

# ジェット燃料中の微量の 脂肪酸メチルエステル分析における 感度および再現性の向上

Agilent J&W DB-HeavyWAX GC カラムの  
Energy Institute メソッド IP 585 への適用

## 著者

Vanessa Abercrombie

## 概要

このアプリケーションノートでは、ジェット燃料中の脂肪酸メチルエステル (FAME) の分析において、Energy Institute メソッド IP 585 に Agilent J&W DB-HeavyWAX GC カラムを用いることで感度が向上することを実証します。DB-HeavyWAX カラムは、高い温度範囲 (270 または 280 °C) にて超低ブリードのため、GC/MS アプリケーションに最適です。DB-HeavyWAX カラムは熱安定性が優れており、選択イオンモニタリングモードでの使用に適しています。これが可能なのは、他の WAX タイプのカラムにおける従来の最高温度 250 °C を超える最終温度でも、長時間にわたるリテンションタイムの再現性を実現できるためです。

## はじめに

メソッド IP 585 に則りバイオディーゼル中の脂肪酸メチルエステル (FAME) の分析が必要なのは、ジェット燃料のサンプルが輸送プロセス中に汚染されていないかを判断するためです。この分析には WAX カラムが最適です<sup>1</sup>。100% ポリエチレングリコール (PEG) 固定相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、従来の WAX GC カラムの最高操作温度ははるかに低く 250 °C です。

従来の WAX GC カラムが規定の最高操作温度 (MAOT) を上回ると、熱安定性の低下と高ブリードレベルが生じます<sup>2</sup>。従来の WAX カラムの場合、IP 585 で求められる最終温度 252 °C では、熱安定性の若干の低下が想定されます。Agilent J&W DB-HeavyWAX カラムは温度上限が引き上げられており、定温で用いる場合は 270 °C、プログラムされた場合には 280 °C となります。したがって、DB-HeavyWAX は、IP 585 によるジェット燃料中の FAME の分析に最適です。

温度上限が引き上げられた DB-HeavyWAX カラムを用いれば、固定相を損傷することなく、252 °C の最終温度を維持することができます。また、長時間維持させる最終温度を 270 °C に上昇させる事が可能であり、さらにプログラムで 280 °C まで上昇させることで、高分子量化合物からのキャリーオーバーの可能性を低減し、再現性を高めることも可能です。DB-HeavyWAX の優れた熱安定性によって、より安定したリテンションタイムが得られ、カラム相の損傷による SIM ウィンドウ変更の必要がなくなります。

従来の WAX カラムでは、250 °C 以上になると低カラムブリードがよく見られましたが、DB-HeavyWAX では発生しません。そのため、ベースラインを下げ、低濃度の FAME をより正確に定量できます。

## 実験方法

### 試薬と実験方法

Agilent 7890 GC/FID スプリット/プリットレス注入口付き、Agilent 7010 MSD、Agilent 7693 オートサンブラと Agilent MassHunter コントロールソフトウェアを用いて、この GC/MSD 実験を実施しました。

### 分析条件

GC 分析条件	
カラム	Agilent J&W DB-HeavyWAX、60 m × 0.25 mm、0.5 μm (p/n 122-7132) 従来型の他社製 WAX カラム、60 m × 0.25 mm、0.5 μm
キャリア	ヘリウム、定流量、12 mL/分
オープン	150 °C (5.0 分間)、 12 °C/分で 200 °C まで昇温 (17.0 分間)、 3 °C/分で 252 °C まで昇温 (10 分間)
注入口	スプリットモード、260 °C、スプリット比 50:1
注入口ライナ	Agilent 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
消耗品	
セプタム	ブリード/温度最適化 (BTO) 11 mm セプタム (p/n 5183-4757、50 個入り)
ゴールドシール	Agilent ウルトライナートゴールドシール (p/n 5190-6145、10 個入り)
バイアル	2 mL、スクリュートップ、茶色、ラベル付、認定、(p/n 5182-0716、100 個入り)
バイアルインサート	250 μL ガラスインサート、不活性処理済 (p/n 5181-8872、100 個入り)
バイアルキャップ	9 mm 青色スクリュューキャップ、PTFE/RS (p/n 5185-5820、500 個入り)
注入口/FID/MSD	85:15 ポリイミド: グラファイトフェーラル (p/n 5062-3508、10 個入り)
FID 条件	
温度	280 °C
水素	30 mL/min
空気	400 mL/min
カラム + メークアップ	25 mL/min
MSD 条件	
モード	SIM/スキャン
スキャン範囲	33 ~ 320 amu
溶媒ディレイ	20.0 分
イオン源温度	230 °C
四重極温度	150 °C

## サンプル前処理

キャリブレーション用標準溶液は AccuStandard から購入し、作業用標準溶液は IP 585 に従い、各々の濃度を 2、10、25、50、および 75 mg/g にヘキサン (Sigma) で調製しました。

## 結果と考察

FAME 混合物の標準液を DB-HeavyWAX に注入し、IP 585 に従って最終オープン温度 252 °C で分析しました。この混合物はカラムブリードを測定するために、まず水素炎イオン化検出器 (FID) で分析しました。図 1 に、従来の WAX カラムと比較した DB-HeavyWAX のカラムブリードの低下を示します。従来の WAX カラムと比較した DB-HeavyWAX の高温でのカラムブリードの低下は、DB-HeavyWAX の熱安定性の全体的な向上を示します。

表 1. SIM ウィンドウ

SIM グループ	ターゲット化合物	シノニム	記号	SIM イオン	ドウェル
1	ヘキサデカン酸メチル	パルミチン酸メチル	C16:0	227* 239 270 271	75 75 75 75
2	ヘプタデカン酸メチル-d33	マルガリン酸メチル-d33	C17:0-d33 (IS)	317	300
3	ヘプタデカン酸メチル	マルガリン酸メチル	C17:0	241* 253 284	100 100 100
4	オクタデカン酸メチル	ステアリン酸メチル	C18:0	255* 267 298	100 100 100
5	オクタデセン酸メチル	オレイン酸メチル	C18:1	264* 265 296	100 100 100
6	オクタデカジエン酸メチル	リノール酸エステル	C18:2	262 263* 264 294 295	60 60 60 60 60
7	オクタデカトリエン酸メチル	リノレン酸エステル	C18:3	236* 263 292 293	75 75 75 75

\* は定量イオンを示す。

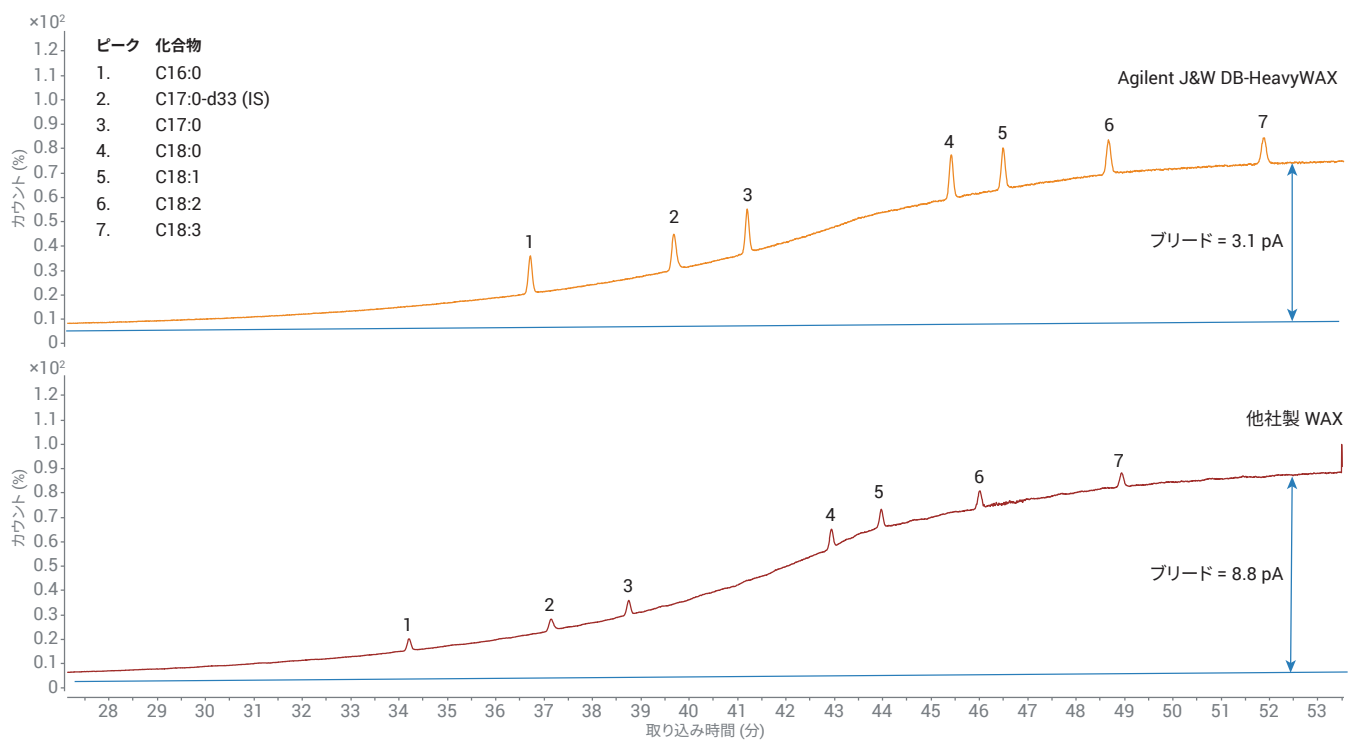


図 1. Agilent J&W DB-HeavyWAX カラムおよび他社製 WAX カラムを用いて FID で得られた FAME 標準液 10 mg/g

図 2 は、DB-HeavyWAX カラムを質量分析システムで使用する場合に、FID で測定した低ブリードによって、S/N 比が高まることを示します。DB-HeavyWAX は従来の WAX カラムよりも S/N 比が高いために、バイオディーゼル

中の FAME を 250 °C 以上の温度で長時間にわたって高い感度で正確に定量することができます。

図 3 は、DB-HeavyWAX の低ブリードが SIM またはスキャンモードでの FAME 分析に有用であることを示しています。2 mg/g という低濃度でも、スキャンモードで DB-HeavyWAX カラムを用いる事によって目的の分析対象物を検出することが可能です。

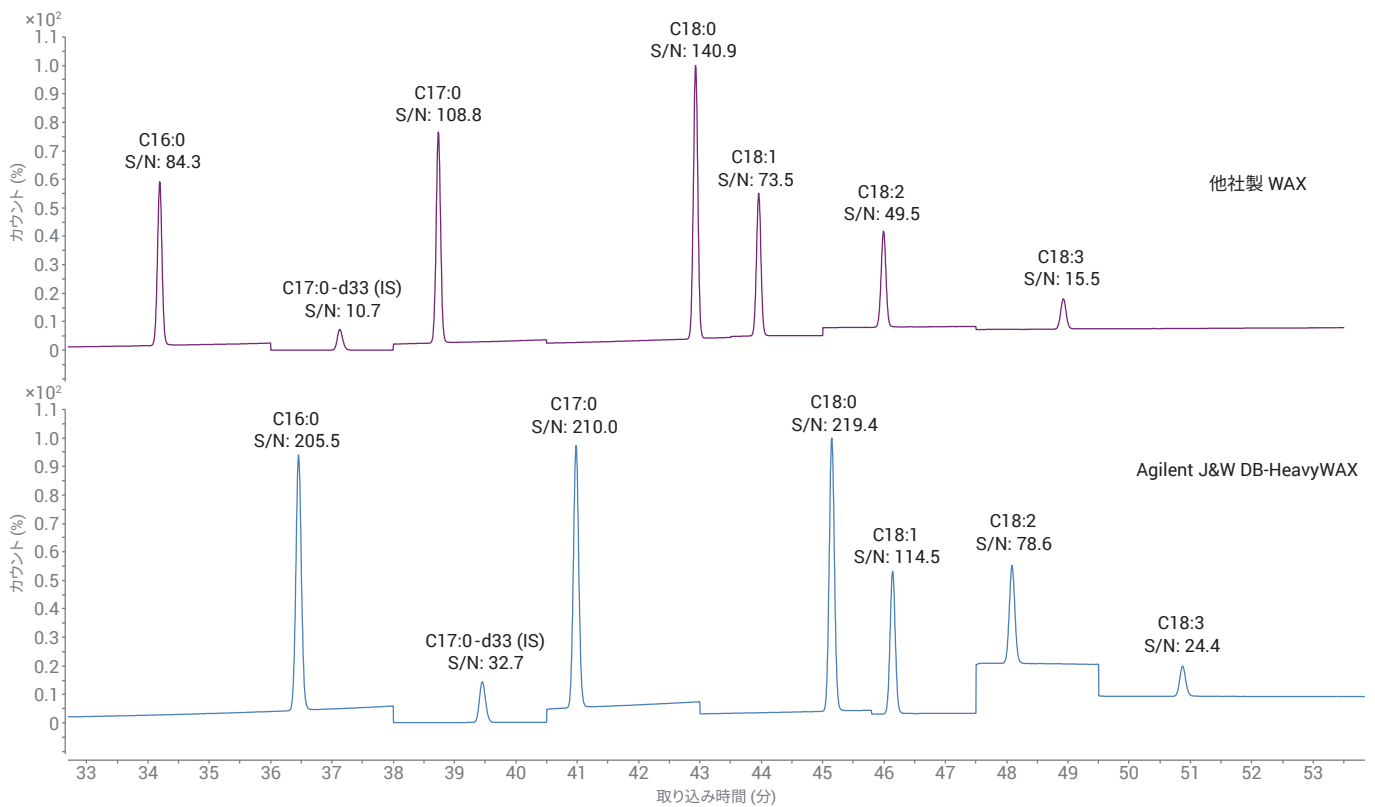


図 2. Agilent J&W DB-HeavyWAX カラムおよび他社製 WAX カラムを用いて SIM モードで得られた FAME 標準液 25 mg/g

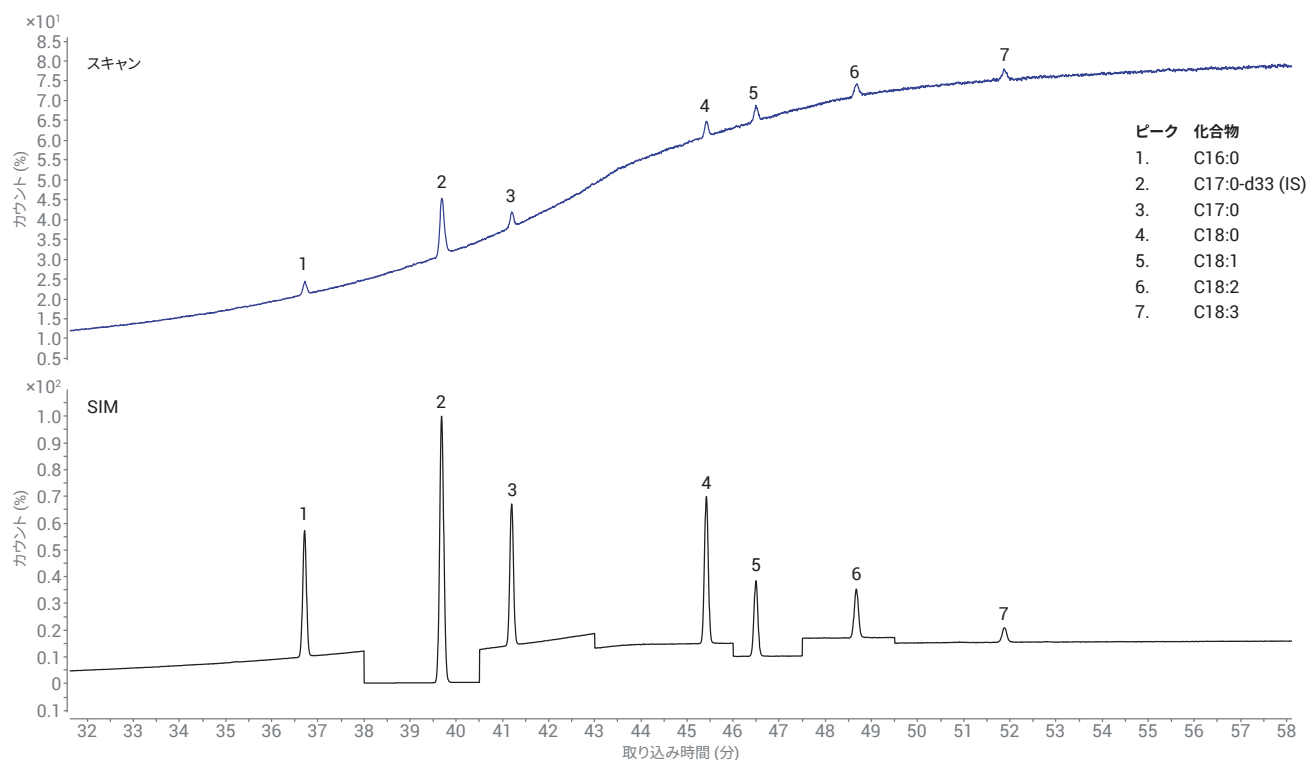


図 3. Agilent J&W DB-HeavyWAX カラムのスカンモードおよび SIM モードで得た FAME 標準液 2 mg/g

### 再現性および耐久性

表 2 は、260 °C で 50 時間操作し、SIM モードで合計 200 回を超える注入で得られた 2 mg/g の FAME 標準液繰り返し分析の 9 回分を示しています。すべての化合物の %RSD は 0.15% 未満であり、長時間にわたる DB-HeavyWAX の安定性および耐久性を示しています。

表 2. Agilent J&W DB-HeavyWAX カラムの SIM モードにより 260 °C で 50 時間で得られた FAME 標準液 2 mg/g の 9 回の繰り返し分析

化合物	260 °C での操作時間									平均	% RSD
	1	5	7	13	22	39	42	46	49		
C16:0	36.58	36.47	36.45	36.44	36.43	36.43	36.43	36.43	36.42	36.45	0.13 %
C17:0 d33 (ISTD)	39.57	39.47	39.45	39.44	39.44	39.44	39.44	39.44	39.44	39.46	0.11 %
C17:0	41.09	40.99	40.98	40.96	40.97	40.97	40.97	40.97	40.96	40.98	0.10 %
C18:0	45.26	45.16	45.15	45.13	45.14	45.15	45.15	45.15	45.14	45.16	0.08 %
C18:1	46.25	46.15	46.14	46.12	46.13	46.13	46.13	46.13	46.13	46.15	0.09 %
C18:2	48.20	48.10	48.09	48.07	48.08	48.07	48.08	48.08	48.07	48.09	0.09 %
C18:3	51.01	50.89	50.87	50.85	50.84	50.86	50.86	50.87	50.86	50.88	0.10 %

## 結論

Agilent J&W DB-HeavyWAX カラムは、270/280 °C という最高温度範囲と、低ブリードを実現します。この高い温度範囲により、感度と熱安定性が向上します。熱安定性と耐久性に優れた DB-HeavyWAX は、IP 585 など、リテンションタイムの再現性が生産性を左右する SIM メソッドに最適です。DB-HeavyWAX の超低ブリードによって、目的の分析対象物の S/N 比が高まり、SIM または スキャンモードにおけるデータ収集の感度と柔軟性が向上します。

## 参考文献

1. McCurry, J. GC/MS Analysis of Trace Fatty Acid Methyl Esters (FAME) in Jet Fuel Using Energy Institute Method IP585, Agilent Technologies, publication number 5990-9432EN, **2011**.
2. Abercrombie, V.; Provoost, L. 「Agilent J&W DB-HeavyWAX カラムの熱安定性および最高温度の向上」, Agilent Technologies, publication number 5991-9035JAJ, **2018**.

ホームページ

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

カスタマ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, March 6, 2018  
5991-9116JAJ