

## FID 付き Agilent 8850 GC による 超高速全石油炭化水素分析

### 著者

Zhang Jie  
Agilent Technologies, Inc.

### 概要

本研究では、水素炎イオン化検出器 (FID) を搭載した Agilent 8850 GC を用いて、土壌および水サンプル中の全石油炭化水素 (TPH) の超高速スクリーニングを行いました。この高速分析は、5 m の Agilent J&W DB-5ht 分析カラムを用いて急速オープン昇温の下で実施し、キャリアガスとしてヘリウム (He) または水素 (H<sub>2</sub>) を使用して、*n*-テトラコンタン (*n*-C<sub>40</sub>) の溶出を 2.5 分以内で実現しました。システムの性能を、(A) 高沸点化合物の効果的な分析における注入口ディスクリミネーション、(B) リテンションタイムと応答精度、および (C) 直線性に関して、HJ 1021-2019、HJ 894-2017、および ISO 16703 規格に基づいて評価し、満足のいく結果となりました。8850 GC のスマート機能の 1 つであるピーク評価についても、注入口ライナの性能の自動監視を例として示しました。この機能は、実際のサンプルに対する TPH スクリーニングに 8850 GC を使用した場合、ラボの生産性を向上させることができます。

## はじめに

TPH は、原油および、ガソリン、ディーゼル油、潤滑油などの原油精製製品に含まれる広範な炭化水素群を指します。石油系炭化水素は、産業活動、漏洩、または自然現象により環境中に存在します。土壌や飲料水が TPH によって汚染される可能性があり、開発した土地の利用可能性が土壌汚染により低下します。TPH 分析は、土壌・水・堆積物サンプル中の炭化水素を分析するのに使用できます。この試験は、土壌と水資源の開発が必要な場合に、リスク評価と管理に不可欠な要素です。

ガスクロマトグラフィー (GC) は、水、土壌、堆積物に含まれる TPH の定量分析に用いられる最も一般的な手法です。ISO 16703<sup>1</sup> および中国 HJ 1021-2019<sup>2</sup> 標準メソッドには、FID 付きの GC (GC-FID) を使用した土壌および堆積物中の TPH の測定について記載されています。HJ 894-2017<sup>3</sup> では、GC-FID による水サンプル中の TPH 分析について記載されています。これらのメソッドの分離には多くの場合、Agilent J&W DB-1、DB-5、HP-5 など非極性固定相でコーティングされた 10 ~ 30 m のカラムが推奨されています。よく使用されるオープン昇温速度は 20 ~ 40 °C/min、カラム流量は 1.5 ~ 3 mL/min です。GC 分離に要する時間は、15 ~ 40 分以内です。TPH の定量は、*n*-デカン (*n*-C<sub>10</sub>) と *n*-テトラコンタン (*n*-C<sub>40</sub>) のピーク間の面積を積分し、*n*-アルカン標準液 (HJ メソッド) または鉱物油標準液 (ISO 16703) から作成された絶対検量線に基づいて対応する TPH 濃度を計算することによって行われます。HJ 1021 および HJ 894 メソッドでは、TPH 抽出物の積分テンションタイム (RT) ウィンドウは、*n*-アルカンの標準液から取得した対応する RT を参照することにより、*n*-C<sub>10</sub> のピークの直前で始まり、*n*-C<sub>40</sub> のピークの後に終了します。ISO 16703 メソッドでは標準液として、*n*-アルカンではなく濃度が既知の鉱物油が使用されます。*n*-C<sub>10</sub> および *n*-C<sub>40</sub> を積分用の RT ウィンドウインジケータとして、鉱物油キャリブントおよび TPH 抽出物に追加する必要があります。*n*-C<sub>10</sub> と *n*-C<sub>40</sub> は TPH の積分には含まれません。

TPH 抽出物のクロマトグラムは通常山状となります。山状のクロマトグラムを定量することで、TPH の量が規制値を超えているかどうかを判定します。一部の検査ラボでは、明らかに規制限度を超える TPH の結果を示すサンプルを迅速に判定するためにスクリーニング試験を実施します。その後これらのサンプルは、TPH の存在量を確認するために、より包括的な 2 回目の分析にかけられます。この操作を行う理由は、TPH 抽出物の精製には 1 時間以上かかるため、精製されていないサンプルを

スクリーニングすることでサンプル前処理にかかる時間を短縮できるからです。迅速なスクリーニング試験を行うことにより、毎日のサンプル処理能力が向上し、汚染度の高いサンプルの分析にかかる時間が短縮されるため、ラボの生産性がさらに向上します。

迅速なスクリーニングを実現するためには、短い分析カラムの使用、カラム流量の増加、オープンの昇温速度の高速化などの代表的なアプローチがあります。これらのうち実施が最も難しいのは、急速な加熱昇温です。8850 GC は、コンパクトなエアバスオープンの設計でこの問題を解決しています。オープンにはキャピラリーカラムを 1 本収容でき、最大 300 °C/min (200 ~ 240 V 電源オプション) の昇温速度で動作します。一方、このような高い昇温速度にもかかわらず 8850 GC の電力消費量は、市販のほぼすべてのエアバス式オープン GC の電力消費量のわずか 50 ~ 70 % です。

常に高いサンプルスループットで作業を行う試験ラボの場合、8850 GC の使用により、一定時間内により多くのサンプルを分析できるため、電気とガスの消費量を大幅に削減できます。サンプル数がそれほど多くない場合でも、電力使用量を削減して分析を短時間で完了することで、ラボの持続可能性が向上します。

フラッグシップの Agilent 8890 GC と同様に、8850 GC には GC インテリジェンスが搭載されています。これには、セルフガイドメンテナンス、検出器およびピーク評価機能、オンボードヘルプなどが含まれます。これらのインテリジェントな機能により、機器性能の低下がユーザーに迅速に通知され、機器性能を維持して稼働時間を延長する手助けとなります。インテリジェント機能の注目すべき用途の 1 つに、ピーク評価を使用した注入口性能のモニタリングがあります。

ISO 16703 メソッドで要求されているように、実際のサンプルを分析する前に、適合性試験を実施してシステムの性能を検証する必要があります。このメソッドでは、同じ濃度における *n*-C<sub>40</sub> と *n*-C<sub>20</sub> の応答比が 0.8 以上であることを要求しています。通常、この検証は分析担当者によって手動で実施されます。8850 GC のピーク評価機能は、プリセットメソッドを使用してこの評価を自動的に実行し、分離が終わった時点で結果を生成します。これにより、信頼性の高い性能を備えた GC で分析が実施され、効率と信頼性が向上します。

このアプリケーションノートでは、高速 TPH 分析メソッドを 8850 GC に実装・検証しました。システムの性能を、ISO 16703、HJ 1021-2019、および HJ 894-2017 の要件に従って評価しました。また、ピーク評価を使用した *n*-C<sub>40</sub> の回収率の自動評価についても、実際に示します。

## 実験方法

Agilent 8850 GC は、Agilent 7650A オートサンプラ、Agilent スプリット/スプリットレス (S/SL) 注入口、および FID で構成しました。高速分析メソッドの機器構成、分析パラメータ、消耗品については、表 1 を参照してください。

ISO 16703 の標準液は、Anpel Inc. の *n*-ヘプタン中の鉱物油 A (4,000 mg/L)、鉱物油 B (4,000 mg/L)、*n*-C<sub>40</sub> (30 mg/L)、および *n*-C<sub>10</sub> (0.03 mg/L) の混合物を用いました。HJ 1021-2019 および HJ 894-2017 の標準液は、*n*-ヘキササン中の *n*-アルカンの混合物を用いました (*n*-C<sub>10</sub> から *n*-C<sub>40</sub>、31 成分、各アルカン 1,000 mg/L)。ISO メソッドおよび HJ メソッドの標準液は、表 2 に示す濃度に従って調製しました。システム適合性試験および精度試験には、それぞれ 30 および 10 mg/L (各アルカン) の *n*-アルカンキャリブラントを使用しました。

実際の水と土壌サンプルからの TPH 抽出物は、協カラボから提供されました。TPH の抽出方法は、HJ 894-2017 および HJ 1021-2019 で推奨されている手順に従いました。データ取り込みと分析は、Agilent OpenLab CDS ソフトウェア、バージョン 2.8 を使用して実施しました。

表 1. Agilent 8850 GC の機器条件と消耗品

パラメータ	設定値
<b>Agilent 8850 GC</b>	
注入量	0.5 µL
注入口	スプリットレス 310 °C
パージ流量	60 mL/min、0.3 分
キャリアガス	He
カラム	Agilent J&W DB-5ht, 5 m × 0.32 mm, 0.1 µm (部品番号 100-2000, カスタム 5 インチカラム)
カラム流量	6.0 mL/min、定流量、5.5 mL/min (H <sub>2</sub> の場合)
オープンプログラム	40 °C (0.5 分)、 250 °C /min で 120 °Cまで、 150 °C /min で 250 °Cまで、 100 °C /min で 320 °Cまで (0.7 分間保持)
検出器	340 °C
データレート	100 Hz
<b>消耗品</b>	
注入口セプタム	Agilent 注入口セプタム、高温、低ブリード、ノンスティック (部品番号 5183-4757)
注入口ライナ	Agilent 注入口ライナ、ウルトライナート、低圧力損失、スプリット、 ガラスウール (部品番号 5190-2295)
オートサンプラ (ALS) シリンジ	Agilent ALS シリンジ、標準分析法、23 ~ 26s テーパーニードル (部品番号 5181-1273)

表 2. 標準液

キャリブレーション レベル	総濃度 (mg/L)	
	ISO 16703 では <i>n</i> -C <sub>10</sub> および <i>n</i> -C <sub>40</sub> を含む鉱物油混合物	HJ 894-2017 および HJ 1021-2019 の場合は <i>n</i> -アルカン混合物
1	100	31
2	500	93
3	1,000	310
4	2,000	930
5	4,000	3,100
6	8,000	9,300

## 結果と考察

### ヘリウムキャリアガスを用いた超高速 TPH 分析

以前のアプリケーションノート<sup>4</sup>に基づいて、He キャリアガスを使用した超高速 TPH 分析メソッドを 8850 GC に実装し、オープンプログラムを 8850 GC 用に最適化しました。8850 GC の性能を、次のメトリックに基づいて評価・実証しました。

- システム適合性
- 分析スピード
- 応答と RT 精度
- 直線性
- キャリーオーバー

### システム適合性試験

ISO 16703 メソッドでは、*n*-アルカンの分解能と検出器の応答を評価するために、機器適合性試験を実施する必要があります。この試験では 30 mg/L の *n*-アルカンキャリブラントを使用しました。図 1 のクロマトグラムに示すように、すべてのピークでベースライン分離が示されており、*n*-C<sub>10</sub> は *n*-C<sub>6</sub> 溶媒から十分に分離されています。*n*-テトラコンタン (*n*-C<sub>40</sub>) の応答は *n*-エイコサン (*n*-C<sub>20</sub>) の応答の 96 % であり、ISO 16703 メソッドの制限値 80 % を超えており、ディスクリミネーションの点で優れた注入口性能を示しています。

### 分析スピード

8850 GC を使用した超高速分析は、低熱容量、最適化されたオープンファン、およびエアダクトを備えたコンパクトな GC オープンにより可能になります。これらの機能により、オープンの加熱および冷却時間が短縮され、分離速度が効果的に向上します。本研究で使用したオープンの昇温は、8850 GC (200 ~ 240 V) の高速オープンオプションで実現できます。1 回の分析サイクルは約 8.5 分です。内訳はオープンの初期平衡に 1 分、分離に 3 分 (*n*-C<sub>40</sub> は 2.5 分以内に溶出)、カラムからサンプルマトリックスを除去するポストランに 2 分、オープンの冷却に 2.5 分 (周囲温度 22 °C) です。このうち、サンプルマトリックスの複雑さに応じてポストラン時間を調整できます。

8850 GC 120 V オプションの場合、オープンの昇温速度は 200 ~ 240 V オプションよりも遅くなります。120 V 高速オープン昇温速度を使用した *n*-アルカン分離のクロマトグラムを付録に示します。*n*-C<sub>40</sub> のリテンションタイムが 2.4 分から 3.0 分に延びましたが、それでも高速であり、約 9 分の分析サイクルが可能になります。

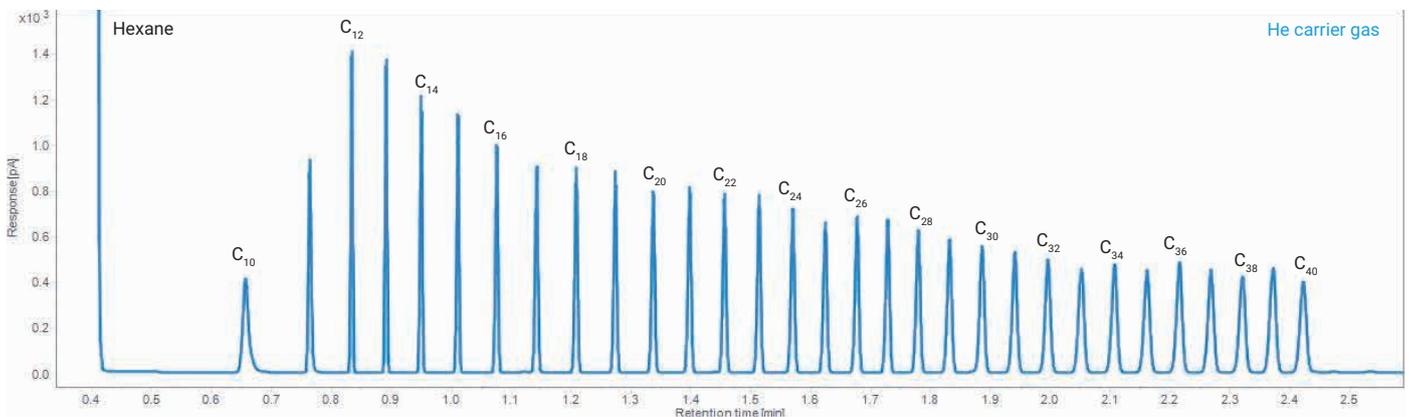


図 1. 高速 He メソッドによる 30 mg/L の *n*-アルカン標準のクロマトグラム

## 精度

システム精度は、10 mg/L の *n*-アルカンキャリブラントと 1,000 mg/L の鉱物油混合物を 6 回連続注入して試験しました (図 2)。ISO 16703、HJ 894-2017、および 1021-2019 メソッドでは、*n*-C<sub>10</sub> および *n*-C<sub>40</sub> のピークが TPH の積分の RT インジケータとして使用されます。高い RT 精度は、TPH 面積の正確で再現性のある測定に重要です。1,000 mg/L の鉱物油標準液の 6 回の分析における *n*-C<sub>10</sub> および *n*-C<sub>40</sub> のピークの RT 範囲は、それぞれ 0.0003 分と 0.005 分でした。10 mg/L の *n*-アルカン標準液の 6 回の分析における *n*-C<sub>10</sub> および *n*-C<sub>40</sub> のピークの RT 範囲は、それぞれ 0.0008 分と 0.0042 分でした。鉱物油混合物中の

2 つのマーカー化合物の RT の統計結果を図 2 中の表に示します。*n*-C<sub>40</sub> を 2.5 分以内に溶出する高速分離を考慮すると、RT の精度は優れたものでした。精密で再現性のあるオープンの温度制御と注入口の空気圧制御によって、RT 精度性能が向上しました。

図 3 に示すように、各 *n*-アルカンの応答相対標準偏差 (%RSD) は 0.599 ~ 0.911 % でした。*n*-C<sub>10</sub> から始まり *n*-C<sub>40</sub> の後で終わる積分の応答 %RSD は 0.685 % でした (HJ メソッドで必要とされる積分)。1,000 mg/L の鉱物油 (*n*-C<sub>10</sub> の後から始まり *n*-C<sub>40</sub> の前で終わる積分) の応答 %RSD は 0.322 % でした。再現性の結果は、ISO 16703 メソッドの 5 % の要件を超えています。

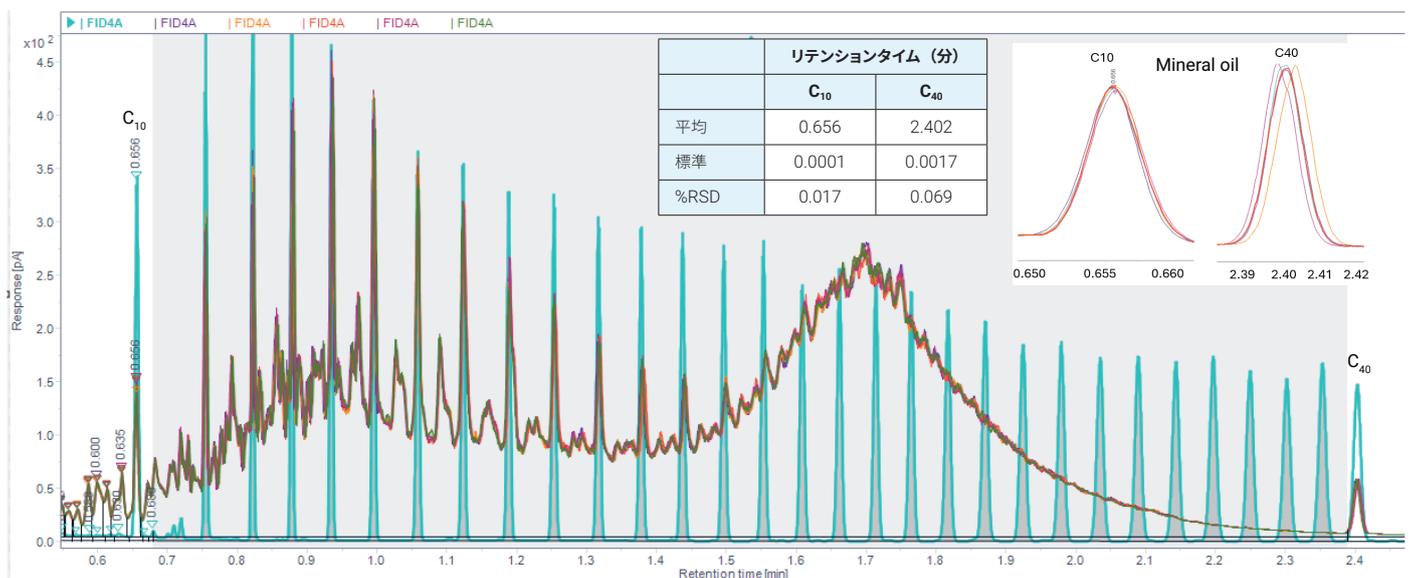


図 2. 1,000 mg/L の鉱物油と 10 mg/L の *n*-アルカン混合物のクロマトグラムの重ね表示

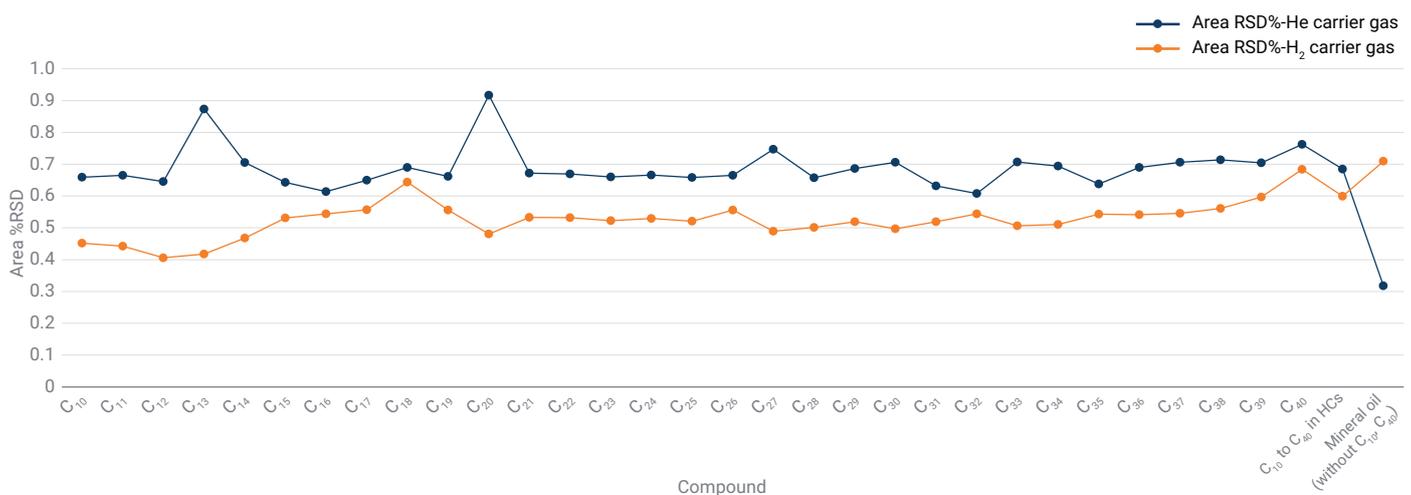


図 3. 個々の *n*-アルカンの面積再現性、*n*-アルカンキャリブラント中の *n*-C<sub>10</sub> から *n*-C<sub>40</sub> までの組み合わせピーク、および鉱物油標準の総面積

## 直線性

直線性性能は、図 4 の 2 つの検量線に示されています。曲線 1 は、ISO 16703 要件に従って鉱物油標準を使用して作成されたものです (TPH 面積には  $n\text{-C}_{10}$  および  $n\text{-C}_{40}$  のピークは含まれません)。曲線 2 は、HJ 894-2017 および HJ 1021-2019 メソッドに従って  $n$ -アルカン混合物を使用して作成されました (TPH 面積には  $n\text{-C}_{10}$  および  $n\text{-C}_{40}$  のピークが含まれます)。各曲線の直線性に関する相関係数は 0.9998 を超えていて、対応するメソッドの要件を満たしており、試験濃度範囲全体にわたって FID の応答が優れた直線性を有することを示しています。

検量線の精度を検証するために、 $n$ -アルカンの検量線を使用して 2 つの鉱物油のキャリブラントを定量しました。アルカンの検量線は、 $n\text{-C}_{10}$  のピークの終点から  $n\text{-C}_{40}$  のピークの開始点まで積分することによって再構築しました。500 mg/L および 4,000 mg/L の鉱物油標準は、各濃度レベルで 3 回の注入で測定しました。定量結果を表 3 に示します。測定された濃度は公称値の 106.9 % と 102.7 % であり、優れた直線性精度が示されました。

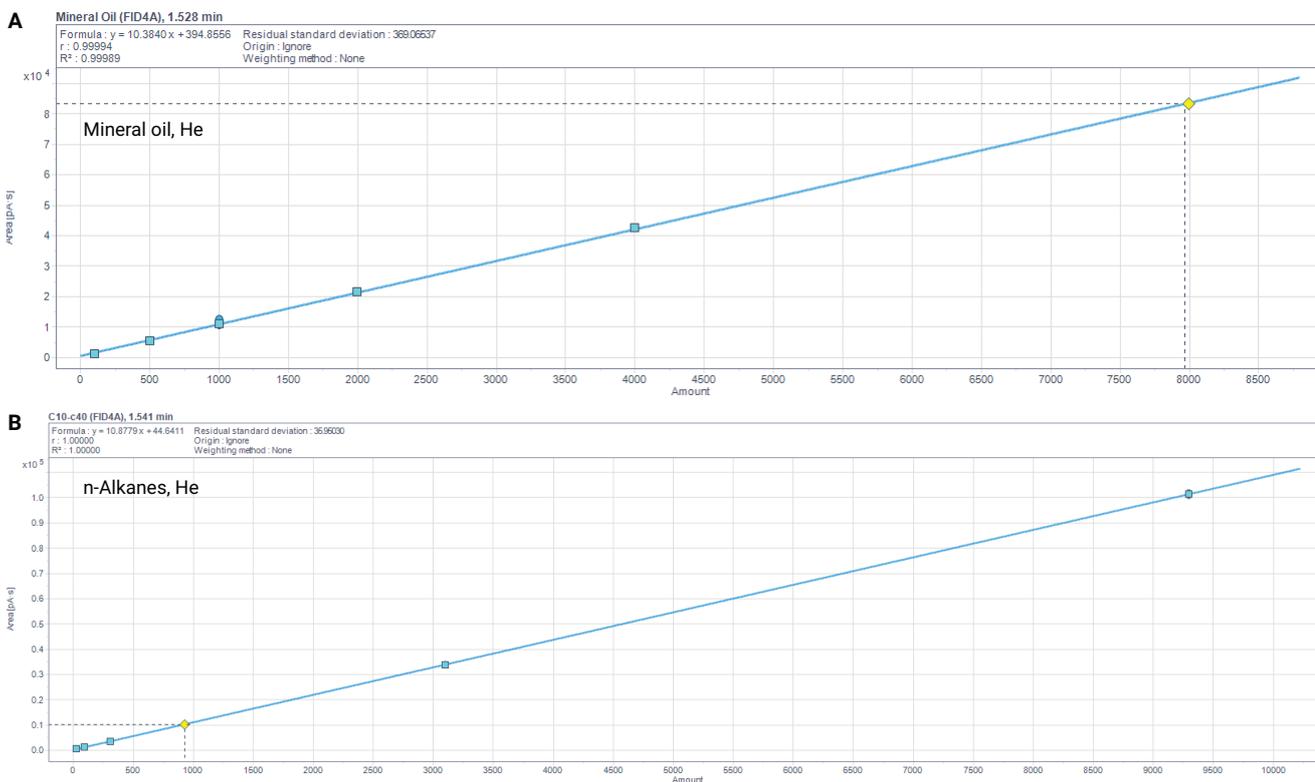


図 4. 鉱物油 (A) と  $n$ -アルカン (B) のキャリブラントを使用した検量線 (He メソッド)

表 3. キャリブレーション精度の検証:  $n$ -アルカンの検量線を使用した鉱物油標準の定量

	鉱物油標準	
	500 mg/L	4,000 mg/L
注入 1 回目	539.4	4,099.2
注入 2 回目	535.6	4,120.9
注入 3 回目	528.4	4,105.2
平均値	534.5	4,108.4
SD	2.69	15.34
%RSD	0.50 %	0.37 %
精度	106.9 %	102.7 %

### キャリーオーバー性能

図 5 に示すように、システムのキャリーオーバー性能は 9,300 mg/L の *n*-アルカン（青）とそれに続く溶媒ブランク（水色）のクロマトグラムを比較することによって評価しました。2 回の注入で *n*-C<sub>10</sub> から *n*-C<sub>40</sub> の RT ウィンドウをカバーする面積を比較したところ、その比率 (Area<sub>blank</sub>/Area<sub>sample</sub>) は 0.05 % でした。この優れたキャリーオーバー性能は、クリーンな標準サンプルに基づいたものです。

実際のサンプル抽出物の場合、システムブランクは主にサンプルマトリックスの影響を受けます。十分にクリーンなシステムブランクを実現するには、適切なサンプル精製と、GC 注入口とカラムの適時のメンテナンスが必要です。8850 GC には、GC 消耗品の使用状況を追跡してメンテナンスプロセスをガイドするインテリジェントな機能があり、機器の稼働時間を延ばすのに役立ちます。

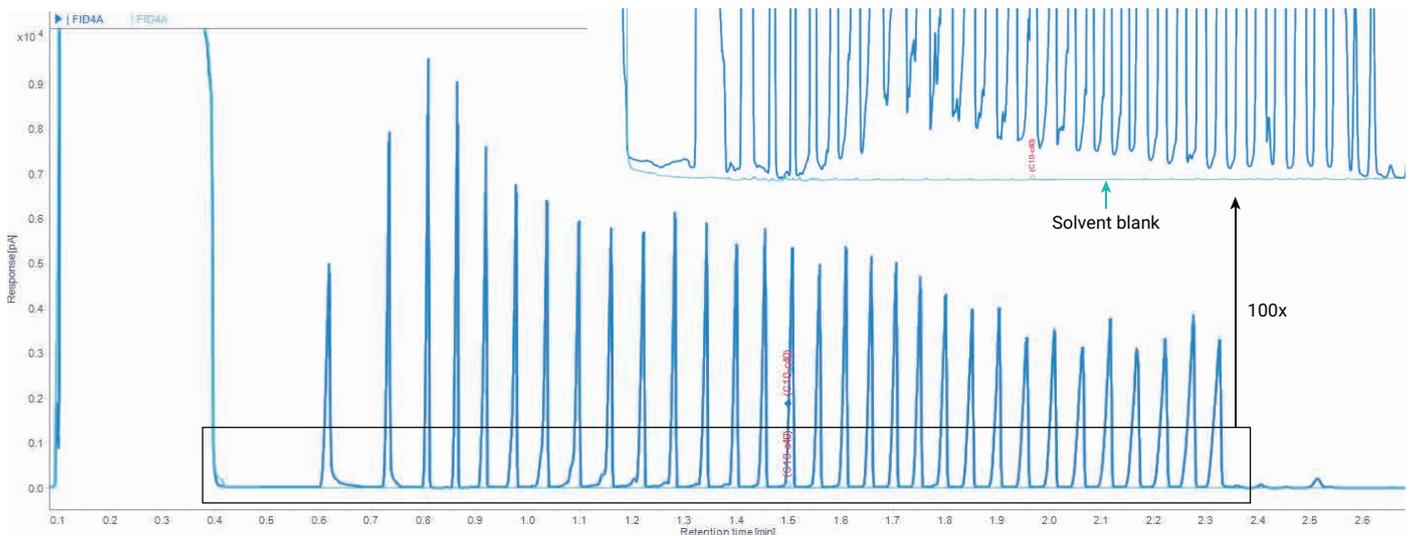


図 5. 9,300 mg/L の *n*-アルカン標準分析後の溶媒ブランク

### 実際のサンプルの分析

水と土壌サンプルからの TPH 抽出物（両方のクロマトグラムが図 6 に示されています）を超高速メソッドを使用して分析しました。水サンプル中の TPH の測定値は 703 mg/L（実際のサンプルでは 70.3 mg/kg に相当）でした。土壌抽出物中の TPH は 21,575.6 mg/L（約 2,157.5 mg/kg）と推定されましたが、これは校正範囲を超えています。通常の場合では、汚染度の高いサンプルの正確な定量が必要な場合は、再分析のために希釈するか、より少量のサンプルで再抽出する必要があります。ただし本研究では再分析は行わず、代わりに異なる濃度における試験結果の再現性を実証しました。表 4 に示すように、実際のサンプルの定量精度（HJ メソッドに従った定量）は、*n*-アルカンおよび鉱物油標準に基づく上記の精度性能と一致しました。

表 4. 水と土壌サンプルの定量精度

	水サンプル (mg/L)	土壌サンプル (mg/L)
分析 1 回目	696.835	21,613.108
分析 2 回目	710.080	21,538.217
分析 3 回目	706.085	21,734.649
平均値	703.457	21,575.663
SD	6.794	99.135
%RSD	0.965	0.459

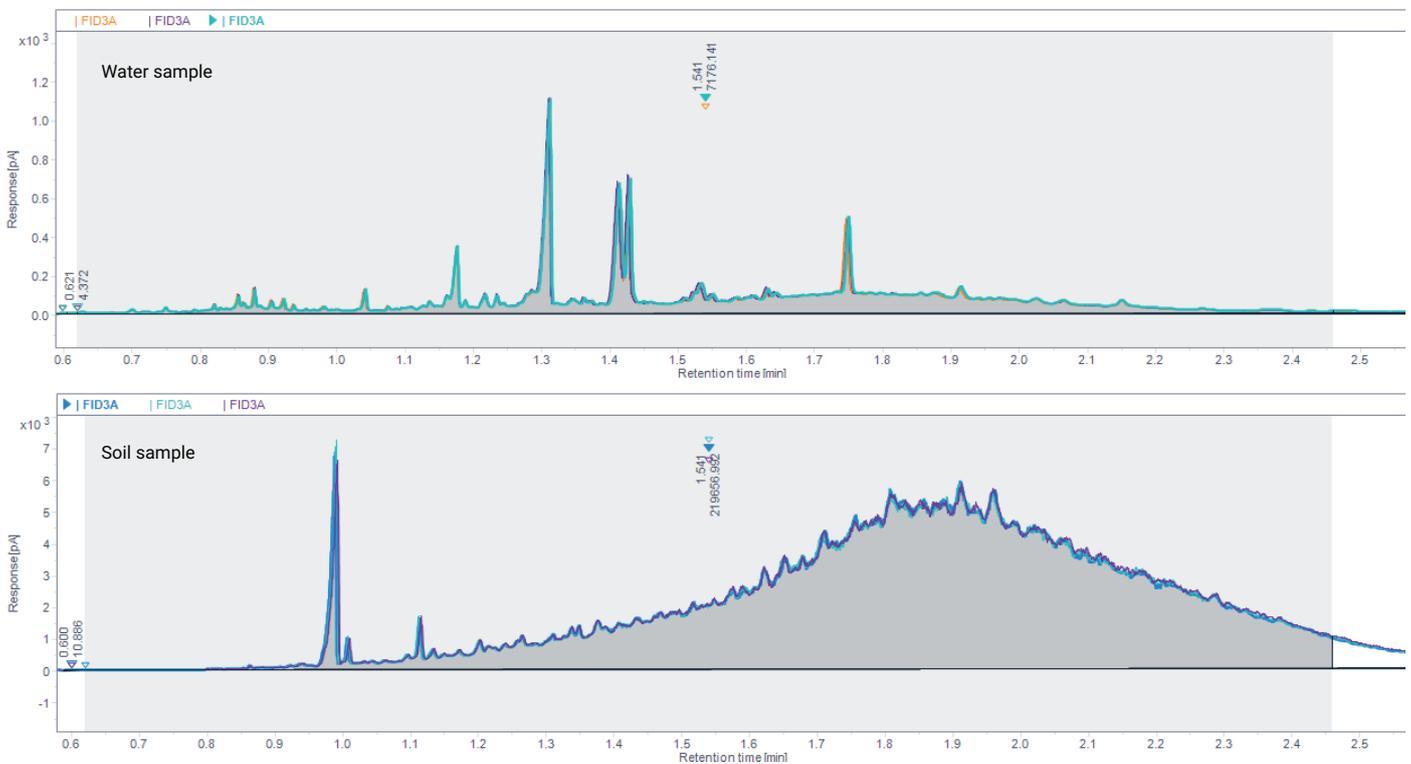


図 6. He メソッドを使用して水と土壌サンプルから抽出した TPH のクロマトグラム

### 水素キャリアガスを用いた超高速 TPH 分析

He 不足の問題に対処するため、GC メソッドを He キャリアガスから H<sub>2</sub> キャリアガスに移行するラボが増えています。本研究では、一部の試験ラボでこのようなメソッド移行が必要になった場合に備えて、H<sub>2</sub> キャリアガスを使用した TPH 分析を評価しました。

H<sub>2</sub> メソッドのパラメータは、OpenLab CDS ソフトウェアの Agilent Method Translator ツールを使用して He メソッドから変換しました。メソッドを変換する際、速度ゲインは 1.0 を選択したため、オープンの昇温プログラムは変更されません。結果として得られたカラム流量は 5.5

mL/min に変換されました。H<sub>2</sub> および He キャリアガスを使用したクロマトグラムを図 7 に示します。速度ゲインとして 1.0 を選んだため、2 つのメソッドにおける各 *n*-アルカンの RT は互いに非常に近くなります。H<sub>2</sub> は He に比べてプレート高が低く、高線速度で Golay 曲線がより平坦であるため、H<sub>2</sub> キャリアガスを使用した場合のピーク形状は、He メソッドで得られたものよりもわずかに優れていました。

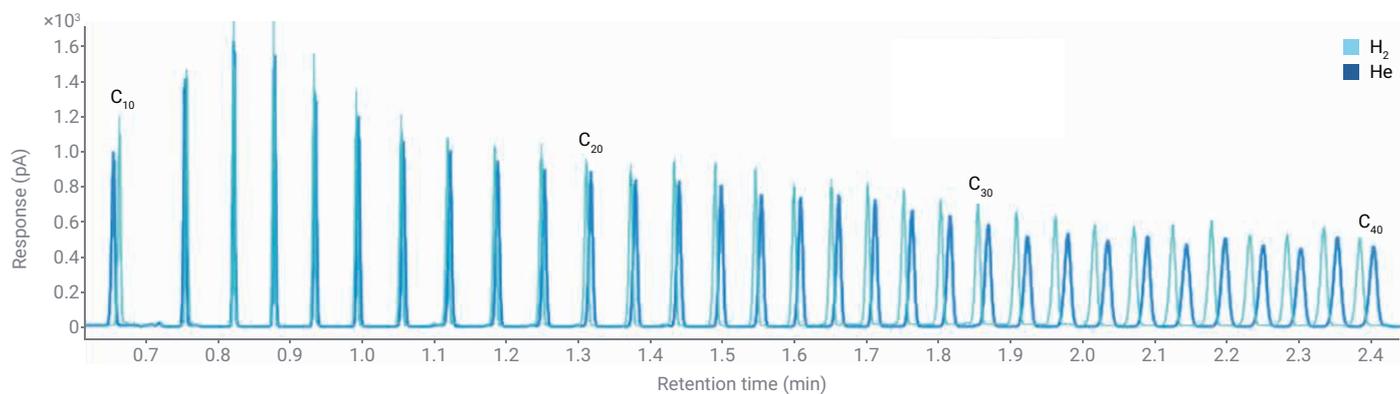


図 7. H<sub>2</sub> メソッドと He メソッドを用いた 30 mg/L の *n*-アルカンの分離

システムの再現性と直線性を、He メソッドで使用されたものと同じアプローチに基づいて評価しました。図 3 に示すように、応答の再現性結果は 2 つのメソッドで同等でした。直線性性能も良好で、両方の検量線の  $R^2$  は 0.999 を超えました (図 8)。

### ピーク評価を用いた適合性試験結果の自動評価

TPH サンプルのルーチン分析では、システム適合性の評価のために、 $n$ -アルカン標準をサンプルバッチに含めます。適合性試験結果、特に  $n$ -C<sub>40</sub> と  $n$ -C<sub>20</sub> の応答比の評価は通常、クロマトグラムがデータ分析ソフトウェアによって処理された後に、分析担当者が行います。応答比が 80 % を下回る場合、実際のサンプルを分析する前に、機器性能を回復させる修正アクションが必要です。Agilent 88x0 シリーズ GC のピーク評価機能

を使用すると、この適合性試験の結果を GC 自体で自動的に評価できます。適合性サンプルと実際のサンプルを含むシーケンスを実行する際、8850 GC は適合性サンプルの取得が完了すると  $n$ -C<sub>20</sub> および  $n$ -C<sub>40</sub> のピークを自動的に検出して積分できます。8850 GC はまた、応答比を計算し、メソッドで事前に設定された許容値と比較することができます。応答比が 80 % を下回ると、GC は赤色の警告を生成し、ピーク評価メソッドで事前設定された不合格時のアクション設定に基づいてシーケンス中にアクションを実行します。

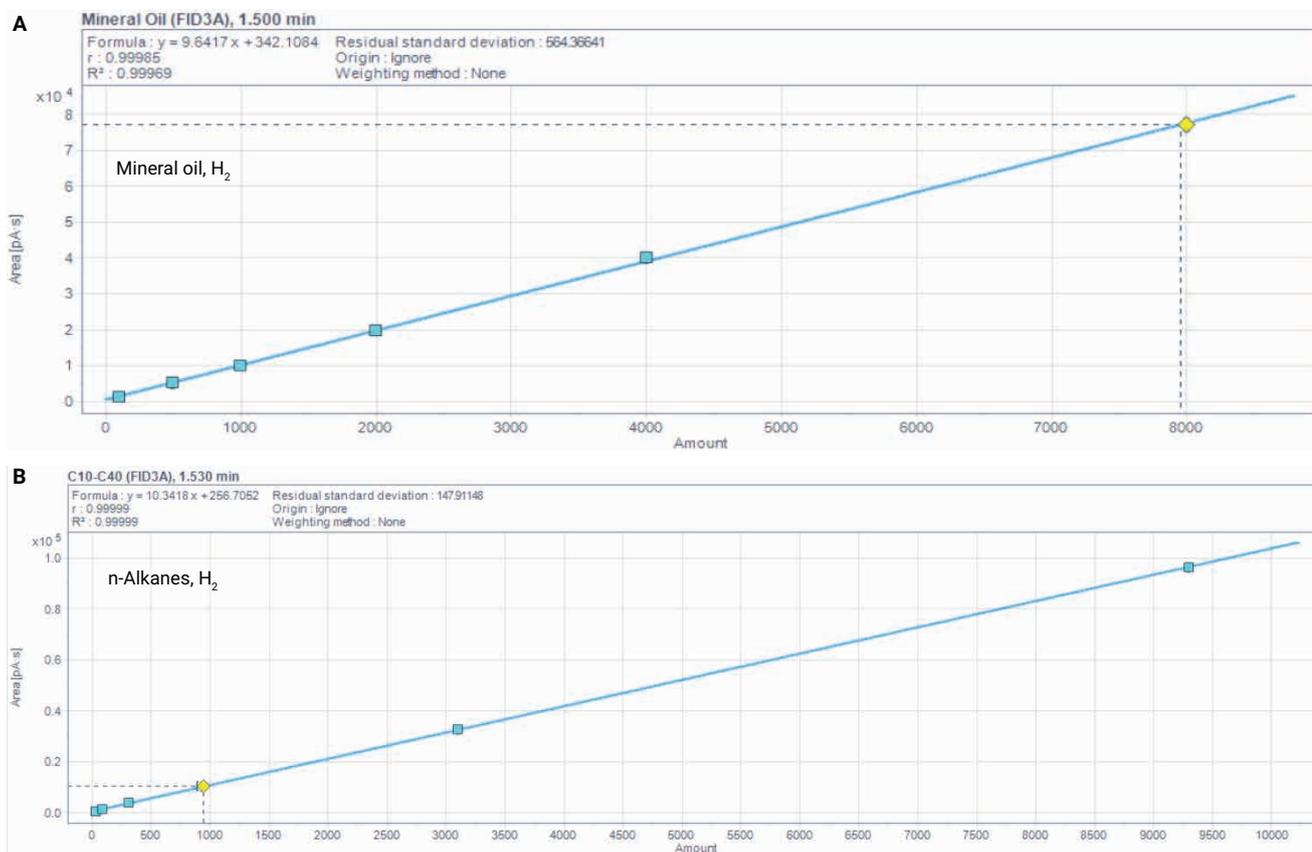


図 8. H<sub>2</sub> キャリアガスをを使用した  $n$ -アルカンおよび鉱物油キャリブ란트의検量線

ピーク評価を行うには、リファレンスクロマトグラムと評価メソッドを次のように設定する必要があります。

**ステップ 1 – リファレンスクロマトグラムを生成する：**ターゲット評価の参照ポイントを確立するために、リファレンスクロマトグラムの生成が実行されます。リファレンスクロマトグラムは、OpenLab CDS の GC プラグインツールである Peak Evaluation Setup を通じて取得されます。取得したクロマトグラムは、[積分設定] タブの設定に従って GC によって積分することができます。結果として得られるピークリストは、後で使用するために GC に保存されます。図 9 は、リファレンスクロマトグラムと、GC によるオンボード積分後のクロマトグラムから生成されたピークリストを示したものです。

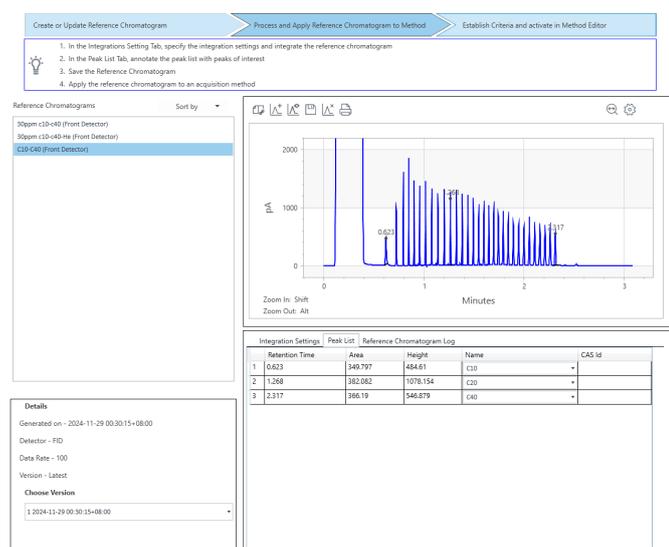


図 9. 10 mg/L n-アルカンのリファレンスクロマトグラムと、事前設定の積分イベントに従った積分結果

**ステップ 2 – ピークリストから評価対象化合物を選択する：**リファレンスクロマトグラムを積分すると、そのピークリストが生成され、取得メソッドの [ピーク評価] ウィンドウの [ピークリストレビュー] 表に表示されます。この表から対象とするピークを選択し、さらに評価することができます。ここでは、n-C<sub>20</sub> と n-C<sub>40</sub> を評価対象として選択しました (図 10)。

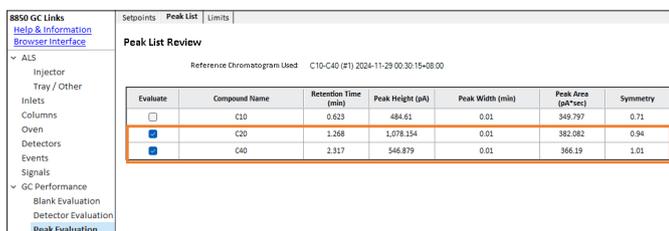


図 10. リファレンスクロマトグラムのピークリストからのブローブ化合物のピーク選択

**ステップ 3 – 評価が必要なピーク属性を選択し、評価制限を設定する：**

[ピーク評価] ウィンドウの [制限] タブで、ピークの属性と許容範囲を設定できます。図 11 に示すように、リテンションタイムと相対ピーク面積の 2 つの管理項目が選択され、n-C<sub>40</sub> に対して対応する許容値が設定されています。GC はリファレンス RT を使用して、次の適合性分析で n-C<sub>40</sub> のピークを識別します。相対ピーク面積の計算では、n-C<sub>20</sub> を比較化合物として選択しました。許容設定値 (%) はリファレンスクロマトグラムで得られた値と比較した相対値であるため、応答比の下限は 80 % ではなく 16.52 % に設定しました。ここで、リファレンスクロマトグラムの n-C<sub>40</sub>/n-C<sub>20</sub> の応答比 (0.9580) より 16.52 % 低いということは、絶対応答比の下限が約 80 % であることを意味します (計算は式 1 に従います)。n-エイコサンのピークの識別には、n-C<sub>20</sub> のリテンションタイムトリックを選択しました。

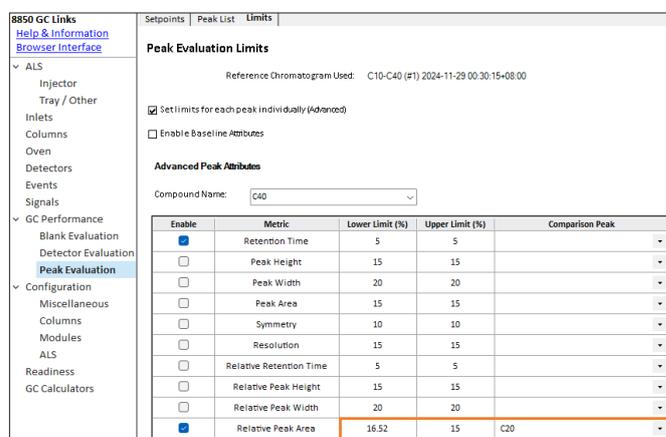


図 11. n-C<sub>40</sub> のピークのピーク評価限界

式 1.

$$n-C_{40}/n-C_{20} \text{ の応答比の絶対下限値} = \text{リファレンスクロマトグラムにおける } C_{40} \text{ の面積}/C_{20} \text{ の面積の比} \times [1 - \text{下限値} (\%)]$$

#### ステップ4 – 不合格時のアクションの設定

不合格となった評価結果によってトリガーされるアクションには 2 つのオプション [中止] と [続行] があります。[中止] アクションは、 $n\text{-C}_{40}$  と  $n\text{-C}_{20}$  の相対ピーク面積の評価結果が 80 % 未満の場合にシーケンスを止めることを意味します。[続行] アクションは、シーケンスは続行されますが、システム性能に修正アクションが必要であることを示す赤い警告サインが GC タッチスクリーンとソフトウェアインターフェースに提示されることを意味します。本研究 (図 12) では、**中止** が選択されています。

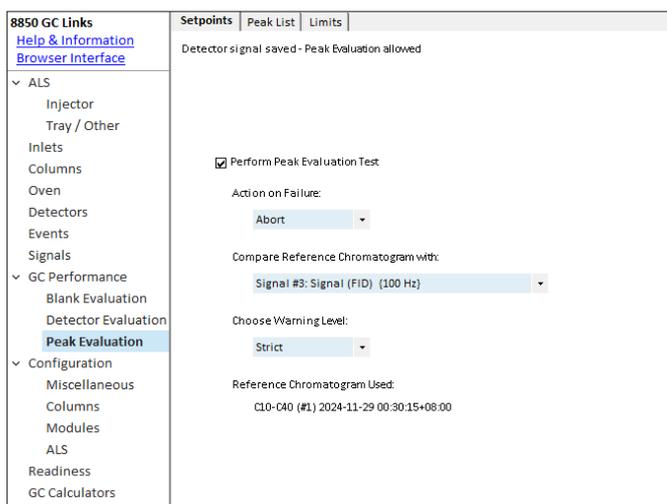


図 12. ピーク評価試験不合格時のアクション設定

上記の設定を入力し終えて保存すると、適合性サンプル試験にピーク評価メソッドが適用できるようになります。本研究では、3 つの溶媒ブランク、1 つの適合サンプル、および 10 個の実サンプルのシーケンスを繰り返して、ピーク評価機能が注入口の性能を効果的に監視し、期待どおりにシーケンスを停止できるかどうかを試験しました。TPH 抽出物の最初の 30 回の注入中、最初の 4 回の適合性試験のピーク評価レポートに示されているように、 $n\text{-C}_{40}/n\text{-C}_{20}$  の応答比が 0.9423 から 0.8365 に減少しました (図 13)。5 回目の適合性試験が不合格となり、 $n\text{-C}_{40}/n\text{-C}_{20}$  の応答比が 0.7806 まで低下した後、シーケンスは停止しました。システム性能が適合性試験の性能要件を下回るまでに 40 個のサンプルが分析されたことがわかりました。

$n\text{-C}_{40}$  の回収が不合格となった主な理由の 1 つは、注入口ライナの汚染です。ライナを交換すると、 $n\text{-C}_{40}/n\text{-C}_{20}$  の応答比は 0.9652 に回復しました。ここで使用した TPH 抽出物は、ひどく汚染された土壌サンプルからのものです (実際の TPH 濃度は校正上限の 5 ~ 20 倍でした)。そのため、わずか 40 回の注入でライナの性能が不適切なレベルまで低下しました。サンプルマトリックスがよりきれいであれば、ライナはより多くの注入に耐えることができます。試験ラボがサンプルマトリックスの複雑さを把握し、ライナ/セパタムを交換する前に何回の注入が可能かを予測するのは、実際には困難です。通常、試験ラボはライナ/セパタムのメンテナンス頻度を決めています、多くの場合これは、分析 SOP の一部として過去の経験に基づいて確立されます。

ピーク評価ツールは、ライナの性能を追跡することが可能で、この場合、注入口メンテナンスをいつ実行するかをより正確に推定できます。さらに、シーケンスを夜間に行う際に、ピーク評価アクションが [中止] に設定されていると、評価結果が「不合格」と表示されたらシーケンスは停止します。保存されたサンプルは、注入口のメンテナンスによってシステムの性能が回復した後に分析することができます。



図 13. ライナの性能をモニタリングする適合性試験で使用されるピーク評価

## 結論

このアプリケーションノートでは、Agilent 8850 GC を用いた超高速 TPH 分析について説明しました。He キャリアガスを使用したシステム性能を、分解能、システム適合性、再現性、直線性、キャリアオーバーなど、ISO 16703、HJ 1021-2019、および HJ 894-2017 メソッドに従って検証しました。このシステムはこれらすべての領域で優れた性能を示しました。

また、H<sub>2</sub> キャリアガスを使用した超高速分析も実際に示しました。H<sub>2</sub> メソッドは、*n*-C<sub>40</sub>/*n*-C<sub>20</sub> の回収率、直線性範囲、および RT/応答精度に関して同等の性能を示しました。

8850 GC のピーク評価機能は、自動システム適合性検証を適用する中で実証され、GC 注入口の性能を効果的に追跡し、メンテナンスが必要な時期を示すのに役立ちます。

まとめると、このアプリケーションノートは、Agilent 8850 GC により信頼性の高い TPH 分析結果が得られ、インテリジェントな方法でラボの生産性を大幅に向上できることを示しました。

## 付録

### 最大 120 V の高速オープン昇温速度を使用した Agilent 8850 GC による超高速 TPH 分析

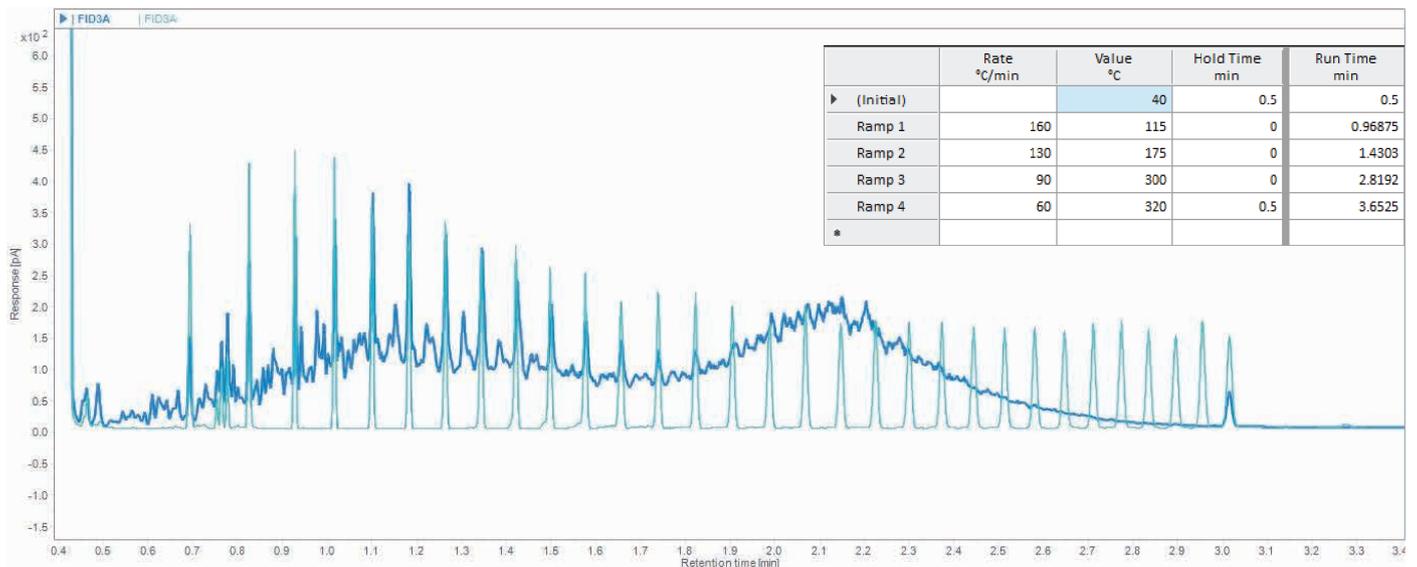


図 A1. 120 V 高速オープン昇温速度を使用した *n*-アルカンの分離

ホームページ

[www.agilent.com/chem/jp](http://www.agilent.com/chem/jp)

カスタムコンタクトセンター

0120-477-111

[email\\_japan@agilent.com](mailto: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。

DE-004360

アジレント・テクノロジー株式会社  
© Agilent Technologies, Inc. 2025  
Printed in Japan, April 10, 2025  
5994-8150JAJP

## 参考文献

1. Soil Quality-Determination of Content of Hydrocarbon in the Range C10 to C40 by Gas Chromatography. ISO 16703:2004.
2. Soil and sediment- Determination of Petroleum hydrocarbons (C10-C40)-Gas Chromatography. HJ 1021-2019.
3. Water quality -Determination of Extractable Petroleum Hydrocarbons (C10-C40)-Gas Chromatography. HJ 894-2017.
4. McCurry, J. D. 高速ガスクロマトグラフィーによる環境サンプル中の全石油炭化水素の分析, アジレント・テクノロジー アプリケーションノート, publication number 5991-7367JAJP, 2018.