

アミン類の分析における 624 タイプ GC カラムの性能比較

概要

活性の高いアミン化合物に対するクロマトグラフィーの挙動について、Agilent J&W VF-624ms GC カラム（低ブリード 6 % シアノプロピル/フェニル、94 % ポリジメチルシロキサン）を、他のメーカーの 624 タイプ GC カラムと比較しました。活性塩基性化合物に対し、VF-624ms カラムはより優れた性能を示しました。ピーク形状特性が向上したとされる VF-624ms カラムは、より正確で信頼性の高い分析結果を得ることができます。

はじめに

アミンなどの活性および塩基性化合物のガスクロマトグラフィーによる分析は、流路全体で適切な不活性化が採用されていない場合に、困難となる可能性があります。活性化合物を扱う場合、シャープで対称なピークを確保し感度を維持するために、流路内に使用する部品は、最高の不活性性能を実現するものを選択することが重要です。¹ 同種の相の場合でも、アミンなどの分析困難な化合物に対しては不活性度の変動があり、ピークテーリングや完全な吸着など、ピークの変形が生じる可能性があります。この技術概要では、Agilent J&W VF-624ms GC カラムと、3社のメーカーの624タイプカラムで活性の高い塩基性化合物を分析し、低濃度の塩基性化合物に対する不活性度を比較しました。定性的（ピーク形状）および定量的（USP テーリングファクター、 T_{F} ）データの両方を使用して GC カラムの活性を評価しました。

実験方法

試薬と実験方法

マルチモード注入口付き Agilent 8890 GC/FID、Agilent 7693A オートサンブラと Agilent OpenLab ChemStation ソフトウェアを使用して、GC/FID 分析を実施しました。デュアル注入が実行できるようにメソッドを設定しました。表 1 に GC および FID 条件を、表 2 に流路の消耗品を示します。

表 1. GC および FID 条件

GC 分析条件	
カラム	Agilent J&W VF-624ms, 30 m × 0.32 mm × 1.8 μm (部品番号 CP9104) X 社 624ms カラム, 30 m × 0.32 mm × 1.8 μm Y 社 624ms カラム, 30 m × 0.32 mm × 1.8 μm Z 社 624 plus カラム, 30 m × 0.32 mm × 1.8 μm
キャリアガス	ヘリウム、定流量、2.2 mL/min
オープン	40 °C (3.0 分)、10 °C /min で 120 °C まで上昇 (4.0 分)
注入口	S/SL 注入口、スプリットモード、270 °C、スプリット比 50:1、注入量 0.2 μL
注入口ライナ	注入口ライナ、スプリット、シングルテーパ、ガラスウール、不活性化、低圧力損失 部品番号 5183-4702) 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 (部品番号 5190-2295)
GC/FID	FID 搭載 Agilent 8890 GC
サンブラ	Agilent 7693A オートサンブラ
FID 条件	
温度	300 °C
水素	30 mL/min
空気	400 mL/min
カラム流量 + メークアップガス	25 mL/min

表 2. 使用した消耗品

パラメータ	値
セプタム	注入口セプタム、ブリード/温度最適化 (BTO)、ノンスティック、11 mm (部品番号 5183-4757、50 個)
バイアル	バイアル、スクリュートップ、茶色、ラベル付、認定付、2 mL (部品番号 5182-0716、100 個)
バイアルインサート	バイアルインサート、250 μL、不活性化ガラス、樹脂足付、(部品番号 5181-8872、100 個)
バイアルキャップ	キャップ、スクリュ、青、PTFE/赤シリコンセプタム、9 mm (部品番号 5185-5820、500 個)
注入口/FID	フェラル、内径 0.5 mm、15 % グラファイト/85 % ポリイミド (部品番号 5062-3514、10 個) カラムナット、カラー付き、セルフタイト、注入口/検出器 (部品番号 G3440-81011)

標準溶液の前処理

各標準は Sigma Aldrich から購入し、メタノールで 100 ~ 10,000 μg/mL の濃度に調製しました。

結果と考察

624 タイプ GC カラム相の比較

メタノールで調製したトリエチルアミン (TEA) とジエチルアミン (DEA) の標準を、Agilent J&W VF-624ms GC カラム、および他のメーカーの3つの624タイプカラムで分析し、比較しました。図 1 は、VF-624ms で分析した 800 pg の DEA および TEA のサンプルです。トリエチルアミンのテーリングファクターは 1.09 と算出され、VF-624ms 相がこの化合物に対して優れた不活性度を有していることを示しています。ジエチルアミンは VF-624ms 相に対しより高い活性を示しましたが、2.25 のテーリングファクターを維持し、この化合物を分析するために、この相が適切であることを示しています。

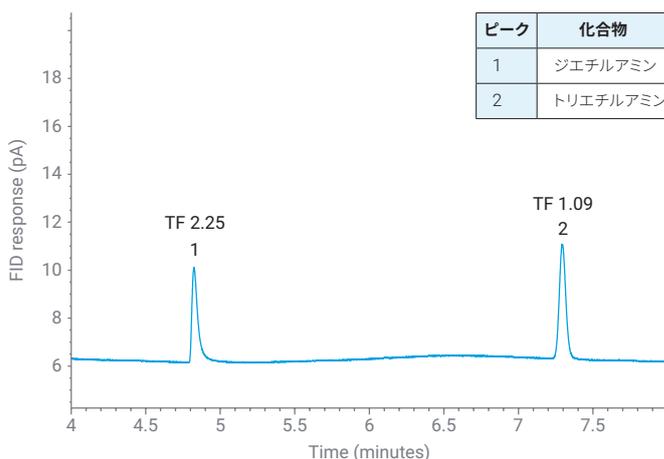


図 1. Agilent J&W VF-624ms GC カラムで分析した、DEA および TEA 800 pg オンカラムの標準。TF はテーリングファクターです。

図2は、DEAおよびTEA 800 pg オンカラムの同じ標準を分析した場合の、VF-624ms とその他 3 つの 624 タイプカラムを比較したものです。X 社の 624ms カラムは TEA に対して VF-624ms と同様のテーリングファクターを示し、DEA に対しては 3.68 のより高いテーリングファクターを示しました。これは、X 社の 624ms カラムは VF-624ms よりも、アミンに対して若干、活性が高いということです。Y 社の 624ms カラムは TEA

に対してより高いテーリングファクターを示し、DEA に対しても 5.68 の大きなテーリングファクターを示しました。Z 社の 624 plus GC カラムでは DEA は検出されませんでした。カラムに完全に吸着されたからです。Z 社の 624 plus カラムは、TEA に対する 6.64 のより高いテーリングファクターにより、アミンの分析において全般的に活性が高いことが確認されました。

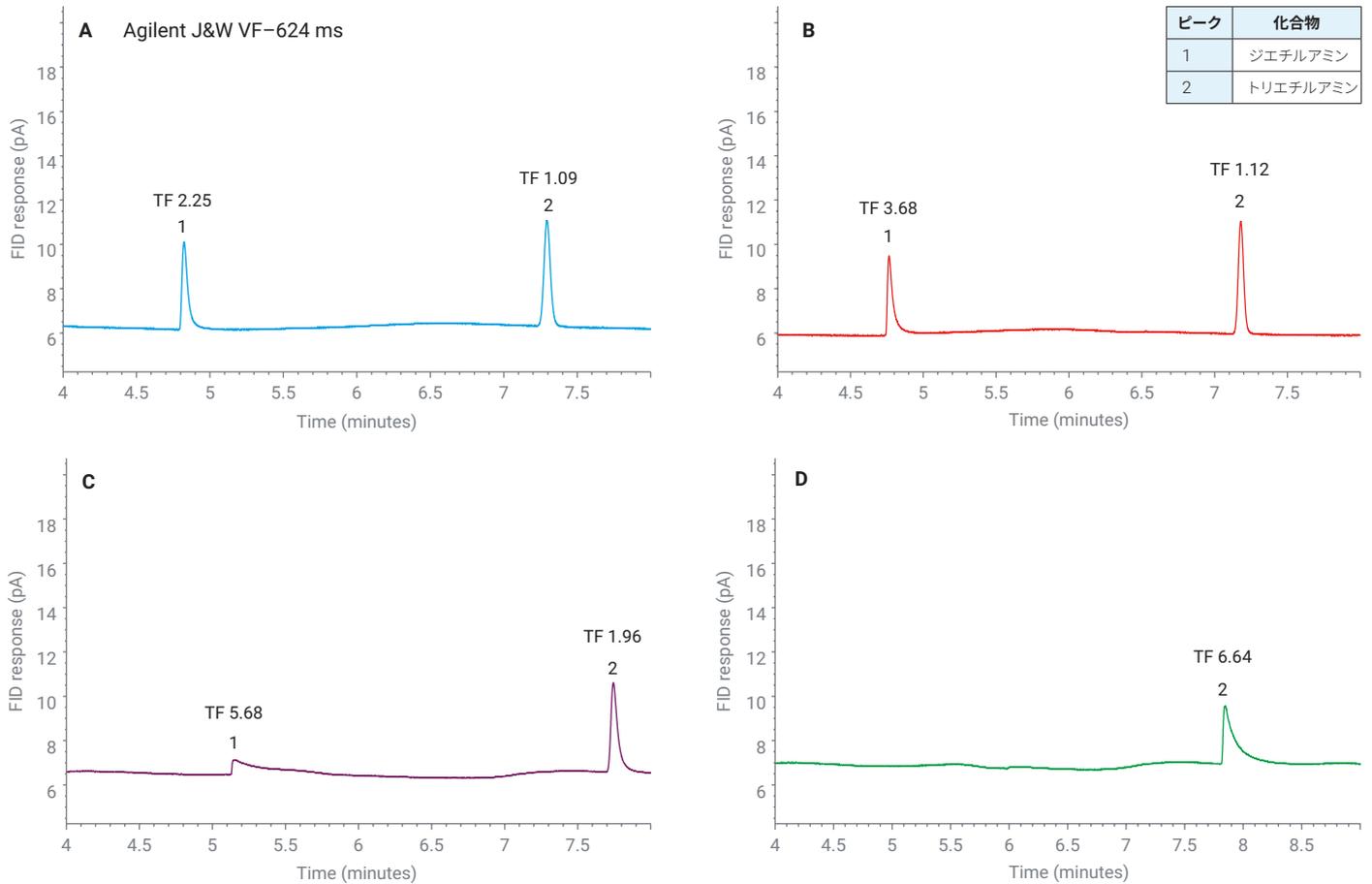


図2. 次で分析した、DEA および TEA 800 pg オンカラムの標準：(A) Agilent J&W VF-624ms GC カラム、(B) X 社 624ms GC カラム、(C) Y 社 624ms GC カラム、(D) Z 社 624 plus GC カラム。TF はテーリングファクターです。

検量線および直線性

TEA および DEA の標準溶液は、100 ~ 4,000 pg オンカラムの範囲で調製し、VF-624ms GC カラムで分析しました。図 3 および図 4 では、VF-624ms GC カラムにおいて、TEA と DEA のそれぞれに対して優れた直線性が示されています。

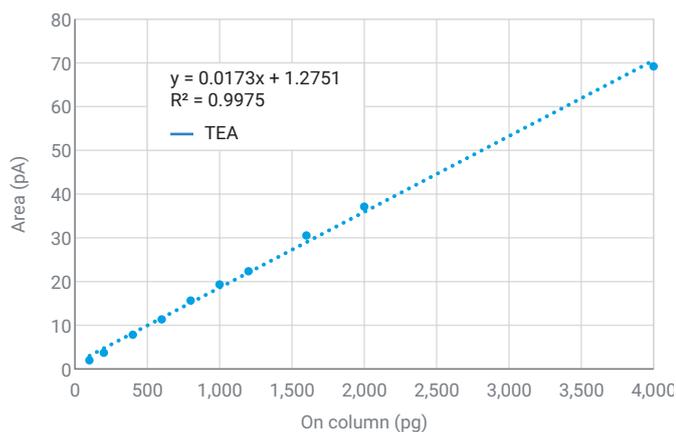


図 3. Agilent J&W VF-624ms GC カラムで分析した、MeOH 中の TEA のキャリブレーション

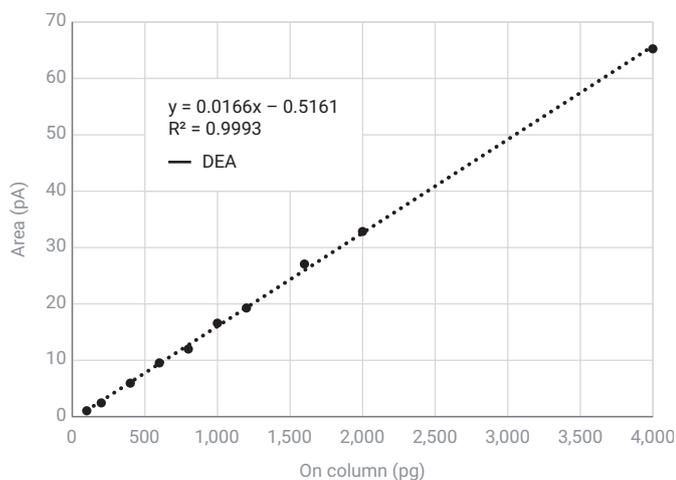


図 4. Agilent J&W VF-624ms GC カラムで分析した、MeOH 中の DEA のキャリブレーション

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。

DE59847672

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2022

Printed in Japan, January 20, 2022

5994-4537JAJP

結論

Agilent J&W VF-624ms GC カラムは、3 つの同じタイプの競合カラムと比較して、活性塩基性化合物の分析においてより優れた性能を実現しました。優れた不活性性能により、TEA および DEA のテーリングファクターで算出されるピーク形状で全般的により良好な結果が得られ、感度が向上しました。感度が向上したことで、より優れた検出下限と、より直線的で正確なキャリブレーション範囲を実現できます。

参考文献

1. Berry, J.; Lynam, K.; Cai, C.; Zou, Y. Competitive Column Inertness Analysis with Active Basic Compounds. Agilent Technologies application note, publication number 5991-4626EN, 2014