為、ポンプの直後にインラインフィルターを設置するのです。

- ③ “いいフィルターはもっと使う価値がある・・・” インジェクションバルブの直後やカラムの前にもインラインフィルターを付けられます。このフィルターはしばしば“プレカラムフィルター”と呼ばれます。

カラム直前で濾過するという事は、サンプルや多くのインジェクションバルブから出る樹脂シールの粒子でカラムが詰まるのを防ぎます。



Point of Interest

(最も一般的に使用されるプレカラムフィルターの孔径は $0.5\mu\text{m}$ で通常分析カラムを保護するのに十分です。)このフィルターが無いとカラムの入口にあるフリットが詰まる恐れがあります。詰まってしまうと内圧が急激に上がり多くの場合カラムの交換が必要となります。カラム入口にあるフリットの交換をしようとする、カラム内の固定相を損ない、しばしば良いクロマトグラムが得られなくなります。それに対しプレカラムフィルターはカラムの固定相に悪影響をあたえずに安全に交換が出来ます。そして交換費用がカラムに比べはるかに安価なので、カラムとシステムを保護するのに付けて損は有りません。

どの位の期間使えるのか？

フィルターを使用する際最も多い質問です。

残念ながらフィルターの標準的な寿命というものはありません。非常にきれいなサンプルと移動相を使い何ヶ月も交換する必要がない場合もありますし、数日しか使用できない場合もあります。全ては溶液がどの位きれいかという点とポンプやインジェクションバルブのシールの状態次第です。

優良研究所業務心得の一つとしていうなら、一般的に半年から1年毎に行うシステムの保守点検手順の一部にフィルターやフリットの交換を組み込むべきです。

フィルターやフリットを決まった時期以外に交換しなければならない時があるでしょう。しかし、どうしたら交換時期が分かるのでしょうか？
以下にちょっと手助けとなるヒントがあります。

- * クロマトグラムのピークが普通より遅れて出てくる場合、ポンプが適量を送液していないかもしれません。もしポンプの各部分が全て正常に動作しており、液漏れが発生していない場合、溶媒フィルターの目詰まりが考えられ、溶媒がポンプに流れるのを妨げているかもしれません。

これを素早く調べるには、溶媒フィルターを吸入チューブから一時的に外し、サンプルをいくつか流してみてください。もしこれでピークが正常な位置に戻ったなら、フィルターのある場所からポンプに十分な液が流れていないと言うことです。フィルターを新しいものに交換し、分析を再開してください。システムが壊れる危険があるので、長時間インレットフィルター無しで稼働させないで下さい。(この格言を忘れないで下さい: “疑わしき物は捨てる。” 溶媒フィルターは普通高価ではないので、後悔するより安全を気楽に選べるでしょう。)

- * システムの圧力が高くなってきた、というのは、インラインフィルターかプレカラムフィルターの交換を必要としている証拠です。

インラインフィルターとプレカラムフィルターが正常に機能している場合、中のフリットが流路から粒子を集めています。粒子が集ってくると、溶液の通る空間が少なくなります。その結果、同じ量の溶液を送る為にポンプが“力む”こととなり、システムの圧力が上がります。

インラインフィルターの交換が必要かどうか決める最良の方法は、システムの最後の方からポンプに向かって流路内のフィッティングを1つずつ外してシステムの圧力をチェックして行く方法です。急に圧力が下がる場所を探してください。もしそのような場所が見つかったら、流路から最後に外した部品の中にある液の流れを妨げるものを捜して下さい。もしこの現象がフィルターの直前で起こったなら、フィルターハウジングのフリットを交換してください。(このテストを行う際、化学薬品の流出が起こらない様注意して下さい。)

制御してください！

システムの圧力について言えば、インラインでの圧力制御を必要とすることがよくあります。ここでバックプレッシャーレギュレーター(BPR)の出番です。

BPRは流量や粘性に余り影響されることなく静的インライン圧力を作り出す装置です。



Point of Interest



I've Struck Gold

しかし BPR は何に使用するのか？

HPLC システム内で BPR を必要とする主な用途が二つあります。

一つ目はクロマトグラムのベースラインにノイズが出ないように予防するのに役立ちます。(ノイズとはベースライン上の突発的な変動をさします。)流体がシステム内を流れる時、非常に大きな圧力変動を短時間受けることがあります。もし気体が溶液に溶けていると、移動相が減圧した時、気泡が管路内に発生します。気泡が検出器のフローセルの中に入ると検出器の信号が跳ね上がります。

この“ノイズ”があると、クロマトグラム上の小さなピークを分析するのは非常に困難になります。

もしフローセル内の気泡によるノイズがあるなら、解決法が二つあります。移動相から気体を除去するか、気泡が発生するのを防ぐことです。BPR を使用しても気体は除去できませんが、気泡が出来るのを防ぐ手助けとなります。

この目的で使用する場合、フローセルと排液槽の間に BPR を設置するだけです。流体がカラムを通り過ぎた後、BPR は移動相の圧力を検出器を通る時と同じ圧力に保ち気泡の発生を防ぎます。検出器のフローセルの耐圧に注意して用途に合った BPR を選択して下さい。

BPR はポンプのチェックバルブをより効率よく機能させる働きもあります。多くの標準的なチェックバルブは重力を利用し、システムの背圧で適切に動作します。もしシステムからの背圧が不十分なら、ポンプのチェックバルブは正常に機能しないかもしれません。しかし BPR をインジェクションバルブの前でポンプの直後に付けると、ポンプのチェックバルブは速く動くようになり、動作効率が上がります。(注意: 大半の HPLC ではこの場所に BPR が必要な事はほとんどありません。ほとんどの HPLC システムで使用されているカラムでチェックバルブが作動するのに十分な背圧を生む事が出来るからです。)



Key Concept



I've Struck Gold

圧力の話

使用するチューブによりライン内にどの位の圧力が発生するか推測しなければならぬ時があります。下記はかなり正確な答えが出ると思われる公式です。(単位: psi)

$$\Delta P = ((F \times 8 \times L \times V) / (\pi \times r^4)) \times 2.42 \times 10^{-9}$$

F: 流量 (ml/min)

L: チューブ長さ (cm)

V: 粘度 (centipoise)

r: チューブ内半径 (cm)

単位換算

インチ → ミリメートル

インチ → センチメートル

インチ → マイクロセンチ

インチ × 25.4 mm/inch

インチ × 2.54 cm/inch

インチ × 25.4 mm/inch × 1000 μm/mm

直径(インチ) → 線容量(μl/inch)

$((\text{inches}/2) \times 2.54 \text{ cm/inch})^2 \times \pi \times 2.54 \text{ cm/inch} \times 1000 \mu\text{l}/\text{cm}^3$

直径(インチ) → 線容量(μl/cm)

$((\text{inches}/2) \times 2.54 \text{ cm/inch})^2 \times \pi \times 1 \text{ cm/cm} \times 1000 \mu\text{l}/\text{cm}^3$

摂氏 → 華氏

華氏 → 摂氏

psi → bar

psi → 気圧

psi → Mpa

psi → torr

(摂氏 × 9/5) + 32

(華氏 - 32) × 5/9

psi × 0.06894757

psi × 0.06804596

psi × 0.00689476

psi × 51.7150733

樹脂情報

多くの分析分野で樹脂製のフィッティング、チューブ、付属品はステンレス製のものに比べ優れた特性を示しています。分析で広く使用される多数の樹脂の性質を以下にまとめてみました。

Delrin® アセタル樹脂。ほとんどの有機溶媒や pH が中性の水系溶媒に高耐薬品性有り。酸、塩基、酸化剤は不適。高引張強さの為ネジとして耐摩耗性に優れる。一般にネジが付いた製品に使用が限定され、チューブやフェルールに使われることは普通ない。

Halar® ECTFE (ethylene-chlorotrifluoroethylene)。フルオロポリマーファミリー。高耐薬品性と Teflon に比べ優れた機械的強度有り。Teflon より放射線耐性も優れ、医療向けに有望。表面が非常に滑らかで、光学的透明性が有り、且つ微粒子が剥がれて流路に入り込むのを防止するのを助ける。

Kel-F® PCTFE (Polychloro-trifluoroethylene)。優れた耐薬品性。一般的に THF と 2,3 種類のハロゲン化溶媒にのみ反応。弾力性がありフィッティングやシールの表面に最適。

PEEK™ Polyetheretherketone。実際使われるほとんどの溶媒に高耐薬品性有り。通常使用が勧められない薬品は硝酸、硫酸、ハロゲン化酸、フッ化水素酸、臭化水素酸、イオン水素酸(塩化水素酸はほとんどの用途で使用可)、純粋ハロゲンガス。膨張作用のため、チューブでの使用に必要な溶媒は塩化メチレン、THF、DMSO。チューブ、フィッティング、フィルター、その他の付属品に幅広く使用。

PP Polypropylene。比較的軟らかい高分子で、もっぱら低圧向けに使用。水系溶液に最適。塩素系、芳香系、一部の有機溶媒には使用不可。主にアダプター、低圧用フィッティング、付属品に使用。

PPS Polyphenylene Sulfide。弾力性のある高分子で、高引張強さと高耐薬品性で知られる。室温ならほとんどの有機溶媒、中性から高 pH 水系溶媒で安全に使用可。塩素系溶媒、無機酸、およびいかなる溶媒でも高温での使用は勧めない。フィッティングに若干使用される。チューブやフェルールへの使用はまれ。

Radel®R Polyphenylsulphone。非結晶サーモポリマーで、機械的強度があり耐薬品性も良好。繰り返しオートクレーブしても熱分解せず。光学的透明さも加わり医療や目視モニタリングが重視される用途に最適。濡れ易くチューブの内壁に気泡が蓄積するのを最小限に抑えられる。

Teflon® FEP (fluorinated ethylene-propylene) と PFA (perfluoroalkoxy alkane) HPLC で使用される薬品ほぼ全てに不活性。比較的軟らかく耐久性が低いことから、普通低圧用途向け。最も良く使用されるのは低圧向けフィッティング、チューブ、付属品。PFA は高純度向け。FEP は一般低圧向け。

Tefzel® ETFE (ethylene-tetrafluoroethylene) フルオロポリマーファミリー。耐溶媒性に優れ、引張り強さが比較的高く、様々な要素を求められるシールに理想的。一般的に使われている溶媒に耐性があるが、塩素系薬品には注意が必要。低圧向けフィッティング、チューブ、付属品に幅広く使用。

UHMWPE Ultra-high molecular weight polyethylene (超高分子量ポリエチレン) 幅広く知られている高耐久性のある産業用高分子。物理的特性により一般の水系関連環境での利用に理想的。有機性が強い用途では注意が必要。

樹脂に関する詳細は次項の表「耐薬品性チャート」を参照。

耐薬品性チャート

薬品ファミリー	DERLIN®	HALAR®	KEL-F®	PEEK™	PP	PPS ¹	RADEL®R	TEFLON®*	TEFZEL®	UHMWPE
Aromatics	R	R ¹	R	R	NR	R	M	R	R	NR
Chlorinated	M	R	M	M	NR	M	M	R	R	M
Ketones	R	R ¹	R	R	M	R	M	R	R	M
Aldehydes	R	R ¹	R	R	R	R	M	R	R	R
Ethers	R	M	M	M	NR	R	M	R	R	M
Amines	M	M	R	R	R	R	M	R	M	M
Aliphatic Solution	R	R	R	R	M	R	R	R	R	M
Organic Acids	NR	R	R	M	M	R	R	R	R	M
Inorganic Acids	NR	R	R	M	M	M	M	R	M	M
Bases	NR	R	R	R	R	R	R	R	R	R
Sulfonated Compound	R	R	R	M	M	R	M	R	R	M
ネジ強度*	優良	不適	良	優良	可	優良	不適	良	良	良
推奨稼働温度 (°C)										
フィッティング	60	N/A	80	125**	40	50	N/A	N/A	80	50
チューブ	N/A	50	N/A	100	N/A	N/A	100#	50	80	N/A

1 室温での使用と仮定。高温で使用すると耐薬品性が著しく落ちる可能性有り。
 2 FEPとPFAの耐薬品性は実質的に同等だが、限界温度の違いに注意。

R 推奨

M 同じファミリーでも溶媒により十分適合するものと不適合なもの有り。

NR 使用を勧す。

* せん断強さ

** フィッティングは150 °Cまで使用可の場合有り。納入業者に問合せ必要。

非結晶高分子につき、限界温度は装置と薬品により異なる。100 °Cを超える場合も有る。

フィッティングから漏れたら

1. チューブが適切に付いているか確認して下さい。指締め用のフィッティングを使用している場合、チューブがポートの底に完全に着いてから、ナットとフェルールを締めて下さい。もしフィッティングを締め付けてから、軽く引いてチューブが外れるなら、フィッティングを緩めチューブをポートの底まで差込み、フィッティングを締め直して下さい。
 (注意: ポンプ稼働中にチューブの差し込み直しを行わないで下さい。チューブの外れ、デッドボリュームの発生、薬品漏れを生じる恐れがあります。)
2. フィッティングが十分に締められていない可能性があります。ステンレス製ナットやフェルールは繰り返し使用する場合でも、レンチで締めなければなりません。指締め用のフィッティングでもしっかり締めて下さい。但し、指示がない限りレンチを使用しないで下さい。フィッティングを破損する場合があります。
3. 不適切なフィッティングを使用している可能性があります。ナットとフェルールが互いに合っており、システムの一部に対しても適切であるか確認して下さい。不適切なものを使用する危険性を避ける為、指締め用のフィッティングを使用して下さい。フェルールがチューブに永久的にスエジされていないので、大半のシステムで繰り返し使用出来ます。
4. ナットとフェルールの状態を調べて下さい。繰り返し使用するとナット(特にフェルール)は次第に変形して密着すべき箇所できちんと密着出来なくなります。無駄な稼働休止時間を減らし、素早く交換できるように使用しているナットとフェルール全種類の在庫を常に確保しておいてください。
5. ポートが破損していないか調べて下さい。接続部の液漏れはナットやフェルールではなく、ポートに関係している場合があります。ステンレス製フィッティングがスエジされたポートは特に破損しやすいのです。目に見えるバリや擦り傷がないか確認し、必要であれば交換して下さい。
6. 耐薬品性を調べて下さい。移動相と適合性のない材質のフィッティングを使用すると確実に液漏れを引き起こします。一般的な目安として P60 の耐薬品性チャートを参照して下さい。

システムの液漏れを示す隠し切れない兆候

移動相の最初の一滴が発見される前でも、問題があるとシステムから警告が出ている時があります。以下は典型的な兆候です。

1. 液が流れない、もしくは圧がかからない。
2. ポンプの圧が上昇しても、流量が少ないか全く無い。
3. ベースラインにノイズが多い。
4. ベースラインがドリフトする。

フィッティングからの液漏れと関係ない問題を示す時もありますが、ここを出発点にするとうる簡単です。フィッティングからの液漏れは通常修理が簡単であるだけでなく、システムの中で最も費用のかからない部分なのです。

用語解説

アダプター (Adapter)

ユニオンで両端のネジもしくは形状が異なるもの。普通二つの異なった種類のチューブを接続する際に使用。

移動相 (Mobile Phase)

サンプルの分析の為に分析システム全体に流す化学溶液。

インジェクションバルブ (Injection Valve)

システムにほとんど或いは全く影響を与えずに、分析のため移動相に一定量のサンプル導入する目的のため特化したバルブ。

HPLC (高速液体クロマトグラフィー)

世界中の実験室で使用されている分析技術として有名な High Performance Liquid Chromatography の頭文字。

液槽・溶媒槽 (Reservoir or Solvent Reservoir)

通常ガラスか樹脂のびん。移動相を入れる。

エンドフィッティング (End Fitting)

今日市場に出回っているほとんどのカラムに使用されているカラムの端のフィッティング。一般に使われているチューブとカラムチューブを接続する。更にカラムチューブの両端でフリットを固定し、充填材をカラムチューブ内に保持する。

OEM (相手先ブランド製造メーカー)

Original Equipment Manufacturer の頭文字。

ガードカラム (Guard Column)

システムの付属品。カラム内の固定相と不可逆的に結合するサンプル成分によりメインの分析カラムが破損しないよう保護する。

カラム (Column)

特殊なチューブで、固定相と呼ばれる化学的に活性の有る微粒子が充填されている。サンプルの分離が起こる場所。

逆止弁 (Check Valve)

液体の流れを一方のみにする装置で流路内に設置される。HPLC ポンプに組み込まれていることが多い。

キャピラリーチューブ (Capillary Tubing)

しばしば外径 1/16" 以下のチューブを指す。LC-MS といった運動型分析装置に使用される事が多い。

記録計 (Recorder)

分析システムの主な装置の 1 つで、検出器の信号を時間対信号のグラフに変換する装置。多くの場合コンピューターがこの役割を果たす。

クロス (Cross)

チューブを 4 本繋ぐ X 字型のユニオン

クロマトグラム (Chromatogram)

検出器から送られた信号の強度が変化するのを表す図で、サンプル成分の数値的分析に使われる。

検出器 (Detector)

分析システムの主要な構成部。カラムから移動相によって運ばれるサンプルの成分を“見る”。

固定相 (Stationary Phase)

化学的活性の有る微粒子。カラムと呼ばれる特殊なチューブに高密度で充填される。移動相とは反対の化学的環境を作る場合が多い。

スウェプトボリューム (Swept Volume)

接続部の流路内の容量。デッドボリュームの対義語。

スエジング (Swaging)

主にステンレス製フェルールをチューブに一对一で永久装着する方法。

ステンレス (Stainless Steel)

耐腐食性の鋼鉄合金の総称。グレード 316 を始めとし様々な種類が HPLC の耐高圧・耐薬品性フィッティングやチューブに使用されている。

生体適合性 (Biocompatible)

物質の生物活性を変える事無く、生物学的物質と接触可能な材料の特性。

ティー(Tee)

T 字型のユニオン。チューブを 3 本接続する。

チューブスリーブ (Tubing Sleeve)

短いチューブ。キャピラリーチューブに被せたいチューブ用のポートにキャピラリーチューブをしっかり接続する。

デッドボリューム (Dead Volume)

接続部内の一部で流路以外の容積。スウェプトボリュームの対義語。

ナット (Nut)

フィッティングシステムにおけるネジ部分を指す単語。

ネジピッチ (Thread Pitch)

数値基準。フィッティング上のネジ山の間隔を表す。インチネジの場合は 1 インチあたりのネジ山の数、メートルネジの場合はネジ間隔の距離をミリメートルで表す。

廃液槽 (Waste Reservoir)

標準的な分析システムにおける最後の構成装置。分析が終わった移動相とサンプル成分を安全に集める。

バックプレッシャーレギュレーター (BPR)

検出器の後ろに設置され、フローセルの陽圧を維持し、検出器内で液体から気体が発生するのを防ぐ。

フィッティング (Fittings)

チューブ、カラム、様々な LC モジュールを接続するコネクタ。

フィルター (Filter)

システム付属品の一つ。流路内に固体粒子が流れ精密な構成機器が損傷する危険を防ぎ、システム全体の性能を維持する。

フェルール (Ferrule)

先がテーパの円錐形のリング。ポートとチューブを密着させる。ほぼ例外なくナットと共に使用される。

フランジフィッティング (Flange Fitting)

低圧から中圧の用途向けフィッティング。使用前にフランジ加工や、チューブ先端を広げる必要あり。1/4-28 や M6 平底フィッティングと共によく使用される。

フランジレスフィッティング (Flangeless Fitting)

特殊なフィッティング。フランジフィッティングの置き換えとして考案され、フランジフィッティングが必要であった部分でナットと独特なフェルールによりチューブに密着する。

ボイドボリューム・インターナルボリューム (Void Volume・Internal Volume)

接続部のスウェプトボリュームとデッドボリュームの合計。

ポート・受け入れポート (Port or Receiving Port)

ネジ山付き穴又は柱。フィッティングシステムがチューブを差し込む又は取り付ける箇所。低圧ポートは主に平底型。高圧ポートはコーン型の事が多い。

ポンプ (Pump)

分析システムの主要要素の 1 つで、移動相を溶媒槽から吸い込みシステムの残りの部分に送り込む。

指締め - フィンガータイト (Fingertight)

Upchurch Scientific 社が開発した特殊なフィッティング。レンチ無しで締め付けて HPLC の通常稼働圧で使用可能。

