

Agilent 8890 GC システムによる蒸留酒の分析

著者

Brent Casper
Agilent Technologies, Inc.
Wilmington, DE, USA.

概要

蒸留酒はサンプルマトリックス中の水成分が多いため、ガスクロマトグラフィー (GC) による分析が非常に困難なアプリケーションです。サンプル中の水によって GC カラムの寿命が短くなるため、注入口やカラムを頻繁にメンテナンスしなければなりません。このアプリケーションノートでは、蒸留酒の繰り返し分析を高精度で実行する Agilent 8890 GC システムと Agilent J&W DB-WAX UI カラムの能力を実証します。

はじめに

過去数年間で米国のバーボンウィスキーの人氣が高まっており、需要増に対応するために、全米各地で蒸留所が急増しています。バーボンウィスキーの生産量増加により、蒸留酒を短時間で、かつ高い再現性で分析する必要が生じました。

従来から、蒸留酒は水分が非常に多い(40～80%)¹ため、GCによる分析は困難であるとされています。通常、このような水分の多いサンプルの分析では、多くのサンプル前処理や液体クロマトグラフィー (LC)²の使用が必要です。GCで蒸留酒を分析する場合、一般的に極性ポリエチレングリコール (PEG) カラムを使用して分離します。しかし、アルコールや水分の多いマトリックスを含むサンプルを繰り返し注入すると、極性 PEG カラムは劣化しやすくなります。このため、注入口やカラムを頻繁にメンテナンスしなければなりません³。

このアプリケーションノートは、8890 GC システムで J&W DB-WAX UI GC カラムを用いた蒸留酒の分析を紹介します。ワークフローには希釈なしのバーボンウィスキーの繰り返し注入が含まれています。これにより、分析困難なマトリックスを含む複雑なサンプルを分析し、リテンションタイムと面積精度を維持する 8890 GC の能力を実証します。

実験方法

テストサンプル

ウッドフォードリザーブディスティラーズセレクトバーボンウィスキー (以降バーボンウィスキー) は蒸留酒を販売している地域の小売店で購入しました。次に、希釈なしのバーボンウィスキーサンプルを 250 µL バイアルインサート付きの 2 mL のオートサンブラバイアルに移して GC に注入しました。

表 1. GC メソッドの条件

メソッドパラメータ	
ガスクロマトグラフ	8890 シリーズ GC
ソフトウェア	OpenLab CDS 2.2
オートサンブラ	Agilent 7693A シリーズオートサンブラ (注入量 1 µL)
注入口 (スプリット/スプリットレス)	250 °C、50:1 スプリット
カラム	Agilent J&W DB-WAX UI カラム (p/n 122-7032UI)
カラム流量	2.0 mL/min (定流量)
オープン	40 °C (4 分間保持)、 5 °C/min で 100 °C まで昇温 (保持しない)、 10 °C/min で 200 °C まで昇温 (保持しない) メソッド時間: 26 分
FID	250 °C 400 mL/min 空気 30 mL/min 水素 25 mL/min 窒素

表 2. 使用したアジレントの消耗品のリスト

消耗品	部品番号
セプタム付きスクリュウキャップ	5185-5820
2 mL スクリューバイアル	5182-0716
バイアルインサート (250 µL)	5181-8872
ALS シリンジ、青、10 µL、PTFE ブラウンジャ	G4513-80203
不活性セプタム、高性能グリーン	5183-4759
インレット用ライナ O-リング、ノンスティック	5188-5365
不活性ライナ、ウルトラライナート、スプリット、低圧力損失	5190-2295
J&W DB-WAX ウルトラライナート、30 m × 0.25 mm、0.25 µm カラム	122-7032UI
J&W DB-WAX ウルトラライナート、20 m × 0.18 mm、0.18 µm カラム	121-7022UI

装置構成

バーボンウィスキーは、水素炎イオン化検出器 (FID) を搭載した 8890 GC で分析しました。スプリット/スプリットレス注入口をスプリットモードで使用しました。ヘリウムキャリアガスを定流量モードで使用しました。表 1 は詳細なメソッドパラメータを、表 2 は消耗品のリストを示しています。

結果と考察

図1は、GC/FIDによる希釈なしのバーボンウィスキーの分析のクロマトグラム例を示しています。サンプルはエタノール成分が多いため(45%)、エタノールピーク(ピーク3)が微量な成分よりもはるかに大きく示されています。J&W DB-WAX UI カラムの使用により、他の分析困難な対象成分で優れたピーク形状が得られました。微量に存在する他の成分には、アルコール類、エステル類、有機酸類があります。バーボンウィスキーに含まれるこれらの微

量構成成分が、多様で複雑な香りを創り出します¹。

バーボン中にはさまざまな分析対象成分が存在するため、繰り返し分析を行うときは不活性なGC流路が必要となります。J&W DB-WAX UI カラムを使用すると、カラムを繰り返しメンテナンスすることなく、希釈なしのバーボンウィスキーを複数回注入して分析できます。

安定性の確認は、バーボンウィスキーを繰り返し注入して実施しました。図2は、バーボン

サンプルの1回目と400回目の注入のFIDクロマトグラムを重ねたものです。図2から、リテンションタイムの安定性とピーク形状が400回の注入にわたり一定に保たれたことが分かります。これは8890 GCシステムとJ&W DB-WAX UI カラムの堅牢性を示しています。400回目の繰り返し注入後、酢酸(ピーク7)のようなクロマトグラフィーでの分析が困難な成分についても、ピークテーリングが極めて小さいことが観察されました。

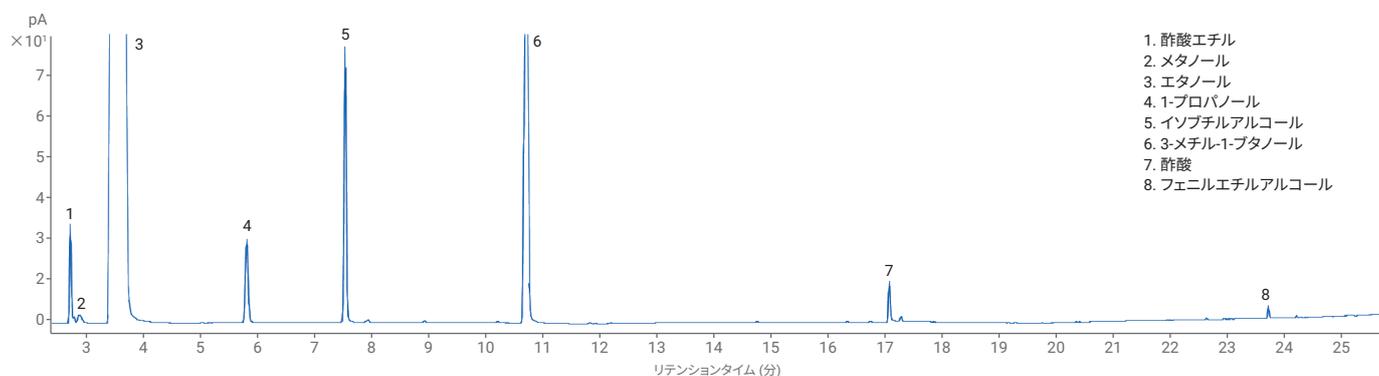


図1. バーボンウィスキーの分析のクロマトグラム例

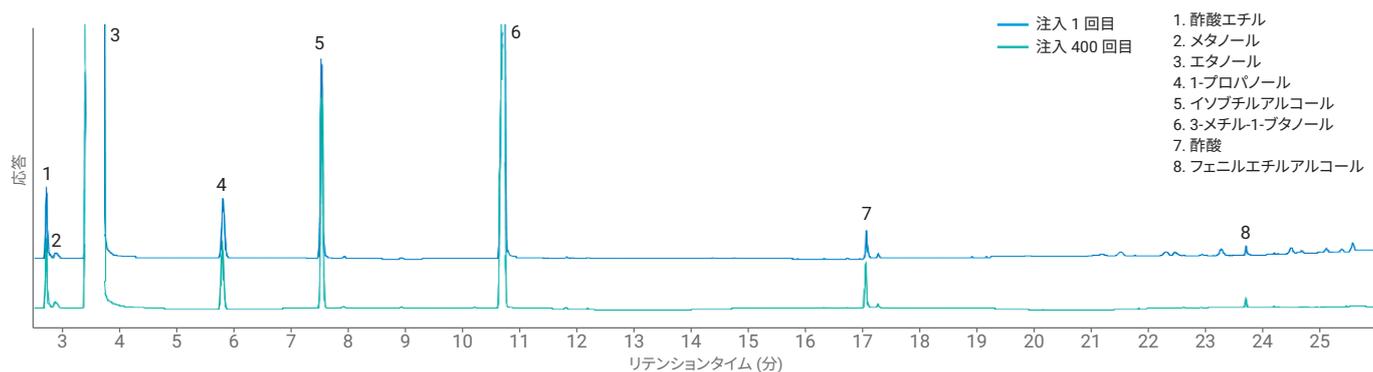


図2. バーボンウィスキーの1回目と400回目の注入のクロマトグラムを重ねた例

別の一連の実験では、蒸留酒分析に必要なGC分析時間の短縮によって、スループットの向上を図りました。分析時間を短縮するために、2つの異なる手法を調べました。最初に、内径(id)がより小さく固定相が類似したカラムを取り付けました。次に、水素キャリアガスを使用しました。表3は、内径が小さいカラムで使用したメソッドパラメータを、キャリアガスがヘリウムの場合と水素の場合のそれぞれについて示しています。30 m × 0.25 mm、0.25 μm カラムから 20 m × 0.18 mm、0.18 μm カラムへのメソッドトランスレーションには、メソッドトランスレータを使用しました。

図3は、ヘリウムキャリアガスと内径がより小さい0.18 mmのカラムを使用してバーボンウィスキーを分析した結果です。内径がより小さいカラムを使用すると、分析時間は元の26分から19分に短縮されました。分析時間が短縮されても、分析対象成分について良好なピーク形状が得られました。例えば、図3でピーク7として示された有機酸です。

また、ヘリウムキャリアガスから水素キャリアガスに切り替えることにより、蒸留酒の分析時間をさらに12.8分に短縮できました。図4は20 m × 0.18 mm、0.18 μm カラムと水素キャリアガスを使用した場合のクロマトグラムを示しています。水素キャリアガスと内径が小さいカラムへ変更することで、分析対象成分のピーク形状を維持しつつ、元の分析時間(図1)を半分(26分から13分)に短縮することが可能になります。

表3. 内径 0.180 mm カラムでの分析のメソッド条件

	ヘリウムキャリアガス	水素キャリアガス
注入口 (スプリット/スプリットレス)	250 °C、200:1 スプリット	250 °C、200:1 スプリット
カラム	J&W DB-WAX UI (p/n 121-7022UI)	J&W DB-WAX UI (p/n 121-7022UI)
カラム流量	1.0 mL/min (定流量)	1.2 mL/min (定流量)
オープン	40 °C (4 分間保持)、 8.8 °C/min で 100 °C まで昇温 (保持なし)、 17 °C/min で 200 °C まで昇温 (2.3 分間保持) メソッド時間: 19.01 分	40 °C (2.67 分間保持)、 13 °C/min で 100 °C まで昇温 (保持なし)、 25 °C/min で 200 °C まで昇温 (1.54 分間保持) メソッド時間: 12.83 分
FID	250 °C 400 mL/min 空気 30 mL/min 水素 25 mL/min 窒素	250 °C 400 mL/min 空気 30 mL/min 水素 25 mL/min 窒素

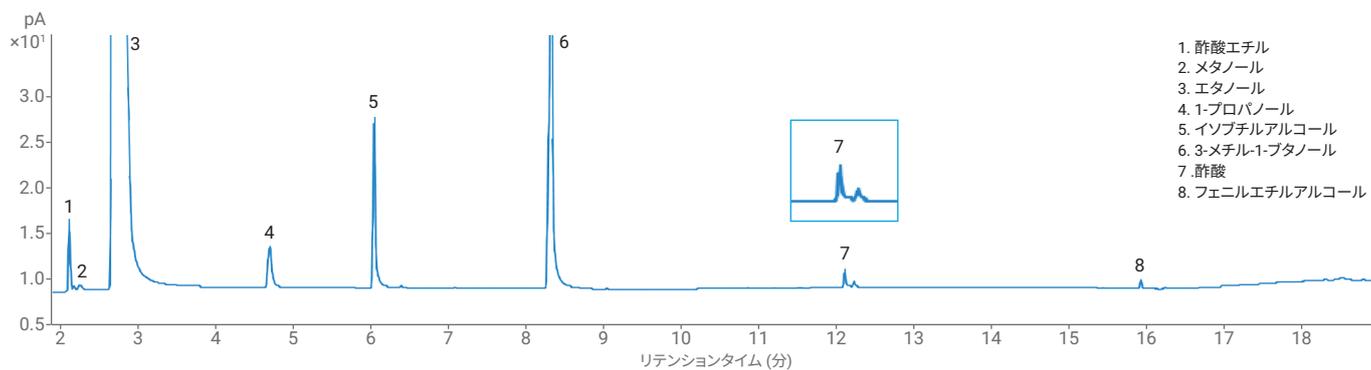


図3. 内径 0.180 mm カラムとヘリウムキャリアガスによるバーボンウィスキーの分析

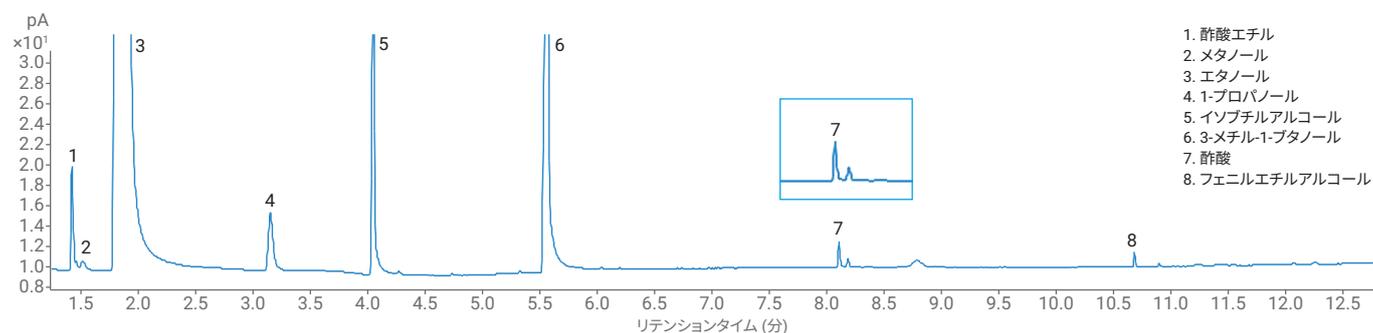


図 4. 内径 0.180 mm カラムと水素キャリアガスによるバーボンウィスキーの分析

結論

蒸留酒などの水を含んだサンプルの GC 分析には、特有の難しさがあります。8890 GC システムと J&W DB-WAX UI カラムにより、400 回の含水サンプル注入にわたって再現性の高い結果を得られる不活性な流路を実現できることが実証されました。さらに、メソッドトランスレーションと内径が小さいカラムを用いるだけで、分析時間を短縮してサンプルスループレットを高めることも可能です。

参考文献

1. Analysis of Distilled Spirits Using an Agilent J&W DB-WAX Ultra Inert Capillary GC Column. *Agilent Technologies Application Note*, publication 5991-6638EN (2016)
2. Ng, L.; Lafontaine, P.; Harnois, J. Gas Chromatographic-Mass Spectrometric Analysis of Acids and Phenols in Distilled Alcohol Beverages. Application of Anion-Exchange Disk Extraction Combined with In-Vial Solution and Silylation, *J. Chromatogr.A* **2000**, 873(1), 29–38.
3. MacNamara, K.; Lee, M.; Robbat Jr., A. Rapid Gas Chromatographic Analysis of Less Abundant Compounds in Distilled Spirits by Direct Injection with Ethanol-Water Venting and Mass Spectrometric Data Deconvolution. *J. Chromatogr.A* **2010**, 1217(1), 136–142.
4. Fitzgerald, G.; *et al.* Characterization of Whiskeys Using Solid-Phase Microextraction with Gas Chromatography-Mass Spectrometry. *J. Chromatogr.A* **2000**, 896(1–2), 351–359.

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, December 7, 2018
5994-0487JAJP