

マルチ検出器 GC システムのご紹介

Introduction of multi-detector GC system

アプリケーションニュースG237ではより詳細な分離情報を簡便に入手するためのマルチカラム/マルチ検出器GCシステムについてご紹介しました。本アプリケーションニュースでは、1回の注入で3つの検出器からの情報が得られるマルチ検出器GCシステムについてご紹介いたします。

マルチ検出器GCシステムの構成図をFig.1に示しました。スプリット/スプリットレス注入部の下部は通常と同じで1本のカラムが接続されています。カラム出口にユニバーサル×プレスタイトコネクタを接続し、他方に同じ長さの不活性化処理済みガードカラムを接続、それぞれのカラム出口を検出器に接続したものです。注入した試料は注入部で気化し、カラムに導入されます。カラムで分離された試料はカラム出口で3方に分割され、それぞれの検出器で検出されます。得られた検出器信号はGCsolutionに送られ、3chのデータの同時処理が行われます。検出器1はFID、検出器2はFTD、検出器3はFPDを使用し、スプリット法にて混合標準溶液を分析したクロマトグラムをFig.2に示しました。混合標準溶液は、FIDにのみ感度のある化合物 (Isoamylacetate, Ethylcaprylate), FTDに高感度な化合物 (DMF), FPDに高感度な化合物 (DMDS, DMSO), 3つの検出器すべてに感度のある化合物 (Allyl isothiocyanate) を混合しました。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。カラム出口で3分岐していますが、リテンションタイムは

各検出器とも非常に良く一致しています。またリテンションタイムおよび面積値の再現性も非常に良好であることがわかります。Fig.3~5に各検出器の検量線を示しました。直線性は良好でした。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。

マルチ検出器GCシステムは、香料、食品分析、農業分析など複雑な混合成分の分析には複数の検出器からの情報が効率的に得られ、非常に有用と考えられます。

T.Wada

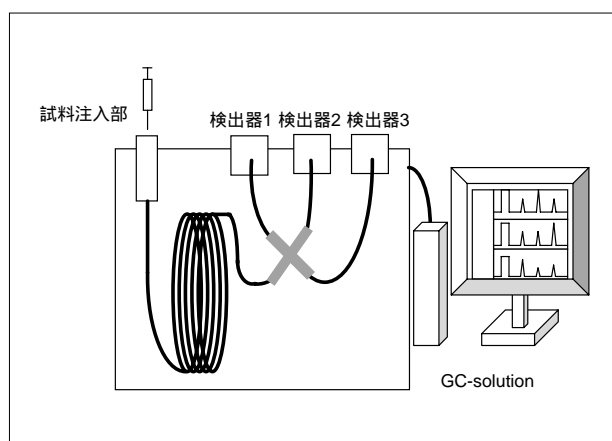


Fig.1 マルチ検出器システムの構成図
Diagram of Multi-detector GC system

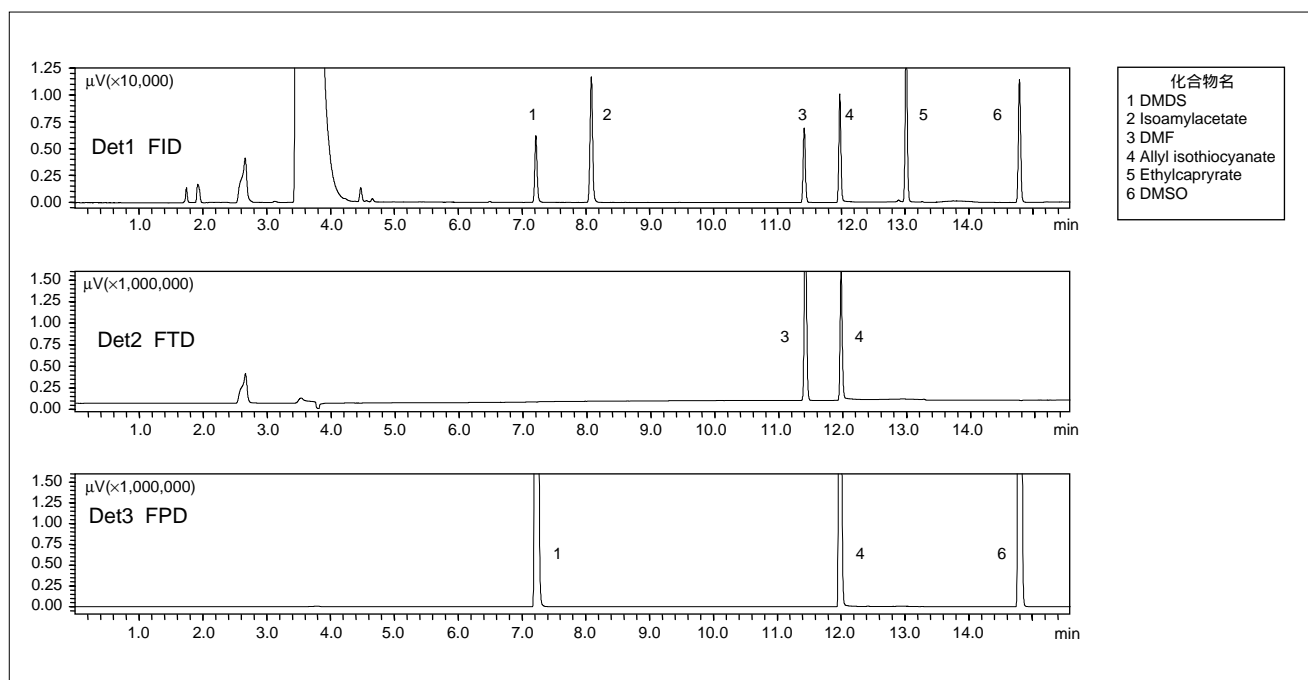


Fig.2 標準混合溶液のクロマトグラム (100 mg/L)
Chromatograms of standard mixture

Table 1 Ch1(FID)のリテンションタイム(min.)の再現性(20 mg/L溶液)
Repeatability of retention time(min)

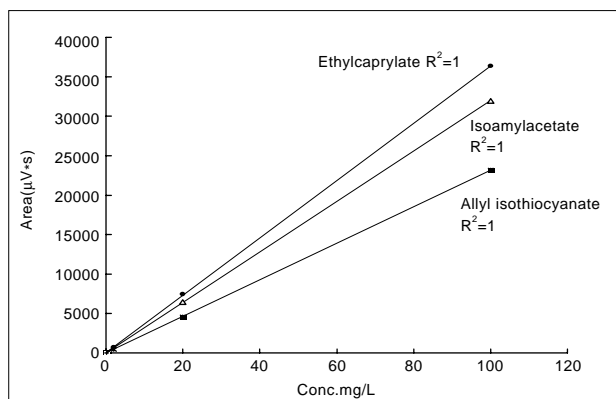
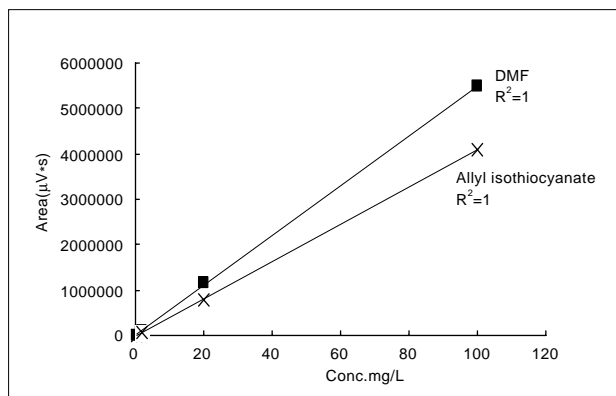
	DMDS	Isoamyl acetate	DMF	Allyl iso thiocyanate	Ethyl caprylate	DMSO
1	7.214	8.083	11.417	11.976	13.015	14.790
2	7.213	8.082	11.417	11.975	13.014	14.789
3	7.214	8.083	11.417	11.975	13.015	14.789
4	7.213	8.082	11.417	11.975	13.015	14.790
5	7.213	8.082	11.417	11.975	13.015	14.789
mean	7.214	8.083	11.417	11.976	13.015	14.789
SD	0.0002	0.0002	0.0002	0.0003	0.0003	0.0005
CV%	0.0028	0.0030	0.0021	0.0023	0.0022	0.0033

Table 2 Ch2(FTD)のリテンションタイム(min.)の再現性(20 mg/L溶液)
Repeatability of retention time(min)

	DMDS	Isoamyl acetate	DMF	Allyl iso thiocyanate	Ethyl caprylate	DMSO
1	-	-	11.417	11.976	-	-
2	-	-	11.416	11.975	-	-
3	-	-	11.416	11.975	-	-
4	-	-	11.416	11.975	-	-
5	-	-	11.416	11.975	-	-
mean	-	-	11.416	11.975	-	-
SD	-	-	0.0005	0.0005	-	-
CV%	-	-	0.0039	0.0037	-	-

Table 3 Ch3(FPD)のリテンションタイム(min.)の再現性(20 mg/L溶液)
Repeatability of retention time(min)

	DMDS	Isoamyl acetate	DMF	Allyl iso thiocyanate	Ethyl caprylate	DMSO
1	7.217	-	-	11.979	-	14.792
2	7.217	-	-	11.978	-	14.791
3	7.217	-	-	11.979	-	14.792
4	7.217	-	-	11.979	-	14.792
5	7.217	-	-	11.979	-	14.792
mean	7.217	-	-	11.979	-	14.792
SD	0.0000	-	-	0.0005	-	0.0005
CV%	0.0000	-	-	0.0037	-	0.0030

Fig.3 FIDの検量線(2~100 mg/L)
Calibration curves by FIDFig.4 FTDの検量線(0.2~100 mg/L)
Calibration curves by FTDTable 4 Ch1(FID)の面積値(μV*s)の再現性(20 mg/L溶液)
Repeatability of peak area(μV*s)

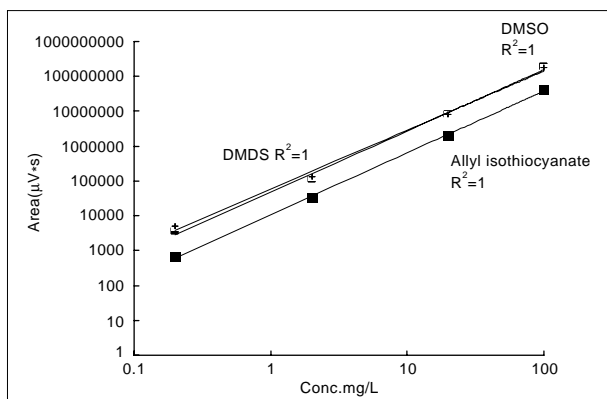
	DMDS	Isoamyl acetate	DMF	Allyl iso thiocyanate	Ethyl caprylate	DMSO
1	3151	6535	3331	4572	7447	5481
2	3100	6456	3327	4610	7461	5478
3	3130	6454	3336	4611	7449	5462
4	3118	6483	3276	4580	7412	5411
5	3085	6437	3321	4550	7358	5400
mean	3117	6473	3318	4585	7425	5446
SD	26	38	24	26	42	38
CV%	0.82	0.59	0.73	0.57	0.56	0.7

Table 5 Ch2(FTD)の面積値(μV*s)の再現性(20 mg/L溶液)
Repeatability of peak area(μV*s)

	DMDS	Isoamyl acetate	DMF	Allyl iso thiocyanate	Ethyl caprylate	DMSO
1	-	-	1157890	805225	-	-
2	-	-	1178588	791486	-	-
3	-	-	1174503	808450	-	-
4	-	-	1154166	796770	-	-
5	-	-	1164500	795282	-	-
mean	-	-	1165929	799443	-	-
SD	-	-	10474	7112	-	-
CV%	-	-	0.9	0.89	-	-

Table 6 Ch3(FPD)の面積値(μV*s)の再現性(20 mg/L溶液)
Repeatability of peak area(μV*s)

	DMDS	Isoamyl acetate	DMF	Allyl iso thiocyanate	Ethyl caprylate	DMSO
1	8374897	-	-	1962559	-	8102187
2	8392966	-	-	1975314	-	8159604
3	8345381	-	-	1963620	-	8079591
4	8236978	-	-	1937979	-	7975791
5	8194016	-	-	1931673	-	7965657
mean	8308848	-	-	1954229	-	8056566
SD	88211	-	-	18540	-	83692
CV%	1.06	-	-	0.95	-	1.04

Fig.5 FPDの検量線(0.2~100 mg/L)
Calibration curves by FPD(S-mode)

分析条件 Analytical Condition

Model :

GC-2010AF/AOC (FID,FTD,FPD), GCsolution

Column:Rtx-wax 30 m × 0.32 mm I.D. df=0.5 μm(Restek)

(The outlet of capillary column was connected to Universal X press-tight connector (Restek) and three deactivated open tube columns (40 cm × 0.25 mm I.D.Restek) were connected to other three outlets of connector.)

Det1 : FID

Det2 : FTD

Det3 : FPD(S-mode)

Column Temp. : 40 °C(3 min)-10 °C/min-220 °C(5 min)

Carrier Gas : He(2.16 mL/min, 68.6 kPa)

35 cm/s Constant Linear Velocity Mode

Det.Temp. : 250 °C,Inj.Temp.: 250 °C

Injection Method: Split 1:10, Injection Volume:1 μL

Std Conc. : DMDS, Isoamylacetate, DMF, Allyl isothiocyanate,

Ethylcaprylate, DMSO 0.2~100 mg/L each in THF