

# Agilent J&W DB-HeavyWAX GC カラムを用いた 7890 GC および Intuvo 9000 での電子タバコリキッドの分析

## 著者

Vanessa Abercrombie  
Agilent Technologies, Inc.

## 概要

このアプリケーションノートでは、Agilent J&W DB-HeavyWAX GC カラムを用いて、Agilent 7890 および Agilent Intuvo 9000 ガスクロマトグラフで電子タバコリキッドを分析します。電子タバコリキッドには多くのフルーツフレーバ成分が含まれていることがあり、これらをカラムから溶出させるには、高い最終温度または長い分析時間が必要になります。DB-HeavyWAX は熱安定性が向上しており、等温分析時は最高 280 °C、昇温分析時は最高 290 °C で使用できます。そのため、溶出時間の遅い化合物や沸点の高い化合物でも効率的に分析できます。

## はじめに

ベイピングとも呼ばれる電子タバコが普及するにつれて、電子タバコリキッドに含まれる化合物の分析も一般的になりつつあります。電子タバコリキッドは、バッテリー式加熱ヒーターで加熱するとエアロゾルになります<sup>1</sup>。液体混合物中の主成分は、プロピレングリコールとグリセロールの2種類です<sup>2</sup>。主成分に加えて、ニコチンやフレーバ成分を含む場合もあり、メントとフルーツフレーバが最も人気のある成分です。フルーツフレーバ成分には沸点の高い化合物もあり、GC カラムから溶出させるには従来の WAX タイプカラムでは 250 °C で最終ホールド時間を長くする必要があります。最終ホールド時間を長くしないと、次の注入でのキャリーオーバーの可能性や干渉の問題が発生することがあります。

DB-HeavyWAX は、従来の WAX タイプカラムと比べて温度上限が高く、等温分析時の温度が 250 °C から 280 °C まで引き上げられています。この高い温度上限により、カラムの固定相を損傷せずに沸点の高い化合物の分析が可能になります<sup>3</sup>。DB-HeavyWAX の高い温度上限を利用することにより、キャリーオーバーや干渉のリスクが低減し、注入間の再現性が向上します。

電子タバコが普及するにつれて、Intuvo 9000 GC が実現するようなハイスループット分析が必要になっています。平面的なカラムデザインにより、効率的な加熱と最大 250 °C/分の昇温速度が可能になり、その結果、高速での GC 分析が実現します。Intuvo 9000 GC で DB-HeavyWAX を用いると、電子タバコリキッドの成分を高速で分析でき、再現性も向上します。

## 試薬と実験方法

スプリット/スプリットレス 注入口付き Agilent 7890 GC、スプリット/スプリットレス 注入口付き Agilent Intuvo 9000 GC/FID、Agilent 7693 サンプラと MassHunter 制御ソフトウェアを用いて GC/MSD 分析を実施しました。

## 分析条件

7890 GC 分析条件	
カラム	J&W DB-HeavyWAX, 60 m × 0.25 mm, 0.25 µm (p/n 122-7162)
キャリアガス	ヘリウム、定流量、2.0 mL/min
オープン	60 °C (2.0 分間)、10 °C/分で 250 °C まで昇温 (15.0 分間) 60 °C (2.0 分間)、10 °C/分で 280 °C まで昇温 (15.0 分間)
注入口	スプリットモード、250 °C、スプリット比 50:1
注入口ライナ	ウルトラライナート、スプリット、低圧力損失、ガラスウール (p/n 5190-2295)
GC/FID	7890B GC、5977 MSD 付
サンプラ	Agilent 7693 オートサンプラ
Intuvo 9000 GC 条件	
カラム	Agilent J&W DB-HeavyWAX Intuvo GC カラムモジュール、30 m × 0.25 mm, 0.25 µm (p/n 122-7132-INT)
キャリアガス	ヘリウム、定流量、2 mL/min
オープン	60 °C (2.0 分間)、10 °C/分で 250 °C まで昇温 (15.0 分間) 60 °C (2.0 分間)、250 °C/分で 280 °C まで昇温 (5.0 分間)
注入口	スプリットモード、250 °C、スプリット比 50:1
注入口ライナ	ウルトラライナート、スプリット、低圧力損失、ガラスウール (p/n 5190-2295)
ガードチップ	ガードチップ、Intuvo スプリット/スプリットレス (p/n G4587-60565) 250 °C 等温
バス温度	250 °C
GC/FID	Intuvo 9000 GC、5977 MSD 付
サンプラ	7693 オートサンプラ
消耗品	
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)
バイアルキャップ	9 mm 青色スクリュキャップ、PTFE/RS (p/n 5185-5820、500 個入り)
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)
ゴールドシール (7980)	ウルトラライナートゴールドシール (p/n 5190-6145、10 個)
ガードチップ	ガードチップ、Intuvo スプリット/スプリットレス (p/n G4587-60565)
フローチップ	Intuvo 注入口チップ (p/n G4581-60031) フローチップ、Intuvo、D1 (p/n G4581-60032) 検出器 tail、Intuvo、FID または TCD (p/n G4583-60331)
注入口/FID (7890)	85:15 ポリイミド: グラファイトフェラル (p/n 5062-3508、10 個)
注入口/FID (Intuvo)	ポリイミド Intuvo ガスケット (p/n 5190-9072)

## サンプル前処理

電子タバコリキッドサンプルは市販品を購入し、イソプロピルアルコール (シグマ) で 10:1 に調製して、スプリットモードで注入しました。

## 結果と考察

図 1 は、10 mg のニコチンを含む電子タバコリキッドのフレーバ A サンプルを 7890 GC/FID で分析した結果です。図 2 は、2.5 mg のニコチンを含む電子タバコリキッドのフレーバ B サ

ンプルを分析した結果です。電子タバコリキッドの成分は質量分析によって確認し、NIST14 EI 質量スペクトルデータベースのライブラリ検索により同定しました。

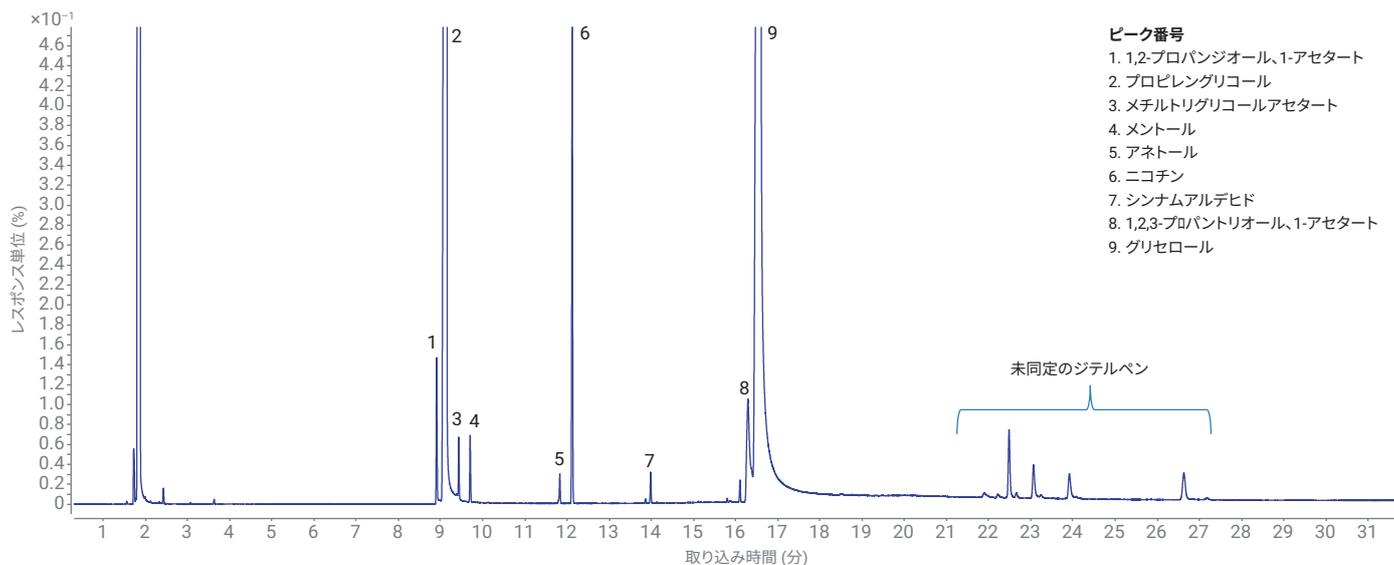


図 1. 7890 GC および DB-HeavyWAX カラムを用いて最終温度 250 °C で分析したフレーバ A の電子タバコリキッドサンプル

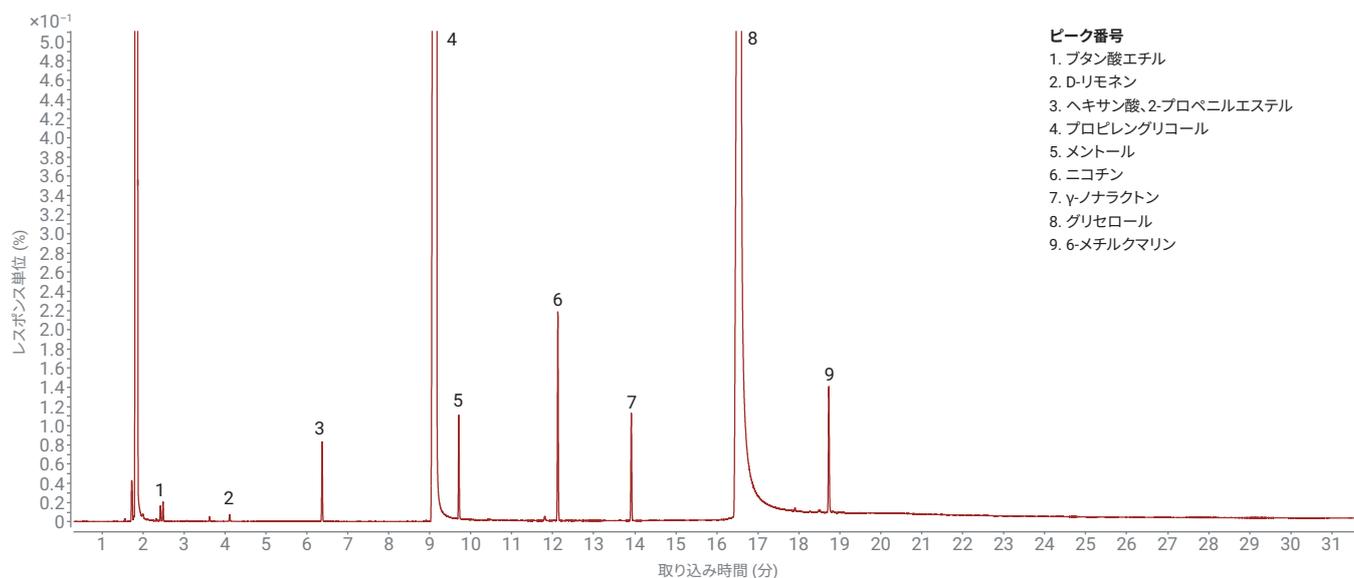


図 2. 7890 GC および DB-HeavyWAX カラムを用いて最終温度 250 °C で分析したフレーバ B の電子タバコリキッドサンプル

DB-HeavyWAX は温度上限を等温分析時 280 °C、昇温分析時 290 °C まで引き上げ、図 3 に示すように、最終温度の 280 °C でも低ブリードを維持します。カラムブリードの低下は、DB-HeavyWAX の熱安定性の向上によるもので、高温でも後に溶出する化合物を高い感度で分析することができます。

### Intuvo 9000 GC との同等性

同じメソッドを、Intuvo 9000 GC と 7890 GC で用いました。ただし、7890 GC にはないガードチップは例外です。Intuvo 9000 は平面的なカラムデザインで、クイック接続ができます。従来の 7 インチケージの 7890 GC 対応の DB-HeavyWAX と平面的なカラムデザインの Intuvo 9000 対応の DB-HeavyWAX で、同じ電子タバコリキッドサンプルを分析し

ました。温度プログラム、圧力設定、カラムの固定相、カラム寸法は同一のものを、Intuvo 9000 と 7890 GC 分析に用いました。図 4 に示したように、同一条件下では、2 つのクロマトグラムにおいて時間とピークの高さの区別がほとんど付きません。

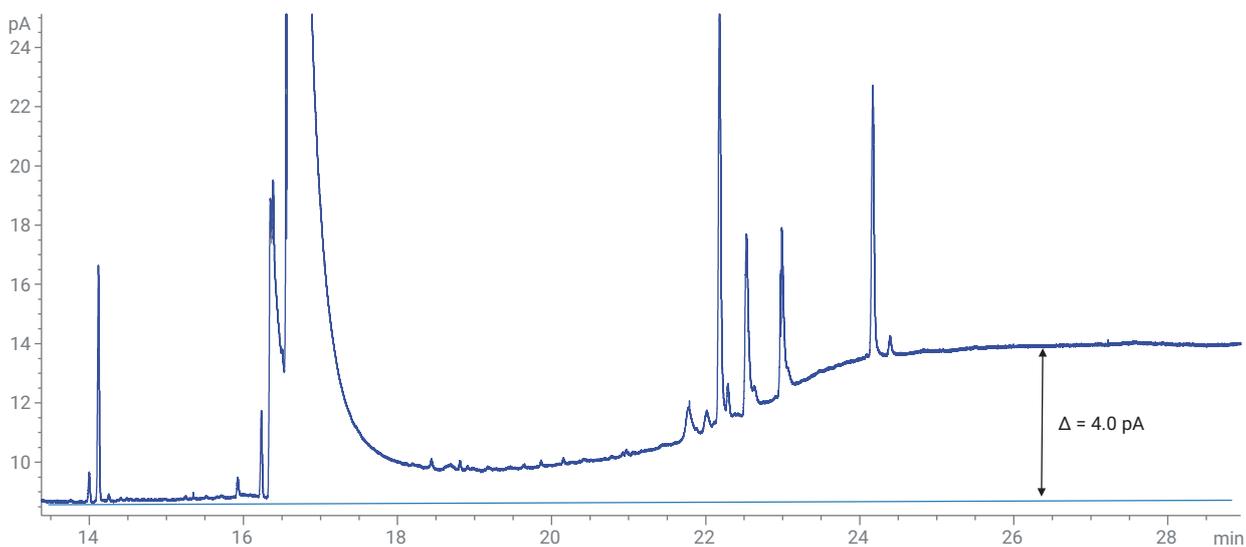


図 3. DB-HeavyWAX カラムで分析したフレーバ A の電子タバコリキッドサンプル: 14~30 分の拡大図。280 °C でブリードはわずか 4 pA

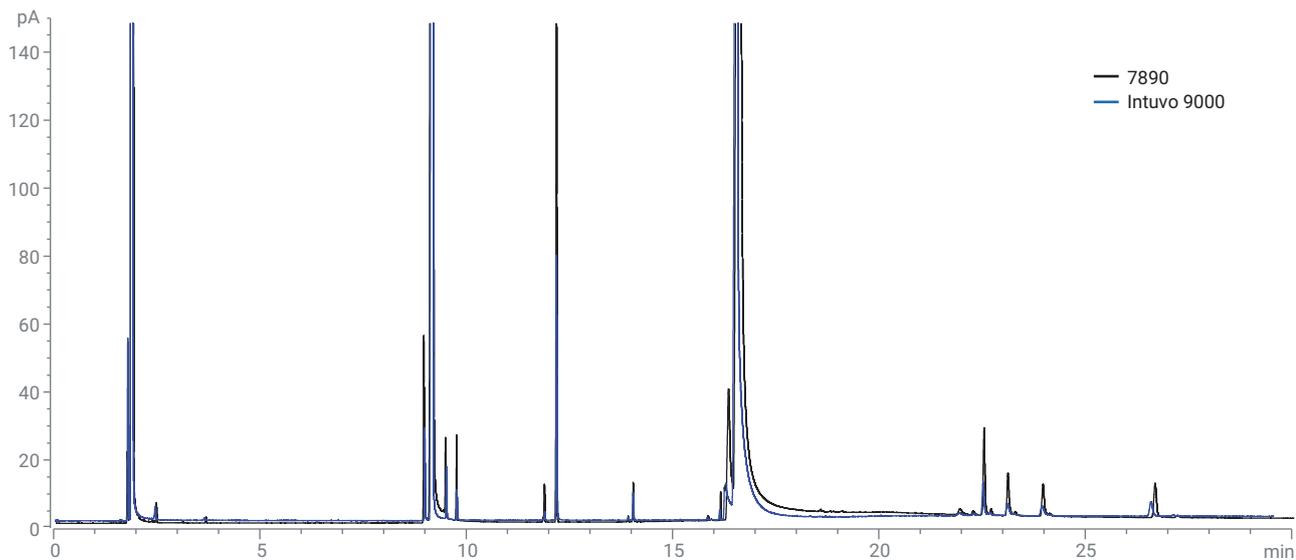


図 4. DB-HeavyWAX GC カラムを用いて 7890 GC または Intuvo 9000 GC で分析したフレーバ A の電子タバコリキッドサンプル

さらに、Intuvo 9000 GC の高速で昇温できる性能により、電子タバコリキッドの分析時間が大幅に短縮されました。図 5 に示したように、Intuvo 9000 GC で、最大の昇温速度 250 °C/分 で分析することにより、分析時間が 20 分から 10 分に短縮できました。

DB-HeavyWAX はカラムへのダメージなしに、昇温分析時の最大温度 290 °C を、短時間持続することができます。図 6 に示したように、Intuvo 9000 GC の高速の昇温速度と、DB-HeavyWAX での昇温分析時の最高温度 290 °C を合わせると、分析時間を 6 分未満に短縮できました。DB-HeavyWAX は、カラムブリードを大幅に増大させることなく、最終

温度 290 °C で使用可能です。カラムブリードは、最終温度 280 °C での 4 pA (図 3) から、最終温度 290 °C では 10.5 pA (図 6) に上がっただけで、DB-HeavyWAX の熱安定性の向上が明確に示されました。

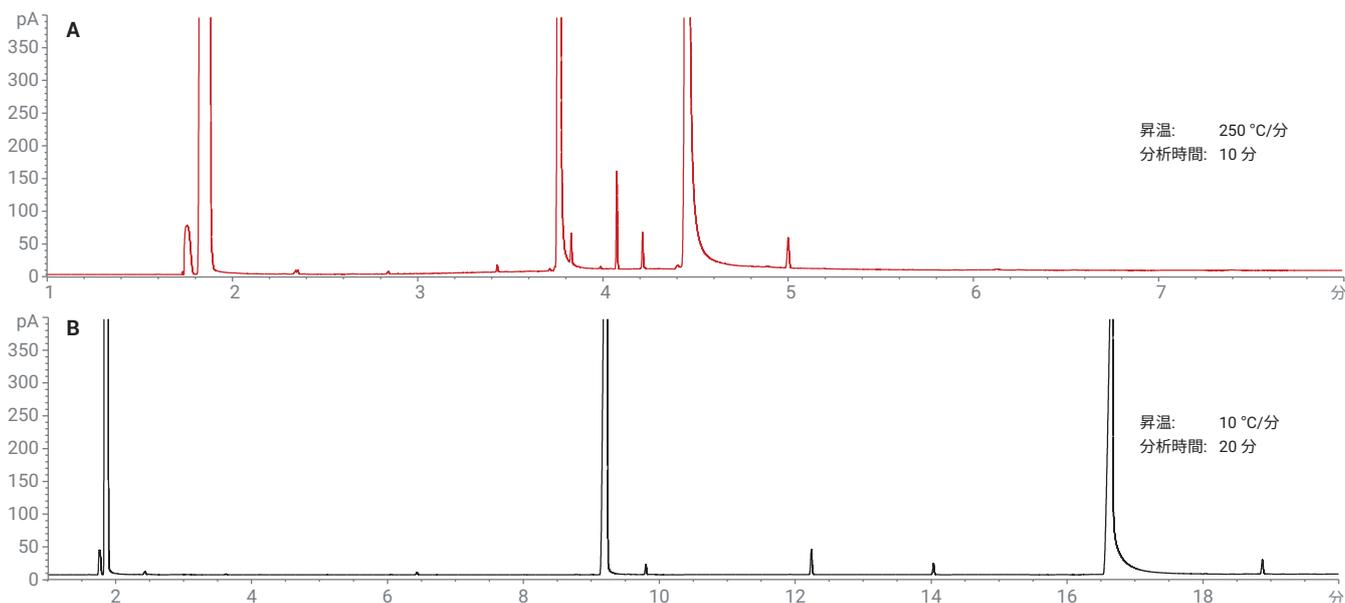


図 5. Intuvo 9000 GC と DB-HeavyWAX カラムを用いて最終温度 280 °C、昇温速度 10 °C/分または 250 °C/分で分析したフレーバ B の電子タバコリキッドサンプル

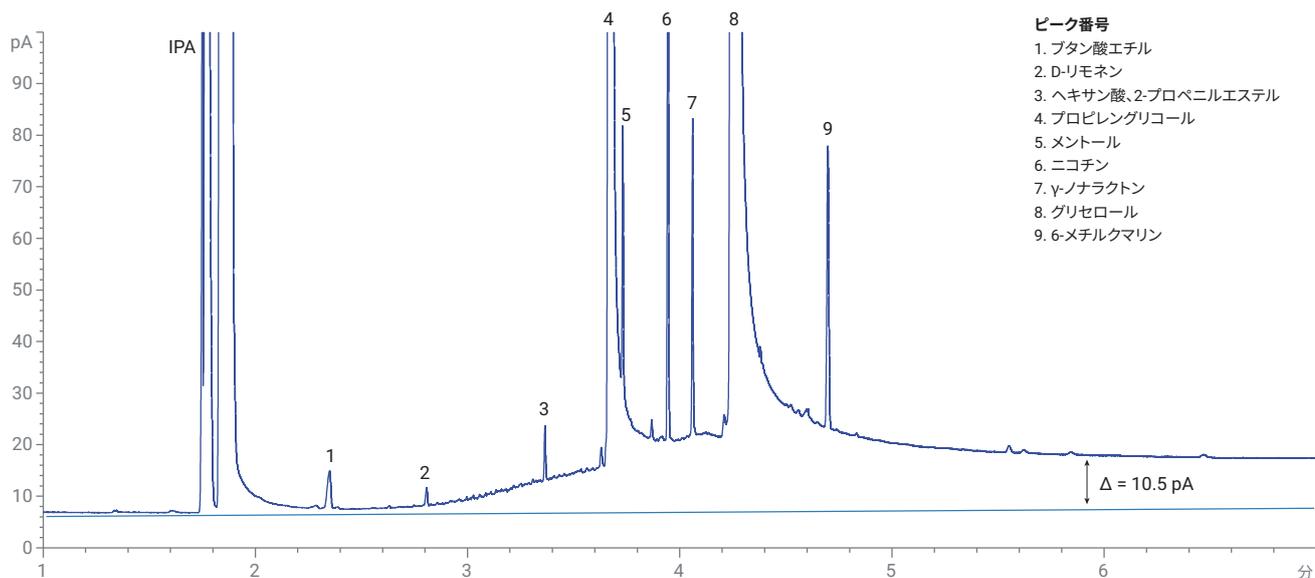


図 6. Intuvo 9000 GC と DB-HeavyWAX カラムを用いて最終温度 290 °C で分析したフレーバ B の電子タバコリキッドサンプル

## 結論

DB-HeavyWAX を用いて 7890 GC および Intuvo 9000 GC で電子タバコリキッドを分析し、同等の結果が得られました。DB-HeavyWAXの熱安定性の向上により、温度上限が等温分析時 280 °C、昇温分析時 290 °C に引き上げられ、電子タバコリキッドに含まれる溶出の遅い化合物を高感度で分析することができます。さらに、Intuvo 9000 での高速の昇温速度 250 °C/分と、DB-HeavyWAX での昇温分析時の最高温度 290 °C を用いることで、分析時間を全体で 6 分未満に短縮できました。

## 参考文献

1. C. Sandy. Qualitative analysis of e-cigarette liquids using gas chromatography / mass spectrometry. *Agilent Technologies Application Note*, publication number 5991-6412EN, **2015**.
2. F. David, B. D' Haenens, C. Devos. Determination of nicotine, propylene glycol, and glycerol in e-liquids according to ISO/CD 20714 using an Agilent Intuvo 9000. *Agilent Technologies Application Note*, publication number 5991-8990EN, **2018**.
3. V. Abercrombie, L. Provoost. Increased Thermal Stability and Maximum Temperature of the Agilent J&W DB-HeavyWAX Column. *Agilent Technologies Application Note*, publication number 5991-9035EN, **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

**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, July 12, 2018  
5994-0062JAJP