



GC注入口のガラスインサートにおける ウール位置の影響

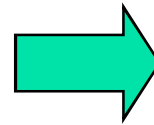
(財団法人 雑賀技術研究所)

○稲垣 江梨、佐々野 僚一、坂口 将進、
小畑 雅一、佐藤 元昭



はじめに

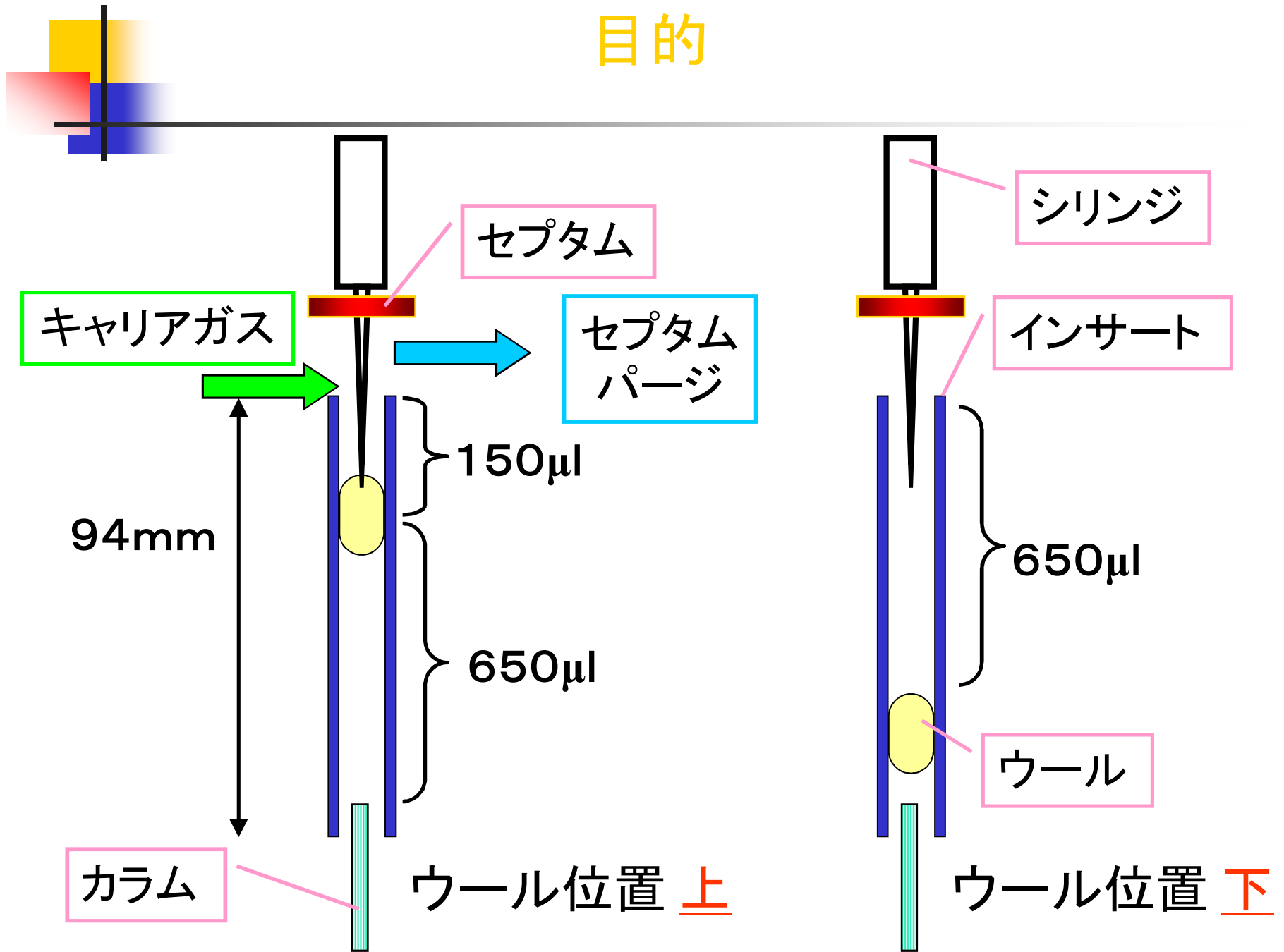
GCにおける
微量成分分析



スプリットレス
注入法

気化した試料を効率よくカラムに導入させる。

目的





検討項目

インサートのウール位置を上または下にした場合の、

- スプリットレス時間(0.2,0.5,1.0,1.5,2.0,3.0分)と試料ピーク面積値(初期圧力 50kPa および150kPa)の関係。
- 注入量に対する試料ピーク面積値の関係。
- 再現性について。



装置および分析条件

装置 : GCMS-QP5050A(島津製作所)

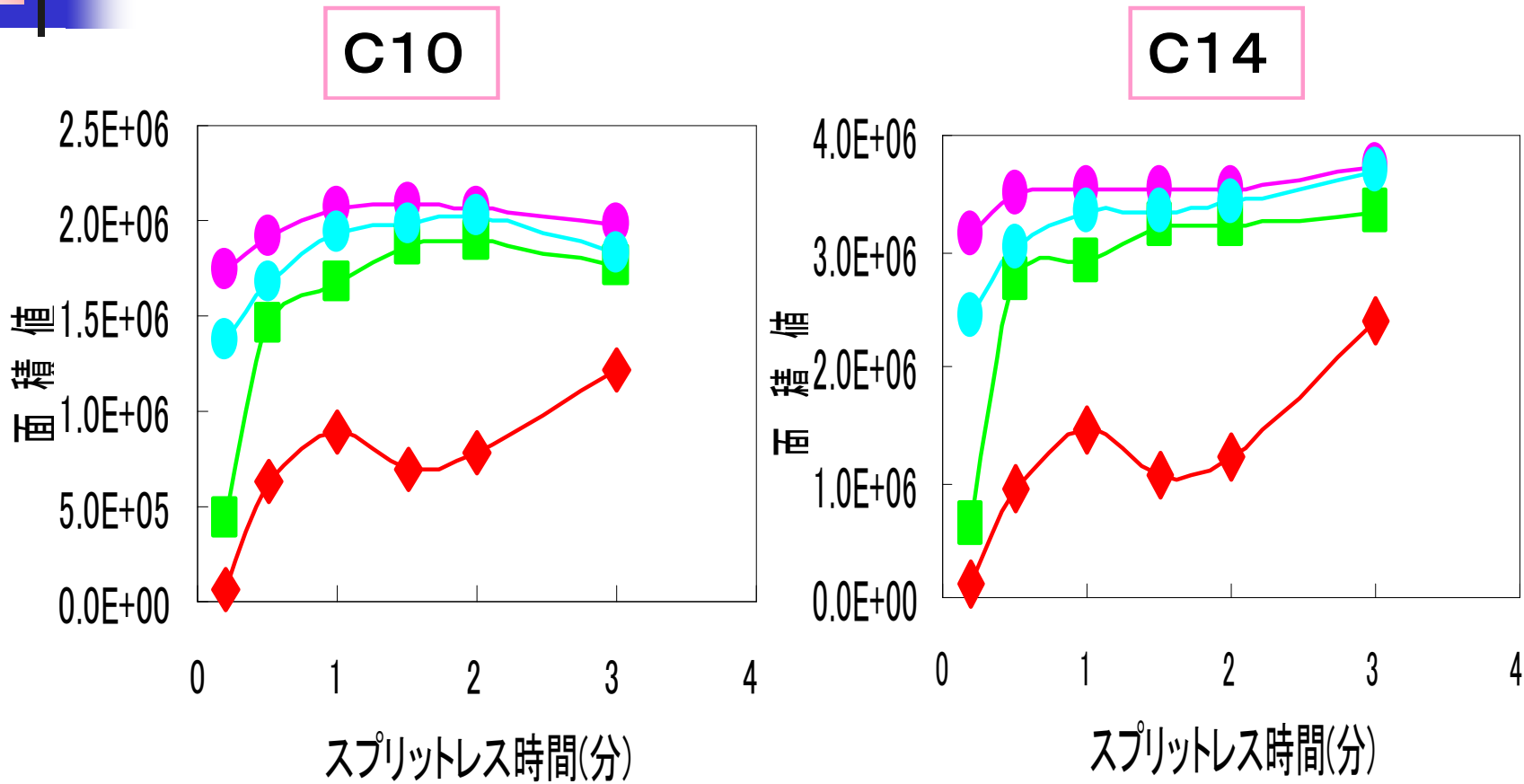
カラム : HP-5MS 30m × 0.25mm I.d., d.f. 0.25 μm

昇温条件 : 40°C(3min) → 10°C/min → 305°C(5min)

注入口温度 : 260°C

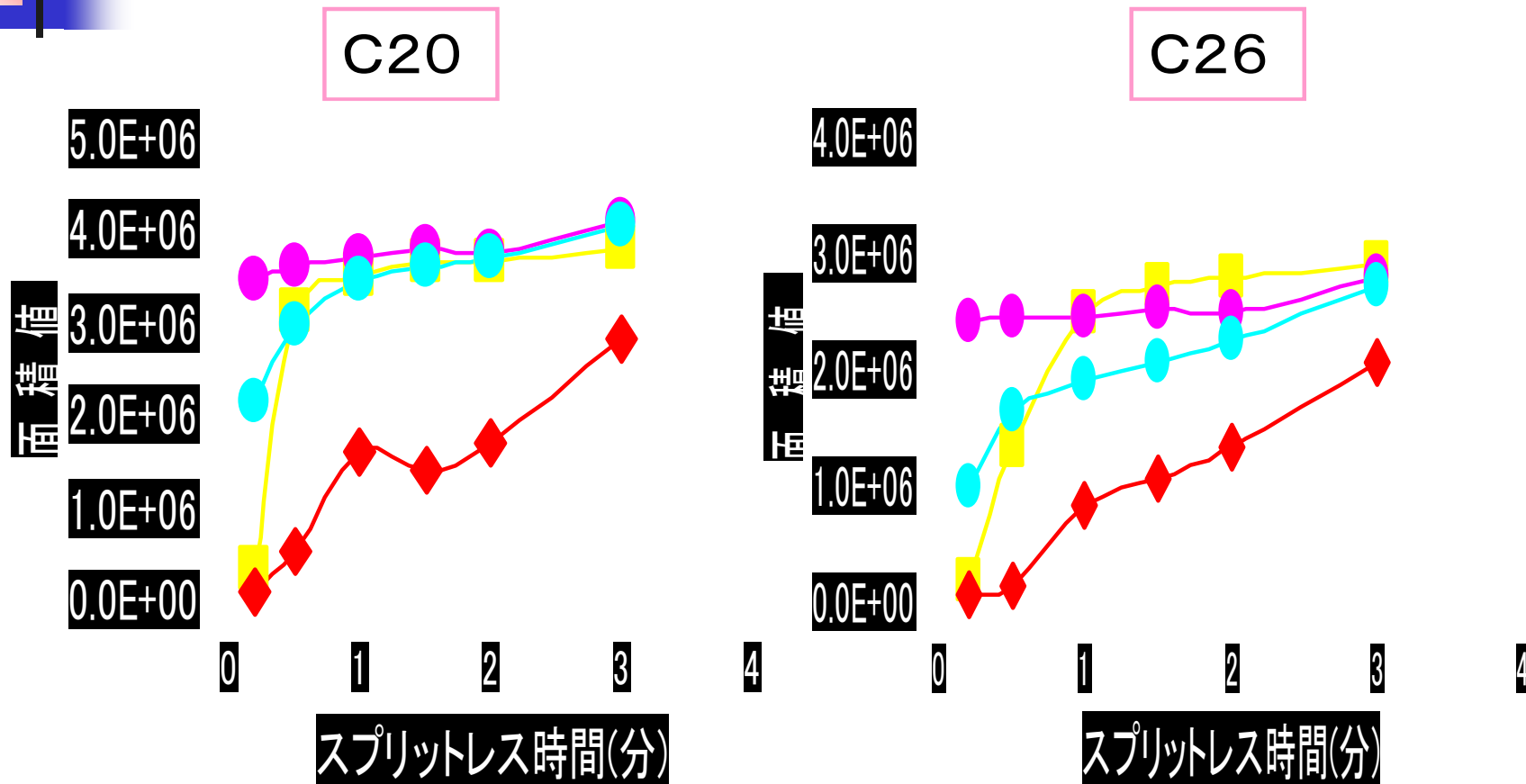
検出法 : SIM、注入法 : スプリットレス

インサートのウール位置を上または下にした場合の、
スプリットレス時間と面積値の関係(1)。



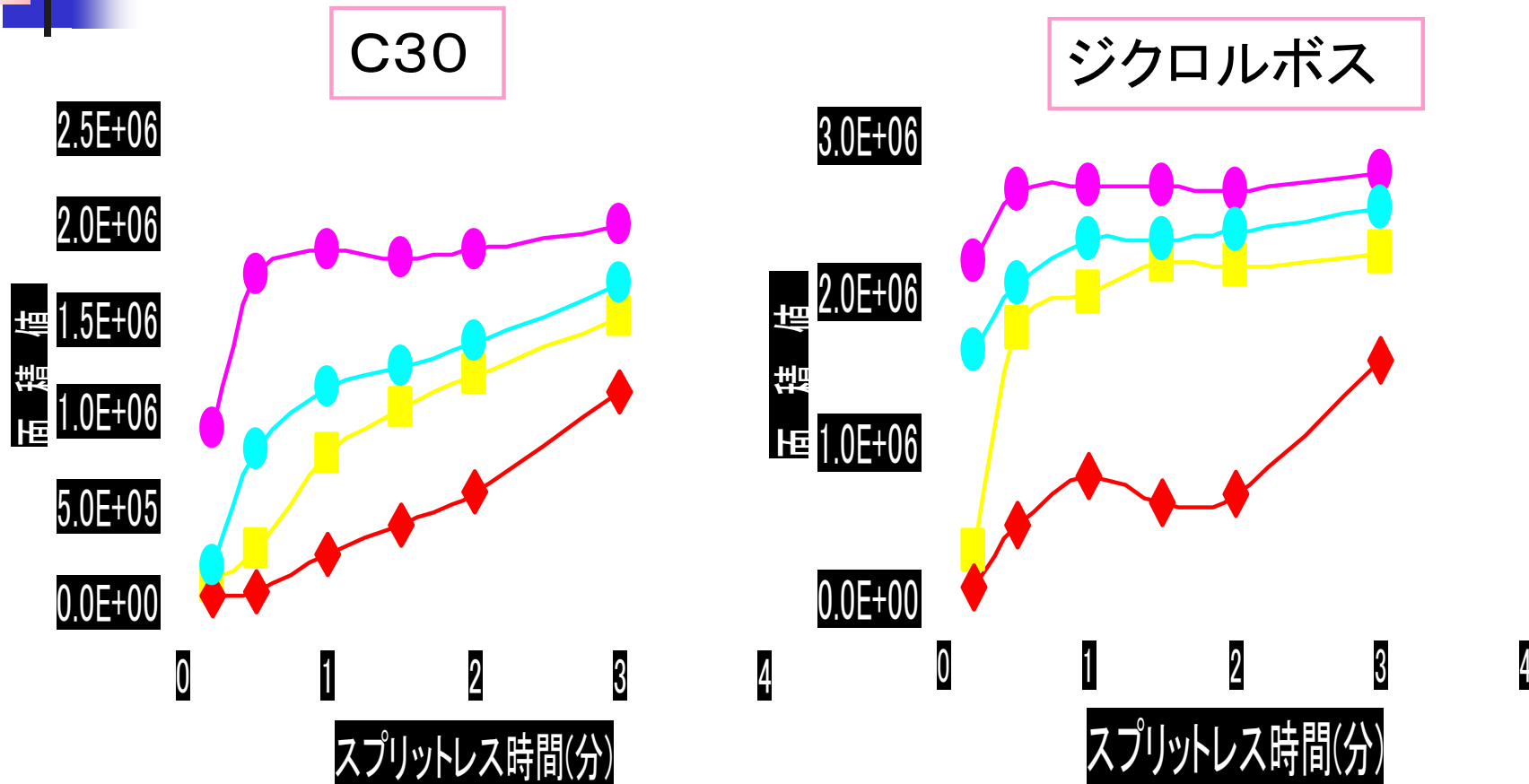
◆ ; ウール位置 上、初期圧力 50kPa、 ■ ; 上、150kPa、
● ; 下、50kPa、 ● ; 下、150kPa

インサートのウール位置を上または下にした場合の、
 スプリットレス時間と面積値の関係(2)。



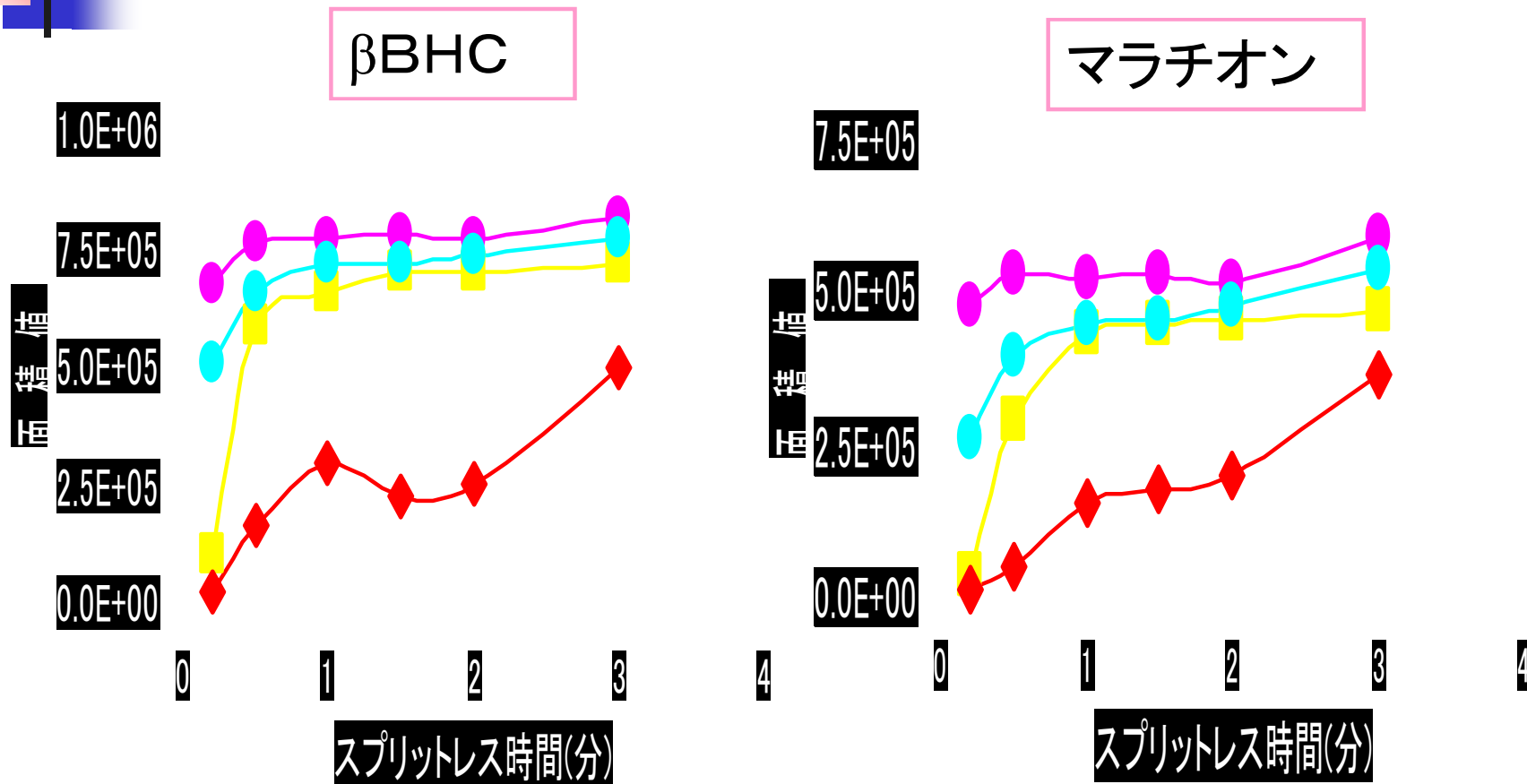
◆ ; ウール位置 上、初期圧力 50kPa、 ■ ; 上、150kPa、
 ● ; 下、50kPa、 ● ; 下、150kPa

インサートのウール位置を上または下にした場合の、
 スプリットレス時間と面積値の関係(3)。



◆ ; ウール位置 上、初期圧力 50kPa、 ■ ; 上、150kPa、
 ● ; 下、50kPa、 ● ; 下、150kPa

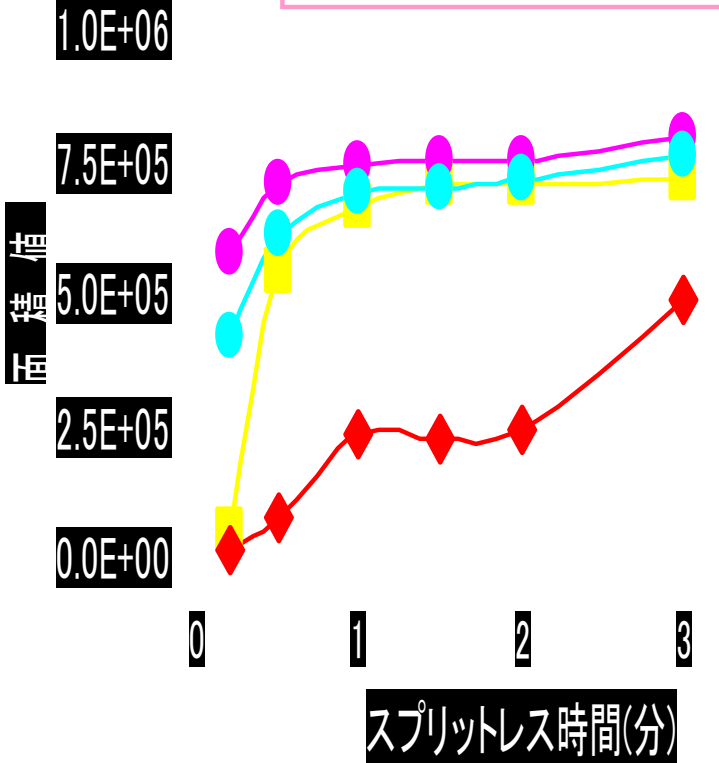
インサートのウール位置を上または下にした場合の、
 スプリットレス時間と面積値の関係(4)。



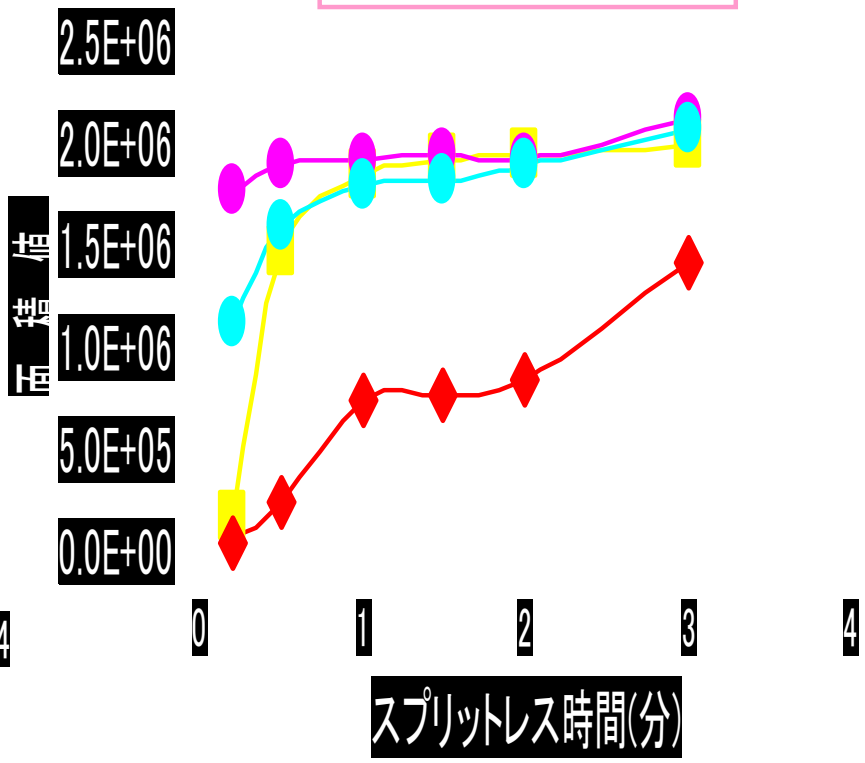
◆ ; ウール位置 上、初期圧力 50kPa、 ■ ; 上、150kPa、
 ● ; 下、50kPa、 ● ; 下、150kPa

インサートのウール位置を上または下にした場合の、
 スプリットレス時間と面積値の関係(5)。

クロルピリホス

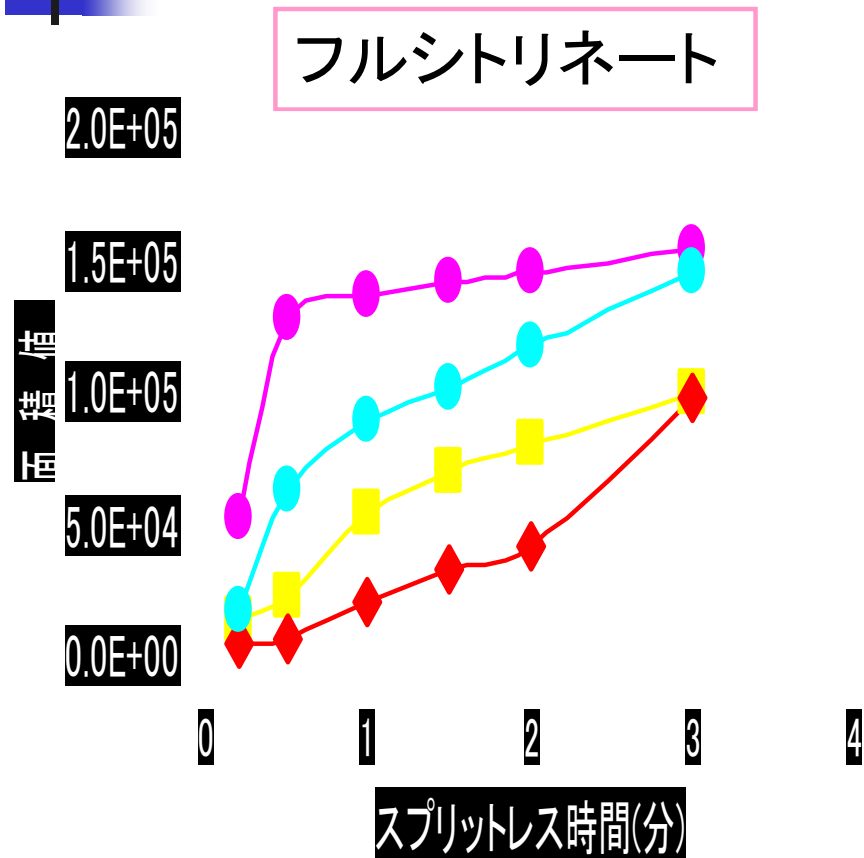


O, P' - DDT



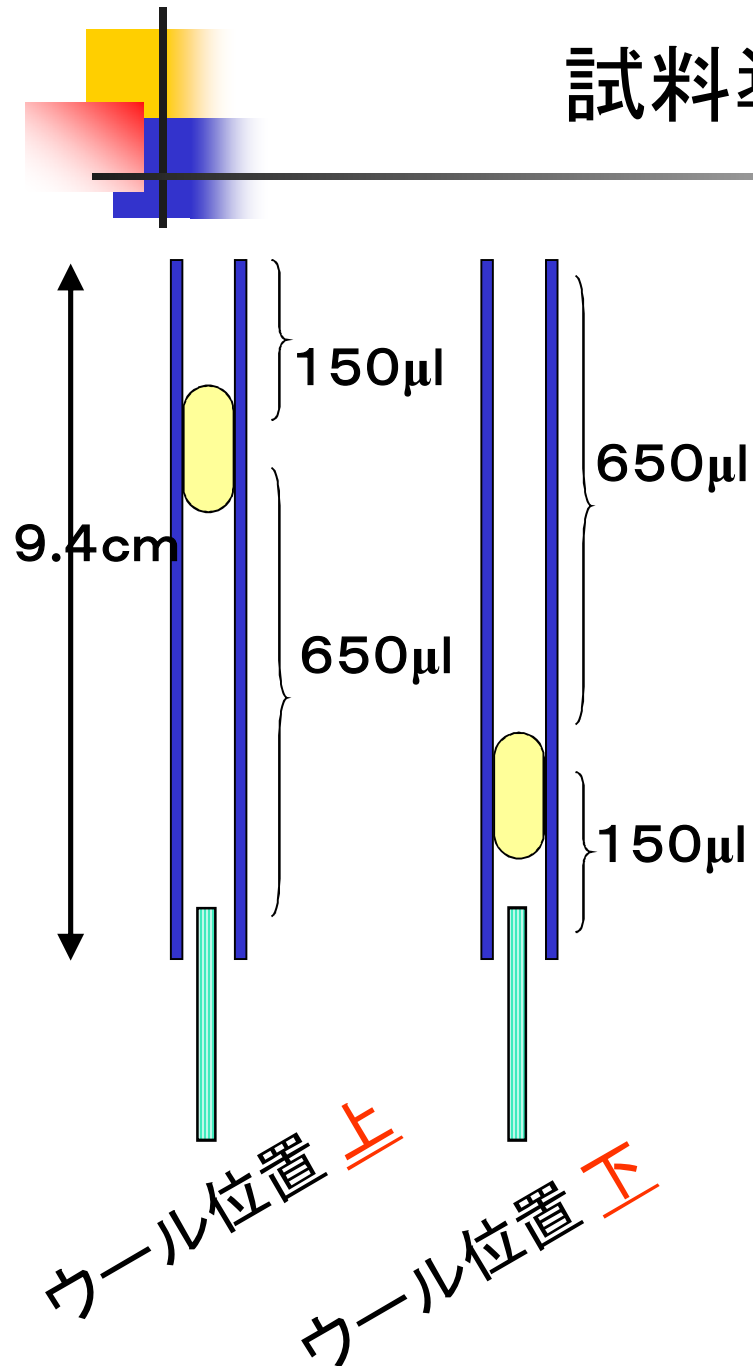
◆ ; ウール位置 上、初期圧力 50kPa、 ■ ; 上、150kPa、
 ● ; 下、50kPa、 ● ; 下、150kPa

インサートのウール位置を上または下にした場合の、
スプリットレス時間と面積値の関係(6)。



◆ ; ウール位置 上、初期圧力 50kPa、 ■ ; 上、150kPa、
● ; 下、50kPa、 ● ; 下、150kPa

試料導入にかかる時間



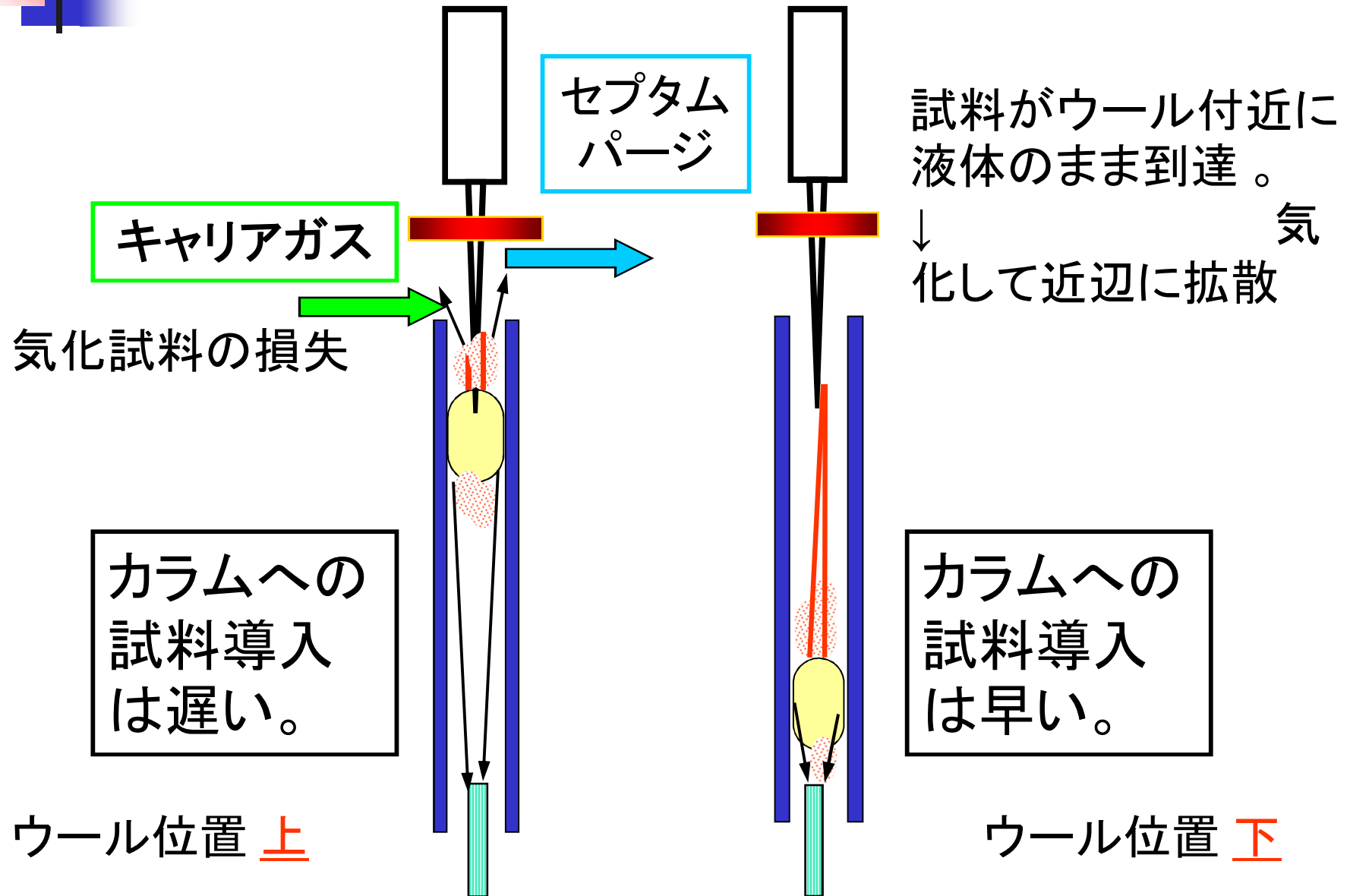
注入口でのキャリアガス流量と線速度

圧力	流量 (ml/min)	線速度 (cm/10sec)
50kPa	1.33	2.22
150kPa	2.20	3.81

カラムへの到達時間

ウール位置	初期圧力 (kPa)	到達時間 (min)
上	50	0.49
上	150	0.30
下	50	0.11
下	150	0.07

カラムへの試料導入について



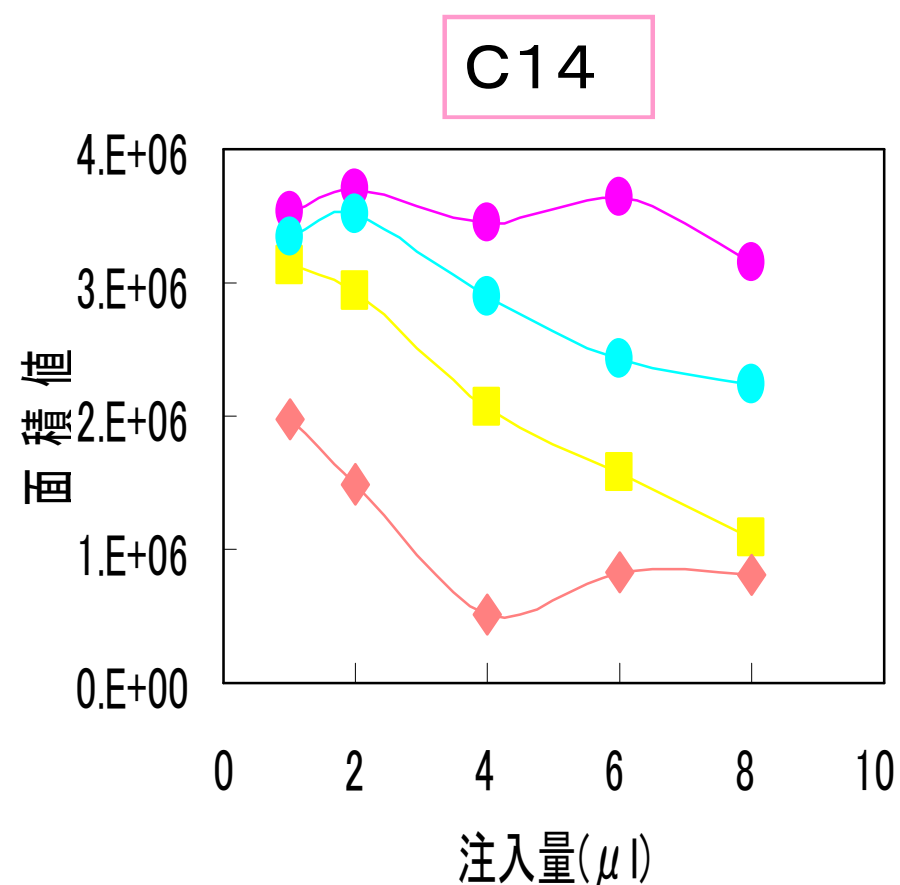
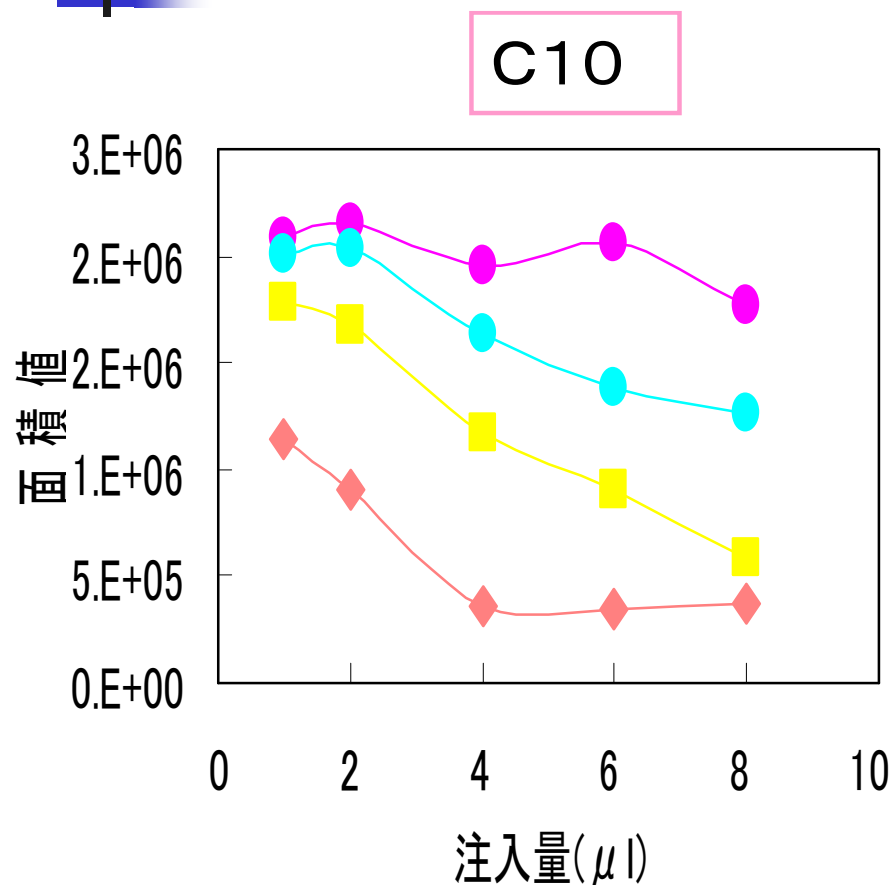


検討項目

インサートのウール位置を上または下にした場合の、

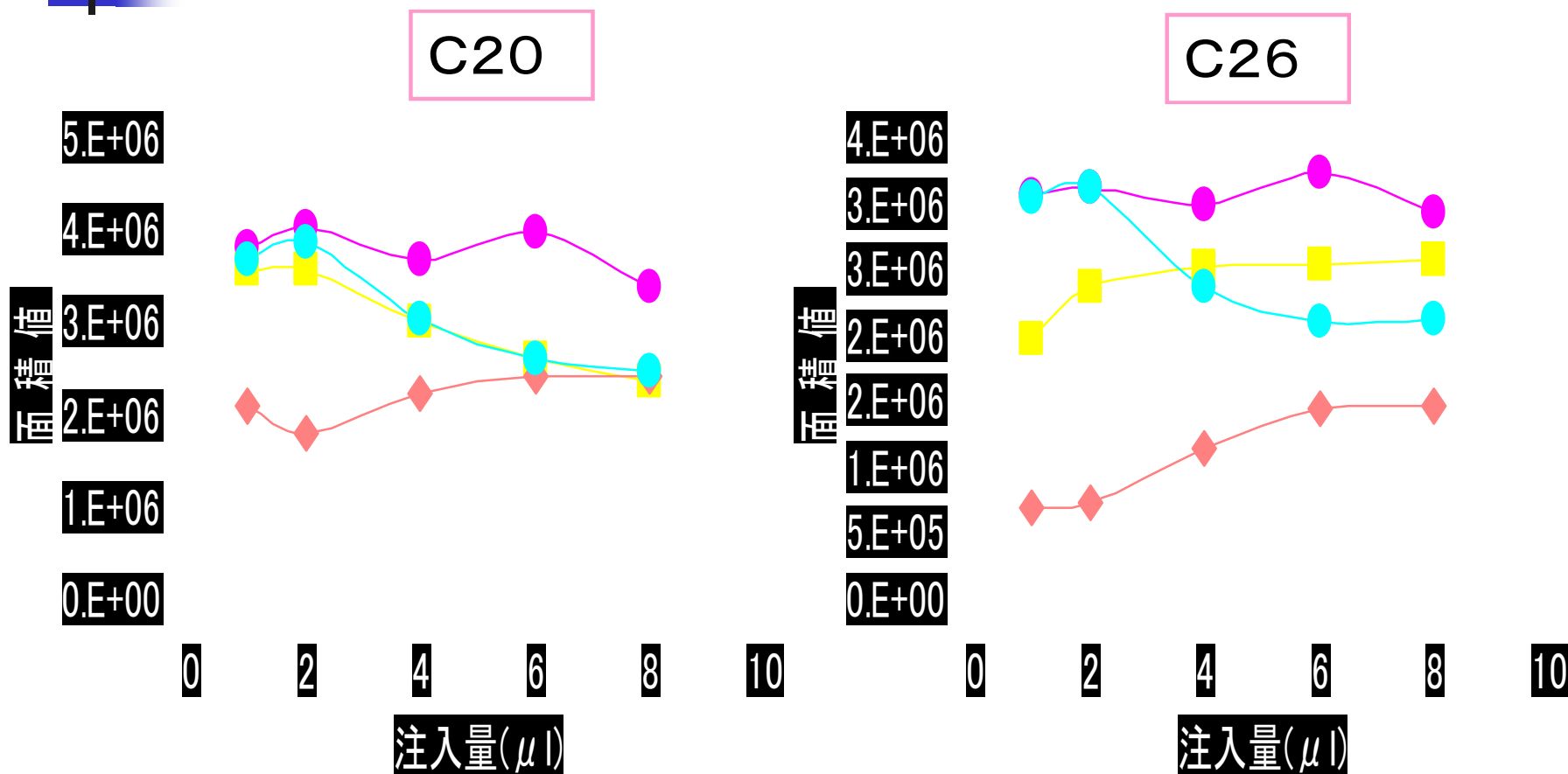
- スプリットレス時間と試料ピーク面積値の関係。
- 注入量(1 μ l、2 μ l、4 μ l、6 μ l、8 μ l)に対する試料ピーク面積値の関係。
- 再現性について。

インサートのウール位置を上または下にした場合の、 注入量と面積値の関係(1)。



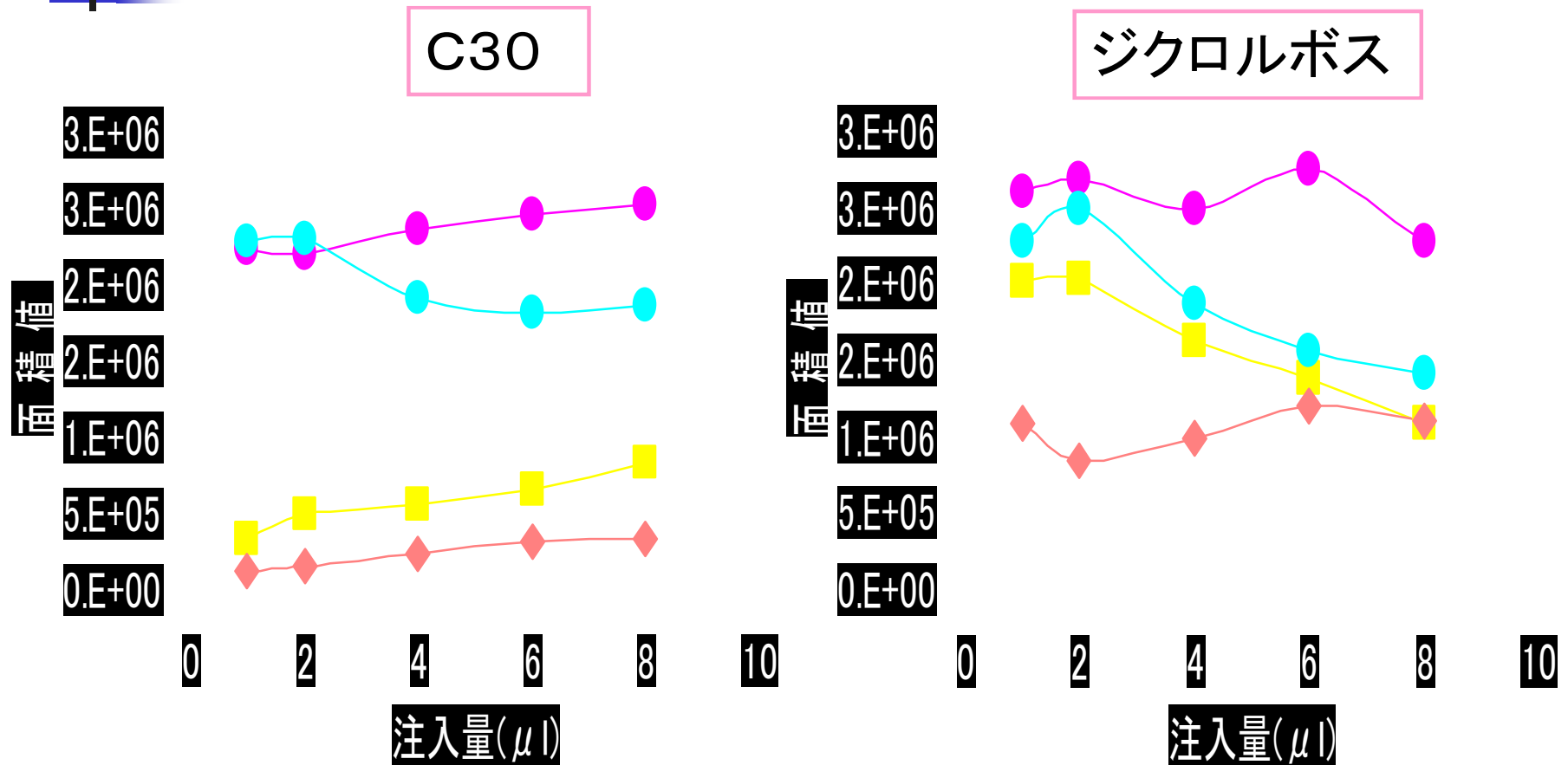
◆ ; ウール位置 上、初期圧力 50kPa、 ■ ; 上、150kPa、
● ; 下、50kPa、 ● ; 下、150kPa

インサートのウール位置を上または下にした場合の、
 注入量と面積値の関係(1)。



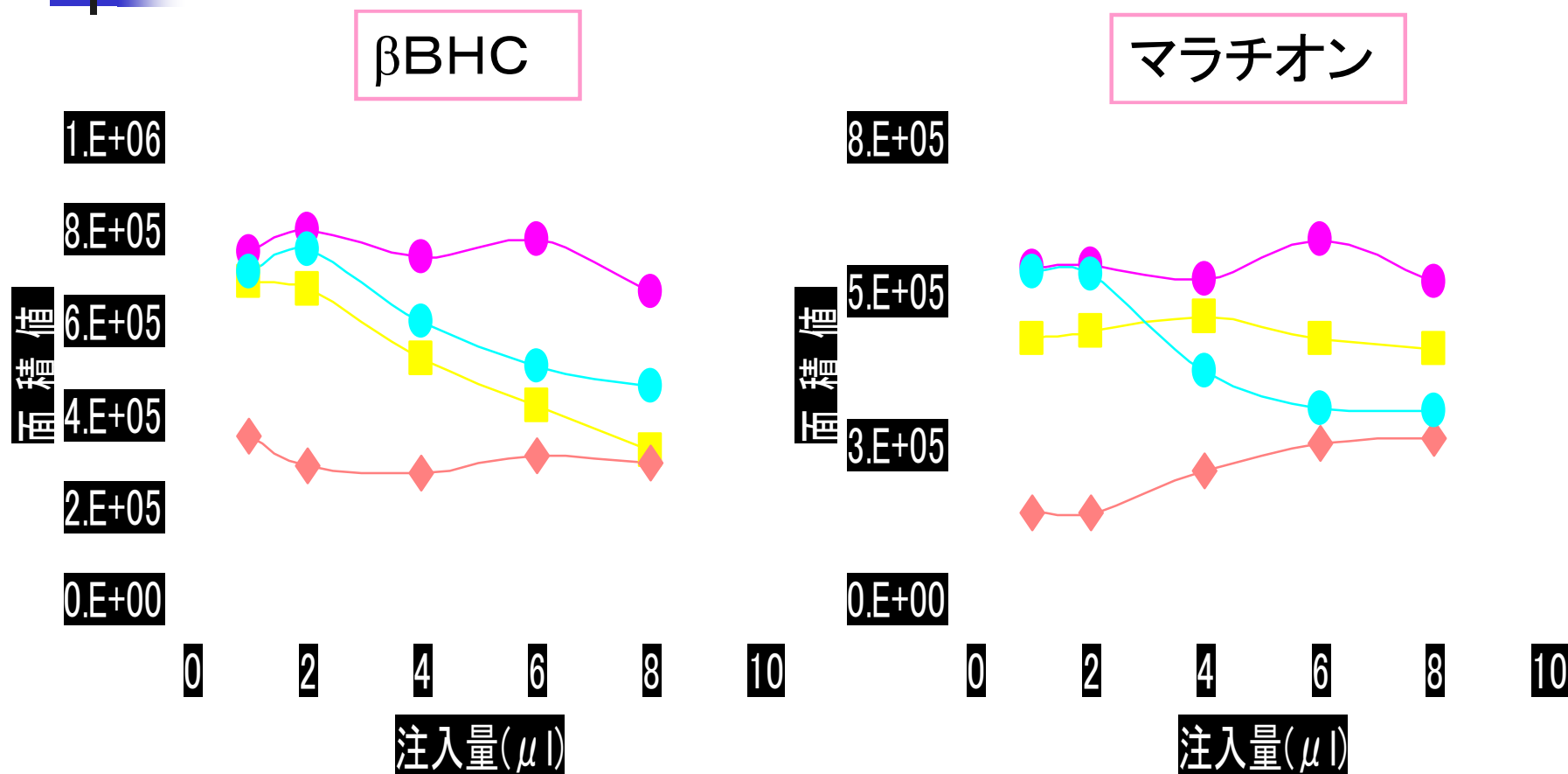
◆ ; ウール位置 上、初期圧力 50kPa、 ■ ; 上、150kPa、
 ● ; 下、50kPa、 ● ; 下、150kPa

インサートのウール位置を上または下にした場合の、
注入量と面積値の関係(1)。



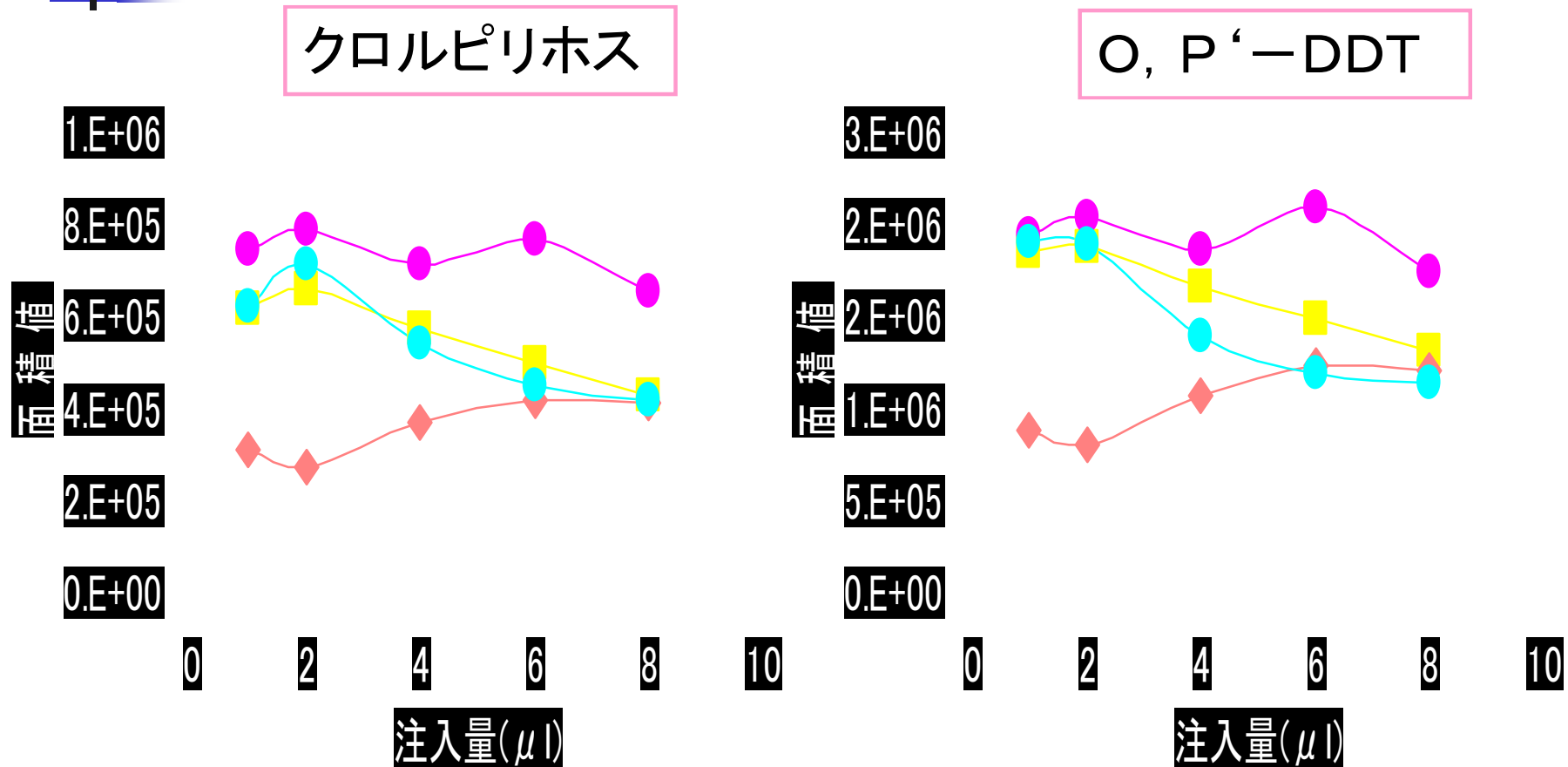
◆;ウール位置 上、初期圧力 50kPa、■;上、150kPa、
●;下、50kPa、●;下、150kPa

インサートのウール位置を上または下にした場合の、
注入量と面積値の関係(1)。



◆ ; ウール位置 上、初期圧力 50kPa、 ■ ; 上、150kPa、
● ; 下、50kPa、 ● ; 下、150kPa

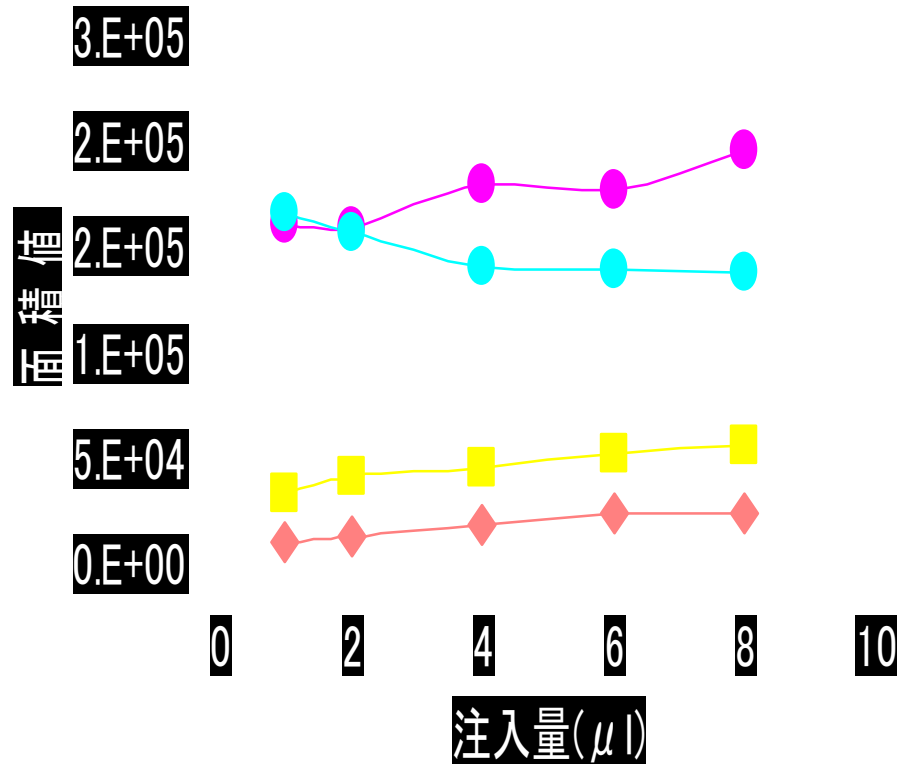
インサートのウール位置を上または下にした場合の、
注入量と面積値の関係(1)。



◆;ウール位置 上、初期圧力 50kPa、■;上、150kPa、
●;下、50kPa、●;下、150kPa

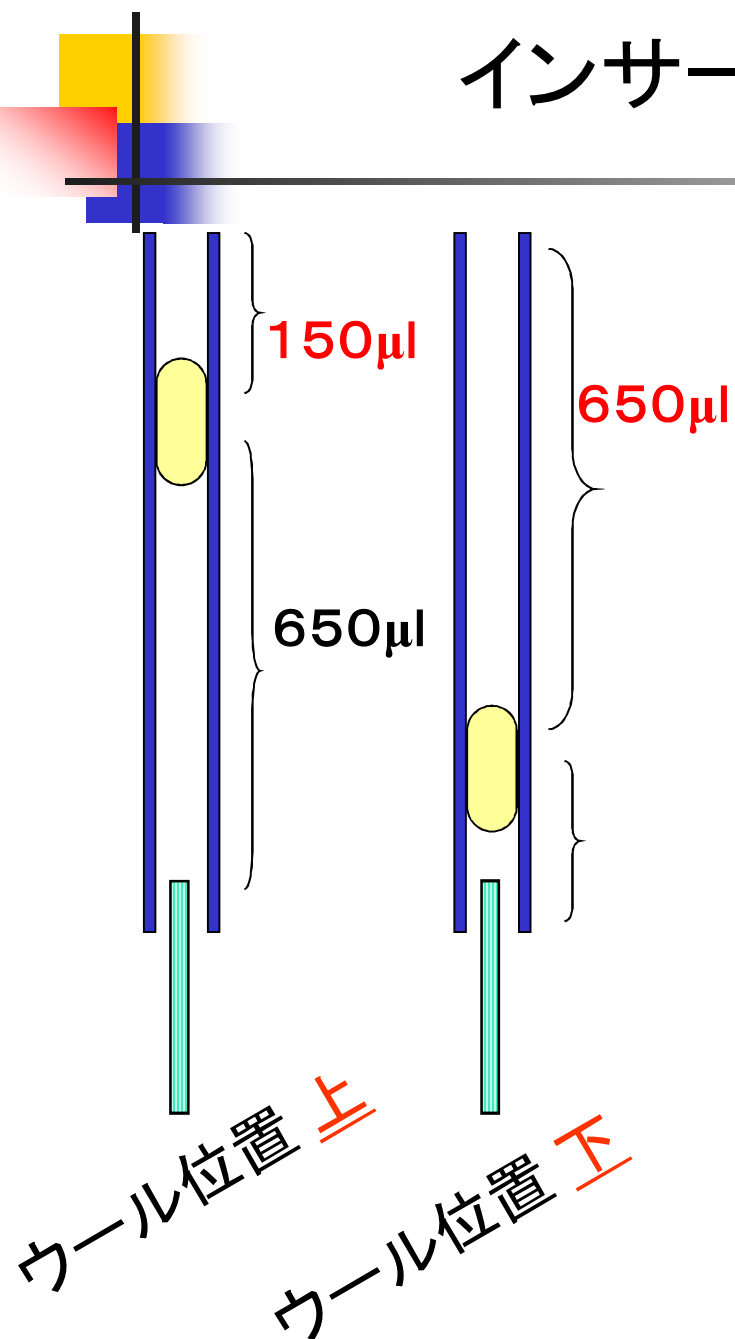
インサートのウール位置を上または下にした場合の、 注入量と面積値の関係(1)。

フルシトリネート



◆ ; ウール位置 上、初期圧力 50kPa、 ■ ; 上、150kPa、
● ; 下、50kPa、 ● ; 下、150kPa

インサート内での気化容積



Hexaneの気化容積(μ l)

	注入量 (μ l)				
圧力	1	2	4	6	8
50kPa	224	448	896	1343	1791
150kPa	135	270	539	809	1079

* 注入口温度: 260 $^{\circ}$ C



まとめ

- 試料の気化はウール位置付近で行われる。
- ウール位置が下部であると、ウールとカラム先端間の容積が小さい。
- ウール位置は、下部であるほうが、カラムへの導入効率が良い。