

各種溶媒におけるスプリットレス分析の最適なカラム初期温度(その2) オープンチューブキャピラリカラムを接続した場合

Optimum Initial Column Temperature in Splitless Analysis Using Various Solvents (Part 2)

Use of Open Tubular Capillary Column (Guard Column)

アプリケーションニュースNo.G230では各種溶媒におけるスプリットレス分析の最適なカラム初期温度について紹介しました。このときは分析カラムに内径0.25mm × 30m, df=0.25 μmのカラムを用いました。

農薬分析では、分析カラムの汚染防止のために不活性化処理済オープンチューブキャピラリカラムを分析カラムの前段に接続して使用することがあります。本アプリケーションニュースでは、オープンチューブカラムを分析カラムに接続した場合のアセトン、ヘキサン、アセトニトリルやトルエン溶媒について、スプリットレス分析時のカラム初期温度とピーク形状や分離の違いについて調べた結果をご紹介します。

分析カラムの前段に0.53mm × 50cmの不活性化処理済オープンチューブキャピラリカラムをプレスタイトコネクタで接続して分析に使用しました。有機リン系混合標準原液(各10mg/Lアセトン溶液)をアセトン、ヘキサン、アセトニトリル、トルエンにて100倍希釈し、分析試料としました(各成分とも0.1mg/L)。カラム初期温度のみを変化させ(その他の条件は同じ)、各分析試料についてスプリットレス分析を行ない、ピーク形状等を評価しました。

Fig.1,2にアセトンおよびヘキサン溶液試料をカラム初期温度35 ~ 100 で分析した時のクロマトグラムを示しました。Fig.3,4にアセトニトリル溶液試料およびトルエン溶液試料をカラム初期温度50 ~ 120 で分析した時のクロマトグラムを示しました。ピーク形状の良否をTable 1にまとめました。

オープンチューブカラムを接続しない場合は、アセトンでカラム初期温度35、アセトニトリルやトルエンは50 ~ 100 でピーク分割やピーク幅の広がりが起きました

が(アプリケーションニュースNo.G230)、オープンチューブカラムを接続すると、カラム初期温度が低いときに若干のピークテーリングはみられるもののピーク分割やピーク幅の広がりが解消されました。

スプリットレス分析では、試料注入後にカラム先端部分で溶媒の再凝縮(液化)が起きやすくなります。液化した溶媒量が多いと溶媒の一部がカラム内部を液体のまま進み、溶質をカラム下流へ移動させ(フラッディング:洪水様現象)、ピークの形状異常を起こすことがあります¹⁾。液相のついていないオープンチューブカラムが分析カラムの前段にあると、カラム先端部で液化した溶媒の一部が溶質を下流に移動させても、オープンチューブの長さの範囲内でその移動が止まっていると考えられます(溶質の移動距離より長いカラムを接続しているため)。オープンチューブ内には液相がついていないので、成分が広がって分布していても昇温時の気化、移動は速く、ピークの分割が起きなかったと考えられます。

カラム初期温度が高い場合にはDDVP、ジメトエートのテーリングが改善されました(アセトンやヘキサンでは60以上、アセトニトリルやトルエンでは80以上)。オープンチューブを接続した場合でも、カラム初期温度が高めの場合にピーク形状がより良好になりました。

ピークの分割防止効果やテーリング状態は、不活性化処理済オープンチューブカラムの内径、長さ、メーカーに影響されます。また分析カラムの内径、長さ、膜厚、試料注入量やカラム入口圧力等にも影響されるため、今回の結果がすべてのスプリットレス分析にあてはまるとは限らないので注意が必要です。

T.Wada

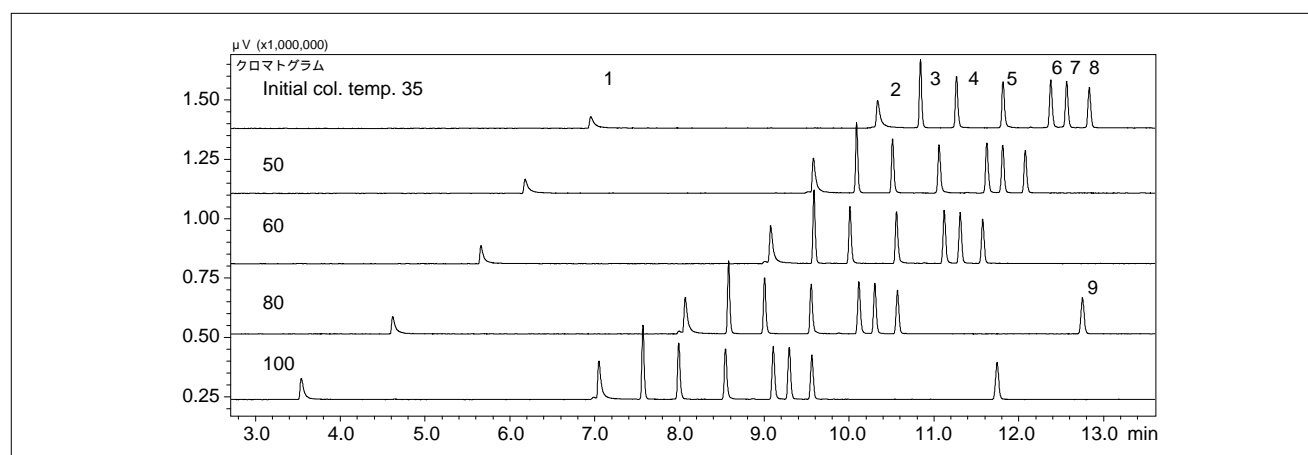


Fig.1 有機リン農薬-アセトン溶液のクロマトグラム(各0.1mg/L)
Chromatograms of organophosphorus pesticides in acetone solution
(Peak Name 1:DDVP, 2:Dimethoate, 3:Diazinon, 4:IBP, 5:Parathion-methyl,6:MEP, 7:Malathion, 8:Chlorpyrifos, 9:Prothiofos)

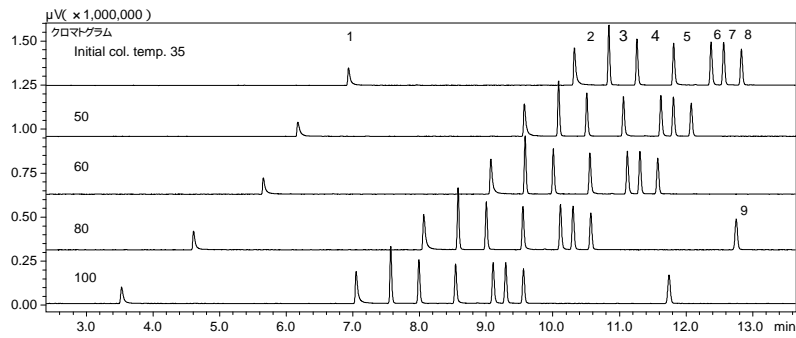


Fig.2 有機リン農薬-ヘキサン溶液のクロマトグラム(各0.1mg/L)
Chromatograms of organophosphorus pesticides in hexane solution(Peak Name : see Fig.1)

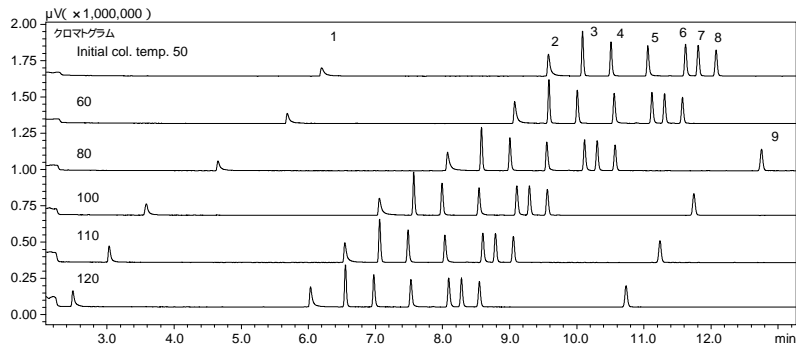


Fig.3 有機リン農薬-アセトニトリル溶液のクロマトグラム(各0.1mg/L)
Chromatograms of organophosphorus pesticides in acetonitrile solution(Peak Name : see Fig.1)

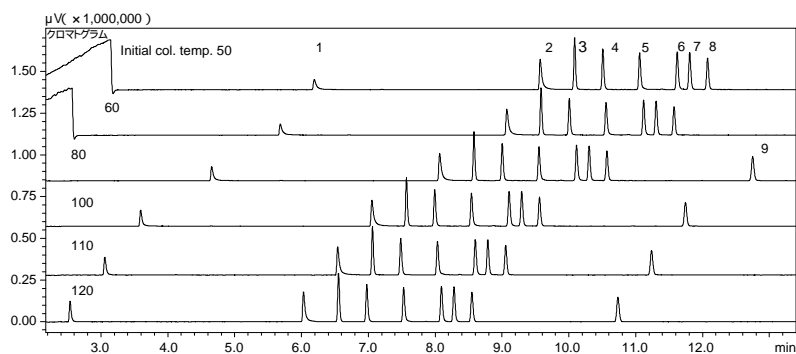


Fig.4 有機リン農薬-トルエン溶液のクロマトグラム(各0.1mg/L)
Chromatograms of organophosphorus pesticides in toluene solution(Peak Name : see Fig.1)

Table 1 各種溶媒におけるスプリットレス分析時のカラム初期温度とピーク形状
Relationship between initial column temperature and peak shape in splitless analysis using different solvents

	Boiling point	カラム初期温度						ピーク形状良好な初期温度
		35°C	50°C	60°C	80°C	100°C	110°C	
Acetone	56.5°C						-	50 ~ 100
Hexane	69°C						-	35 ~ 100
Acetonitrile	81.6°C	-						100 ~ 120
Toluene	110.6°C	-						100 ~ 120

:良好 -:未評価 :分析カラムのみではピーク形状不良だったカラム初期温度

Analytical Conditions

Model : GC-2010AFFp AOC-20i
 Column : Deactivated open tube column
 50cm × 0.53mm I.D.(Restek社製)*
 + Rtx-5ms 30m × 0.25mm I.D. df=0.25μm
 Column Temp. : 35 ~ 120°C (1min) -20°C/min-190°C (0min)
 -5°C/min-260°C (3min)
 Carrier Gas : He (2.3mL/min) Linear Velocity 45cm/s
 (Constant Linear Velocity Mode)
 DET : FPD2010 (P-Mode)
 Inj.Temp. : 250°C
 Det.Temp. : 290°C
 Injection Method : High Pressure Splitless (350kPa ↓min)
 Injection Volume : 1μL
 *Deactivated open : 5m × 0.53mm I.D. P/N10045
 tube column (Restek社製(株)島津ジーエルシー扱い)
 プレスタイトコネクタ : P/N221-38102-91

引用文献 1) JCGCにおける試料導入技術ガイドブック, ガスクロマトグラフィー研究懇談会訳, 丸善出版(1999)

島津製作所 分析計測事業部
 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

<http://www.an.shimadzu.co.jp>

会員制情報提供サービス「Shim-Solutions Club」にご登録下さい。
<http://solutions.shimadzu.co.jp/>
 いろいろな情報提供サービスが受けられます。

3100-03509-11A-1K
 2005.4