

Agilent Intuvo 9000 GC による作業環境測定例の紹介



Authors

加賀美 智史

親泊 安基

高桑 裕史

中村 貞夫

アジレント・テクノロジー株式会社

要旨

Agilent Intuvo 9000 GC はダイレクトヒーティング技術を採用したコンパクトなガスクロマトグラフです。メンテナンスにおいては独自のガードチップを採用することで従来必要とされていたカラムトリミングの煩わしさを排除しています。本アプリケーションノートでは **Agilent Intuvo 9000 GC / FID** システムを用いて、環境分析分野における作業環境中の有機溶剤分析を行いました。20 種類の有機溶剤が混合された溶液を試料とし、得られたクロマトグラムをスタンダードな空気浴タイプのオープンを持つ **Agilent 7890B GC** と比較しても同様の分離パターンが得られることが確認できました。また作成した検量線の直線性、管理基準濃度の 1/100 容の試料における再現性が良好であることが確認できました。 **Agilent Intuvo 9000 GC** を用いることで従来のガスクロマトグラフに比べ、その特徴である省スペースかつ省電力を活かした作業環境中の有機溶剤分析を実施することが可能です。

Key word：作業環境、Intuvo、9000 GC、

はじめに

Agilent Intuvo 9000GC はスタンダードな空気浴タイプのオープンを搭載する GC とは異なり、カラムのダイレクトヒーティングを採用することで、横幅 27 cm のコンパクトなサイズを実現しています。また使い捨ての可能なガードチップを採用することにより、トリミング(カラムカット)の煩わしさを排除できます。これによりカラムの寿命を延長するとともに、カラム交換後もリテンションタイムがほとんど変化しないことも利点として挙げられます。

作業環境測定における空気中の有機溶剤分析は GC/FID のシステムで行う一般的な分析アプリケーションのひとつです。測定対象成分の沸点や極性が比較的近く分離が難しい場合もあり、適切な定量結果を得るためにはシステムのメンテナンスが重要です。Intuvo 9000 GC の場合にはカラムのトリミングが不要であり、メンテナンス後も多数ある測定対象ピークのリテンションタイムや分離度にほとんど影響がありません。本アプリケーションノートでは Intuvo 9000 GC を用いて作業環境測定のひとつである有機溶剤の分析を行いましたのでご紹介いたします。

分析条件

標準溶液は作業環境測定用の有機溶剤混合標準液2 (20 種混合、関東化学株式会社) を使用しました。GC の分析条件と検量線の作成範囲について下記に示しました。

注入量	1 μ L
注入口温度	200°C
注入モード	スプリット
ライナー	ウルトラライナート、低圧力損失、ガラスウール入り (p/n 5190-2295)
スプリット比	1 : 50
ガードチップ温度	オープントラック
キャリアガス	ヘリウム
キャリアガス流量	2.5 mL/min
カラム	DB-1 60 m 0.25 mm 1 μ m (p/n 122-1063-INT)
オープン	40°C (0.5分) – 30°C/分 – 130°C - 20°C/分 – 220°C (0.5分) total 8.5分
FID温度	250°C
内部標準	tert – ブチルベンゼン
検量線作成範囲	0.01E, 0.05E, 0.1E, 0.5E, 1E, 2E Eは管理濃度(表1記載)

分析結果と考察

標準溶液の分析とクロマトグラム

対象成分が管理濃度(E)になるよう調製した溶液を、Intuvo 9000 GCで分析を行い、得られたクロマトグラムを次ページ図1に示しました。参考として同様のサンプルをスタンダードな空気浴タイプのオープンを搭載する7890B GCで得られるクロマトグラムと比較すると、同様の分離パターンが得られることが確認できました。最も分離が難しかった酢酸メチル (ピーク4) とジクロロメタン (ピーク5) のピーク分離度(JP)は1.61でベースライン分離ができました。Intuvo 9000 GCでの分析時間は8.5分、冷却時間を含めた1サイクルの時間は約11分でした。7890B GCで同じオープン温度条件で分析した場合、冷却時間を含めた1サイクルの時間は11.5分で、9000 GCでは1サイクルで約0.5分短縮できることが確認できました。なおm,p-キシレンは無極性カラムで分離できないため、極性カラムが必要となります。

検量線の作成と再現性の確認

次に管理濃度(E)の1/100濃度の溶液を測定し、得られた結果の再現性(n5)と、条件に示した濃度範囲の検量線の直線性を確認しました(表1)。1/100容の試料における面積値の相対標準偏差 (RSD%) はすべての化合物で2.80%以下、作成した検量線の直線性はいずれもR²が0.999以上でした。参考として1/100容の試料で面積値が比較的小さい4成分(1, メタノール、5, ジクロロメタン、10, 1-ブタノール、19, ブチルセロソルブ)の検量線を図2に示しました。

表1 1/100管理濃度溶液での再現性、検量線の決定係数(R²)

対象成分	管理濃度(E)	1/100濃度溶液(n5)		検量線
	(ppm)	平均面積値	RSD (%)	決定係数
1 メタノール	200	0.170	1.65	0.99938
2 アセトン	500	1.925	0.241	0.99979
3 イソプロパノール	200	0.835	2.80	0.99979
4 酢酸メチル	200	0.658	1.34	0.99979
5 ジクロロメタン	50	0.103	2.11	0.99978
6 メチルエチルケトン (MEK)	200	1.280	0.663	0.99980
7 酢酸エチル	200	1.080	0.612	0.99981
8 ヘキサン	40	0.532	1.42	0.99979
9 イソブチルアルコール	50	0.399	1.83	0.99985
10 1-ブタノール	25	0.171	2.31	0.99986
11 メチルイソブチルケトン (MIBK)	20	0.233	1.32	0.99982
12 酢酸イソブチル	150	1.602	0.441	0.99981
13 トルエン	20	0.307	1.34	0.99980
14 酢酸ブチル	150	1.590	2.18	0.99982
15 エチルベンゼン	20	0.364	0.844	0.99981
16, 17 m-, p-キシレン	50	1.730	0.566	0.99981
18 シクロヘキサノン	20	0.242	1.90	0.99982
19 ブチルセロソルブ	25	0.192	1.97	0.99991
20 o-キシレン	50	0.882	1.67	0.99980

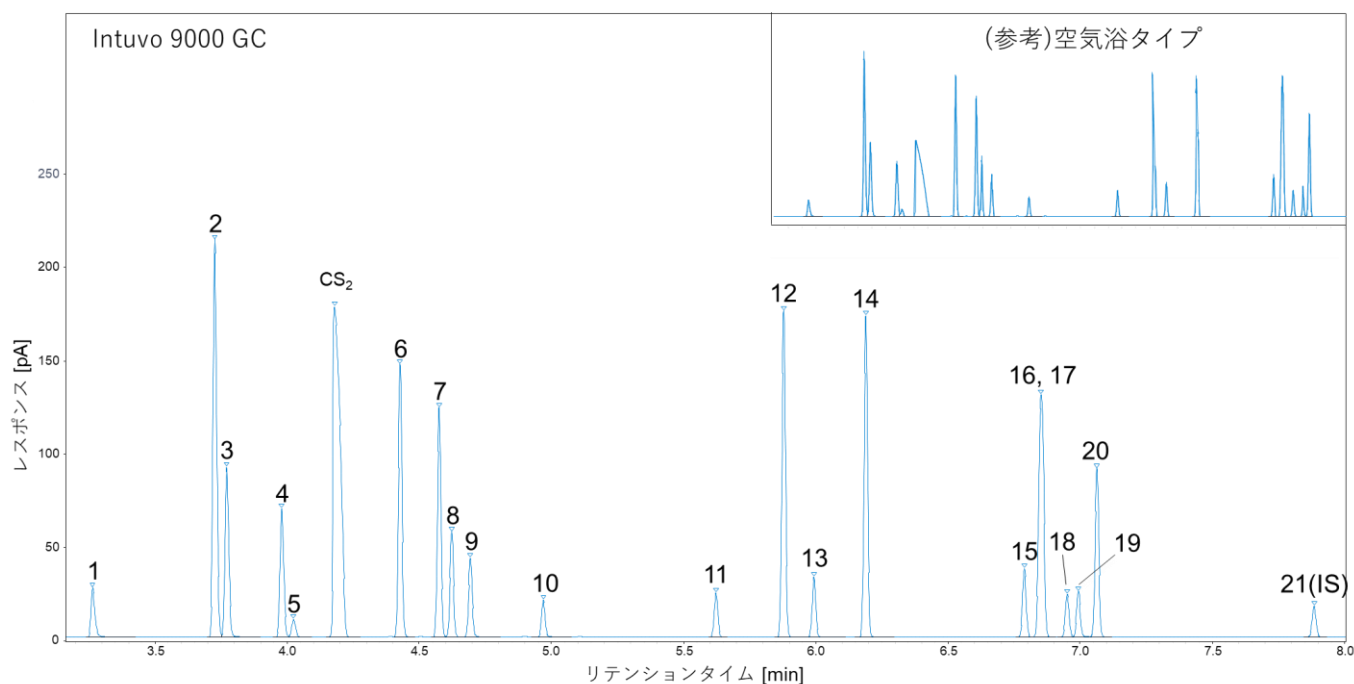


図1 管理濃度 (1E) の標準溶液における測定で得られたクロマトグラム

1, メタノール 2, アセトン 3, イソプロパノール 4, 酢酸メチル 5, ジクロロメタン 6, メチルエチルケトン (MEK) 7, 酢酸エチル 8, ヘキサン 9, イソブチルアルコール 10, 1-ブタノール 11, メチルイソブチルケトン (MIBK) 12, 酢酸イソブチル 13, トルエン 14, 酢酸ブチル 15, エチルベンゼン 16,17 m,p-キシレン 18, シクロヘキサノン 19, ブチルセロソルブ 20, o-キシレン 21, tert-ブチルベンゼン(IS)

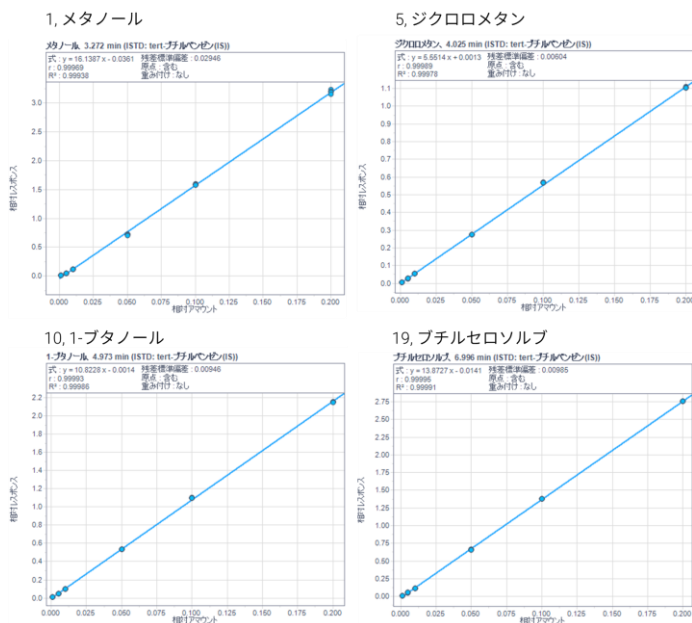


図2 作成した4成分の検量線例

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. 2021
Printed in Japan, January 12, 2021
GC-202101KG-001
DE44190.4510300926

まとめ

Agilent Intuvo 9000 GCを用いて作業環境測定における有機溶剤の分析を行いました。得られたクロマトグラムを、空気浴タイプのオープンを持つGCで得られたクロマトグラムと比較して同様の分離パターンが得られていることが確認できました。測定対象20成分のピークの見分け度はすべて1.6以上でした。

管理濃度 (E) の1/100容に希釈した試料で再現性を確認したところ面積値のRSD%は2.80%以下でした(n5)。0.01 E – 2 E の範囲で作成した検量線の直線性はいずれの成分でもR²が0.999以上でした。以上の結果から作業環境測定の有機溶剤分析においてAgilent Intuvo 9000 GCを用いて良好な結果が得られることが確認できました。

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