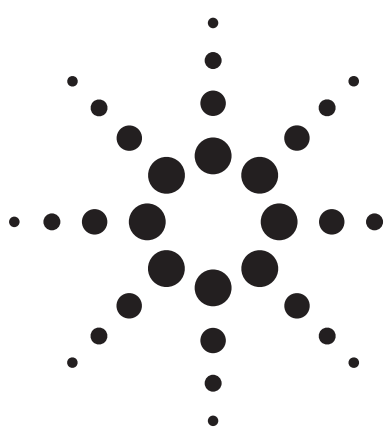


Agilent J&W Ultra Inert GCカラム: 活性のある分析対象成分に 取り組むための新しいツール



技術概要

はじめに

QCテストプローブ(この場合、テストに用いられる化合物を指す)は、最新のGCカラムの再現性の保証において重要な機能を果たします。これらのプローブは、カラムが正しく不活性化処理され、適切な量の固定相を含み、最後に購入したカラムと同じ相対保持を持つことを保証します。これらの試験混合物中の個々の化合物の選択肢は多様であり、エンドユーザが混乱する可能性もありますが、これらの選択肢はユーザのアプリケーションにおけるカラムの性能に深い因果関係を持つ場合があります。

テスト

理想的なカラムテストでは、エンドユーザのメソッドに似た条件下で、要求の厳しい化合物に対し測定が行われます。残念ながら、すべてのカラムでクロマトグラフィー的にみて活性のある化合物をすべてテストすることは現実的ではありません。実際のサンプルに見られる、クロマトグラフィー的に活性のある化合物(すなわち酸と塩基)と同様の活性官能基を持つ分析対象成分をプロキシプローブとして割り当てるのが妥当です。これらのプローブは、カラムの絶対保持、カラムの相対保持、および活性のある分析対象成分に対するカラムの動作が十分であることを示す必要があります。

絶対保持は、保持比 k' によって測定されます。これらの測定は、一般にQC試験混合物中の直鎖炭化水素または脂肪酸メチルエステルを用いて行われます。この測定値の幅を狭い範囲におさめられれば、カラム間のリテンションタイムの安定性を確保するのに役立ちます。

相対保持は、一般にKovatのリテンションインデックスによって決められます。これらは、同族系列におけるの2つの化合物

間での化合物の位置を対数で表すことによって得られます。最もよく使用される系列は、直鎖の炭化水素の系列です。 k' と共に特定の化合物に対してこの数値の変動幅を狭い範囲に保てれば、リテンションタイムの安定性が確保されます。

カラムの活性度は、問題のある化合物に関してカラムが好ましくない効果を示すことによって確認できます。これらの相互作用は、通常は酸、塩基、または強い水素結合によるものです。劣悪な動作は、テーリングピークまたはピークレスポンスの低減によって示されます。この両方の現象はピーク面積の不正確な計算結果に通じるため、対象の活性化化合物の定量が不正確になります。

プローブの選択が重要

ほとんどのカラム製造業者は、試験混合物中に、有機酸(置換フェノールなど)、塩基(有機アミンなど)、およびアルコールを不活性プローブ(アルカンなど)と共に含むようにします。不活性プローブが優れたピーク形状を示すと想定した場合、酸のテーリングやレスポンスの減少、消失は、カラムが塩基性であることを示します。塩基に対する劣悪なピーク形状は、カラムが酸性であることを示します。アルコールは、酸素による損傷があったかどうか、またはシラノール基が露出しているかどうかを示します。これらすべての化合物に対するピーク形状が対称の場合は、カラムがこれらに対して不活性であると見なされます。

テストプローブの選択によって、活性度に関するカラムの欠陥を強調または隠蔽できます。要求の少ないプローブを選択すると、カラムの活性度が検知されなくなることがあります。図1に、一連の化合物からなる要求のゆるやかなプローブの例を示します。化合物リストと実験条件は、それぞれ表1と表2に示します。



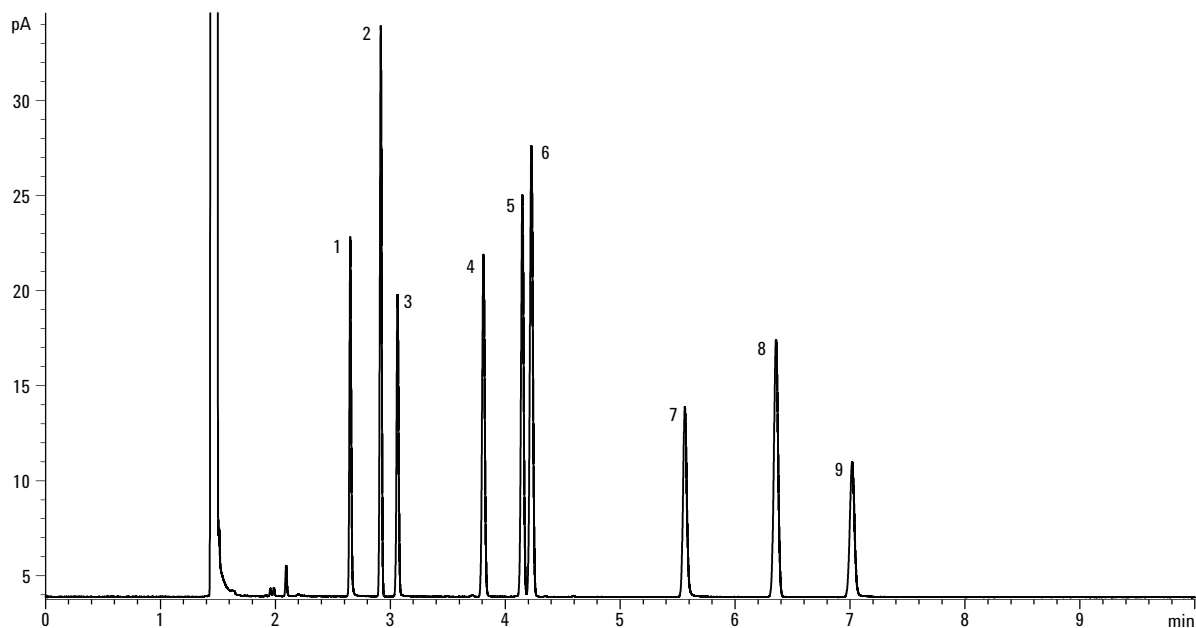


図1. 要求のゆるやかな試験混合物のクロマトグラム例。条件は表2に示されています。

表1. 要求のゆるやかな試験混合物の成分

1. 1-オクタノール
2. n-ウンデカン
3. 2,6-ジメチルフェノール
4. 2,6-ジメチルアニリン
5. n-ドデカン
6. ナフタレン
7. 1-デカノール
8. n-トリデカン
9. デカン酸メチル

表2. 図1のクロマトグラフ条件

GC:	Agilent 6890N
サンブラ:	Agilent 7683B, 5- μ Lシリンジ(部品番号 5181-1273)、1.5- μ Lのスプリット注入、カラム上の各成分4ng
キャリア:	水素、コンスタントプレッシャー 38cm/s
注入口:	スプリット/スプリットレス; 250°C、1.4mL/minのカラム流量、75mL/minのスプリット流量
注入口ライナ:	不活性処理したシングルテーパ(ガラスウール付き)(部品番号 5183-4647)
カラム:	30m \times 0.25mm \times 0.25 μ m 5%-フェニルカラム
オープン:	120°C等温
検出:	325°CのFID、450mL/minのエア、40mL/minの水素、45mL/minの窒素メイクアップガス

理想としては、プローブは分子量が低く、沸点が低く、活性基の立体遮蔽のない化合物である必要があります。総合すると、これらの特性によって、テスト分子中の試験すべき部分は浸透し、カラムの固定相と表面に対し、完全に相互作用が起こるようになります。上記の例では、分子の酸性部分と塩基性部分の両方が、2,6-位にメチル基が置換していることによって遮蔽されるため、これらの分子の証明力ははるかに低下します。同様に、アルコールは長鎖アルコールです。鎖が長くなると、分子はますます炭化水素に似てくるため、証明力が低下します。

また、適切な時間でカラムから分析対象成分を溶出させるために、このテストは高温の120°Cで実行する必要があります。高温では、分析対象成分の相互作用力が低下するため、テストプローブとしての有効性が弱まります。温度が高いほど、移動相中のプローブに与えられる運動エネルギーが大きくなり、分子はカラム上の活性部位の脇を通り抜けやすくなり、溶質/カラムの相互作用を効果的に隠蔽してしまいます。

最近の要求の厳しいアプリケーションに対するQCテスト

上記のすべてを考慮に入れ、60近いテストプローブ候補を試して、新しいAgilent J&W GCカラムファミリーであるDB-5msおよびHP-5ms Ultra Inertカラムを評価するために次のQC試験混合物(表3)を選択しました。

表3. Über One試験混合物

プローブ	(カラム上のng)	カラムに対する官能基テスト
1. 1-プロピオン酸	1.0	塩基性
2. 1-オクテン	0.5	極性
3. n-オクタン	0.5	炭化水素マーカ
4. 4-ピコリン	1.0	酸性
5. n-ノナン	1.0	炭化水素マーカ
6. トリメチルホスフェート	1.0	酸性
7. 1,2-ペンタンジオール	1.0	シラノール
8. n-プロピルベンゼン	1.0	炭化水素マーカ
9. 1-ヘプタノール	1.0	シラノール
10. 3-オクタノール	1.0	極性
11. n-デカン	1.0	炭化水素マーカ

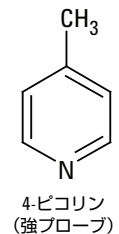
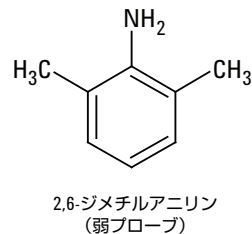
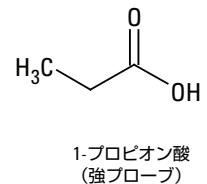
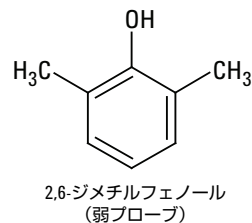


図2. 弱プローブと強プローブ

Über One試験混合物内のプローブは、カラムの固定相と表面に対する証明力が高くなるように選択されました。各化合物の活性部分は、カラム上の活性部位との相互作用をみるのに使用できます。図2の例では、弱いテストプローブの活性部分は、芳香環の2つのメチル基によって遮蔽されています。

図1で示したのと同じカラムがこの新しいÜber One試験混合物(図3)で評価された場合、4-ピコリンの芳香族アミンとトリメチルホスフェートのそれぞれピーク4と6に対し、非常に劣悪な形状を示すことが観察されました。1,2-ペンタンジオールのピーク9にテーリングの増加もあり、固定相に対する不十分な非活性化または酸素損傷の可能性を示しています。クロマトグラフ条件は表4に示しています。

最初のQCテストで示されたとは反対に、このカラムは要求の厳しい分析対象成分に対し優れた性能を示さず、新しいカラム不活性度QCテストに失敗しています。

適切に不活性処理したカラムは、図4に見られるようなピーク形状を示します。問題のある分析対象成分を分析する場合は、このカラムがクロマトグラフィックなニーズを満たすという確信が高くなります。対称ピーク形状と、増加したピーク高さにより、微量分析対象成分の正確な積算と検出が可能になります。クロマトグラフ条件は表4に示しています。

新しいÜber One試験混合物で各カラムをテストすると、一貫性のあるカラム不活性度が保証されます。カラムごとに確立された不活性さにより、要求の厳しい分析対象成分を問題なく処理できます。

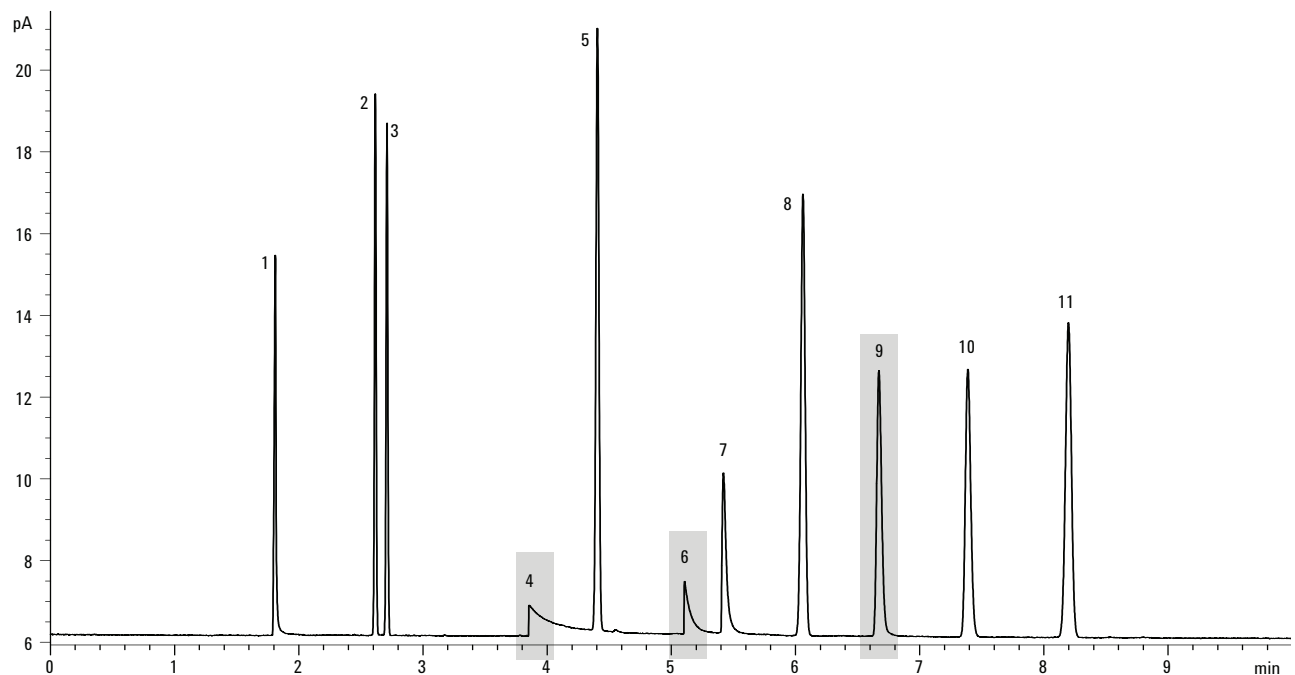


図3. 図1と同じカラムでのÜber One試験混合物のクロマトグラム例。クロマトグラフ条件は表4に示しています。

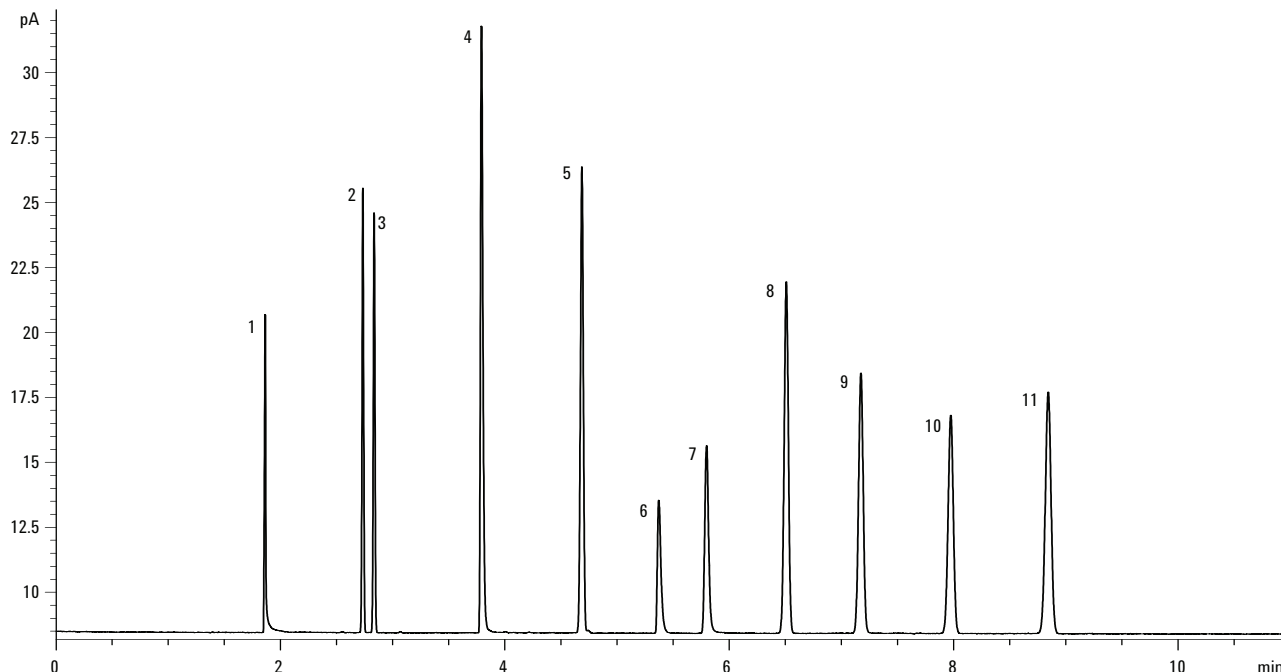


図4. Agilent J&W DB-5ms Ultra InertカラムでのÜber One試験混合物のクロマトグラム例。クロマトグラフ条件は表4に示しています。

表4. 図3と4のクロマトグラフ条件

GC:	Agilent 6890N
サンブラ:	Agilent 7683B, 0.5- μ Lシリンジ(部品番号 5188-5246)、0.02- μ Lのスプリット注入
キャリア:	水素、コンスタントプレッシャー38cm/s
注入口:	スプリット/スプリットレス; 250°C、1.4mL/minのカラム流量、900mL/minのスプリット流量、2.0分でのガスセーブ流量75mL/min
注入口ライナ:	不活性処理したシングルテーパ(グラスウール付き) (部品番号 5183-4647)
カラム1:	30m \times 0.25mm \times 0.25m 5%-フェニルカラム(図3の場合)
カラム2:	Agilent J&W DB-5ms Ultra Inert(図4の場合) 30m \times 0.25mm \times 0.25 μ m (部品番号 122-5532UI)
オープン:	65°C等温
検出:	325°CのFID、450mL/minのエア、40mL/minの水素、45mL/minの窒素メイクアップガス

結論

昨今の要求の厳しい微量な活性のある分析対象成分の分析では、使用可能な中で最も不活性なカラムが必要です。残念な

がら、すべてのQC試験混合物に、カラムがこれらの要件を満たせるかどうかを区別する機能があるわけではありません。より新しいÜber One試験混合物では、活性面に吸着することが知られている、慎重に選択した化学種が、カラム不活性度を詳細に評価する手段を提供します。

各Agilent J&W Ultra Inertカラムは、非常に要求の厳しいテストプローブに対して個別にテストされています。このテストは、問題のある分析対象成分の分析を成功させるのに大いに役立ち、分析担当者に一貫性のあるカラム不活性性能を提供するため、分析結果に対し最大限の信頼性を与えます。

詳細情報

弊社の製品とサービスの詳細については、www.agilent.com/chem/jpのWebサイトをご覧ください。

アジレントは、本文書に含まれている誤り、または本文書の供給、性能、あるいは使用に関連する偶然または間接的な損害に対して一切責任を負いません。

本文書に記載されている情報、説明、および仕様は、予告なく変更される場合があります。

© Agilent Technologies, Inc. 2008

Printed in Japan
June 2, 2008
5989-8665JAJP

