

GC 分析での代替キャリアガス利用事例 ～He ガスから N₂ ガスへの変更～

GC用のキャリアガスとしてヘリウム (He) が主に使用されてきましたが、主要産出国であるアメリカの輸出量減少等の影響を受けて、He の入手困難や価格高騰が課題となっています。近年 He の代替キャリアガスとして水素 (H₂) や窒素 (N₂) の使用が活発になってきています。今回、キャリアガスを He から N₂に変更した分析事例として、プラスチック材料の植物油 (オリーブオイル) 浸漬法における GC-FID を用いた分析例を紹介します。本分析は、プラスチック規則 (EU) No 10/2011 「食品に接触することを意図するプラスチック材料及び製品に関する規則」で参照される試験法 (EN1186) に基づく総移行量試験で使用されるものです。

T. Ishii

■ キャリアガス変換時の注意点

キャリアガスとして He、N₂、H₂を用いた場合のカラムの分離性能を示す理論段高さ HETP (height equivalent of one theoretical plate) の特性例を図1に示します。

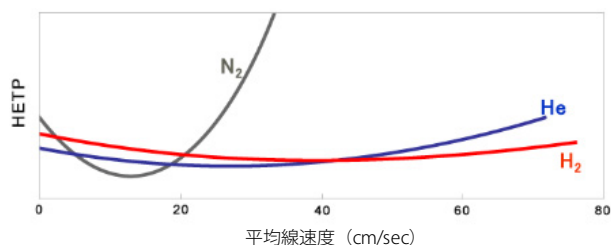


図1 キャリアガスごとの平均線速度と HETP の関係例

平均線速度に応じて HETP の値が変化しますが、カラムの分離性能を引き出すためには HETP がなるべく小さくなる平均線速度で分析することが大切です。例えば、He では 30～40 cm/sec 付近の条件が最適ですが、N₂ を使用して He に最適化された条件で分析すると、カラム効率 (HETP) が異なるために分離能力が低下します。図2の左に He を利用したクロマトグラムの一部を示しますが、N₂ で同じ平均線速度で利用した場合は図2の右のように C18:0 と C18:1 が分離できなくなっていることがわかります。

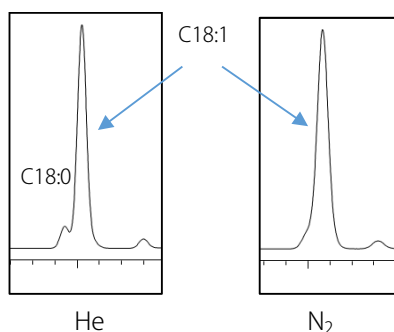


図2 線速度 40 cm/sec における He と N₂ の分離の違い

■ EZGC®を用いた最適線速度の算出

今回は異なるキャリアガスを利用した場合の最適条件を、RESTEK社から web で提供されているメソッド変換プログラム「EZGC® Method translator」を用いて検討しました。図3は「EZGC® Method translator」の画面です。「Original」の列に He 使用時の条件を入力し、「Translation」の列で利用したい代替キャリアガスの種類を選択すると、推奨される最適パラメータが表示されます。「Result」の項では、分析で優先する項目が選択できます。分析時間を短縮したい場合は「Speed」を選択し、分離効率を重視する場合には「Efficiency」を選択します。今回は、C18:0 と C18:1 の分離に着目し、分離効率を重視する「Efficiency」を選択してメソッドを変換したところ、最適な平均線速度が 18.11 cm/sec であると算出されました。

図3 EZGC® Method Translator

■ ガスセレクトタの利用

Nexis™ GC-2030 専用オプションのガスセレクトタ (P/N : S221-84916-41) は、ガス配管を交換することなく、2種類のカラムをソフトウェアから切り替えることができます。EZGC®との組み合わせにより、高分離を必要とせず低コストで分析する場合は N₂ を、高分離・高速分析が必要な場合は He や H₂ を用いるなどを、容易に算出・制御することが出来ます。ガスセレクトタの詳細はアプリケーションニュース G328 をご参照ください。



図4 ガスセレクトを用いたキャリアガス切り替え機能の画面

■ キャリアガスに適した線速度を用いた分析例

EZGC®により検討した線速度(表1)を利用してN₂により分析を行ったところ、図5に示すクロマトグラムが得られました。分析時間はヘリウムガスの時(図6)と比較すると長くなりましたが、C18:0とC18:1の分離度(R)を評価したところ、窒素キャリア：R=0.93、ヘリウムキャリア：R=0.90、でほぼ同等の分離度となっていることを確認しました。

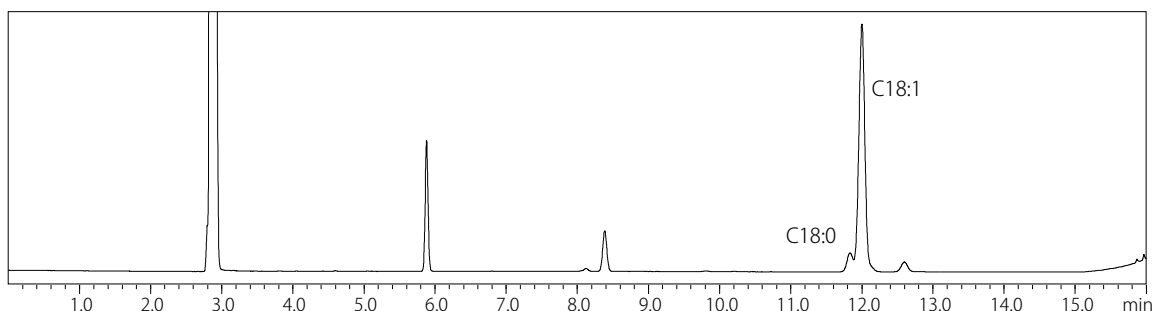


図5 N₂を使用した際のクロマトグラム

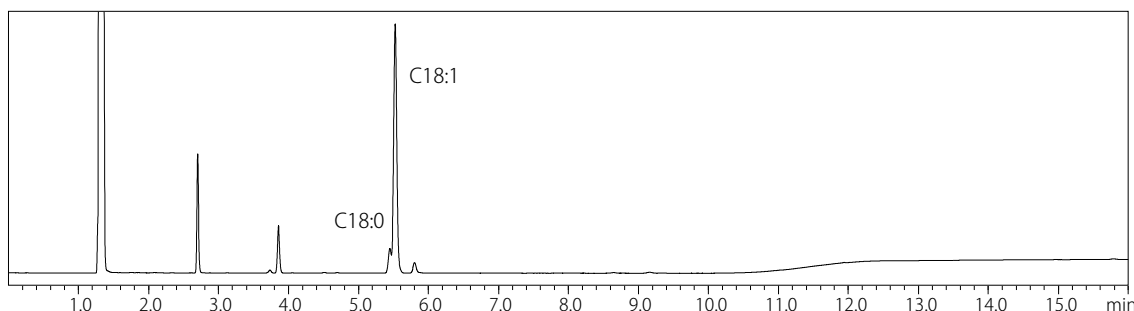


図6 Heを使用した際のクロマトグラム

謝辞：本アプリケーションニュースで紹介しているデータはSGS ジャパン株式会社からご提供頂きました。

Nexis および LabSolutions は、株式会社 島津製作所の日本およびその他の国における商標です。EZGC は、Restek Corporation の米国およびその他の国における商標または登録商標です。EZGC®は RESTEK 社の Web サイトにアクセスしてご利用ください。ブラウザ上のプログラムが稼働しない場合は画面下部にあるダウンロード版アプリをお使いください。

表1 分析条件

| | |
|---------------------|--|
| Injection | : スプリット (1:50)、320℃ |
| Carrier Gas | : He、N ₂ |
| Carrier Gas Control | : カラム線速度 He 40.0 cm/sec N ₂ 18.1 cm/sec (EZGC®により検討) |
| Column | : BP-1 (25 m×0.32 mm I.D.、1.0 μm) |
| Column Temp | : He 250℃ (10 min) - 50℃/min - 300℃ (5 min) N ₂ 250℃ (15 min) - 50℃/min - 300℃ (5 min) |
| Detector | : 水素炎イオン化型検出器 (FID)、320℃ |

※ EZGC®による最適な線速度の算出は、Nexis™ GC-2030に加えて、GC-2010シリーズ、GC-2025、GC2014 (キャピラリーモデル) に適応しています。

※ オプションのガスセレクトは Nexis™ GC-2030 のみ使用可能です。

■ まとめ

キャリアガスを He から N₂に変更することを想定して、EZGC® Method translator を利用しました。現在利用している He の条件を入力するだけで、容易に N₂での最適な線速度条件を得られることが確認できました。

また、ガスセレクトを使用すると、LabSolutions™内で、簡単にキャリアガスを切り替えることが可能です。連続分析中でもキャリアガスを自動で切り替えることが可能で、必要な分離が異なり、それぞれに適したキャリアガスを用いる複数の分析も、一斉に自動で行うことが可能となります。