

Intuvo へのメソッド移管の簡素化

はじめに

Agilent Intuvo 9000 GC システムは、操作を簡素化してラボの効率と生産性を高める画期的な技術を具現化しています。注入口、フューズドシリカカラム、検出器に関して、実績があり確立された技術と設計を継承しており、従来の分析メソッドの多くを最小限の変更で Intuvo 向けに容易に移管できます。Intuvo のクロマトグラムは従来方式のものと概ね同様に見えます。Intuvo でも同じ分離カラムが用いられるため、従来型 GC からの溶出順序や分解能に変更はありません。

同じメソッドを異なる GC システムで動作させた場合、システム内の流路のわずかな違いによりリテンションタイムもわずかに変化する可能性があります。メソッド移管対象の GC システムが何であれ、リテンションタイムをチェックし、必要に応じて調整することが推奨されます。Agilent リテンションタイムロッキングウィザードは、このプロセスの自動化を支援する有用で強力なツールです。

この技術概要では、GC システム間でメソッド移管を行う場合の考慮点について説明します。本研究は従来型メソッドから Intuvo メソッドへの移管に焦点をあてているものの、その考え方は任意の 2 つの GC システム間のメソッド移管の場合にも適用可能です。従来型システムから Intuvo へのメソッド移管に関する 6 つの例が、参考文献のアプリケーションノートに詳しく掲載されています¹。

メソッド移管の基本

従来型の空気浴式オープンシステムのメソッドは概して、Intuvo GC システムへシームレスに移管できます。システム間のメソッド移管の場合は常に、対象となる2つのシステムが同様に設定されていることの確認をとることが重要です。例えば、元のシステムがスプリット/スプリットレス注入口と FID 検出器で構成されている場合、Intuvo も同様の構成にする必要があります。

メソッド移管について議論する場合、Intuvo の各種コンポーネントを確認することは有用です。図 1 にこれらのコンポーネントを示します。

リテンションタイムの考慮点

カラム長がカラムごとにわずかに異っていても異常ではありません。従来型カラムが少しでも切り取られていると、その長さは Intuvo のカラムのものとは異なることになります。これにより、リテンションタイムがわずかに変化する可能性があります。リテンションタイムを常にチェックし、適宜調節することが推奨されます。

Intuvo にはビルトインのリテンションギャップがあるため、従来のシステムが類似のリテンションギャップ (長さおよそ 0.75 m) を用いたシステムの場合、非常に近いリテンションタイムになります。元の従来型システムでリテンションギャップを用いない場合、Intuvo とは流路長に差異が出る可能性があります。この差異は、Intuvo への移管時にわずかな変化を生じさせる可能性があります。特に、早く溶出する化合物の場合に顕著です。これは想定されることであり、原因はリテンションギャップによるフローパス長さのわずかな増加にあります。

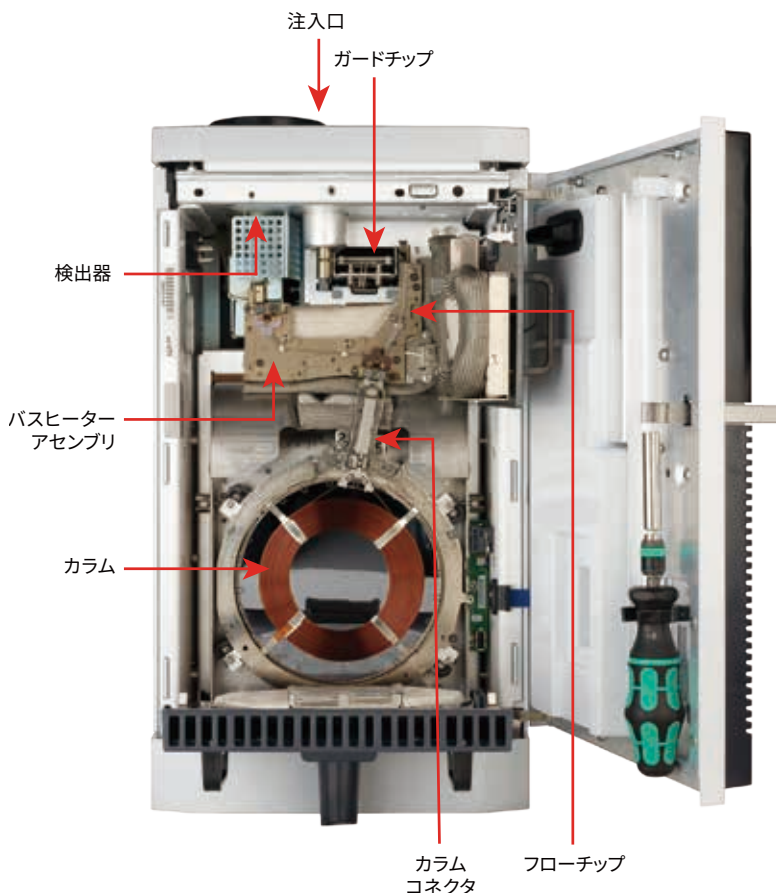


図 1. Agilent Intuvo 9000 GC の基本的な流路コンポーネント

表 1. メソッド移管の大半の場合で温度設定にユーザーが介入する必要はありません。従来設定と同じか、Agilent Intuvo 9000 GC によって自動設定されます。

コンポーネント	機能	温度設定
注入口	従来型と同等	従来型と同一
ガードチップ	リテンションギャップ	デフォルト = メソッドオープン温度を追跡するように自動設定 オプション = ユーザーの任意設定
バスヒーターブロック	オープン機能	デフォルト = オープン温度により自動設定 オプション = ユーザーの任意設定
カラムコネクタ		オープン温度に基づいて自動設定
カラム	従来型と同等	従来型と同一
検出器		

こうした概念は、ベンダーや年式が異なるシステム間でのメソッド移管の場合と異なるものではなく、Intuvo にとっても新しいものではありません。

例として、US EPA 8270D 分析の同一メソッドによって、Agilent 7890B GC および Intuvo 9000 GC システム上で測定した化合物 60 種以上のサンプルクロマトグラムと相対リテンションタイムを図 2 および 3 に示します。元の 7890B のメソッドは、指定された同一カラムを用い

て Intuvo 上で実行しました。これにより、リテンションタイムがどの程度似通っているかが示されます。ただし、7890B にはリテンションギャップがないため、早く溶出する化合物ではリテンションタイムにわずかな変化が見られます。

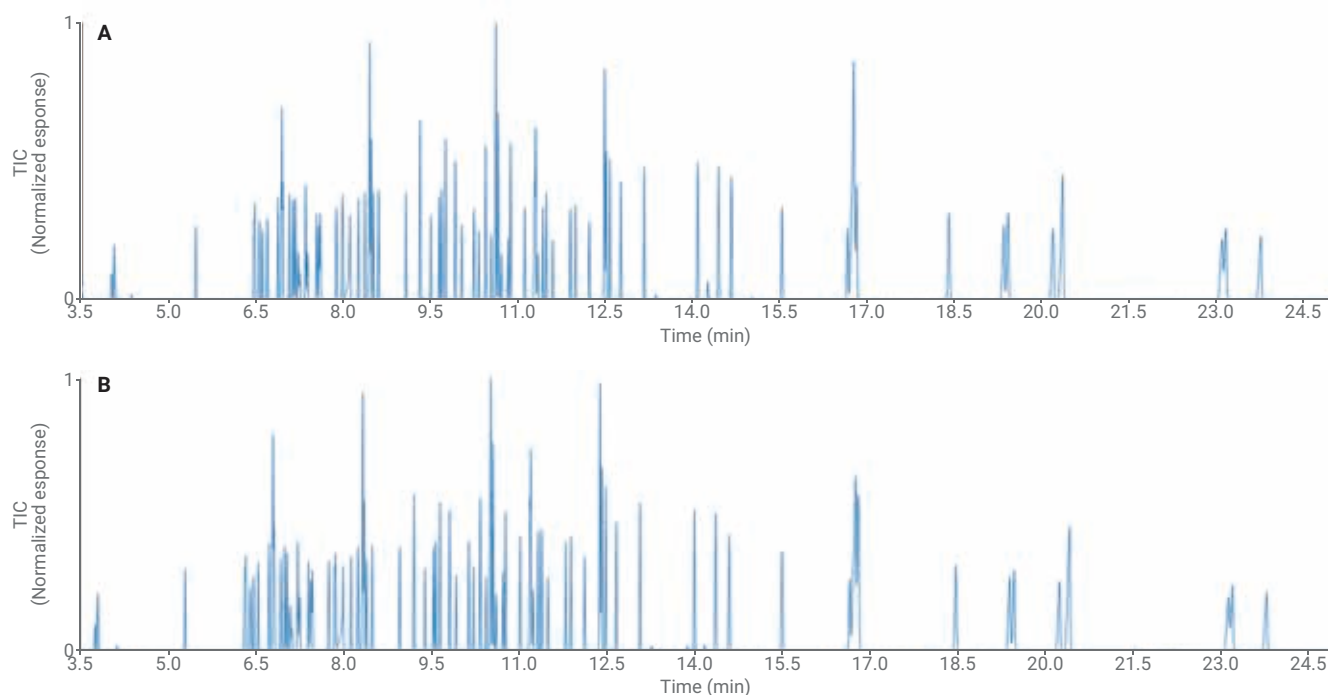


図 2. Agilent Intuvo 9000 GC システム (A) は、メソッドパラメータが同一の場合、Agilent 7890 GC システム (B) とほぼ同一の性能を発揮します。

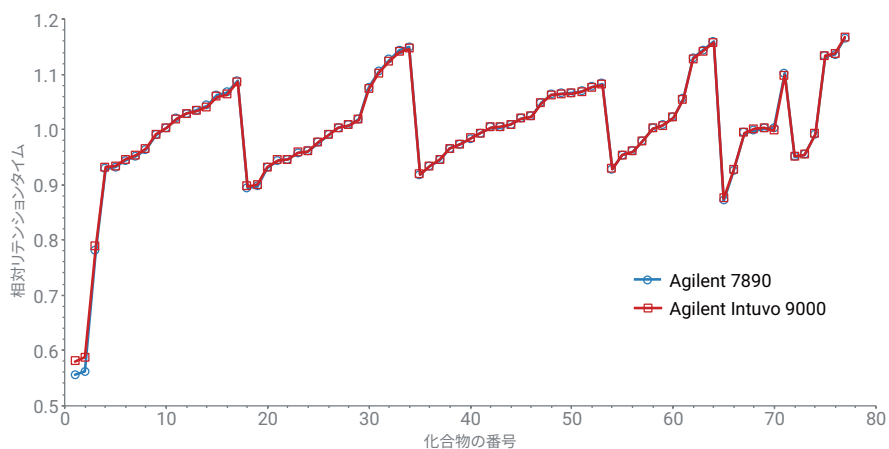


図 3. Agilent 7890 GC システムと Agilent Intuvo 9000 GC システムの相対リテンションタイムは実質的に同一です。

Intuvo ガードチップの設定

Intuvo のガードチップには、標準ガードチップ (長さ約 0.75 m) とジャンパーチップ (長さ約 0.6 m) という選択肢が 2 つあります。サンプルマトリックスによる汚染からカラムを最大限に保護するためにはガードチップを選択し、注入されたサンプルが高純度で流路汚染に対する懸念があまりない場合にはジャンパーチップを選択します (詳細については、技術概要 5991-8447JAJP『アプリケーションに合った最適なガードチップの選択』をご覧ください)。

Intuvo に一体化されたガードチップは、リテンションギャップとして機能します。従来の空気浴オープンでは、リテンションギャップがカラムと同じオープン内にあるため、温度は必然的にカラムを追跡します。これは Intuvo における適した操作方法です。従来型のリテンションギャップのメソッドを Intuvo 向けに移管する場合、ガードチップをトラックオープンモードに設定してください。このモードでは、ガードチップ温度はオープン温度を追跡し、2 つのシステム間のリテンションタイムを最も良く再現します (図 2)。

Intuvo の自動デフォルト温度設定により、従来型手法の結果が最も良く再現されます。オープンの昇温を追跡することで、ガードチップのマトリックストラップ能力が最適化され、特に複雑なサンプルマトリックスを分析する場合のカラム保護に役立ちます。Intuvo は個別の独立加熱型の流路要素で構成されているため、多種の流路温度を自由に設定することができます。例えば、ガードチップに対してカラムとは異なる温度プログラムを昇温モードで設定することができます。これによって、オープンとは異なる速度での昇温も可能になります。

熟練したユーザーはガードチップの昇温をわずかに変更することで、クロマトグラフィーが改善される可能性に気づくことがあります。通常、昇温モードでガードチップ (またはジャンパーチップ) を等温に設定することができます (例: 注入口温度とオープン最高温度の間)。これは、ヘッドスペースやパージ & トラップサンプリングを用いて揮発性物質を分析する上で、最も簡単かつ最善の方法であると言えます。高純度サンプル用にスループットの最も高いメソッドを開発する場合、ジャンパーチップを等温に設定 (昇温モードでゼロ昇温) することは、スループット最大化のための優れた施策となり得ます。

確立された従来型メソッドの移管の目的が、同等のクロマトグラフィー (および生産性) 結果を得ることである場合、最もシンプルな自動デフォルト設定が、同等性を達成するための最善の方法です。

Intuvo フローチップ設定

ガードチップとカラムの間の流路は、バスと呼ばれる独立したヒーターアセンブリに取り付けられた 1 つまたは複数の Intuvo フローチップからなります (図 1)。デフォルトでは、バスヒーター温度はメソッドオープン温度に基づいて定温設定値に自動設定されます。バスヒーターアセンブリ (例: 注入口フローチップ、検出器フローチップ、またはバックフラッシュフローチップ) に取り付けられた Intuvo フローチップはすべて、バスによって同じ温度に加熱されます。

ガードチップ設定と同様に、バスヒーターアセンブリのデフォルト設定は手動で上書きすることができます。場合によっては、わずかに低温のバス温度 (例えば 20 °C 以下) にする方が有効な場合があります。例えば、熱に不安定な化合物を分析する場合などです。

検出器の設定

検出器は検出器後部にバスヒーターアセンブリや一体型フローチップを接続することができます。これらのコネクタはメソッドで設定された検出器温度と同じ温度に加熱されるため、Intuvo へのメソッド移管の際に追加設定する必要はありません。

メソッドフロー設定

Intuvo フロー設定は概して、従来の空気浴オープンシステムのメソッドフロー設定と同等であり、直接移管することができます。

しかし、Intuvo ではバックフラッシュを大幅に単純化し、必要な決定事項の数を削減することができます。別の技術概要で、微妙な流量変更によって影響を受ける可能性のある、リテンションタイムベースのデータベースの移管のためのガイドラインを記載しています。

結論

従来型 GC から Intuvo へのメソッド移管は概して容易です。Intuvo の操作は従来のガスクロマトグラフと同じです。スプリット/スプリットレスおよびマルチモード注入パラメータ、キャピラリカラム固定相、オープン温度プログラム、および検出器設定値は、2つのプラットフォーム間の移管時に変更されません。ただし、Intuvo では若干のオプション機能が追加提供されます。自動デフォルト設定によって、ユーザーはこれらのオプションを円滑に享受できます。特定のケースでは、熟練したユーザーはアプリケーションをさらに最適化させるために多くのコントロールを活用することができます。

従来型メソッドの Intuvo への移管のための考慮点の概要を以下に示します。

- 従来のメソッドは Intuvo 向けのメソッドを開始する最適な方法の 1 つです。おそらく 90 % を超える部分がカバーされます。
- マトリックスの多い汚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。
- ガードチップおよびジャンパーチップの自動デフォルト設定を用いることで、既存のメソッドによる結果とほぼ同等の結果を得ることができます。
- 熱に不安定な分析対象物用のバスヒーターアセンブリに対しては、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ページ & 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検討してください。

参考文献

1. R. Veeneman, Transferring Methods to Intuvo: Six Practical Examples, Agilent Technologies Technical Overview, publication number 5991-9150EN, March **2018**.
2. R. Veeneman, Choosing the Right Guard Chip for Your Application, *Agilent Technologies Application Note*, publication number 5991-8447EN, November **2017**.
3. R. Veeneman, Updating Pesticide Retention Time Libraries for the Agilent Intuvo 9000 GC, publication number 5991-8446EN, November **2017**.

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, April 5, 2018
5991-9149JAJP