

Agilent 7696A サンプル前処理 ワークベンチを用いた ジェット燃料中 FAME 汚染物質の GC/MS 分析

アプリケーションノート

燃料

著者

James D. McCurry, Ph.D.
Agilent Technologies, Inc.
2850 Centerville Rd
Wilmington, DE
19808

概要

Agilent 7696A サンプル前処理ワークベンチを使用し、IP585 メソッドによるジェット燃料中 FAME 総含有量の GC/MS 分析用キャリブレーションスタンダードとサンプルの前処理を行いました。ワークベンチでは、手動によるサンプル前処理作業の 10 分の 1 の試薬とスタンダードの使用量で済み、優れた分析結果を得ることができました。ワークベンチで調整したスタンダードを使用した GC/MS キャリブレーションは、再分析なしにすべての性能基準を満たすため、ラボでの分析時間を大幅に短縮します。ワークベンチで前処理したジェット燃料サンプルは、複数の異なる FAME 濃度レベルでメソッドの精度要件を上回りました。既知の FAME 濃度サンプルの回収率についても、ワークベンチを使って得られた分析結果は手動での結果よりも良好でした。



Agilent Technologies

はじめに

Energy Institute メソッド IP585 では、GC/MS を使用して、商用ジェット燃料中の微量脂肪酸メチルエステル (FAME) を測定します [1]。FAME による汚染は、多種製品パイプライン (MPP) を使用してバイオディーゼルとジェット燃料の両方を輸送することにより発生します。ジェット燃料製造企業とユーザーで構成される組織、ジョイントインスペクショングループ (JIG) は、FAME の総含有量に 5 mg/kg の制限を定めました。最近のアジレントの論文に、メソッド IP585 を実施したときの Agilent 5975C シリーズ GC/MSD システムの動作と性能が記載されています [2]。

ほとんどの機器測定と同様に、キャリブレーションスタンダードとサンプルの前処理を適切に行うことが、高品質な結果を得るための重要な役割を果たします。IP585 メソッドでは、目盛付きマイクロピペットを使用して 1 mL のキャリブレーションスタンダードを作成します。マイクロシリンジを使用して、1000 mg/mL のヘプタデカン酸メチル-d33 (C17:0-d33) が含まれる高価な内部標準溶液をすべてのキャリブレーションスタンダードとサンプルに加えます。測定量が少ないため、これらの手順には、スタンダードとサンプルの調整を正しく行うための高い技術が必要です。高い確度と精度でマイクロリットル単位の液体を分注し、混合するように専用に設計された機器を使用してサンプル前処理を自動化する方法がアプローチとしては適切です。

Agilent 7696A サンプル前処理ワークベンチは、自動的にサンプル前処理を行うために設計された専用のスタンドアロン機器です。この機器は 2 つの Agilent 7693A 注入タワーを使用し、2 mL バイアル間で指定した体積の液体を移動します。さまざまな試薬、スタンダード、サンプルなどが入っているバイアルを 3 つの 50 ポジショントレイに設置します。サンプルトレイコンパートメントには、ロボットアーム、ボルテックス混合ステーション、サンプル加熱ステーションが含まれます。Agilent ワークベンチを使用したキャリブレーションスタンダードの前処理は、手動で前処理したスタンダードよりも良好なキャリブレーションを実施できることがわかっています。さらに、ワークベンチを

使用して 2 mL バイアルで前処理したサンプルは、手動で前処理したサンプルと同じ定量結果を示すことがわかりました [3]。このアプリケーションノートでは、Agilent 7696A ワークベンチを使用して、FAME 混入レベルが異なる 3 つのジェット燃料サンプルとともに 11 種類のキャリブレーションスタンダードを前処理しました。溶媒、スタンダード原液、内部標準溶液などのリソースの使用量を削減するために、スタンダードとサンプルの量を、1 mL からその 10 分の 1 の 100 μ L に削減しました。IP585 メソッドの精度仕様を使用して、ワークベンチで前処理したときの分析結果を、手動による前処理の結果と比較しました。

ワークベンチを使用した自動前処理手順の作成

線形希釈により調整したキャリブレーションスタンダード

IP585 メソッドでは 10 個の作業用キャリブレーションスタンダード (WCS) を使用して GC/MS システムを較正します。各 WCS には、表 1 に示す 6 種類の FAME が異なる濃度で含まれています。表 2 に概要を示した線形希釈のスキームは、各 WCS を 1 mL 量、手動で作成するようにメソッドに記載されています。ワークベンチでの自動前処理では、表 3 に示した各スタンダードの最終的な量をこの手動スキームの 1 mL から 100 μ L に変換しました。スタンダードの調整では、4 つのリソースをワークベンチのソフトウェアで定義しました (表 4)。最初のリソースは、最終的な WCS を入れるために使用する 10 本の空バイアルでした。次のリソースは、希釈用溶媒として使用する 1,000 μ L の 99 % n-ドデカンが含まれるバイアル、3 番目のリソースは、1,000 μ L の作業用標準溶液 (WSS) が含まれるバイアル、最後のリソースは、500 μ L の内部標準溶液が含まれるバイアルでした。図 1 に、キャリブレーションスタンダードの自動前処理のためにワークベンチソフトウェアで使用するリソースのレイアウトを示します。

表 1. ジェット燃料中の FAME 総含有量の定量に使用した化合物

化学名	一般名	記号	分子式	分子量
ヘキサデカン酸メチル	パルミチン酸メチル	C16:0	$C_{17}H_{34}O_2$	270.45
ヘプタデカン酸メチル	マーガリン酸メチル	C17:0	$C_{18}H_{36}O_2$	284.45
オクタデカン酸メチル	ステアリン酸メチル	C18:0	$C_{19}H_{38}O_2$	298.50
オクタデカン酸メチル	オレイン酸メチル	C18:1	$C_{19}H_{36}O_2$	296.49
オクタデカジエン酸メチル	リノール酸メチル	C18:2	$C_{19}H_{34}O_2$	294.47
オクタデカトリエン酸メチル	リノレン酸メチル	C18:3	$C_{19}H_{32}O_2$	292.45

バイオディーゼルの製造に使用する一般的な原料油の 95 % でこれらの 6 種類の FAME が検出されました。

表 2. 線形体積希釈を使用して 1 mL の各作業用キャリブレーションスタンダード (WCS) を調整するための手動スキーム

作業用標準溶液 (WSS) の量 (μL)	n-C12 溶媒の量 (μL)	内部標準 (ISTD) の量 (μL)	各 FAME の最終濃度 (mg/kg)
1000	0	10	100
800	200	10	80
600	400	10	60
400	600	10	40
200	800	10	20
100	900	10	10
80	920	10	8
60	940	10	6
40	960	10	4
20	80	10	2
0	1000	10	0

表 3. 100 μL の作業用キャリブレーションスタンダード (WCS) を調整するためのアジレントワークベンチの線形体積希釈の手順

作業用標準溶液 (WSS) の量 (μL)	n-C12 溶媒の量 (μL)	内部標準 (ISTD) の量 (μL)	各 FAME の最終濃度 (mg/kg)	作業用キャリブレーションスタンダード (WCS)
100	0	1	100	高濃度 Std 5
80	20	1	80	高濃度 Std 4
60	40	1	60	高濃度 Std 3
40	60	1	40	高濃度 Std 2
20	80	1	20	高濃度 Std 1
10	90	1	10	低濃度 Std 5
8	92	1	8	低濃度 Std 4
6	94	1	6	低濃度 Std 3
4	96	1	4	低濃度 Std 2
2	98	1	2	低濃度 Std 1
0	100	1	0	ブランク

表 4. IP585 キャリブレーションスタンダードの自動前処理のためのワークベンチリソースのレイアウト

リソース	リソースのタイプ	バイアルの範囲	使用量
作業用キャリブレーションスタンダード (WCS)	空容器	51~60	1
n-ドデカン溶媒	ケミカルリソース	61	1000 μL
作業用標準溶液 (WSS)	ケミカルリソース	71	1000 μL
内部標準溶液 (ISTD)	ケミカルリソース	81	500 μL

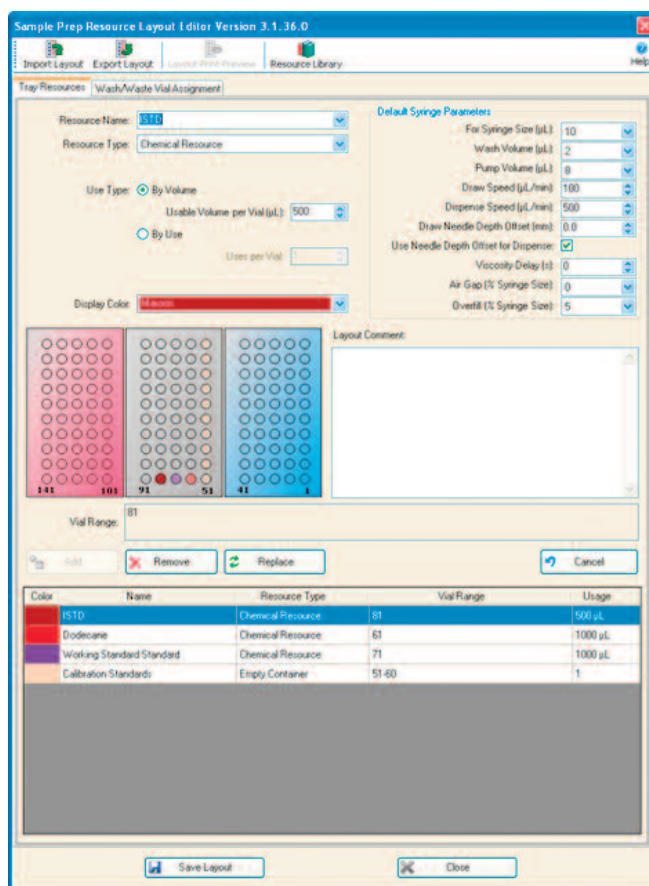


図 1. IP585 キャリブレーションスタンダードの自動前処理のためのアジレントワークベンチのリソースのレイアウト。自動前処理が完了すると、ポジション 51~60 の空バイアルには濃度の異なる 10 種類のキャリブレーションスタンダードが調整されていることとなります

リソースのレイアウトの完了時に、表 3 に示すスタンダードを調整するように 2 つのアジレントワークベンチメソッドを作成しました。最初のメソッド "IP585_Low.M" を 2~10 mg/kg の低濃度スタンダード用に、第 2 のメソッド "IP585_High.M" を 20~100 mg/kg の高濃度スタンダード用に使用しました。これらの

各メソッドのサンプル前処理手順の詳細を表 5 および 6 に示します。ワークベンチソフトウェアを使用すると、「ドラッグアンドドロップ」グラフィックインタフェースを使用してメソッドを迅速かつ容易に構築することができます。図 2 に示すメソッド IP585_Low.M は、代表的なメソッドの例です。

表 5. 100 µL の低濃度の各作業用キャリブレーションスタンダード (WCS) を調整するための Agilent ワークベンチのメソッド

手順	Agilent ワークベンチ による処理	説明	シリンジ
1	洗浄	250 µL シリンジの溶媒洗浄	250 µL
2	添加	100 µL の n-C ₁₂ を低濃度ブランク (バイアル 1) に	250 µL
3	添加	98 µL の n-C ₁₂ を低濃度 Std 1 (バイアル 51) に	250 µL
4	添加	96 µL の n-C ₁₂ を低濃度 Std 2 (バイアル 52) に	250 µL
5	添加	94 µL の n-C ₁₂ を低濃度 Std 3 (バイアル 53) に	250 µL
6	添加	92 µL の n-C ₁₂ を低濃度 Std 4 (バイアル 54) に	250 µL
7	添加	90 µL の n-C ₁₂ を低濃度 Std 5 (バイアル 55) に	250 µL
8	洗浄	25 µL シリンジの溶媒洗浄	25 µL
9	添加	2 µL の WSS を低濃度 Std 1 (バイアル 51) に	25 µL
10	添加	4 µL の WSS を低濃度 Std 2 (バイアル 52) に	25 µL
11	添加	6 µL の WSS を低濃度 Std 3 (バイアル 53) に	25 µL
12	添加	8 µL の WSS を低濃度 Std 4 (バイアル 54) に	25 µL
13	添加	10 µL の WSS を低濃度 Std 5 (バイアル 55) に	25 µL
14	洗浄	25 µL シリンジの溶媒洗浄	25 µL
15	添加	1 µL の ISTD を低濃度ブランク (バイアル 1) に	25 µL
16	添加	1 µL の ISTD を低濃度 Std 1 (バイアル 51) に	25 µL
17	添加	1 µL の ISTD を低濃度 Std 2 (バイアル 52) に	25 µL
18	添加	1 µL の ISTD を低濃度 Std 3 (バイアル 53) に	25 µL
19	添加	1 µL の ISTD を低濃度 Std 4 (バイアル 54) に	25 µL
20	添加	1 µL の ISTD を低濃度 Std 5 (バイアル 55) に	25 µL
21	洗浄	25 µL シリンジの溶媒洗浄	25 µL
22	混合	低濃度ブランク (バイアル 1) を 1500 rpm で 30 秒間	
23	混合	低濃度 Std 1 (バイアル 51) を 1500 rpm で 30 秒間	
24	混合	低濃度 Std 2 (バイアル 52) を 1500 rpm で 30 秒間	
25	混合	低濃度 Std 3 (バイアル 53) を 1500 rpm で 30 秒間	
26	混合	低濃度 Std 4 (バイアル 54) を 1500 rpm で 30 秒間	
27	混合	低濃度 Std 5 (バイアル 55) を 1500 rpm で 30 秒間	

表 6. 100 µL の高濃度の作業用キャリブレーションスタンダード (WCS) を調整するための Agilent ワークベンチのメソッド

手順	Agilent ワークベンチ による処理	説明	シリンジ
1	洗浄	250 µL シリンジの溶媒洗浄	250 µL
2	添加	100 µL の n-C ₁₂ を高濃度ブランク (バイアル 2) に	250 µL
3	添加	80 µL の n-C ₁₂ を高濃度 Std 1 (バイアル 56) に	250 µL
4	添加	60 µL の n-C ₁₂ を高濃度 Std 2 (バイアル 57) に	250 µL
5	添加	40 µL の n-C ₁₂ を高濃度 Std 3 (バイアル 58) に	250 µL
6	添加	20 µL の n-C ₁₂ を高濃度 Std 4 (バイアル 59) に	250 µL
7	洗浄	250 µL シリンジの溶媒洗浄	250 µL
8	添加	20 µL の WSS を高濃度 Std 1 (バイアル 56) に	250 µL
9	添加	40 µL の WSS を高濃度 Std 2 (バイアル 57) に	250 µL
10	添加	60 µL の WSS を高濃度 Std 3 (バイアル 58) に	250 µL
11	添加	80 µL の WSS を高濃度 Std 4 (バイアル 59) に	250 µL
12	添加	100 µL の WSS を高濃度 Std 5 (バイアル 60) に	250 µL
13	洗浄	25 µL シリンジの溶媒洗浄	25 µL
14	添加	1 µL の ISTD を高濃度ブランク (バイアル 2) に	25 µL
15	添加	1 µL の ISTD を高濃度 Std 1 (バイアル 56) に	25 µL
16	添加	1 µL の ISTD を高濃度 Std 2 (バイアル 57) に	25 µL
17	添加	1 µL の ISTD を高濃度 Std 3 (バイアル 58) に	25 µL
18	添加	1 µL の ISTD を高濃度 Std 4 (バイアル 59) に	25 µL
19	添加	1 µL の ISTD を高濃度 Std 5 (バイアル 60) に	25 µL
20	洗浄	25 µL シリンジの溶媒洗浄	25 µL
21	混合	高濃度ブランク (バイアル 2) を 1500 rpm で 30 秒間	
22	混合	高濃度 Std 1 (バイアル 56) を 1500 rpm で 30 秒間	
23	混合	高濃度 Std 2 (バイアル 57) を 1500 rpm で 30 秒間	
24	混合	高濃度 Std 3 (バイアル 58) を 1500 rpm で 30 秒間	
25	混合	高濃度 Std 4 (バイアル 59) を 1500 rpm で 30 秒間	
26	混合	高濃度 Std 5 (バイアル 60) を 1500 rpm で 30 秒間	

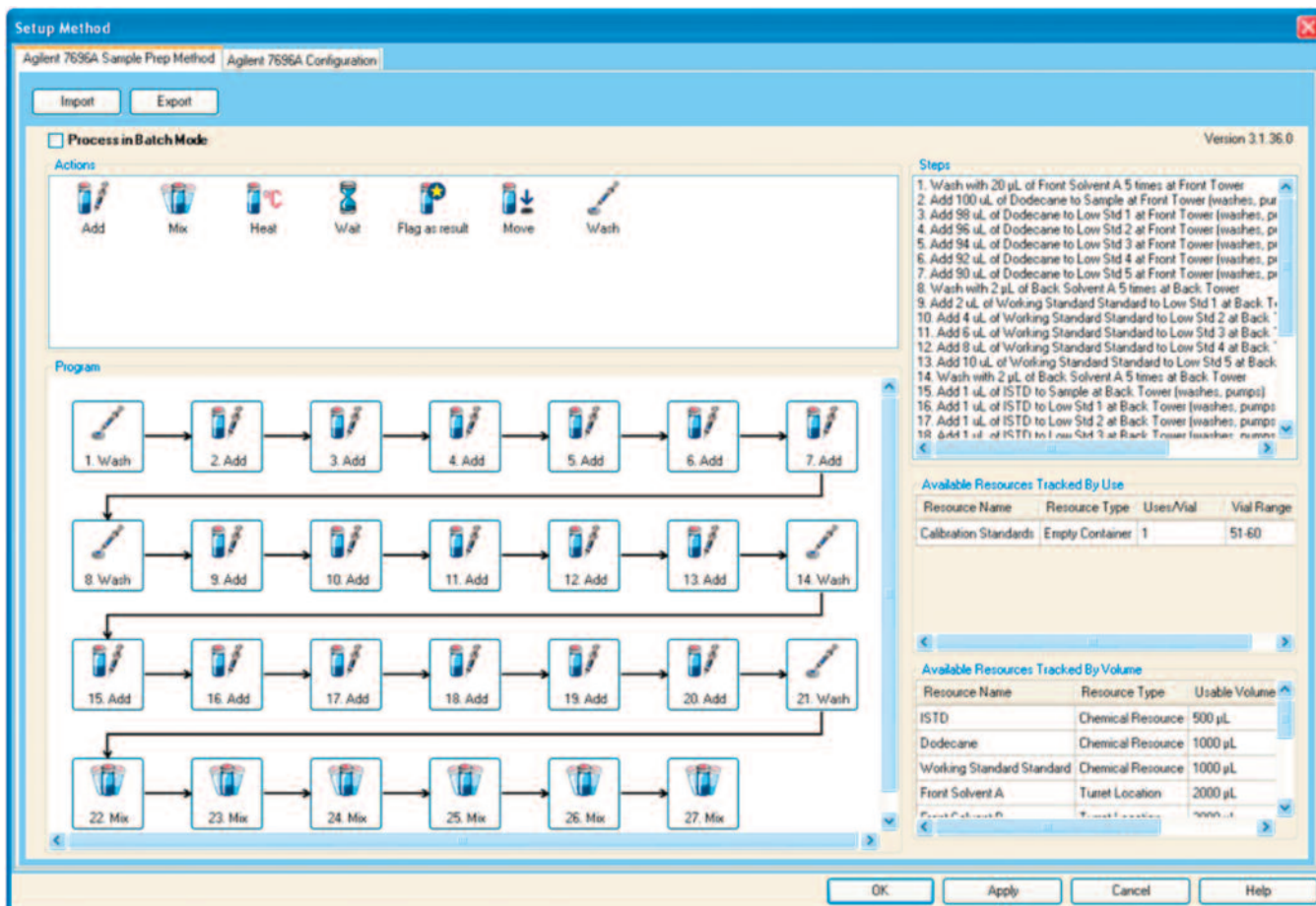


図 2. 5つの低濃度キャリブレーションスタンダードを前処理するための Agilent ワークベンチのメソッド IP585_Low.M。各メソッドの手順は、「ドラッグアンドドロップ」グラフィックインターフェースを使用して構築しました

Agilent ワークベンチのバッチモードを使用した ジェット燃料のサンプル前処理

IP585 メソッドで、1 mL のジェット燃料を 2 mL バイアルにピペットで測り取り、これに 10 µL の内部標準溶液を加えるサンプル前処理を行いました。複数のサンプルを手動で前処理する場合、一般的には各ジェット燃料サンプルを個々のバイアルに入れ、その後、各サンプルに内部標準を加えるようなワークフローで行います。この効率的なワークフローは、Agilent ワークベンチソフトウェアのバッチモード機能を使用して実行することができます。バッチモードでは、サンプル前処理時間を最小限に抑えるために、すべてのサンプルの各サンプル前処理ステップが完了してから次の手順に移ります。シリンジ溶媒洗浄はリソースの変更時にのみ必要のため、溶媒洗浄用リソースや廃棄されるリソースも減少します。

ジェット燃料サンプルの前処理では、ワークベンチには 2 つのリソース、つまり各ジェット燃料サンプルが含まれる複数のバイアルと、内部標準溶液が含まれる 1 つのバイアルだけが必要です。このアプリケーションノートでは、10 個の個別のジェット燃料サンプルをワークベンチのリソースとして定義しました。これらのバイアルをトレイのポジション 51~60 に置き、前処理中のクロスコンタミネーションの可能性を排除するために、各バイアルを 1 回ずつ使用するよう設定しました。内部標準バイアルをトレイのポジション 81 に置きました。サンプル前処理では 10 本の空のキャップ付き 2 mL バイアルをトレイのポジション 1~10 に置きました (図 3)。バッチモードのワークベンチメソッド、IP585_Samples.M では、100 µL の各ジェット燃料サンプルを個別の空バイアルに分注し、次に内部標準溶液を 1 µL 加えて混合しました。図 4 に、ジェット燃料サンプルをバッチモードで前処理するメソッドを示します。

実験方法

作業用キャリブレーションスタンダード (WCS) とサンプルの手動での前処理

メソッド (表 2) に記載した手順に従い、1,000 μL の目盛付きピペットと 25 μL のピペットシリンジを使用して、10 種類のキャリブレーションスタンダードと溶媒ブランクを 2 mL バイアルに手動で調整しました。3 種類の異なるジェット燃料サンプルをそれぞれ個別の 2 mL バイアルにピペットで 1 mL 測り取り、次に 10 μL の内部標準液を加えてサンプルの前処理を手動で行いました。これらのサンプルには総量が既知の FAME が含まれています。全体的な繰り返し精度を確認するために 2 セットのサンプルを調整しました。各スタンダードとサンプルを手で振り混ぜ、完全に混合しました。

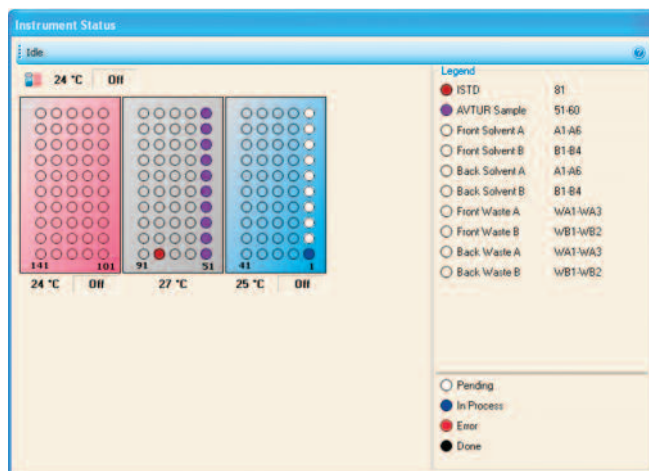


図 3. 10 種類のジェット燃料サンプルを自動前処理するためのアジレントワークベンチのリソースのレイアウト。自動前処理が完了すると、ポジション 1~10 の空バイアルには、最終的に 100 μL の各ジェット燃料サンプルと内部標準が含まれることとなります

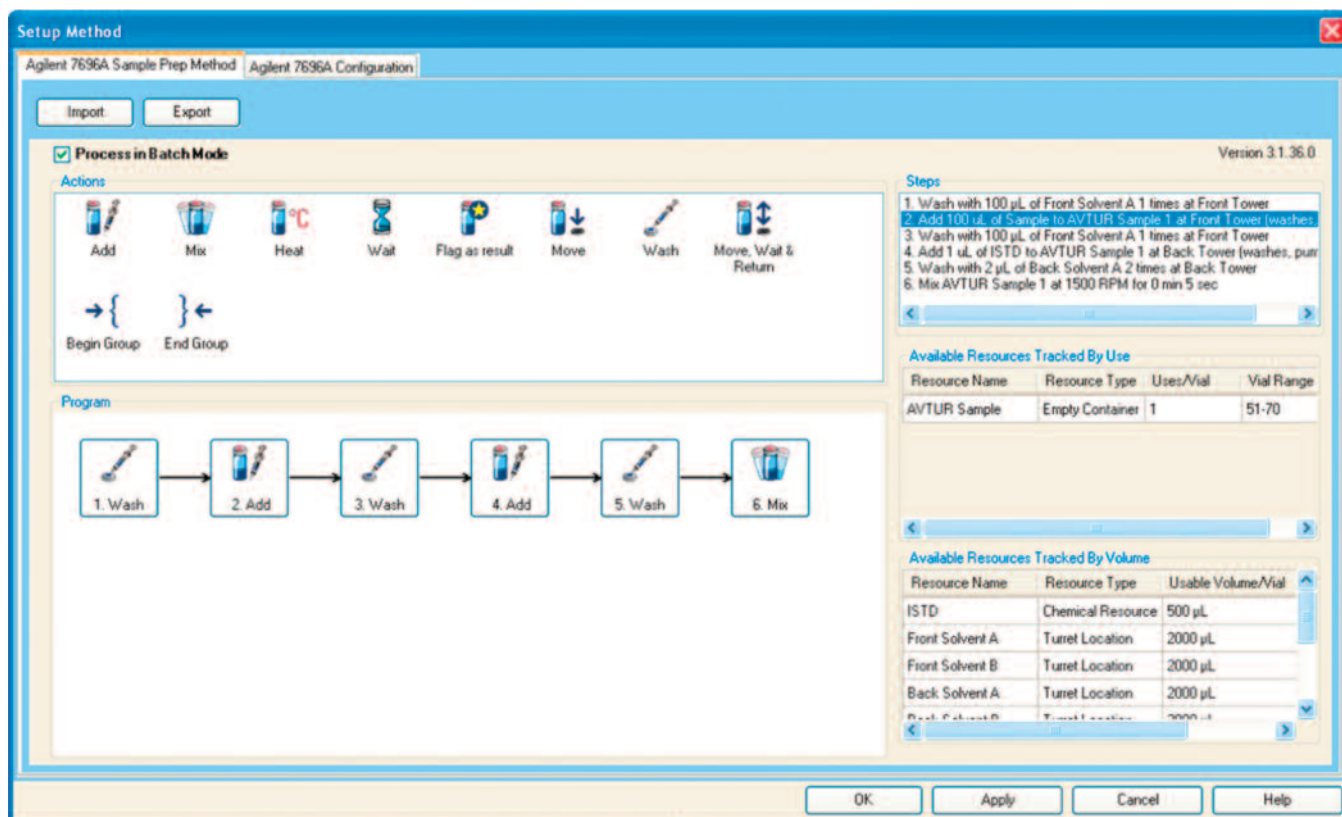


図 4. 10 個のジェット燃料サンプルを前処理するためのバッチモードの Agilent ワークベンチメソッド。次のステップに移る前に、10 個のすべてのサンプルで各ステップを実行しました。この効率的なワークフローにより時間とリソースの使用量が最小限に抑えられました

キャリブレーションスタンダードと ジェット燃料サンプルの自動前処理

フロントタワーに 250 µL のシリンジを、リアタワーに 25 µL のシリンジを使用して Agilent ワークベンチを構成しました。250 µL シリンジでは吸引速度 500 µL/min と排出速度 1000 µL/min を使用しました。25 µL シリンジでは吸引速度 100 µL/min と排出速度 500 µL/min を使用しました。各シリンジで、液体の排出時にニードルがバイアルの底に近付くように、排出深さを 0 mm に設定しました。この結果、バイアルに液体を完全に移動できるため、最高の精度が得られました。高回収率バイアル内部の v 字形状によって GC/MS オートサンブラが 100 µL という少量のスタンダードとサンプルにアクセスできるため、ここではこのバイアルを使用しました。

ワークベンチのシーケンスキューを使用し、IP585_Low.M および IP585_High.M メソッドを使用して 5 つの低濃度スタンダードと 5 つの高濃度スタンダードの調整を行いました。GC/MS キャリブレーションの検証後、ワークベンチのバッチモードメソッド、IP585_Samples.M を使用して、異なる量の FAME をスパイクした 3 種類のジェット燃料サンプルを 2 セット前処理しました。

ジェット燃料中 FAME の GC/MS 分析

Agilent 7693A 自動液体サンブラを備えた Agilent 5975C GC/MS システムを IP585 メソッドに従って構成しました。この構成を表 7 に、機器の動作条件を表 8 に示します。すべての標準試料またはサンプルの分析前に Agilent 5975C オートチューンプログラムを使用して、質量分析装置を調整しました。キャリブレーションスタンダードと n-ドデカン溶媒ブランクを最初に分析し、ジェット燃料サンプルの分析前に、低濃度レベルと高濃度レベルのキャリブレーションの直線性能を評価しました。キャリブレーションを正しく実施した後、2 セットのジェット燃料サンプルのそれぞれを 1 回ずつ GC/MS 分析しました。個々の FAME ピークを定量し、この個別の FAME の結果を合計することで、各サンプルの FAME 総含有量を算出しました。

表 7. ジェット燃料中 FAME の GC/MS による分析の機器構成

コンポーネント	説明
Agilent 5975C シリーズ MSD	不活性電子イオン源を備えた質量分析装置
Agilent 7890A GC システム	100 psi スプリット/スプリットレス注入口および質量分析装置インタフェースを備えたガスクロマトグラフ
Agilent 7693A ALS G1701EA	150 バイアルトレイを備えた Agilent 7890A GC 用自動液体インジェクタ データの取り込みおよび分析のための MSD Chemstation ソフトウェア

表 8. GC/MS 機器の条件

GC の条件	
注入口温度	260 °C
注入口モード	スプリットレス
注入口ライナ	プリットレスライナ、シングルテーパ、ガラスウール入り (p/n 5062-3587)
サンプル量	1 µL
カラム	HP-INNOWAX、50 m x 0.2 mm x 0.4 µm 膜厚 (p/n 19091N-205)
カラム流量	ヘリウム、0.6 mL/min、定流量
オープンプログラム	
初期温度	150 °C で 5 分間
オープン昇温レート 1	12 °C/min で 200 °C まで、17 分間保持
オープン昇温レート 2	3 °C/min で 252 °C まで、6.5 分間保持
質量分析装置インタフェース	260 °C
質量スペクトルの条件	
イオン源	70 eV 電子イオン化
ソース温度	230 °C
四重極温度	150 °C
データ取り込み遅延	20 分

結果

手動調整とアジレントワークベンチによる調整でのキャリブレーション性能の比較

手動で調整したキャリブレーションスタンダードとアジレントワークベンチで調整したキャリブレーションスタンダードを Agilent 5975C GC/MS システムで分析しました。ワークベンチによる低濃度および高濃度スタンダードから得られた個々の FAME 検量線を図 5 および 6 に示します。強制的に原点 0 を通した回帰分析の後、これらのすべての検量線は直線として表示されます。手動によるキャリブレーションとワークベンチによるキャリブレーションの比較を表 9 に示します。低濃度のキャリブレーションでは、手動とワークベンチのキャリブレーションの傾きは非常に近く、相関係数 (R^2) は、すべて 0.985 を上回るメソッド要件を満たしています。高濃度のキャリブレーションは、リノール酸メチル (C18:2) とリノレン酸メチル (C18:3) のキャリブレーションを除き、同じ性能を示します。この場合、ワークベンチで調整したスタンダードはメソッド要件を容易に満たしますが、手動で前処理したスタンダードは直線性に関しては不合格となります。したがって、手動で調整したジェット燃料サンプルは、高濃度のスタンダードを作り直し、キャリブレーションを正しく検証するまでは分析できませんでした。この結果、手動で調整したサンプルの結果を得るまでに時間が大幅に増えました。一方、ワークベンチによるキャリブレーションは最初から適切であったため、ワークベンチで調整したジェット燃料サンプルは直ちに分析することができました。

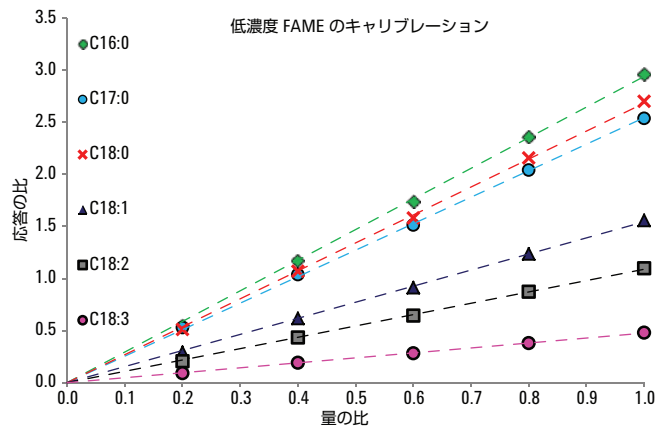


図 5. アジレントワークベンチを使用して調整した 2、4、6、8、および 10 mg/kg FAME スタンダードの低濃度検量線。メソッドのプロトコルに従い、強制的に原点を通る検量線としました。各検量線は、このメソッドの直線性要件である $R^2 > 0.985$ を上回りました

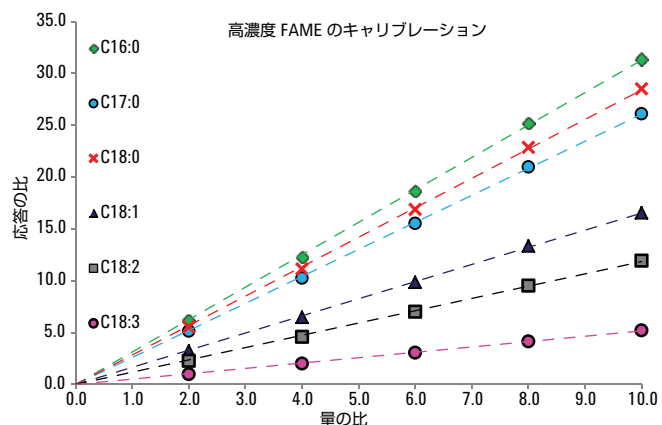


図 6. アジレントワークベンチを使用して調整した 20、40、60、80、および 100 mg/kg FAME スタンダードの高濃度検量線。メソッドのプロトコルに従い、強制的に原点を通る検量線としました。各検量線は、このメソッドの直線性要件である $R^2 > 0.985$ を上回りました

表 9. 手動および Agilent ワークベンチで調整したスタンダードを使用し
て作成した検量線で測定した傾きと相関係数 (R²) の比較

低濃度キャリブレーション (2~10 mg/kg)

FAME	傾き		R ²	
	手動	ワークベンチ	手動	ワークベンチ
C16:0	2.941	2.941	1.000	0.999
C17:0	2.441	2.544	1.000	1.000
C18:0	2.664	2.684	1.000	0.999
C18:1	1.539	1.545	1.000	0.999
C18:2	1.105	1.090	1.000	0.999
C18:3	0.478	0.475	1.000	0.999

高濃度キャリブレーション (20~100 mg/kg)

FAME	傾き		R ²	
	手動	ワークベンチ	手動	ワークベンチ
C16:0	4.962	3.127	0.985	1.000
C17:0	4.777	2.606	0.985	1.000
C18:0	4.815	2.840	0.985	1.000
C18:1	2.510	1.653	0.985	1.000
C18:2	1.713	1.184	0.984	0.999
C18:3	0.705	0.516	0.983	0.999

C18:2 および C18:3 FAME の手動による高濃度検量線は R² の最小要件
0.985 を満たしません。

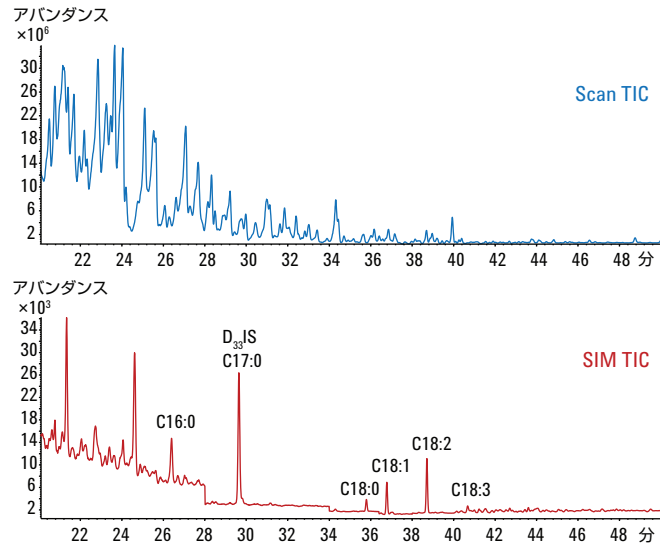


図 7. Agilent ワークベンチで調整した総含有量 5 mg/kg の FAME が含ま
れるジェット燃料サンプルから得られた SIM/SCAN GC/MS データ

手動とアジレントワークベンチによる サンプル前処理の比較

ジェット燃料に含まれる FAME の分析の代表的な GC/MS SIM/SCAN クロマトグラムを図 7 に示します。手動で前処理したジェット燃料と Agilent ワークベンチで前処理したジェット燃料の分析結果の比較を表 10、11、および 12 に示します。2 セットの各サンプルで、FAME 総含有量の繰り返し精度 (r) を計算し、IP585 メソッドで公開された仕様と比較しました。繰り返し精度は、同じ日に同じ装置を使用して同じオペレータが同じサンプルについて取得した 2 セットの結果の差を利用して計算した精度の測定値です。5 mg/kg の FAME スパイクでは (表 11)、手動で前処理したサンプルの繰り返し精度は IP585 メソッドの仕様を満たしません。したがって、この結果は無効です。一方で、ワークベンチのすべてのサンプルでは、繰り返し精度はメソッドの仕様を大幅に上回っていました。さらに、ワークベンチサンプルで取得した結果は、ジェット燃料サンプルにスパイクした FAME 総含有量により近いものとなりました。

表 11. ジェット燃料に FAME を 5 mg/kg スパイクしたときに、手動によるサンプル前処理と Agilent ワークベンチによるサンプル前処理で得られた分析結果の比較

ジェット燃料への 5 mg/kg のスパイク – 手動による前処理

	C16:0	C17:0	C18:0	C18:1	C18:2	C18:3	総量
分析 1	1.1	0.0	0.3	0.4	3.8	1.2	6.8
分析 2	0.5	0.0	0.2	0.9	2.6	0.7	4.9
					平均		5.9
					r (計算)		1.9
					r (IP585)		1.4

ジェット燃料への 5 mg/kg のスパイク – Agilent ワークベンチによる前処理

	C16:0	C17:0	C18:0	C18:1	C18:2	C18:3	総量
分析 1	0.5	0.0	0.1	0.9	2.7	0.5	4.7
分析 2	0.6	0.0	0.2	0.9	2.7	0.6	5.0
					平均		4.9
					r (計算)		0.3
					r (IP585)		1.3

表 10. ジェット燃料に FAME を 1 mg/kg スパイクしたときに、手動によるサンプル前処理と Agilent ワークベンチによるサンプル前処理で得られた分析結果の比較

ジェット燃料への 1 mg/kg のスパイク – 手動による前処理

	C16:0	C17:0	C18:0	C18:1	C18:2	C18:3	総量
分析 1	0.8	0.0	0.1	0.3	0.1	0.0	1.3
分析 2	0.8	0.0	0.1	0.3	0.1	0.0	1.3
						平均	1.3
						r (計算)	0.0
						r (IP585)	0.7

ジェット燃料への 1 mg/kg のスパイク – Agilent ワークベンチによる前処理

	C16:0	C17:0	C18:0	C18:1	C18:2	C18:3	総量
分析 1	0.8	0.0	0.1	0.3	0.1	0.0	1.3
分析 2	0.7	0.0	0.1	0.3	0.1	0.0	1.2
						平均	1.3
						r (計算)	0.1
						r (IP585)	0.7

表 12. ジェット燃料に FAME を 40 mg/kg スパイクしたときに、手動によるサンプル前処理と Agilent ワークベンチによるサンプル前処理で得られた分析結果の比較

ジェット燃料への 40 mg/kg のスパイク – 手動による前処理

	C16:0	C17:0	C18:0	C18:1	C18:2	C18:3	総量
分析 1	4.4	0.0	1.7	7.9	24.0	4.1	42.1
分析 2	4.7	0.0	1.8	8.3	25.1	4.3	44.2
						平均	43.1
						r (計算)	2.1
						r (IP585)	7.5

ジェット燃料への 40 mg/kg のスパイク – Agilent ワークベンチによる前処理

	C16:0	C17:0	C18:0	C18:1	C18:2	C18:3	総量
分析 1	4.8	0.0	1.8	8.3	25.4	4.2	41.4
分析 2	4.3	0.0	1.7	7.9	24.0	4.1	39.1
						平均	40.2
						r (計算)	2.3
						r (IP585)	7.1

結論

IP585 GC/MS メソッドを使用してジェット燃料中の FAME を測定したところ、Agilent ワークベンチは、キャリブレーションスタンダードとサンプルの前処理を正しく自動化できることがわかりました。比較の結果、非常に少量のサンプルと試薬を正確に処理する必要がある手動による前処理では、優れた分析結果を得るのが難しいこともわかりました。このアプリケーションノートでは、手動による前処理と比較して、ワークベンチが総合的に優れた性能を実現できることを示しました。ワークベンチを使用すると、再分析を回避することで大幅な時間の短縮となり、試薬の使用量も 10 分の 1 になりました。

参考文献

1. “IP 585/10 “Determination of fatty acid methyl esters (FAME), derived from bio-diesel fuel, in aviation turbine fuel – GC-MS with selective ion monitoring/scan detection method” , The Energy Institute, London, UK.
2. “GC/MS Analysis of Trace Fatty Acid Methyl Esters (FAME) in Jet Fuel Using Energy Institute Method IP585” , James D. McCurry, Agilent Technologies, Agilent Publication Number 5990-6974EN, November 10, 2011.
3. 「自動化されたサンプル前処理によるデータ品質の向上」 Rebecca Veeneman and Dale Synder, アジレント資料番号 5990-6874JAJP, December 2, 2010.

詳細情報

これらのデータは一般的な結果を示したものです。アジレントの製品とサービスの詳細については、アジレントの Web サイト (www.agilent.com/chem/jp) をご覧ください。

www.agilent.com/chem/jp

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。

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。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本文書を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc., 2012

Printed in Japan

January 12, 2012

5990-9717JAJP



Agilent Technologies