

熱脱着装置 TD-4J 使用上の考え方

- 1 定量の際、スタンダードをGCへ直接注入した結果とTD-4により分析した結果を比較して回収率を求めたり、定量することは、不適切です。
同一のスプリット比であっても、溶媒の気化条件が異なりますので絶対量による比較できません。スタンダード中の溶媒を除去する工夫（弊社装置）をすれば可能です。
- 2 サンプルに水分が多く、Purge工程により十分除去できなくて、Cryoでカラム内にアイスプラグができ、ヘリウムガスが流れなくなる恐れがある際、Cryo部のキャピラリーカラムを内径0.53mmにすることは、有効な手段です。しかしCryoのHeatingでは伝達速度をやや遅らせますので、ピークの形状が少しブロードになります。
カラム内径を0.32mmとし、Purge工程の時間をやや長めに設定することが最適と思われる。但し、Purgeにより低沸点成分（Toluene以下）がリークする場合がありますので、Purge流量や時間を最適にする必要があります。
- 3 CryoTrap部の長さを2倍にするには、0.32mm以下のキャピラリー素管を2回CryoTrap部をくぐらせることで可能です。特に液化炭酸ガスで、低沸点物（沸点70℃～80℃）の場合には有効な手段です。
- 4 溶媒メタノール（bp65℃）より30℃以上沸点の高い成分については、TenaxTA充填GLT管のPurgeTimeを5分にしても変化はありませんが、石英ウールのみを充填したGLT管にスタンダードなどをスパイクする際、PurgeTimeは0.02分以下にする必要があります。共にPurge流量は20ml/min以下が必要です。
- 5 Desorb工程では、加熱時間より、加熱温度が優先されます。
例えば、BHTについてDesorb温度200℃5分間よりDesorb温度250℃5分間の方が面積値において、53.5%大きくなります。
- 6 石英ウールを充填したGLT管にスタンダードをスパイクし、PurgeTime0.02分Desorb110℃10分で分析可能な場合でも、TenaxTA充填GLT管にスタンダードをスパイクした場合には、PurgeTime0.20～0.30分Desorb250℃5分の条件が必要です。
- 7 TD-4J及びTD-4J AutoSamplerのTopSealの材質をGraphiteVespelからTefronに変更しても問題は起こらない。GLT管の冷却までHeガスが流れている為、耐熱性はTefronで十分であり、むしろ密着性が良くなる利点がありベストである。
- 8 GC条件において、ConstantFlowModeでもConstantPressModeでも分析において変化はない。
- 9 溶媒メタノールより沸点が高い成分でも、近い成分例えば、111トリクロロエタン（bp75℃）やテトラクロロエチレン（bp121℃）等をTenaxTA充填GLT管に5～10μlスパイクして定量する際、PurgeTimeは0.10minより多くすると、共沸によりメタノールと一緒に流出する恐れがある。Desorbは50℃から200℃まで20℃/min～40℃/minの昇温条

件にてゆるやかに加熱する。Cryo の温度は -60°C ～ -65°C まで冷却することにより再現性よく定量できる。

- 1 0 粉末(0.5mm以下)厚み 20μ 以下のフィルムを直接熱脱着する場合、 10mg ～ 20mg のサンプル量で、3～10分間加熱することで、再現性よく分析可能です。
定量ではなく、定性の場合は、前記の条件に関係なく4mm以下であればGLT管に導入でき、加熱温度、時間、サンプル量は任意となりますが、同一サンプルを2回、3回と再加熱することで、溶出成分が変化してきます。ある条件下で何が溶出するかという分析には問題なく対応できます。
- 1 1 粉末等で、加熱することで溶解したり、発泡したりする場合、例えば医薬品中の生薬成分などは、ヘリウムガスの流路を遮断したり、ニードル部へ流出し、汚染の原因となる為インサート管(2 x 2.7mm)にサンプルを入れてGLT管に導入することで問題を回避することができます。
- 1 2 大気中の低沸物質例えば、Benzene, Toluene, Xylene等を室温にてサブリングする場合吸引速度を $20\text{ml}/\text{min}$ 以下で行えば、損失はないですが、それ以上で $100\text{ml}/\text{min}$ や $200\text{ml}/\text{min}$ の流速にてサンプリングする場合、 10°C 以下にTenaxTA充填GLT管を冷却する(弊社装置)ことで、吸着効率を95%以上にすることが可能です。