

【分析条件の設定 (メソッドファイルの作成)】

†記載のない分析条件はデフォルトで測定を行って下さい。

AOC 20i (2014年2月までの AOC 20i + s : から変わりました。)

溶媒 3 ~5 回、試料 2 回

SPL-1 (試料気化室) :

温度→試料の沸点以上。

スプリット

線速度 : 1 秒間にカラムを何 cm 進むか。→30 cm 程度

スプリット比 : カラムに入る量 1 に対する、逃がす量 x の比。→50 前後

サンプリング時間 : 注入からスプリットまでの時間。

*圧力、パージ流量→デフォルト

カラム :

昇温プログラムの設定。30°C/min を目安でお願いします。また、開始時の温度は室温+10°C 以上でお願いします。

平衡時間 : カラムの温度安定化のため。

FID (水素炎イオン化検出器) :

温度→沸点以上。終了時間の設定。

全般 : デフォルト

Additional Flow : 30 mL/min に設定する。

メソッドファイルに名前を付けて保存→[ダウンロード](#)→スロープテスト : [クロマトビュー] 上で右クリックすると、メニューが表示される。測定結果が 1000 以下であることを確認。以上で測定準備完了。

【分析の準備】

1. キャリアガスを GC に供給する。

H₂ ガスと N₂ ガスを流す。N₂ ガスの圧力は 500-900 MPa、H₂ ガスの圧力は線の値に設定する。

2. Air compressor を起動する。

GC 下の Air compressor の右奥のバルブを奥から手前に回し、開ける。Air compressor の圧力が赤線の値まで上昇するのを確認する。

3. GC を起動する (右下のスイッチ)。PC を立ち上げる。Lab solution メイン

装置→GC-2014 をダブルクリック (リンク音) →GC 起動

「装置パラメーターをダウンロードしますか？」→O.K

†GC の温度などが設定値に達した後、ステータスに “Ready” が表示されていることを確認する。

【サンプルの調製】

溶媒：化合物を溶かし、かつハロゲン系以外の低沸点溶媒（通常、アセトンかジエチルエーテル）を使用する。

濃度：1 mg / mL 程度（目分量で大丈夫です）。

その溶液をシリカゲルのショートカラム（パスツールピペットの先に綿を詰めて、その上にシリカゲルを少量乗せる。）を通し、金属塩や不溶物などを除去し、GC に打ち込む。

もしくは溶液は調製せずに、シリンジなどで反応溶液を少量、シリカゲルのショートカラム上にたらし、その後、溶媒で化合物を洗い流すという操作でも良い。

*金属塩の場合は上記操作で取り除けると思うのですが、錯体によってはシリカゲルを通過してしまうものもあるので、その場合はある程度やむなし、ということでショートカラムを通して打ち込む。

（本当はよくないかもしれませんが、原料や生成物などの有機化合物が安定なときには、空気中にしばらく放置するなどして錯体を酸化してからシリカゲルを通す方法もありかと思います）。

【オートサンプラーの設定（AOC 20i）】

一度に 6 サンプルまで測定可能。右から順に 1～6 となります。

右側の 2 つのソケットには、左側に廃液バイアルを、右側に洗浄用溶媒を入れて下さい。

【バッチ分析】

メイン→バッチ分析→編集→テーブル簡易設定

1. テーブル簡易設定：

➤ 新規作成を選択。作成したメソッドファイルを開く。

検量線作成用のサンプルの場合→標準試料を選択

解析用のサンプルの場合→未知試料を選択

バイアルの番号、データファイル名は必要に応じて設定して下さい。

2. バッチテーブルの編集

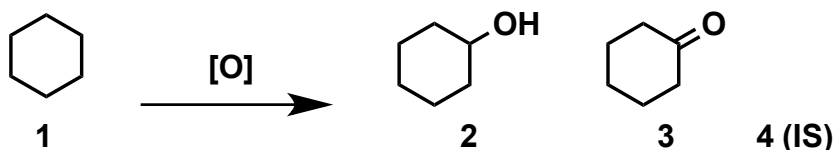
➤ 作成したバッチテーブルに、サンプル名、レポート出力、レポートフォーマットファイルなどを適宜加える。その後、バッチファイルを保存する。

3. バッチ分析の実行

➤ オートサンプラーにサンプルをセットする。続いて、「バッチ分析の開始」ボタンをクリックしてバッチ分析を開始する。

【検量線の作成】

1. 標準サンプルの作成：



使用するサンプルはモル濃度が 1234 のすべて同じであるサンプルと内部標準 (IS) 4 だけが他の 2 倍であるサンプルとする。具体的にはサンプル A (1234 がそれぞれ 0.1 mmol) と、サンプル B (123 がそれぞれ 0.1 mmol、4 が 0.2 mmol) のように調整しておく。

2. 検量線の作成

解析ツール (Postrun Analysis) → メイン → データ解析 → 検量線

測定時に使用したメソッドファイルを開く。

メソッドファイルを開き、検量線の画面が開いたら、1 で用意したサンプルと関連付けをする。

Wizard (左中央のボタン) をクリック：

定量計算法を 内部標準法 にする。続いて、最大レベル数を 2 にする (これが何個のサンプルで検量線を描くか決める値である。3 にすると 3 つのサンプルで検量線が引ける)。そして 原点を通過する ようにする。

必要なピークを取捨選択する。

必要とする基質、生成物、内部標準のピークを選択する。処理のチェックボックスにチェックを入れる。内部標準に関してはタイプを **ISTD (Internal Standard)** にする。必要なものすべてにチェックを入れたら「次へ」をクリックする。

濃度(1)と濃度(2)を設定する。それぞれデータファイルのレベル 1、レベル 2 に指定した各試料の濃度比に相当する値を入力する。全ての入力が終わったら「完了」をクリックする。

画面右上の部分にレベル 2 が増えているので、そこに濃度比が 1:2 の測定結果をドラッグ&ドロップし、追加する。編集タブの表示モードを選択すると検量線が描かれる。

メソッドファイルを上書き保存し、検量線の作成は終了です。

【気体測定用 GC へのシステム変更】

・PC 上の変更事項

System Configuration→Injection Part

DTCD1 を左画面から右画面に移す。Detector 側も同じ。

† 右画面が実際に測定を行う条件を表示しています。

・GC 本体での変更事項

Function→ 6.環境設定→ 9.その他の環境設定

AMC・LR を DAFC ユニットにする。

【気体測定用 GC】

・ ガスの充填

1. 中央のバルブを **charge** にし、2 つあるバルブを両方共 **open** にする。
2. 左のバルブから気体を流し、右のバルブから気体が出て来たのを確認し、左のバルブを **close** にしてから、10 秒後に右のバルブを **close** する。
✚ ガスの充填は一定の割合（一定の力）で行う。
3. 中央のバルブを素早く **charge** から **discharge** に変える。
4. これ以降はキャピラリーカラムでの測定法と同じです。

何か不明な点がありましたら、遠慮なく連絡して下さい。