

Gas Chromatography

ガスクロ 自由自在

Q & A

分離・検出 編

日本分析化学会 ガスクロマトグラフィー研究懇談会 編
代島 茂樹, 古野 正浩, 前田 恒昭 監修

第2版



丸善出版

ISBN978-4-621-31003-8

C3043 ¥3600E

定価 3,960 円

(本体 3,600 円 + 税 10%)

機器分析・分析化学



9784621310038



1923043036005



第2版



目 次

本書で用いる用語について.....	x
-------------------	---

1 章 分離・カラム編

【分離の理論】

1. 保持比と保持係数の違いってなんですか?.....	2
ワンポイント 1 保持比と分離係数.....	3
2. ピーク幅および半値幅と、ピークの標準偏差の関係を教えてください.....	4
3. 理論段数ってなんですか?.....	6
ワンポイント 2 ピーク面積から理論段数を求める方法は?.....	7
ワンポイント 3 理論段数と有効理論段数.....	7
4. 分離度ってなんですか?.....	8
ワンポイント 4 テーリング係数とアシンメトリー係数.....	9
5. カラムのなかで、どのように成分の分離がされるのですか?.....	10

【カラム・充填剤・固定相】

6. 充填カラムとキャピラリーカラムの利点・欠点を教えてください.....	12
7. カラムの長さ、内径、膜厚の違いの注意点について教えてください.....	15
8. 充填カラムの充填剤について教えてください.....	19
9. PLOT カラムとはなんですか?.....	21
10. カラム用管の材質の特徴や、キャピラリーカラムの外側にコーティングされているポリイミドの役割を教えてください.....	25
11. カラムの固定相液体の極性と McReynolds 数との関係を教えてください.....	28
12. カラムに付けられている 5 系や 17 系といった数字の意味や、USP の分類について教えてください.....	33
13. 代表的な固定相液体であるシリコーン系とポリエチレングリコール系の特徴について教えてください.....	34
14. キャピラリーカラムは、まず何をそろえればよいのでしょうか?.....	37
15. 光学異性体分離用のカラムについて教えてください.....	38
16. 化学結合形固定相はどのように結合されているのでしょうか?.....	42
17. カラムの固定相液体（液相）は本当に液体なのでしょうか?.....	44

【分 離】

18. 保持指標ってなんですか？ 45
 ワンポイント5 なぜ環境分析では5% フェニルメチルシリコーンのカラムを用いる例
 が多いのですか？ 47
19. 同じ液相でも、カラムやメーカーによって分離の仕方が違うのはどうしてですか？ 48
20. ピークキャパシティーとはなんですか？ 49
21. カラムの試料負荷容量について教えてください。過負荷をピークから判定する方法はあ
 りますか？ 52
22. 充填カラムで行っていた分析を、キャピラリーカラムに切り替える場合の注意点を教え
 てください。 54
23. キャリヤーガスの最適流量はどのように求めるのですか？ 55
24. キャピラリーカラムの中のキャリヤーガスの移動速度について教えてください。 57
25. 分析時間を短くする方法や、高速 GC について教えてください。 59
26. キャリヤーガスをヘリウムから水素に変えると、なぜ分析時間が短くなるのですか？ 62
27. キャリヤーガスの流量制御のモードについて教えてください。 64
 ワンポイント6 ガスの粘度 65
28. リテンションタイムロッキングとはなんですか？ 66
29. メソッドトランスレーションソフトウェアの使い方について教えてください。 68

【カラムの取扱い】

30. カラムを長期間使用しない場合の保管方法を教えてください。 71
 ワンポイント7 液相の種類によってコンディショニングは変えた方がよいですか？ 72
31. カラムのコンディショニングは、どの程度行うのが適当ですか？ 73
 ワンポイント8 外国でエージングといったら通じませんでした。 74
32. カラムの最低使用温度はどのようにして決めているのでしょうか？ 75
 ワンポイント9 カラムをコンディショニングしすぎるといけないのは、なぜですか？ 76
33. カラムを使用上限温度以上に加熱してしまいました。カラムが劣化したかどうかの判断
 方法を教えてください。 77
34. カラムのブリーディングが大きくなってきたような気がします。どうすれば解決できま
 すか？ 79
35. キャピラリーカラムの溶媒洗浄方法を教えてください。 80
36. キャリヤーガス中の酸素や水で、カラムが劣化すると聞きましたが、なぜですか？ 81
37. 固定相にケミカルダメージを与える物質を教えてください。 82
38. キャピラリーカラムの分離能が低下したようです。洗浄などで復活できますか？ 84
39. カラムの性能評価に使用するテストミックスについて教えてください。 86
40. 高温分析を行うと、カラムが折れやすくなってしまう。対策はありますか？ 88
41. 熱に不安定な物質は分析できないのですか？ 89
42. ピークの形がおかしいのですが、どうすれば解決できますか？ 90
43. 昇温分析をするとゴーストピークが出現します。どのような原因が考えられますか？ 93
44. 保持時間が安定しません。原因と対策を教えてください。 96

【カラムスイッチング・二次元 GC】

45. カラムスイッチングの切替えバルブ方式と圧力バランス方式の特徴や使い方を教えてください。.....99
46. カラムスイッチングのプレカット、テールカット、ハートカットの違いと、バックフラッシュについて教えてください。.....101
47. マルチディメンジョナル GC, 包括的二次元 GC とはなんですか?104
- ワンポイント 10 キャピラリーカラムを用いた GC における流路切替え法.....108

2章 検出・定性定量・データ処理編

【検出・定量の基礎】

48. 面積百分率法, 補正面積百分率法について教えてください。.....110
49. 標準添加法と内標準添加法の違いを教えてください。.....112
50. 絶対検量線法ってなんですか?114
51. 分析に使用する検量線は, 通常何点で作成したらよいですか?116
- ワンポイント 11 テーリングピークの検量線はゼロを通らない.....117
52. 検出限界の求め方を教えてください。.....118

【検出器】

53. よく用いられる検出器の種類と特徴を教えてください。.....120
54. ピーク形状は, キャリヤーガス流量の影響を受けますが, 検出器の種類によって影響が異なるのはなぜですか?123
55. 検出器の性能評価について具体的に教えてください。.....124
56. 熱伝導度検出器 (TCD) の原理について教えてください。.....127
57. TCD でキャリヤーガスにヘリウムを使うと水素の測定がうまくいかないと聞きましたが, なぜですか?129
58. 水素炎イオン化検出器 (FID) の原理について教えてください。.....130
59. FID で, 相対感度で定量する際の注意点を教えてください。.....131
60. FID の水素炎の感度がよくありません。どうすれば解決できますか?133
- ワンポイント 12 FID でメイクアップガスをヘリウムから窒素にすると感度が上がる?134
- ワンポイント 13 FID の水素炎がついていることを確認する方法を教えてください。.....134
61. FID 使用時, エアーコンプレッサーの動作に連動してベースラインが変動します。対策はありますか?135
62. FID が白く汚れてしまいました。.....136
63. メタナイザーの使用法について教えてください。.....137
64. 電子捕獲検出器 (ECD) の原理, 取扱いや管理について教えてください。.....139
- ワンポイント 14 ステンレスパイプは清浄ですか? ECD などの高感度測定に適していますか?141
65. ECD のキャリヤーガスの純度はどの程度のものを使用すればよいですか?142
66. ECD のノイズが大きくなってしまいました。.....143

67. 炎光光度検出器 (FPD) の原理を教えてください。有機硫黄化合物の検量線は直線にならないといわれていますが、なぜですか？	144
68. パルスド FPD の原理を教えてください。	146
69. 熱イオン化検出器 (TID) の原理を教えてください。	149
70. 光イオン化検出器 (PID) の二つのタイプの違いを教えてください。	151
71. 水素をキャリアガスとして使用するときに、GC 用検出器で注意することはありますか？	155
72. 検出器で感度がないはずの物質がピークになっています。なぜですか？	156
73. 検出器のクエンチングとはどのような現象のことでしょうか？	157
ワンポイント 15 検出器では見えない成分の影響について教えてください。	158
74. TCD や ECD で測定中、クロマトグラム上に負のピークが現れます。原因と対策を教えてください。	159
75. 化学発光検出器である SCD および NCD について教えてください。	160
76. 原子発光検出器 (AED) とはなんですか？	162
77. フーリエ変換赤外分光光度計 (FTIR) を GC の検出器として使用できますか？	164
78. 真空紫外スペクトル吸収検出器 (VUVD, FUVVD) とはなんですか？	166
79. ピークの匂いを嗅ぐ方法 (官能評価) について教えてください。	167
80. GC に使われるほかの検出器 (電気伝導度、還元性ガス、スペクトル、半導体センサー、鼻、表面弾性波) について教えてください。	170
81. GC の検出器としての MS の特徴を教えてください。	175
【定性分析】	
82. MS を使わずに GC の検出器だけで定性する方法はありますか？	179
83. ポリマーの熱分解 GC (Py-GC) では、ピークが数百出てくることがありますが、そこからどのように定性をするのでしょうか？	181
【データ処理】	
84. ワークステーションは、どうやって保持時間や面積を測定しているのですか？	183
85. データの取込み速度をどの程度に設定すれば、正確な面積値を求められますか？	185
86. データ処理装置のピーク判定パラメーターは、どのように決めればよいのでしょうか？	187
87. ピーク形状からできる GC の不良判断にはどのようなものがありますか？	188
88. GC の分析条件の記載例について教えてください。	191
索引	193