

2025年6月27日（金）
第391回ガスクロマトグラフィー研究会

GC, GC/MSの導入方法概説と上手な使い方

植田 郁生
(山梨大学工学部応用化学科)

分析化学誌 GC特集号

"持続可能な社会に貢献するガスクロマトグラフィーと
GC誕生70年のあゆみ"



1. 特集論文の対象： **GC**に関連する試料前処理，分離，分析，検出技術.
2. 特集号の種類： 分析化学総説，総合論文，**報文**，**技術論文**，**ノート**，アナリティカルレポート
3. 特集論文の投稿規定及び投稿の手引き： 一般論文に準拠（分析化学誌webページを参照）
4. 特集論文の審査方法： 一般論文に準拠
5. 特集論文の申込方法： 特集論文の申込方法:投稿カード(Excelファイル)に所定の事項を記入（論文種目欄と特集名「GC懇特集号」を選択）し，「分析化学」編集委員会あてに申し込み.
6. 投稿方法:「テンプレートファイルによる投稿要領」を参照し，論文投稿フォームより投稿.
7. 特集論文申込締切： 2025年8月29日(金)
8. 特集論文原稿締切： 2025年10月17日(金)
9. 特集論文掲載号： 2026年3月予定

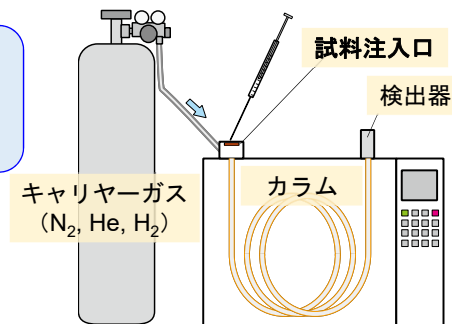
・ご投稿はGC懇の会員外でも可能です(会員外は**掲載料**が必要ですが，GC懇会員は6ページまで懇談会が負担可能)
・ご投稿予定の方は事前に植田にご連絡いただけると助かります

ガスクロマトグラフィー (GC)

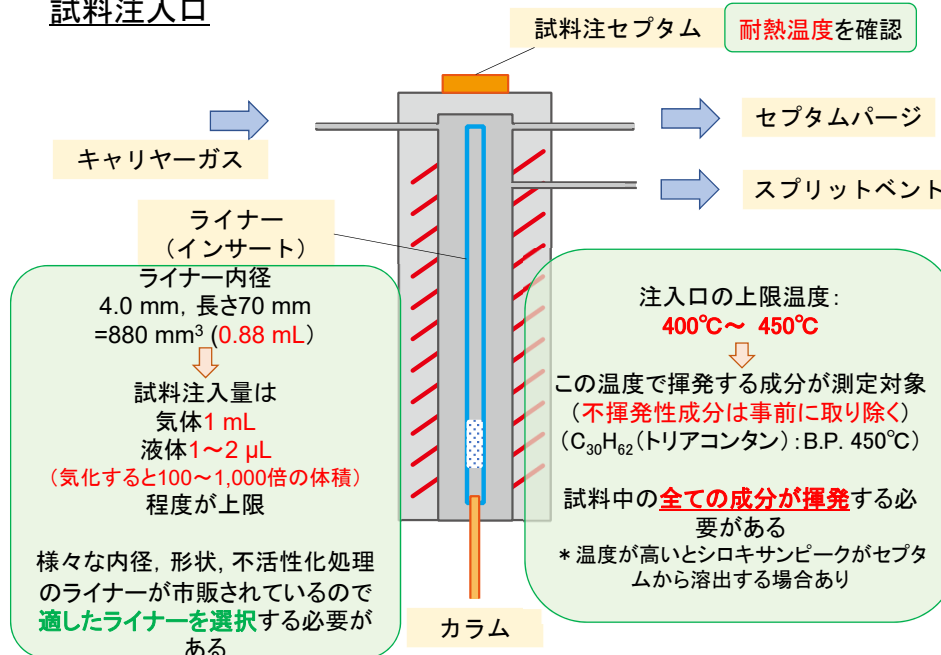
- ・ **移動相に気体** (ガス) を用いるクロマトグラフィー
 - * 試料が気体という意味ではない
- ・ 気体状の試料を移動相と固定相間の分配相互作用により分離する
 - * **試料中の全ての成分が気体状**になる必要がある



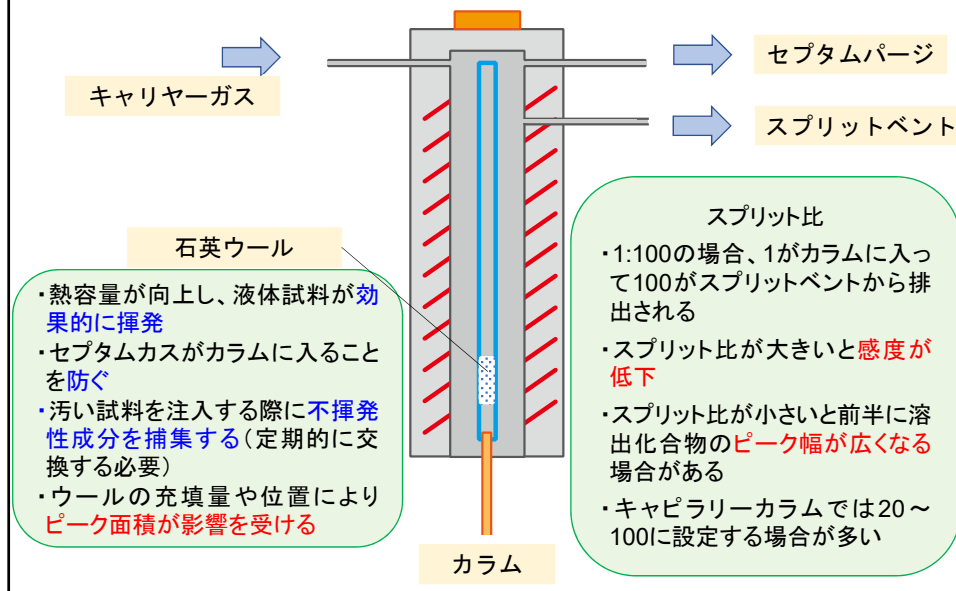
試料注入および試料の前処理に関する知識が必要



試料注入口



試料注入口



スプリットの役割

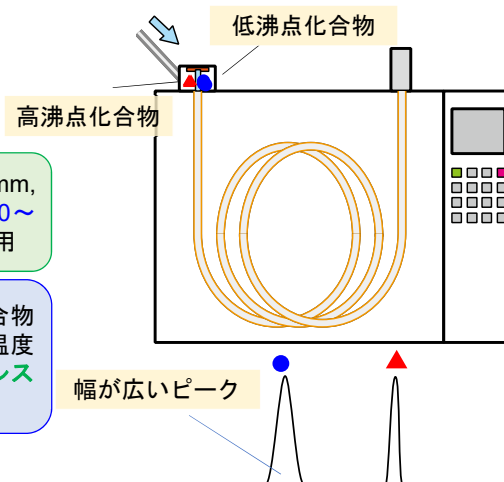
- ・キャピラリーカラム内の流量は1 mL/分程度
- ・ライナー体積を1 mLとすると、ライナー内のガスが全てカラムに入るまでに**1分以上かかる**

↓

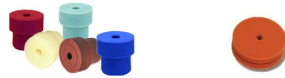
低沸点化合物（溶媒も）はその間もカラム内を移動するため、**ピーク幅が広がる**

↪ キャピラリーカラム（0.25 mm, 0.32 mm i.d.）使用の際は**20～100程度のスプリット比**を使用

測定対象化合物が高沸点化合物である場合は、カラム初期温度を下げることで**スプリットレス注入も可能**

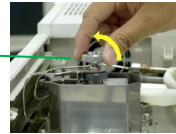


セプタム交換



Septum (複)septa; 隔壁, 隔膜

- ・ **耐熱温度** (250~450℃) や耐久性が異なる数種が市販
- ・ 一定回数使用すると **交換** (50~100回が目安)
 - * 注入口とカラムの **温度を十分下げる** (セプタムやライナーの表面およびカラムに悪影響)
 - * 交換後しばらく **キャリアガスを流してから** 注入口とカラム温度を上げる (酸素を追い出す)
 - * 新しいセプタムの表面 (装置側) を **手で触らない**
 - * 交換直後のセプタムを高温で使用すると、**シロキサンなどの溶出** がある (分析が妨害される場合は種類変更 (低ブリードセプタム)、一晩高温で放置)
 - * **ナット** を強く締めすぎない



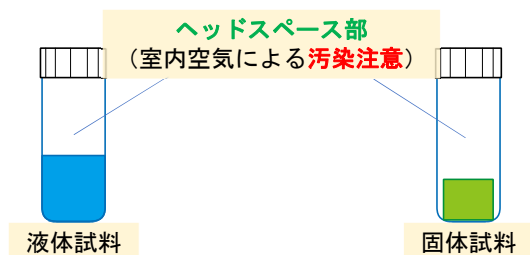
気体試料導入 (1)



- ・ 気体試料は **ガスタイトシリンジ** を使用 (プランジャー先端にテフロンチップが付いていて気密性があるもの)
- ・ テフロンチップは定期的に交換 (逆さにした時にプランジャーが動く際は消耗しているので交換時期)
- ・ 気体試料はオートインジェクタに非対応なので手打ち→注入速度 (プランジャーを押す速度) は **面積の再現性に影響** があるので一定速度で注入。
- ・ 注入後もシリンジ内部に試料ガスがわずかに残るため、**汚染** に注意 (窒素や空気で洗浄、真空ポンプで吸引)
- ・ 分子量が大きい成分は一部が **シリンジ内部に吸着** する場合もある (容器内での吸着にも注意)
- ・ 微量の酸素、窒素、二酸化炭素の定量分析は、試料注入時に空気の巻き込みがあるので **困難**

気体試料導入（２）

- ・ 室温で**気体状の化合物はほぼ濃縮ができない**
- ・ 気体試料をガスサンプリングバッグに作製する場合、透過による**損失や汚染に注意**（経時変化を観察）
- ・ 実験室空気に有機溶媒が多く存在すると、注入時に巻き込まれるなどの**汚染（コンタミ）**が起る場合がある（ブランクの確認）
（固体試料を容器に入れてヘッドスペースを分析する際も元から存在した容器内の気体に注意）
- ・ GC-MS使用の場合、気体試料でも「溶媒待ち時間」を設定した方がフィラメントにダメージが少ない



液体試料

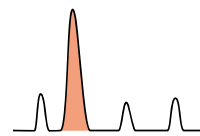
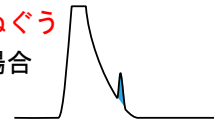
- ・ 同じ測定対象成分でも、**溶媒が変わると面積が変わる**
↳ 試料注入口での気化挙動が異なるため（標準試料と測定対象試料の溶媒は必ず同一にする）
- ・ **溶液試料の注意事項**
 - * **水**への溶解性が低い化合物は、水試料保存中に**揮発**と容器内壁への**吸着**がある（試料は一日も持たない）
 - * 水への溶解性が低い化合物は、**濃い濃度の水溶液は作れない**。まずは有機溶媒溶液を作成し、溶解度濃度以下の水溶液を作成する
 - * 有機溶媒試料溶液を水に少量添加して、最終的に水溶液を作る際、対象成分よりも**1000倍以上高濃度の有機溶媒を含んでいる**事に留意（**溶媒効果**によりヘッドスペース分析などで影響あり）
 - * 揮発性が高い有機溶媒を溶媒に用いることが適しているが、保存中の**溶媒の揮発**に注意（保存する際は保存容器を使用）
 - * 溶液試料は基本は低温（4℃以下）で保存（**凍結は×**）
 - * 溶液を窒素吹き付け等で濃縮する場合、低沸点化合物は**一緒に揮発**するため注意（炭素数10以下は注意）



液体試料導入（１）

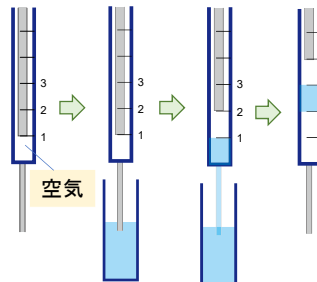


- 液体試料は液体用シリンジを使用
- 事前に溶媒で良く中を洗浄（溶媒を吸って出す）
- 使用後も溶媒で中をよく洗浄（残渣物が固着する）
- 液体試料を所定量採取後に、針の外側をワイプでぬぐう
- 溶媒ピークが大きく、試料ピークが飲み込まれる場合
→スプリット比を上げる
→オープンの初期温度を下げる
- GC-MSを使用する場合は溶媒ピークが溶出し終わるまで、適切な溶媒待ち時間を設定（一般的なカラムだと3～5分）
 - * 溶媒がクロマトグラムが一番最初以外、あるいは溶媒以外にも含有量が多い成分がクロマトグラムの途中で溶出する場合は、その大きなピークを測定しない工夫が必要
 - 大きなピークも定量したい場合：希釈
 - 大きなピークを定量しない場合：溶出時間だけフィラメントをOFFにする
そのピークが溶出し終わるまで溶媒待ち時間とする。



液体試料導入（２）

- 水溶媒を注入することは可能だが、GCとの相性は良くない（高い体積膨張・高い気化熱）⇒ ヘッドスペース分析も考慮
- 試料注入後、装置からシリンジを抜くタイミングを統一した方が再現性が上がる
- 液体試料の手打ちは慣れないと再現性が悪い。ピーク面積の相対標準偏差値（RSD）は10%以下を目指す（慣れたら5%以下）
- シリンジに液体を採取する際、ぴったり1 μL 採取（注入）するのは結構難しい
⇒ 1 μL 採取分だけ採取した量（実際は0.9 μL でもo.k.）とする
- 液体試料は針内からシリンジ内に引き込んでから注入
(針内に液体試料があると、注入口挿入時に気化・膨張してカラムに挿入され、2段階注入になる)
- 試料注入時はプランジャーの飛び出しに注意！



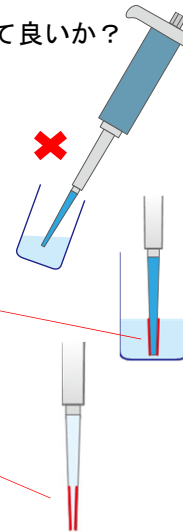
液体試料調製（マイクロピペット(1)）

マイクロピペットを用いて【水以外の溶媒】を採取して良いか？

⇒ 基本的に**良い**（注意事項あり）

【一般的注意事項】

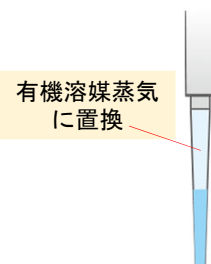
- ・ ピペットは**垂直**で吸引（斜めだと精度が落ちる）
- ・ チップを溶液に漬けるのは**数mm**（深いと**外側に溶液が多く付いて**精度が落ちる）
- ・ （特に高粘度液体）**一回目に吸引した液体を排出**してから吸引（チップ内部と溶液を馴染ませる。内側に少し残るので精度が下がるため）
- ・ プッシュボタンは吸引時も排出時もゆっくり



液体試料調製（マイクロピペット(2)）

【水以外の溶媒】

- ・ 揮発性溶媒の場合、吸引後にチップ内で揮発し、加圧されて液垂れが起るのを防ぐため、数回**吸引と排出を繰り返して**ピペット内部を溶媒ガスで満たしておく
- ・ 水以外の溶媒で事前に校正しておくことがベスト



まとめ

- ・試料の準備と注入には多くのノウハウがある。

⇒ 多くが化学的に説明できる注意点であり、**化学物質の性質**や**GCの原理**を正しく理解することで、身に付けることができる。

- ◆ GCは技術がほぼ完成し、(特に日本では)研究者は少ない。
- ◆ GCのユーザーは多く、基礎的・応用的内容を含む勉強会やノウハウなどの意見交換の場は非常に重要。



GC研究懇談会では今後もGC関連企業やGCユーザーにとって有益な場となる機会を提供(するよう努力します)

分析化学誌 GC懇特集号 (2026年3月)

- ・2025年8月19日: 申込期限
- ・2025年10月17日: 投稿期限

*GC懇会員による投稿の場合は投稿料をGC懇で負担(最大4.4万(6ページ分))

