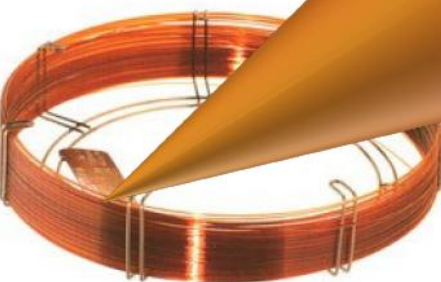
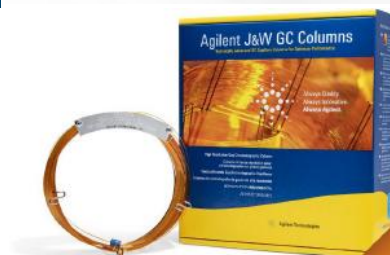


GCカラムの基礎

— 沸点・極性・温度プログラムによる分離理解 —

アジレント・テクノロジー株式会社
カラム消耗品統括部門
アプリケーションエンジニア
澤田 有司



GCカラムの基礎

GCカラムの選び方（固定相、寸法）

GCの基礎

GC & GC/MS測定



システムが比較的安価で堅牢
高い信頼性、安定性
高性能なカラムにより、ピーク分離度が高くリテンションタイムの再現性も優れている



スペクトルライブラリが充実
NIST/Wiley
香料/匂い成分、農薬、薬物
メタボロミクス
前処理装置と組み合わせることで誘導体化などの工程を自動化できる

ガスクロマトグラフィー(GC)の対象サンプル

揮発性があること

かつ

熱に安定であること

GCは極性の低い化合物が得意
一般には分子量800程度まで



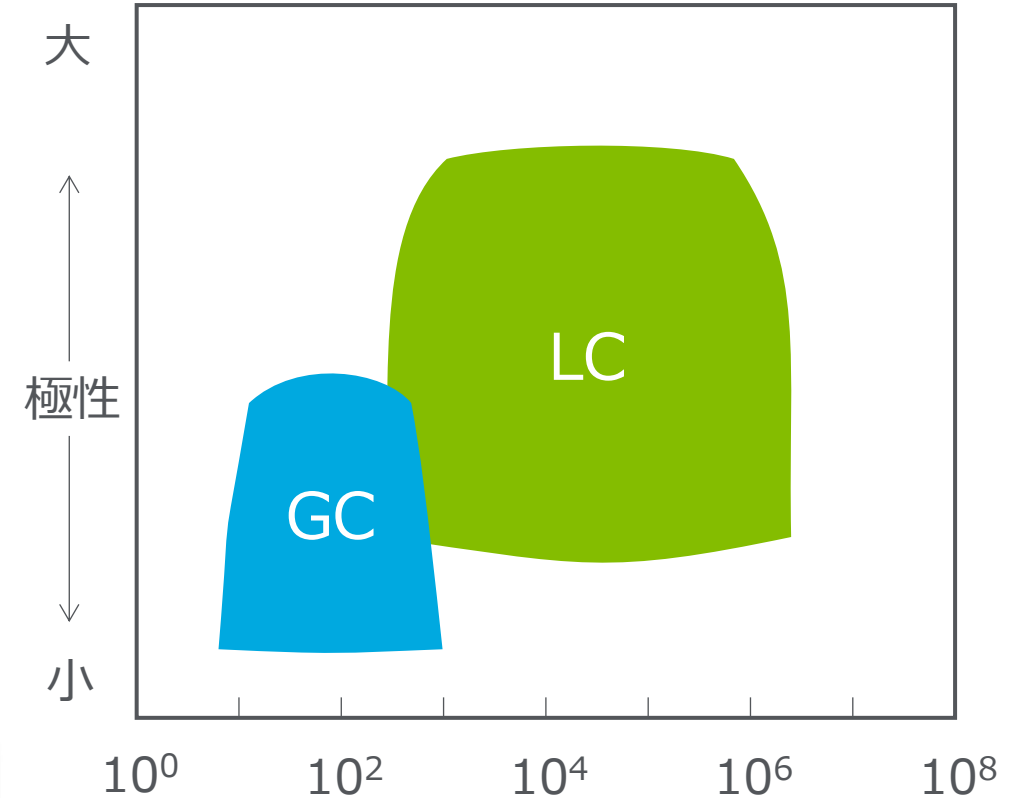
気体



液体

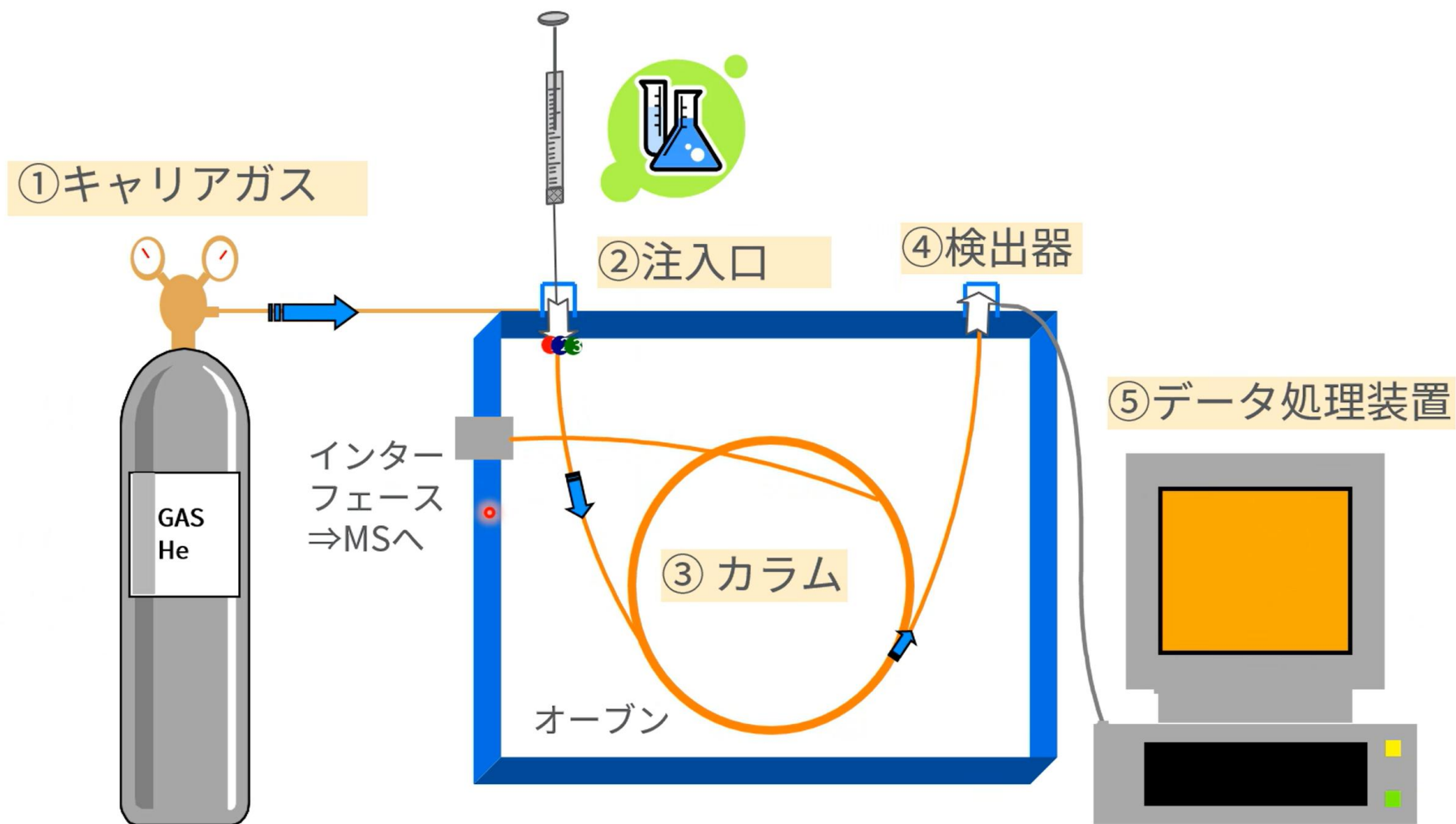


固体中(前処理必要)
の揮発性物質



ガスクロマトグラフィー(GC)
液体クロマトグラフィー(LC)

ガスクロマトグラフのシステム構成

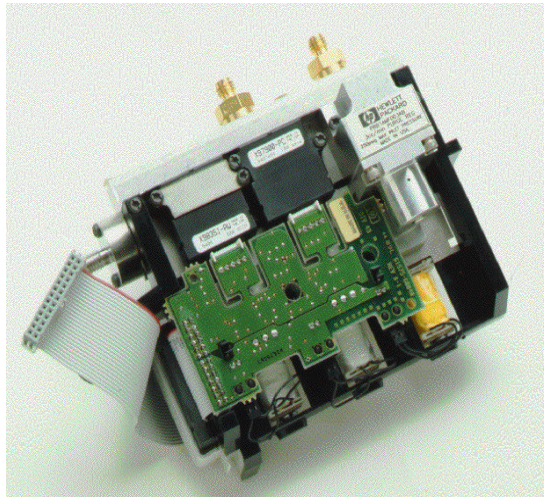


ガスクロマトグラフィーの2大イノベーション



1979年 フューズドシリカキャピラリカラム

折れにくく、扱いやすいキャピラリカラムが広く普及するきっかけに



1989年 Electronic Pneumatics Control (EPC)

GCのリテンションタイムとピークエリアの精度を格段に向上させた革新的な技術

キャリアガス

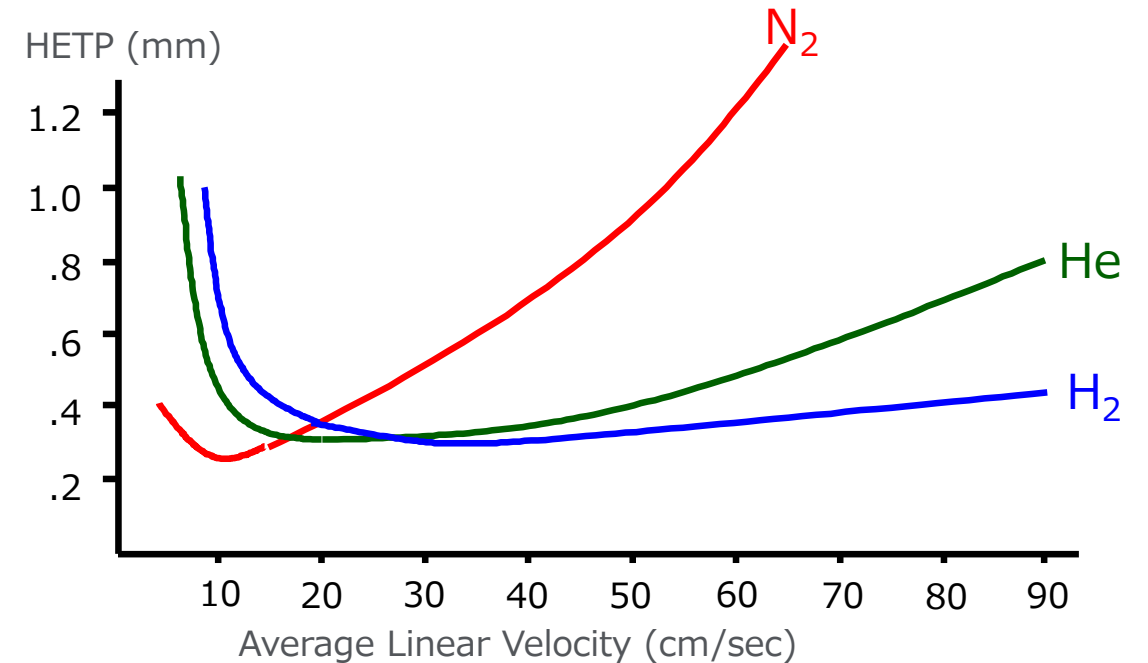
キャリアガス(= 移動相)

- 常に注入口からカラム、検出器まで流れる
- サンプルを運ぶ役割
- ヘリウム、窒素、水素などが用いられる
- 純度に注意(99.9995%以上)



近年では、窒素や水素のガス発生装置の使用も多い

キャリアガスの分離効率を示すvan Deemterカーブ



アジレントのヘリウムガス削減ソリューション

ガス消費量削減ソリューション

✓ガスセーバー (Sp/Spless注入口、MMI)



1分析(30分)あたりでのヘリウム消費量の比較



年間になるとボンベ約11本分の節約!

測定時のガス削減

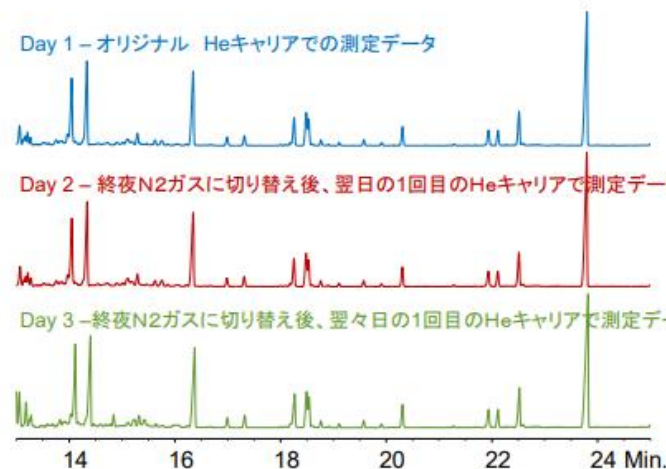
✓キャリアガス切替スイッチ



Day 1 - オリジナル Heキャリアでの測定データ

Day 2 - 終夜N2ガスに切り替え後、翌日の1回目のHeキャリアで測定データ

Day 3 - 終夜N2ガスに切り替え後、翌々日の1回目のHeキャリアで測定データ



待機時のガス削減

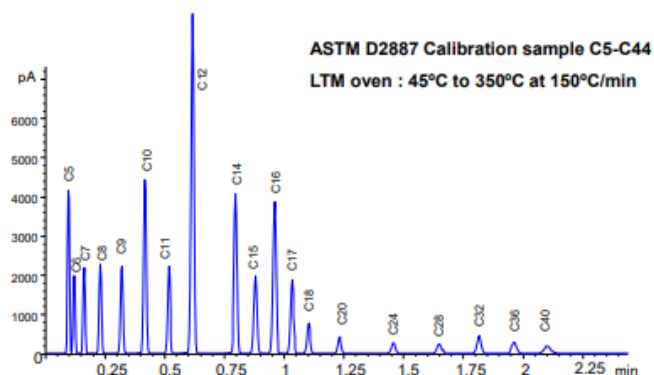
アジレントのヘリウムガス削減ソリューション

高速分析ソリューション

✓ Low Thermal Mass (LTM)



Agilent LTM2高速加熱/冷却システムを用いた高速分析例



測定時のガス削減

測定時のガス削減

✓ 高速高分離カラム

内径0.18 mm、カラム長10-40 m

✓ バックフラッシュ



キャピラリー・フロー・テクノロジー
(CFT)デバイスを用いて、高速分析

測定時のガス削減

アジレントのヘリウムガス削減ソリューション

代替ガス(水素、窒素)

水素ガス使用することで、優れたAgilent GCのデザイン

Safety Shutdown :

水素が設定圧力にならない場合、EPCバルブ及びヒーターがシャットダウン

Flow Limiting Frit :

EPCバルブがオープン状態で不具合をおこしても、Inlet Fritにより流量が制限

Oven ON/OFF Sequence :

オープンヒーターがONになる前に、オープンファンによりオープン内を排気

Explosion Test :

万が一、水素がGCオープン内で爆発しても、ドアや構造体が飛び散らない設計

Method Translation :

簡単に水素キャリア(窒素キャリア)の分析条件に変換できる、独自のソフトウェアを提供可能

Hydrogen Sensor (オプション)

GC内蔵型水素センサーにより、オープン内で水素のリークを検知すると、GC本体がシャットダウン

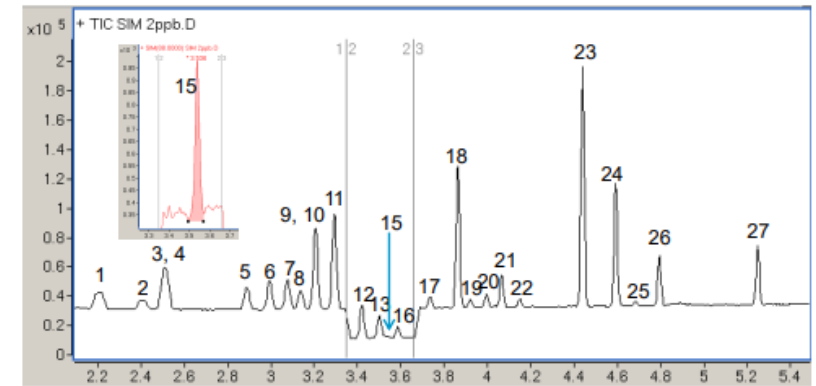


メソッドトランスレーションツール



ハイドロイナートイオンソース

水素キャリアGC/MSによるVOC、1,4-ジオキサンの一斉分析例



装置: 7697A(HSS)-7890B/ 5977A(エクストラクティオン源)
キャリアガス: 水素
HSS用加圧ガス: 窒素

He使用量をゼロに!

アジレントのヘリウムガス削減ソリューション

アジレントは、GC、GC/MSDで使用するヘリウムガスについて99.9995%以上の高純度ヘリウムガスの使用を推奨しています。

→理由：GC、GC/MSDはさまざまなお客様の分析で使用されており、低濃度、微量サンプルの分析においても、GC、GC/MSD機器のデータとパフォーマンスを保証するため。

現在ヘリウムの供給不足の影響で、
「99.995%ヘリウムなら手に入るが、これをGC、GC/MSDで使用できないか？」
という問い合わせが多いことから、ガストラップを使用して純度を上げる方法をご提案いたします。

※ヘリウム不足に対応するための一時的なソリューションです。
※高純度ヘリウム使用時と同等のデータを保証したものや、一般ヘリウムの使用を推奨するものではありません。

Heの選択肢を拡張

[RMSH-2](#)



CP179885 ガスクリーンセンサ
(8890、8860GC用)
フィルタの交換時期を
お知らせします。



アジレントのヘリウムガス削減ソリューション まとめ

スプリットに利用するガスが多い
待機時間が長い
分析時間が長い

ガスセーバー
キャリアガス切り替えスイッチ
メソッドの高速化
GCカラム
メソッド変換ソフト
LTM装置

利用するガスを低グレードに

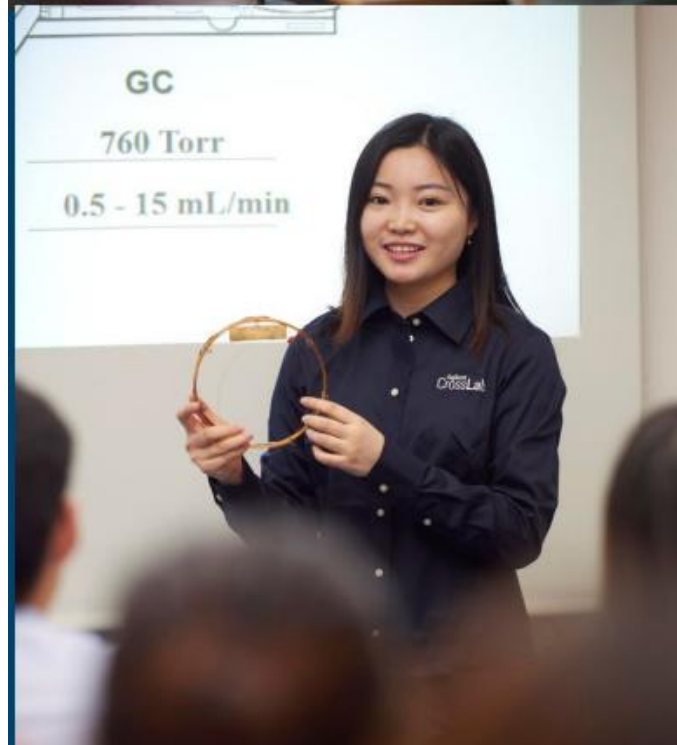
ガスフィルター

He使用をゼロに

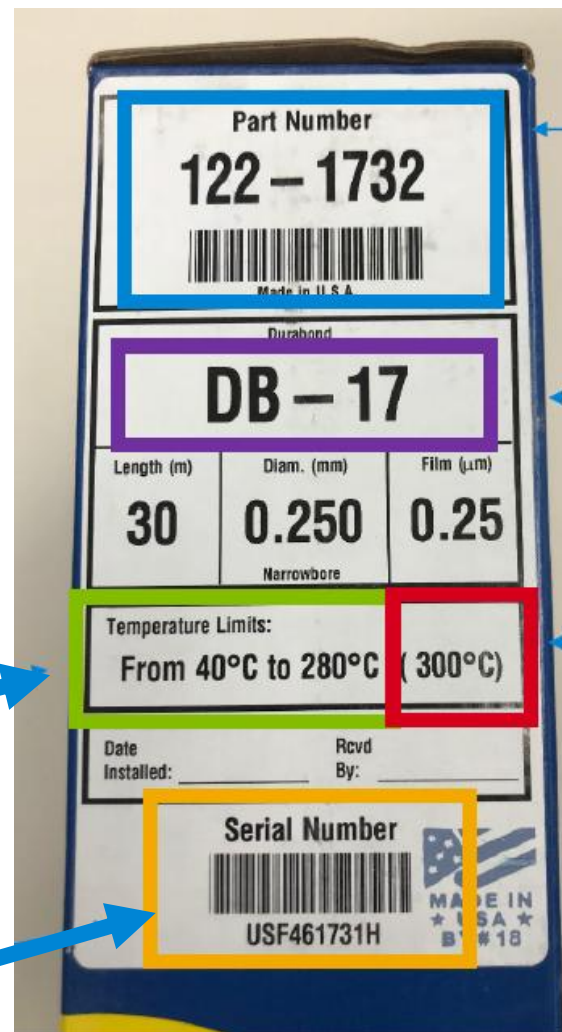
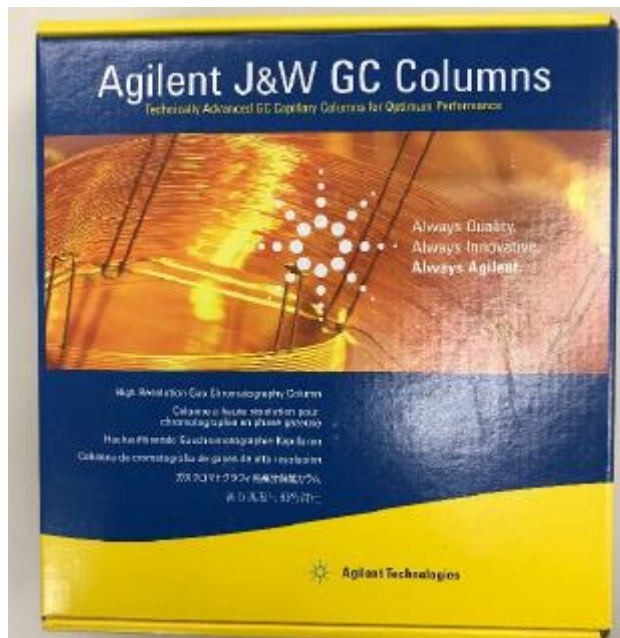
代替ガス
窒素
水素

水素センサー
ハイドロイナートイオン源

GCカラムの基礎



GCカラム開封時のポイント



部品番号：
発注・お問い合わせ

カラム固定相

長さ、内径、膜厚

温度上限
(短期間：10分未満)

等温使用時の温度上限
(一定温度で連続使用できる温度範囲)

各カラム固有の情報 (識別用)
シリアル番号

GCカラム 箱の中に入っているもの



カラムタグには有用な情報が記載されています
(品番、固定相、寸法、温度上限など)



カラムプラグ: カラム両端を固定し、汚染から保護する
カラムを保管する際は、このプラグを再度取り付ける

カラムの成績証明書

Catalog: 19091S-433UI

Stationary Phase: HP-5MS UI

Serial:



Description: 30m x 0.250mm x 0.25µm

Temperature Limits: -60°C to 325°C (350°C Pgm)

Performance Results

Theoretical Plates/Meter:

n-DECANE 3208

Retention Index:

n-PROPYLBENZENE 953.110
1-HEPTANOL 967.660

Resolution:

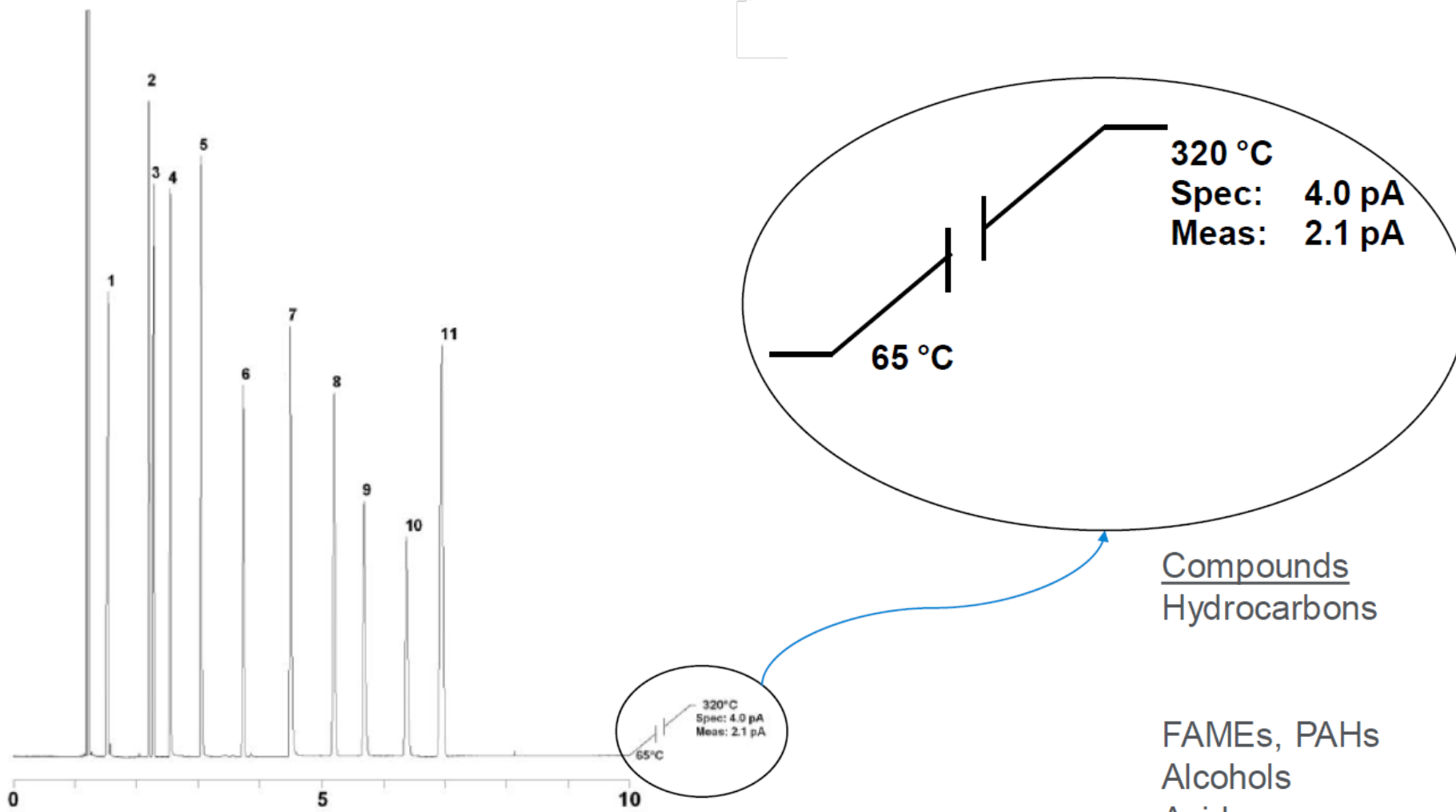
1-OCTENE, n-OCTANE 2.97

Compound Identification	Retent. Time	Part. Ratio	1/2-Width
1. PROPIONIC ACID	1.543	0.30	0.027
2. 1-OCTENE	2.203	0.86	0.015
3. n-OCTANE	2.282	0.92	0.016
4. 1,3-PROPANEDIOL	2.552	1.15	0.020
5. 4-METHYLPYRIDINE	3.051	1.57	0.021
6. n-NONANE	3.738	2.15	0.027
7. TRIMETHYLPHOSPHATE	4.482	2.78	0.033
8. n-PROPYLBENZENE	5.193	3.38	0.038
9. 1-HEPTANOL	5.682	3.79	0.041
10. 3-OCTANONE	6.368	4.37	0.047
11. n-DECANE	6.940	4.85	0.053

Test Conditions

Inlet: Split (250°C) Detector: FID (325°C)
 Carrier Gas: Hydrogen Flow: 42.1 cm/sec (1.2 ml/min)
 Holdup Compound: Pentane (1.187-min)
 Temperature Program: Isothermal at 65°C

カラムの成績証明書



Compounds
Hydrocarbons

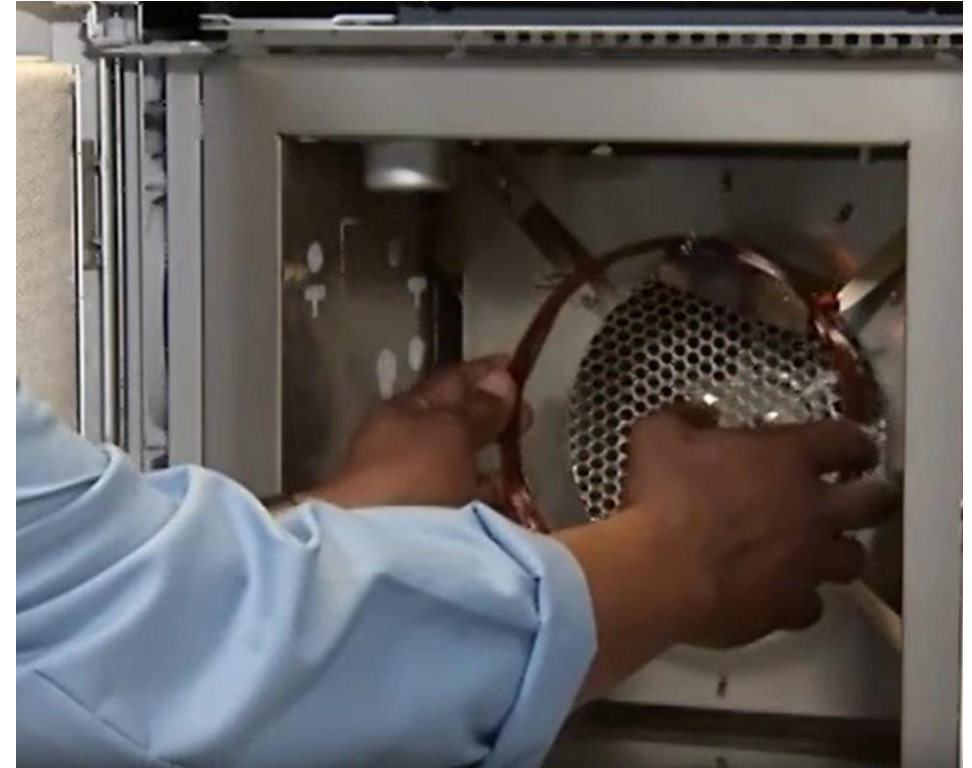
Purpose
Efficiency
Retention

FAMEs, PAHs
Alcohols
Acids
Bases

Retention
Activity
Acidic character
Basic character

カラムの使い方

1. カラムを取り付ける
2. リークおよび取り付け状態の確認
3. カラムのコンディショニング（初期加熱・安定化）
4. 線速度または流量の設定
5. ブリードプロファイルの確認
6. テストミックスによる性能確認

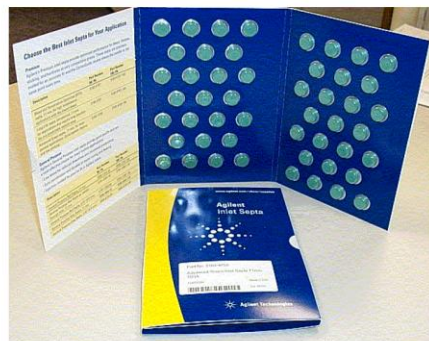


[GCメンテナンスビデオ：デモ：カラムの取り付け](#)

17分程度

タッチレスパッキング

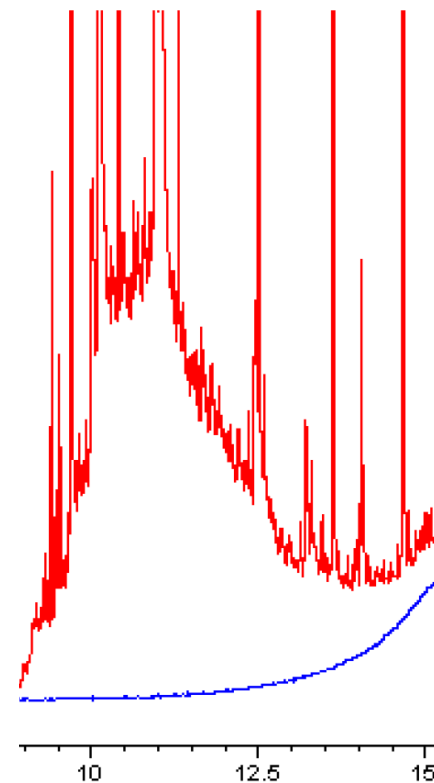
セプタム



フェラル



O-ring



ハンドローション
ブランク

GCカラムの接続 注入口 検出器

セルフタイト



セルフタイトナット



MS用セルフタイトナット

注入口ナット



MS用ナット



ばね式で増し締め不要

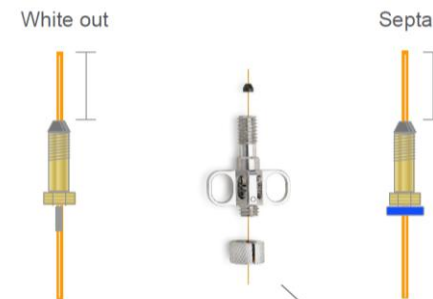
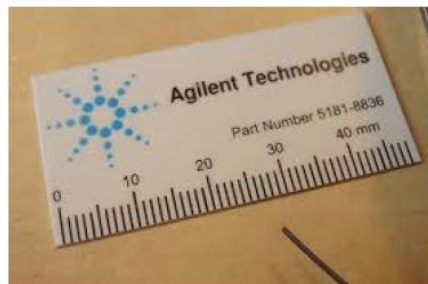


[Installing a New GC Column into Your Inlet](#)
[Installing a New GC Column into Your Mass Spec](#)

カラムカット

手順

インレットセプタムに通す
カラムをカラムナットに通す
フェルールをカラムチューブに取り付ける
その後、**新しく切断する**切断面を確認する。
ギザギザや粗い端面があれば、再度切断する



カラムカットのコツ

ポリイミドコーティングに軽く傷を入れてください
ガラス（石英）自体を切ろうとしないでください
準備

セラミックウェハー
拡大鏡（ルーペ）

注：はさみ、やすりはつかわないで！



カラムカットの確認

手順

インレットセプタムに通す
カラムをカラムナットに通す
フェルールをカラムチューブに取り付ける
その後、**新しく切断する切断面を確認**する。
ギザギザや粗い端面があれば、**再度切断**する

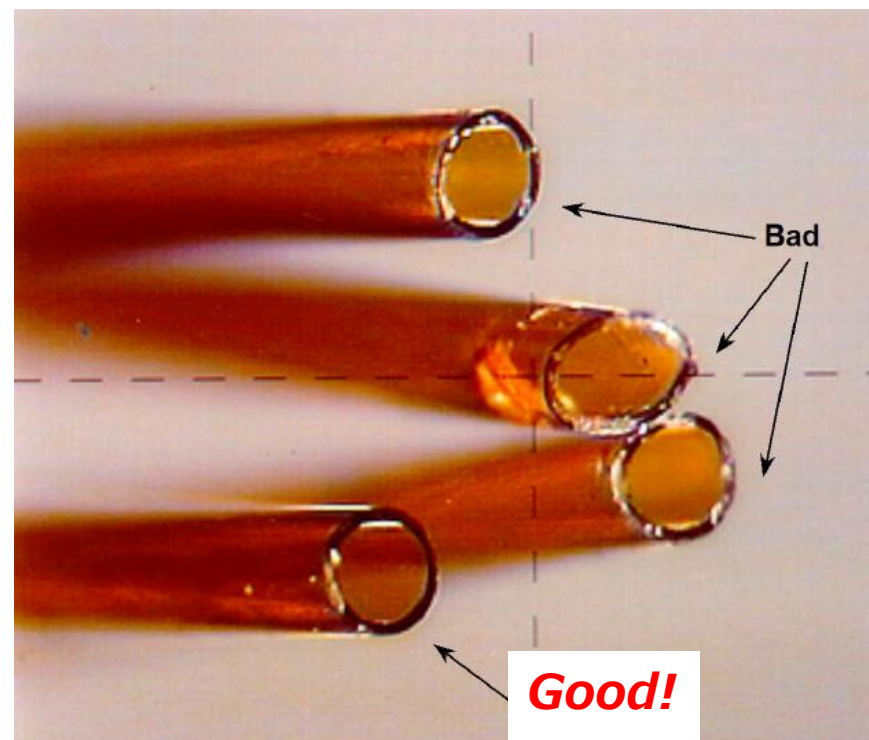
コツ

ポリイミドコーティングに軽く傷を入れてください
ガラス（石英）自体を切ろうとしないでください

準備

セラミックウェハー
拡大鏡（ルーペ）

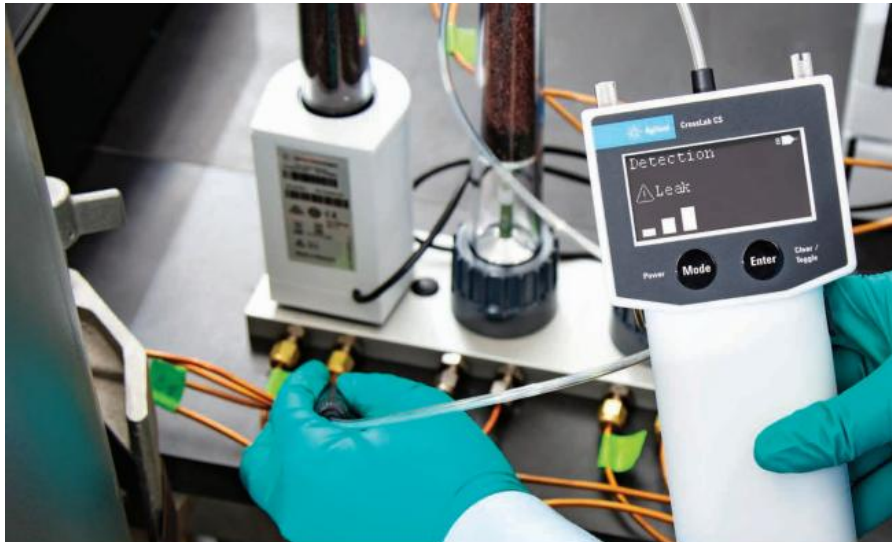
注：はさみ、やすりはつかわないで！



リークチェック

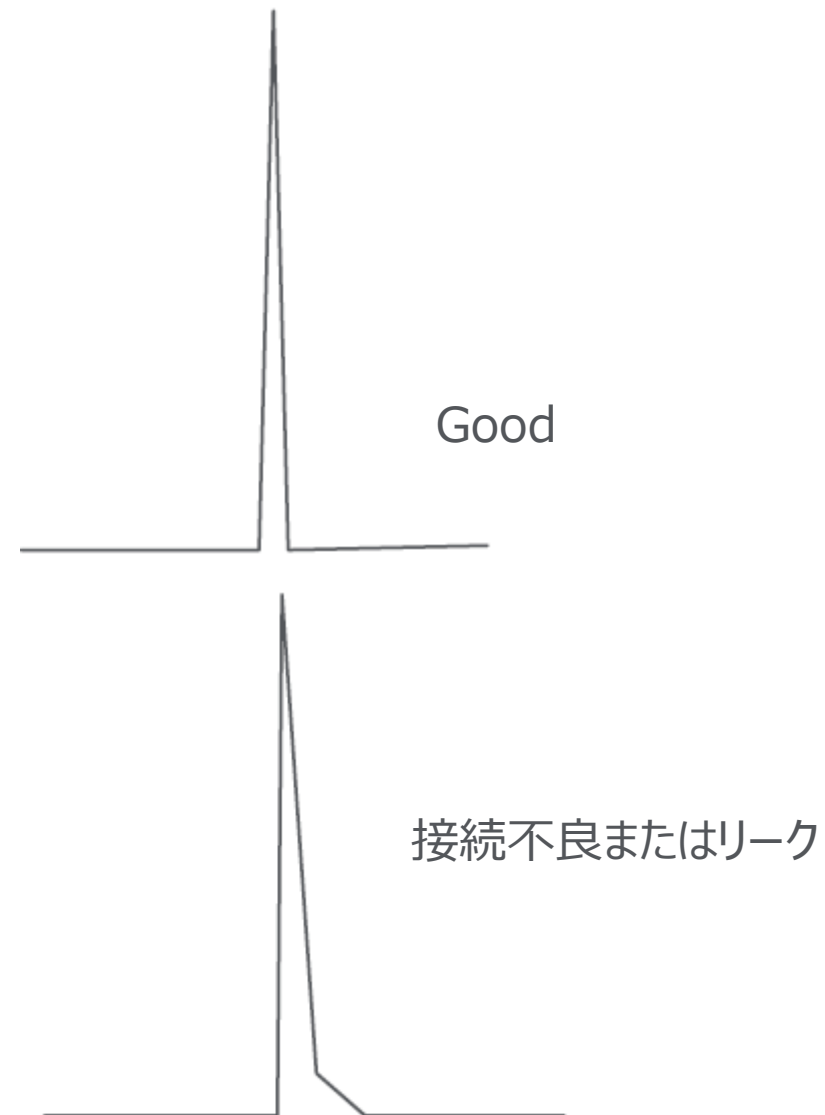
Do not use snoop

- Electronic leak detector
- IPA/water
- Inject a non-retained peak



リークと接続のチェック

Detector	Compound
FID	Methane or butane
ECD	MeCl ₂ (headspace or diluted)
NPD	CH ₃ CN-acetonitrile (headspace or diluted)
TCD	Air
MS	Air or butane



カラムのコンディショニング

カラムをコンディショニングする前に、システムがリークフリーであることが必須です！

カラムは以下のうち、低い方の温度まで加熱してください。

等温条件でのカラム最高使用温度

GC メソッドで使用する最高温度 +20~30 °C

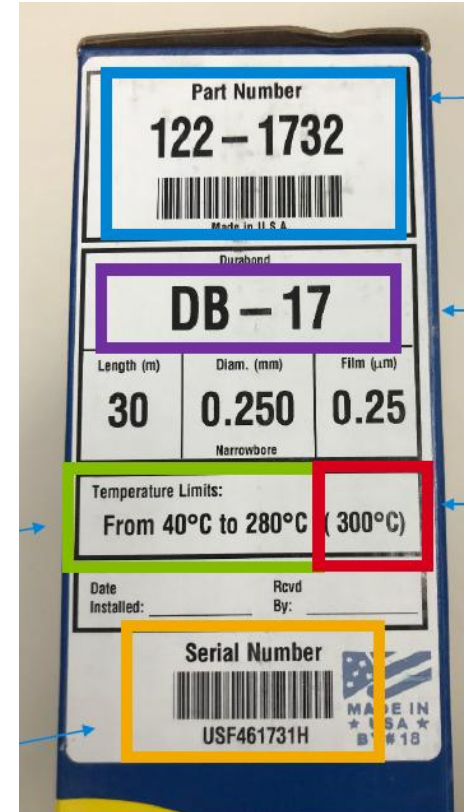
最終コンディショニング温度において、

ベースラインが安定し始める

ベースラインが低下し始める

→ コンディショニング終了（1 - 2時間）

ベースラインが上昇し続ける →中止：リークの可能性あり



正常なカラムブリードは？

カラム固定相が通常の劣化によって生じる分解生成物が溶出することで発生する、**正常なバックグラウンドシグナル**のことです。

カラムブリードは以下の要因の影響を受けます。

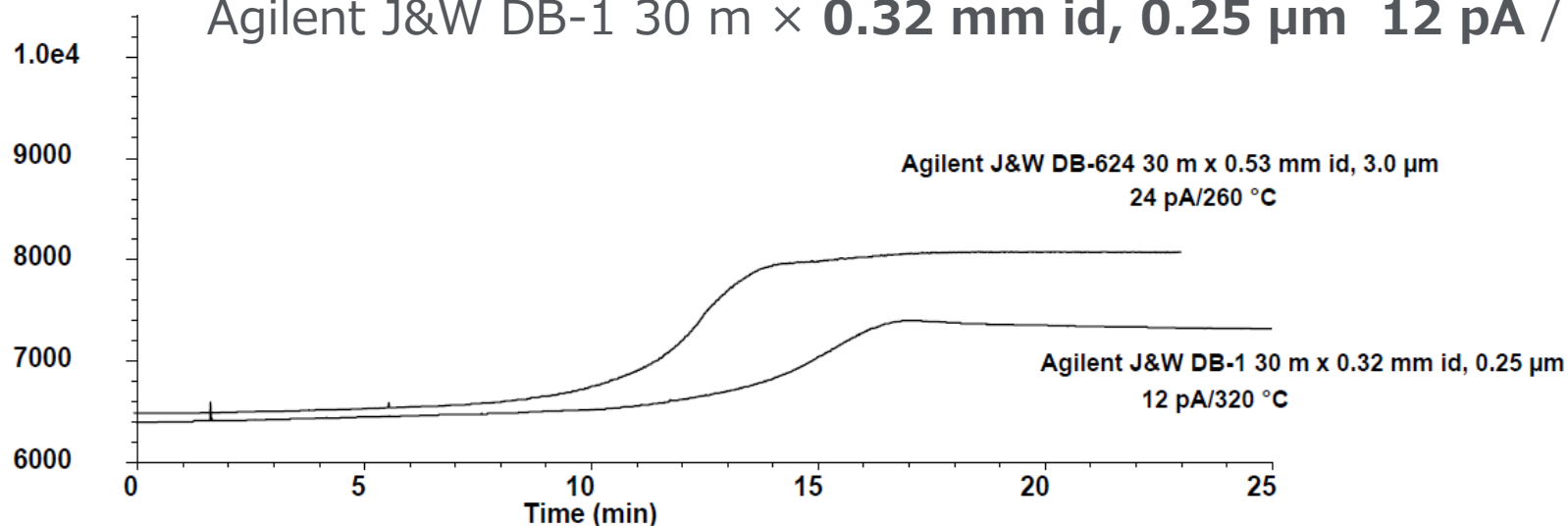
固定相の種類

温度

カラム寸法

Agilent J&W DB-624 30 m × 0.53 mm id, 3.0 μm 24 pA / 260 °C

Agilent J&W DB-1 30 m × 0.32 mm id, 0.25 μm 12 pA / 320 °C



GCカラムの基礎

開封時

利用できる温度を確認

成績証明書のカロマトグラムを確認

接続時

フィッティングに接続し、カラムカット、断面確認して接続、リークチェック

使用開始時

コンディショニング、ブリードの確認

カラムの選択方法



メソッド開発

先行例の有無：特定のプリケーション情報を利用する

試料の情報：揮発性ある？ 安定性ある？

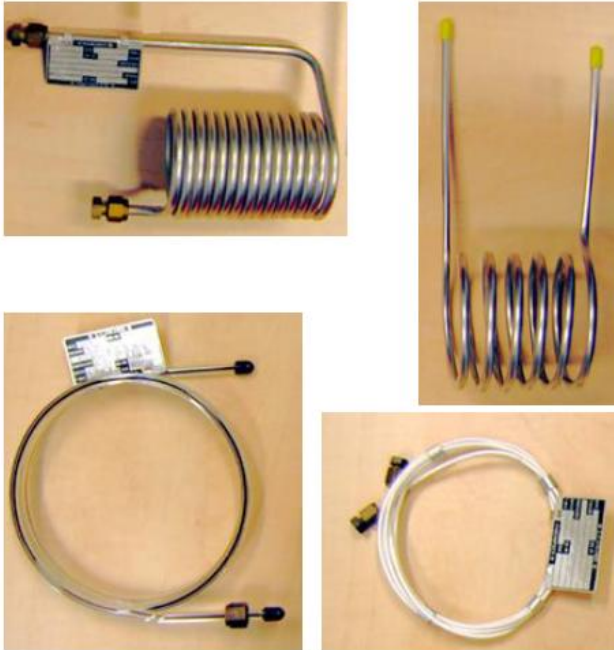
固定相の選択：無極性 中極性 高極性 専用カラム

カラム寸法：内径、長さ、膜厚

本日紹介するカラム

Column History

1969:

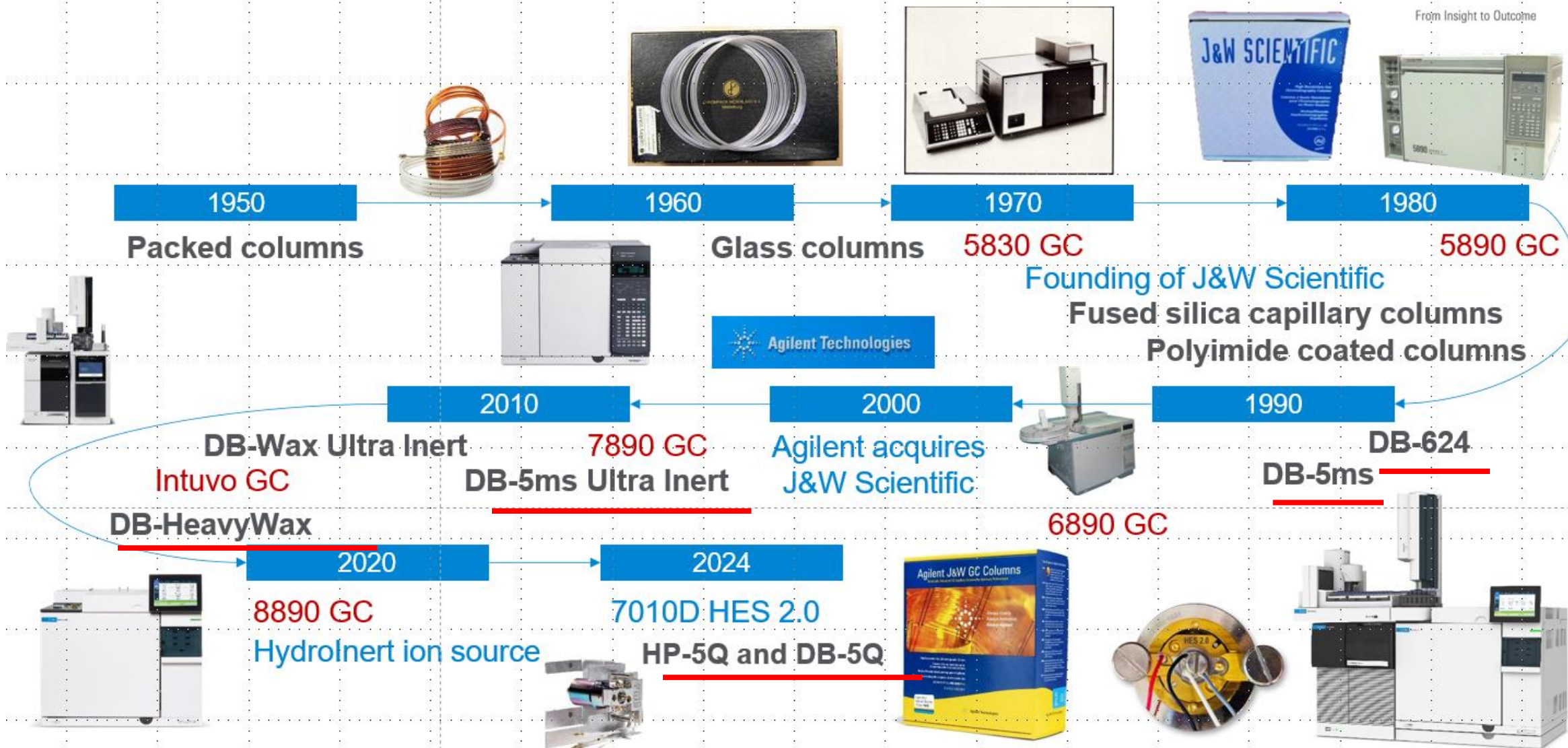


1977: First glass capillary columns



1979: First WCOT fused silica capillary columns

The Evolution of Gas Chromatography



5, 5ms, 5ms Ultra Inert, 5Q (最新) : **イナート↑ & ブリード↓**

キャピラリーカラムのタイプ

多孔質層オープンチューブ

Porous Layer Open Tube (PLOT)



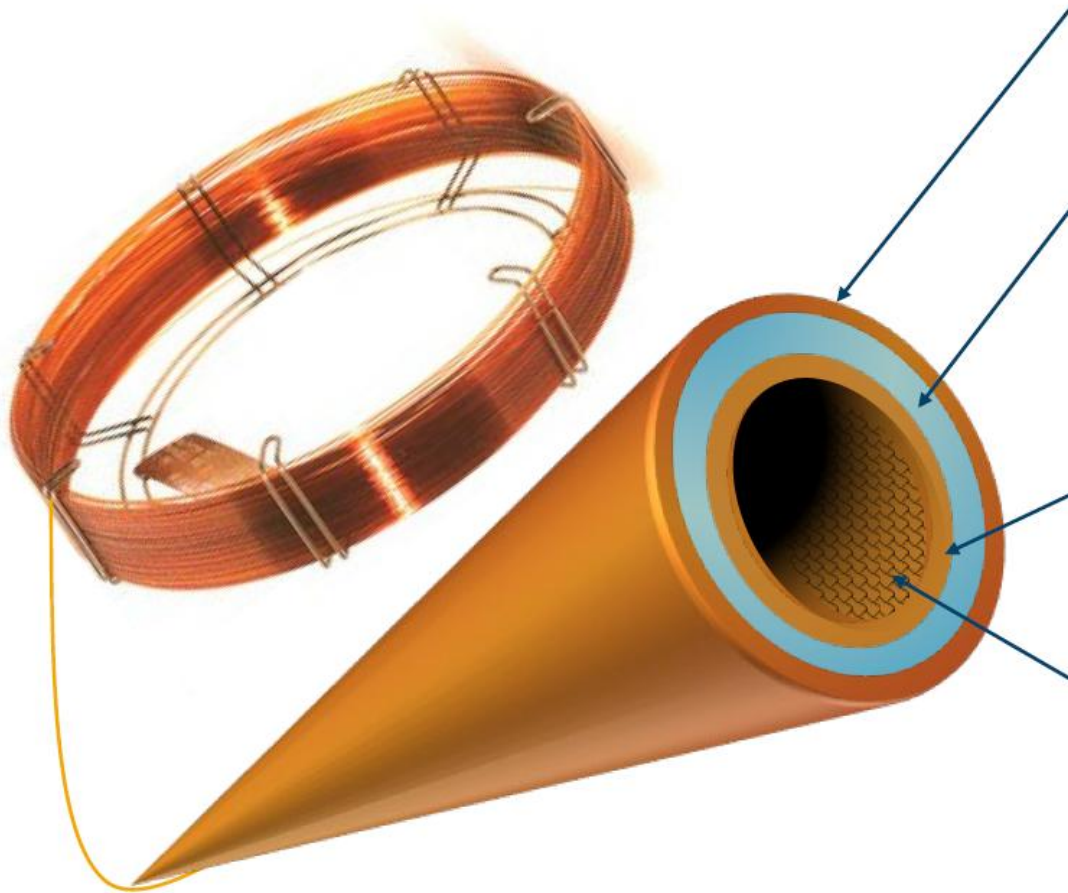
希ガス分析など、ガス分析

Wall Coated Open Tube (WCOT)

壁面被覆オープンチューブ



キャピラリーカラムの構造



ポリイミドコーティング: 柔軟な高分子コーティング
溶融シリカに機械的強度と耐熱安定性を付与

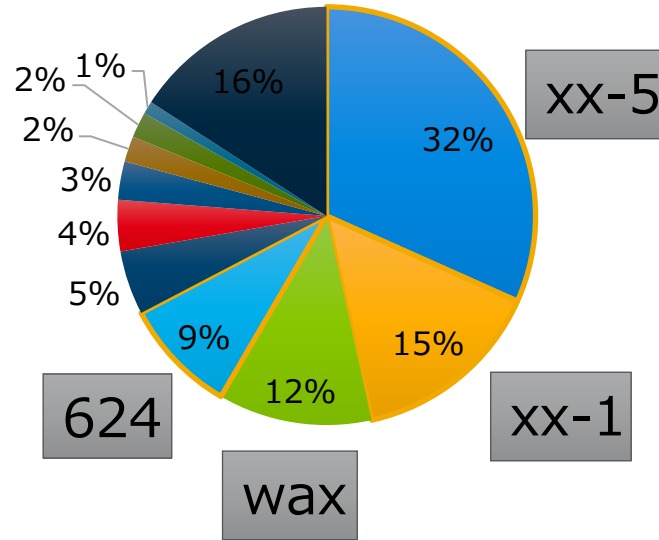
フューズドシリカ（溶融シリカ）: 二酸化ケイ素
で構成された非晶質のガラス状チューブ
高い耐熱性と低い反応性を持つ

不活性化処理: 溶融シリカ表面を平滑化し、
不活性性を向上させる

固定相: 一般的にポリシロキサン系または
ポリエチレングリコール系化合物で構成される。

GCカラムの利用割合

GCカラムの割合(%)



4種類 (5,1,WAX,624)
で市場の7割を占めている

■ DB/HP-5 & 5ms

■ DB/HP-1 & 1ms

■ WAX Columns

■ DB-624



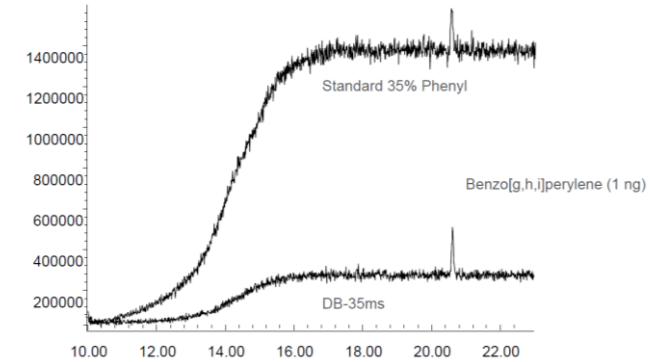
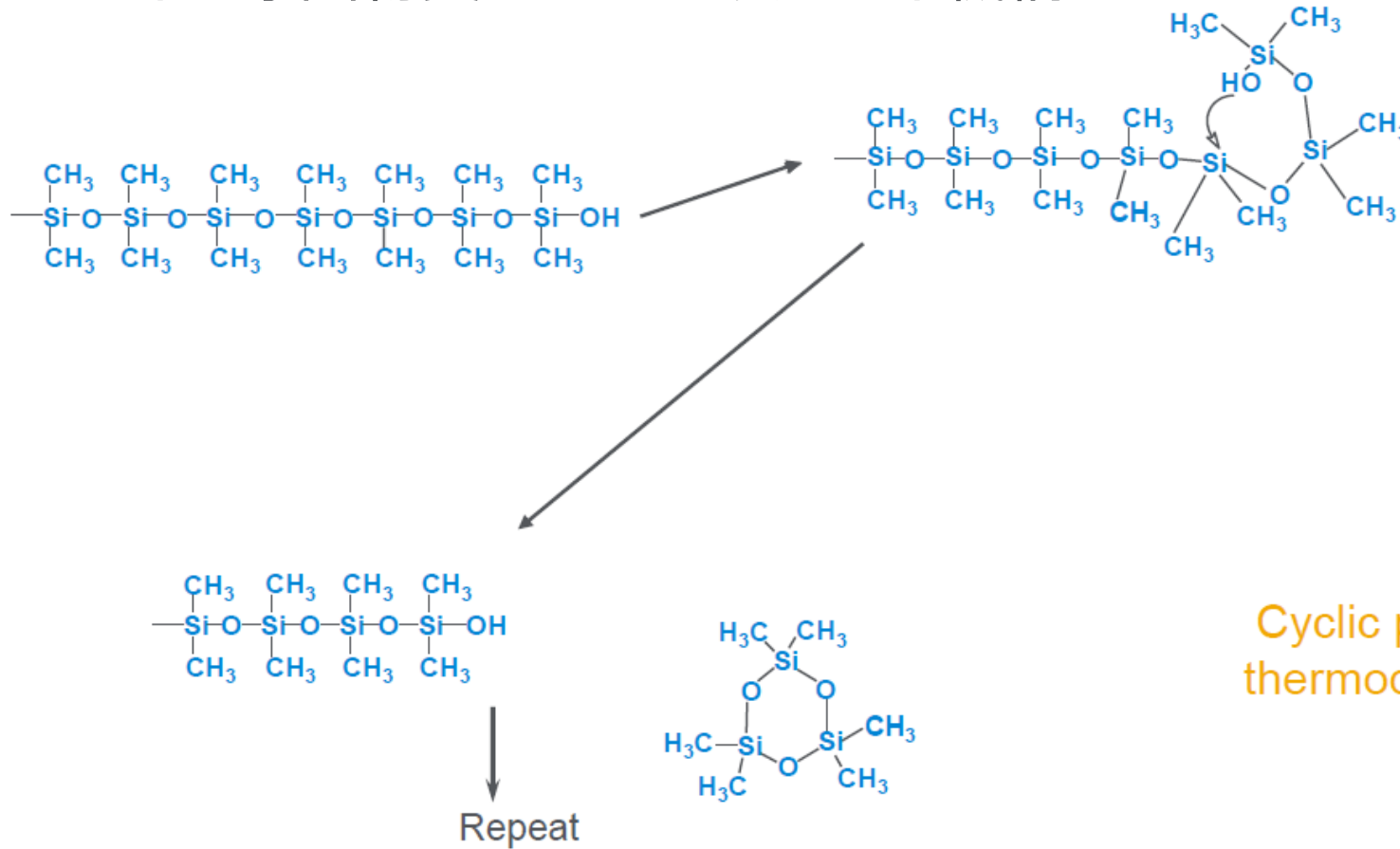
JW Column Portfolio- DB, HP, CP, VF

Low Polarity			Mid Polarity			High Polarity		
CP-Sil 2	DB-1ms UI HP-1ms UI	DB & HP-5ms UI	DB-XLB	DB-225ms	DB-ALC1	HP-88	DB-WAX	DB-WAX UI
DB-MTBE	DB-1ms HP-1ms	DB & HP-5ms	VF-Xms	DB-225	DB-Dioxin	CP-Sil 88	DB-WAXetr	DB-HeavyWAX
CP-Select CB MTBE	VF-1ms	VF-5ms	DB-35ms UI	CP-Sil 43 CB	DB-200	DB-23	HP-INNOWax	DB-FATWAX UI
	DB & HP-1	DB & HP-5	DB & VF-35ms	VF-1701ms	VF-200ms	VF-23ms	VF-WAXms	
	CP-Sil 5 CB	CP-Sil 8 CB	DB & HP-35	DB-1701	DB-210		CP-Wax 57 CB	
	Ultra 1	Ultra 2	DB & VF-17ms	CP-Sil 19 CB	DX-4		DB-FFAP HP-FFAP	
	DB-1ht	VF-DA	DB-17	HP-Blood Alcohol			DB-WAX FF	
	DB-2887	DB-5.625	HP-50+	DB-ALC2			CP-FFAP CB	
	DB-Petro/PONA	DB & VF-5ht	DB-17ht	DX-1			CP-WAX 58 FFAP CB	
	CP-Sil PONA CB	CP-Sil PAH CB	DB-608				CP-Wax 52 CB	
	DB-HT SimDis	Select Biodiesel	DB-TPH				CP-WAX 51	
	CP-SimDis	SE-54	DB-502.2				CP-Carbowax 400	
	CP-Volamine		HP-VOC				Carbowax 20M	
	Select Mineral Oil		DB-VRX				HP-20M	
	HP-101		DB-624				CAM	
	SE-30		VF-624ms				CP-TCEP	
			CP-Select 624 CB					
			DB-1301					
			VF-1301ms					
			CP-Sil 13 CB					

Agilent J&W has over 50 different stationary phase offerings

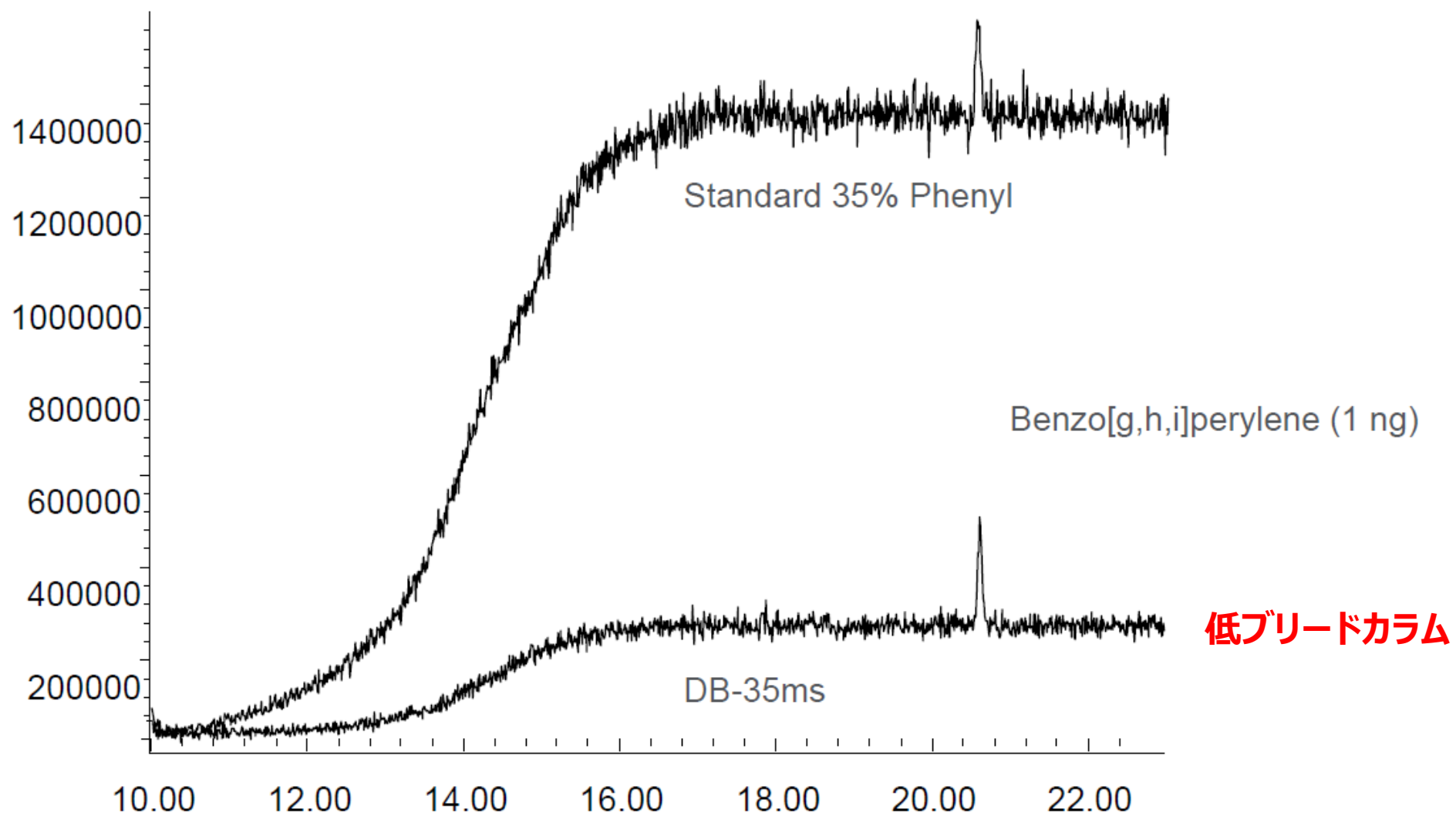
ブリードとは？

ブリードの原因物質を生じるバックバイト機構



Cyclic products are more thermodynamically stable!

Comparison of Agilent J&W DB-35ms Versus Standard DB-35



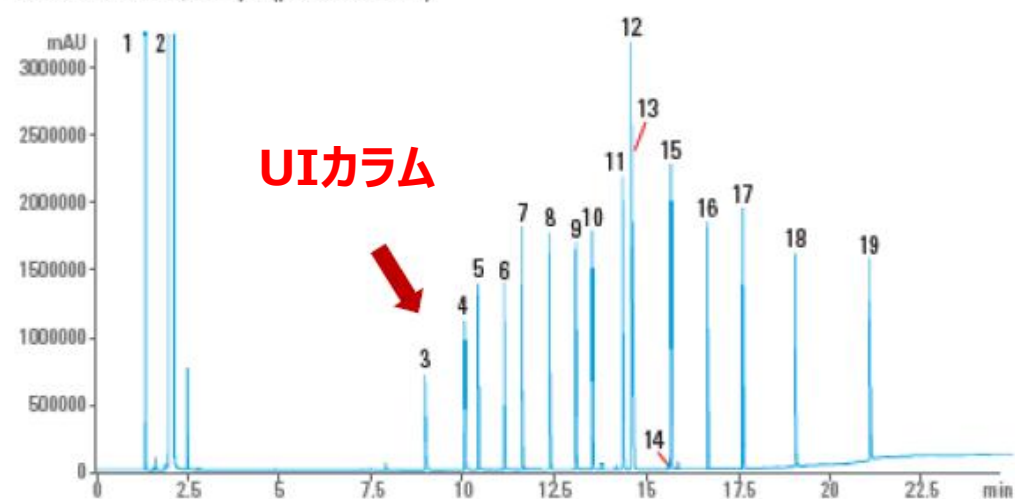
DB-WAX Ultra Inert and Free Fatty Acid

Peak identification:

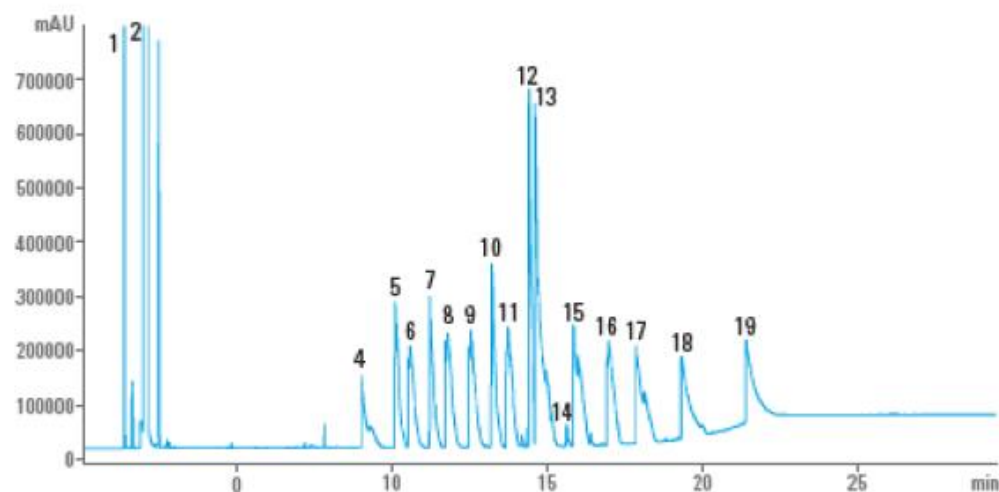
1. Methane
2. Acetone (solvent)
3. Acetic acid
4. Propionic acid
5. Isobutyric acid
6. Butyric acid
7. Isovaleric acid
8. Valeric acid
9. 4-Methylvaleric acid
10. Hexanoic acid
11. 4-Methylhexanoic acid
12. 2-Ethylhexanoic acid
13. Heptanoic acid
14. Pyruvic acid
15. Octanoic acid
16. Nonanoic acid
17. Decanoic acid
18. Undecylenic acid
19. Myristic acid (Tetradecanoic)

Competitive comparison: free fatty acids

DB-WAX Ultra Inert GC column
30 m x 0.25 mm id, 0.25 μ m (p/n 122-7032UI)



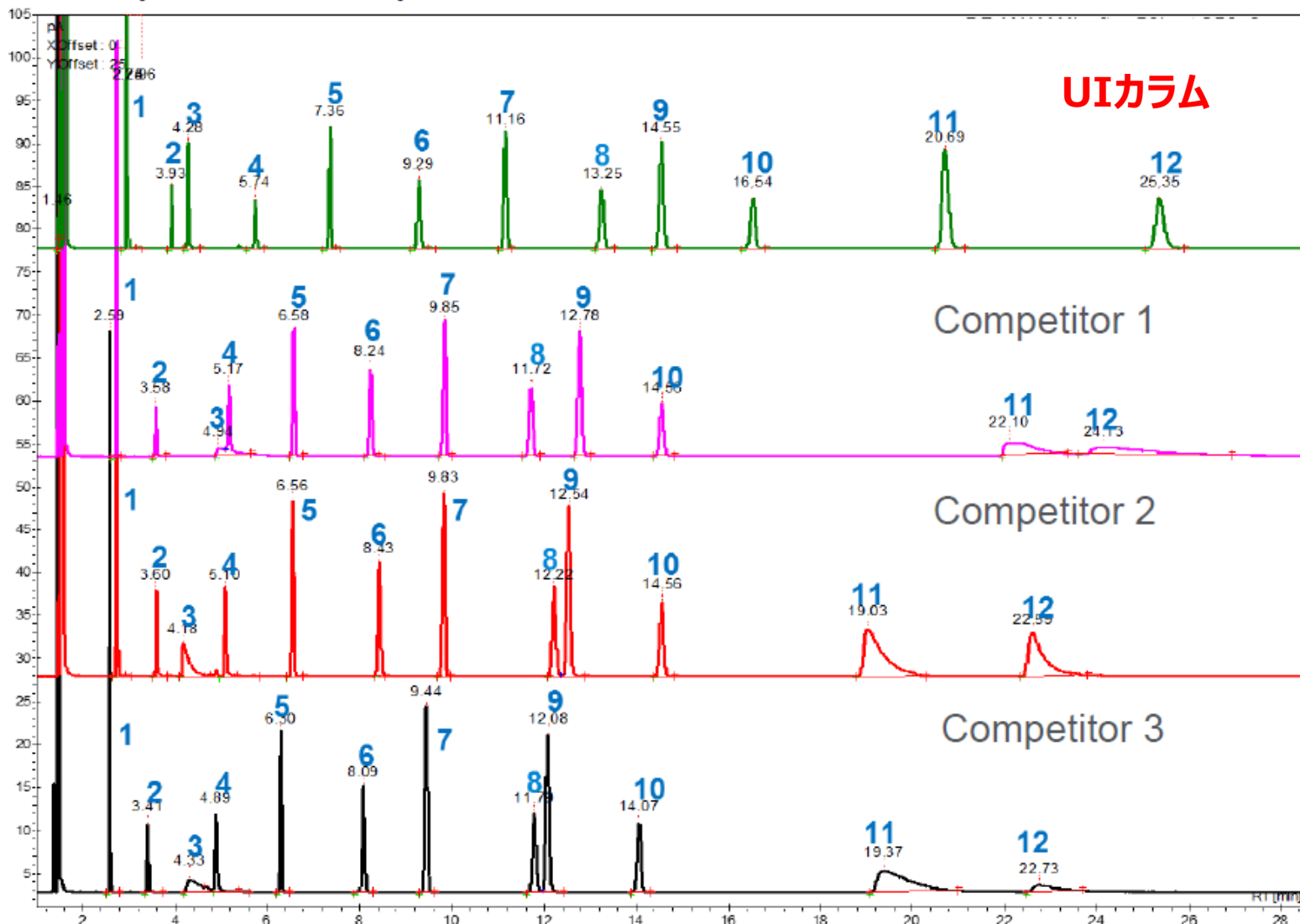
Standard WAX GC column
30 m x 0.25 mm id, 0.25 μ m



Application note:
5991-6709EN

Let's Make a Better WAX column: DB-WAX Ultra Inert

Competitor comparison DB-WAX UI test mix after 50 hours at 250 °C



Compound I.D.

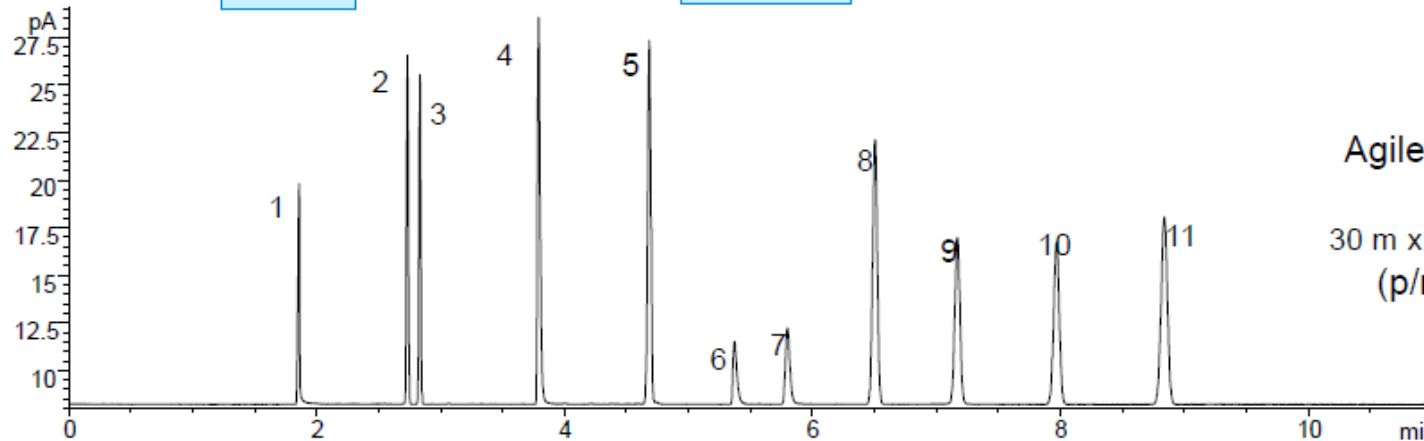
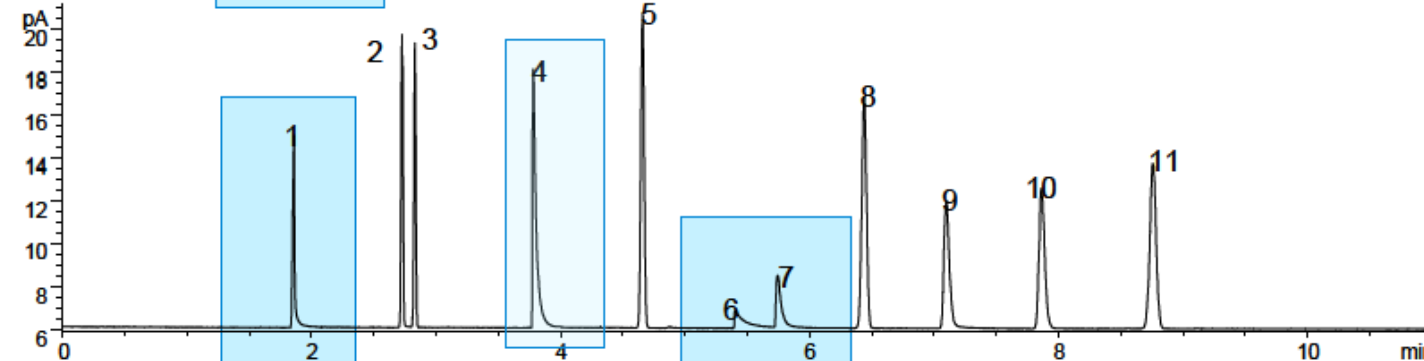
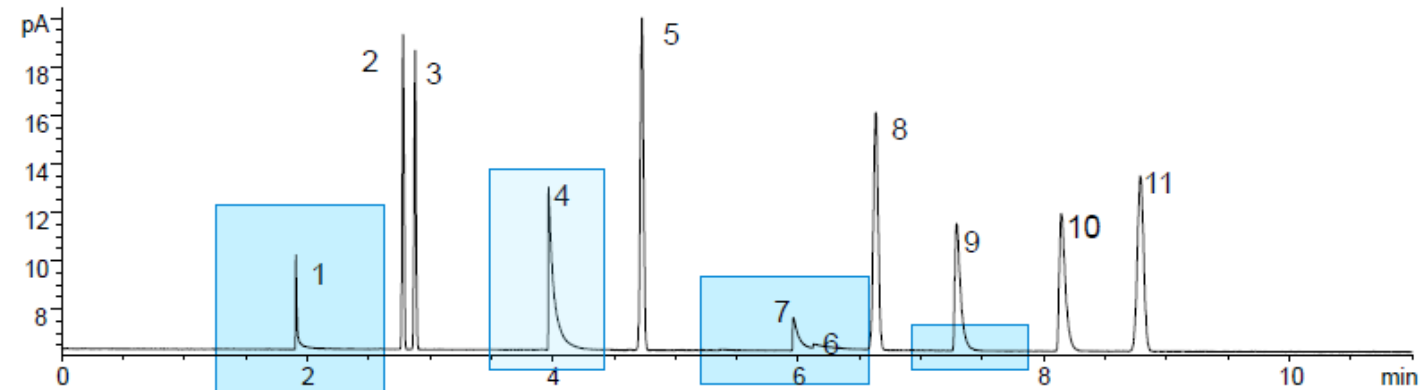
*. Methane

1. 5-Nonanone
2. Decanal
3. Propionic Acid
4. Ethylene Glycol
5. Heptadecane
6. Aniline
7. Methyl Dodecanoate
8. 2-Chlorophenol
9. 1-Undecanol
10. Nonadecane
11. 2-Ethylhexanoic Acid
12. Ethyl Maltol

Application note: 5991-6683EN

Ultra Inert Test Mix – DB-5MS Ultra Inert versus Competitors

1. 1-Propionic acid
2. 1-Octene
3. n-Octane
4. 4-Picoline
5. n-Nonane
6. Trimethyl phosphate
7. 1,2-Pentanediol
8. n-Propylbenzene
9. 1-Heptanol
10. 3-Octanone
11. n-Decane



アジレントの
ウルトライナーカラム

カラムの特徴のまとめ

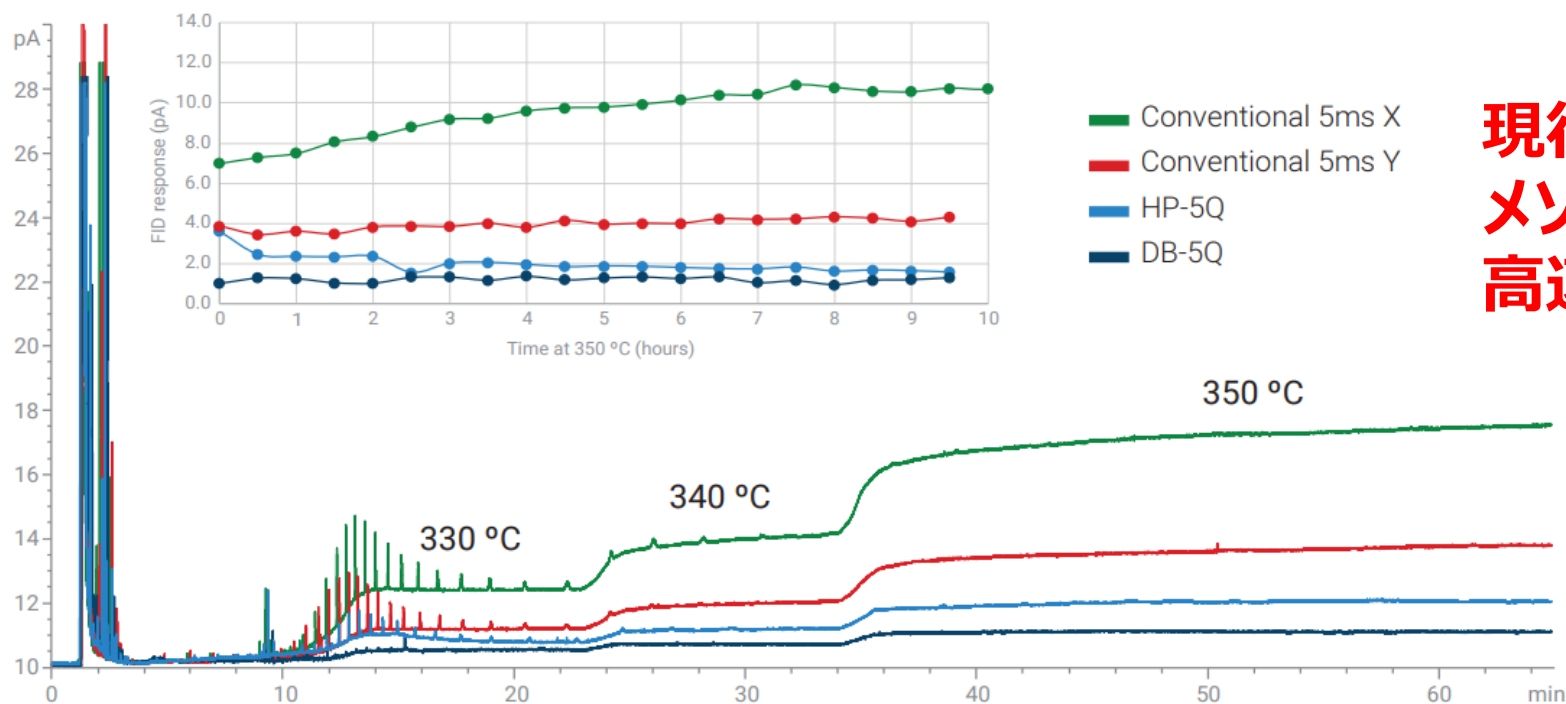
WCOT (Wall-Coated Open Tubular): 壁面被覆オープンチューブ

極性：無極性(DB-1)、微極性(DB-5)、中極性(DB-624)、高極性(DB-WAX)

低ブリード：固定相の最適化(DB-5ms)

ウルトライナーツ：カラム内壁 + 固定相表面を不活性化(DB-5msUI)

DB-5Q



現行メソッドを効率化
メソッド開発を効率化
高速分析でHe削減

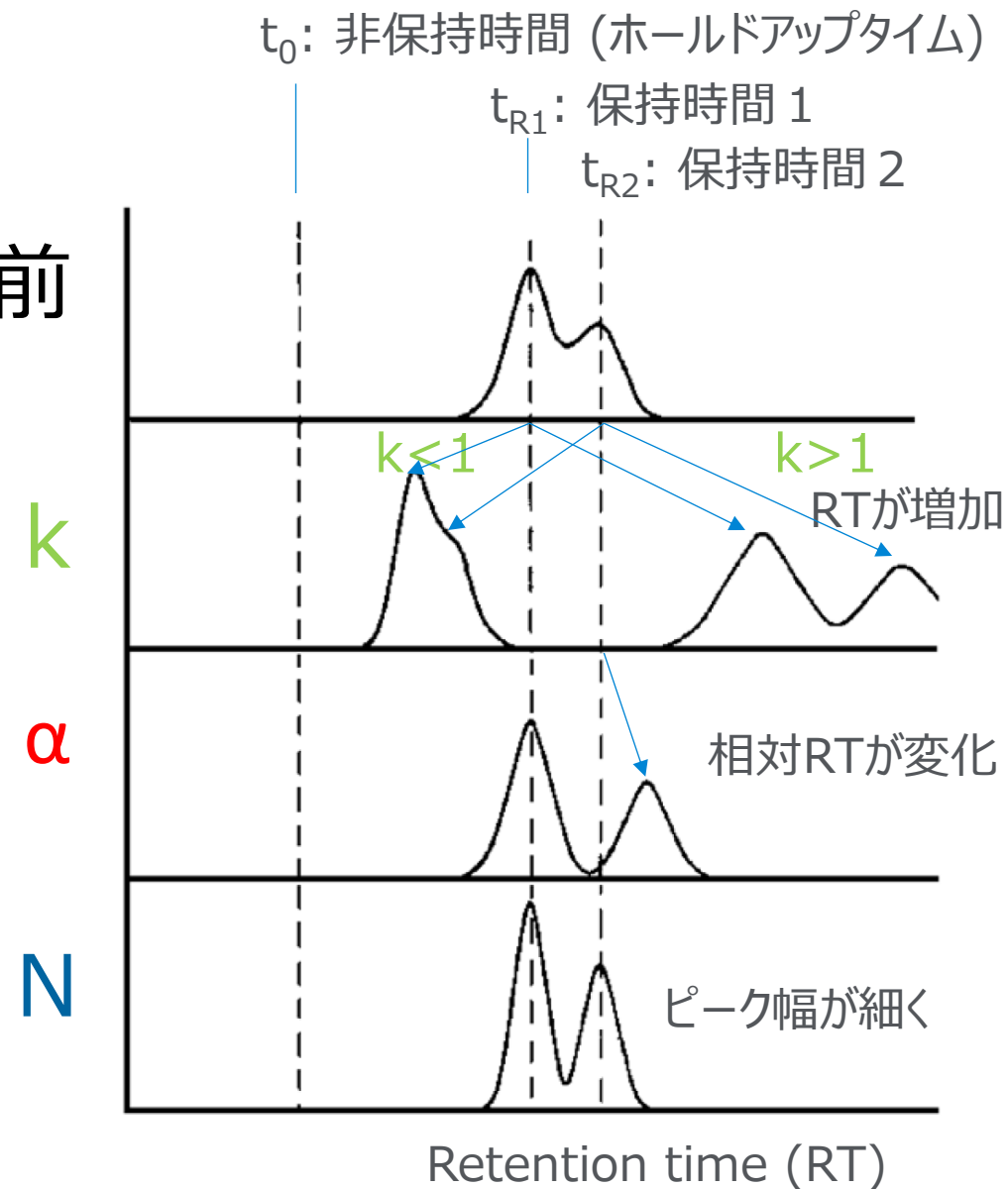
超低ブリードカラム

分離度 (R_s) の理論式

$$R_s = \underbrace{\frac{1}{4} \sqrt{N}}_{\text{効率 (N)}} \cdot \underbrace{\left(\frac{\alpha - 1}{\alpha} \right)}_{\text{選択性 (\alpha)}} \cdot \underbrace{\left(\frac{k}{1+k} \right)}_{\text{保持係数 (k)}}$$

カラム固定相が選択性を決める！

検討前



固定相の選択

既存の情報

選択性

極性

温度上限（耐熱限界）



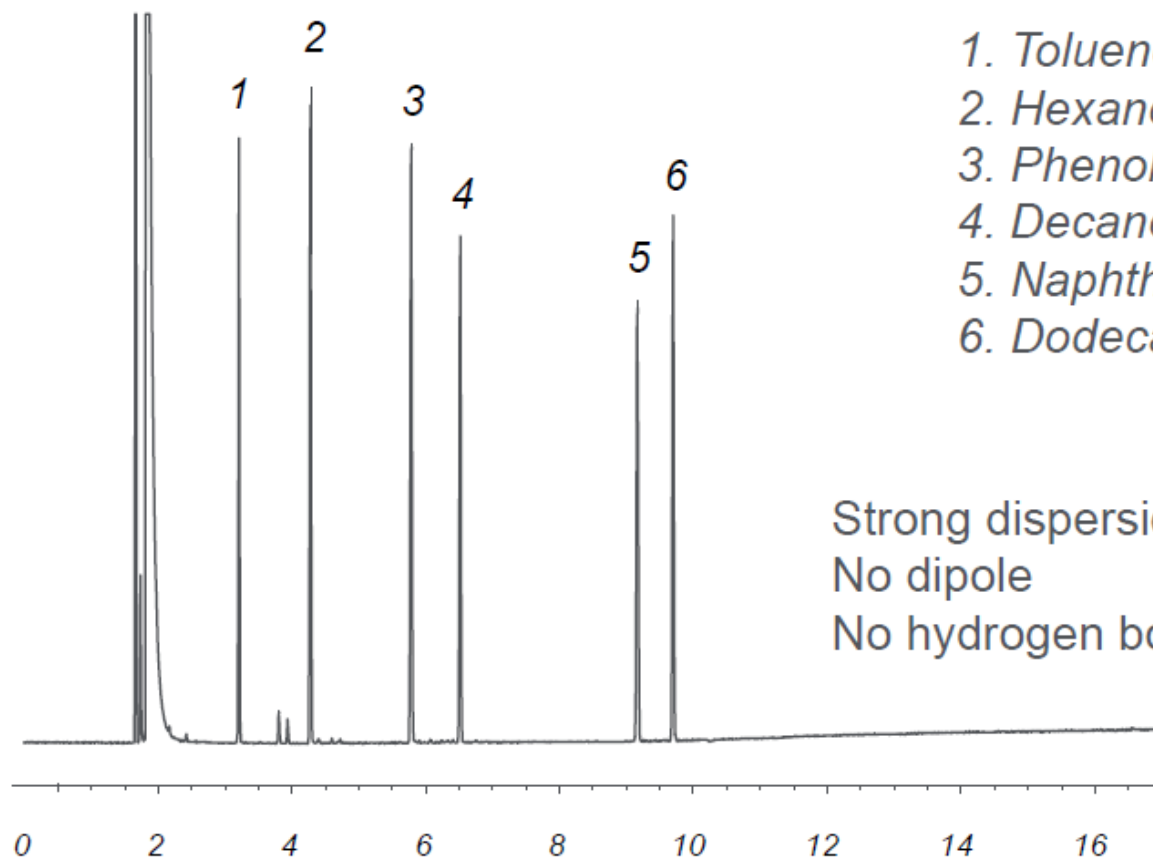
GCカラムの分離にかかわる相互作用

固定相 (Phase)	相互作用の特徴 (要約)	Agilent GC カラム	極性
メチル (Methyl)	分散力のみ (非極性)	DB-1, HP-1	非極性
フェニル (Phenyl)	分散力 + ごく弱い π 相互作用	DB-5, DB-5ms, HP-5	低極性
シアノプロピル (Cyanopropyl)	分散力 + 強い双極子 + 中程度の水素結合	DB-1701, HP-1701	中極性
PEG (ポリエチレングリコール)	分散力 + 強い双極子 + 中程度の水素結合	DB-WAX, HP-Innowax	高極性

100% Methyl Polysiloxane

1系の無極性カラムは
沸点順で溶出する

DB-1



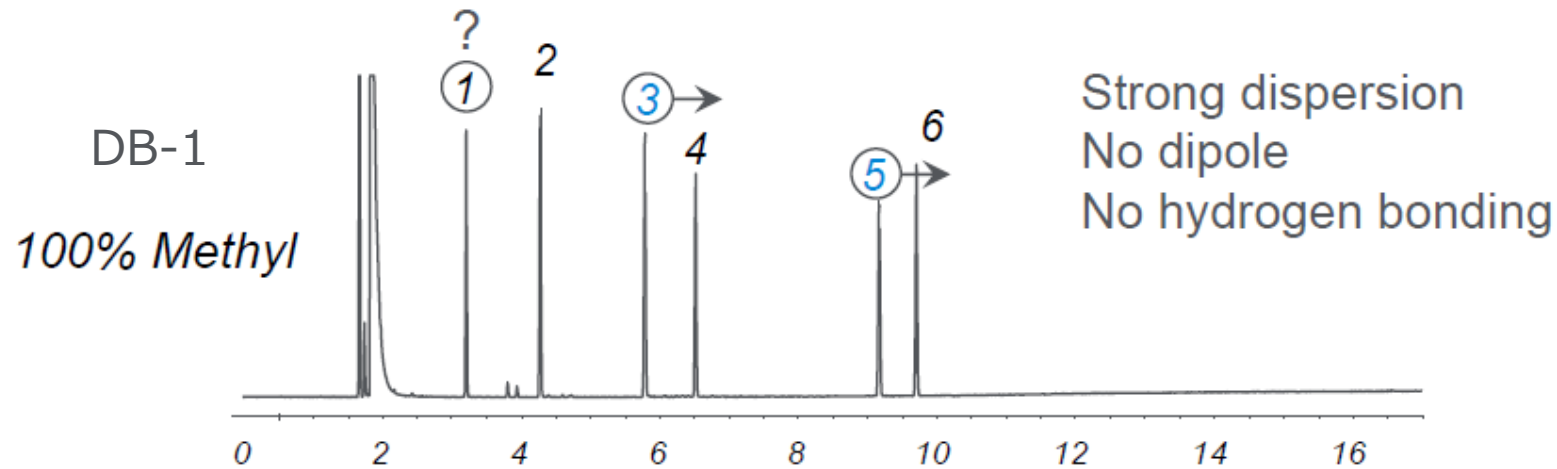
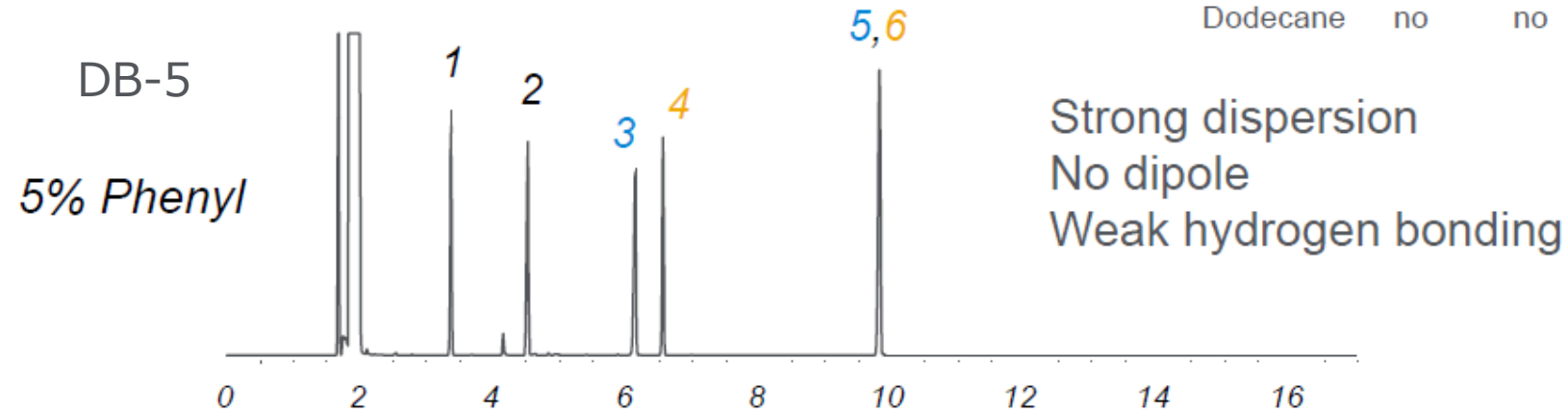
1. Toluene	110 °C
2. Hexanol	156 °C
3. Phenol	182 °C
4. Decane (C10)	174 °C
5. Naphthalene	218 °C
6. Dodecane (C12)	216 °C

Strong dispersion
No dipole
No hydrogen bonding

5% Phenyl

5系（微極性）で分離パターンが変わる

Compounds	Polar	Aromatic	Hydrogen Bonding	Dipole
Toluene	no	yes	no	induced
Hexanol	yes	no	yes	yes
Phenol	yes	yes	yes	yes
Decane	no	no	no	no
Naphthalene	no	yes	no	induced
Dodecane	no	no	no	no

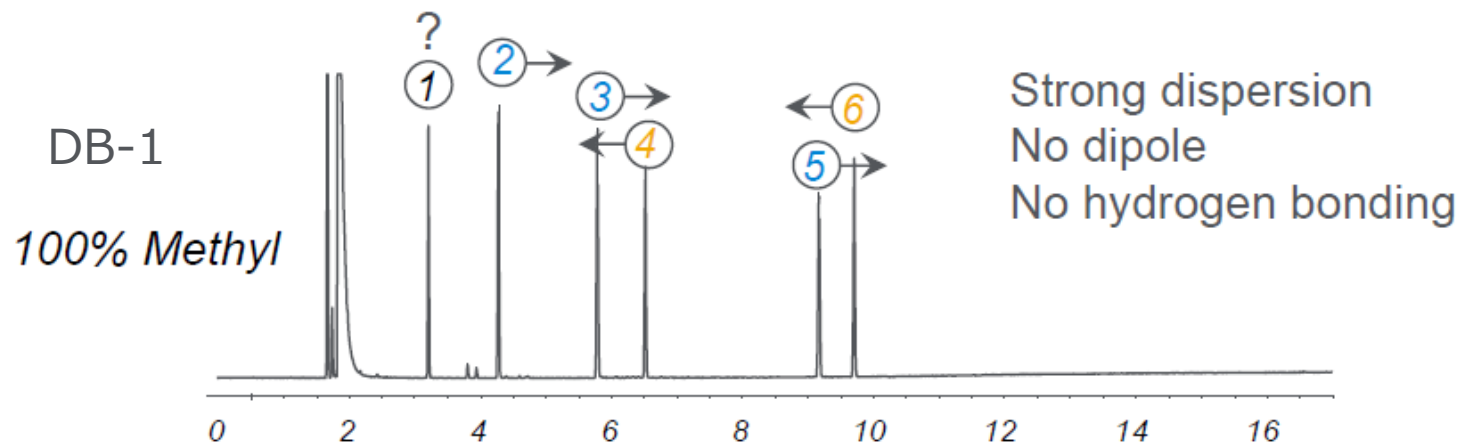
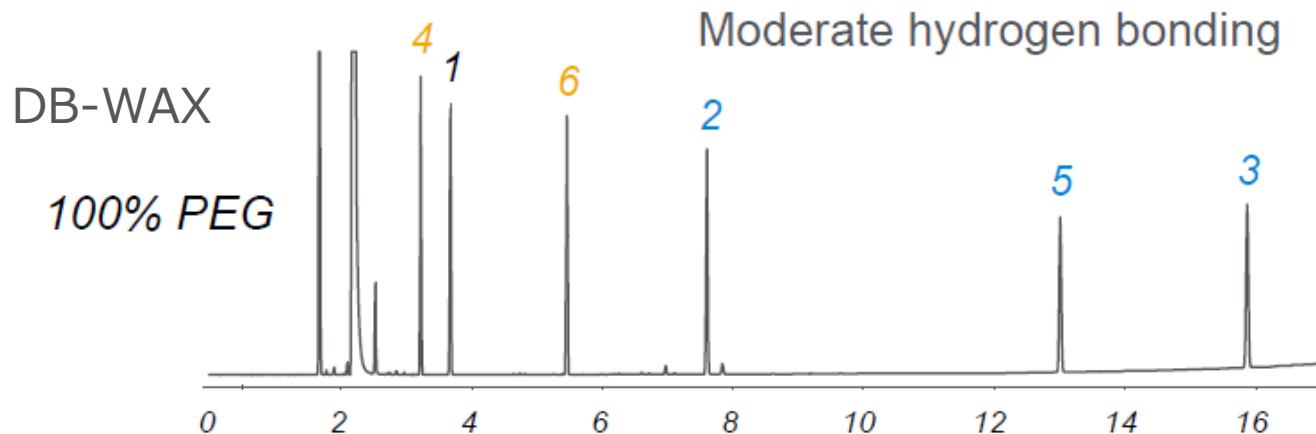


1. Toluene
2. Hexanol
3. Phenol
4. Decane (C10)
5. Naphthalene
6. Dodecane (C12)

100% Polyethylene Glycol

WAX (高極性) で分離パターンが変わる

Compounds	Polar	Aromatic	Hydrogen Bonding	Dipole
Toluene	no	yes	no	induced
Hexanol	yes	no	yes	yes
Phenol	yes	yes	yes	yes
Decane	no	no	no	no
Naphthalene	no	yes	no	induced
Dodecane	no	no	no	no



1. Toluene
2. Hexanol
3. Phenol
4. Decane (C10)
5. Naphthalene
6. Dodecane (C12)

GCカラムの極性と分離のまとめ

固定相の**極性**によって分析種の**分離**が大きく異なる。

既存情報の有無

分析種の極性

候補カラムのテスト

DB-1 (無極性)

DB-5 (微極性)

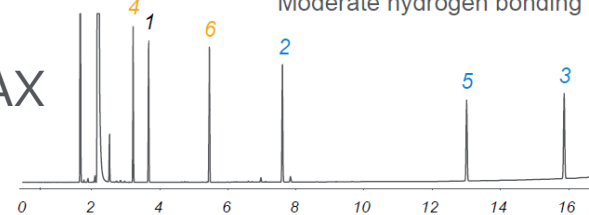
DB-WAX (高極性)

100% Polyethylene Glycol

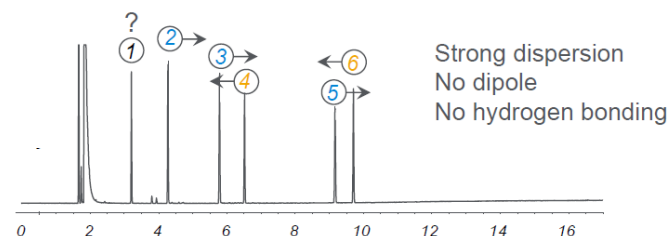
Strong dispersion
Strong dipole
Moderate hydrogen bonding

Compounds	Polar	Aromatic	Hydrogen Bonding	Dipole
Toluene	no	yes	no	induced
Hexanol	yes	no	yes	yes
Phenol	yes	yes	yes	yes
Decane	no	no	no	no
Naphthalene	no	yes	no	induced
Dodecane	no	no	no	no

DB-WAX

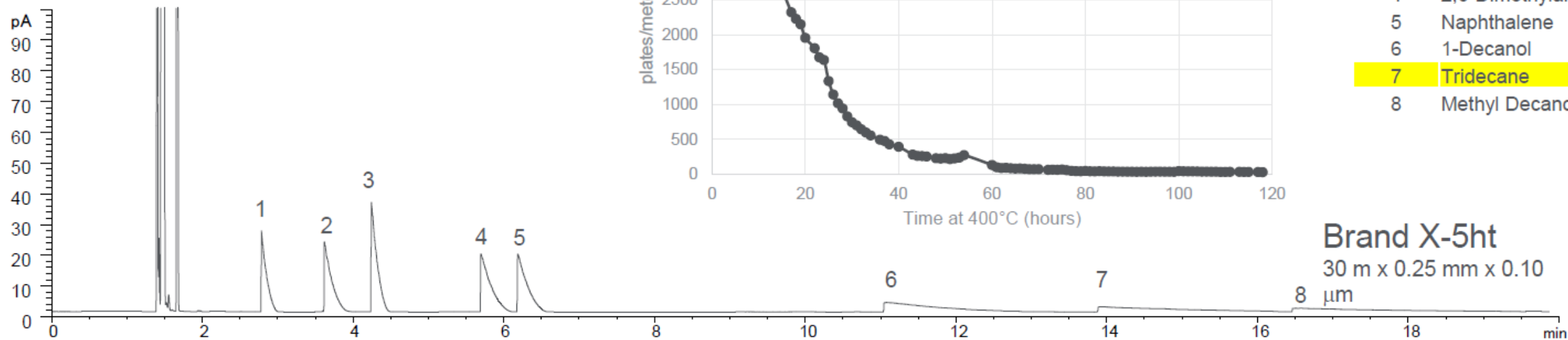


DB-1

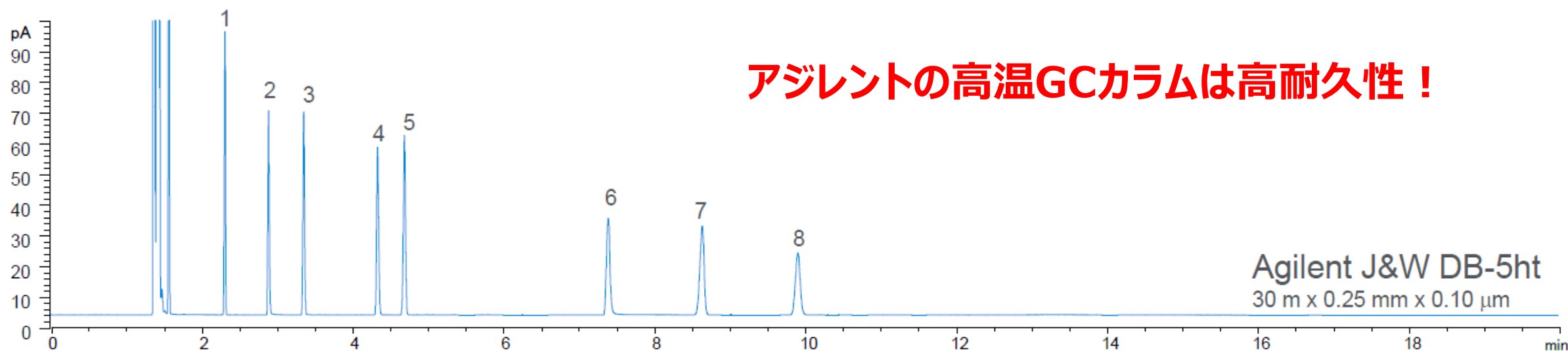


1. Toluene
2. Hexanol
3. Phenol
4. Decane (C10)
5. Naphthalene
6. Dodecane (C12)

400°Cで120時間使用した際 のカラム効率



アジレントの高温GCカラムは高耐久性！



固定相の選択のまとめ

既存の情報

選択性

極性

温度上限（耐熱限界）



カラムの選択

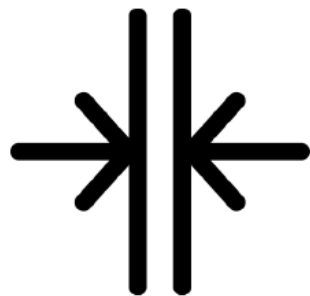
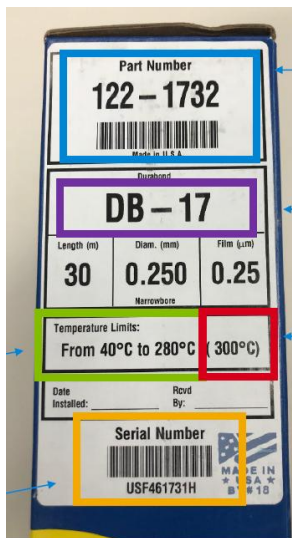
理論段数

キャパシティ（保持容量）

分析時間

ブリード（カラムブリード）

汎用性



Inner Diameter

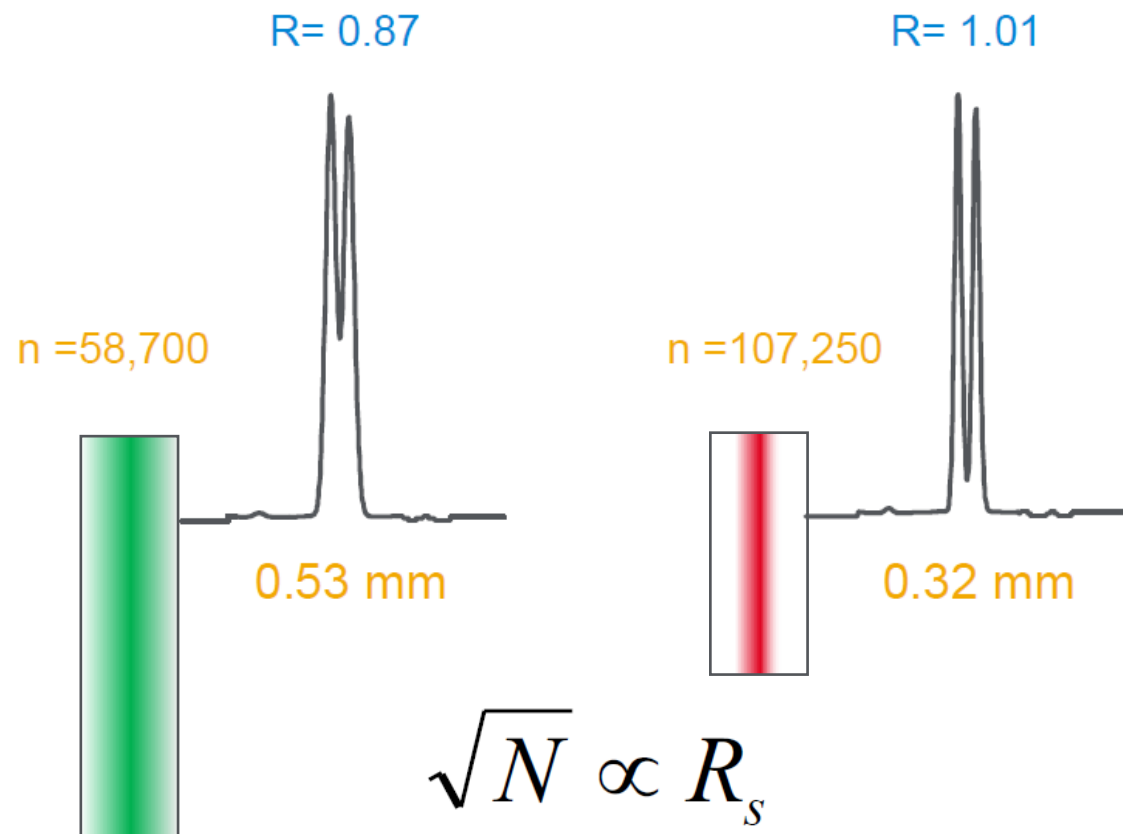


Length



Film thickness

カラム内径と理論段数の関係



id (mm)	N/m
0.10	11905
0.18	6666
0.20	5941
0.25	4762
0.32	3717
0.53	2242

efficiency x 4 = resolution x 2

内径が細かいカラムが高效率！

カラム内径と結合容量

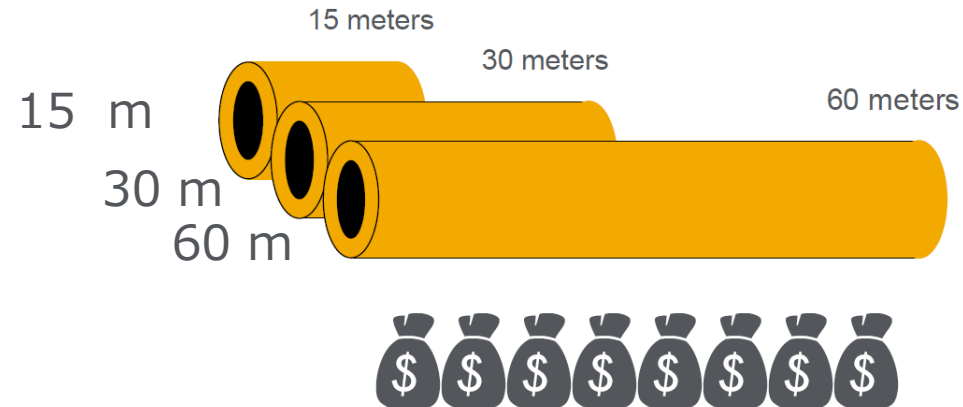
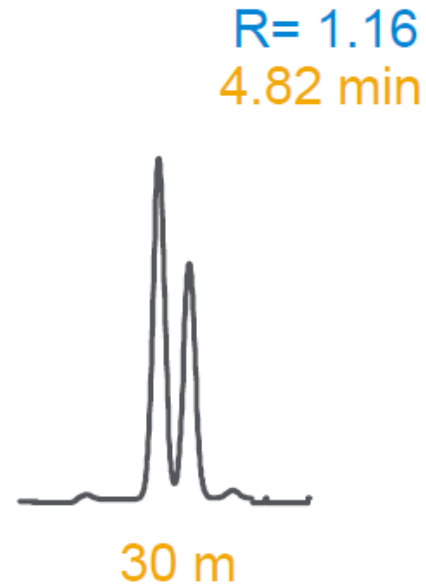
膜厚0.25 μm

id (mm)	Capacity (ng)
0.20	50–100
0.25	75–150
0.32	125–250
0.53	200–400

推奨：サンプル負荷量に適した内径を選択

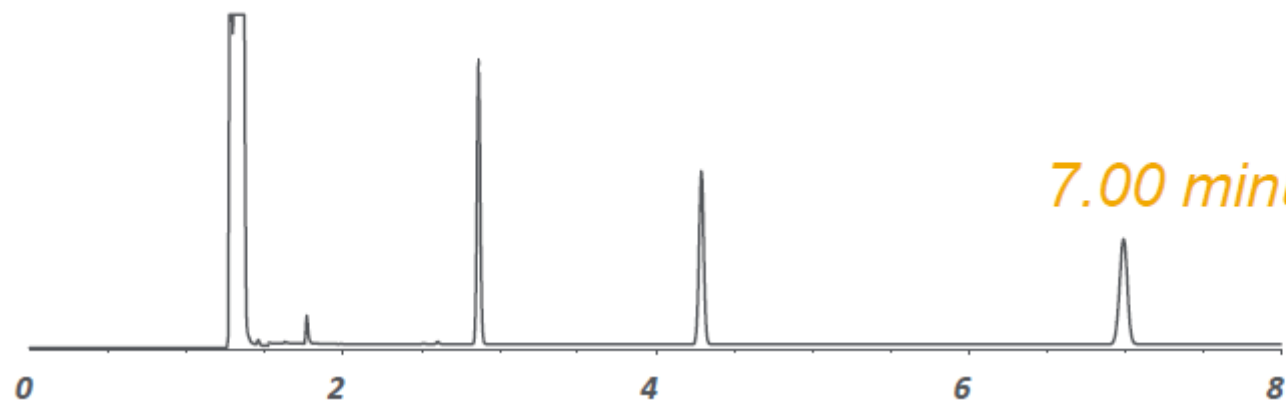
カラムの長さと分離度

推奨：分離できる最も短いカラムを利用する
⇒分析時間・ガス使用量の削減

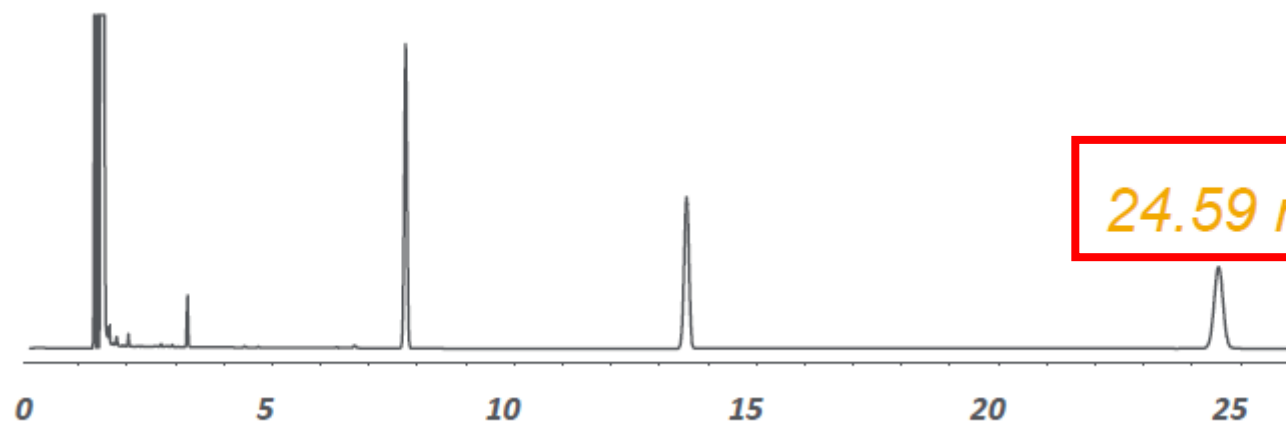
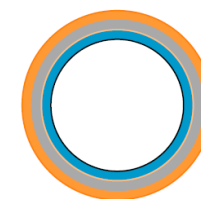


分析種に最適な**固定相**の
選択が重要

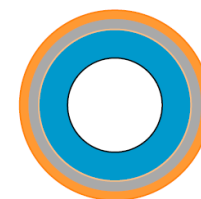
膜厚と保持



0.25 μm



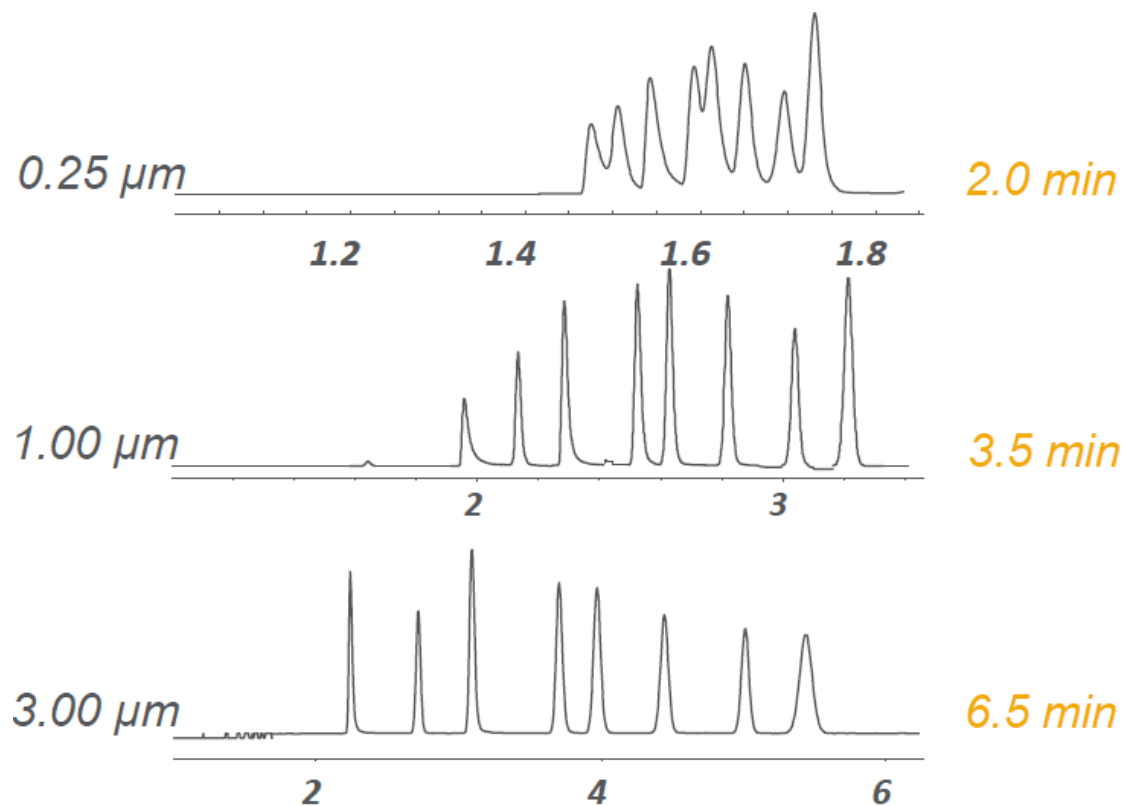
1.00 μm



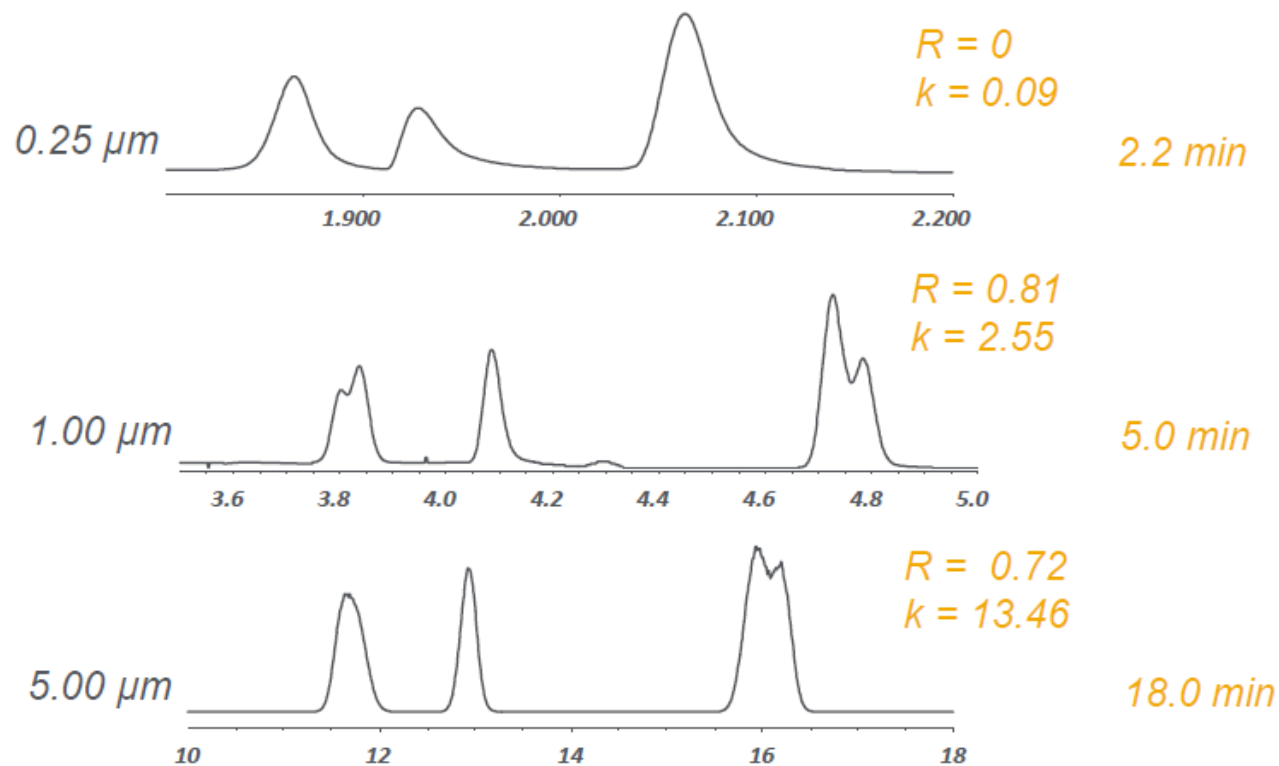
膜厚における分離度の比較 低沸点側と高沸点側

推奨：低沸点の分析種分離を改善したい場合に検討する

保持が弱い低沸点側で効果が大



保持が強い高沸点側は効果が小



膜厚

結合容量

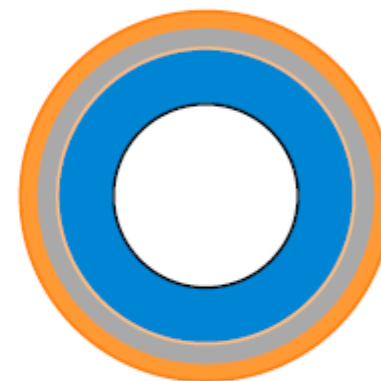
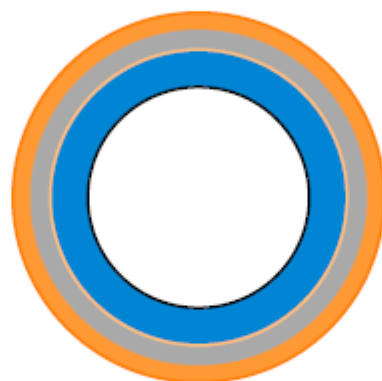
推奨：負荷量の調整に検討

	Thickness (μm)	Capacity (ng)
	0.10	50-100
	0.25	125-250
	1.0	500-1000
	3.0	1500-3000
0.32 mm column id Like polarity phase/solute	5.0	2500-5000

膜厚とブリードの関係

高沸点側でブリードが高い

More stationary phase = More degradation products

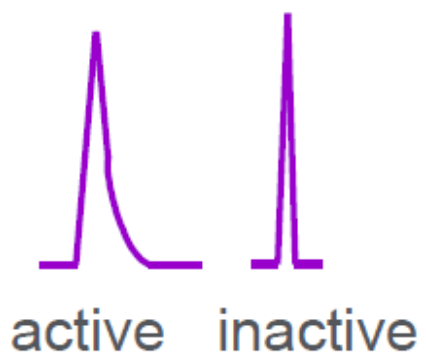
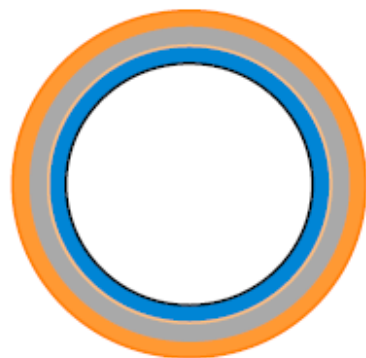


推奨：最高温度を低くする

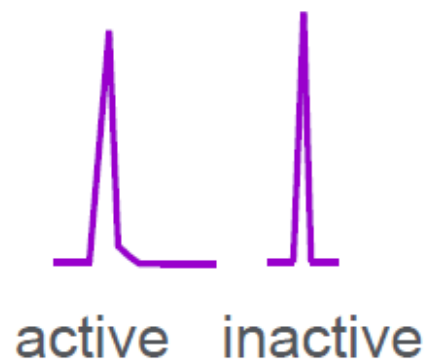
膜厚と不活性度の比較

膜厚が厚いと活性点まで分析種が到達しにくくなる

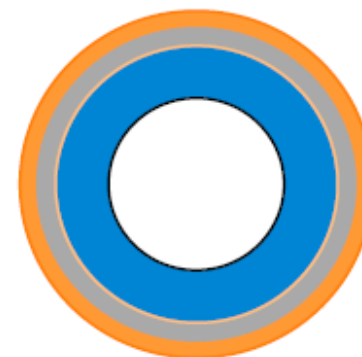
0.25 μm



1.0 μm



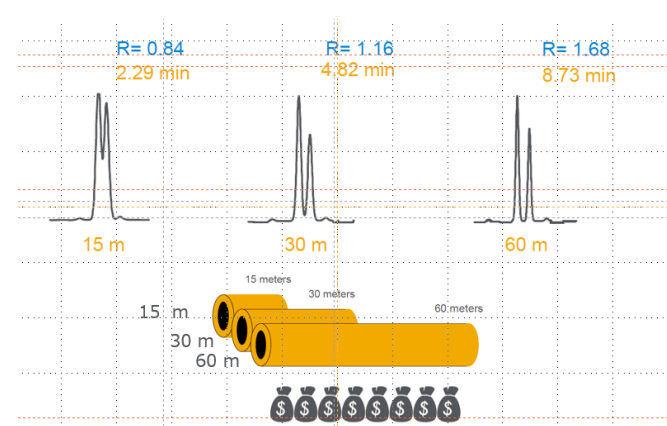
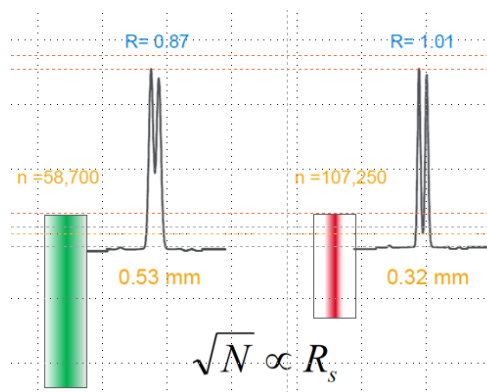
3.0 μm



カラム寸法の効果のまとめ

カラム内径

細い 分離度 ↑ 圧力 ↑
 太い 流量 ↑ 結合容量 ↑



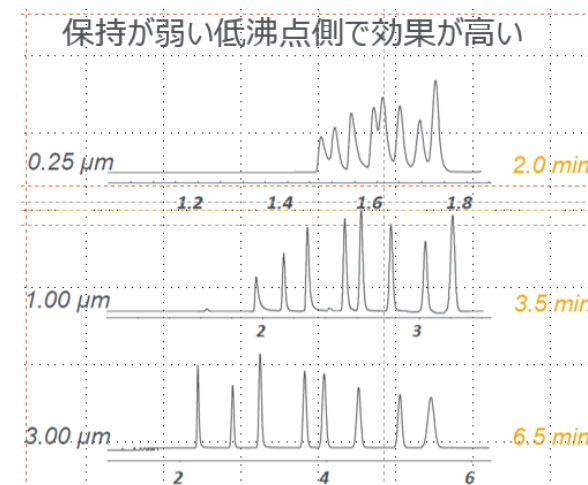
カラム長

長い 分離度 ↑ 保持 ↑ 圧力 ↑ コスト ↑



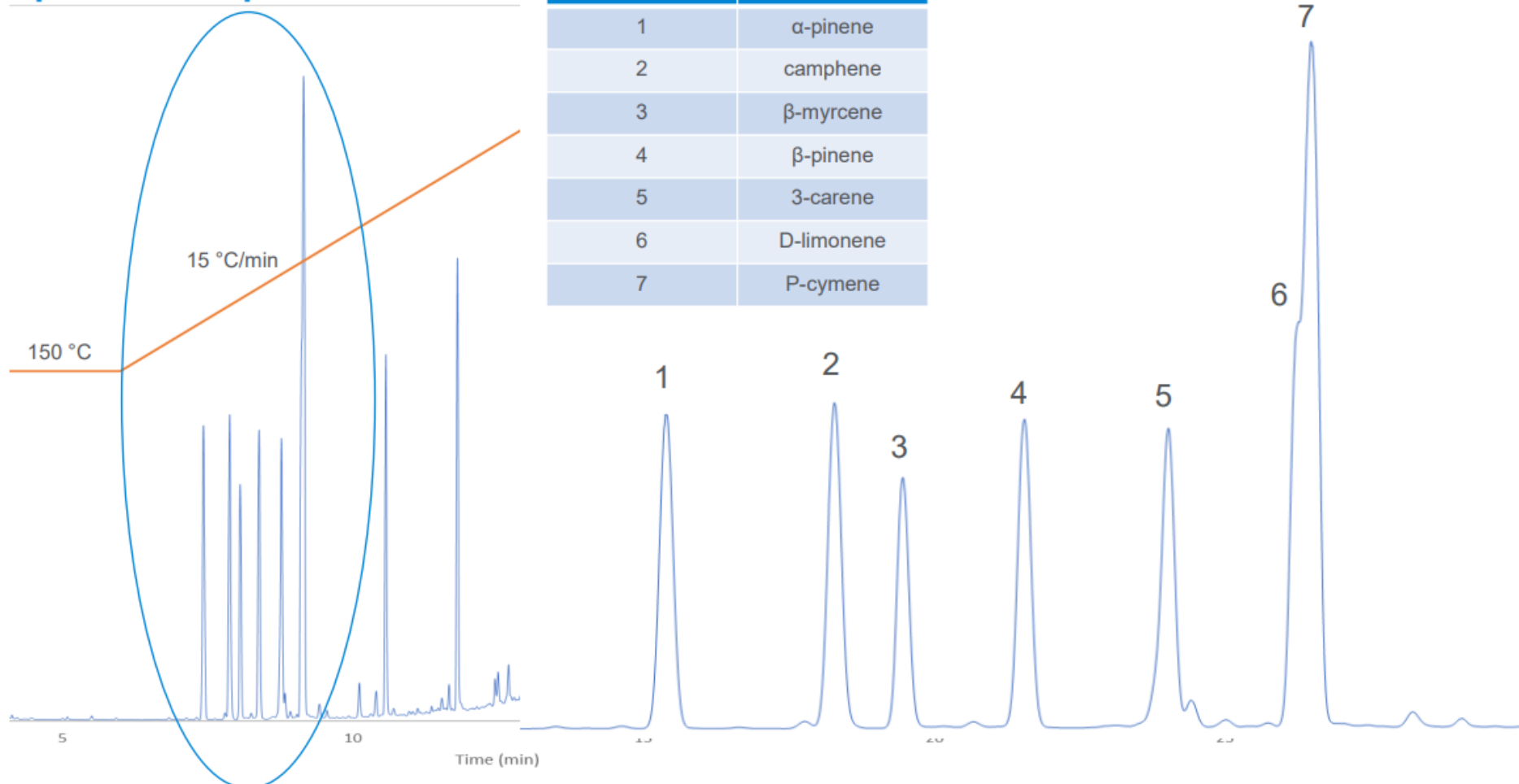
膜厚

厚い 保持 ↑ 分離度 ($K < 5$) ↑ 結合容量 ↑ 不活性度 ↑ ブリード ↑



昇温プログラムの検討

Terpene Separation



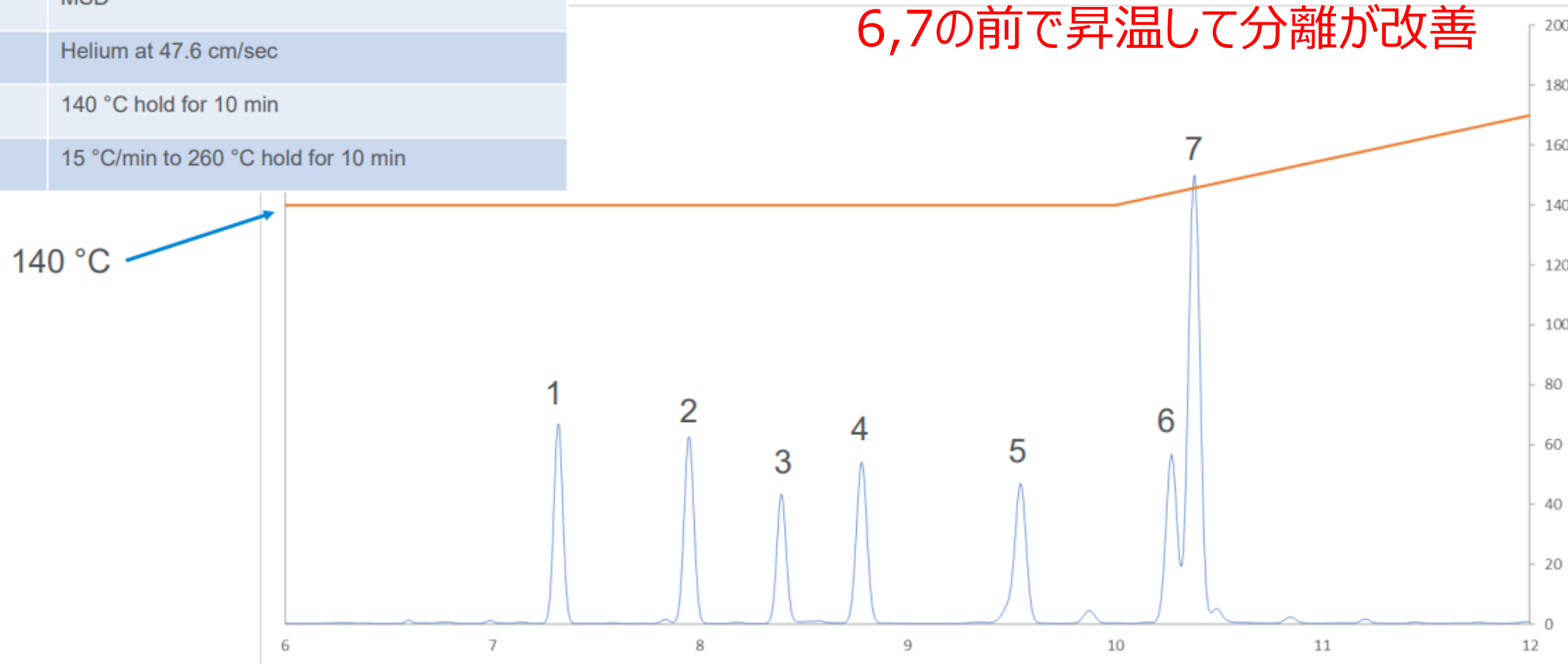
6, 7の分離を改善したい

昇温プログラムの検討

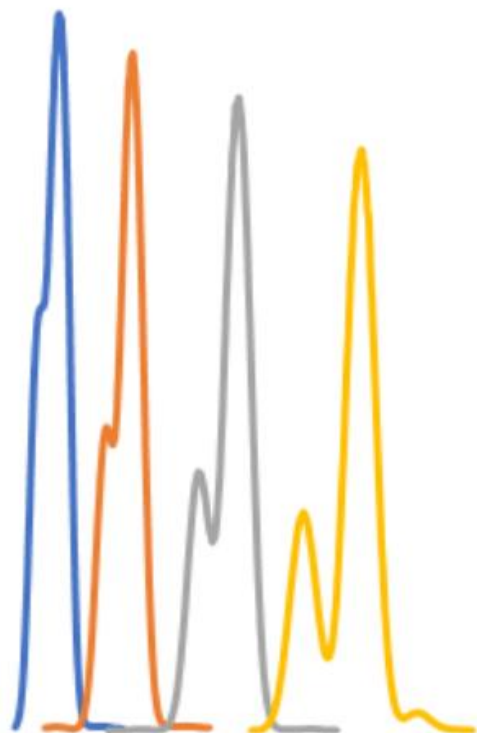
Terpene Separation - Optimization

Method Details	
Column:	DB-Select 624UI 30 m x 0.25 mm x 1.4 μ m
Detector:	MSD
Carrier Gas:	Helium at 47.6 cm/sec
Oven:	140 °C hold for 10 min
	15 °C/min to 260 °C hold for 10 min

140 °Cホールド時間を伸ばして、
6,7の前で昇温して分離が改善



昇温プログラムの検討内容



Method Details	
Oven:	150 °C hold for 6 min
	15 °C/min to 260 °C hold for 10 min

Method Details	
Oven:	150 °C hold for 6 min
	15 °C/min to 175 °C hold for 4 min
	15 °C/min to 260 °C

Method Details	
Oven:	150 °C hold for 10 min
	15 °C/min to 260 °C hold for 10 min

Method Details	
Oven:	140 °C hold for 10 min
	15 °C/min to 260 °C hold for 10 min

Original Method		Translated Method																																									
Column Length, m	100.0	<input type="checkbox"/> 40.00	<input type="checkbox"/> 100.0																																								
Internal Diameter, µm	250.0	<input type="checkbox"/> 100.0	<input type="checkbox"/> 100.0																																								
Film Thickness, µm	0.500	<input type="radio"/> 0.200	<input type="radio"/> 0.200																																								
Phase Ratio	125.0	<input checked="" type="radio"/> 125.0	<input type="radio"/> 125.0																																								
Carrier Gas	Helium	<input type="checkbox"/> Hydrogen	<input type="checkbox"/> Hydrogen																																								
Enter one Setpoint Head Pressure, psi	40.000	85.242	85.242																																								
Flow Rate, mL/min	1.7619	0.8810	0.8810																																								
Outlet Velocity, cm/sec	62.33	194.77	194.77																																								
Average Velocity, cm/sec	23.77	42.17	42.17																																								
Hold-up Time, min	7.01259	1.58103	1.58103																																								
Outlet Pressure (absolute), psi	14.636	14.636	14.636																																								
Ambient Pressure (absolute), psi	14.636	14.636	14.636																																								
Oven Temperature Program	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Ramp</th> <th>Rate</th> <th>Temp</th> <th>Time</th> <th>Ramp</th> <th>Rate</th> <th>Temp</th> <th>Time</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Initial</td> <td></td> <td>35.00</td> <td>13.000</td> <td></td> <td></td> <td>35.00</td> <td>2.931</td> </tr> <tr> <td>Ramp 1</td> <td>10.000</td> <td>45.00</td> <td>15.000</td> <td>44.354</td> <td>45.00</td> <td>3.382</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Ramp 2</td> <td>1.000</td> <td>60.00</td> <td>15.000</td> <td>4.435</td> <td>60.00</td> <td>3.382</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Ramp 3</td> <td>2.000</td> <td>220.00</td> <td>5.000</td> <td>8.871</td> <td>220.00</td> <td>1.127</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>			Ramp	Rate	Temp	Time	Ramp	Rate	Temp	Time	Initial		35.00	13.000			35.00	2.931	Ramp 1	10.000	45.00	15.000	44.354	45.00	3.382		Ramp 2	1.000	60.00	15.000	4.435	60.00	3.382		Ramp 3	2.000	220.00	5.000	8.871	220.00	1.127	
Ramp	Rate	Temp	Time	Ramp	Rate	Temp	Time																																				
Initial		35.00	13.000			35.00	2.931																																				
Ramp 1	10.000	45.00	15.000	44.354	45.00	3.382																																					
Ramp 2	1.000	60.00	15.000	4.435	60.00	3.382																																					
Ramp 3	2.000	220.00	5.000	8.871	220.00	1.127																																					

昇温プログラム（初期温度、ホールド時間、昇温レート）は分離と分析時間に強く影響する
 ⇒ 条件変更による負担が大きいポイントです

メソッド開発のまとめ

先行例の有無：特定のアプリケーション情報を利用する

試料の情報：揮発性ある？ 安定性ある？

固定相の選択：無極性 (DB-1) 中極性 (DB-5) 高極性 (DB-WAX) 専用カラム

カラム寸法：内径 (カラム効率)、長さ (カラム効率)、膜厚 (保持係数)

昇温プログラム：初期温度、ホールド時間、昇温レート

カラムラインナップ例

DB-5 内径 0.1-0.53 μm 長さ 5-60 m 膜厚 0.1-5 μm

DB-5Q 内径 0.18-0.32 μm 長さ 5-60 m 膜厚 0.18-0.5 μm

JW Column Portfolio- DB, HP, CP, VF

Low Polarity			Mid Polarity			High Polarity		
CP-Sil 2	DB-1ms UI HP-1ms UI	DB & HP-5ms UI	DB-XLB	DB-225ms	DB-ALC1	HP-88	DB-WAX	DB-WAX UI
DB-MTBE	DB-1ms HP-1ms	DB & HP-5ms	VF-Xms	DB-225	DB-Dioxin			WAX
CP-Select CB MTBE	VF-1ms	VF-5ms	DB-35ms UI	CP-Sil 43 CB	DB-200			X UI
	DB & HP-1	DB & HP-5	DB & VF-35ms	VF-1701ms	VF-200ms			
	CP-Sil 5 CB	CP-Sil 8 CB	DB & HP-35	DB-1701	DB-210			
	Ultra 1	Ultra 2	DB & VF-17ms	CP-Sil 19 CB	DX-4			
	DB-2007	DB-5.025	HP-507	DB-ALC2				
	DB-Petro/PONA	DB & VF-5ht	DB-17ht	DX-1				
	CP-Sil PONA CB	CP-Sil PAH CB	DB-608					
	DB-HT SimDis	Select Biodiesel	DB-TPH					
	CP-SimDis	SE-54	DB-502.2					
	CP-Volamine		HP-VOC					
	Select Mineral Oil		DB-VRX					
	HP-101		DB-624					
	SE-30		VF-624ms					
			CP-Select 624 CB					CP-TCEP
			DB-1301					
			VF-1301ms					
			CP-Sil 13 CB					

GCカラムは是非アジレントにお問い合わせください！



Agilent J&W has over 50 different stationary phase offerings

Q&A