

# Agilent 255 化学発光窒素検出器 (NCD) を用いた粘着性サンプルの分析

## 技術概要

### 緒言

Agilent 255 NCD は、粘着性サンプル中の 2-ピロリドンおよび 1-ビニル-2-ピロリドンの分析に関して、NPD に簡単に置き換えることが可能な検出器です。

粘着性物質に対する 2 つの出発物質、2-ピロリドンと 1-ビニル-2-ピロリドンの分析に関して、短期間の評価を行いました。規制により、1-ビニル-2-ピロリドンの濃度は最終製品中で 800 ppm を超えることができません。

粘着性物質の分析の主目的は、255 NCD の再現性および安定性を実証することでした。二次的な目的は、NCD がこのアプリケーションに使用される窒素リン検出器 (NPD) を代替できることを証明することでした。表 1 は NCD と NPD の比較です。

2-ピロリドンおよび 1-ビニル-2-ピロリドンモニターングするために、255 NCD は NPD の代わりに使用できることが評価結果から実証されました。ガスクロマトグラ

フおよび 255 NCD は一度キャリブレーションだけで、3 日間の実証中にはリキャリブレーションは行いませんでした。精度データは表 2 および表 3 のとおりです。3 日間の評価中、ガスクロマトグラフと 255 NCD に粘着性サンプルを 160 回以上注入した結果、4% 未満の相対標準偏差でした。また、Agilent 255 は 20 ~ 3,000 ppm で良好な直線性を示しました。図 1 および図 2 には、それぞれ高濃度および低濃度でのクロマトグラムを示します。NPD と違い、サンプルマトリクスは検出器レスポンスにほとんど影響を及ぼしませんでした。

2-ピロリドンと 1-ビニル-2-ピロリドンの分析で、NCD は非常に良好な短期および長期精度を示します。NCD は高濃度のサンプルマトリクスによる影響をほとんど受けず、NPD より日常のメンテナンスが簡単になります。255 NCD を使用することで、NPD よりも正確で精密な結果が得られ、機器メンテナンスの必要性を低減することができます。

表 1. NCD と NPD の比較

	Agilent 255 NCD	NPD
レスポンス	等モル	非等モル
クエンチング	なし	あり
選択性	$> 10^7$ gN/gC	$10^5$ gN/gC
感度	$< 5$ pg/sec	0.4 pg/sec
使いやすさ	簡単	日常メンテナンスが必要

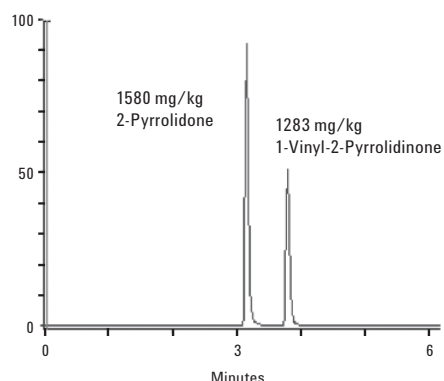


図 1. 粘着性標準試料の Agilent 255 による分析。

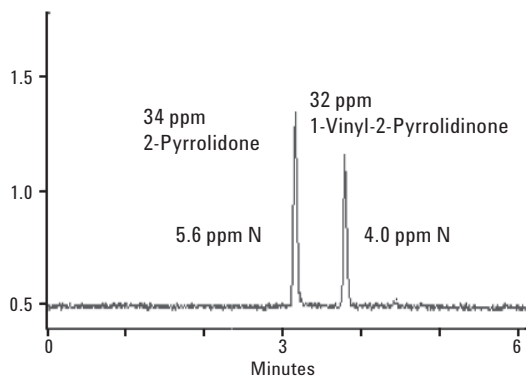


図 2. テトラヒドロフランで希釈した粘着性サンプルの Agilent 255 NCD による分析。

**GC 操作条件**  
(EPC を搭載した Agilent 6890)

温度: 160 °C 定温  
ヘリウムキャリアガス: 2.2 mL/min  
スプリット注入: スプリット比 45.5:1  
200 °C  
注入量 1 µL

**NCD バーナー条件**

温度: 800 °C  
水素流量: 25 mL/min  
酸素流量: 10 mL/min  
カラム: 20 Rtx-5、内径 0.32 mm  
膜厚 3 µm

サンプル前処理

サンプルはトルエンで希釈  
1:25 ~ 1:50 の希釈係数

表 2. 粘着性サンプル中の 2-ピロリドン分析結果

サンプル番号	分析回数	希釈係数	希釈濃度 (ppm)	サンプル濃度 (ppm)	RSD (%)
粘着性サンプル 1	43	1:44	25.0	1094	2.2
粘着性サンプル 2	43	1:41	28.1	1163	2.2
粘着性サンプル 3	43	1:28	34.0	1405	2.2
粘着性サンプル 4	43	1:45	20.3	838	1.7

表 3. 粘着性サンプル中の 1-ビニル-2-ピロリドン分析結果

サンプル番号	分析回数	希釈係数	希釈濃度 (ppm)	サンプル濃度 (ppm)	RSD (%)
粘着性サンプル 1	43	1:44	27.1	1188	2.2
粘着性サンプル 2	43	1:41	15.1	624	2.2
粘着性サンプル 3	43	1:28	32.5	1342	2.2
粘着性サンプル 4	43	1:45	未検出	未検出	

## 詳細情報

アジレント製品とサービスの詳細については、アジレントのウェブサイト [www.agilent.com/chem/jp](http://www.agilent.com/chem/jp) をご覧ください。

アジレントは、本資料に誤りが発見された場合、また、本資料の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。また、本資料掲載の機器類は薬事法に基づく登録を行っておりません。

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本資料を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

© Agilent Technologies, Inc. 2007

Printed in Japan  
May 17, 2007  
5989-6771JAJP