

Agilent 8850 ガスクロマトグラフによる 蒸留酒の高速分析と長期安定性試験

著者

Youjuan Zhang,
Jinqiang Zhang, and Shun Na
Agilent Technologies, Inc.
Shanghai, China

概要

蒸留酒中の主要な化合物を正確かつ高速に分析することは、製品品質の確保、生産の効率化、品質問題への効率的な対応に不可欠です。本研究では、水素炎イオン化検出器 (FID) 付きの Agilent 8850 ガスクロマトグラフ (GC) システムを用いた蒸留酒中のアルコール、アルデヒド、エステル、および有機酸の高速分析ソリューションを開発しました。高速分析は、10 m の Agilent J&W DB-WAX UI カラムで実施し、8850 GC 固有の急速オーブン加熱および冷却機能を活用することで、従来のメソッドと比較して、単一サンプルの分析サイクル時間を 3 分の 1 に短縮しました。さまざまなキャリアガスを検討した結果、蒸留酒業界の品質管理部門の要求を満たす優れた性能結果が得られました。この高速メソッドの適用性、およびシステムの超高不活性と長期安定性を、2,000 回を超える実際のサンプルの注入を通して検証しました。

はじめに

蒸留酒業界では、アルコール、エステル、アルデヒド、酸などの化合物は、蒸留酒の香り、品質、安定性に直接影響を与えます。したがって、これらの化合物を正確に定量分析することは、製品が品質規格を満たすことを保証するための重要なステップです。従来の分析メソッド¹ は時間がかかることが多く、品質管理 (QC) 部門は、生産ラインのリアルタイムの要求に応えるため、または品質問題に迅速に対応するため、短時間で大量のサンプルを試験することを望んでいます。高速分析ソリューションは、作業効率を大幅に向上させるだけではなく、待機時間を短縮して、生産プロセスの円滑化と製品の安定性も確保します。さらに、高速かつ信頼性の高い分析技法は、プロセス上の潜在的な問題を特定するのに役に立ち、その結果として生産プロセスを最適化します。

Agilent 8850 GC システムは、高速分析を必要とするラボ向けに専用に設計された、コンパクトで特別設計の、エネルギー効率に優れた、非常に効果的でインテリジェントなガスクロマトグラフです。その卓越した特長の 1 つは、非常に急速な加熱および冷却が可能なオーブンであり、高速の試験シナリオに最適です。本研究では、蒸留酒の高速分析を実施するために、8850 GC と不活性度の高い 10 m の DB-WAX カラムを組み合わせて使用しました。各種ラボの多様なニーズに対応するため、窒素、ヘリウム、水素を含むさまざまなキャリアガス下で、システムの性能を評価しました。その結果から、このシステムは従来の 30 分以上を要するメソッドと比較して、分析時間を大幅に短縮することができ、使用するキャリアガスに関係なく、3 倍を超える時間短縮を達成できることが示されました。特にキャリアガスとして水素を使用した場合の性能は優れており、蒸留酒中の 17 種類の主要な化合物すべてがわずか 3 分以内に溶出され、単一サンプルに必要な合計サイクル時間はわずか 7 分でした。これは従来のメソッドと比較して、5 倍の効率向上に相当します。このシステムの高速分析機能は、蒸留酒業界に対して貴重なソリューションを提供し、従来のアプローチと同レベルの精度と信頼性を維持しながら、より高速で効率的な試験が可能になります。

実験方法

蒸留酒の高速分析には、水素炎イオン化検出器 (FID) を備えた 8850 GC を用いました。サンプル導入には、Agilent 7650A オートサンプラーと 5 μ L シリンジを使用しました。データの取り込みおよび処理には OpenLab CDS 2.7 を使用しました。

表 1. 窒素、ヘリウム、水素キャリアを使用したメソッドにおける Agilent 8850 GC の構成

	窒素キャリア	ヘリウムキャリア	水素キャリア
GC システム	Agilent 8850 GC/FID		
注入口	スプリット/スプリットレス、250 °C、スプリット比 200:1 Agilent 注入口ライナ、ウルトラライナート、低圧力損失、スプリット、ガラスウール (部品番号 5190-2295)		
カラム	Agilent J&W DB-WAX ウルトラライナート、10 m × 0.18 mm、0.18 μ m (部品番号 121-7012UI)		
キャリアガス	N ₂ 、ランプ流量、0.06 mL/min (0.5 分)、その後 20 mL/min/min で 0.5 mL/min まで増加	He、ランプ流量、0.16 mL/min (0.2 分)、その後 20 mL/min/min で 0.8 mL/min まで増加	H ₂ 、ランプ流量、0.2 mL/min (0.1 分)、その後 10 mL/min/min で 1 mL/min まで増加
オーブン	35 °C (1.4 分)、その後 12 °C /min で 70 °C まで昇温、その後 150 °C /min で 210 °C まで昇温 (1 分)、ポストラン:240 °C (1 分)	35 °C (1 分)、その後 26 °C /min で 70 °C まで昇温、その後 130 °C /min で 240 °C まで昇温 (0.5 分)、ポストラン:245 °C (1 分)	35 °C (0.7 分)、その後 34.4 °C /min で 70 °C まで昇温、その後 172 °C /min で 240 °C まで昇温 (0.5 分)、ポストラン:245 °C (0.5 分)
FID	250 °C、水素: 30 mL/min、空気: 300 mL/min、メークアップガス (N ₂): 25 mL/min		
注入量	0.5 μ L Agilent ALS シリンジ、標準分析法、23 ~ 26 s テーパニードル (部品番号 5181-1273)		

注: 表 1 のオーブン昇温速度は、8850 240 V 高速オーブンに基づいています。

サンプル調製

17 種類のターゲット化合物単一標準と 3 種類の内部標準 (ISTD) は、ANPEL Laboratory Technologies (上海) Inc. から購入しました。4 種類の実際のサンプル (中国酒) は、お客様から提供されました。

本研究で使用した溶媒は、体積比 60:40 のエタノール/水溶液でした。混合標準原液は、既定量の各単一標準化合物を添加し、溶媒で希釈して調製しました。検量線を作成するために、6 種類の異なる濃度の標準溶液を調製しました。各ターゲット化合物の具体的な濃度は表 2 に詳細に示しています。

内部標準化合物は、tert-ペントノール、n-酢酸ペンチル、2-エチル酪酸です。エタノール/水溶液 (60:40) が溶媒として使用されており、内部標準 (ISTD) 化合物の最終分析濃度は 200 ppm でした。定量計算では、アルコールとアルデヒドは内部標準として tert-ペントノールを用いて計算し、エステルは n-酢酸ペンチルを用いて計算し、酢酸とヘキサン酸は 2-エチル酪酸を用いて定量しました。

結果と考察

本研究では、各種ラボの多様なニーズを考慮して、キャリアガスとして窒素、ヘリウム、水素を使用した場合の蒸留酒分析の性能を評価しました。コスト管理が要求されるラボでは、窒素を使用したメソッドを優先して使用することができます。高効率を目指しているものの、キャリアガスとして水素を使用できないラボには、ヘリウムを用いたメソッドが適しています。超高速分析が必要な場合は、水素を使用したメソッドを選択することができます。

メソッドの最適化

メソッド開発の初期段階では、同じ取り込み条件下でミッドフリットライナ(部品番号 5190-5105)を使用すると、よりシャープなピークと良好な分離が達成できることができることがわかりました。ただし、ガラスワール付きライナと比較すると、5190-5105 ライナを使用した際の面積再現性の結果は良好ではありませんでした。アルコールおよびエステルの絶対ピーク面積再現性は 3 % を超えた値であり、酸の再現性はさらに悪い値でした。複数の異なるライナを比較した結果、本研究では 5190-2295 ライナを選択しました。メソッドの最適化により、良好なピーク形状が得られました。

この高速メソッドの開発時には、キャリアガスとして窒素を使用し、カラムを定流量モードで動作させた場合、最初に溶出する化合物であるアセトアルデヒドのピーク形状が、ミッドフリットライナではシャープであることも観察されました。ただし、5190-2295 ライナなどのガラスワール付きライナに切り替えると、アセトアルデヒドのピーク幅が広くなり、さらにはスプリットされ示しました(図 1)。前述したように、ミッドフリットライナの再現性は、ガラスワール付きライナより劣っています。したがって、本試験では、最終的に 5190-2295 ライナを使用しました。また、アセトアルデヒドのピーク形状を最適化するために、本研究ではランプ流量モードを採用しました。最初に、カラム流量を低い値に設定して、短時間維持した後、通常の流量まで急速に増加させました。このアプローチにより、アセトアルデヒドでシャープなピークが得られました。



図 1.アセトアルデヒドのピーク形状を最適化します。

窒素キャリアガスでの結果

このシステムでは、8850 GC の急速な加熱および冷却特性に基づいて、10 m の短いカラムを使用することにより、蒸留酒の高速分析が可能になります。キャリアガスとして窒素を使用した場合、1 回注入の GC 分析時間は 6.25 分であり、その後 1 分のポストランが続きます。冷却および平衡化時間は約 3 分であり、1 サンプルの合計分析時間は 11 分となります。図 2 に示すように、従来のメソッドでは、冷却および平衡化時間を持ち、単一サンプルの分析に 35 分超が必要になります。一方、高速メソッドで要する時間はわずか 11 分です。高速メソッドでは、このように分析時間が大幅に短縮されるため、同一の時間枠内で、ラボの効率を 3 倍超向上させることができます。分析時間は大幅に短縮されていますが、図 3 に示すように、分離とピーク形状の結果は優れています。酢酸エチル、アセタール、メタノールなどの主要な化合物グループは、シャープで対称的なピークを示しており、ベースライン分離が達成されています。乳酸エチルおよび n-ヘキサノールも、完全なベースライン分離を達成しています。対称的なピーク形状と良好な分離は、正確な定量の前提条件であり、このシステムによる結果は、精度が優れていることを実証しています。メソッドパラメータの最適化により、優れたピーク形状と分離が達成されました。次に、直線性、再現性、検出限界 (LOD)、その他の性能チェックの評価を含む、メソッドバリデーションを進めました。数種類の実際のサンプル中の各ターゲット化合物の濃度が異なっていることを考慮しましたが、表 2 に詳細に示すように、本研究では、各化合物の直線範囲は異なっていました。各化合物について 6 点の検量線を作成しましたが、相関係数はすべて 0.9992 以上でした。図 4 に、主要なアルコール、アルデヒド、エステル、酸の検量線を示しています。

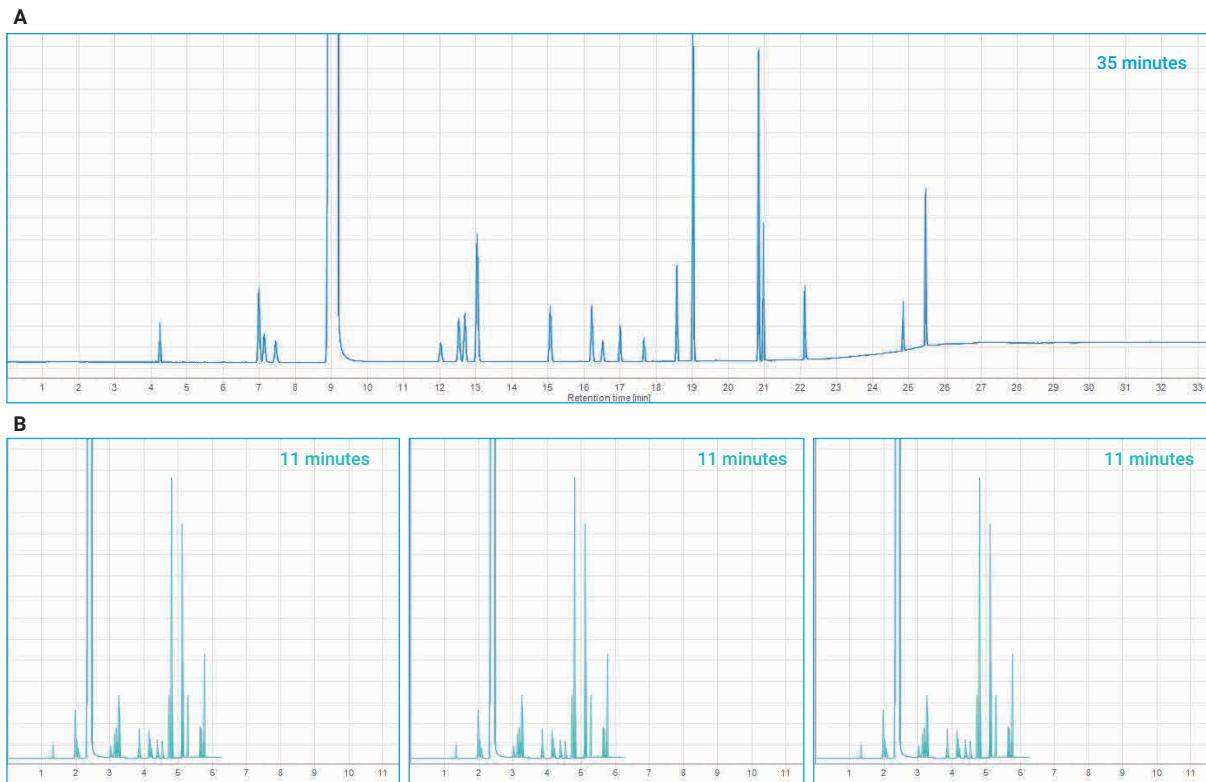


図2. 従来のメソッドとN₂キャリアガスを使用した高速分析の合計サイクルの比較。従来のメソッドでは、単一サンプルの分析に35分を要しますが(A)、同じ時間制限内で、この11分の高速メソッドでは、3サンプルを分析することができます(B)。

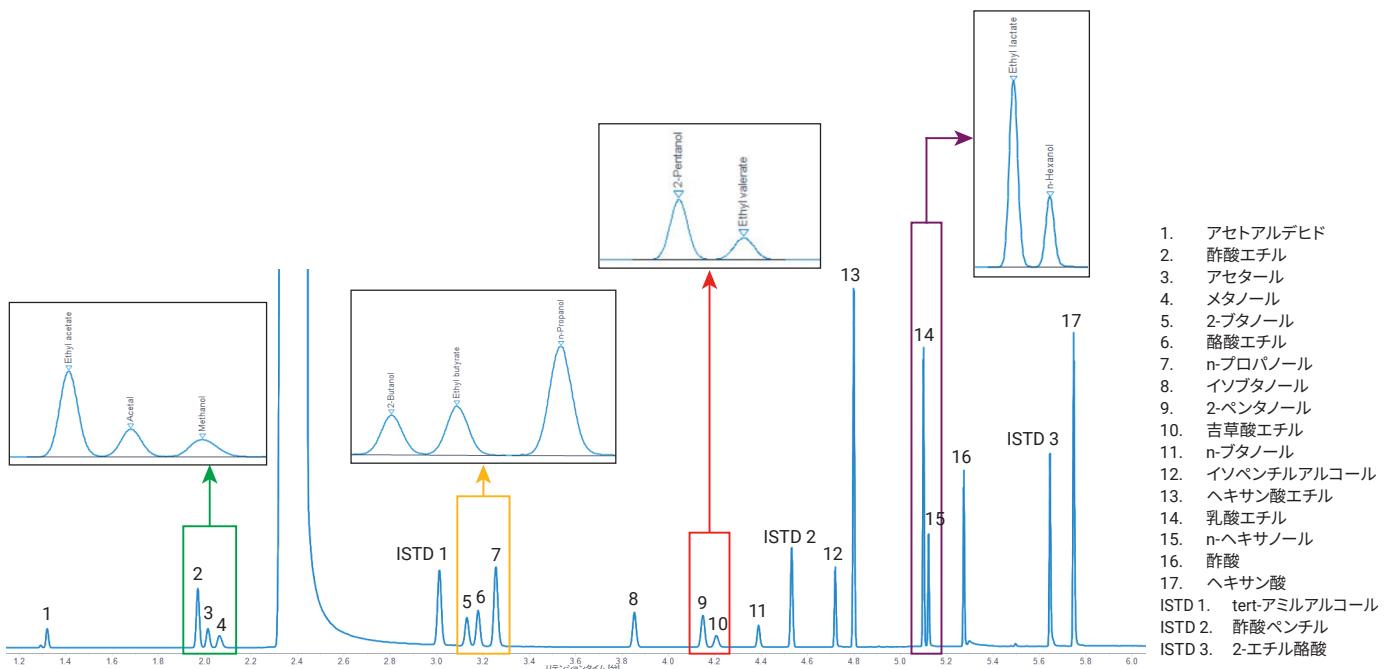


図 3. N_2 キャリアガスを使用した場合の濃度 L2 における 17 種類のターゲット化合物の GC/FID クロマトグラム

表 2. N_2 キャリアガスを使用した場合の各ターゲット化合物の直線範囲および直線性の結果

No.	物質名	L1 (ppm)	L2 (ppm)	L3 (ppm)	L4 (ppm)	L5 (ppm)	L6 (ppm)	R ²
1	アセトアルデヒド	50	100	250	500	800	1000	0.9995
2	酢酸エチル	150	300	750	1500	2400	3000	0.9998
3	アセタール	50	100	250	500	800	1000	0.9992
4	メタノール	50	100	250	500	800	1000	0.9999
5	2-ブタノール	50	100	250	500	800	1000	0.9999
6	酪酸エチル	75	150	375	750	1200	1500	0.9999
7	n-ブロパノール	150	300	750	1500	2400	3000	0.9999
8	イソブタノール	50	100	250	500	800	1000	1
9	2-ペンタノール	50	100	250	500	800	1000	0.9999
10	吉草酸エチル	25	50	125	250	400	500	0.9999
11	n-ブタノール	25	50	125	250	400	500	0.9999
12	イソペンチルアルコール	50	100	250	500	800	1000	0.9999
13	ヘキサン酸エチル	250	500	1250	2500	4000	5000	1
14	乳酸エチル	250	500	1250	2500	4000	5000	0.9999
15	n-ヘキサノール	50	100	250	500	800	1000	0.9998
16	酢酸	300	500	800	1000	1600	2000	0.9993
17	ヘキサン酸	225	375	600	750	1200	1500	0.9998

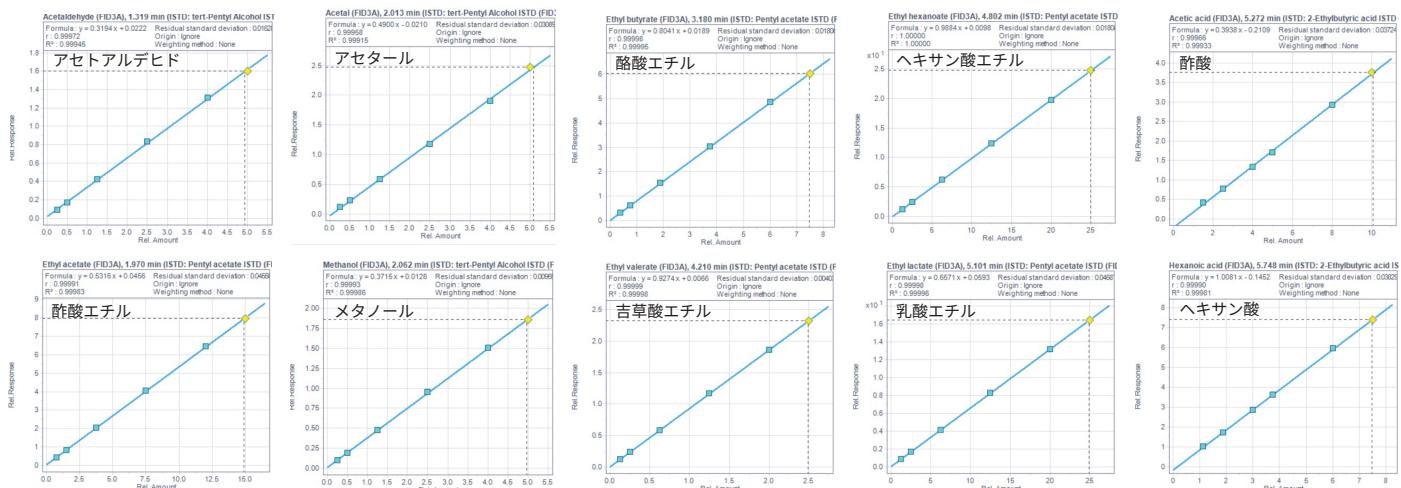


図 4. N_2 キャリアガスを使用した場合の代表的な化合物の検量線

低濃度、中濃度、高濃度の標準について、各濃度で 8 回の連続注入を実施しました。初回の注入は廃棄して、残りの 7 回の注入におけるリテンションタイムとピーク面積の再現性の結果を表 3 および図 5 に示します。リテンションタイムの %RSD は 0.02 % を超えておらず、ピーク面積の再現性は 2.5 % 以内に収まっていることから、システムの安定性と不活性が優れていることが実証されました。酢酸およびヘキサン酸についても、このシステムで安定した結果を示しました。酢酸およびヘキサン酸の再現

性が低下し始めた場合は、ライナが汚染されていないかどうか確認することを推奨します。現在のライナを新しいライナと交換して、結果が改善するかどうか確認してください。

検出限界 (LOD) 試験のため、L1 より低濃度の標準溶液を調製しました。S/N 比 (S/N = 3) を用いて、各化合物の LOD 値を計算しました (表 4 および図 6 参照)。

表 3. N_2 キャリアガスを使用した場合の 17 種類のターゲット化合物の再現性の結果

No.	物質名	RT	面積 %RSD (n = 7)			RT %RSD (n = 7)		
			L1	L3	L6	L1	L3	L6
1	アセトアルデヒド	1.32	1.857	0.387	0.428	0.011	0.008	0.004
2	酢酸エチル	1.969	0.7	0.332	0.46	0.017	0.006	0.005
3	アセタール	2.013	0.835	0.468	0.399	0.014	0.008	0.006
4	メタノール	2.062	1.141	0.564	0.36	0.02	0.01	0.008
5	2-ブタノール	3.13	1.018	0.406	0.362	0.009	0.009	0.007
6	酪酸エチル	3.178	1.022	0.459	0.439	0.008	0.005	0.006
7	n-ブロパノール	3.255	0.788	0.42	0.361	0.008	0.007	0.007
8	イソブタノール	3.852	1.065	0.469	0.204	0.013	0.007	0.006
9	2-ペンタノール	4.148	0.543	0.389	0.37	0.02	0.012	0.005
10	吉草酸エチル	4.206	1.574	0.461	0.367	0.01	0.011	0.008
11	n-ブタノール	4.387	2.004	0.85	0.325	0.012	0.007	0.005
12	イソペンチルアルコール	4.72	0.847	0.384	0.376	0.005	0.004	0.006
13	ヘキサン酸エチル	4.8	0.459	0.343	0.361	0.008	0.002	0.004
14	乳酸エチル	5.1	0.585	0.317	0.418	0.005	0.004	0.006
15	n-ヘキサノール	5.122	1.178	0.559	0.417	0.006	0.003	0.004
16	酢酸	5.274	2.1	0.682	0.702	0.007	0.005	0.007
17	ヘキサン酸	5.749	1.134	2.476	0.679	0.012	0.006	0.018

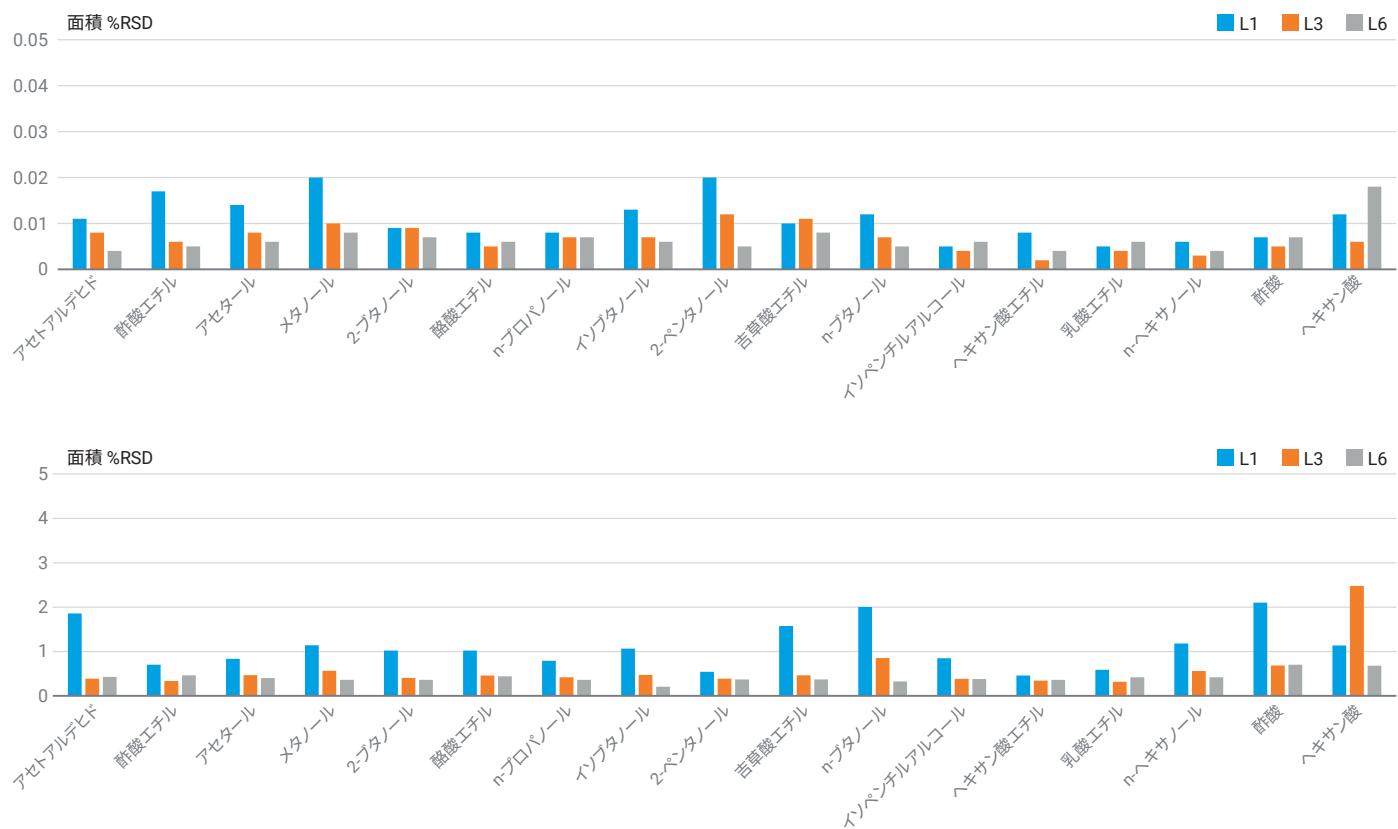


図 5. N_2 キャリアガスを使用した場合のターゲット化合物の再現性の結果

表 4. N_2 キャリアガスを使用した場合の 17 種類の化合物の LOD の計算結果

ピーク番号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17
標準溶液の濃度 (ppm)	11	33	11	11	11	17	33	11	11	6	6	11	56	56	11	60	45
S/N (P2P)	12.7	30.3	10.8	6.9	15.8	17.4	44.0	18.9	18.4	5.6	13.1	44.2	163.1	167.5	63.6	45.0	92.1
LOD (ppm)	2.6	3.3	3.1	4.8	2.1	2.9	2.3	1.8	1.8	3.0	1.3	0.8	1.0	1.0	0.5	4.0	1.5



図 6. N_2 キャリアガスを使用した場合のターゲット化合物の LOD

有機酸のキャリーオーバー

蒸留酒中の酸は、多くの場合、キャリーオーバーを引き起こす傾向があり、これはたいていの場合、注入口ライナに起因しています。ヘキサン酸の残留物は、酢酸の残留物と比較してより顕著です。本研究では、酸のキャリーオーバーを調査しました。キャリーオーバー実験の開始前に、セブタムとライナを新品と交換しました。シリングの洗浄溶媒として、脱イオン水とエタノールを使用しました。サンプル注入後、シリングを脱イオン水で 2 回、エタノールで 2 回洗浄しました。次のサンプル注入前に、注入ニードル上に残留物が存在しないことを保証するために、同じ手順を繰り返し、脱イオン水で 2 回、エタノールで 2 回洗浄しました。非常に高濃度の標準 (L6) を注入後、エタノール/水 (v:v 40:60) ブランクを複数回連続して注入しました。ブランク中の酢酸とヘキサン酸のピーク面積を、濃度

L1 および L6 におけるこれらの酸のピーク面積と比較しました。図 7 から、高濃度標準の注入後、最初のブランク中の酢酸のキャリーオーバーは L6 の酢酸の 1.05 % を占めており、ヘキサン酸のキャリーオーバーは L6 のヘキサン酸の 2.37 % を占めていたことがわかります。図 7 は、L1 の酸に対するキャリーオーバーの割合も示しています。これにより、低濃度サンプルに影響を与えない程度に、システムが十分にクリーンであるかどうかを評価することができました。2 回のブランク注入を実行した後、ヘキサン酸のキャリーオーバーは L1 の 10 % 未満であり、低濃度サンプルの分析に対する影響は無視できることが示されました。ヘキサン酸の残留物が、複数回のブランク注入実行後も高い値を示す場合は、ライナを新品と交換する必要があります。

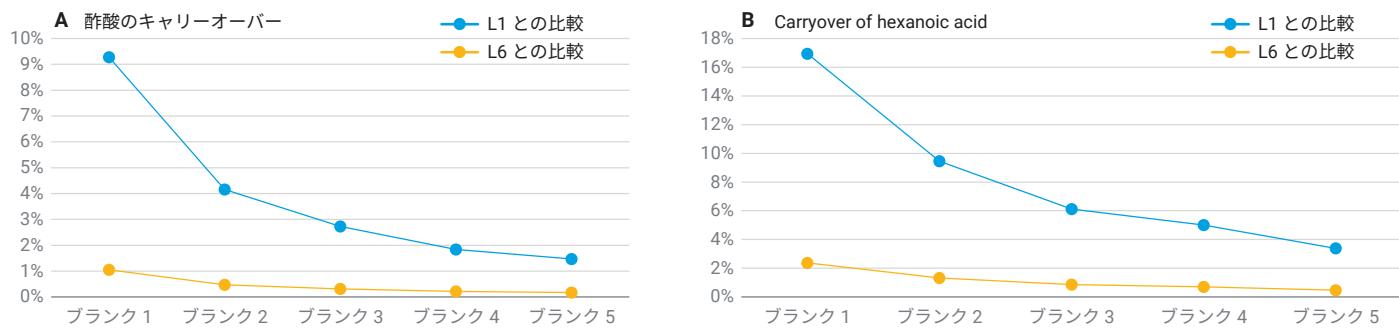


図 7. 酢酸 (A) およびヘキサン酸 (B) のキャリーオーバー。青色の線は、プランク中の残留酸のピーク面積を、濃度 L1 の酸のピーク面積に対する割合で示したものです。オレンジ色の線は、プランク中の残留酸のピーク面積を、濃度 L6 の酸のピーク面積に対する割合で示したものです。

実際のサンプルの分析

本研究では、このメソッドを実際のシナリオで適切に実行する方法を理解するために、4種類の中国酒サンプルを分析しました。各サンプルは異なるブランドから調達されており、異なる製造技術を用いて生産されていました。分析により、ターゲット化合物の種類と濃度が、4種類のサンプル間で大幅に異なることが明らかになりました、中国酒の生産プロセスの多様性

が明確に示されました。このような違いがあるにもかかわらず、図 8 に示すように、すべてのターゲットピークは対称的な形状を示しており、隣接する化合物から効果的に分離されていました。これは、サンプルの複雑さや生産上の違いが存在するにもかかわらず、このメソッドでは、信頼性が高い正確なピーク同定が実行できることを示しています。

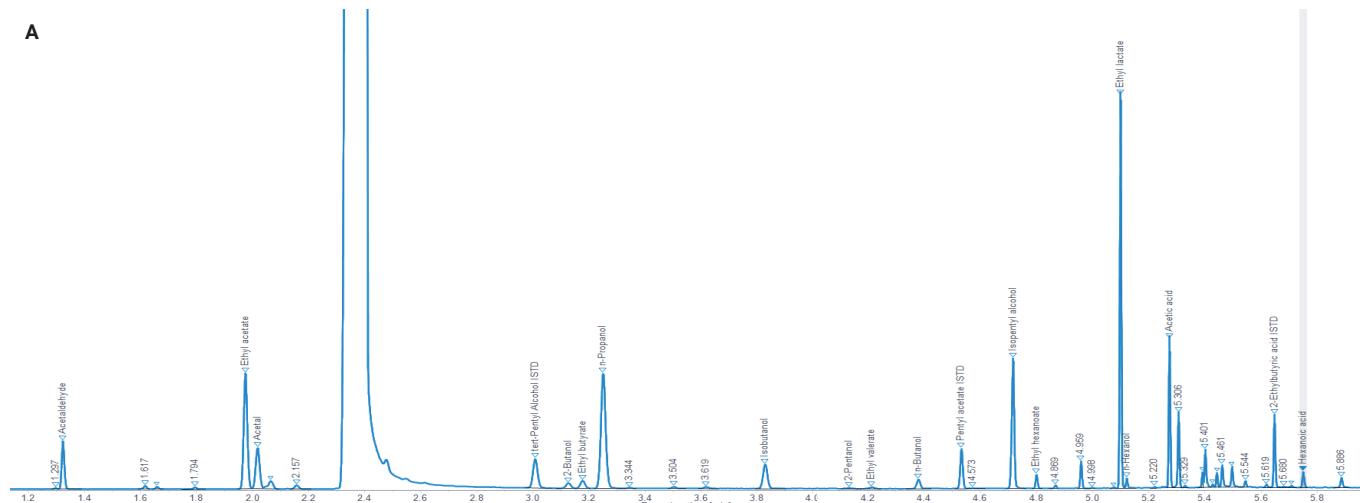


図 8. N_2 キャリアガスを使用した場合のさまざまな香気プロファイルを持つ中国酒のクロマトグラム。(A) ソースの香気型、(B) 強い香気型、(C) 軽い香気型、(D) 混合香気型 (次ページに続く)

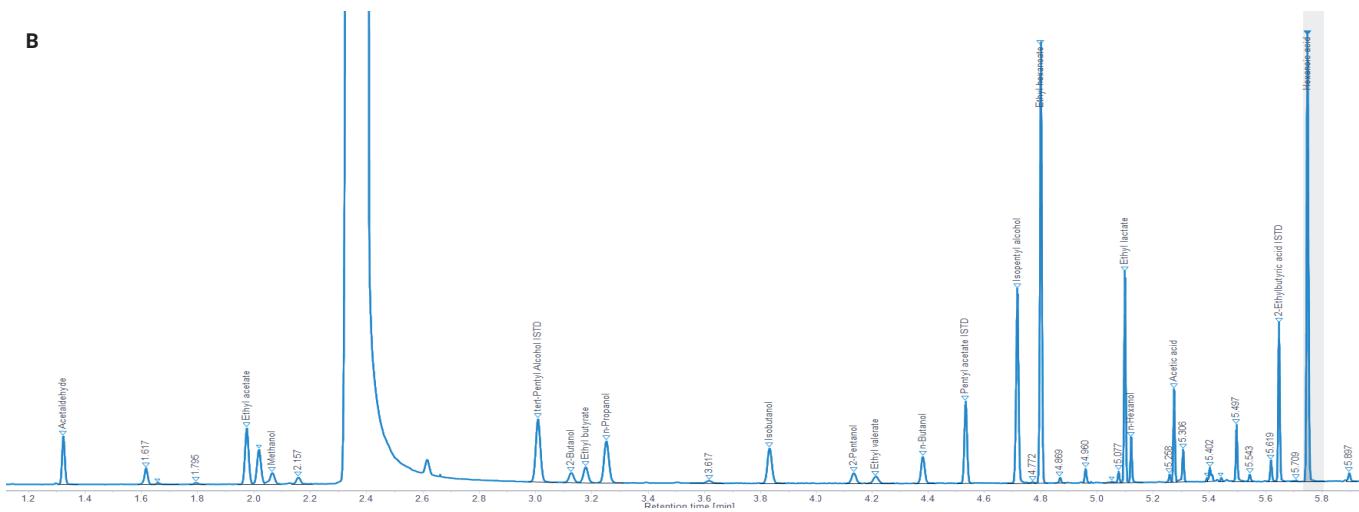
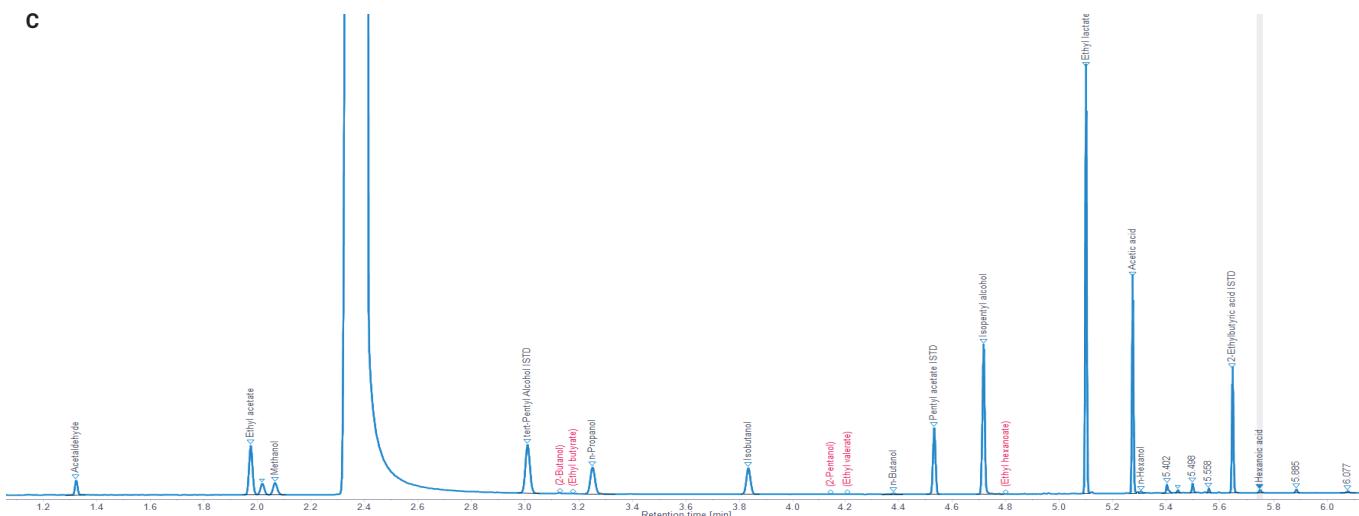
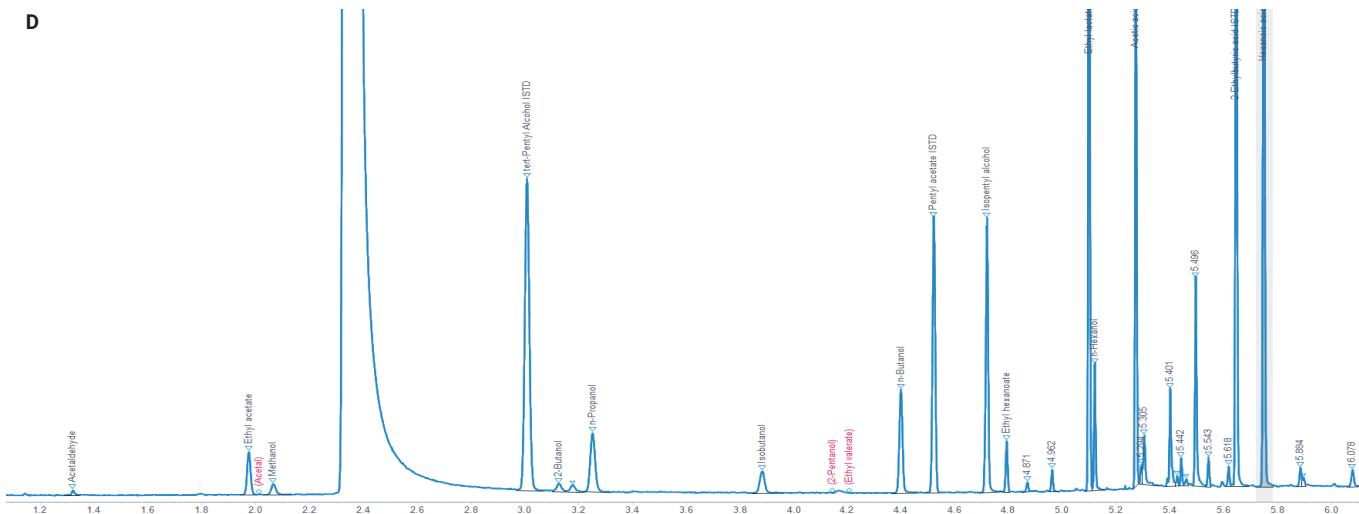
B**C****D**

図 8. N_2 キャリアガスを使用した場合のさまざまな香気プロファイルを持つ中国酒のクロマトグラム。(A) ソースの香気型、(B) 強い香気型、(C) 軽い香気型、(D) 混合香気型 (前ページからの続き)

分析システムの経時的な信頼性と堅牢性をさらに確認するために、実際のサンプルを使用して長期安定性実験を実施しました。10 m の DB-WAX カラムは、試験全体を通して一貫性を維持しており、最適な性能を維持するために定期的に交換したのは、セプタムやライナなどの消耗品のみでした。これらの安定性試験の結果を図 9 に示します。これは、初回の注入、100 回目、500 回目、1,000 回目、1,500 回目、2,000 回目の注入から得られたクロマトグラムを比較したものです。この結果は、

大量の水（この中国酒サンプルでは、約 50 % の水）が存在する場合でも、2,000 回の注入後、リテンションタイムは一貫して維持されており、ターゲットピークはすべて、一貫した効果的な分離により、シャープで対称的な形状を維持していることを明確に示しています。これは、長期間の使用におけるシステムの卓越した安定性と堅牢性を明確に示しており、蒸留酒サンプルのルーチン分析に非常に適しています。

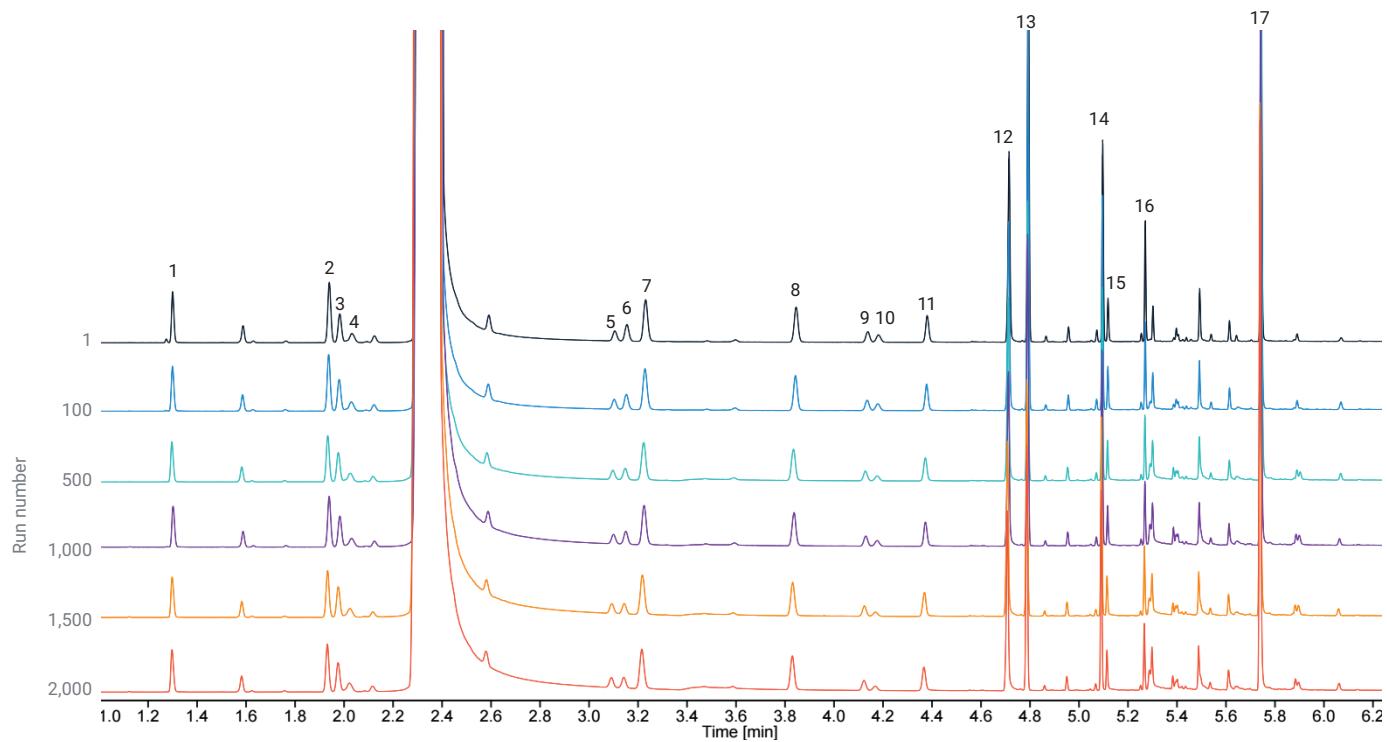


図 9. N_2 キャリアガスを使用した場合の同じ中国酒の繰り返し注入により得られた GC/FID クロマトグラムの重ね表示

8850 GC によるエネルギー節約

8850 GC を使用した蒸留酒の分析は、従来のメソッドと比較して、速度が 3 倍向上しており、実質上ラボの効率が 3 倍向上しています。従来の 35 分のメソッドでは、24 時間で 41 サンプルを分析することができます。一方、11 分の高速メソッドでは、同じ時間内に 130 サンプルを分析することができます。8850 GC のプラウザインタフェースまたはタッチスクリーンを通して、図 10 に示すように、1 日の電力消費量を観察することができます。8850 を 24 時間連続して動作させて蒸留酒サンプルを分析した場合、1 日の電力消費量は 10.02 kWh と記録されました。この 24 時間の間に 130 サンプルが分析されており、サンプルサイクルあたりの平均電力消費量は 0.07708 kWh となりました。比較として、従来の GC で従来のメソッドを使用して蒸留酒を分析した場合、24 時間以内に完了できるのはわずか 41 サンプルであり、記録された総電力消費量は 9.07 kWh です。これにより、サンプルサイクルあたりの平均電力消費量は 0.22122 kWh と計算されます。GC がアイドル状態の場合や、温度ゾーンが設定温度に達している状態の場合に消費される電力は、温度ゾーン（特に、オープン）の昇温中に消費される電力と比較して比較的小なくなります。同一期間内に、8850 GC では 3 倍の加熱サイクルが実行されました。これらのサイクルにより、総電力消費量はわずかに増加しましたが、8850 でのサンプルあたりの電力消費量は、従来の GC システムのわずか 34.8 % と計算されます。

蒸留酒の QC ラボでは、1 日あたり 100 ~ 200 サンプルの分析が一般的であるため、通常、複数の GC システムを同時に動作させます。例えば、1 日に 130 サンプルを分析する場合、8850 GC では、作業を完了するのに必要になるのは 1 台のみですが、従来の GC では、同一の時間枠内で同一の作業量を達成するには 3 台が必要になります。週 5 日間稼働、年間 50 週間稼働と仮定すると、1 台の 8850 GC では 1 年間に 32,500 サンプルを処理することができ、総電力消費量は 2,505.1 kWh となります。一方、従来の GC で 1 年間に同数のサンプルを処理する場合には、3 台が必要になり、総電力消費量は 7,189.65 kWh に達します。米国では、電気料金が約 0.12 ドル/kWh² であるため、表 5 に示すように、従来の GC を追加で 2 台購入する必要がない場合、年間 562.2 ドルの節約につながります。

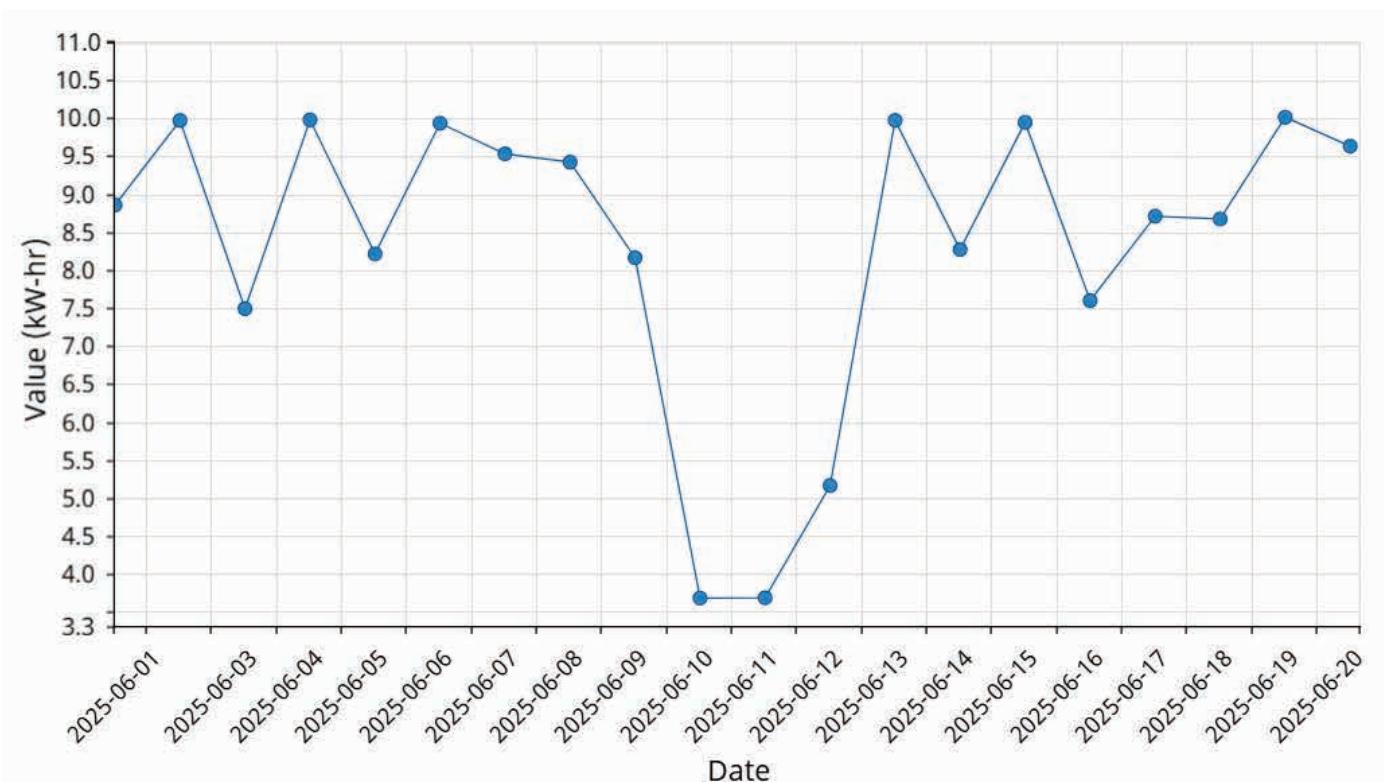


図 10. N₂ キャリアガスを使用した実際のサンプル分析中に用いた Agilent 8850 GC の 1 日の電力消費量

表 5. N₂ キャリアガスを使用した場合の 8850 GC のエネルギー節約

パラメータ	設定値	
GC タイプ	8850 GC	従来の GC
1 回の蒸留酒分析あたりの平均電力	0.07708 kWh	0.22122 kWh
蒸留酒の分析時間	11 分	35 分
1 日あたり 24 時間の分析回数	130 サンプル	41 サンプル
機器の利用状況	週 5 日 年間 50 週	
年間 32,500 サンプルで消費するエネルギー	2505.1 kWh (1 台の 8850 GC)	7189.65 kWh (3 台の従来の GC)
エネルギーコスト	1 kWh あたり 0.12 ドル	
年間のエネルギーコスト	300.6 ドル	862.8 ドル
8850/従来型の GC のエネルギーコスト比	34.8 %	
年間あたりの 8850 GC のエネルギーコスト削減	562.2 ドル	

キャリアガスとしてヘリウムまたは水素を使用する場合、サンプルの分析速度が向上し、単位時間内に完了できるサンプル数が増加します。さらに、窒素を使用する場合と比較して、エネルギー節約の効果がより大きくなります。詳細については、付録の表を参照してください。

ヘリウムキャリアガスでの結果

キャリアガスとしてヘリウムを使用すると、窒素キャリアガスを使用する場合と比較して、分析速度が向上します。図 11 に示すように、GC で必要になる分析時間は、ポストラン時間、冷却、オープン平衡化を含めてわずか 4 分であり、1 回の分析サイクル全体が 9 分に短縮されます。

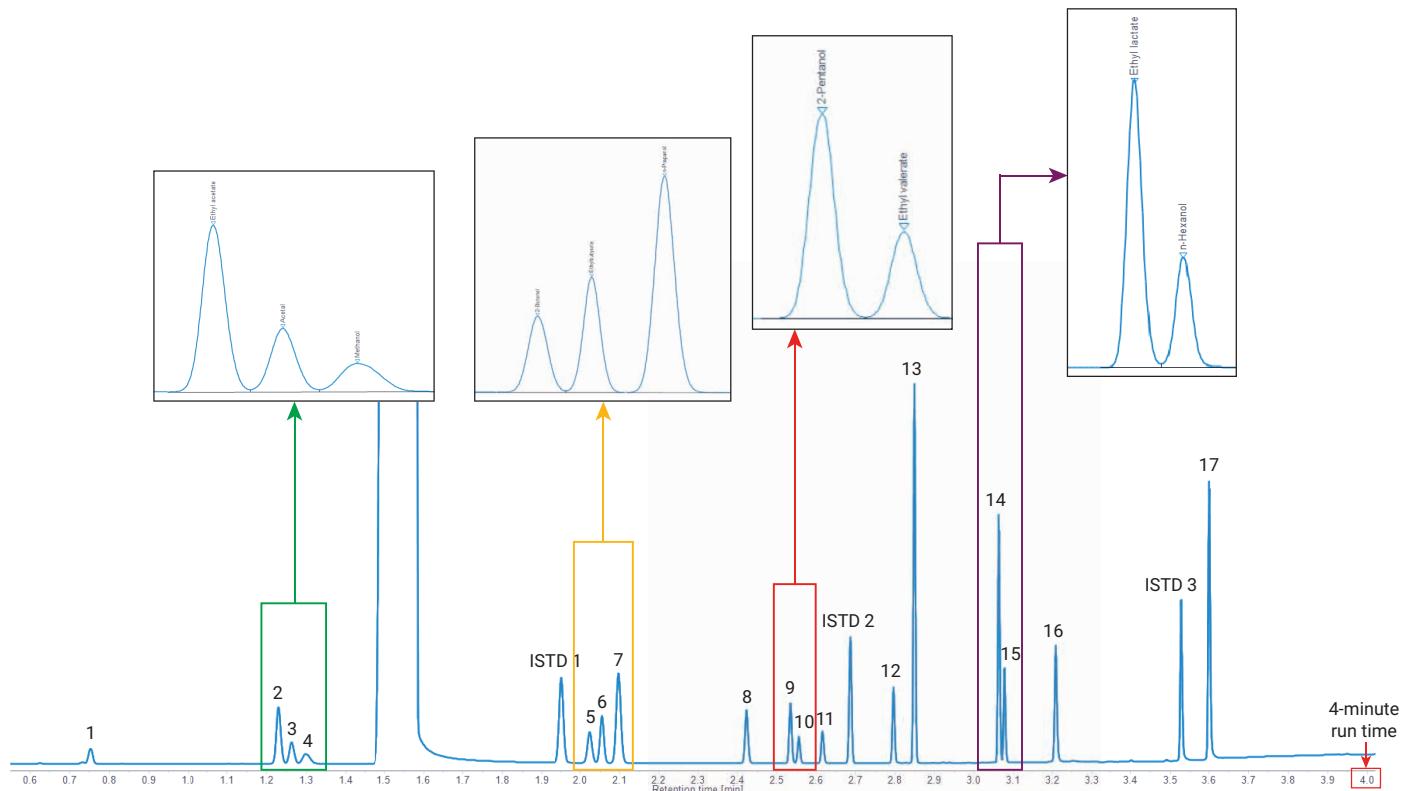


図 11. He キャリアガスを使用した場合の濃度 L2 における 17 種類のターゲット化合物の GC/FID クロマトグラム

キャリアガスとしてヘリウムを使用した場合のメソッドバリデーションも実施しました。表 2 に示すように、検量線の範囲は、キャリアガスとして窒素を使用した場合と一致しています。全化合物の相関係数は ≥ 0.9995 でした。表 6 の結果から、17 種類の化合物について、面積 %RSD が 2.7 % を大幅に下回っていることもわかります。LOD の計算方法は、

窒素キャリアガスの使用時と同じです。表 6 に示すように、LOD の結果が、窒素キャリアガスの使用時に得られた結果と同様に、概して 0.5 ~ 4.3 ppm の範囲で一致していることも確認されています。

表 6. ヘリウムキャリアガスを使用した場合の 17 種類のターゲット化合物の R^2 、RSD、LOD

	物質名	RT	R^2	面積 %RSD (n = 7)			LOD ppm (P2P)
				L1	L3	L6	
1	アセトアルデヒド	0.75	0.9999	0.77	0.83	0.88	2.5
2	酢酸エチル	1.227	0.9999	0.96	0.83	0.64	2.5
3	アセタール	1.26	0.9998	0.92	0.93	0.82	2.1
4	メタノール	1.295	0.9998	1.59	1.22	1.01	4.3
5	2-ブタノール	2.021	0.9999	0.58	1.22	1.18	1.4
6	酪酸エチル	2.052	0.9999	0.92	0.96	0.86	1.7
7	n-ブロパノール	2.095	0.9999	0.65	1.17	1.18	1.5
8	イソブタノール	2.418	0.9999	0.76	1.13	1.23	0.9
9	2-ベンタノール	2.532	0.9999	0.90	1.26	1.28	0.7
10	吉草酸エチル	2.555	0.9999	1.18	0.99	0.98	1.0
11	n-ブタノール	2.613	0.9999	0.89	1.36	1.29	0.7
12	イソペンチルアルコール	2.795	0.9999	0.88	1.32	1.31	0.6
13	ヘキサン酸エチル	2.849	0.9999	0.76	1.08	1.17	0.7
14	乳酸エチル	3.064	0.9999	0.94	1.03	1.04	1.0
15	n-ヘキサノール	3.077	0.9998	0.99	1.46	1.33	0.5
16	酢酸	3.207	0.9995	2.52	1.94	1.24	4.0
17	ヘキサン酸	3.601	0.9997	2.43	1.64	2.68	0.9

水素キャリアガスでの結果

超高速分析を達成しようとする場合、キャリアガスとして水素を選択することができます。キャリアガスとして水素を使用した場合、GC 分析時間はわずか 3 分です。ポストラン時間、冷却時間、オープン平衡化時間を含めても、単一サンプルの分析サイクル時間を 7 分に短縮することができるため、蒸留酒の超高速分析が可能になります。

水素キャリアガスを使用する場合のメソッドバリデーションのアプローチは、キャリアガスとして窒素を使用する場合と同じです。図 12 および表 7 に性能の結果を示します。水素を使用することで超高速分析が可能になることがわかっており、ピーク形状、分解能、直線性、再現性、検出限界を含む性能の結果は、キャリアガスとして窒素/ヘリウムを使用した場合の結果と同等で優れています。

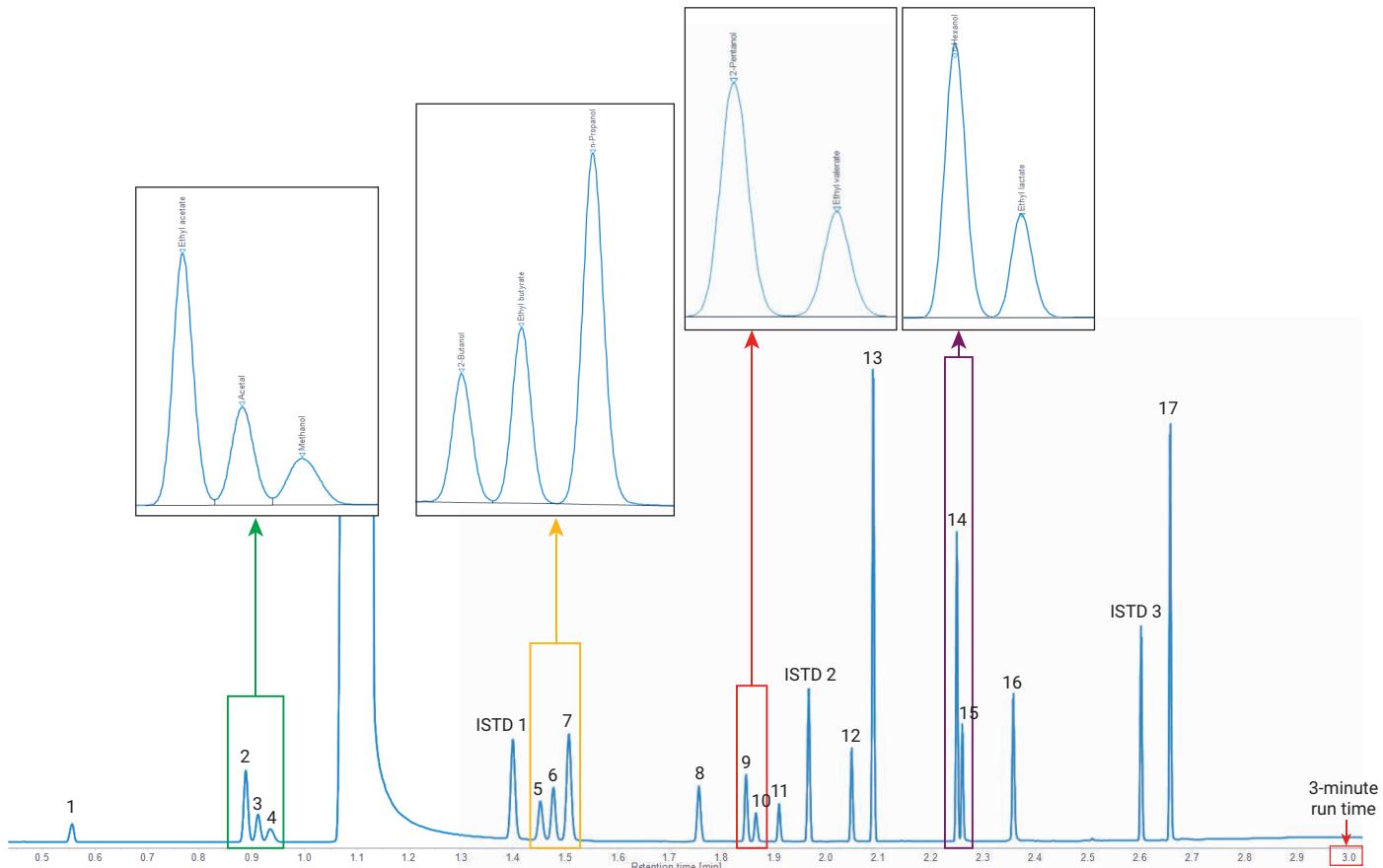


図 12. H_2 キャリアガスを使用した場合の濃度 L2 における 17 種類のターゲット化合物の GC/FID クロマトグラム

表 7. 水素キャリアガスを使用した場合の 17 種類のターゲット化合物の R^2 、RSD、LOD

	物質名	RT	R^2	面積 RSD% (n = 7)			LOD ppm (P2P)
				L1	L3	L6	
1	アセトアルデヒド	0.556	0.9999	1.10	0.49	0.39	1.7
2	酢酸エチル	0.889	0.9999	0.47	0.40	0.24	1.8
3	アセタール	0.912	0.9999	0.55	0.41	0.26	1.5
4	メタノール	0.935	0.9999	0.87	0.52	0.31	3.3
5	2-ブタノール	1.452	0.9999	0.67	0.32	0.25	1.2
6	酪酸エチル	1.476	0.9999	0.82	0.46	0.28	1.3
7	n-ブロパノール	1.506	1	0.30	0.31	0.22	1.3
8	イソブタノール	1.756	0.9999	0.87	0.71	0.27	0.8
9	2-ペンタノール	1.847	1	0.51	0.33	0.25	0.6
10	吉草酸エチル	1.866	0.9999	0.94	0.26	0.32	0.7
11	n-ブタノール	1.91	0.9999	0.59	0.33	0.29	0.6
12	イソペンチルアルコール	2.049	0.9999	0.51	0.38	0.26	0.5
13	ヘキサン酸エチル	2.09	0.9999	0.53	0.43	0.25	0.5
14	乳酸エチル	2.25	0.9997	0.19	0.29	0.23	0.8
15	n-ヘキサノール	2.26	0.9999	0.44	0.54	0.25	0.4
16	酢酸	2.357	0.9991	1.33	2.06	0.49	1.3
17	ヘキサン酸	2.657	0.9999	1.45	1.94	0.99	0.5

結論

このアプリケーションノートでは、高速でエネルギー効率が高く、コンパクトな Agilent 8850 GC システムが、蒸留酒中の主要な化合物の定量分析に優れた効果を示すことが明確に実証されました。Agilent 8850 GC の急速な加熱および冷却機能を利用し、併せて短いカラムを使用することにより、従来のメソッドと比較して、分析時間を 3 分の 1 に短縮することができます。この分析時間の短縮により、ラボの効率が大幅に向上升ると同時に、消費するエネルギーは従来の GC システムのわずか 3 分の 1 になります。重要なのは、これらの速度向上とエネルギー節約が、クロマトグラフィー性能を損なうことなく実現されていることです。

本研究では、さまざまなラボの実際のニーズに合わせて調整した 3 種類のキャリアガス条件下において、蒸留酒中の 17 種類の主要な化合物の分離と定量を検証し、予想を上回る結果を得ました。実際のサンプルを 2,000 回超注入した後も、アルコール、アルデヒド、エステル、有機酸のリテンションタイムとピーク形状は一貫して維持されており、主に水溶性サンプル条件下において、システムの不活性と安定性が優れていることを実証しました。この性能により、蒸留酒業界の QC 部門は、高速なスクリーニングと正確な定量のための信頼性の高いメソッドを得ることができます。

参考文献

1. Kenneth, L.; Zhou, Y. Agilent J&W DB-WAX ウルトライナートキャピラリ GC カラムによる蒸留酒の分析. Agilent Technologies application note, publication number 5991-6638JAJP, **2016**.
2. Denoyer, E. ガスクロマトグラフィーの革新による収益の向上. Agilent Technologies application note, publication number 5991-7833JAJP, **2017**.

付録

表 A1. He および H₂ キャリアガスを使用した場合の Agilent 8850 GC のエネルギー節約

パラメータ	設定値		
GC タイプ	従来の GC (N ₂ キャリア)	8850 GC (He キャリア)	8850 GC (H ₂ キャリア)
1 回の蒸留酒分析あたりの平均電力	0.22122 kWh	0.07331 kWh	0.06112 kWh
蒸留酒の分析時間	35 分	9 分	7 分
1 日あたり 24 時間の分析回数	41 サンプル	160 サンプル	205 サンプル
機器の利用状況	週あたり 5 日間 年間 50 週間		
年間 32,500 サンプルで消費するエネルギー	7,189.65 kWh	2,382.6 kWh	1,986.4 kWh
エネルギーコスト	1 kWhあたり 0.12 ドル		
年間のエネルギーコスト	862.8 ドル	285.9 ドル	238.4 ドル
8850/従来型の GC のエネルギーコスト比	100 %	33.1 %	27.6 %
年間あたりの 8850 GC のエネルギーコスト削減	0	576.9 ドル	624.4 ドル

注：表 5 との一貫性を確保するため、この計算で使用するサンプルスループットは 32,500 サンプルとしています。実際には、キャリアガスとしてヘリウムまたは水素を使用する場合、年間のサンプルスループットはそれぞれ、最大 40,000 サンプルおよび 51,250 サンプルに達することができます。これは、計算したエネルギー節約が、付録の表に現在示されている値よりも大幅に大きくなることを意味します。ただし、読みやすさの一貫性を確保するため、付録の表では、現在でも計算にサンプルスループット 32,500 を使用しています。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カストマーコンタクトセンタ

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。

DE-009756

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2025

Printed in Japan, October 9, 2025

5994-8642JAJP