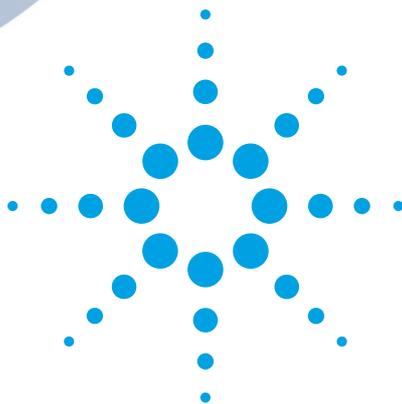




GERSTEL®



**GERSTEL® 社
加熱脱着導入システム
TDS A, TDS 2, CIS 4**



Agilent Technologies

Bulletin 16B4H1
2001.8 改訂

3大先進デザイン

1 バルプレス流路を実現したオートサンプラー

チューブをリフトアップして加熱炉へ挿入するユニークなチューブ交換機構が、オートサンプラーから流路切り替えバルブを不要にしました。今までバルブや長い配管系内に残留し、分析の障害となっていたメモリーやコンタミネーションがほとんど起こりません。特にSVOC成分の分析に対して有効です。加熱脱着後、加熱炉の試料チューブを空チューブに交換する機能と加熱炉を冷却する機能も有しており、余熱の影響によるキャリーオーバーもありません。

夢を実現した加熱脱着導入システム — GERSTEL® TDS A, TDS 2, CIS 4 —

加熱脱着-GC分析者が長年、待ち望んでいた装置。それは、幅広いVVOC～SVOC成分に対して、多検体試料を高感度で分析できる高性能な装置です。

GERSTEL加熱脱着導入システム TDS A、TDS 2、CIS 4は、性能向上はもちろん、簡単操作、液体注入、イージーメンテナンス性を可能にした、夢のシステムといえるでしょう。

高性能 Agilent 6890GC/5973MSDとの組み合わせにより、ケミステーションからシステムすべてのコントロールが可能です。省力化と優れたアプリケーションが実現できます。



▲20検体オートサンプラー付加熱脱着導入システム(TDS A/TDS 2/CIS 4)搭載 Agilent 6890GC/5973MSD



▲マニュアル加熱脱着導入システム(TDS 2/CIS 4)搭載 Agilent 6890GC/5973MSD

TDS : Thermo Desorption System
CIS : Cooled Injection System
VVOC : Very Volatile Organic Compounds
SVOC : Semi-Volatile Organic Compounds

が可能にした新アプリケーション領域

■20検体用オートサンプラーTDS Aの動作



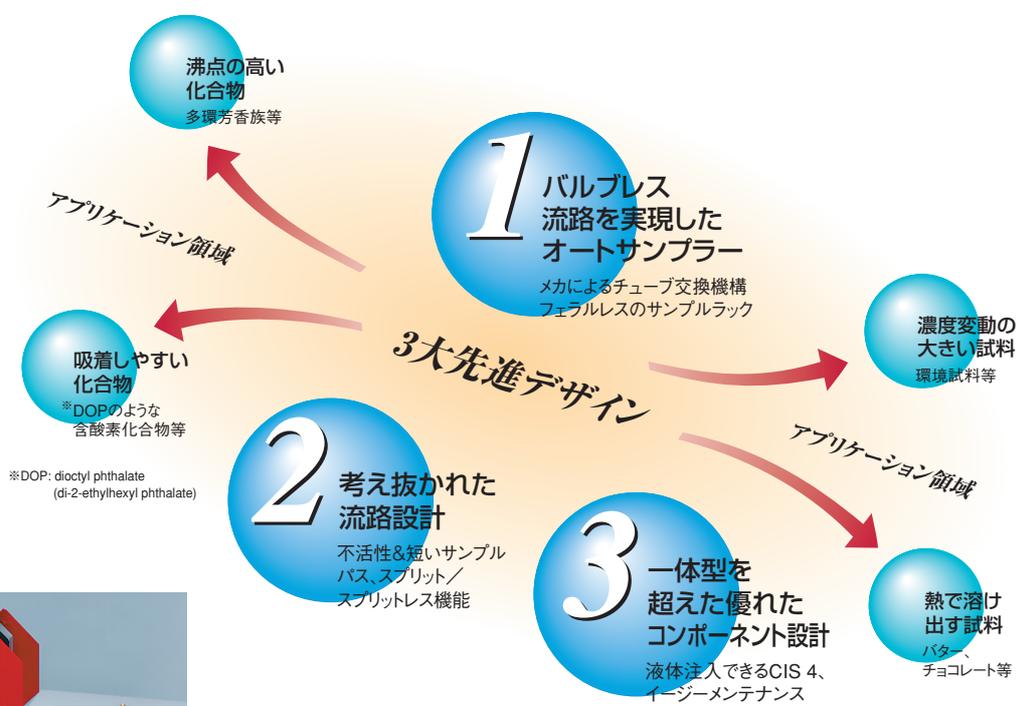
▲サンプルラックが移動



▲チューブをリフトアップ



▲TDS 2へチューブ挿入

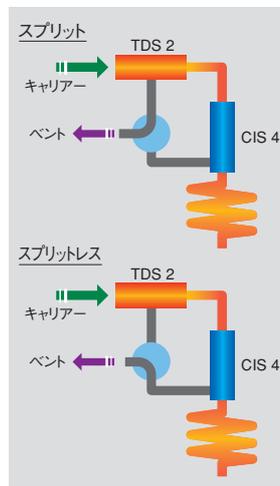


▲トランスファーライン(TDS 2~CIS 4)

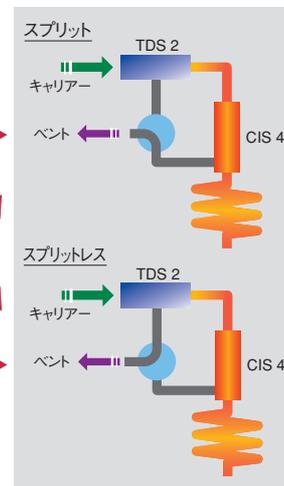
2 考え抜かれた流路設計

加熱脱着させるTDS 2からクライオフォーカスさせるCIS 4まで、不活性処理済みフェーズドシリカキャピラリーでわずか約15cm、可能な限り短いトランスファーラインを実現しました。分析カラムは直接、CIS 4に接続します。加熱脱着/カラム導入時の両方でスプリット/スプリットレスを選択できるため、広い濃度範囲の試料に対応できます。脱着時のガス流量を大きくできるため、短時間で加熱脱着できます。特に熱に不安定な化合物に対して、有効です。

■加熱脱着—クライオフォーカス時



■急速加熱—カラム導入時



▲加熱脱着/カラム導入時に選べるスプリット/スプリットレス流路

3

一体型を超えた優れたコンポーネント設計

システムを構成するモジュール単独での使用を前提とした設計が行なわれており、幅広い分析ニーズに対応できます。

TDS 2は冷却機能を有しているため、室温付近での加熱脱着分析や短い分析サイクルに対応できます。CIS 4単独で液

体試料のシリンジ注入ができます。分析カラム、トランスファーラインの交換も簡単です。TDS A/TDS 2/CIS 4 ↔ TDS 2/CIS 4 ↔ CIS 4の変更も数十分で行えます。メンテナンス性にも優れています。



▲加熱脱着導入システム(TDS A/TDS 2/CIS 4)



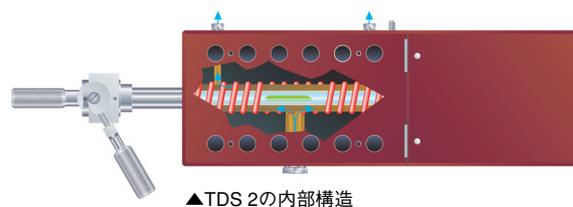
▲TDS A/TDS 2を外してセプタムレスヘッドを取り付けたCIS 4

TDS 2

分析で求められる機能を搭載した加熱炉を内蔵しています。スプリット/スプリットレス機能をはじめ、加熱炉を冷却できる構造となっています。加熱炉が横配置であるため、液体や流動性の高い試料(バター等)のDHS(ダイナミックヘッドスペース)分析にも適用できます。チューブをマウンティングエレメントに固定して、マニュアル分析ができます。マウンティングエレメントでも、フェラルを使用しない構造となっており、取り扱い操作が簡単です。



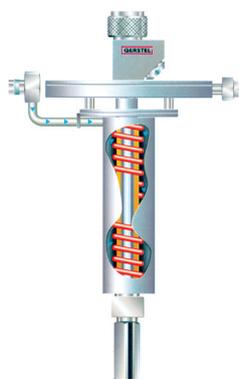
▲試料チューブを取り付けたマウンティングエレメント(写真上)マウンティングエレメントをTDS 2に挿入(写真下)



▲TDS 2の内部構造



▲CIS 4

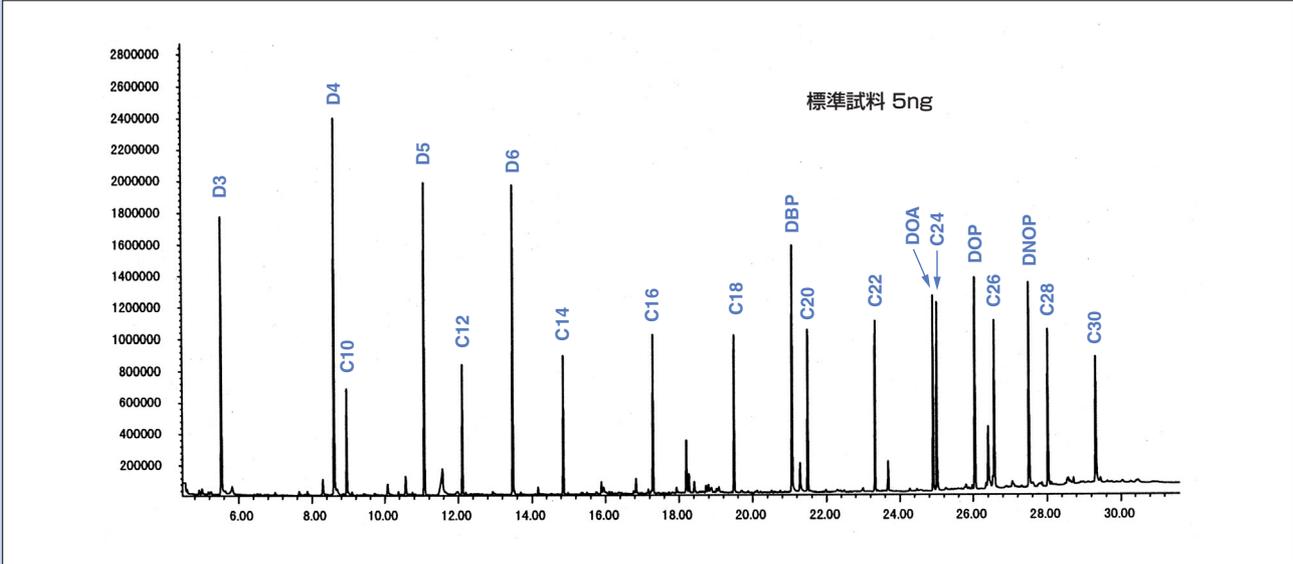


▲CIS 4の内部構造

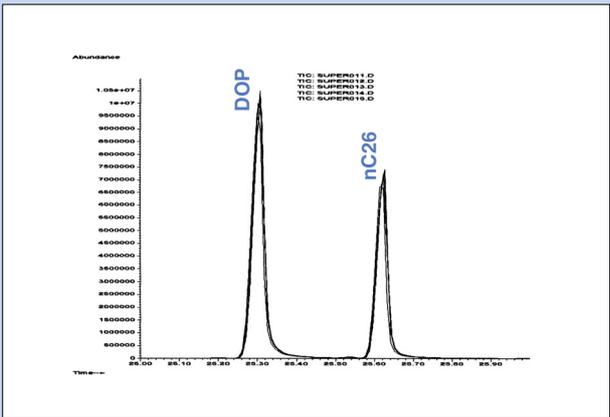
CIS 4

加熱脱着された揮発性成分を液体窒素によりクライオフォーカスするモジュールで、インサートを内蔵しています。急速加熱による揮発性成分のカラム導入時にスプリット/スプリットレスが選択できます。TDS 2を取り外した状態で、シリンジによる液体注入ができます。液体注入時は、セプタムレスヘッドを取り付けて使用します。

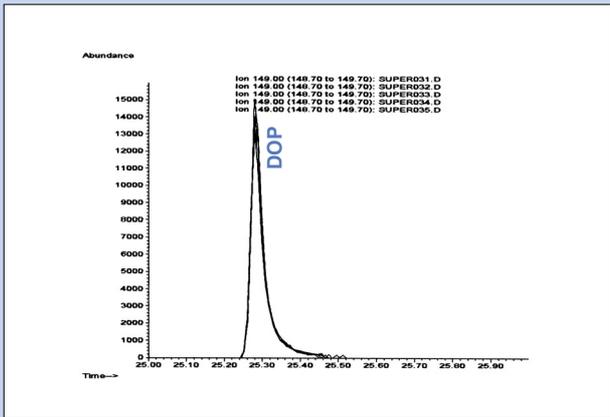
GERSTEL® 加熱脱着導入システムの性能



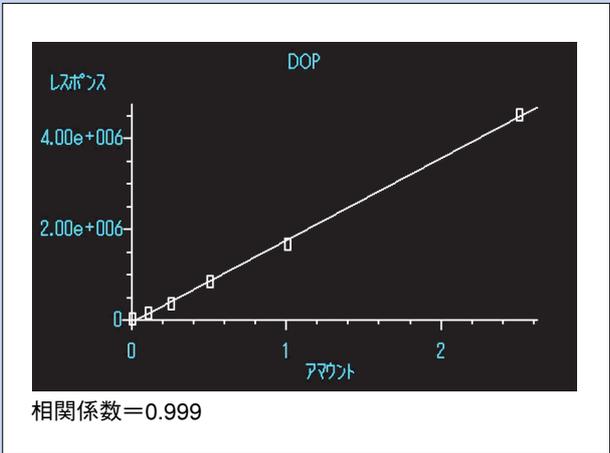
■ 標準試料のクロマトグラム Tenax TA にスパイク後、加熱脱着。環状シロキサン、アルカン類、フタル酸エステル類混合試料



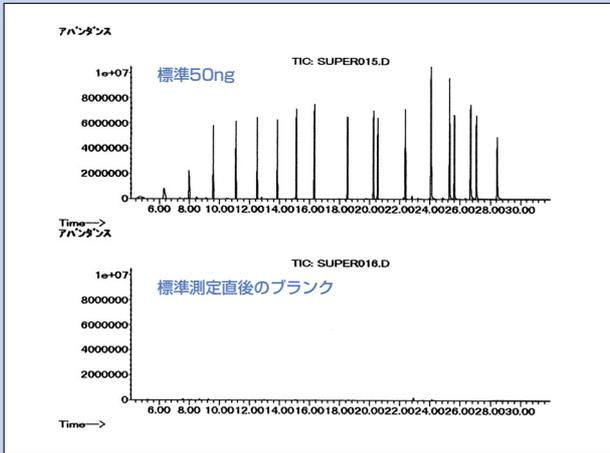
■ 標準試料 50ng スパイクの再現性 n=5



■ 標準試料 0.5ng スパイクの再現性 n=5



■ 直線性 DOP Blank, 0.1ng, 0.25ng, 0.5ng, 1.0ng, 2.5ng



■ メモリー効果

加熱脱着導入システムが

「簡単操作で高感度・高精度アプリケーションを実現」します!!

熱脱着

吸着剤へ濃縮捕集して分析

- 室内雰囲気
- クリーンルームエア
- 環境(大気、水質、土壌)
- 香り(食品、香料)
- 匂い(高分子、大気)

GERSTEL® 加熱脱着導入システムのアプリケーション分野

熱抽出

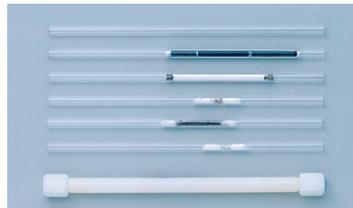
チューブに直接充填して分析

- 電子材料
- 化学材料(接着剤、高分子)
- 環境(土壌)
- 香り(食品、香料)
- 匂い(高分子、大気)
- ポリマー中の残留溶媒、モノマー

1

試料チューブの準備

吸着剤を充填したチューブに試料を吸引させる、もしくは、チューブに分析対象物を充填します。



▲試料を準備

■サンプルチューブとコンテナ

- 上から順に
- ・空チューブ
 - ・Carbotrap 300
 - ・Tenax TA
 - ・コルク栓
 - ・土壌
 - ・フィルム
 - ・コンテナ

2

試料チューブのセット

チューブをサンプルラックに取り付け、サンプルラックをTDS 4にセットします。



▲試料チューブをサンプルラックにセット



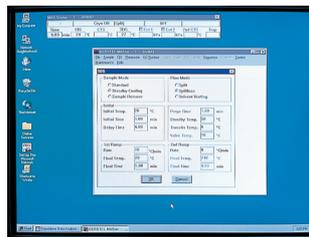
▲サンプルラックをTDS AIにセット

【分析手順】

3

条件設定

ケミステーション上のGERSTEL MAsterソフトウェアによりTDS部・CIS部の条件を設定します。付属のハンドヘルドコントローラからも設定できます。



▲GERSTEL MAster (TDS 2)

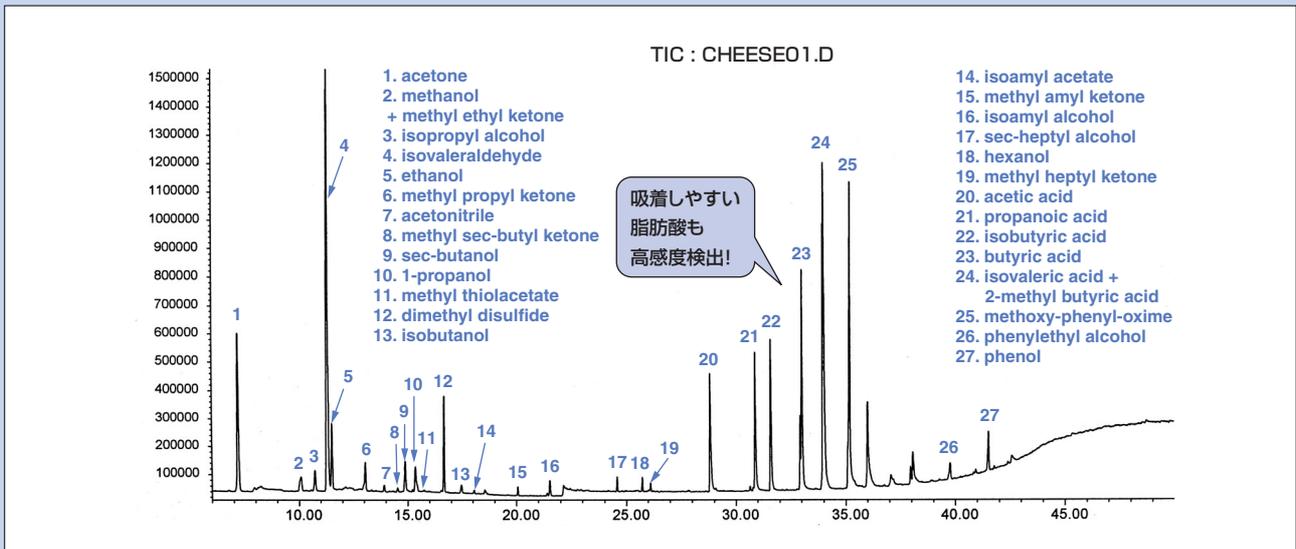


▲GERSTEL MAster (CIS 4)

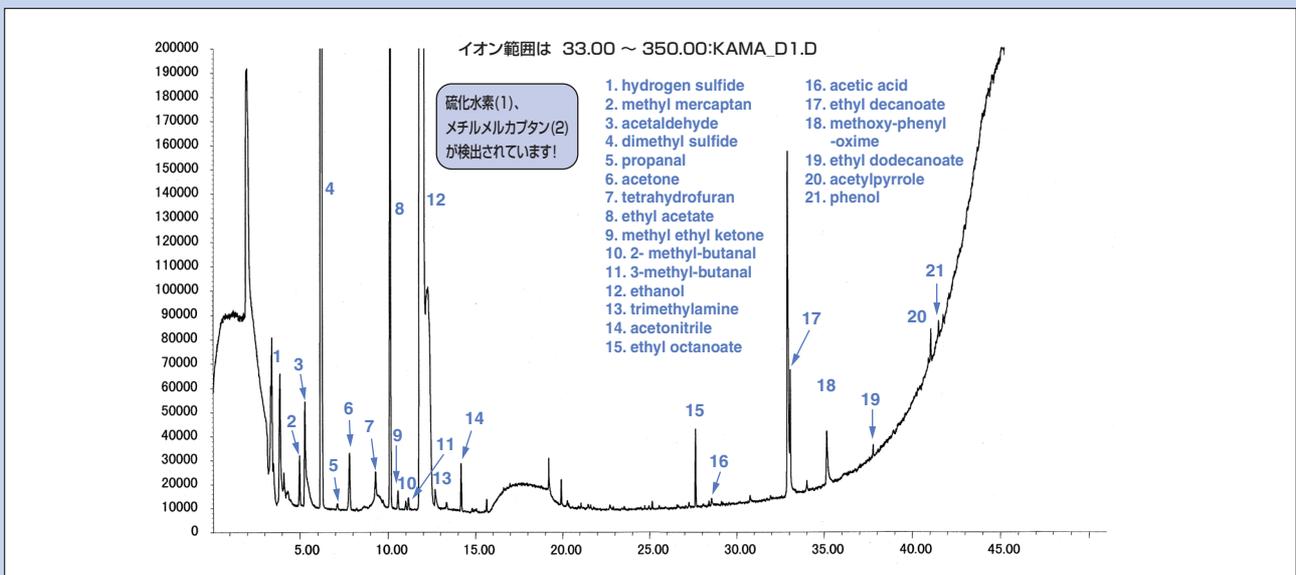
4

分析開始

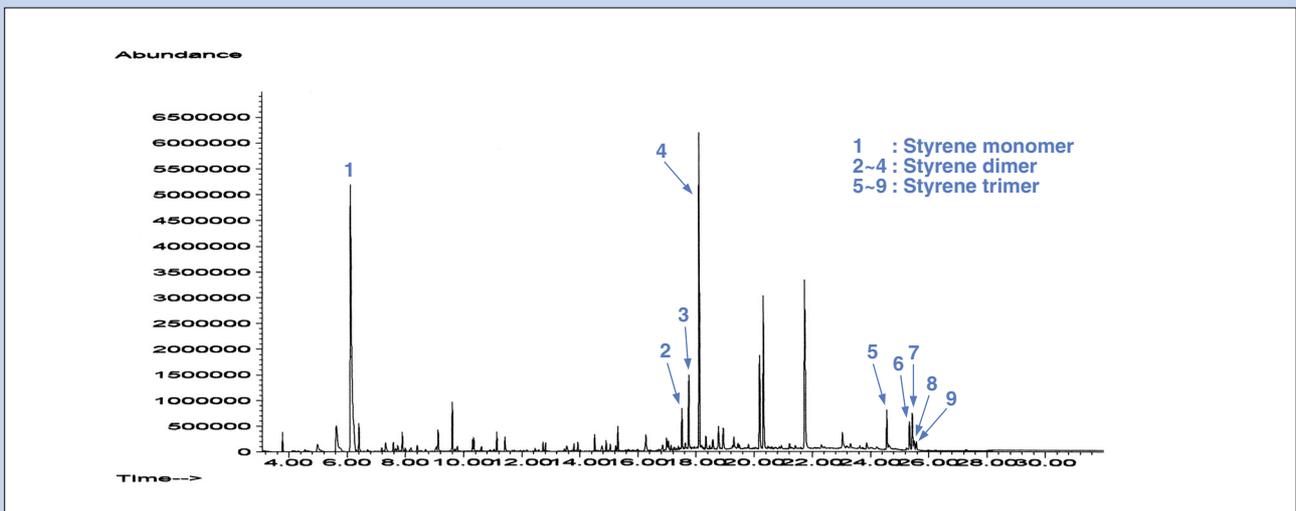
GERSTEL® 加熱脱着導入システムのアプリケーション



■ ナチュラルチーズ 0.5g, 20°C, 30ml/min x 5min (150ml)、オンライン (空チューブに直接チーズを詰め熱抽出)



■ カニカマボコの分析 カニカマボコ 1g, 20°C, 30ml/min x 5min (150ml)、オンライン (空チューブに直接カニカマボコを詰め熱抽出)

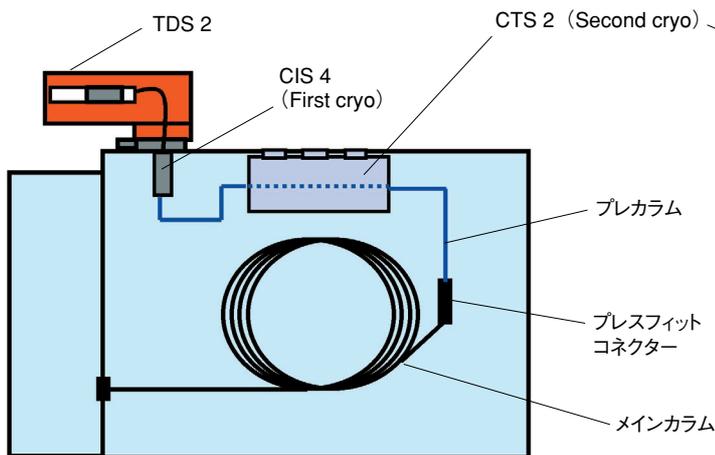


■ ポリスチレン 熱抽出 70°C

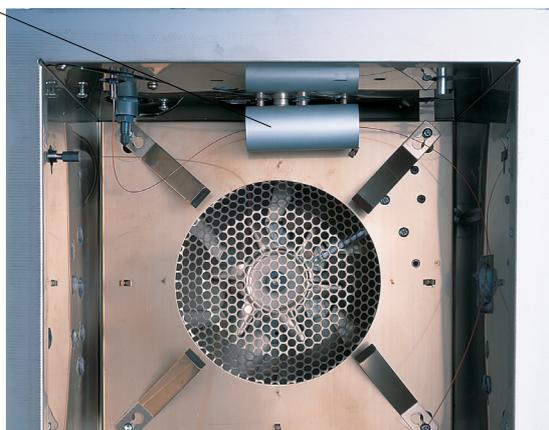
CTS 2 .. Cryo Trap System 2

CTS 2はTDS 2/CIS 4システムのセカンドクライオトラップです。

プレカラムに導入された成分はCTS 2で液体窒素により再度フォーカシングされメインカラムに導入されます。



▲TDSシステム + GC/MSD + CTS 2構成図



▲GCオープン内部

VVOC~SVOC成分の高感度一斉分析が可能!

加熱脱着された成分をスプリットレスモードでカラムに全量導入するとVVOC成分でピークがブロードになるものがあります。また、スプリットモードで導入するとピークがシャープになるものの感度が足りない場合があります。その場合CTS 2を使用することにより解決されます。CIS注入口とCTS 2での2回のクライオフォーカシングにより全量導入でもVVOC成分はシャープなピークを得ることができます。

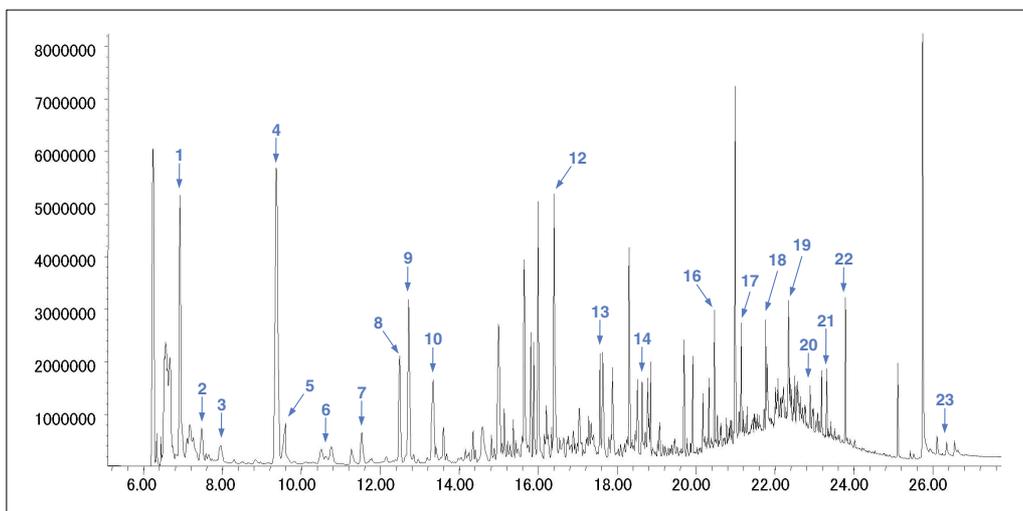
CTS 2 ON/OFFはGERSTEL MASTerから簡単設定

GERSTEL MASTerソフトウェア上のチェックだけでCTS 2 ON/OFFの設定が可能です。

CTS 2を使用しない場合でもカラム取り外し等の物理的な作業は必要ありません。

アプリケーション

- ・ 室内環境
- ・ クリーンルーム大気
- ・ 電子部品発生ガス
- ・ 食品、フレーバー、フレグランス



1. Hexane
2. Benzene
3. Trichloroethene + Heptane
4. Toluene
5. Acetic acid
6. Tetrachloroethene
7. D3 (環状シロキサン3量体)
8. Ethyl benzene
9. m,p-Xylene
10. Styrene + o-Xylene
11. 1,4-dichlorobenzene
12. 2-ethyl-hexanol
13. Undecane
14. Dodecane
15. Tridecane + Chloronaphthalene
16. Tetradecane
17. Pentadecane
18. Hexadecane
19. Heptadecane
20. Octadecane
21. DIBP
22. DBP
23. DOP(DEHP)

Hexaneからきれいにピークが検出されています。HP-5MS (30m×0.25mm×0.25μm)のカラムを使用して、HexaneからDOPの一斉分析です。

■室内大気(弊社ラボ内)の分析例：CTS 2使用

サンプリング量：3L, Splitless

さらに広げる様々な周辺装置がそろいました!

TE 2 •• Thermo Extractor 2

サーモイクストラクター（TE 2）はTDSシステム用オフラインサンプリング装置です。内径4mmのTDSチューブには入らない容積の大きいサンプルや、少量では感度が足りないサンプルを、吸着剤入りのTDSチューブへ濃縮する事が可能です。

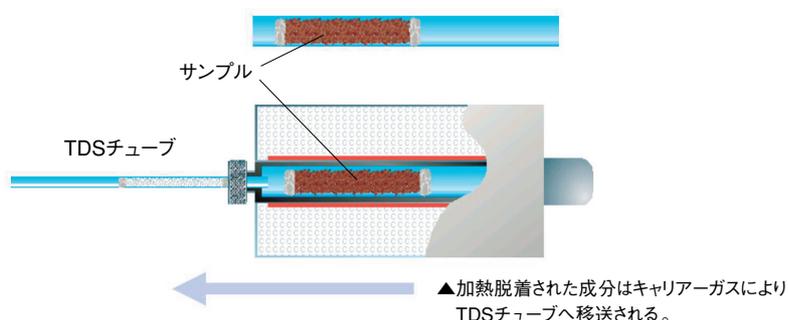


TE 2は外径16mmの大型チューブが収納される加熱炉を持っています。サンプルから加熱脱着された成分は加熱炉の外側に取り付けられたTDSチューブへと移送され吸着剤に捕集されます。この時、Tenax TAなどの疎水性の吸着剤を選択する事により水分の多いサンプルも水の影響を最小限に抑え、分析することが可能です。

加熱炉は液体窒素使用により0℃から400℃までコントロールできるので低温・高温抽出が可能です。



▲上：TDSチューブ、下：TEチューブ



対象サンプル

- ・容積の大きいサンプル
- ・感度が足りないサンプル
- ・水分の多いサンプル

アプリケーション

- ・食品、フレーバー、フレグランス
- ・電子部品発生ガス
- ・環境分析
- ・ポリマー分析



▲TE 2・TC 1用 コントローラー (C163)

TC 1 •• Tube Conditioner 1



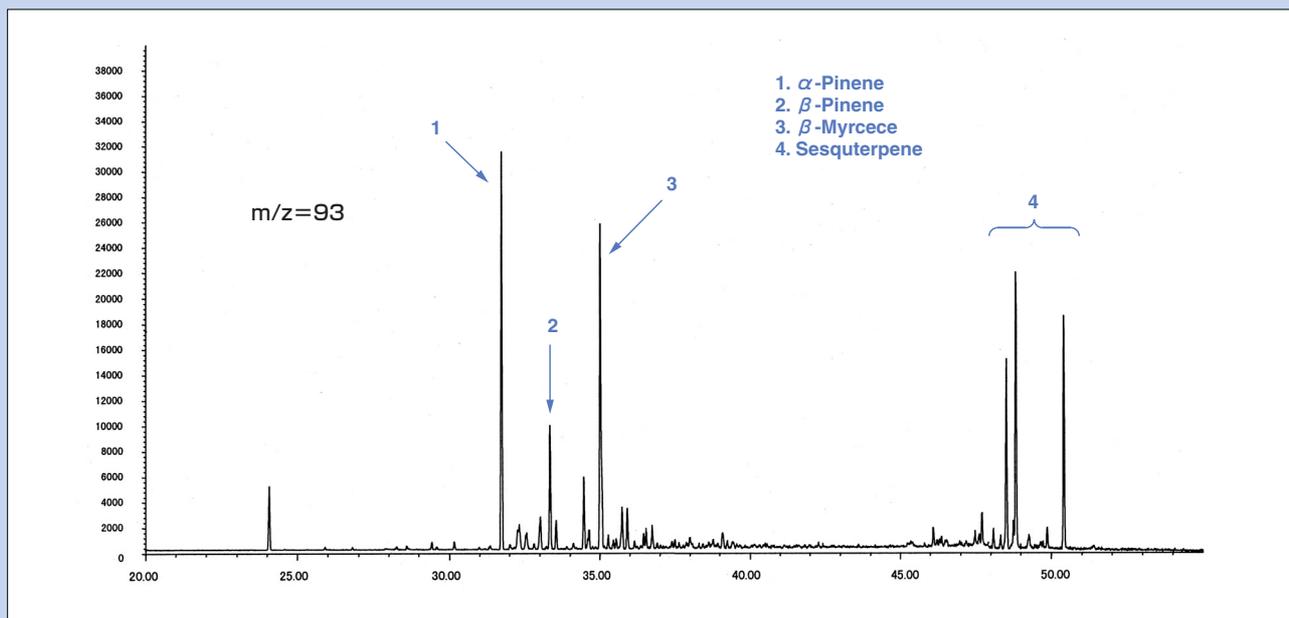
TDSチューブ専用チューブエージング装置

設定した温度で、不活性ガス（高純度N₂、He）を流しながら10本同時にTDSチューブのエージングが行えます。

新品、もしくは汚れたチューブをTDS本体でエージングする時間を大幅に短縮できるので非常に効率よく分析が行うことができます。

温度は室温から400℃までコントロール可能。様々なタイプの吸着剤のエージングに対応できます。

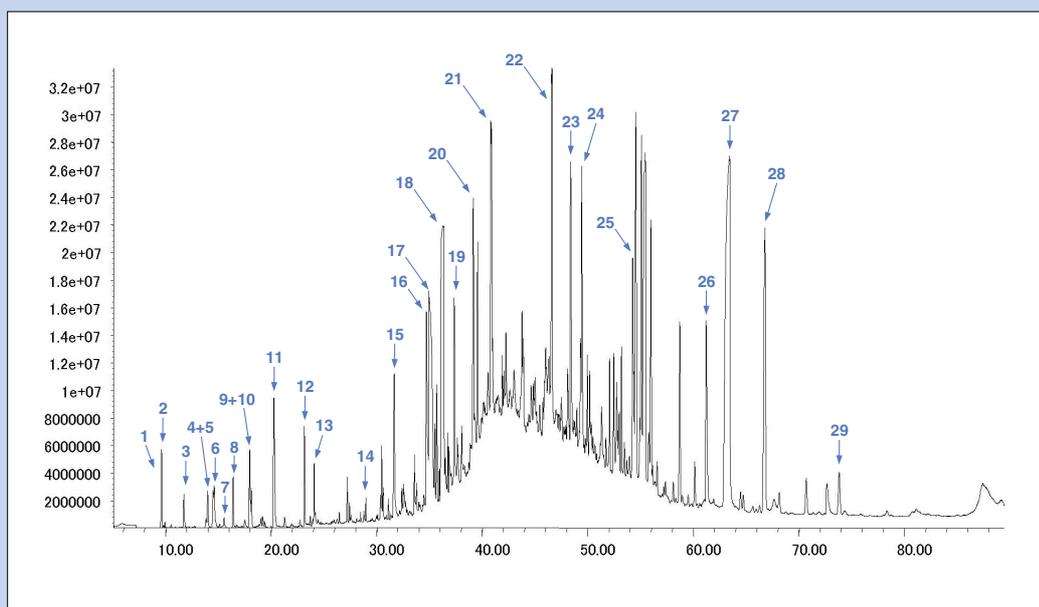
GERSTEL® 加熱脱着導入システムのアプリケーション



■ そば粉の分析例 (マスクロマトグラム $m/z=93$)

そば粉は一般的に匂いが薄く分析は難しいといわれています。そこでTE専用2チューブに試料を多量に詰めます。ダイナミックヘッドスペース法でガスを捕集することで植物由来のモノテルペン、セスキテルペンが高感度で分析可能！

試料：2g
温度：25℃
サンプリング量：1000ml



■ ホットケーキの粉の分析例：TE使用

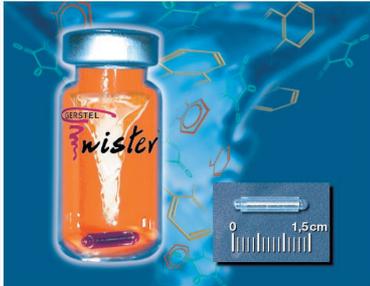
180℃で加熱サンプリングすることによりホットケーキを焼いた時の甘い香りの主成分であり、極性が強く高沸点のVanillin、Maltol等が高感度に検出されています。

試料：500mg
温度：180℃
サンプリング量：70ml/min×10min, 700ml

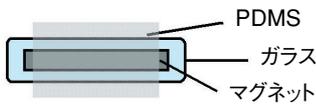
1. Carbon dioxide
2. Formaldehyde
3. Acetaldehyde
4. Propanal
5. Furan
6. Isobutanal+Acetone
7. Acrolein
8. 2-methyl furan
9. 2-methyl butanal
10. 3-methyl butanal
11. Diacetyl
12. Ethyl propyl ketone
13. Hexanal
14. 2-methyl pyrazine
15. acetol
16. Angelica lactone
17. Acetic acid
18. Furfural
19. 2-acetylfuran
20. 5-methylfurfural
21. Furfuryl alcohol
22. Butylated hydroxy toluene
23. Maltol
24. Caprylic acid
25. Capric acid
26. Lauric acid
27. HMF
28. Vanillin
29. Myristic acid

TDS 2のアプリケーションを広げる強力なツール Twister™ 登場

Twister



▲Twister



▲Twister概念図

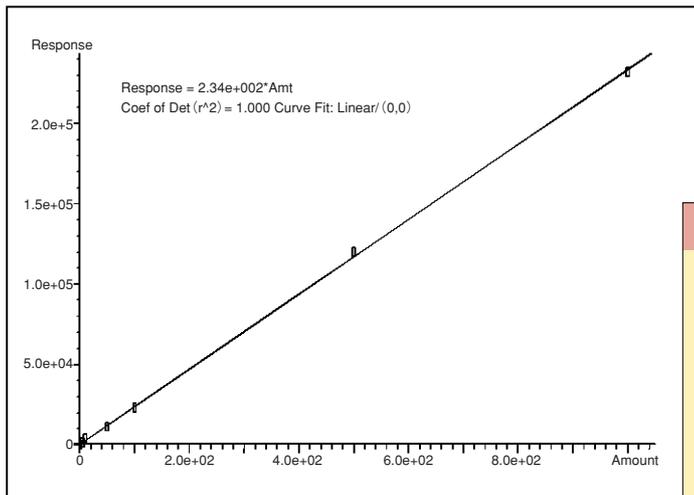
SPMEを越える脅威の新技术 SBSE*

Twister™**とは 直径約1.5cmのStir Bar (スターラーバー) にPDMS (polydimethyl siloxane) をコーティングしたものです。これを、液体試料を入れたバイアル中で攪拌させながら試料中の目的成分を抽出します。

- ・ サンプル前処理は液体試料の入ったバイアルにTwister™を入れ攪拌させるだけです。
- ・ VOC～SVOCという広い沸点範囲で高感度分析が可能です。
- ・ 従来の前処理に比べ、迅速、低コスト、簡便に前処理が行えます。
- ・ 高マトリクス (ピール、ワイン中のエタノール、CO2等) 試料への応用が可能です。

優れた直線性と再現性

Twisterは高感度で簡便であると同時に直線性、再現性にも優れています。



Calibration Curve for Trichloroanisole
Selected ion monitoring mode
1-10.000 ng/l

トリクロロアニソールをSBSEで測定した場合
広範囲で、そして低濃度まで非常に良い
直線性を示しています。 ※log k o/w 4.00

またソフトジュース中の香気成分分析でも非常に
良い再現性が確認されます。

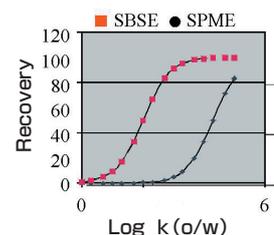
Compound name	R.T.	R.S.D. %
isoamyl acetate	12.03	2.8
1-hexyl acetate	16.19	2.2
2-hexyl acetate	17.59	1.6
2-isopropyl-4-methyl thiazole	18.08	3.0
octyl acetate	20.29	4.6
linalool	21.39	1.2
alpha-terpineol	23.61	3.5
geraniol	25.29	3.6
γ-decalactone	28.93	3.0
δ-decalactone	29.61	3.6
γ-undecalactone	30.47	1.0
diethyl decandioate	30.93	4.6
δ-undecalactone	33.35	3.7

▲桃風味ソフトジュース中香気成分 再現性 (n=6)

* SBSEとは

SBSE (Stir Bar Sorptive Extraction) とは、Stir Bar (攪拌子) に100% PDMS (polydimethylsiloxane) をコーティングさせたGERSEL社製Twister™を試料溶液中で攪拌させて目的成分を抽出する技術の事で、液-液分配の理論を応用した画期的な手法です。Twister™は長さ1.5cmのStir Barに厚さ500μmものPDMS液相(約24μl)をもつため、従来のSPME (Solid Phase Micro Extraction) ファイバーと比較して数十倍の液相量を確保する事ができます。そのため試料との相比を大きく変えることができ、大幅な回収率の向上が望めます。

** Twister™はGERSEL社TDS 2専用のツールです。



▲回収率/水-オクタノール係数

より簡便に、より高感度に

Twister

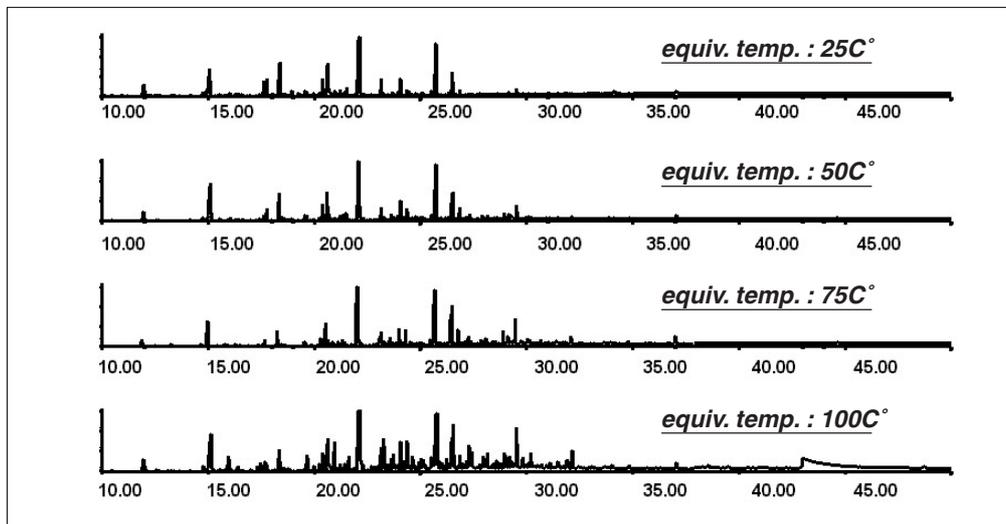


▲HSSE例

ゲル状、固体試料には HSSE (Headspace Sorptive Extraction)

試料形態がゲル状もしくは固体の場合、バイアルに試料を入れヘッドスペース部分に Twister™ をセットします。その状態で放置することで気相に揮発してきた目的成分を Twister™ の液相に抽出します。

- ・ サンプリングはバイアルのヘッドスペース部分に Twister™ をセットするだけで攪拌する必要はありません。
- ・ バイアルを加温/冷却することで同じサンプルで温度違いのサンプリングが可能です。



■ HSSEによる温度の影響：梅干し 25,50,75,100°C (120min)

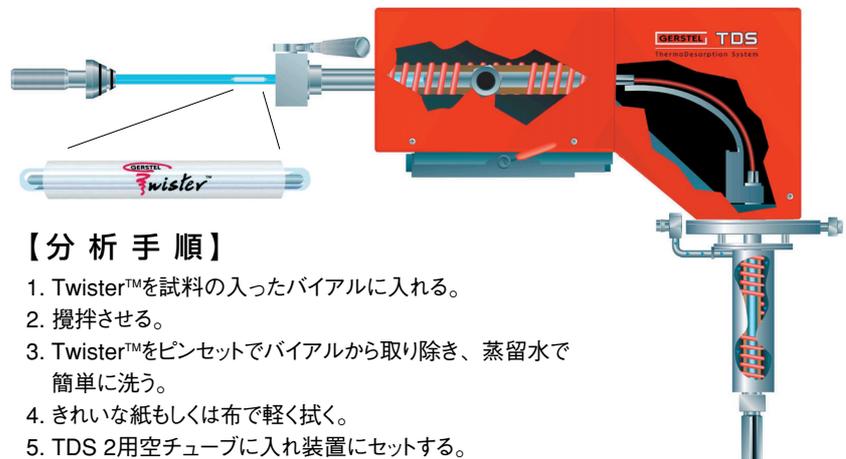
シンプルな分析手順

アプリケーション

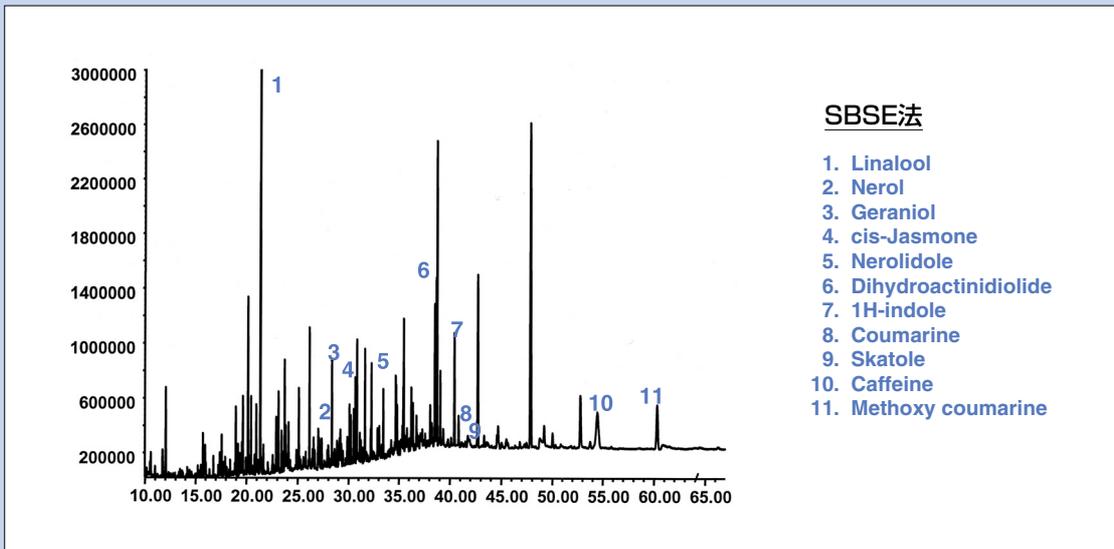
- ・ 香気成分
- ・ オフフレーバー
- ・ 残留農薬スクリーニング
- ・ 環境ホルモン

【分析手順】

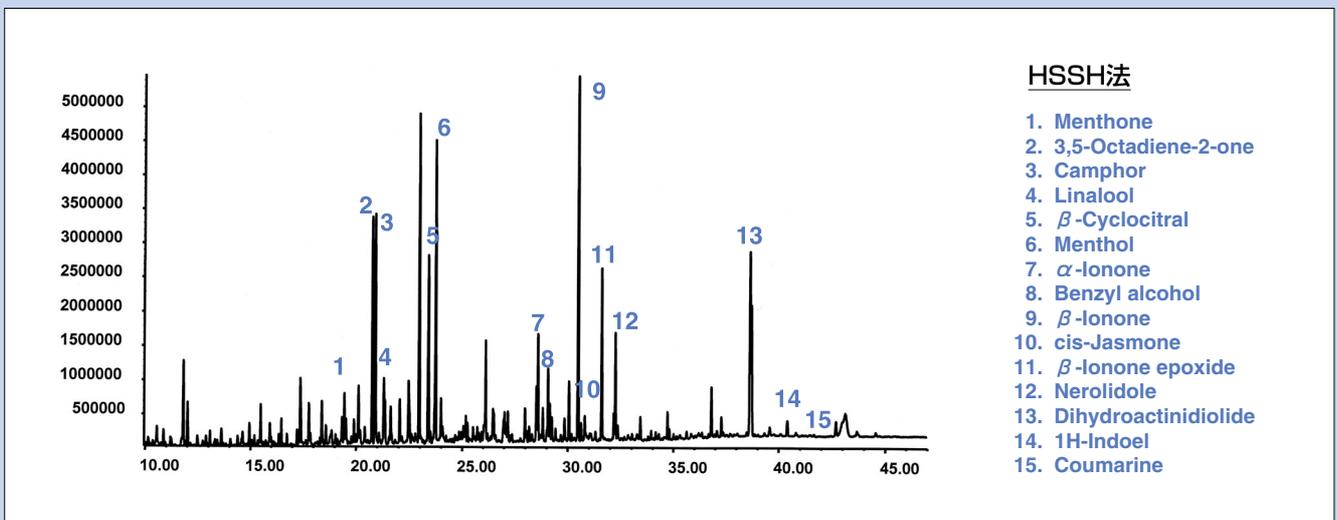
1. Twister™ を試料の入ったバイアルに入れる。
2. 攪拌させる。
3. Twister™ をピンセットでバイアルから取り除き、蒸留水で簡単に洗う。
4. きれいな紙もしくは布で軽く拭く。
5. TDS 2用空チューブに入れ装置にセットする。
6. 加熱脱着後、GC分析。



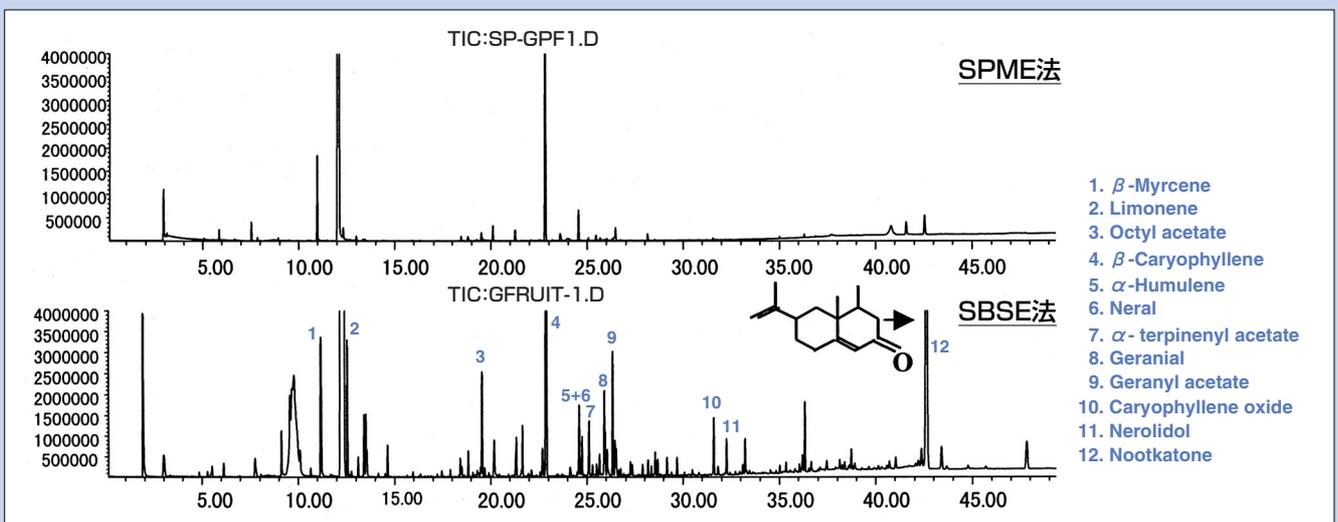
Twister™ のアプリケーション



■ 缶入りお茶 (SBSE法) 香気成分に乏しい飲料からも様々な成分が検出されています。



■ 緑茶の葉 分析例 (HSSH法) 緑茶の葉の重要な香気成分が検出されています。

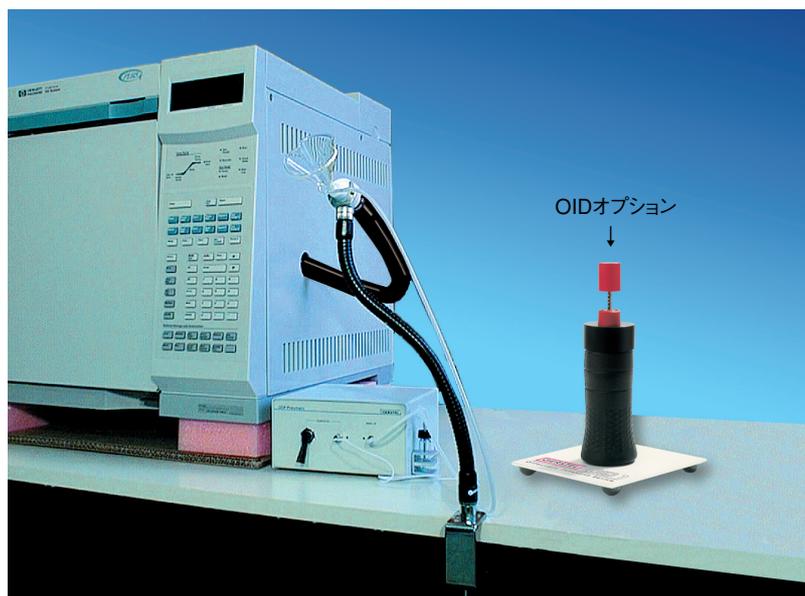


■ 天然グレープフルーツ果汁分析例 SPMEとSBSEの比較 Split 1:20

ODP 2 -Olfactory Detector Port -

スニффイングポート

ODP 2はGERSTEL社のスニッフイングポート(匂い嗅ぎ装置)です。
GCの横側に取り付けることができるので分析者は座りながら匂いを嗅ぐことができます。



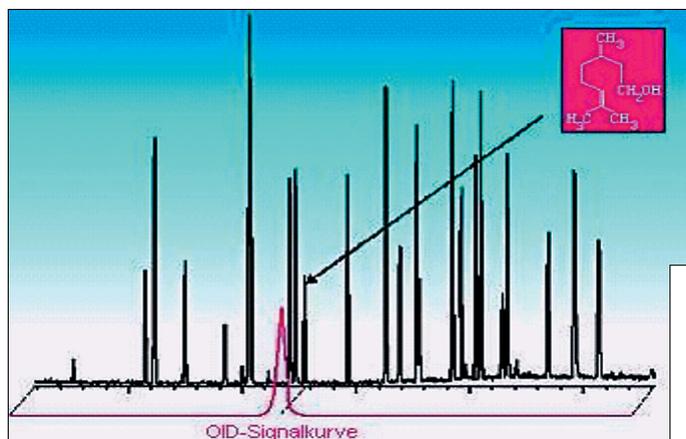
▲GC/ODP 2+OIDオプション

ODP 2の特徴

- ODP 2はGC/MSもしくは他のGC検出器の付いたGCに取付けることが可能です
- 匂い嗅ぎポートがGC側面に取り付けられるので座りながらの測定が可能です
- 匂い嗅ぎポートの位置が調節できるので測定者に合った位置で測定が可能です
- 加湿ボトルが標準装備されます。測定中、乾燥から鼻を保護します
- ノーズコーン(鼻をつけるガラス部分)の取外しが容易です

OIDでクロマトグラムにマーキング

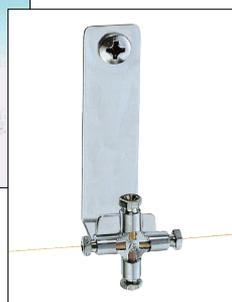
GERSTEL OID (Olfactory Intensity Device)は押すことによってピークが描けるツールです。その押す力の強弱でピークの大きさ変化させることができるので、匂いを感じた時間と匂いの強さを記録できます。ピークは同時に取り込んでいるMSやGC検出器のクロマトグラムと重ねることが可能なので、クロマト上で匂いを感じたピークを確認することが可能です。



▲GC検出器のクロマトグラムとOIDで取り込んだピークの重ね描き

アプリケーション

- 化粧品
- フレグランス
- フレーバー
- 包装材
- 医薬品



◀クロスピース
カラムで分離された成分は
ここでODPと検出器に分けられます

加熱脱着導入システムの主な仕様

■TDS部(TDS A / TDS 2)

チューブ寸法	: 6mm(外径)×178mm(長さ) 内径4mm
チューブ本数	: TDS A 20本(TDS 2 1本)
チューブ交換	: メカニカル(バルブレス)
加熱炉温度範囲	: -50~350℃(室温以下は液体窒素冷却)
加熱炉昇温速度	: 1~60℃/min(任意設定)
脱着モード	: スプリット / スプリットレス
トランスファーライン材質	: 不活性化処理済フューズドシリカキャピラリー
トランスファーライン温度	: 50~400℃
トランスファーライン距離	: 140mm

■CIS部(CIS 4)

クライオフォーカス温度	: ~ -150℃(液体窒素冷却、任意設定)
急速加熱温度	: ~ 350℃(任意設定)
急速加熱速度	: 0.5~12℃/sec(任意設定)
導入モード	: スプリット / スプリットレス
カラム接続	: CIS 4直接(トランスファーラインなし)

■制御方式・条件設定

温度は専用コントローラ(C505)、流量はGC搭載のEPCによりコントロール。
条件はハンドヘルドコントローラもしくはGERSTEL MASTerソフトウェア
(英語版)より入力。

設置寸法・重量・ユーティリティ

■設置寸法

GC / MSD部	: 幅2250mm、奥行き850mm、高さ550mm
Gerstel部	: 幅900mm、奥行き600mm、高さ650mm
ユーティリティ部	: 液体窒素容器等

■重量

GC部	: 50kg
MSD部	: 41kg
ケミステーション部	: 36kg
Gerstel部	: 16kg

■ユーティリティ

ガス関係	: キャリアガス(He)、液体窒素
電源	: TDS・CIS部 100V 5A (50/60Hz)
	: GC部 200V 15A単相 (50/60Hz)
	: MSD部 200V 5A単相 (50/60Hz)
	: ケミステーション部 100V 10A (50/60Hz)

周辺装置

■CTS 2

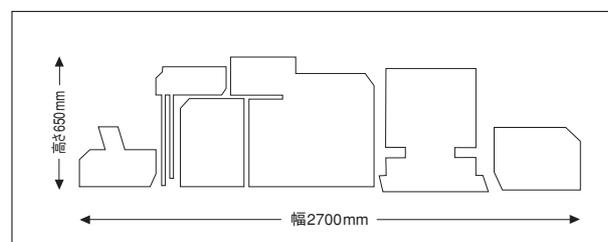
温度範囲	: -50~350℃
昇温速度	: 0.5~25℃/sec
制御方式・条件設定	: 温度は専用コントローラ(C505)よりコントロール 条件はGERSTEL MASTerソフトウェア(英語版)より入力

■TC 1

加熱温度範囲	: 室温~400℃
加熱時間	: 制限なし(手動で制御)
温度制御	: 専用コントローラ(C163)よりコントロール
チューブ本数	: 10本
チューブ寸法	: 外径6mm×内径4mm×長さ178mm(TDS専用チューブ)
ユーティリティ	: 不活性ガス(高純度N ₂ He)、元圧400Kpa以上
電源	: 100V 2A (50/60Hz)

■TE 2

チューブサイズ	: 13.6mmID : 16mmOD : 178mm
温度範囲	: 室温~400℃(液体窒素使用により0℃~)
抽出時間	: 制限無し
フローレンジ	: 20~200ml/min
ユーティリティ	: 不活性ガス(高純度N ₂ He)、元圧400Kpa以上
温度制御	: 専用コントローラ(C163)よりコントロール
電源	: 100V 2A (50/60Hz)



※設置環境・ユーティリティの詳細につきましては、
当社もしくは当社代理店までお問い合わせください。

※横河アナリティカルシステムズ株式会社は、GERSTEL®社の日本代理店です。

横河アナリティカルシステムズ株式会社

●カスタマーサービスセンター ☎ 0120-477-111

- 1) システム、製品および部品に関するご相談窓口
- 2) 製品の操作、アプリケーションの問合せおよび故障時の連絡窓口
- 3) ユーザートレーニングの申し込み窓口

本 社 〒180-8543 東京都武蔵野市中町1-15-5
ホームページ <http://www.agilent.co.jp/chem/yan>

お問い合わせは

ANC-36

●横河アナリティカルシステムズ 取扱店一覧

下記の代理店の分析計担当部署にお問い合わせください。

代理店名	住 所	電 話
美和電気工業・札幌	札幌市北区北20条西7-20	011-737-1151
美和電気工業・盛岡	盛岡市前九年3-19-52	019-646-4341
美和電気工業・仙台	仙台市太白区長町南3-37-13	022-249-8103
美和電気工業・福島	福島市腰浜町20-14	0245-31-6320
相生電気・北関東	熊谷市銀座4-10-8	0485-24-7234
相生電気・群馬	高崎市江木町1720-1	027-326-1180
相生電気・小山	小山市稲葉郷285-1	0285-23-8088
太陽計測・つくば	つくば市大字上ノ室2074	0298-57-2452
東京電機産業・新潟	新潟市紫竹山7-4-32	025-244-6171
東京電機産業・千葉	千葉市稲毛区作草部1-19-3	043-252-6012
西川計測(株)	港区三田3-13-16 三田43森ビル	03-3453-1337
西川計測・横浜	横浜市中区長者町5-85	045-242-4162

代理店名	住 所	電 話
協立電機(株)	静岡市中田本町61-1	054-288-8880
横河商事・中部	名古屋市中村区烏森町7-336	052-471-7124
横河電陽(株)	富山市永楽町32-13	0764-41-1831
金陵電機(株)	大阪市淀川区新高3-3-11	06-6394-1163
旭電気(株)	倉敷市老松町3-7-10	086-422-5711
新川電機・広島	広島市中区東平塚3-30	082-247-6447
新川電機・高松	高松市伏石町672-1 丸忠第2ビル	087-868-6600
新川電機・西中国	徳山市五月町10-45	0834-21-2788
新川電機・九州	福岡市博多区博多駅南2-11-12	092-451-1747
西川計測・大分	大分市高城本町5-3	0975-58-0856
西川計測・熊本	熊本市山崎町66-7 榮泉中央ビル	096-355-5500