

## Agilent J&W DB-HeavyWAX カラムの 熱安定性および最高温度の向上

### 著者

Vanessa Abercrombie and  
Laura Provoost  
Agilent Technologies, Inc.

### 概要

WAX カラムとして知られる 100% ポリエチレングリコールカラムは、工業化学物質、香料、香水などをはじめとする幅広いアプリケーションに使用されています。従来の WAX カラムは、熱安定性の低下などの問題のために 250/260 °C の最高温度上限があり、そのため、適用可能なアプリケーションが限られていました。Agilent J&W DB-HeavyWAX は温度上限が280/290 °C までに引き上げられており、熱安定性が向上しているため、注入間の優れた再現性が実現します。

## はじめに

要件の厳しい現代の GC および GC/MS アプリケーションでは、より分析困難な活性化合物を高感度かつ高い再現性で定性および定量分析することに主眼が置かれています。100% ポリエチレングリコール (PEG) 固定相ベースのガスクロマトグラフィーカラムは、化学分析などの広範なアプリケーションに用いることができます。ポリシロキサン固定相と比較して、従来型 WAX GC カラムの最高操作温度はきわめて低く、250/260 °C です。従来型 WAX GC カラムが規定の最高操作温度 (MAOT) を超える状態に置かれると、高ブリードレベルおよび熱安定性の低下を示し、リテンションタイムのシフトが生じます。

Agilent J&W DB-HeavyWAX では、温度上限が 280/290 °C まで引き上げられているため、アプリケーション範囲が広がり、熱安定性が向上します。BTEX と呼ばれることの多い、ベンゼン、トルエン、エチルベンゼン、p-キシレン、o-キシレン、m-キシレンは、PEG 固定相を用いたカラム上で頻繁に分析されるきわめて重要な化学物質です。化学物質の分析 (ASTM D2306<sup>1</sup> および D6563<sup>2</sup>) では、高沸点化合物の存在は珍しいことではありません。これまで、高沸点成分を溶出する手段は、カラムの最高温度の保持時間を延長するか、MAOT を上回る状態でカラムを使用して、相の破損リスクをとる以外にありませんでした<sup>3</sup>。

温度上限が引き上げられた DB-HeavyWAX を用いれば、280 °C という高い最終温度を保持したまま、カラム相の熱安定性を維持することができます。DB-HeavyWAX の熱安定性の向上を実証するために、BTEX を用いて従来の WAX カラムと DB-HeavyWAX の熱安定性を比較しました。この比較により、DB-HeavyWAX の安定性が従来の PEG 相カラムから向上していることが実証され、安定性を損なうことなく温度範囲を広げることができました。

## 分析条件

GC 分析条件	
カラム	Agilent J&W DB-HeavyWAX、30 m × 0.25 mm、0.25 μm (p/n 122-7132) 他社製 WAX A、30 m × 0.25 mm、0.25 μm 他社製 WAX B、30 m × 0.25 mm、0.25 μm
キャリアガス	ヘリウム、定流量、1 mL/分
オープン	70 °C (10.0 分間)、 5 °C/分で 120 °C まで昇温 (1.0 分間)、 20 °C/分で 280 °C まで昇温 (60 分間)
注入口	スプリットモード、250 °C、スプリット比 200:1
注入口ライナ	ウルトライナート、スプリット、低圧力損失、ガラスウール入り (p/n 5190-2295)
GC/FID	Agilent 7890B GC、FID 付
サンブラ	Agilent 7693 オートサンブラ
FID 条件	
温度	280 °C
水素	30 mL/min
空気	400 mL/min
カラム + メーカーアップ	25 mL/min

## 試薬と実験方法

- Agilent 7890 GC/FID スプリット/スプリットレス注入口付き
- Agilent 7693 オートサンブラ
- Agilent MassHunter コントロールソフトウェア

### 標準溶液の前処理

ベンゼン、トルエン、エチルベンゼン、p-キシレン、o-キシレン、m-キシレン (BTEX) は Sigma-Aldrich から購入しました。それぞれの 100 ppm 標準液は、Sigma-Aldrich から購入したメタノールで調製しました。

## 結果と考察

BTEX 標準液を他社製の WAX カラムに注入しました。DB-HeavyWAX は最終ピークの m-キシレンが溶出するまで定温で保持しました。その後 280 °C の最終温度まで加熱し、1 時間維持しました。

図 1 は、最高操作温度が 250/260 °C の従来型 WAX カラムの欠点を示しています。MAOT の規定を超える状態では、その固定相は変化し始めます。その結果として生じるこの 1 つはリテンションタイムのシフトです。この他社製の WAX カラムの MAOT は定温で 250 °C でしたが、260 °C にプログラムしました。MAOT を上回る 280 °C で用いると、

直ちにリテンションタイムのシフトを示します。280 °C の使用では、軽度なリテンションタイムのシフトは 50 時間使用後は、大きな変化となります。

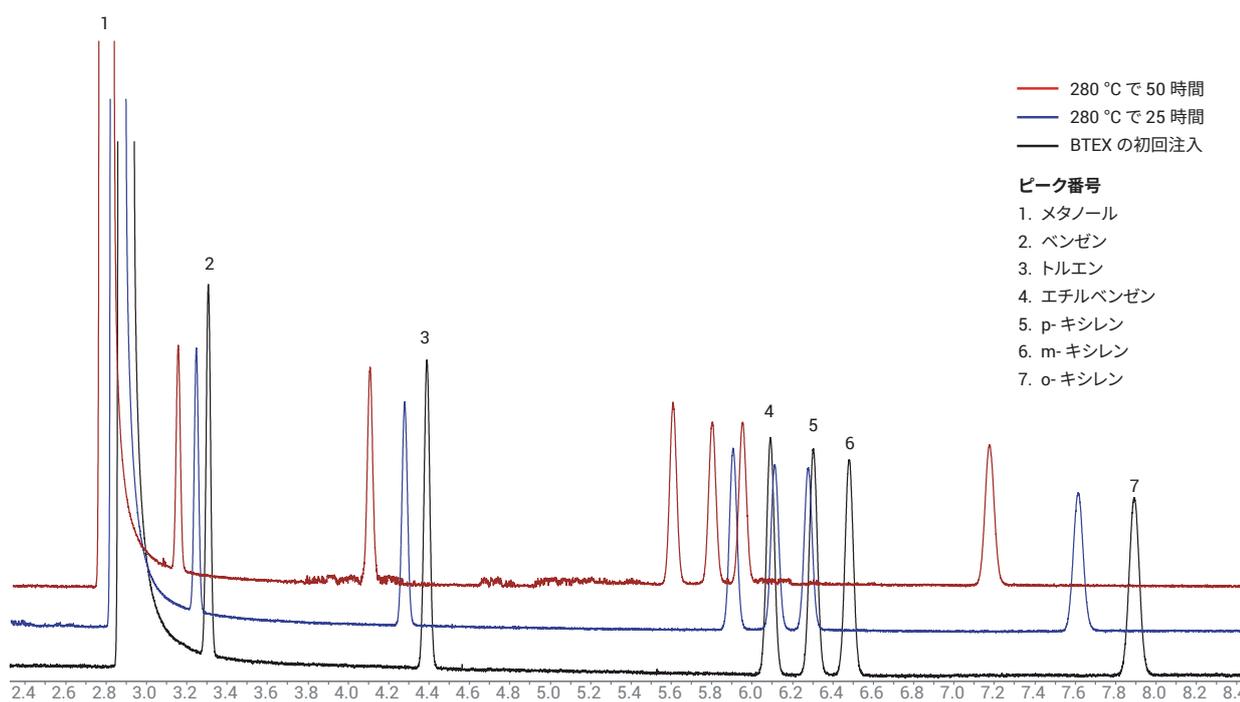


図 1. 280 °C での使用後にリテンションタイムのシフトを示す他社製の WAX カラム

図 2 は、長時間高温で操作した場合の DB-HeavyWAX カラムの優れた熱安定性を示しています。280 °C で 50 時間の使用後でさえ、リテンションタイムにシフトは認められません。280 °C で 100 時間の使用後は、数秒の

シフトが認められます。このシフトは、他社製 WAX カラムに比べて DB-HeavyWAX カラムの熱安定性が優れていることを示しています。

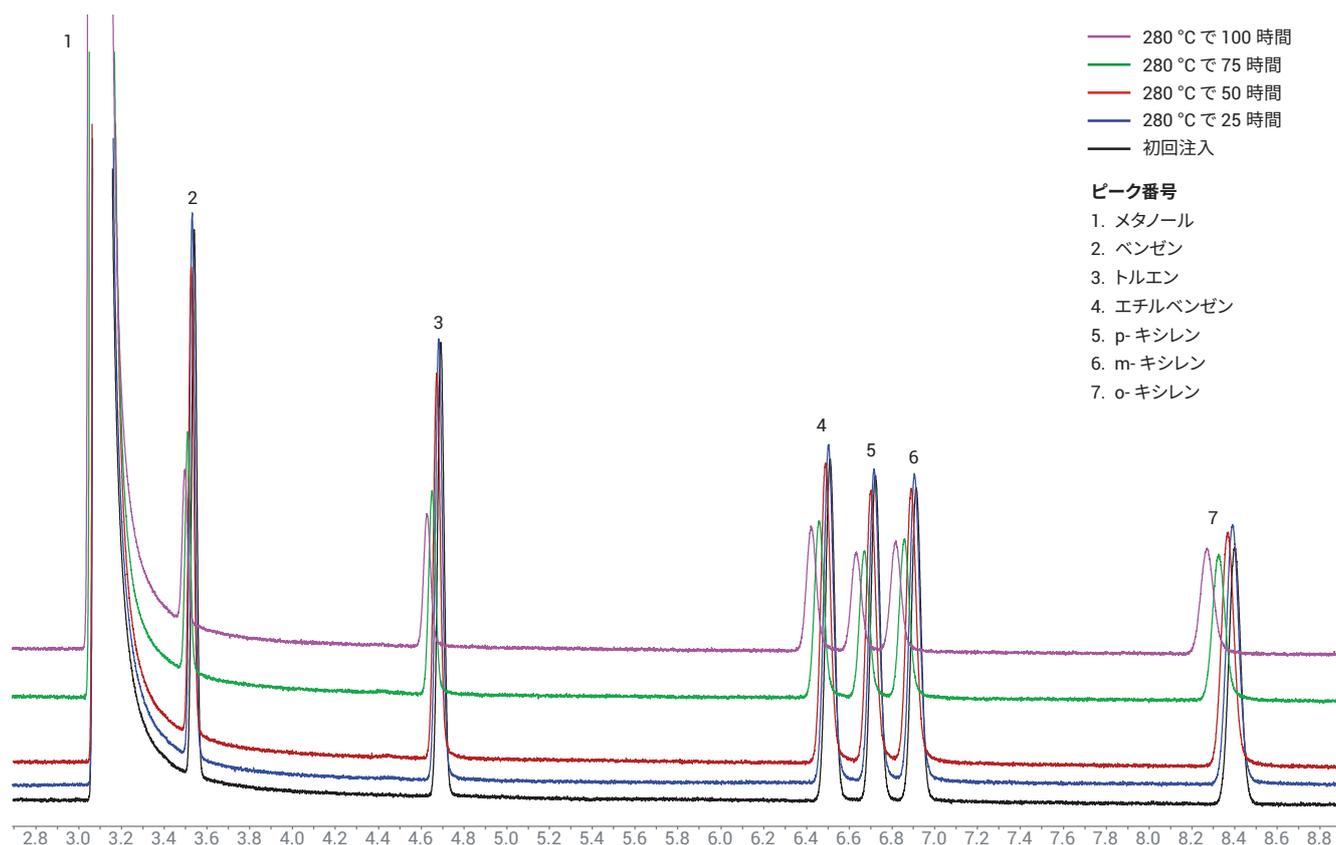


図 2. 280 °C で 100 時間の操作後の Agilent J&W DB-HeavyWAX カラム (Y 軸はオフセット)

図3では、280 °Cで100時間操作した場合での、最終溶出ピークであるo-キシレンのリテンションタイムのシフトを、他社製のWAXカラム2種とDB-HeavyWAXで比較しています。280 °Cで100時間後、WAXカラムAとWAXカラムBでは、およそ2分のリテンションタイムのシフトがありましたが、DB-HeavyWAXでは一致したままでした。DB-HeavyWAXのリテンションタイムが、他社製のWAXカラム2種と比較して、性能と安定性が優れていることを示しています。

## 結論

Agilent J&W DB-HeavyWAXカラムは、熱安定性を損なうことなく、最高温度範囲が引き上げられています。従来型WAXカラムでは、280 °Cのような高温で長時間使用すると、リテンションタイムの安定性を維持できないことが多くあります。DB-HeavyWAXは温度上限が高く、280 °Cで100時間の操作後でも熱安定性の高いカラムです。

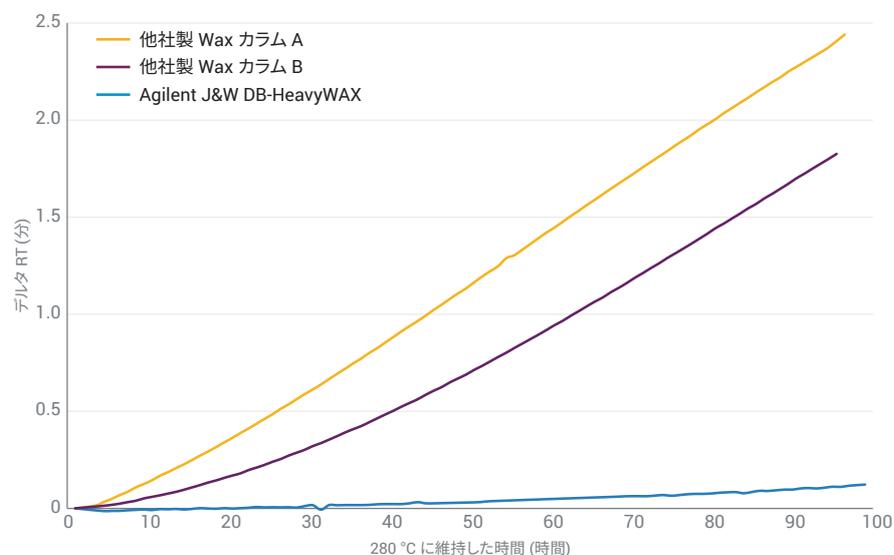


図3. 280 °Cで最長100時間操作した場合のo-キシレンのリテンションタイムシフトについて他社製WAXカラム2種とAgilent J&W DB-HeavyWAXカラムを比較した結果

## 参考文献

1. ASTM D2306. Standard Test Method for C8 Aromatic Hydrocarbon Analysis by Gas Chromatography.
2. ASTM D6563. Standard Test Method for Benzene, Toluene, Xylene (BTX) Concentrates Analysis by Gas Chromatography.
3. Reese, A.; Vickers, A.; George, C. GC Column Bleed: A MASS PerSPECTive. Agilent Technologies, publication number B-0442, **2001**.

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。

アジレント・テクノロジー株式会社  
© Agilent Technologies, Inc. 2018  
Printed in Japan, February 20, 2018  
5991-9035JAJP