

Application News

No. G302

ガスクロマトグラフィー

Nexis™ GC-2030 による高速降温／低速降温時のカラムへの影響の確認

ガスクロマトグラフィーは、カラム内液相の種類と昇温により、カラムへのサンプルの吸脱着を利用して、サンプルガスを各成分に分離します。分析終了後、カラムを初期温度まで降温する必要がありますが、この降温速度がカラムの液相に影響を与えることがあります。今までは、分析サイクルを短くするために短時間での降温を優先していましたが、Nexis™ GC-2030（以下、Nexis GC-2030）では、カラム温度の降温速度を自由に選択できる機能が新たに追加されました。最適降温速度を選択することにより、カラムのライフタイムを最大化する事が可能となります。

今回は降温時の降温速度によるベースラインノイズと各ピークのSN比を、Nexis GC-2030の降温プログラムを用いて確認しましたので紹介します。

A. Hashimoto

■ カラムの液相

図1にメチルフェニルポリシロキサン系のカラム液相のモデルを示します。図1-1に高温時の液相構造モデル、図1-2に低温時の液相構造モデル、さらに図1-3に急冷後の液相構造モデルを示します。

高温時は液相の分子運動が活発になり、液相が膨張します。低温時は分子運動が抑制され、液相は収縮します。高温から低温への温度変化が穏やかであれば、液相構造を損なわずに液相の膨張と収縮が行われます。しかし、カラムオープン等を急速に冷却すると、図1-3に示すように液相ポリマーの大きな分子構造を有する側鎖が切断され、カラム液相にダメージを与えます。

このような状態でカラムを使用すると、結果にどのような影響を与えるのか、ベースラインの安定性及びノイズやSN比を確認しましたので、以下に示します。

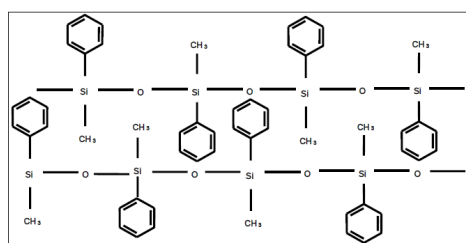


図1-1 高温時の液相構造モデル

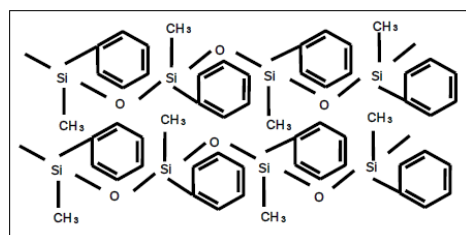


図1-2 低温時の液相構造モデル

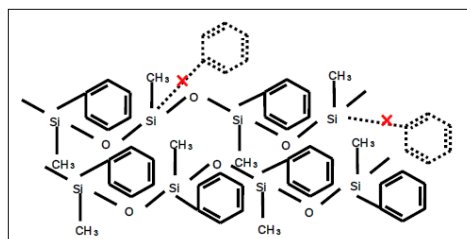


図1-3 急冷後の液相構造モデル

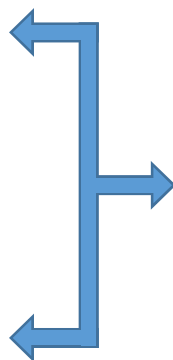


図1 カラム液相のモデル図

■ ベースラインの確認

表1にGC分析条件を、図2に9種の化合物のクロマトグラムの拡大図を示します。メタノール溶媒を用い、図2に示す9種の化合物がそれぞれ1 vol%となるように試料を調製しました。この混合試料溶液を表1に示した分析条件で、カラムの降温速度を変えて、100回連続分析を行いました。図3に低速降温（赤線）および高速降温（黒線）条件下の100回分析時のベースラインの拡大図を示します。

図3より低速降温に比べ高速降温の方がベースのノイズが大きいことがわかります。これはカラムの液相の側鎖が、高速降温で切断され、次回昇温時に検出されるからです。

このことから、降温速度がカラムの液相に変化をもたらし、分析結果にも影響を及ぼすことがわかります。

表1 GC分析条件

| | |
|---------------------|--|
| Model | : Nexis GC-2030/AOC-20i |
| Injection Mode | : スプリット |
| Injection Volume | : 1.0 μL |
| Split Ratio | : 1:50 |
| Injection Temp. | : 250 °C |
| Carrier Gas | : He |
| Carrier Gas Control | : 線速度一定 (30 cm/sec.) |
| Column | : SH-Rtx™-50 (30 m×0.32 mm I.D., 1.00 μm) |
| Column Temp. | : 40 °C (0 min.) - 4 °C/min. - 280 °C (0 min.) |
| Detector | : FID |
| Detector Temp. | : 320 °C |
| Detector Gas | : He 32.0 mL/min, Air 200 mL/min |
| Makeup Gas | : He (24 mL/min) |

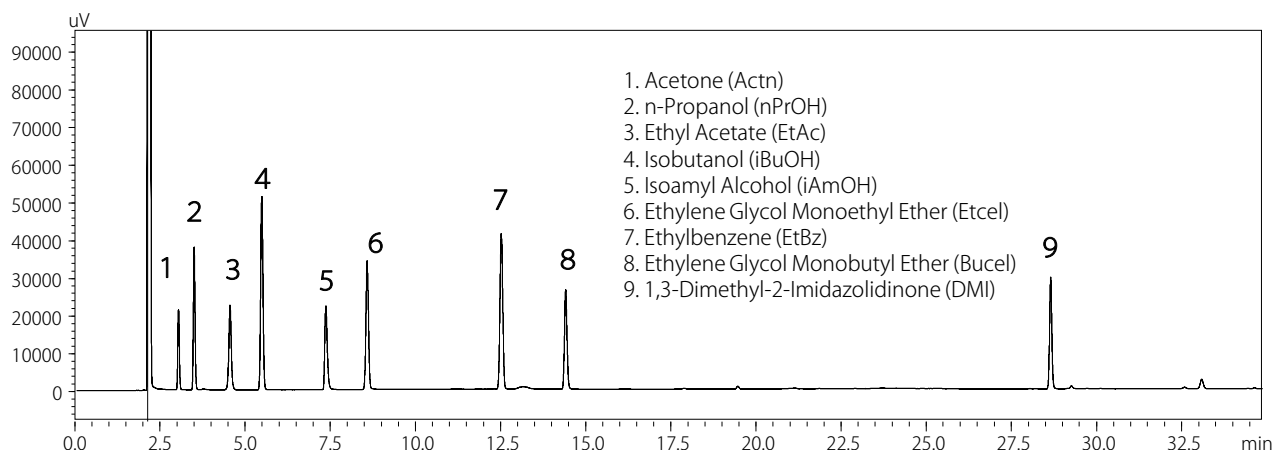


図2 9種類の化合物のクロマトグラムの拡大図

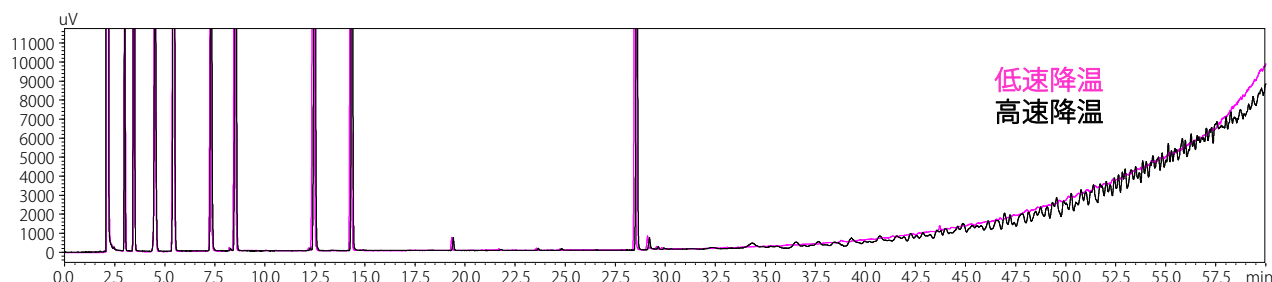


図3 高速降温および低速降温の100回目のベースラインの拡大図

表2 ノイズおよびSN比の比較

| | | 低速降温 | | | 高速降温 | | |
|---|---------------------------------|------|------|-------|------|------|-------|
| | | 5回目 | 50回目 | 100回目 | 5回目 | 50回目 | 100回目 |
| | ノイズ | 128 | 81 | 76 | 631 | 284 | 259 |
| 1 | Acetone | 252 | 403 | 390 | 31 | 68 | 73 |
| 2 | n-Propanol | 310 | 494 | 525 | 60 | 129 | 151 |
| 3 | Ethyl Acetate | 170 | 264 | 297 | 34 | 65 | 81 |
| 4 | Isobutanol | 409 | 653 | 695 | 83 | 178 | 204 |
| 5 | Isoamyl Alcohol | 179 | 289 | 304 | 36 | 80 | 90 |
| 6 | Ethylene Glycol Monoethyl Ether | 270 | 430 | 460 | 55 | 120 | 136 |
| 7 | Ethylbenzene | 369 | 575 | 590 | 64 | 129 | 136 |
| 8 | Ethylene Glycol Monobutyl Ether | 211 | 346 | 362 | 43 | 97 | 107 |
| 9 | 1,3-Dimethyl-2-Imidazolidinone | 249 | 358 | 378 | 50 | 105 | 115 |

■ ベースラインノイズおよびSN比の確認

高速降温および低速降温を用いた分析5回目、50回目、100回目のベースラインノイズおよび9種類の化合物のSN比を表2に示します。

表2より、高速降温時に比べて低速降温時はベースラインノイズが小さく、高いSN比が得られていることがわかります。

SN比に言及される試験法において、低速降温が有用であると言えます。

本文書に記載されている会社名、製品名、サービスマークおよびロゴは、各社の商標および登録商標です。
なお、本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

■ まとめ

ガスクロマトグラフで繰り返し分析を行うとき、カラムの種類によっては、オープンの降温条件がその液相に影響を与えることがわかりました。

これまでの降温は、分析時間を短縮するために本体裏側のフラップを開けることにより、より短時間で温度を下げる事ができる構造となっていました。

Nexis GC-2030では、カラムの種類による最適降温速度が選択できるため、長期的に、カラム性能を最大限に引き出し使用する事ができ、より良好な分析結果を得られることが可能となります。

Nexisは、株式会社島津製作所の商標です。
Rtxは、Restek Corporationの登録商標です。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2018年4月
島津コールセンター ☎0120-131691
(075) 813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。