

マルチカラム / マルチ検出器 GC システムのご紹介

Introduction of Multi-Column/Multi-Detector GC System

非常に多くの成分が含まれている試料を分離するためにキャピラリー分析は有効ですが、1本のカラムでの分離、検出には限界があります。温度条件を変えても目的成分が分離しない場合はカラムを変える必要がありますが、カラムの交換の手間や交換後の安定化待ち時間などがかかります。本アプリケーションニュースでは、より詳細な分離情報を簡便に入手するために、1回の注入で3本のカラムの分離情報が得られるマルチカラム/マルチ検出器（1-Injection/3-Columns/3-Detectors）GCシステムについてご紹介します。

システムの構成図をFig.1に示しました。Split/Splitless注入口の下部のカラムアダプタを、3つのカラムが同時装着できる3分岐カラムアダプタに変更し、カラム3本を装着、それぞれの検出器にカラム出口を接続したものです。

注入した試料は注入口で気化、スプリットもしくはス

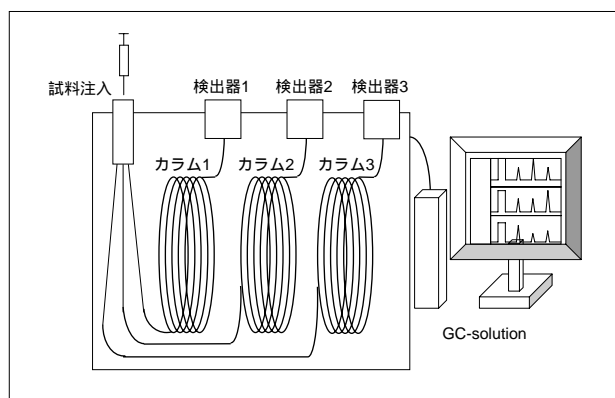


Fig.1 マルチカラム/マルチ検出器GCシステムの構成図
Diagram of Multi-Column/Multi-Detector GC System

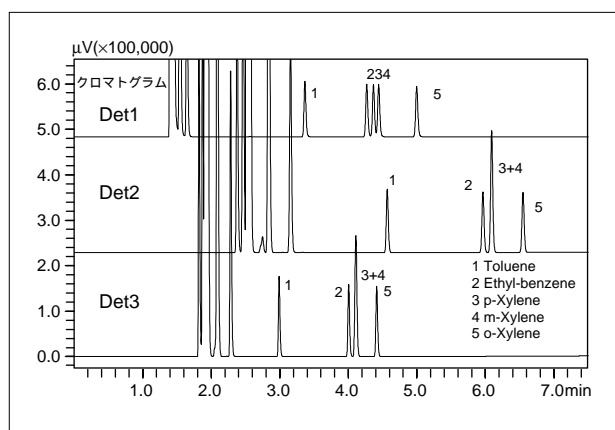


Fig.2 スプリット法によるトルエン キシレン混合溶液のクロマトグラム
Chromatograms of Toluene & Xylene Mixtures with Split Method

プリットレス法にて各カラムに導入されます。カラムに入った試料はそれぞれのカラムで分離が行われ、検出されます。得られた信号はGCsolutionに送られ、3つの検出器データの同時処理が行われます。

ここではマルチカラム/マルチ検出器GCシステムの評価のために、再現性試験を行った結果を示します。

【スプリット法】Det1は強極性カラム、Det2は中極性カラム、Det3は無極性カラムを接続し、スプリット法にてトルエン、キシレン混合溶液を分析したクロマトグラムをFig.2に示しました。Table 1～6にこれらのリテンションタイムおよび面積値の再現性を示しました。

【スプリットレス法】スプリット法と同カラムの組み合わせで、スプリットレス法にてn-C13, 14, 15の混合溶液を分析したクロマトグラムをFig.3に示しました。Table 7～12にこれらのリテンションタイムおよび面積値の再現性を示しました。

注入口で試料を3分岐していますが、スプリット法、スプリットレス法ともにピーク形状、再現性ともに良好でした。また、ワークステーションGCsolutionでは一画面で3Chの信号を同時モニタリング、および同時処理ができるので、操作性も良好です。

マルチカラム/マルチ検出器GCシステムはガソリンの分析、作業環境測定成分の一斉分離、光学異性体分析、農業分析など複雑な混合成分の分析には多くのカラムの分離情報が効率的に得られ、非常に有用と考えられます。

T.Wada

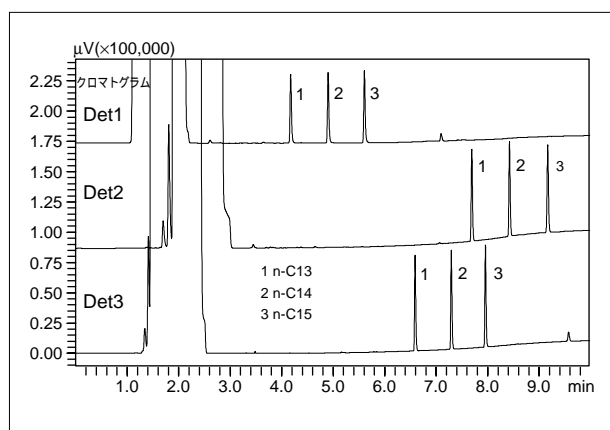


Fig.3 スプリットレス法による n-C13,n-C14,n-C15混合溶液のクロマトグラム
Chromatograms of n-C13,n-C14,n-C15 Mixtures with Splitless Method

Table 1 リテンションタイム (min.) の再現性 (スプリット法 Det1 Rtx-Stabilwax)
Repeatability of retention time with split method

	Toluene	Ethyl-benzene	p-Xylene	m-Xylene	o-Xylene
1	3.364	4.267	4.364	4.440	4.995
2	3.364	4.266	4.363	4.440	4.994
3	3.364	4.266	4.363	4.440	4.994
4	3.364	4.266	4.363	4.440	4.994
5	3.364	4.266	4.363	4.440	4.994
mean	3.364	4.266	4.363	4.440	4.994
S.D.	0.0002	0.0003	0.0003	0.0002	0.0004
C.V.%	0.0060	0.0070	0.0069	0.0054	0.0078

Table 3 リテンションタイム (min.) の再現性 (スプリット法 Det2 Rtx-1301)
Repeatability of retention time with split method

	Toluene	Ethyl-benzene	m,p-Xylene	-	o-Xylene
1	4.566	5.963	6.089	-	6.546
2	4.566	5.962	6.089	-	6.546
3	4.565	5.962	6.089	-	6.546
4	4.566	5.962	6.089	-	6.546
5	4.565	5.962	6.088	-	6.546
mean	4.566	5.962	6.089	-	6.546
S.D.	0.0005	0.0004	0.0004	-	0.0000
C.V.%	0.0120	0.0075	0.0073	-	0.0000

Table 5 リテンションタイム (min.) の再現性 (スプリット法 Det3 Rtx-1)
Repeatability of retention time with split method

	Toluene	Ethyl-benzene	m,p-Xylene	-	o-Xylene
1	2.988	4.004	4.109	-	4.412
2	2.988	4.004	4.109	-	4.412
3	2.988	4.004	4.109	-	4.411
4	2.988	4.003	4.108	-	4.411
5	2.988	4.003	4.108	-	4.411
mean	2.988	4.004	4.109	-	4.411
S.D.	0.0000	0.0005	0.0005	-	0.0005
C.V.%	0.0000	0.0137	0.0133	-	0.0124

Table 7 リテンションタイム (min.) の再現性 (スプリットレス法 Det1 Stabilwax)
Repeatability of retention time with splitless method

	C13	C14	C15
1	4.174	4.902	5.607
2	4.174	4.902	5.607
3	4.175	4.902	5.607
4	4.175	4.902	5.607
5	4.174	4.902	5.607
mean	4.174	4.902	5.607
S.D.	0.0002	0.0001	0.0000
C.V.%	0.0047	0.0016	0.0006

Table 9 リテンションタイム (min.) の再現性 (スプリットレス法 Det2 Rtx-1301)
Repeatability of retention time with splitless method

	C13	C14	C15
1	7.692	8.424	9.167
2	7.693	8.425	9.168
3	7.692	8.424	9.167
4	7.692	8.424	9.167
5	7.692	8.424	9.167
mean	7.692	8.424	9.167
S.D.	0.0004	0.0004	0.0004
C.V.%	0.0058	0.0053	0.0049

Table 11 リテンションタイム (min.) の再現性 (スプリットレス法 Det3 Rtx-1)
Repeatability of retention time with splitless method

	C13	C14	C15
1	6.591	7.295	7.958
2	6.591	7.295	7.958
3	6.591	7.295	7.958
4	6.591	7.295	7.957
5	6.591	7.295	7.957
mean	6.591	7.295	7.958
S.D.	0.0000	0.0000	0.0005
C.V.%	0.0000	0.0000	0.0069

Table 2 ピーク面積 ($\mu\text{V}\cdot\text{s}$) の再現性 (スプリット法 Det1 Rtx-Stabilwax)
Repeatability of peak area with split method

	Toluene	Ethyl-benzene	p-Xylene	m-Xylene	o-Xylene
1	247538	251252	247575	256645	255047
2	245295	249268	245712	254412	253105
3	246234	249700	246101	254935	253540
4	246550	250162	246678	255467	253990
5	244595	248361	244962	253661	252064
mean	246043	249748	246206	255024	253549
S.D.	1139	1071	987	1125	1100
C.V.%	0.463	0.429	0.401	0.441	0.434

Table 4 ピーク面積 ($\mu\text{V}\cdot\text{s}$) の再現性 (スプリット法 Det2 Rtx-1301)
Repeatability of peak area with split method

	Toluene	Ethyl-benzene	m,p-Xylene	-	o-Xylene
1	288326	296316	598274	-	299520
2	285072	292899	591480	-	296219
3	286853	294970	595623	-	298139
4	285927	293291	591887	-	296344
5	284198	292172	589816	-	295311
mean	286075	293930	593416	-	297107
S.D.	1599	1683	3447	-	1694
C.V.%	0.559	0.573	0.581	-	0.570

Table 6 ピーク面積 ($\mu\text{V}\cdot\text{s}$) の再現性 (スプリット法 Det3 Rtx-1)
Repeatability of peak area with split method

	Toluene	Ethyl-benzene	m,p-Xylene	-	o-Xylene
1	280215	281552	567179	-	283315
2	277159	278236	560784	-	280025
3	279118	280957	566201	-	282886
4	279000	280506	565301	-	282341
5	276395	277641	559535	-	279352
mean	278377	279778	563800	-	281584
S.D.	1559	1733	3418	-	1780
C.V.%	0.560	0.619	0.606	-	0.632

Table 8 ピーク面積 ($\mu\text{V}\cdot\text{s}$) の再現性 (スプリットレス法 Det1 Stabilwax)
Repeatability of peak area with splitless method

	C13	C14	C15
1	108501	113524	116174
2	109430	114622	117825
3	109374	114418	117823
4	109351	115105	118640
5	108884	114594	118240
mean	109108	114453	117741
S.D.	404	578	939
C.V.%	0.370	0.505	0.798

Table 10 ピーク面積 ($\mu\text{V}\cdot\text{s}$) の再現性 (スプリットレス法 Det2 Rtx-1301)
Repeatability of peak area with splitless method

	C13	C14	C15
1	129131	134957	140550
2	130219	136323	142494
3	129402	135761	141843
4	129887	136553	142734
5	128999	135874	142311
mean	129528	135894	141986
S.D.	515	615	867
C.V.%	0.397	0.453	0.611

Table 12 ピーク面積 ($\mu\text{V}\cdot\text{s}$) の再現性 (スプリットレス法 Det3 Rtx-1)
Repeatability of peak area with splitless method

	C13	C14	C15
1	124992	131790	135242
2	125459	132507	136285
3	125017	132359	136239
4	125171	132845	136945
5	124588	132501	136595
mean	125045	132400	136261
S.D.	316	385	636
C.V.%	0.253	0.291	0.467

Fig.2の分析条件 (Split法)
Analytical Condition (Fig.2)

Model : GC-2010AF (FID \times 3),
AOC-20i, GC-solution
Column : Ch1 (Det1) Stabilwax
30m \times 0.32mm I.D. df=1.0 μ m
Ch2 (Det2) Rtx-1301
30m \times 0.32mm I.D. df=1.5 μ m
Ch3 (Det3) Rtx-1
30m \times 0.32mm I.D. df=1.0 μ m
Column Temp.: 80°C (1min)-10/min-150°C
Carrier Gas : He (2.37mL/min, 86.2kPa)
40cm/s Constant Linear
Velocity Mode
Det.Temp.: 250°C, Inj.Temp.: 250°C
Injection Method : Split 1:40,
Injection Volume : 1 μ L
Std Conc. : Toluene, Ethyl-benzene,
m-,p-,o-Xylene
2000mg/L each in Hexane

Fig.3の分析条件 (Splitless法)
Analytical Condition (Fig.3)

Model : GC-2010AF (FID \times 3),
AOC-20i, GC-solution
Column : Ch1 (Det1) Stabilwax
30m \times 0.32mm I.D. df=1.0 μ m
Ch2 (Det2) Rtx-1301
30m \times 0.32mm I.D. df=1.5 μ m
Ch3 (Det3) Rtx-1
30m \times 0.32mm I.D. df=1.0 μ m
Column Temp.: 80°C (1min)-20/min-230°C (4min)
Carrier Gas : He (2.37mL/min, 86.2kPa)
40cm/s Constant Linear
Velocity Mode
Det.Temp.: 250°C, Inj.Temp.: 250°C
Injection Method : Splitless (Sampling Time 1min)
Injection Volume : 1 μ L
Std Conc. : n-C13, n-C14, n-C15
20mg/L each in Hexane