

キャピラリー GC における分析時間の短縮 (その4) 分析時間に関係する要因 (恒温分析)

Reduction of Analysis Time in Capillary GC
— Factors Affecting Analysis Time (Isothermal Analysis) —

ガスクロマトグラフィーにて生産性を向上させるためには、分析時間を短縮することが最も簡便な解決策です。しかし分析時間を短縮したいと思っても、分析条件の何を変えれば分析時間がどう変化するか、また分離がどう変わるのかの情報はあまり示されていませんでした。

本アプリケーションニュースでは、分析時間短縮のための基礎的な情報として、カラム温度、キャリアガス線速度、カラムの長さ、液相膜厚を変化させると分析時間や分離がどのように変化するかを恒温分析について調べましたのでご紹介します。

無極性カラムを用い、トルエン、エチルベンゼン、m-キシレン + p-キシレン、o-キシレンのリテンションタイムと分離度について評価しました。

Fig.1にカラム温度を75、100、125と変えた場合のクロマトグラムを示しました。Table1にリテンションタイムと分離度を示しました。25℃を高くすると分析時間が約1/2になり、分離度が20~30%低下しました。

Fig.2にキャリアガス線速度を20cm/s、40cm/s、80cm/sと変えた場合のクロマトグラムを示しました。Table2にリテンションタイムと分離度を示しました。キャリアガス線速度を2倍にすると分析時間が約1/2になりました。20cm/sから2倍の40cm/sに線速度を変えた場合、分離度の低下はみられず、40cm/sから80cm/sに増加さ

せたときには分離度が約20%低下しました。

Fig.3にカラム長さを30m、60mと変えた場合のクロマトグラムを示しました。Table3にリテンションタイムと分離度を示しました。カラム長さを半分にすると分析時間が約1/2に、分離度は約30%低下しました。

Fig.4に液相膜厚を1μm、0.25μmと変えた場合のクロマトグラムを示しました。Table4にリテンションタイムと分離度を示しました。液相膜厚を1/4にすると分析時間が約1/4に、分離度は約30%低下しました。

以上のことから、恒温分析の場合、カラム温度を20~30℃高くする、キャリアガス線速度を2倍にする、カラム長さを半分にする、液相膜厚を半分にするなど分析時間が約半分に短縮できることがわかりました。しかしこれらの手法をとると、分析時間短縮に伴い分離の低下も見られました。これらの手法の中で、比較的分離が低下しにくいと考えられるのはキャリアガス線速度を増加させることでした。

恒温分析で、手軽に分析時間を短縮する方法は、キャリアガス線速度を速くすることです。分離に余裕があるならば、分離が許す範囲までカラム温度を高くすることとも有効です。これ以外の方法は、代換えカラムが必要になりますので費用と手間がかかります。

T. Wada

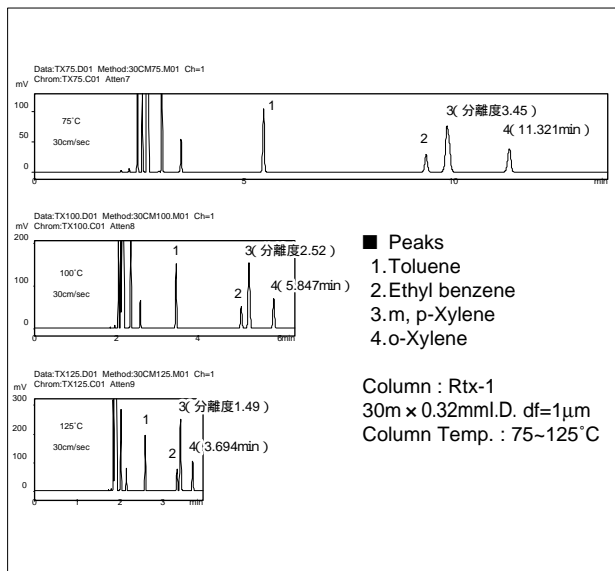


Fig.1 分析時間に関係する要因 1 カラム温度とRtの関係
Factors Related to Analysis Time 1-Relationship between Column Temperature and Retention Time

Table 1 分析時間に関係する要因 1 カラム温度とRtの関係
Factors Related to Analysis Time 1-Relationship between Column Temperature and Retention Time

	75 一定 30cm/sec		100 一定 30cm/sec		125 一定 30cm/sec	
	Rt (min)	分離度	Rt (min)	分離度	Rt (min)	分離度
Toluene	5.455		3.457		2.584	
Ethylbenzene	9.333	41.70	5.053	28.93	3.300	16.63
m, p-Xylene	9.836	3.45	5.240	2.52	3.408	1.49
o-Xylene	11.321	9.36	5.847	7.68	3.694	5.26

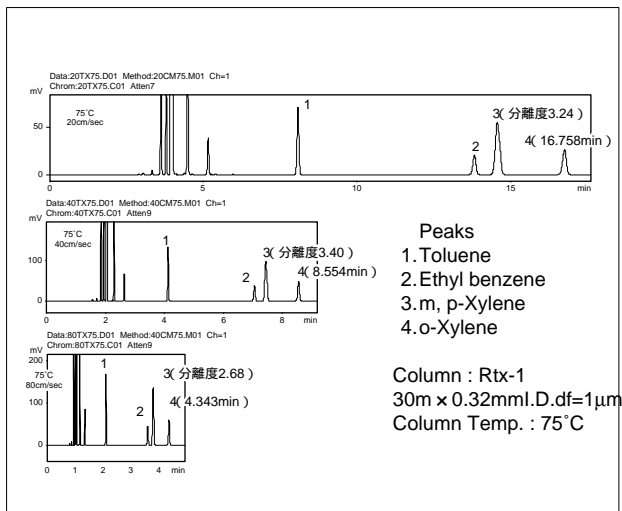


Fig.2 分析時間に関する要因2 キャリアガス線速度とRtの関係
Factors Related to Analysis Time 2-Relationship between Carrier Gas Linear Velocity and Retention Time

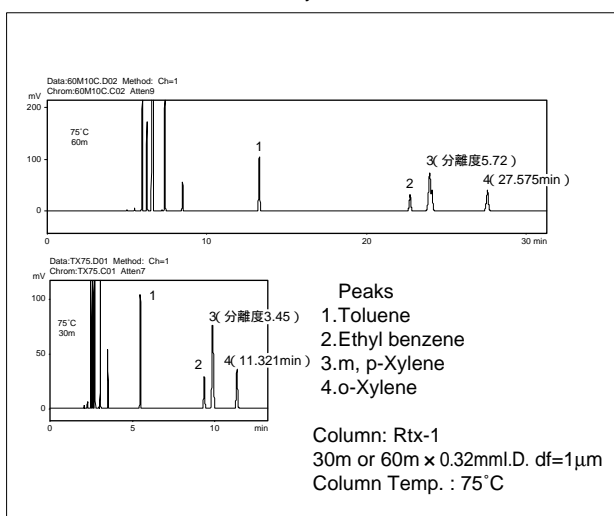


Fig.3 分析時間に関する要因3 カラム長さとの関係
Factors Related to Analysis Time 3- Relationship between Column Length and Retention Time

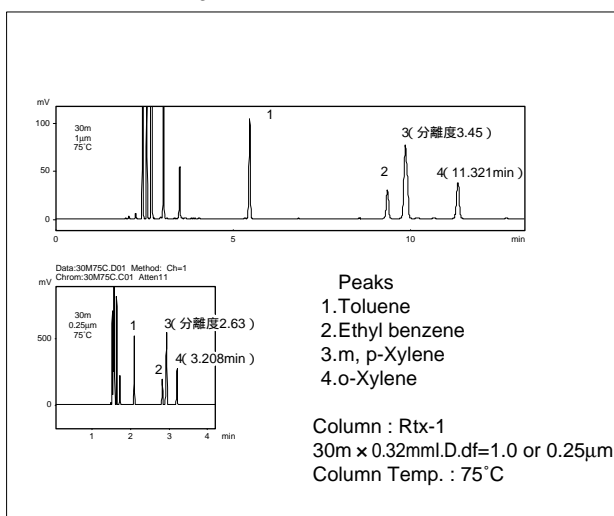


Fig.4 分析時間に関する要因4 カラム膜厚との関係
Factors Related to Analysis Time 4- Relationship between Film Thickness and Retention Time

Table 2 分析時間に関する要因2 キャリアガス線速度とRtの関係
Factors Related to Analysis Time 2-Relationship between Carrier Gas Linear Velocity and Retention Time

	75 一定 20cm/sec		75 一定 40cm/sec		75 一定 80cm/sec	
	Rt (min)	分離度	Rt (min)	分離度	Rt (min)	分離度
Toluene	8.078		4.120		2.094	
Ethylbenzene	13.821	38.03	7.052	41.21	3.582	30.19
m, p-Xylene	14.568	3.24	7.434	3.40	3.777	2.68
o-Xylene	16.758	8.75	8.554	9.24	4.343	7.22

Table 3 分析時間に関する要因3 カラム長さとの関係
Factors Related to Analysis Time 3-Relationship between Column Length and Retention Time

	30m 30cm/sec		60m 30cm/sec	
	Rt (min)	分離度	Rt (min)	分離度
Toluene	5.455		13.273	
Ethylbenzene	9.333	41.70	22.725	62.00
m, p-Xylene	9.836	3.45	23.947	4.75
o-Xylene	11.321	9.36	27.575	12.99

Table 4 分析時間に関する要因4 カラム膜厚との関係
Factors Related to Analysis Time 4-Relationship between Film Thickness and Retention Time

75	30m × 0.25mm, 0.25 μ m		30m × 0.25mm, 1 μ m	
	Rt (min)	分離度	Rt (min)	分離度
Toluene	2.101		5.455	
Ethylbenzene	2.829	24.76	9.333	41.70
m, p-Xylene	2.938	2.63	9.836	3.45
o-Xylene	3.208	6.24	11.321	9.36