

キャピラリカラムによる水溶液分析の再現性向上のために

For repeatability improvement of the aqueous solution analysis by the capillary column

水を溶媒とした試料をキャピラリカラムを用いてスプリット分析すると、再現性良く分析することが難しい場合があります。これは主に

- ・ 水は気化潜熱が大きいいため、試料気化室内で瞬間的な気化がうまくいかず、スプリットポイントでの挙動が安定しないこと
- ・ 気化体積が大きいため、ガラスインサートの容量を超えた試料蒸気があふれてしまうこと

などが原因とされています。

スプリット分析では試料のガラスインサート通過速度が速いため、効率良く熱交換を行わないと十分な気化が行えません。再現性良く分析するためには、ガラスインサートにシリカウールを詰めて熱容量を増やし、気化効率を上げる必要があります。シリカウールは熱容量を増やすだけでなく、気化した試料を均一にミキシングする効果もあり、スプリット分析時には必要不可欠なものといえます。

S.Shibamoto

ウイスキー中のアルコール分析

Analysis of alcohol in whisky

GC-2010やGC-2014付属のシリカウール (P/N: 221-48600, 225-09147) を使用する場合、標準では10 mgを詰めることになっていますが、水溶液の場合にはさらに充填量を増やして熱容量を増大させることで再現性を向上させることができます。

シリカウール充填量を20 mgに増やしてウイスキー中のアルコール分析を行いました。試料注入にはAOC-20iを使用しました。シリカウールの充填量を増やしたことで、水溶媒の試料でも良好な再現性が得られました。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Stabilwax 30 m × 0.25 mm I.D. df=0.25 μm
Column Temp.	: 70 °C(2 min)-20 °C/min-120 °C(1.5 min)
Carrier Gas	: He 30 cm/sec (103.6 kPa, 1.2 mL/min)
Injection port	: 250 °C
Split Ratio	: 1:30
Detector	: 280 °C FID-2010
Injection volume	: 1 μL AOC-20i

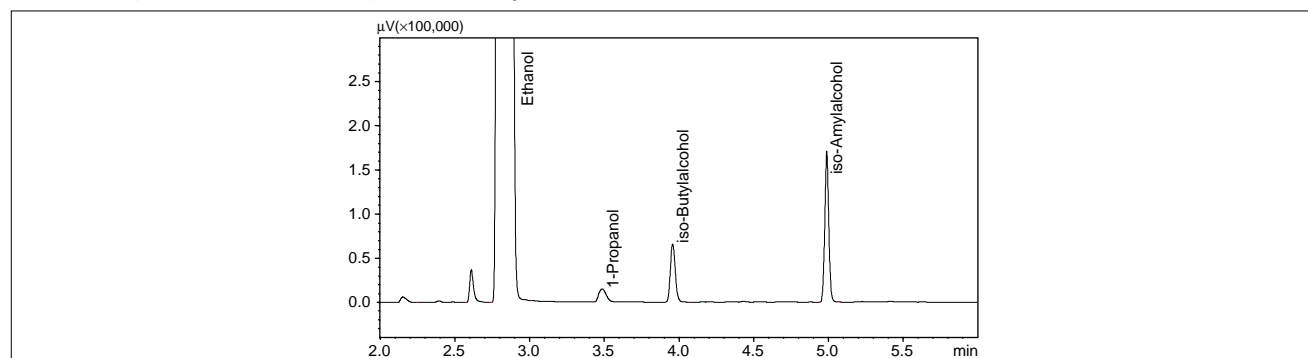


Fig.1 スコッチウイスキー中のアルコール分析
Analysis of alcohol in Scotch

Table 2 再現性
Repeatability of alcohol

保持時間	1	2	3	4	5	平均	C.V.%
Ethanol	2.854	2.854	2.854	2.854	2.854	2.8540	0.000
1-Propanol	3.489	3.488	3.488	3.487	3.487	3.4878	0.024
iso-Butyl alcohol	3.959	3.959	3.959	3.959	3.958	3.9588	0.011
iso-Amyl alcohol	4.991	4.991	4.991	4.990	4.990	4.9906	0.011
ピーク面積	1	2	3	4	5	平均	C.V.%
Ethanol	75689200	75504352	75404960	75311975	75309397	75443976.8	0.210
1-Propanol	50548	50371	50296	50357	50324	50379.2	0.196
iso-Butyl alcohol	151177	150702	150407	150394	150309	150597.8	0.237
iso-Amyl alcohol	317582	316458	316064	316149	315915	316433.6	0.212
ピーク高さ	1	2	3	4	5	平均	C.V.%
Ethanol	21989563	21988433	21965308	21966209	21989623	21979827.2	0.058
1-Propanol	14721	14670	14401	14541	14506	14567.8	0.884
iso-Butyl alcohol	65899	65396	65000	65647	64954	65379.2	0.624
iso-Amyl alcohol	170626	170230	168745	169388	168850	169567.8	0.492

シリカウールの詰めかた

Method of stuffing the silica wool

再現性の向上には、シリカウールをガラスインサートに均一に詰めることが必要です。またその充填位置も大きく影響します。

GC-2010用スプリットインサートのシリカウール標準充填位置（AOC-20i使用時）は、ウール上端がインサート上端から25 mmの位置で、これは注入時のシリンジ針先直下の位置に相当します。吐出された試料が毎回シリカウールに同様に当たるよう、シリカウール上端面を平坦にする事でさらに再現性の改善が期待できます。

GC-2014用スプリットインサートの標準充填位置は、シリカウール上端がガラスインサート上端から20 mmで、これは注入時のシリンジ針先がシリカウールに約5 mm突き刺さる位置に相当します。試料溶媒に熱容量の小さい有機溶剤類を使用した分析では、ウールがシリンジ針先直下に位置する場合（GC-2010用スプリットインサートの標準充填位置）に比べて若干の再現性悪化が見られることはありますが、シリンジ針先の状況（詰まり等）の影響は受け難くなります。ウールをこの位置に充填した場合、インサート交換直後はシリカウールの状態が安定するまでに数回の注入が必要です。

熱容量の大きい水溶媒試料の場合には、20 mmの位置に標準の2倍程度のシリカウールを充填する事で再現性の改善が期待できます。シリンジ針先がシリカウールを突き刺すため、上端より25 mm付近のシリカウール均一度

が重要で、ここが不均一だと（大きな空洞がある等）気化が安定せず再現性が悪化する場合があります。さらに不揮発成分を多く含む試料の場合、残留した不揮発成分が凝縮しウールを押し広げて隙間を生じる場合があるため、十分な充填量が必要になります。充填するシリカウールの種類によって最適な充填量は異なるため、種類の異なるシリカウールを使用する場合は、ウール繊維の太さ（表面積）と重量の比率等に注意が必要です。

均一かつ上端面を平坦にシリカウールを充填するためには、シリカウール充填に簡便な島津インサートウール充填ツール（P/N：092900 島津ジーエルシー）の使用をお勧めします。



Fig.2 インサートウール充填ツール
Silica wool filling up tool

水溶液分析用シリンジ

Syringe for aqueous solution analysis

水溶媒試料をオートインジェクタ用標準シリンジで分析すると、使用中にプランジャ動作が重くなり、再現性が悪化する場合があります。チタン製プランジャのエラストリックシリンジAOC（P/N：221-49548）を用いることで、水溶媒試料分析におけるプランジャの固着を軽減することができます。このシリンジは、セプタムによる針先の詰まり防止（針先形状改善）が施されているため、他の試料分析にも効果的です。



Fig.3 エラストリックシリンジAOC（P/N：221-49548）
Elastic syringe for AOC

本資料は初版または改訂版発行時の情報に基づいて作成されています。

初版発行：2006年3月

 **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

<http://www.an.shimadzu.co.jp>

会員制情報提供サービス「Shim-Solutions 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。

3100-03601-11A-1K
2006.3