

キャピラリー GC における分析時間の短縮（その 5） 分析時間に関する要因（昇温分析）

Reduction of Analysis Time in Capillary GC

— Factors Related to Analysis Time (Analysis with Temperature Program)—

前回のアプリケーションニュースでは分析時間短縮のための基礎的な情報として、カラム温度、キャリヤガス線速度、カラムの長さ、液相膜厚を変化させると分析時間や分離がどのように変化するかを恒温分析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、昇温分析について同様の実験を行いましたのでご紹介します。

無極性カラムを用い、トルエン、エチルベンゼン、m-キシレン+p-キシレン、o-キシレンのリテンションタイムと分離度について評価しました。

Fig.1に昇温速度を5 /min, 10 /min, 20 /minと変えた場合のクロマトグラムを示しました。Table 1にリテンションタイムと分離度を示しました。昇温速度を4倍にすると分析時間が約1/2になり、分離度が20~30%低下しました。

Fig.2にキャリヤガス線速度を20cm/s, 40cm/s, 80cm/sと変えた場合のクロマトグラムを示しました（昇温速度：5 /min）。Table 2にリテンションタイムと分離度を示しました。キャリヤガス線速度を4倍にすると分析時間が約1/2になりました。線速度を4倍に変えた場合でも分離度の低下はほとんどみられませんでした。

Fig.3にカラム長さを30m, 60mと変えた場合のクロマ

トグラムを示しました（昇温速度：10 /min, 線速度：40cm/s）。Table 3にリテンションタイムと分離度を示しました。カラム長さを半分にすると分析時間が約2/3に、分離度は約10~20%低下しました。

Fig.4に液相膜厚を1 μm, 0.25 μmと変えた場合のクロマトグラムを示しました（昇温速度：5 /min, 線速度：40cm/s）。Table 4にリテンションタイムと分離度を示しました。液相膜厚を1/4にすると分析時間が約1/2に、分離度は約10~20%低下しました。

以上のことから、昇温分析の場合、昇温速度を4倍にする、キャリヤガス線速度を4倍にする、カラム長さを1/4にする、液相膜厚を1/4にすると分析時間が約半分に短縮できることがわかりました。しかしこれらの手法をとると、ほとんどの場合、分析時間短縮に伴い分離の低下も見られました。比較的分離が低下しにくいと考えられるのはキャリヤガス線速度を増加させることでした。

昇温分析で手軽に分析時間を短縮する方法は、恒温分析と同様に、キャリヤガス線速度を速くすることです。分離に余裕があるならば、分離が許す範囲まで昇温速度を速くすることも有効です。これ以外の方法は、代替カラムが必要になりますので費用と手間がかかります。

T. Wada

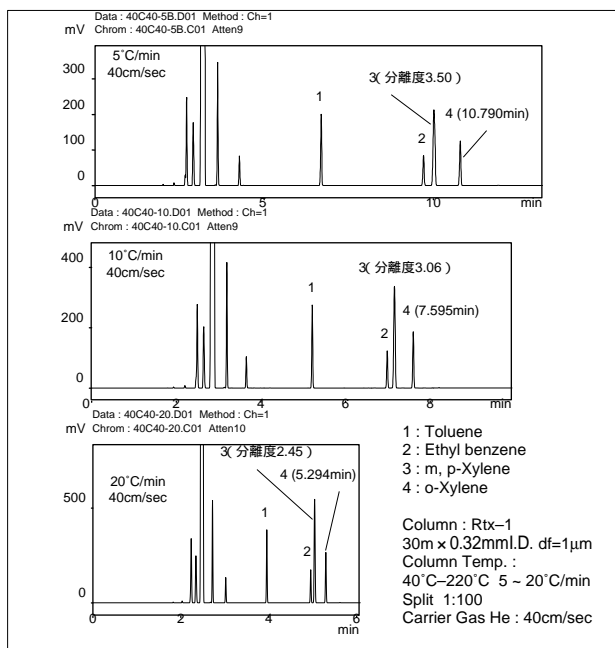


Fig.1 分析時間に関する要因 1 昇温速度とRtの関係
Factors Related to Analysis Time 1-Relationship between Heating Rate and Retention Time

Table 1 分析時間に関する要因 1 昇温速度とRtの関係
Factors Related to Analysis time 1-Relationship between Heating Rate and Retention Time

	5 /min 40cm/sec	10 /min 40cm/sec	20 /min 40cm/sec			
	Rt (min)	分離度	Rt (min)	分離度	Rt (min)	分離度
Toluene	6.685		5.209		3.952	
Ethylbenzene	9.706	47.88	6.980	40.87	4.951	32.16
m, p-Xylene	10.011	3.50	7.151	3.06	5.041	2.45
o-Xylene	10.790	8.73	7.595	7.88	5.294	6.79

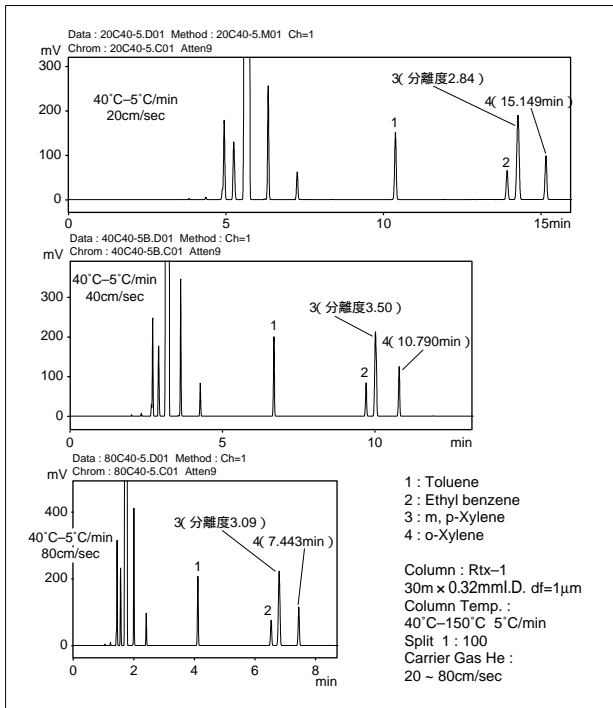


Fig.2 分析時間に関する要因2 キャリヤガス線速度とRtの関係
Factors Related to Analysis Time 2-Relationship between Carrier Gas Linear Velocity and Retention time

Table 2 分析時間に関する要因2 キャリヤガス線速度とRtの関係
Factors Related to Analysis Time 2- Relationship between Carrier Gas Linear Velocity and Retention Time

	5 /min 20cm/sec	5 /min 40cm/sec	5 /min 80cm/sec
	Rt (min)	分離度	Rt (min) 分離度
Toluene	10.371		6.685 4.112
Ethylbenzene	13.916 36.29		9.706 47.88 6.530 37.91
m, p-Xylene	14.258 2.84		10.011 3.50 6.794 3.09
o-Xylene	15.149 7.29		10.790 8.73 7.443 7.47

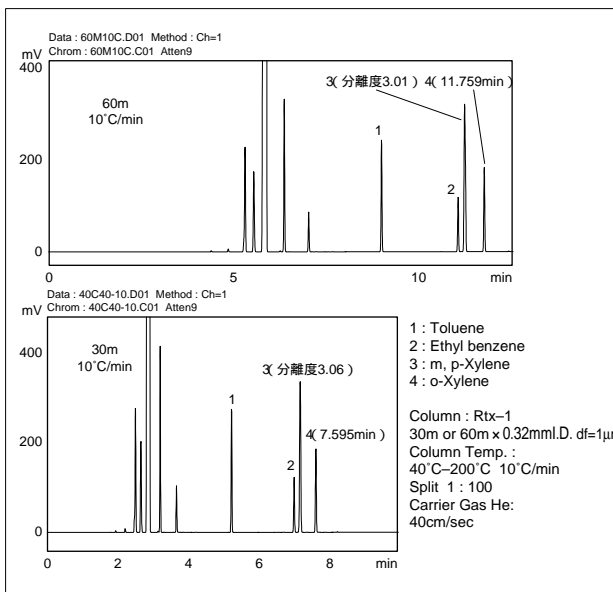


Fig.3 分析時間に関する要因3 カラム長さとの関係
Factors Related to Analysis Time 3- Relationship between Column Length and Retention Time

Table 3 分析時間に関する要因3 カラム長さとの関係
Factors Related to Analysis Time 3-Relationship between Column Length and Retention time

	30m 40cm/sec		60m 40cm/sec	
	Rt (min)	分離度	Rt (min)	分離度
Toluene	5.209		8.985	
Ethylbenzene	6.980	40.87	11.052	44.56
m, p-Xylene	7.151	3.06	11.228	3.01
o-Xylene	7.595	7.88	11.759	9.01

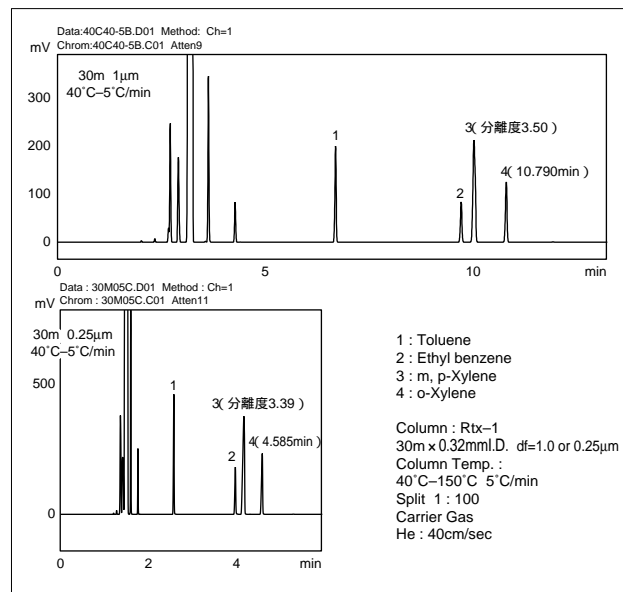


Fig.4 分析時間に関する要因4 カラム膜厚との関係
Factors Related to Analysis Time 4-Relationship between Film Thickness and Retention Time

Table 4 分析時間に関する要因4 カラム膜厚との関係
Factors Related to Analysis Time 4-Relationship between Film Thickness and Retention Time

5 /min	30m x 0.25µm, 0.25 µm		30m x 0.25µm, 1 µm	
	Rt (min)	分離度	Rt (min)	分離度
Toluene	2.573		6.685	
Ethylbenzene	3.971	41.10	9.706	47.88
m, p-Xylene	4.165	3.39	10.011	3.50
o-Xylene	4.585	6.77	10.790	8.73

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

いろいろな分析アプリケーションニュース類は
<http://www.an.shimadzu.co.jp/support/support.htm>
でご覧いただけます。

会員制情報提供サービス「Shim-Solution 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。