

## GC-2010の定線速度モードを用いた分離の向上

## Improvement of Separation by Constant Velocity Mode with GC-2010

多成分分離を目的としたキャピラリー分析では、カラムの能力を最大限に引き出し、より分離の良い分析条件が求められます。このとき重要なパラメータとしてカラムオープン温度とキャリアガス条件（カラム入口圧 or カラム流量 or 平均線速度）が挙げられます。キャリアガス条件と分離については、「理論段高さ（Height Equivalent to a Theoretical Plate, HETP）」と「平均線速度」の関係を示すグラフ（Fig.1）がよく用いられ説明されています。（HETPは、カラム長さを理論段数で除したものです。カラム長さに依存しないパラメータで値が小さい程カラムの分離効率が良いことを表します。）

カラムの能力を最大限に引き出すには、HETPが最も小さくなる $N_2$ が最適のように思われますが、実際にはキャピラリー分析時のキャリアガスとしてはHeが推奨され、多用されています。

ほとんどの場合キャリアガスの制御方式は定圧制御であるため、昇温分析を多用するキャピラリー分析では、カラム温度上昇に伴いガスの粘性が増し、カラム流量や平均線速度は減少することが最大の理由です。定圧制御方式でガス制御を行い昇温分析する場合、キャリアガスとして重要な特性は、ある温度の時にHETPの値が最も小さいことよりも、昇温分析時に平均線速度が変化してもHETP値の変動がなるべく小さく、高い分離効率が維持されることです。

ガスクロマトグラフGC-2010に搭載されている第3世代のアドバンスフローコントローラー（AFC）には、一般的な定圧モードや全量注入法等で使用される定流量モードに加えて、昇温時に線速度を一定に維持する定線速度モードが標準機能として採用されています。従来のAFCやAPC（アドバンスプレッシャーコントローラー）を搭載しているガスクロマトグラフ（GC-17A,1700,18A）でも、圧力プログラムを利用すれば定線速度での分析は行えますが、GC-2010では定圧制御から定線速度制御への変更は、

キー操作ひとつで簡単に行えます。この機能を使用すれば、様々なカラムオープン温度条件下で常に最適な平均線速度（キャリアガスHeの場合、約20～25cm/sec）で分析を行うことが可能です。

ガス制御方式の違いによるカラム温度と平均線速度の関係をFig.2に、ガス制御方式の違いによるカラム温度とカラム流量の関係をFig.3に示しました。定線速度モードで線速度が変化しないのは当然ですが、定圧モードではカラム温度の上昇と共に線速度とカラム流量は減少します。また定流量モードでは、カラム流量は一定ですがカラム温度の上昇と共に線速度は増加してしまいます。常に最適のカラム効率で分析を行う定線速度モードでは、カラム温度の上昇と共にカラム流量は若干減少しています。Fig.1で示されているように、カラム効率が最も良い一定線速度で分析を行うためには、定線速度モードが非常に有効です。

分離向上の一例として、Fig.4に定圧モードで分析を行ったクロマトグラム、Fig.5に定線速度モード（20cm/sec）で分析を行ったクロマトグラムを示します。従来の定圧モードで重なっていたピークが、定線速度モードでほぼ完全に分離できていることがわかります。

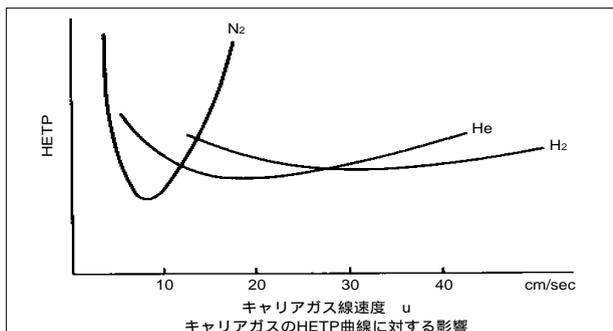


Fig.1 HETPと平均線速度の関係  
HETP- $\bar{u}$

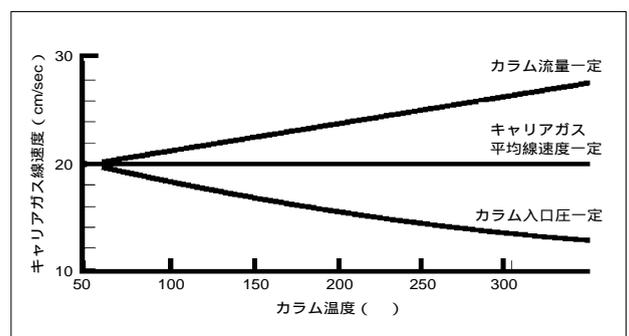


Fig.2 カラム温度と平均線速度の関係  
Column Temp.- $\bar{u}$

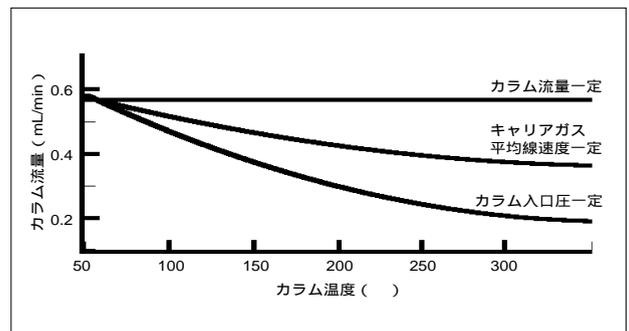


Fig.3 カラム温度とカラム流量の関係  
Column Temp.-Column Flow

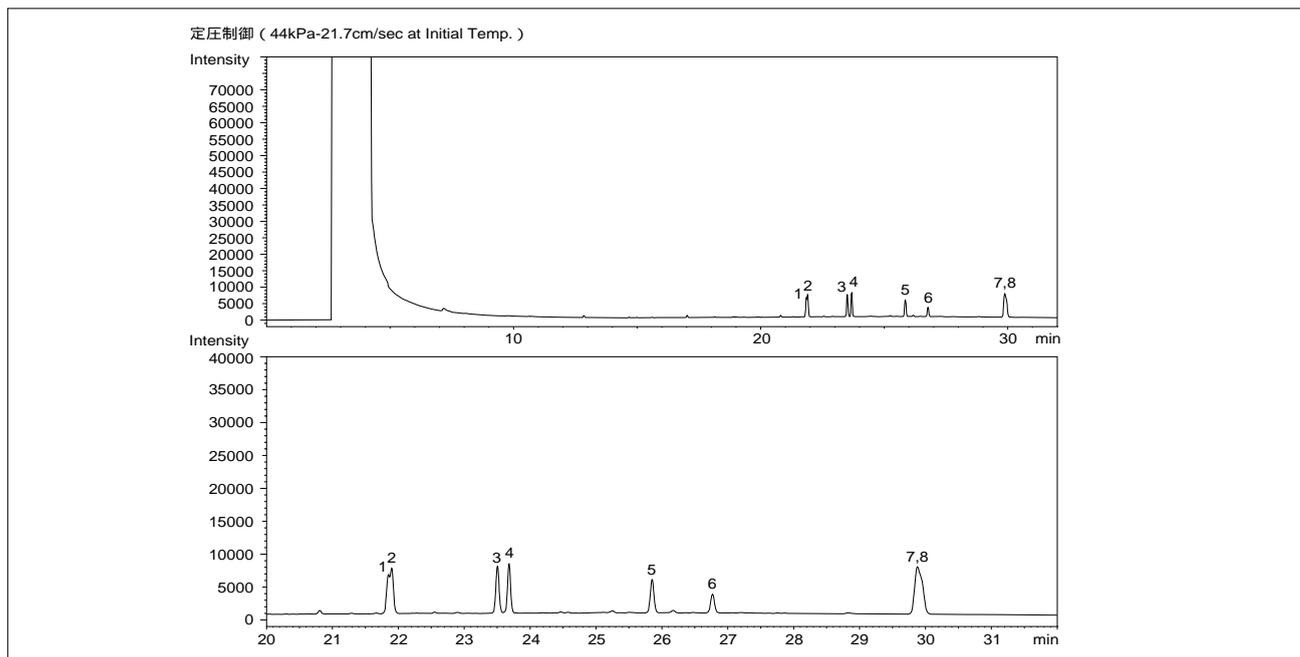


Fig.4 定圧モードでのクロマトグラム (全体図と拡大図)  
Chromatograms by Constant Pressure Mode

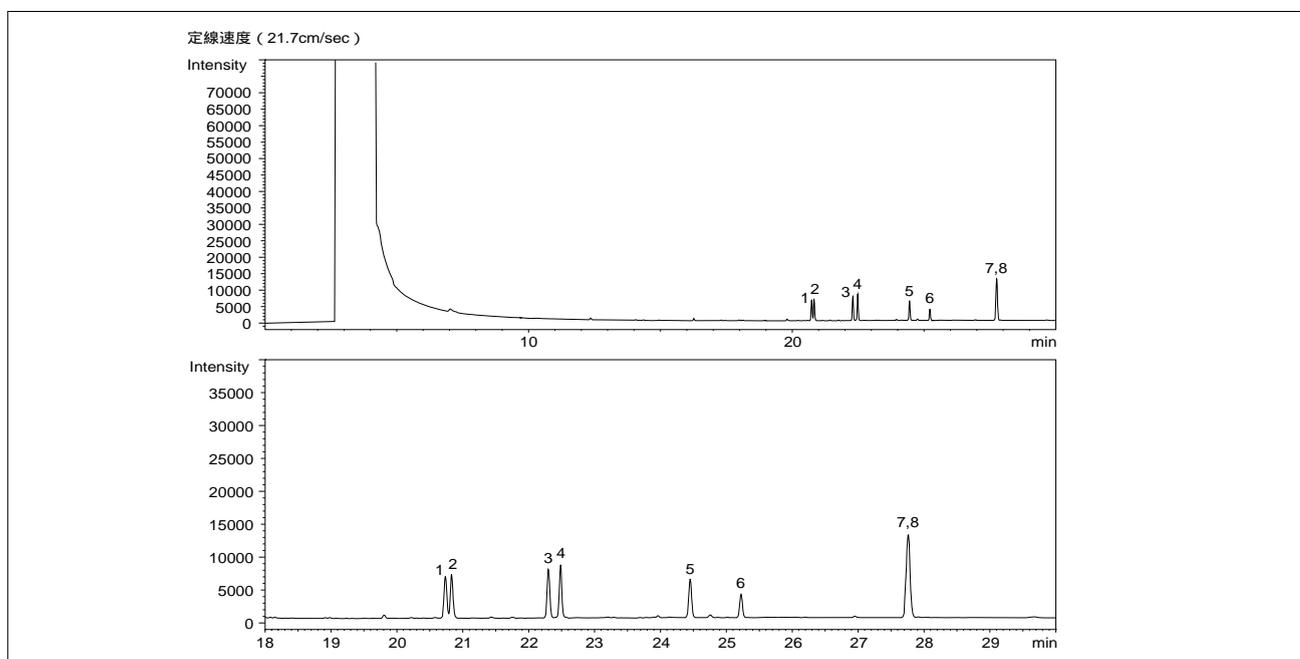


Fig.5 定線速度モードでのクロマトグラム (全体図と拡大図)  
Chromatograms by Constant Linear Velocity Mode

Table 1 化合物テーブル  
Compounds Table

1	Pencycuron
2	Benfluralin
3	Propyzamide
4	Diazinon
5	Fenitrothion (MEP)
6	Chlorpyrifos
7	Napropamide
8	Flutriani

Table 2 分析条件  
Analytical conditions

Model	: GC-2010
Column	: DB-1 (30m × 0.32mm i.d., df=0.25 μm)
Column Temp.	: 60 (1min) - 7 /min - 230 (10min)
Injection Temp.	: 240
Detector	: FID 270
Carrier Gas	: He, 44kPa or 21.7cm/sec
Injection Mode	: Splitless (Sampling Time=1min)

 島津製作所 分析機器事業部  
応用技術部

島津分析コールセンター

●東京 ☎(03)3219-1691  
●京都 ☎(075)813-1691

SHIMADZU CORPORATION  
INTERNATIONAL MARKETING DIVISION

3, Kanda-Nishikicho 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 101-8448, Japan  
Phone : (03) 3219-5641 FAX : (03) 3219-5710  
Cable Add. : SHIMADZU TOKYO

3100-12008-18A-ADI  
2000.12