

Intuvo へのメソッド移管: 6 件の実例

はじめに

この技術概要では、Agilent 7890 GC システムから Agilent Intuvo 9000 GC システムへのメソッド移管のさまざまな例を示します。Intuvo GC システムへのメソッド移管に関連する概念については、『Intuvo へのメソッド移管の簡素化』、Agilent Technologies 技術概要、資料番号 5991-9149JAJP¹ に詳述されています。

EPA 8270D による半揮発性有機化合物

特定の半揮発性有機化合物は環境汚染物質と考えられているため、こうした化合物を測定するメソッドを米国環境保護局 (EPA) などの世界の規制機関が定めています。これらのメソッドには、この種の汚染の報告前に満たさなければならない性能基準が設定されています。従来の GC システム上で確立されたメソッドを、問題なく Intuvo へ移管することができました²。ガードチップ温度 (トラックオープン) およびバス温度 (デフォルト) のみが追加されました (表 1)。トラックオープンモードでは、ガードチップは 25 °C のオフセットでカラムと同レートでプログラムされます。デフォルトのバス温度はオープンプログラムの最終温度です。Intuvo GC システムで達成された性能は、7890 GC システムで達成された結果とほぼ同一でした (図 1)。相対リテンションタイム差の平均はわずか 0.0006 でした (図 2)。

表 1. Agilent 7890 GC システムおよび Agilent Intuvo 9000 GC システムでの半揮発性有機化合物の分析のための機器パラメータ

パラメータ	Agilent 7890 の設定値	Agilent Intuvo の設定値
注入量	1 µL	同左
スプリット/スプリットレス注入口	300 °C	同左
パルススプリットレス	60 psi, 0.5 分まで	同左
バージフロー	0.5 分で 50 mL/min	同左
ガードチップ温度		デフォルト (トラックオープン)
バス温度		デフォルト
カラム	Agilent DB-5MS UI 30 m × 0.25 mm, 0.5 µm	同左
流量	2 mL/min (定流量)	同左
オープンプログラム	40 °C (2 分間)、 20 °C/min で 260 °C まで昇温 6 °C/min で 330 °C まで昇温 (1.33 分間)	同左
MS トランスファライン温度	330 °C	同左
イオン源温度	330 °C	同左
四重極温度	200 °C	同左

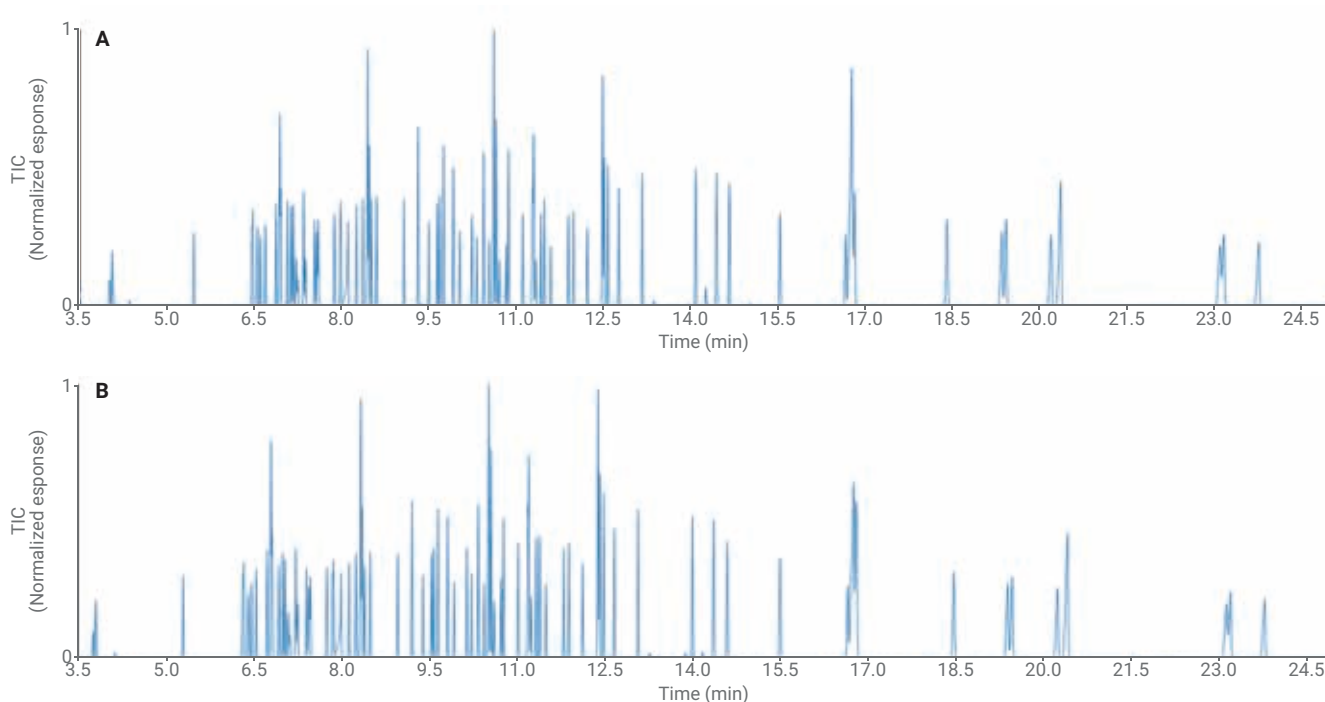


図 1. Agilent Intuvo 9000 GC システム (A) は、同一のメソッド条件で、Agilent 7890 GC システム (B) とほぼ同一の性能を発揮します。

軽油硫黄の分析

石油原料内の硫黄含有成分は臭気性と腐食性があるため、プロセスコントロールのために厳格にモニタリングされます³。硫黄放出量の削減を求める規制が増加しています。製油所のラボスペースは限られているため、従来サイズの GC から小型の Intuvo GC へのメソッド移管を検討しました (表 2)。8270D メソッドの場合と同様に、23 の成分を含む軽油硫黄サンプルに対してほぼ同一の結果が達成されました (図 3)。このアプリケーションにはジャンパーチップを用いました。一般的に、これらのサンプルはマトリクス内では軽く、汚れたサンプルの場合のようにガードチップによる保護が必要なかったためです。分析対象物をカラムへ通すために、ジャンパーチップは注入口と同じ温度で維持しました。

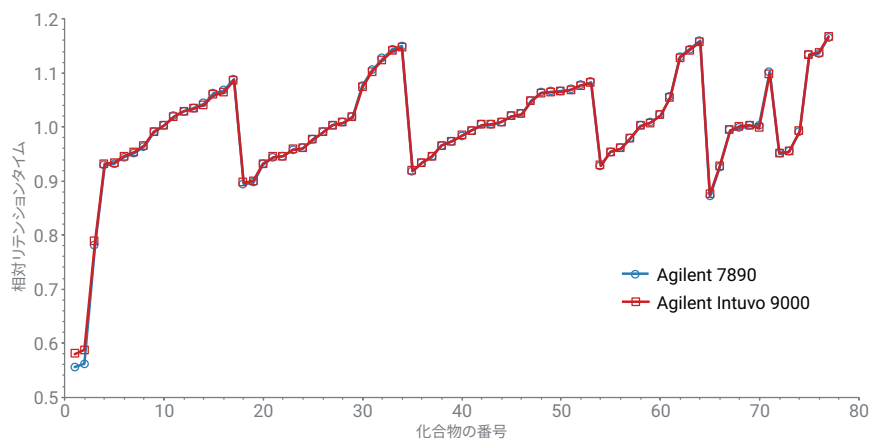


図 2. Agilent 7890 GC システムおよび Agilent Intuvo 9000 GC システムの相対リテンションタイムはほとんど同一です。

表 2. Agilent 7890 GC/SCD システムおよび Agilent Intuvo GC/SCD システムの機器パラメータ。標準は Intuvo で評価したため、ガードチップは定温に維持しました。

パラメータ	Agilent 7890 の設定値	Agilent Intuvo の設定値
注入量	1 μ L	同左
スプリット/スプリットレス注入口	300 °C	同左
スプリット	10:1	同左
ジャンパーチップ温度		300 °C
バス温度		デフォルト
カラム	Agilent DB-1 UI 30 m \times 0.32 mm、1 μ m	同左
流量	2 mL/min (定流量)	同左
オープンプログラム	40 °C (0.71 分間) 14.1 °C/min で 250 °C まで昇温 (1 分間)	同左
SCD バーナー温度	800 °C	同左
SCD ベース温度	280 °C	同左
反応ガス流量	50 mL/min	同左
上部水素流量	38 mL/min	同左
下部水素流量	8 mL/min	同左
オゾン流量	36 mL/min	同左
範囲	6	同左

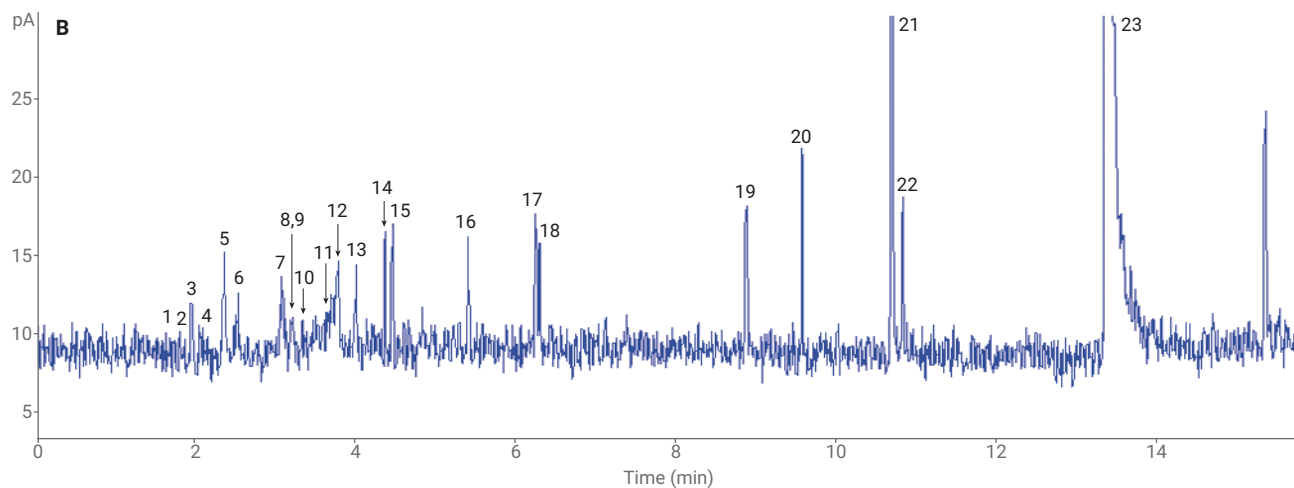
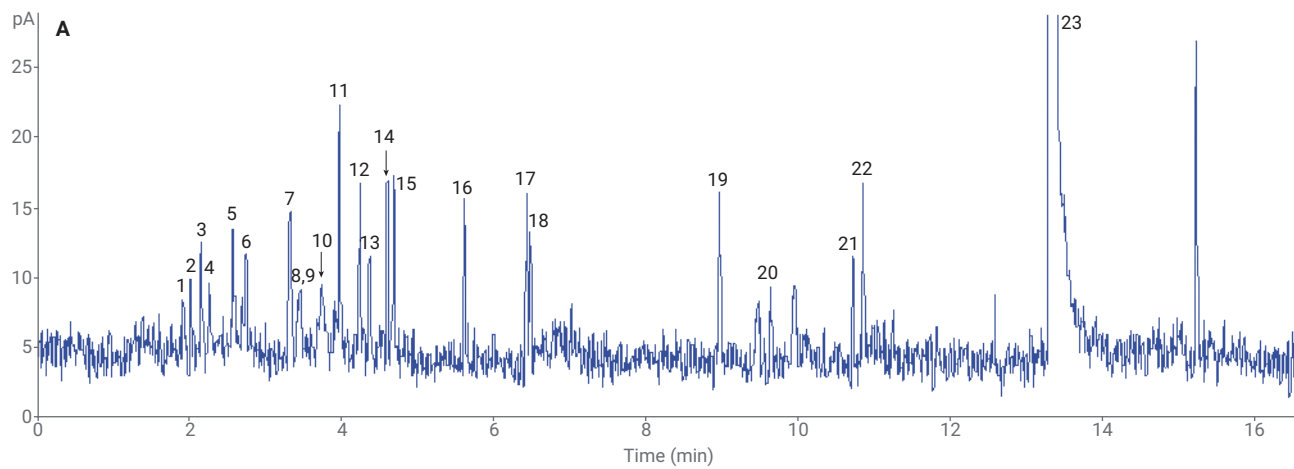


図 3. 23 種の硫黄含有分析対象物を含む 20 ppb 標準液を、Agilent Intuvo 9000 GC システム (A) および Agilent 7890 GC システム (B) で分析しました。両システムで優れた S/N 比が達成され、2 ppb の検出下限が示されました。

食品中の農薬

世界の食品供給においては、1回の分析で複数種の化合物の検出および定量を行える能力が必要とされます。高度な前処理を行っても、食品中の農薬分析におけるマトリックスは複雑で、クロマトグラフィーシステムや質量分析システムの障害になる場合があります。Intuvo GC システムの流路内にガードチップを追加することで、マトリックスからカラムが保護され、カラムをトリミングする必要がなくなるため、システムの堅牢性を高めることができます⁴。従来のシステムと Intuvo GC システムとで同じメソッド設定値を用いることができるため、ガードチップを用いても Intuvo GC システムへのメソッド移管が妨げられることはありません (表 3)。同じメソッドを用いて、同等の結果を得ることができます (図 4)。

表 3. 簡素化された農薬分析のための機器パラメータ。これは他の設定にも同様に適用することができます。

パラメータ	Agilent 7890 の設定値	Agilent Intuvo の設定値
注入量	1 µL	同左
スプリット/スプリットレス注入口	280 °C	同左
パルスドスプリットレス	30 psi, 0.5 分間	同左
パージフロー	0.5 分で 15 mL/min	同左
ガードチップ温度		デフォルト (トラックオープン)
バス温度		デフォルト
カラム	Agilent HP5-MS UI 15 m × 0.25 mm, 0.25 µm	同左
流量	1.3 mL/min (定流量)	同左
オープンプログラム	60 °C (1.5 分間)、50 °C/min で 160 °C まで昇温、8 °C/min で 240 °C まで昇温、50 °C/min で 280 °C まで昇温	同左
MS トランスファライン温度	310 °C	同左
イオン源温度	280 °C	同左
四重極温度	150 °C	同左

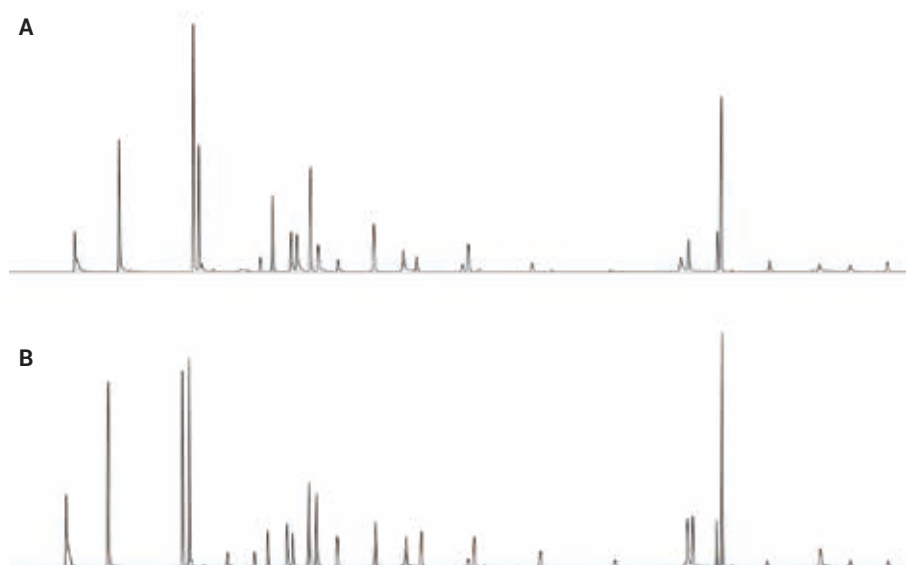


図 4. Agilent Intuvo 9000 GC システム (A) は Agilent 7890 GC システム (B) と同等なピーク形状およびレスポンスを示しました。

e- リキッドの分析

電子タバコに用いられる液体中のニコチン、プロピレングリコール、およびグリセロールの測定法は、国際規格: ISO/CD 20714⁵ として開発中です。GC 流路が不活性であるため、従来の GC システムと Intuvo GC システムで同等性を達成することができます。7890B と Intuvo の両方で同じメソッドパラメータを用いたところ、優れた結果の一致がみられました (表 4 および図 5)。リテンションタイムの差は最大で 0.03 分です (表 5)。

表 4. Agilent 7890 GC システムと Agilent Intuvo 9000 GC システム上で、ISO/CD 20714 に基づくメソッドを評価しました。ガードチップおよびバス温度は Intuvo GC システムの新機能です。

パラメータ	Agilent 7890 の設定値	Agilent Intuvo の設定値
注入量	1 µL	同左
スプリット/スプリットレス注入口	250 °C	同左
スプリット	50:1	同左
ガードチップ温度		デフォルト (トラックオープン)
バス温度		デフォルト
カラム	DB-BAC1 UI 30 m × 0.32 mm, 1.8 µm	同左
流量 (水素)	1.5 mL/min (定流量)	同左
オープンプログラム	100 °C (1 分間)、15 °C/min で 130 °C まで昇温、40 °C/min で 220 °C まで昇温 (10 分間)	同左
水素炎イオン化検出器温度	275 °C	同左
水素	40 mL/min	同左
空気	400 mL/min	同左

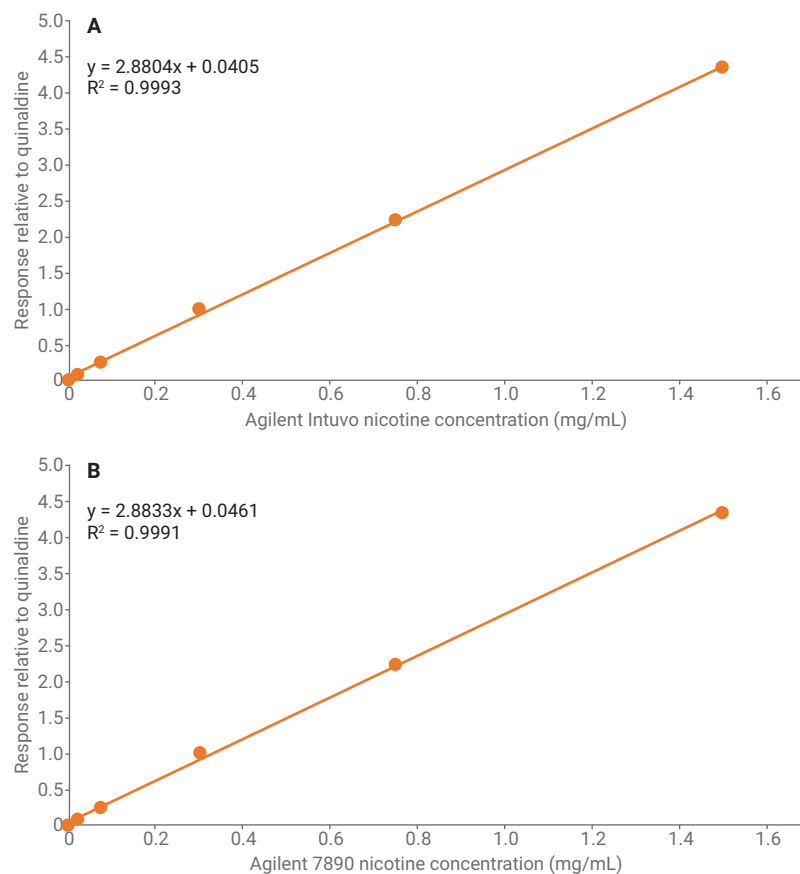


図 5. Agilent Intuvo 9000 GC (A) および Agilent 7890B GC (B) におけるニコチンの検量線は、ほぼ同じ感度を示しています。

表 5. リテンションタイムは Agilent Intuvo および Agilent 7890 GC の両システムで再現性があります。

成分	Agilent Intuvo RT (分)	Agilent 7890 RT (分)
プロピレングリコール	3.34	3.37
ブタンジオール (ISTD 1)	4.31	4.32
グリセロール	5.00	4.98
キナルジン (ISTD 2)	6.87	6.87
ニコチン	7.24	7.26

ASTM D7593: モーターオイルの分析

ディーゼル燃料による潤滑油の汚染は、エンジン故障の恐れやメンテナンスの必要性を示す重要な指標です。重大なエンジン故障を回避するために、高速で堅牢な分析手法が必要です。ASTM メソッド D7593 では、キャピラリガスクロマトグラフィー (GC) を用いて、このようなオイルに含まれるディーゼル燃料を迅速に定量します⁶。Agilent 7890 シリーズ GC および Intuvo 9000 GC を用いたモーターオイルの分析について、アジレントのアプリケー

ションノートで紹介しています^{7, 8}。同じメソッド設定値 (表 6) を用いて、モーターオイルサンプル 5 種についてディーゼル燃料の平均の含有量と測定精度を測定し、2 つの装置間で比較しました (図 6)。両システムで高品質の結果とシステム堅牢性を得るための鍵は、重いサンプルマトリックスを取り除くバックフラッシュ技術を使用することでした。Intuvo のスマート流路コンポーネントにより、バックフラッシュ

ハードウェア設定とルーチン操作の両方を簡素化しつつ、7890 と同じ卓越した性能を実現することができます。

表 6. Agilent 7890 および Intuvo GC システムでのモーターオイルの分析

パラメータ	7890 の設定値	Intuvo の設定値
注入口ライナ	ガラスウール付きウルトラライナート (5190-2295)	同左
注入量	0.5 µL	同左
スプリット/スプリットレス注入口	350 °C	同左
スプリット注入	100 mL/min	同左
ガードチップ温度		デフォルト (トラックオープン)
バス温度		デフォルト
カラム	DB-1UI 15 m × 0.25 mm, 0.25 µm (122-0112UI)	122-0112UI-INT
流量	10 mL/min (定流量)	同左
オープンプログラム	40 °C (0.5 分間)、 150 °C/min で 350 °C まで昇温 (0.5 分間)	同左
水素炎イオン化検出器温度	350 °C	同左
カラムバックフラッシュ後	2 ウェイスプリッタおよびメークアップ (G3180B) 不活性フューズドシリカ、 0.43 cm × 内径 0.1 mm (160-2635-5) Aux EPC: ヘリウム、27 psig、1.45 分間 Aux EPC: 1.45 分時点でバックフラッシュ、 80 psig 分析終了まで	D1 カラムバックフラッシュ後フローチップ (G4588-60302) PSD 1: ヘリウム、27 psig、1.49 分間 PSD 1: 1.49 分時点でバックフラッシュ、 80 psig 分析終了まで PSD 1: ベント流量 5 mL/min

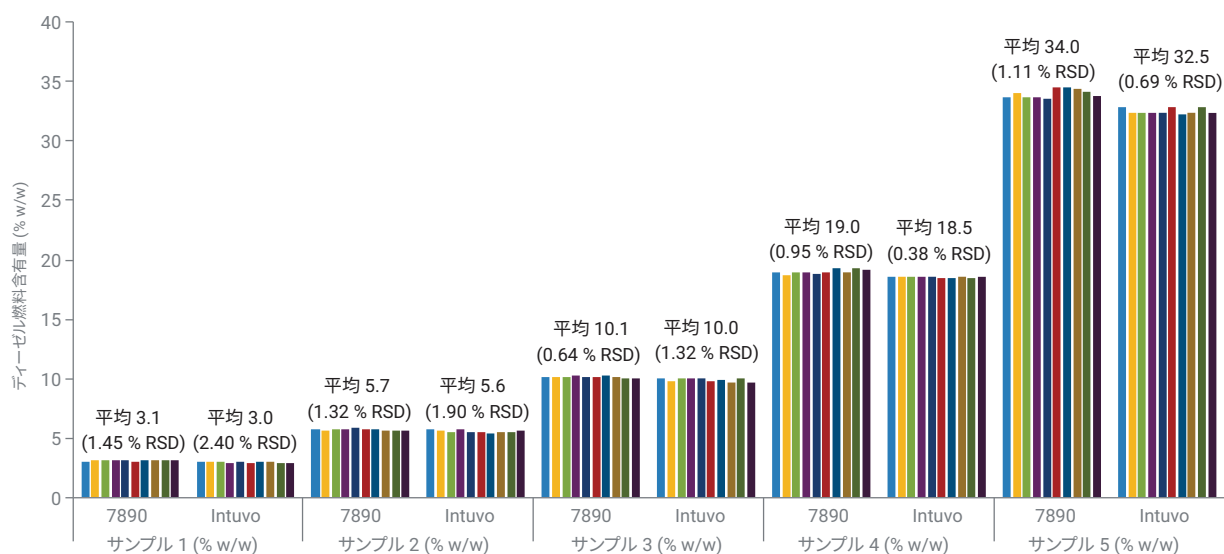


図 6. 7890 と Intuvo によるモーターオイル分析結果の比較

エンドリンと DDT の分析

エンドリンと DDT は土壌や水のサンプル中によく存在する農薬であり、この 2 種の分析は、多くのコントラクトラボの成功にとってきわめて重要です。エンドリンや DDT の分解レベルをメソッド限界未満 (通常は 20 % 未満) に維持することができれば、メンテナンスやキャリブレーションの合間に分析できるサンプル数に良い影響を与えることができます。エンドリンは高温で、エンドリンアルデヒドおよびエンドリンケンへの異性化の影響を受けやすくなります。したがって、エンドリンや DDT を含むサンプルを分析するためには、機器全体にわたり流体の導管として働く Intuvo GC システムのバス温度を最適化する必要があります。熱に不安定な分析対象物を含むメソッドを最適化する場合、許容可能な結果を得るためにデフォルトのバス温度を下げる必要がある場合があります。2 つの異なるバス温度でのエンドリンと DDT の分解を評価することで、バス温度の適切な設定が重要であることがわかります。バス温度 320 °C で開始したところ、分解レベルは許容不能となりました。バス温度を下げたところ、260 °C では最適な分解レベルが達成されました (図 8)。

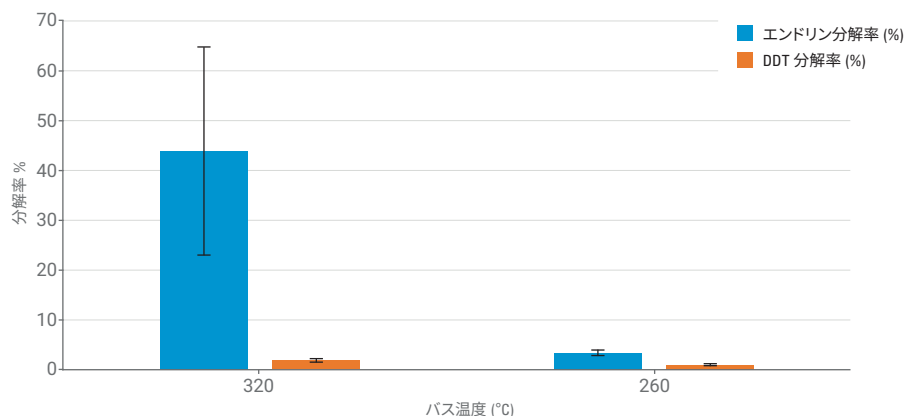


図 8. バス温度を 320 °C から 260 °C に下げると、エンドリンおよび DDT の分解率は 10 % 未満に低下します。

結論

Agilent Intuvo 9000 GC システムは、画期的な GC テクノロジーに基づいたシステムであり、従来の GC システムのメソッドも簡単に移行することが可能です。スプリット/スプリットレスおよびマルチモード注入口パラメータ、キャピラリーカラム固定相、オープン温度プログラム、および検出器設定値は、移管しても変わりません。追加する設定はわずかで、ソフトウェア操作や検出器操作は同じです。GC プラットフォームが変わっても、Agilent MassHunter、CDS ChemStation および Agilent OpenLab の操作は変わりません。

従来のメソッドを Intuvo へ移管する際の考慮点を以下に示します。

- 従来のメソッドは Intuvo のメソッドとして十分検討ができます。ほとんどの設定を移行できます。
- より分析が難しいサンプルにはガードチップを選択し、高純度サンプルにはジャンパーチップを選択します。
- 既存のメソッドによる結果とほぼ同等の結果を得るには、自動設定されるガードチップおよびジャンパーチップのデフォルトを用いてください。
- 熱に不安定な化合物を分析する場合は、バスヒーターアセンブリの設定温度をデフォルト設定からわずかに低い温度 (例: 20 °C 以下) に手動設定することを検討してください。
- ヘッドスペースまたはパージ & トラップによって揮発性物質を測定する場合は、ジャンパーチップを定温設定することを確認してください。

参考文献

1. E. Denoyer, R. Veeneman. メソッド移管の簡素化, *Agilent Technologies Technical Overview*, publication number 5991-9149JAJP, April **2018**.
2. M. Giardina. Analysis of Semivolatile Organic Compounds Using the Agilent Intuvo 9000 Gas Chromatograph, *Agilent Technologies Application Note*, publication number 5991-7256EN, September **2016**.
3. R. Veeneman. デュアルプラズマ化学発光硫黄検出器と Agilent Intuvo 9000 GC システムによる ASTM D5623 に準拠した軽油中の硫黄化合物の検出, *Agilent Technologies Application Note*, publication number 5991-7215JAJP, September **2016**.
4. R. Veeneman, J. Stevens. Agilent Intuvo 9000 GC および Agilent 7000 シリーズ質量分析計による多成分残留農薬の分析, *Agilent Technologies Application Note*, publication number 5991-7216JAJP, September **2016**.
5. F. David, *et al.* Determination of Nicotine, Propylene Glycol, and Glycerol in E-Liquids According to ISO/CD 20714 Using the Agilent 9000 Intuvo GC, *Agilent Technologies Application Note*, publication number 5991-8990EN, **2018**.
6. ASTM D7593-14, Standard Test Method for Determination of Fuel Dilution for In-Service Engine Oils by Gas Chromatography, *ASTM International*, West Conshohocken, PA, **2014**. www.astm.org.
7. McCurry, J.; Beard, K. ASTM D7593 – Analysis of Diesel for In-Service Motor Oils, *Agilent Technologies Application Brief*, publication number 5991-9279EN, April **2018**.
8. Beard, K.; McCurry, J. Gas Chromatographic Analysis of Diesel Fuel Dilution for In-Service Motor Oil Using ASTM Method D7593, *Agilent Technologies Application Note*, publication number 5991-9278EN, April **2018**.

ホームページ

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

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, June 8, 2018
5991-9150JAJP

