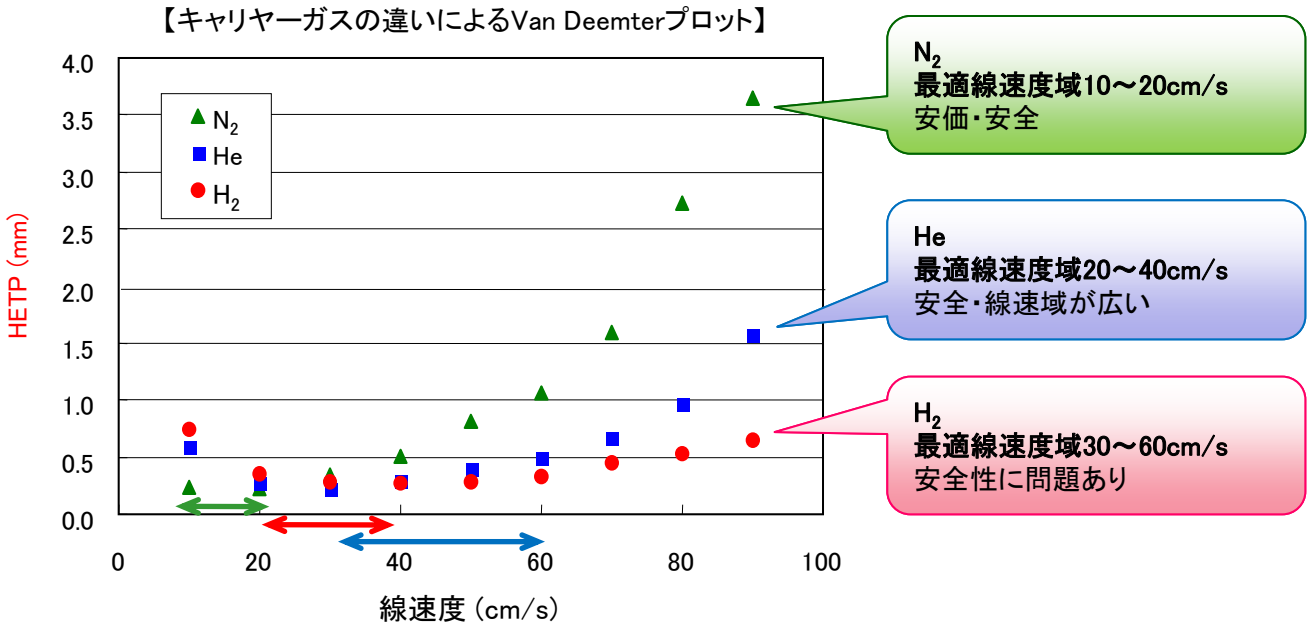
GC分析におけるヘリウム代替キャリヤーのご提案

ガスクロマトグラフィーではキャリヤーガスとして多く使用されるヘリウム（He）ですが、近年、世界的な枯渇問題が続いており、国内でも入手困難な状況が続いています。そのため、代替ガスとして窒素（N_2）や水素（H_2）の需要が高まっています。

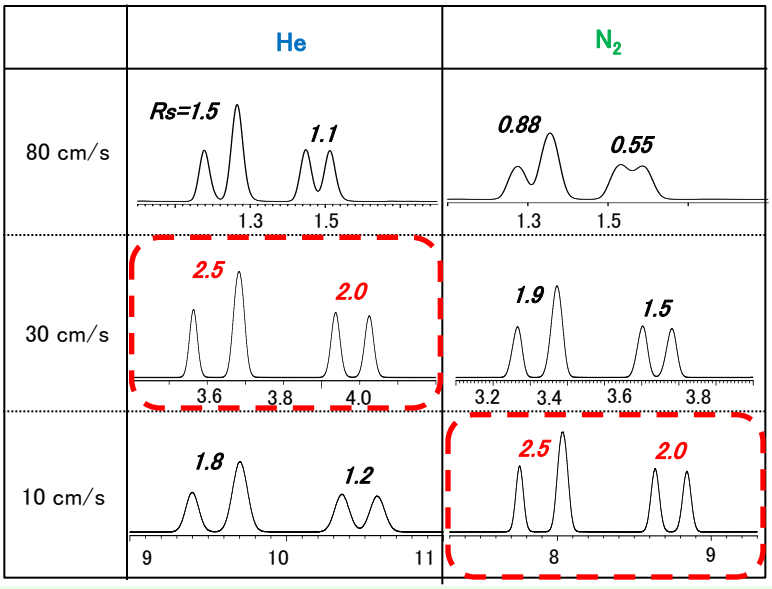
今回、安全で安価な窒素キャリヤーを用いた分析事例と共に、ガス変更の注意点をご紹介いたします。

キャリヤーガス変更時の注意点～線速度～

分析においてキャリヤーガスの線速度は重要なファクターです。線速度が早ければ早いほど分析時間は早くなりますが、良い分離を得るためには最適な線速度で分析する必要があります。キャリヤーガスの種類やカラム内径などにより最適な線速度は異なります。下記のグラフはキャリヤーガス種類によるVan Deemterプロットで、**HETP（理論段相当高さ）が小さいほど分離能力が高いことを表しています。HETPが最小になる線速度が、最適線速度になります。**



キャリヤーガスを変更した際、元の条件をそのまま適用すると十分な分離度が得られない場合があります。そのような場合は使用するキャリヤーガスの最適線速域で分析を行ってください。



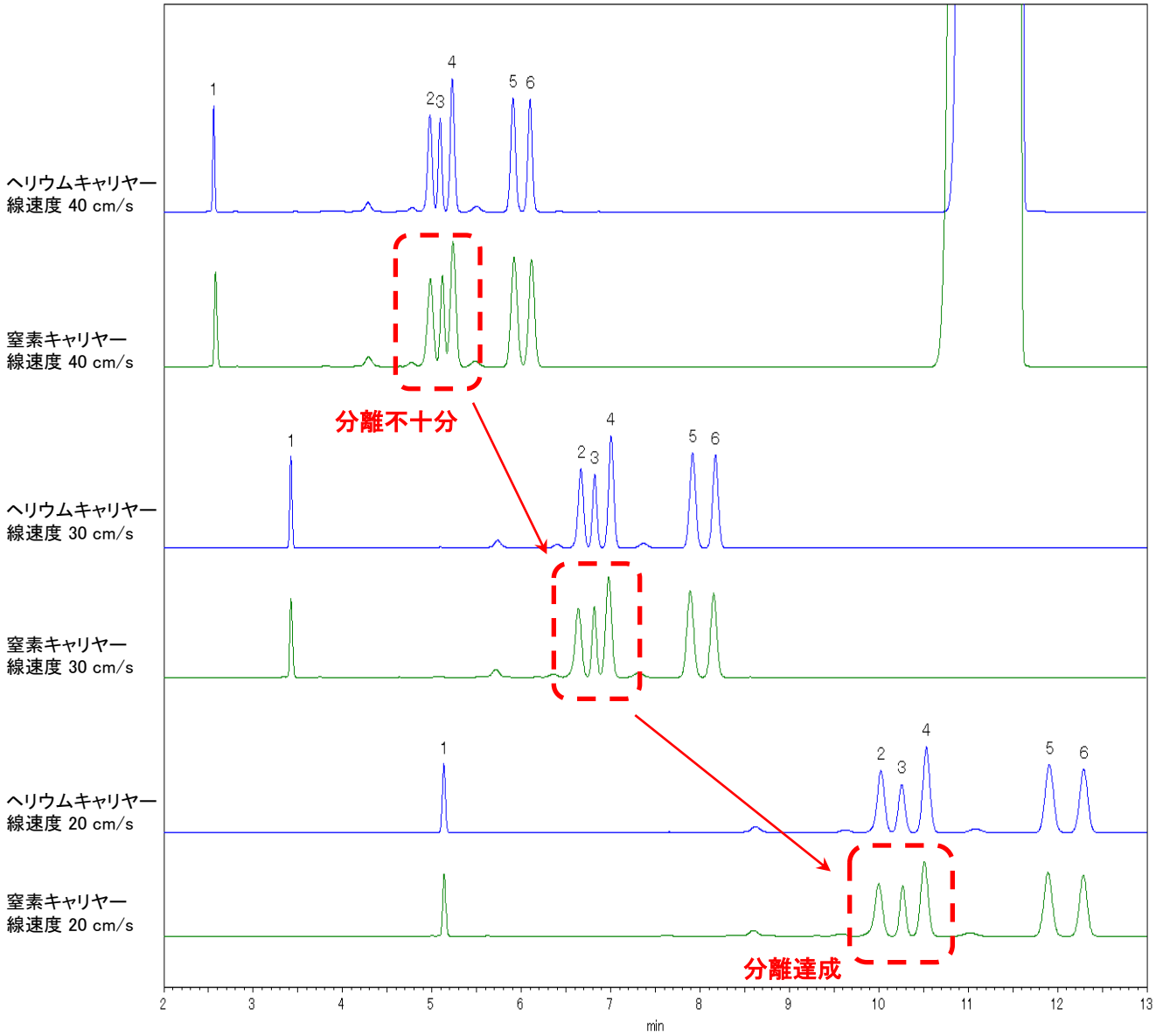
（参考）カラム流量換算式

$$F = u \times 60 \times r^2 \times \pi$$

F：カラム流量（mL/min）
u：平均線速度（cm/s）
r：カラム半径（cm）

キャリヤーガス変更時の注意点～分離パターン比較～

キャリヤーガスをヘリウムから窒素に変更した場合に想定される分析結果への影響について、下記にキャピラリーFIDの同条件で分析した例をご紹介いたします。
※カラム流量は、キャリヤーガス種毎の線速度に合わせて調整しています。



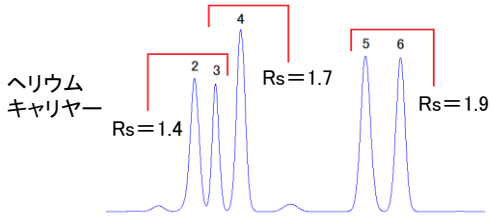
Conditions

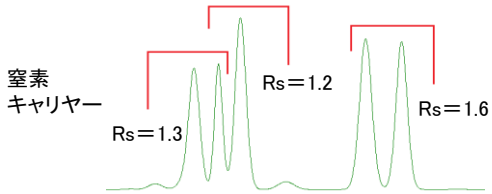
System:	GC4000 Plus type-A
Column:	InertCap Pure-WAX
	0.53 mmI.D. × 60 m df = 1.0 μm
Col.Temp.:	45 ℃
Carrier Gas:	He or N_2 3 – 8 mL/min
Detection:	FID Auto Range , 200℃
Injection:	Split 15:1 , 200 ℃
Sample Size:	1 μL

Analyte
1. n-Hexane
2. Ethyl acetate
3. Methanol
4. 2-Butanone (MEK)
5. 2-Propanol (IPA)
6. Ethanol
(each 0.2 % in Toluene)

キャリヤーガス変更時の注意点～ピーク分離度比較～

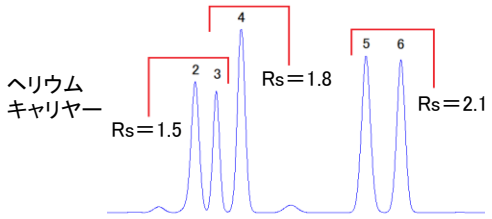
前ページの溶剤分析例では、キャリヤーガスを窒素へ変更しても、分離パターンおよび検出感度に大きな差は見られませんでしたが、前述の通り最適線速度域がキャリヤーガス毎に異なるため、線速度を変更することでピーク分離度に差が見られました。

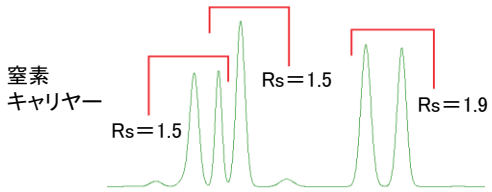




線速度 40 cm/s

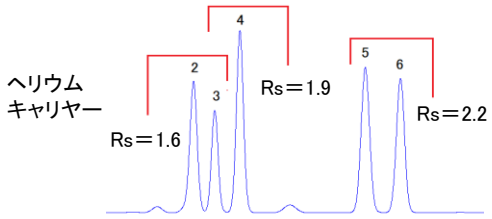
キャリヤーガスを窒素へ変更する際に、ヘリウムキャリヤーでの線速度が 40 cm/s 付近だった場合は、キャリヤーガス変更後のピーク分離度が見た目にも低下していることが分かるので、以下のように線速度を段階的に小さく設定した分析条件にて、ピーク分離度を比較します。

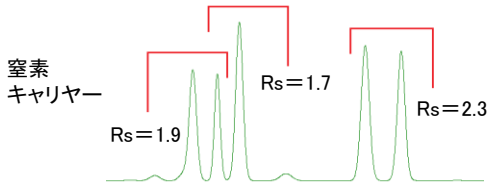




線速度 30 cm/s

線速度を 40 cm/s から 30 cm/s へ変更すると、ヘリウム、窒素ともにピーク分離度が改善されますが、その差は小さくなるので、ヘリウム 40 cm/s から窒素 30 cm/s へ変更は、代替キャリヤーガス使用の目的に合った分析条件としてご検討いただけます。



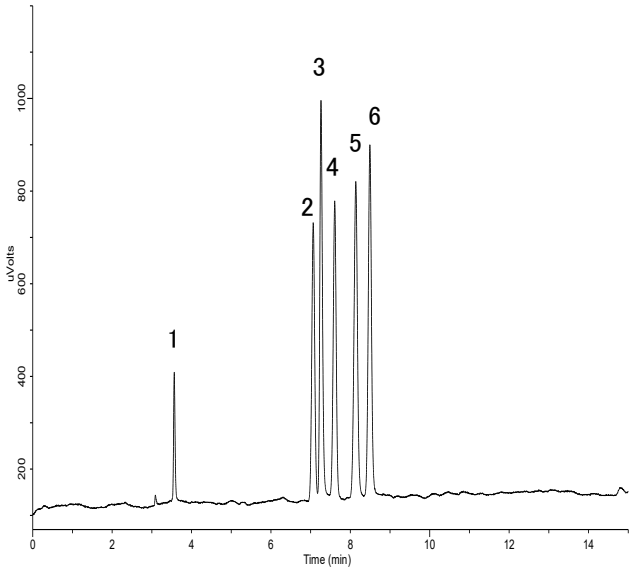


線速度 20 cm/s

さらに線速度を 30 cm/s から 20 cm/s へ変更すると、窒素の最適線速度域に近づくため、ヘリウム使用時のピーク分離度よりも改善されます。ただし、線速度 40 cm/s から 20 cm/s への変更で、ピーク保持時間が2倍近くかかりますので、分析効率とのバランスに合った分析条件としてご検討が必要です。

キャリヤーガス変更時の注意点（1）～TCD～

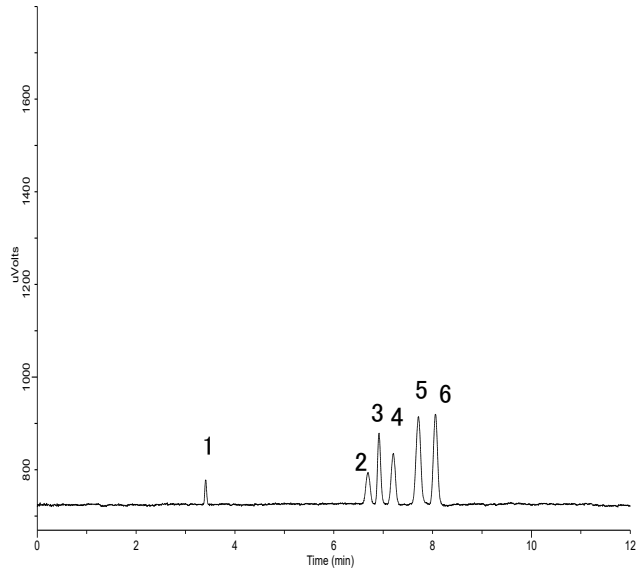
TCD検出器は、キャリヤーガスをヘリウムから窒素に変更すると感度低下が起こる場合があります。
下記に同条件で分析した例をご紹介いたします。
※TCD電流値はキャリヤーガス種により調整しています。



Conditions
System: GC4000 Plus type-A（DSTF）
Column: InertCap WAX
0.32 mmI.D. × 60 m df = 1.0 μm
Col.Temp.: 65 ℃
Carrier Gas: He 3 mL/min
Detector: TCD 100 mA（Temp.: 120℃）
Det.Gain: Low
Injection: split 1:10（Temp.: 200 ℃）
Sample Size: 1 μL

	Analyte	Area
1	n-Hexane	738
2	Ethyl acetate	3091
3	Methanol	4096
4	Methyl Ethyl Ketone	3475
5	2-Propanol	4230
6	Ethanol	4299

キャリヤーガス変更による面積値の差

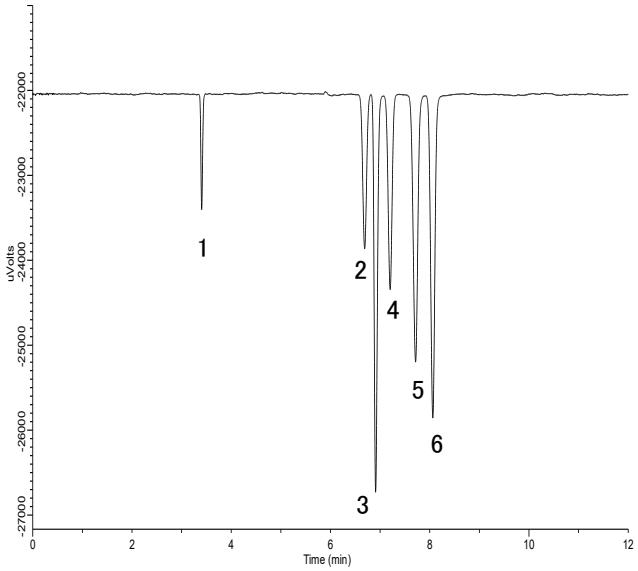


Conditions
Carrier Gas: N_2 3 mL/min
Detector: TCD 60 mA（Temp.: 120℃）
※その他条件はHeキャリヤー分析時と同様

	Analyte	Area
1	n-Hexane	151
2	Ethyl acetate	393
3	Methanol	698
4	Methyl Ethyl Ketone	678
5	2-Propanol	1218
6	Ethanol	1168

キャリヤーガス変更時の注意点(2)～TCD～

TCD検出器は、キャリヤーガスをヘリウムから窒素に変更するとピークが反転する化合物があります。
その場合、極性を変える事で反転したピークを正方向に検出することが可能です。

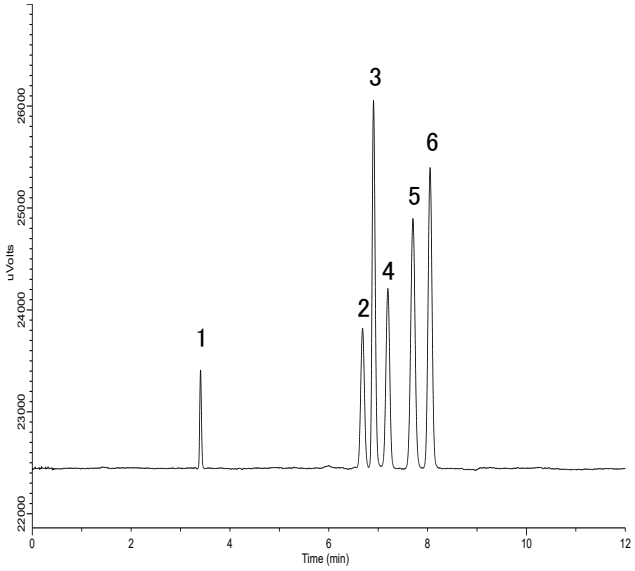


Analyte
1. n-Hexane
2. Ethyl acetate
3. Methanol
4. Methyl Ethyl Ketone
5. 2-Propanol
6. Ethanol

Conditions

System:	GC4000 Plus type-A(DSTF)
Column:	InertCap WAX
	0.32 mmI.D. × 60 m df=1.0 μm
Col.Temp.:	65 ℃
Carrier Gas:	**N_2 3 mL/min**
Detector:	TCD 60 mA(Temp.:120℃)
Det.Gain:	Low
Polarity:	**+**
Injection:	split 1:10(Temp.:200 ℃)
Sample Size:	1 μL

極性変更で正方向にピークを検出

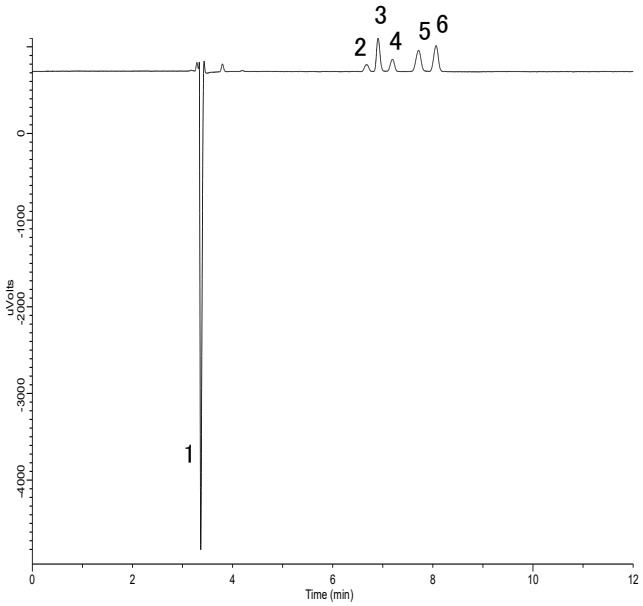


Conditions

System:	GC4000 Plus type-A(DSTF)
Column:	InertCap WAX
	0.32 mmI.D. × 60 m df=1.0 μm
Col.Temp.:	65 ℃
Carrier Gas:	**N_2 3 mL/min**
Detector:	TCD 60 mA(Temp.:120℃)
Det.Gain:	Low
Polarity:	**−**
Injection:	split 1:10(Temp.:200 ℃)
Sample Size:	1 μL

キャリヤーガス変更時の注意点(3)～TCD～

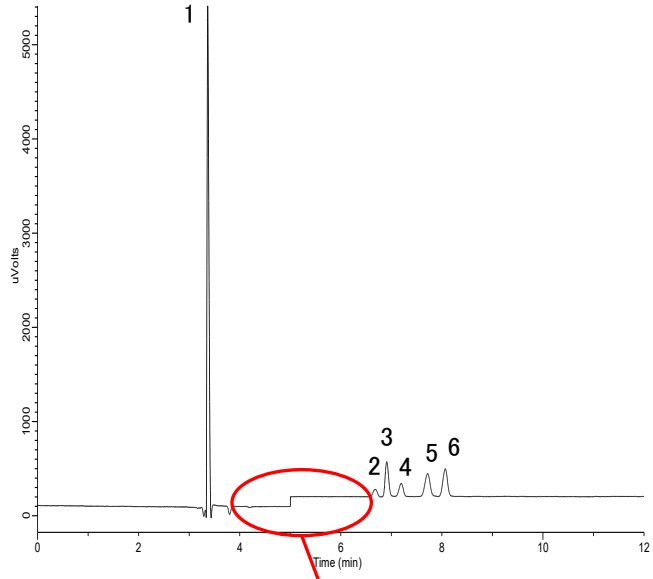
一部ピークが反転してしまう場合、分析の途中で極性を変更することも可能です。



Analyte
1. n-Hexane
2. Ethyl acetate
3. Methanol
4. Methyl Ethyl Ketone
5. 2-Propanol
6. Ethanol

Conditions

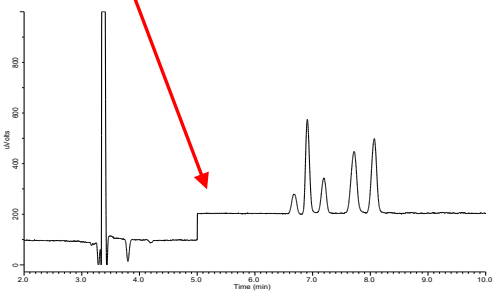
System:	GC4000 Plus type-A(DSTF)
Column:	InertCap WAX
	0.32 mmI.D. × 60 m df=1.0 μm
Col.Temp.:	65 ℃
Carrier Gas:	**N_2 3 mL/min**
Detector:	TCD 60 mA(Temp.:120℃)
Det.Gain:	Low
Polarity:	**+**
Injection:	split 1:10(Temp.:200 ℃)
Sample Size:	1 μL



分析開始時の極性は+
5分後に極性を－に変更

【ソフトウェアの設定画面】

極性が変わるタイミングでベースラインが乱れる事がありますが、ピークに重ならなければ分析に支障はありません。

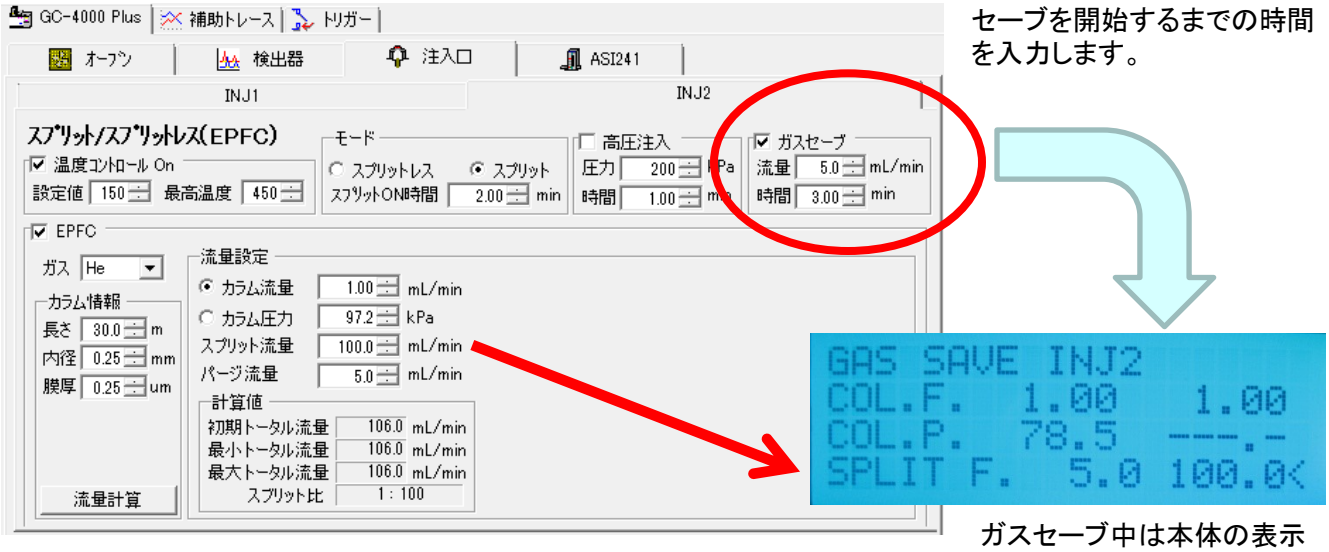


ヘリウムから変更できない場合：ガスセーブを利用

キャリヤーガスをヘリウムから変更できない場合、ガスセーブ機能の活用は、有効な節約手段です。GC4000Plus A type、B typeで運用する事ができます。
一例としてGC4000Plusをパーソナルコンピューター（PC）から制御している場合のメソッドの事例を示します。

下記、条件で30分の分析を実施すると、分析中のスプリットガスの**76%以上の削減**が期待できます。

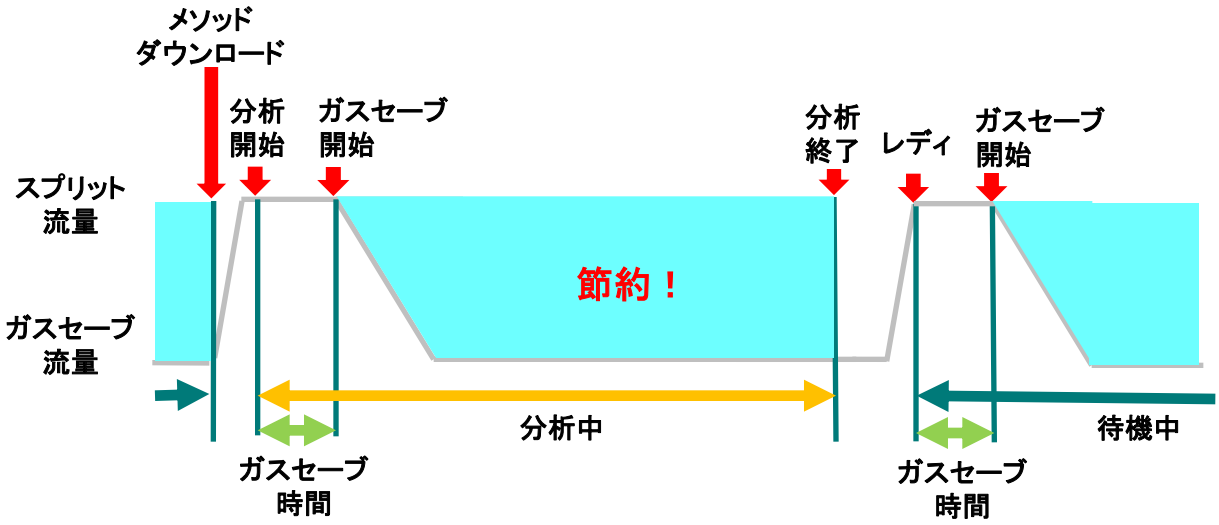
ガスセーブにチェック。ガスセーブ時のスプリット流量、ガスセーブを開始するまでの時間を入力します。



ガスセーブ中は本体の表示も青に変化。

＊GC4000Plus取扱説明書「2.11.7 スプリット注入のガスセーブの設定」もご参照ください。

ガスセーブ機能で分析中も待機中もヘリウムを節約できます。



ガスセーブ時の**節約**イメージ

GC、GC/MS用ガス精製フィルターのご紹介

スーパークリーンガスフィルターを使用すると99.9999%純度と同等の精製ガスを得ることが可能です。

このカートリッジタイプのスーパーガスクリーンフィルターは、専用のベースプレートに内蔵された特殊構造によりガスがストップする為、フィルター交換時に外気が混入することがありません。

工具無しで取り外しが可能なため、簡単に交換作業が行えます。また、フィルター交換時期が一目でわかるインジケーターが付属しています。

スーパーガスクリーンフィルター

交換の際に工具が不要！

《価格表》

製品名	製品説明	Cat.No.	定価
モイスチャーフィルター	キャリアガス中の不純物で特に注意すべき水分を除去するフィルターです。すべてのキャリアーガスラインにモイスチャーフィルターを設置することをお勧めします。	3001-18350	25,000
オキシゲンフィルター	キャリアーガス中の酸素を除去するフィルターです。酸素によるカラムへのダメージを防ぎます。	3001-18351	25,000
ハイドロカーボンフィルター	有機不純物の除去フィルターです。モイスチャーフィルターとハイドロカーボンフィルターを併用する場合、後にモイスチャートラップを接続することによりハイドロカーボンフィルター中の水分も除去することができます。	3001-18352	25,000
モイスチャー/ハイドロカーボンフィルター	モイスチャーフィルターとハイドロカーボンフィルターの一体型です。FIDの燃焼ガス用の精製フィルターとして最適です。	3001-18353	27,000
スーパークリーンGCベースプレート 1/8″接続用	1本用	3001-18300	43,000

《キット価格表》

品　名	充填物内容			Cat.No.	価　格
	モイスチャー（水分除去）	オキシゲン（酸素除去）	ハイドロカーボン（有機物除去）		
オキシゲン/モイスチャー/ハイドロカーボンフィルターキット	●	●	●	3001-18313	68,000
オキシゲン/モイスチャー/ハイドロカーボンフィルター Heパージ済キット	●	●	●	3001-18314	73,000
GC-FIDバーナーガス用フィルターキット モイスチャー/ハイドロカーボンフィルター×2本	●		●	3001-18315	126,000
GC-FID3フィルターキット モイスチャー/ハイドロカーボンフィルター×2本 オキシゲン/モイスチャー/ハイドロカーボンフィルター×1本	●	●	●	3001-18318	185,000
GC-FID4フィルターキット モイスチャーフィルター×1本、オキシゲンフィルター×1本 ハイドロカーボンフィルター×2本	●	●	●	3001-18319	234,000

この他にも多数のキットをご用意しています。詳しくはQRコードより弊社ホームページを参照ください。

https://www.gls.co.jp/product/topics/sgt_syringe/index.html

GL Sciences
支える、あらゆる分析を。

製品・技術に関するご相談
カスタマーサポートセンター
TEL.04-2934-1100
受付時間：9:00～12:00 13:00～17:00
（土・日・祝日・弊社休日を除く）

お問い合わせフォーム

ジーエルサイエンス株式会社
〒163-1130 東京都新宿区西新宿6-22-1新宿スクエアタワー30F
TEL.03-5323-6611 FAX.03-5323-6622
https://www.gls.co.jp

○各試験法は、変更される場合がありますので、分析をご検討される前に確認されることをお薦めいたします。
○データに起因し、直接的または間接的に生じたいかなる損害に対しても、当社が責任を負うものではありません。また、記載事項につきましては、予告無しに改訂する場合がありますので、あらかじめご了承ください。
○本資料に掲載している製品をご使用する際には、必ず「取扱説明書」をよくお読みのうえ、正しくお使いください。