

サーマルセパレーションプローブ GC/TCD によるプリンターインクの 異同識別



Authors

中村 貞夫

加賀美 智史

アジレント・テクノロジー
株式会社

要旨

サーマルセパレーションプローブ（TSP）による簡便な直接分析は、DB-WAX UI カラムによる分離のみで、クロマトグラムから純正インクと互換インクの識別が可能でした。また、樹脂、顔料等の不揮発性成分はマイクロバイアルに残るため、ガスクロマトグラフ（GC）への負荷を最小限に抑えることができました。さらに、MatchCompare ソフトウェアにより算出した類似性から、数値による容易な異同識別が可能となりました。Intuvo 9000 GC は、省スペースなうえ、100V 電源で使用できるため、キャリアガスや検出器ガスに窒素ガスを用いることで、ラボ以外の場所での活用も期待できます。また、消費電力を従来 GC の半分に抑えることができ、CO₂ 排出量も抑制することができます。

Key word：サーマルセパレーションプローブ（TSP）、Intuvo 9000 GC、TCD、インク、異同識別、MatchCompare、CO₂ 排出量削減

1.はじめに

家庭用のインクジェットプリンタは、純正インクの他に様々なメーカーから互換品が販売されています。しかしながら、互換インクは価格が安く設定されていることもあり、十分なパフォーマンスが得られないことがあります。純正インクと互換インクを目視で区別することは難しく、今回、簡単に識別できる方法を検討しました。装置として、取り扱いが簡単で、電力を節約できるサーマルセパレーションプローブ (TSP) -GC/熱伝導検出器 (TCD) を用いました。TSPはインクの溶剤等の揮発性成分のみをGCに導入し、樹脂成分はバイアルに残渣として残ります。キャリアガスはヘリウム不足の懸念があることから、容易に入手可能な窒素を用いました。ただし、窒素は対象成分との熱伝導度の差がヘリウムほど大きくなく、感度的にはやや劣ることが知られています。

今回、本システムにおいて、純正インクと互換品の差異が確認できるか検証し、ソフトウェアによる簡便な識別法も検討を行なったので報告します。

2.測定条件

サンプル量: 約 1 – 2.5 mg

(TSP-Intuvo 9000 GC)

注入口温度: 300 °C (サンプル加熱温度)

注入モード: スプリット 50:1

ガードチップ温度: oven track mode

バス温度: default

カラム: DB-WAX UI 15 m x 150 μm x 0.25 μm

(Part#: 122-7012UI-INT)

カラム流量: 1.0 ml/min (N₂, constant flow mode)

オープン温度: 50 °C(1 min)-20 °C/min-250 °C(7 min)

TCD温度: 270°C

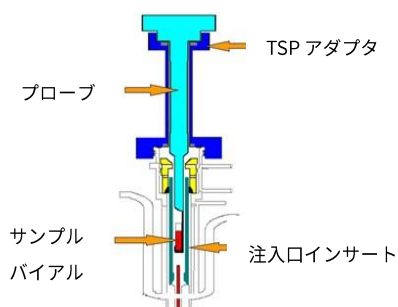
メイクアップガス: N₂, 5 ml/min

リファレンスガス: N₂, 20 ml/min

Negative polar: On

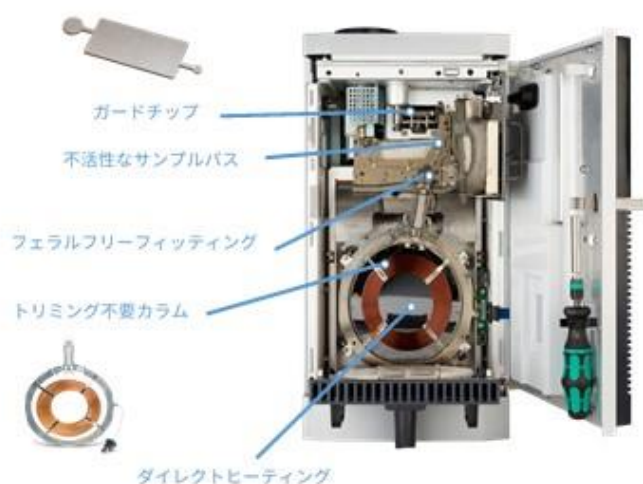
サーマルセパレーションプローブ (TSP)

TSPは、サンプルを GC 注入口に直接挿入するダイレクトプローブで、サンプルを迅速に加熱するため、容易に揮発性及び半揮発性化合物の分析が可能です。取付け、取外しが簡単で、メンテナンスは原則不要 (定期的なO-リング交換、GC側のメンテナンスは必要) で、使い勝手は秀逸です。また、サンプルの加熱はGC注入口で行うため、追加の電力は不要です。



Intuvo 9000 GC

使い捨てガードチップの採用により、トリミング (カラムカット) の煩わしさを排除し、カラム寿命が延長され、さらにカラム交換後もリテンションタイムがほとんど変化しません。また、フェラルフリーのフィッティングの採用により、リークやカラム取付ミスのトラブルを予防し、測定の実験ミスを減らし、信頼性の高いデータを取得することができます。さらに、コンパクトサイズ (横幅 27 cm) で、カラムはダイレクトヒーティングのため、消費電力は従来GCの約半分となり、ラボの空調システムへの負担も半分で済みます。



3.結果及び考察

試料には、市販品の純正インク (ブラック)、その互換インク4種を用いました。試料は、1から2mg程度をマイクロバイアルに取り、TSPプローブによりGC (Agilent Intuvo 9000 GC) へ導入しました。試料の加熱温度は300°Cとし、その温度で揮発する成分を対象としました。

純正インクおよび互換インク4種のクロマトグラムの比較

図1に、純正インクおよび互換インク4種のクロマトグラムを示しました。純正インク (A) と互換インク (B、C、D、E) のクロマトグラムを比較すると、明らかな違いが確認でき、それらは (1) Bインク: 9.79分のピーク不検出 (2) Cインク: 8.375分の大きなピーク検出 (3) Dインク: 6.583分の大きなピーク検出 (4) Eインク: 7.327分のピーク検出、8.658分および9.332分のピーク不検出といった違いが明らかになりました。

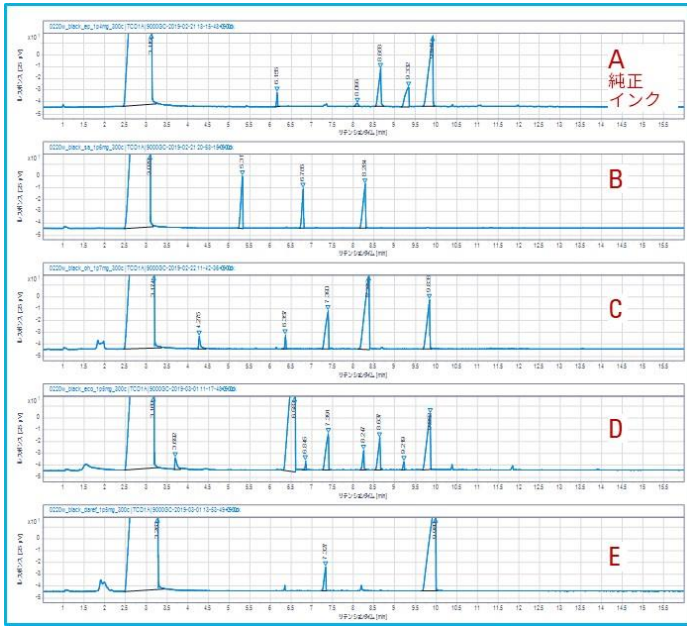


図1 純正インクおよび互換インク4種のクロマトグラム

ピークエクスプローラー (Peak Explorer)

OpenLab 2ソフトウェアのPeak Explorerツールを用い、より視覚的に識別できるか検討を行いました。

Peak Explorerは、クロマトグラフデータを人間の目で視覚化できるような最適化された形式で表示できるように設計されています。図2は、純正インクと互換インク4種をそれぞれ3回測定し、Peak Explorerで表示しました。横軸はリテンションタイム (min) で、各ピークをプロットし、そのサイズは面積値に比例します。その表示によって、試料間の差異を、より視覚的に捉えることができました。

(1) から (4) の赤いフレームは、上記クロマトグラムの明確な違いを示しました。

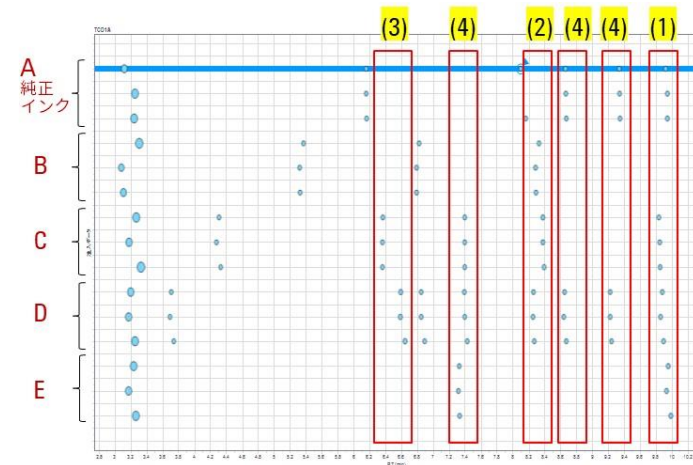


図2 純正インクと互換インク4種のPeak Explorer表示 (n=3)

マッチコンペア (MatchCompare)

MatchCompareソフトウェアは、品質管理などで手間のかかるクロマトグラムの比較作業を自動化できます。元々は2つのクロマトグラムのわずかな違いを特定するために開発されましたが、クロマトグラムの比較 (パターンマッチング) をする必要があるサンプルに対しても幅広く適用できます。未知サンプルと既知の標準 (リファレンス) を客観的に比較することにより、2つのクロマトグラムで類似するピークを速やかに特定し、その面積をあらかじめ決められた範囲と比較照合します。図3に面積の比較グラフを示しました。純正インク (A) をリファレンスとして、Aおよび互換インク (B) と比較しました。プロットが緑色で、リファレンスとサンプルのプロットを線で結んでいるものが一致を示します。表1にそれらの結果テーブルを示しました。Aはほぼ一致しており、Bは主成分のみが一致し、他のピークは異なることが容易に分かりました。これらにより、明らかにBはリファレンスと異なることが分かりました。また、MatchCompareで算出したリファレンスとの類似性を表2に示しました。互換インクB、C、D、Eは、類似性が0.7未満と低い値で、純正インクAとの識別が容易でした。

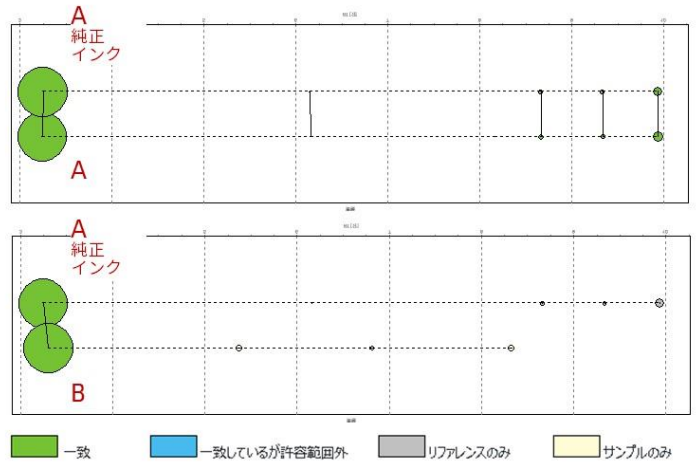


図3 MatchCompareによるリファレンス (A) と A、Bの面積の比較グラフ

表1 図3の結果テーブル

名前	A 純正インク		DT	A 純正インク		% エラ	Tot	情報	コメント
	RT サンプル	RT Ref		% サンプ	% Ref				
Unknown	3.2418	3.2487	-0.0069	93.8618	94.2676	-0.43	100.0		一致
Unknown	6.1597	6.1565	0.0032	0.1296	0.1095	18.42	100.0		一致
Unknown	8.1604	-----	-----	0.0995	-----	-----	-----		サンプル
Unknown	8.6695	8.6641	0.0054	1.2059	1.1281	6.88	100.0		一致
Unknown	9.3436	9.3357	0.0079	0.8611	0.7900	9.00	100.0		一致
Unknown	9.9393	9.9363	0.0030	3.6428	3.7048	3.70	100.0		一致

名前	B 純正インク		DT	B 純正インク		% エラ	Tot	情報	コメント
	RT サンプル	RT Ref		% サンプ	% Ref				
Unknown	3.0792	3.2487	-0.1695	95.1864	94.2676	0.97	100.0		一致
Unknown	5.3169	-----	-----	1.7417	-----	-----	-----		サンプル
Unknown	-----	6.1565	-----	-----	0.1095	0.00	100.0		リファレンス
Unknown	6.7858	-----	-----	1.1004	-----	-----	-----		サンプル
Unknown	8.2840	-----	-----	1.9715	-----	-----	-----		サンプル
Unknown	-----	8.6641	-----	-----	1.1281	0.00	100.0		リファレンス
Unknown	-----	9.3357	-----	-----	0.7900	0.00	100.0		リファレンス
Unknown	-----	9.9363	-----	-----	3.7048	0.00	100.0		リファレンス

表2 MatchCompareによるリファレンスとの類似性

サンプル	サンプル量 (mg)	類似性
A	1.4	0.9543
A	2.3	0.9543
B	1.7	0.5858
B	1.6	0.5841
B	1.0	0.5845
C	2.0	0.6535
C	1.7	0.6492
C	2.3	0.6530
D	2.2	0.5224
D	1.5	0.5235
D	2.3	0.5171
E	1.5	0.5966
E	1.2	0.5964
E	1.5	0.5949

4.まとめ

TSP-GC/TCDによる簡便な直接分析は、樹脂、顔料等の不揮発性成分がマイクロバイアルに残るため、GCへの負荷は最小限です。DB-WAX UIカラムによる簡単な分離のみで、純正インクと互換インクの識別が可能でした。

さらに、MatchCompareソフトウェアを用いることで、容易に異同識別が可能でした。本システムは、省スペースで、ユーティリティは100V電源と窒素ガスのみで、様々な場所での活用が期待できます。また、消費電力を従来GCの半分に抑えることができ、CO₂排出量も抑制することができます。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタマコンタクトセンタ

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、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。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2019

Printed in Japan, October 08, 2019

GC-201910NK-001