

Gas Chromatography

ガスクロ自由自在

Q & A

準備・試料導入 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

ISBN978-4-621-31002-1

C3043 ¥3600E

定価 3,960 円
(本体 3,600 円 + 税 10%)

機器分析・分析化学



9784621310021



1923043036005



第2版

目 次

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

1 章 はじめに

“ガスクロ”って何がわかりますか？ 何ができますか？

1. ガスクロマトグラフィー (GC) の歴史について教えてください.....	2
2. GC が適用できる化合物について教えてください.....	6
3. 沸点がカラム槽温度より高くても分析できる理由を教えてください.....	9
4. 注入してはいけない試料はありますか？.....	10
5. GC ではピーク分取はできないのですか？.....	11
6. 反応ガスクロマトグラフィーってなんですか？.....	14
7. ポータブル GC について教えてください.....	18
8. 超小型 GC について教えてください.....	20
9. 新しい技術を用いた超小型 GC があれば教えてください.....	21
10. 知っておくと便利なホームページを教えてください.....	23

2 章 ガスクロ準備編 ①

キャリアガス・配管 / 接続・基本設定

【キャリアガス】

11. 水素をキャリアガスとして使いたいです.....	28
12. キャリヤーガス中の水分を除く方法を教えてください.....	32
13. キャリヤーガスの精製器の種類と使い方, 組み合わせ方について教えてください.....	33

【配管 / 接続】

14. ガスボンベの調整器の選び方, 使い方を教えてください.....	36
15. ガスの配管材料はどのように選択するのですか？.....	38
16. 継手の原理や使用方法について教えてください.....	40
17. フェラルなどの流路用シール部品の特徴と使い分けを教えてください.....	42
18. セプタムやフェラルは焼き出しをした方がよいですか？.....	43
19. 新品カラムを使い始める場合の注意点を教えてください.....	44
20. キャピラリーカラムのカットの仕方を教えてください.....	46
21. キャピラリーカラムを取り付ける際の注意事項を教えてください.....	47
22. キャピラリーカラムの接続の方法について教えてください.....	49

【基本設定】

23. GCの起動手順と注意点を教えてください。	51
24. 分析条件を設定する場合の、基本的な考え方を教えてください。	53
25. キャリヤーガスの電子制御について教えてください。	54
26. キャリヤーガス流量を正確に測定するにはどうしたらよいでしょうか？	56
ワンポイント1 電子式流量調整器の出口流量がうまく測れません。	58
27. キャリヤーガスが漏れたらどうなりますか？ 漏れはどのように検出しますか？	59
ワンポイント2 メタンの保持時間から流量を求める方法	60
28. GCに必要なガスの種類と必要な純度について教えてください。	61
29. メイクアップガスとはなんですか？	63
30. 注入口温度、検出器温度の設定のコツを教えてください。	64

3章 ガスクロ準備編 ②

標準試料・試料準備・誘導体化

【標準試料】

31. 実験室でできる既知濃度ガスの調製方法や、市販の標準ガスについて教えてください。	66
32. 高圧ガス容器入りの標準ガスの注文、管理および保存方法について教えてください。	67
33. パーミエーターによるガス試料の調製方法について教えてください。	69
34. 揮発性有機化合物（VOC）分析用の市販の標準物質が混合標準液なのはなぜですか？	71
35. 飲料水や環境水中のVOC測定用の校正用標準試料は、自分で純試薬から調製できないのでしょうか？	73
36. 分解しやすい標準物質の扱い方や、希釈する場合の考え方について教えてください。	74
ワンポイント3 標準原液から調製した検量線作成用標準液の保管方法は？	75
37. サロゲートってなんですか？	76

【試料準備・誘導体化】

38. 液体試料用のバイアルやセプタムの特徴と選び方について教えてください。	78
39. 器具、容器、配管などの表面改質や不活性化処理について教えてください。	81
40. 誘導体化試薬の選び方について教えてください。	84
41. 代表的なシリル化試薬の特徴と適用例を教えてください。	88
42. オンカラムで誘導体化する方法の注意点を教えてください。	91

4章 試料導入編

43. 濃縮をとまう前処理の種類や選び方を教えてください。	94
【気体試料・揮発性有機化合物（VOC）とその捕集】	
44. 気体試料の採取法にはどのようなものがありますか？ 注意点も教えてください。	97
45. ガスタイトシリンジとはどのようなものですか？	100
46. キャニスター法について教えてください。	101

ワンポイント 4 ヘッドスペース装置や濃縮導入装置のラインの材質などは分析に影響を与えますか？	103
47. キャニスター法で使うステンレス容器について教えてください。	104
48. 大気などの捕集に使われる吸着剤（捕集剤）について教えてください。	105
49. 大気などの捕集に使われる吸着剤はおもにポリマー系とカーボン系に分類されますが、使い分けを教えてください。	106
50. ブレイクスルーとはなんですか？	110
51. 固体捕集-加熱脱離，固体捕集-溶媒脱離について教えてください。	112
52. MonoTrap，マジックケミソーバー，ニードレックスなどの捕集デバイスについて教えてください。	115
ワンポイント 5 リボン状の固相マイクロ抽出（SPME）デバイス	116
53. パッシブサンプラーとはなんですか？	117
【試料処理・導入法（HS, P&T, SPME, SBSE）】	
54. ヘッドスペース法の原理や定量法について教えてください。	119
55. ヘッドスペース法におけるマトリックス効果とはなんですか？	124
56. パージトラップ法について教えてください。また，マトリックスの影響がある場合の対策を教えてください。	125
ワンポイント 6 飲料水中の VOC の定量下限を求めようとしたら，微量のベンゼンのピークが出て安定しません。	129
57. SPME，インチューブ SPME について教えてください。	130
58. SPME ファイバーの選び方について教えてください。	133
59. SPME でのヘッドスペース法および浸漬法の使い分けを教えてください。	135
60. スターバー抽出（SBSE）について教えてください。	136
61. SPME と SBSE の使い分けを教えてください。	140
【高分子試料】	
62. 熱分解装置の種類や選び方，メンテナンスでの注意点について教えてください。	142
63. 熱分解 GC でポリマーの分子構造がわかるのはなぜですか？	144
64. 熱分解 GC でポリマーの末端基や，未反応のモノマー，添加剤の情報が得られますか？	146
【液体試料・注入口】	
65. キャピラリーカラム用の注入口の特徴や選び方，使用時の留意点を教えてください。	149
ワンポイント 7 注入口は GC のアキレス腱？	152
ワンポイント 8 スプリッレス注入法と直接注入法は違う？	152
66. 注入口温度の設定について教えてください。	153
67. セプタムパージとはなんですか？	154
68. スプリット注入法とはなんですか？	155
69. スプリット/スプリットレス注入口でのインサートの選び方について教えてください。	157
70. スプリットレス注入法の原理について教えてください。また，溶媒効果と冷却トラップ効果とはなんですか？	160
71. スプリットレス注入法の注入量はどこまで増やせますか？	161

ワンポイント9 スプリット比の表し方が二つある？	164
72. パルスド注入はどういうときに使いますか？	165
73. フラッドドゾーン、リテンションギャップとはなんですか？	167
74. ディスクリミネーションとはなんですか？	169
75. 起爆注入とはなんですか？ また、試料注入時のマトリックス効果について教えてください。	171
ワンポイント10 “インサート” または “ライナー”？	173
76. 注入口インサートが汚れるとどのような不具合が発生しますか？	174
77. 注入口インサートや石英ウールは不活性化処理すべきですか？	176
78. コールドオンカラム注入法のメリットを教えてください。	177
79. PTV 法のメリットを教えてください。	180
80. 大量の試料を注入したいのですが、どのような方法がありますか？	184
ワンポイント11 フェーズソーキング（溶媒で固定相が膨潤）現象とはなんですか？	186
81. 特殊な注入技術について紹介してください。	187
82. LC を前処理に使えませんか？	189
【溶 媒】	
83. 水がGC のカラムや分離に与える影響について教えてください。	191
84. 注入する溶媒の選び方を教えてください。	193
85. 溶媒ピークがベースラインまで下がるのに時間がかかる場合があります。原因と対策を教えてください。	196
【セプタム・シリンジ・オートサンプラー】	
86. 注入口セプタムの選び方を教えてください。	198
87. 再現性よく手動注入する方法を教えてください。	201
88. マイクロシリンジの針先に起因するディスクリミネーションの原因を教えてください。	205
89. GC への注入速度は速い方がよいのですか？	207
90. 注入量の誤差を減らすにはどうすればよいですか？	208
91. シリンジのプランジャーが動かなくなりました。回復方法がありますか？	210
92. オートインジェクター/オートサンプラーの使用上の注意点はありますか？	211
【異常クロマトグラム対策】	
93. キャピラリーカラム使用時に問題となるデッドボリュームについて教えてください。	213
94. ピークが割れてしまいました。原因と解決方法を教えてください。	216
95. 高沸点化合物のピーク面積が小さい気がします。どうすれば解決できますか？	217
96. ゴーストピークが現れてしまったのですが、なぜですか？	218
索 引	221