



～ キャリアガスを節約するために ～

GC 及び GC/MS が待機状態の時のメソッドの作成例

以下の例では、スプリット/スプリットレス注入口と、FID あるいは MS のシステムについて記載しています。この文書における画面の設定例は 7890A を用いておりますが、他の GC (6890A、6850A、7820A) についても同様に設定します。

1. カラム流量の設定例

待機状態のメソッドでは、通常の分析メソッドと同じカラム流量に設定します。あるいは、カラム流量を 1ml/min に設定します。

COLUMN 1 (He)		
Dimensions	30.0 m	250 μ
Pressure	11.566	11.566
Flow		1.000<

注意

ここでは、長さ 30m、内径 0.25mm のカラムを使用した場合について例示しています。なお、使用しているカラムの長さ及び内径によっては、カラム流量を 1ml/min まで低減することができない場合もあります。

注意

GC/MS の場合、GC の電源だけを OFF にすることは避けて下さい。カラムの液相が剥離してイオン源を汚染する可能性があります。

2. 注入口の設定例

スプリット/スプリットレス注入口の場合は、ガスセーバを ON にして、セーブ流量を 15ml/min に設定します。なお、セーブ流量を 15ml/min 未満に設定することはできません。

もし、待機状態におけるトータル流量をさらに絞りたい場合は、ガスセーバを OFF にして、スプリット比を下げるにより可能となりますが、注入口及びそれより上流側のラインに混入した空気の影響を最小限に抑えるためにも、トータル流量は約 10ml/min 程度を確保してください。なお、この場合は各部の温度を 80°C に下げる必要があります (ただし、オープン温度は 3. を参照してください)。これは、もし圧力シャットダウンが発生した場合でも、混入した空気がカラムにダメージを与えるリスクを低減するためです。注入口の温度を OFF に設定しても構いませんが、80°C に加温していた方が水分の影響を低減できるため、装置の安定に要する時間を短縮することができます。

参考

GC/MS の場合は、スプリット比を絞っていくと、空気のバックグラウンドが上昇していく様子を確認することができます。マニュアルチューンの画面で、m/z69 に対する m/z28 の比率が 10% 程度以下となるようなトータル流量を設定します。

注意

トータル流量を削減することを目的として、スプリットレスモードのプレランの状態 (GC の Pre Run ランプが点灯した状態) で長時間待機させないでください。この状態で待機させることは、ライナー内の汚れ及び注入口に混入した空気がカラムに及ぼす影響が懸念されますので、推奨できません。

ご不明な点は、カスタムコンタクトセンタまで (電話受付 9:00~12:00、13:00~18:00 土、日、祝日は除きます)

電話  0120-477-111

E-mail: email_japan@agilent.com

FAX  0120-565-154

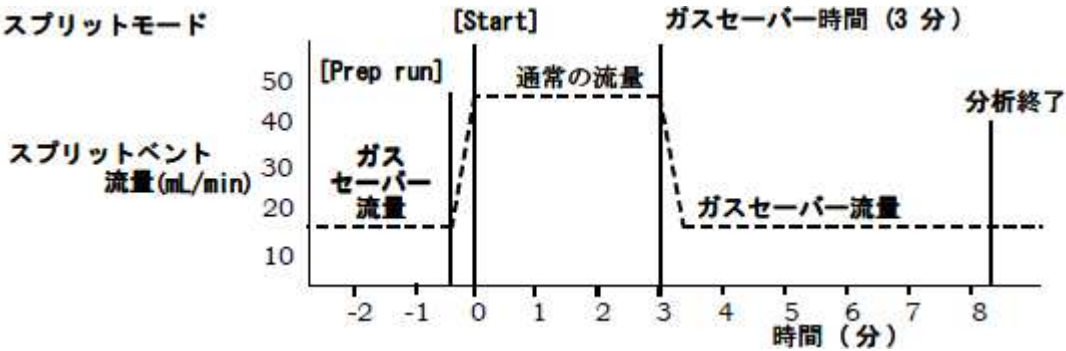
<http://www.agilent.com/chem/jp>



参考

ガスセーバとは、GC で最も多くガスを消費しているスプリットベント流量について、必要な時に必要な量だけを流すような操作を可能にするものです。具体的には、サンプルがカラムに導入された後、スプリットベント流量を設定値（セーバ流量）まで減らすことが可能で、この状態は、次の分析が開始されるまで続きます。

スプリットモード



ガスセーバ機能を ON にして、セーバ流量を 15ml/min、セプタムパージ流量を 3ml/min、カラム流量を 1ml/min とした場合、トータル流量は 19ml/min となります。注入口の温度は通常の分析メソッドと同じ温度に設定します。

FRONT INLET (S/SL)		
Mode:		Split
Temperature	250.0	250.0
Pressure	11.566	11.566
Split ratio		20.0
Split flow		20.0
Total flow	19.00	19.00
Septum Purge	3.0	3.0
Gas Saver		On
Saver flow		15.00<
Saver time		3.000



3. オープンの設定例

待機状態のメソッドでは、注入口及びそれより上流側のラインに混入した空気がカラムの液相に与える影響を最小限に抑えるため、GC のオープン温度は 40°C に設定します。

OVEN		
Temperature	40.0	40.0<
Initial time		0.000
Rate 1 (off)		0.000

ご不明な点は、カスタムコンタクトセンタまで(電話受付 9:00~12:00、13:00~18:00 土、日、祝日は除きます)

電話 0120-477-111

E-mail: email_japan@agilent.com

FAX 0120-565-154

http://www.agilent.com/chem/jp

4. 検出器の設定例

検出器の温度は、通常の分析メソッドと同じ温度に設定します。ただし、2.においてガスセーブ機能を OFF にしてトータル流量を 10ml/min 程度まで絞る場合は、検出器の温度を 80°C に下げます。

メイクアップガスとしてヘリウムを使用している場合は、ガスの消費量を節約するために、メイクアップガスのモードをコンスタントメイクアップ (Mode : Constant makeup) に設定し、メイクアップガスの流量を 1ml/min に設定します。以下の画面の設定例は FID ですが、NPD、FPD の場合も同様です。

なお、メイクアップガスとしては、ヘリウムよりも窒素を推奨しています。

FRONT DETECTOR (FID)		
Temperature	250.0	250.0<
H2 flow	0.0	Off
Air flow	0.0	Off
Mode:	Constant makeup	
Makeup (He)		1.0
Flame		Off
Output		0.0

5. その他の設定例

GC/MS の場合、インターフェイスの温度 (AUX#2)、イオン源及び四重極の温度は、通常の分析メソッドと同じ温度に設定します。

ただし、2.においてガスセーブ機能を OFF にしてトータル流量を 10ml/min 程度まで絞る場合は、AUX#2 の温度を 80°C に下げます。温度を OFF にしてしまうと、フェラル (グラファイト/ベスペル) が緩む可能性があるため、80°C に加温しておきます。この場合、MS のイオン源と四重極の温度も 80°C に下げます。

THERMAL AUXILIARY 2 (MSD)		
Temperature	80.0	80.0<

ご不明な点は、カスタムコンタクトセンタまで(電話受付 9:00~12:00、13:00~18:00 土、日、祝日は除きます)

電話  0120-477-111

E-mail: email_japan@agilent.com

FAX  0120-565-154

<http://www.agilent.com/chem/jp>