

Application News

No. G302A

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、カラムオープンを経験して急冷すると、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。

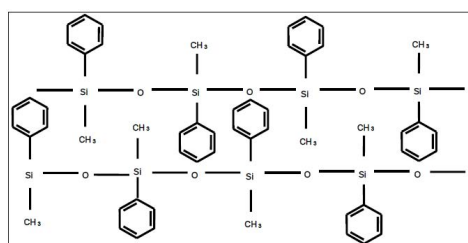


図 1-1 高温時の液相構造モデル

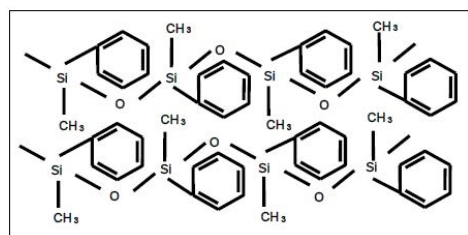


図 1-2 低温時の液相構造モデル

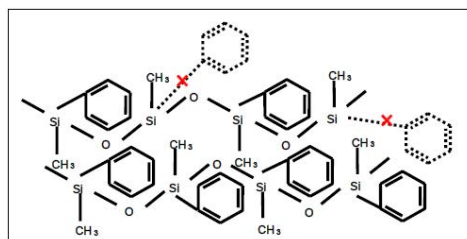


図 1-3 急冷後の液相構造モデル

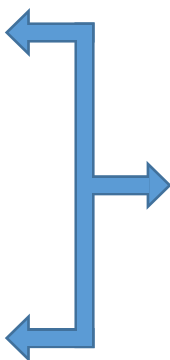


図 1 カラム液相のモデル図

■ 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 μ L
Split Ratio	: 1:50
Injection Temp.	: 250 $^{\circ}$ C
Carrier Gas	: He
Carrier Gas Control	: 線速度一定 (30 cm/sec.)
Column	: SH-50 (30 m \times 0.32 mm I.D., 1.00 μ m) *1
Column Temp.	: 40 $^{\circ}$ C (0 min.) - 4 $^{\circ}$ C/min. - 280 $^{\circ}$ C (0 min.)
Detector	: FID
Detector Temp.	: 320 $^{\circ}$ C
Detector Gas	: He 32.0 mL/min, Air 200 mL/min
Makeup Gas	: He (24 mL/min)

*1 P/N : 227-36167-01

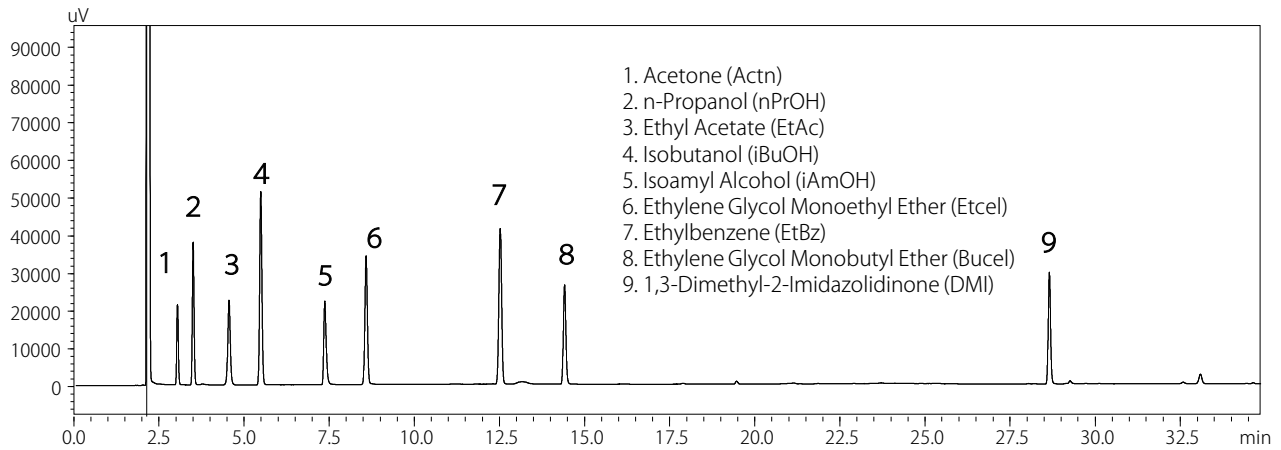


図2 9種類の化合物のクロマトグラムの拡大図

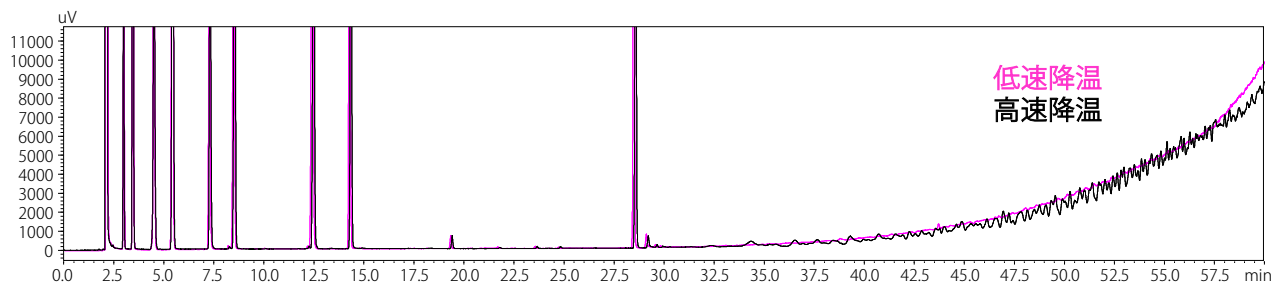


図3 高速降温および低速降温の100回目のベースラインの拡大図

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

■ ベール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。

■ 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またはその関係社の日本およびその他の国における商標です。