

第14巻 | 第3号 | 2001年

Agilent Separation Times

高性能GCカラム技術と最適なパフォーマンス



そのトラブルは、カラムが原因?
(6ページ参照)

VOC分析の生産性を2倍に向上	2
適切なスプリット/スプリットレス部品を選択する方法	8
フェノール分析でのロック	10
DB-23を使用したFAME시스およびトランス異性体の分離	13
ラボの生産性を向上する6つの簡単な方法	14



Agilent Technologies

ソリューションを提供いたします。

Agilent Technologiesでは、お客様のラボ分析の生産性の向上と質の高いアウトプットの実現をサポートするため、最新アプリケーション情報などのさまざまなソリューションを提供しています。本号では、以下の分析例についてご紹介いたします。揮発性有機化合物の分析速度を2倍に引き上げる方法。リテンションタイムロッキング(RTL)を使用して、フェノール化合物の分析精度を上げ、実行時間を短縮する方法。30分以内で40個のFAME(脂肪酸メチルエステル)の優れた分離度を得る方法。クロマトグラフィーにおけるリーダーシップを35年間維持してきたAgilentでは、業界で最も多くの知識を持つエキスパートたちが皆様をサポートさせていただいております。

「私の仕事は、
Agilentの膨大な
知識ベースをお客様にも
活用していただくことです。
Agilentの専門知識を
共有することが
すべてです。」
Eberhardt Kuhn

Science and Technologyで物理化学の博士号を取得しています。1992年に主席研究員(senior research chemist)としてAgilentに入社し、数多くの業績を上げ、いくつかのタイプのGCカラムの製造プロセスを大幅に向上させました。1999年にアプリケーショングループに転属になり、現在は、お客様のトラブルシューティング、製品のご提案、アプリケーションに関するアドバイスを行っています。また、トレーニングクラスやeセミナーの講師も受け持っています。

Separation Timesが、お客様の成功と効率化に役立つことを願っております。詳細な情報やアドバイスをご希望であれば、Agilentまでeメール(オンラインによる連絡方法は7ページを参照して下さい)、または、横河アナリティカルシステムズ カスタマ・コンタクト・センター フリーダイヤル(0120-477-111)までご連絡ください。



Phil Stremple, Ph.D.
GCカラムプログラムマネージャ
phil_stremple@agilent.com

Phil Stremple



VOC分析の生産性を2倍に向上

DB-VRXを使用した揮発性化合物の高速GC/MS

- EPA 8260の揮発性化合物の分析をすべて7.6分間で完了
- コンピュータ設計の固定相による114個のVOCの優れた分離度
- 5973 MSDのパフォーマンスに合わせて最適化されたカラムサイズ



Cameron George
テクニカルサポートエンジニア

バージ&トラップGC/MSによる不揮発性有機化合物(VOC)の分析は、多くの人の理解を得、開発されてきた方法です。ただし、このプロセスでは、常にガス流速を犠牲にしています。1980年代後半に開発された「スプリット注入」インターフェースは、このようなガス流速の問題に非常に効果的に対応しています。Vickersと共同研究者(1)は、スプリットインジェクションインターフェースを、60m×内径0.25mm、1.4μm膜のDB-VRXキャビラリーカラムと併せて使用し、最適化されたシステムを構築しました。この方法では、80種を超える分析成分が30分未満でよく分離され、それまでの方法よりも大幅に改善されていることがわかります。この構成は多くのラボで現在でも使用されており、確かに安定性がある方針と考えられていますが、分析時間の短縮と結果の向上を望む声もあります。

分離度を維持しながら、内径を小さくし、カラムを短くして分析時間を短縮するという考えは新しいものではありません。ただし、バージ&トラップ濃縮を使用したVOC分析では、高い感度の必要性や、不十分な脱着効率という障害が、非常に重要な問題になります。

(4ページに続く)

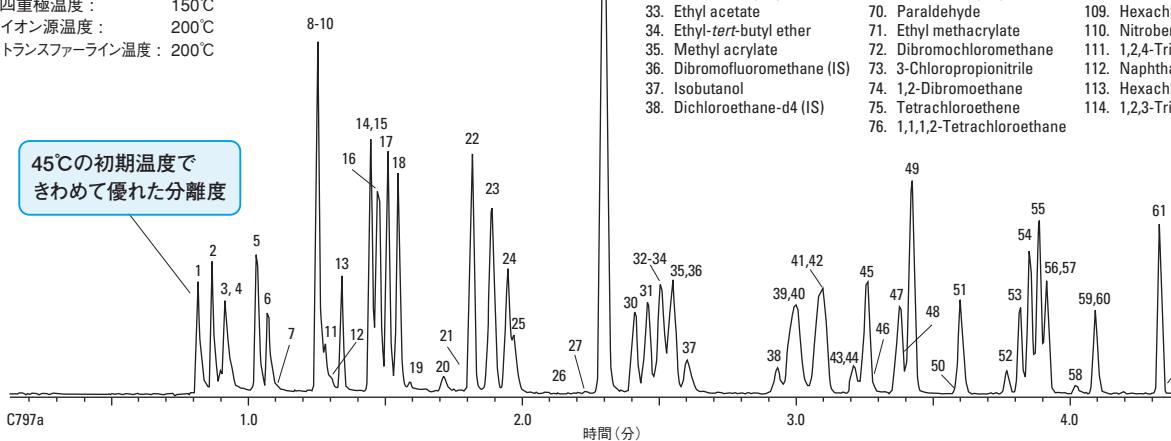
高速VOC EPA 8260

サンプル濃度

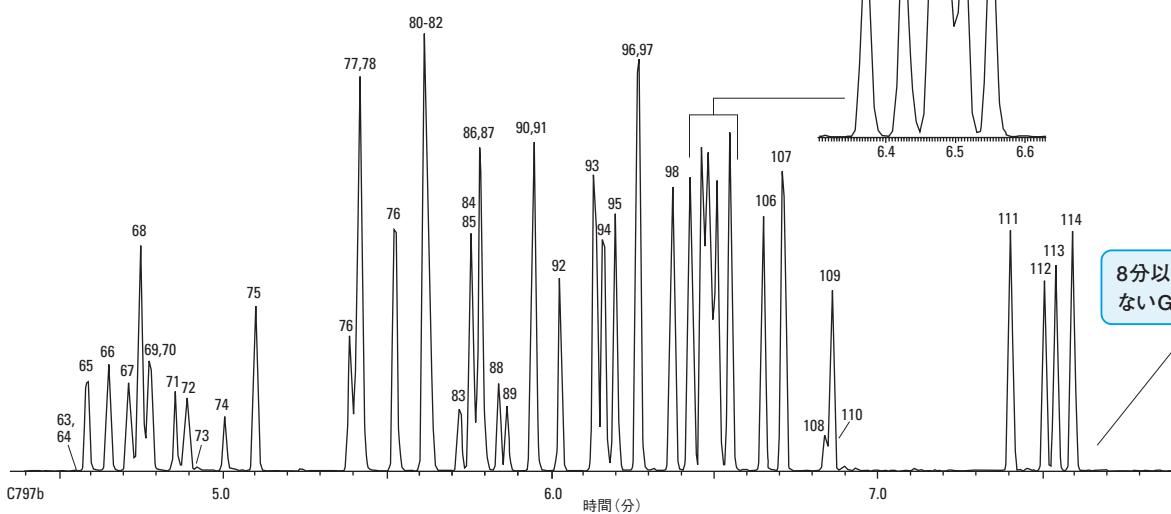
- ・40ppbのハロゲン化および芳香族分析対象物
- ・20ppbの内部標準物質
- ・極性を持つ分析対象物(100~800ppbのエーテル、アルコール、ケトン)

カラム : DB-VRX
 20m x 内径0.18mm、1.0 μ m膜
 部品番号 : 121-1524
 キャリガス : 55 cm/sec(1.5 mL/min)の水素
 オープン : 45°Cで3.0分間
 36°C/minで45~190°C
 20°C/minで190~225°C
 225°Cで0.5分間
 注入口 : Tekmar 3100バージ&トラップ
 トラップ : VOCARB(TM) 3000
 サンプル量 : 5 mL
 バージ : 11分間
 脱着予熱 : 245°C
 脱着 : 250°Cで1分間
 焼出 : 260°Cで10分間
 ラインおよびバルブ温度 : 100°C
 インタフェース : 150°Cのスプリットインジェクター、スプリット比60:1
 検出器 : Agilent 5973 MSD
 スキャン範囲 : 35~260 amu
 スキャンレート : 3.25スキャン/sec
 四重極温度 : 150°C
 イオン源温度 : 200°C
 トランスマッサーライン温度 : 200°C

45°Cの初期温度で
さわめて優れた分離度



1. Dichlorodifluoromethane	39. Pentafluorobenzene	77. 1-Chlorohexane
2. Chloromethane	40. 1,2-Dichloroethane	78. Chlorobenzene
3. Hydroxypyronitrile	41. 1,1,1-Trichloroethane	79. Ethylbenzene
4. Vinyl chloride	42. 1-Chlorobutane	80. Bromoform
5. Bromomethane	43. Crotonaldehyde	81. m-Xylene
6. Chloroethane	44. 2-Chloroethanol	82. p-Xylene
7. Ethanol	45. 1,1-Dichloropropene	83. trans-Dichlorobutene
8. Acetonitrile	46. 1-Butanol	84. 1,3-Dichloro-2-propanol
9. Acrolein	47. Carbon tetrachloride	85. Styrene
10. Trichlorofluoromethane	48. Chlороacetonitrile	86. 1,1,2-Tetrachloroethane
11. Isopropyl alcohol	49. Benzene	87. o-Xylene
12. Acetone	50. tert-Amylmethyl ether	88. 1,2,3-Trichloropropane
13. Ethyl ether	51. Fluorobenzene (IS)	89. cis-Dichlorobutene
14. 1,1-Dichloroethene	52. 2-Pentanone	90. 4-Bromofluorobenzene (IS)
15. tert-Butyl alcohol	53. Dibromomethane	91. Isopropylbenzene
16. Acrylonitrile	54. 1,2-Dichloropropane	92. Bromobenzene
17. Methylene chloride	55. Trichloroethene	93. Propylbenzene
18. Allyl chloride	56. Bromodichloromethane	94. 2-Chlorotoluene
19. Allyl alcohol	57. 2-Nitropropane	95. 4-Chlorotoluene
20. 1-Propanol	58. 1,4-Dioxane	96. 1,3,5-Trimethylbenzene
21. Propargyl alcohol	59. Epichlorohydrin	97. Pentachloroethane
22. trans-1,2-Dichloroethene	60. Methyl methacrylate	98. tert-Butylbenzene
23. MTBE	61. cis-1,3-Dichloropropene	99. 1,2,4-Trimethylbenzene
24. 1,1-Dichloroethane	62. Propiolactone	100. sec-Butylbenzene
25. Propionitrile	63. Bromoacetone	101. 1,3-Dichlorobenzene
26. 2-Butanone	64. Pyridine	102. Benzylchloride
27. Diisopropyl ether	65. trans-1,3-Dichloro-	103. 1,4-Dichlorobenzene-d4 (IS)
28. cis-1,2-Dichloroethene	propene	104. 1,4-Dichlorobenzene
29. Methacrylonitrile	66. 1,1,2-Trichloroethane	105. Isopropyltoluene
30. Bromochloromethane	67. Toluene-d8 (IS)	106. 1,2-Dichlorobenzene
31. Chloroform	68. Toluene	107. Butylbenzene
32. 2,2-Dichloropropane	69. 1,3-Dichloropropane	108. 1,2-Dibromo-3-chloropropane
33. Ethyl acetate	70. Paraldehyde	109. Hexachloroethane
34. Ethyl-tert-butyl ether	71. Ethyl methacrylate	110. Nitrobenzene
35. Methyl acrylate	72. Dibromochloromethane	111. 1,2,4-Trichlorobenzene
36. Dibromofluoromethane (IS)	73. 3-Chloropropionitrile	112. Naphthalene
37. Isobutanol	74. 1,2-Dibromoethane	113. Hexachlorobutadiene
38. Dichloroethane-d4 (IS)	75. Tetrachloroethene	114. 1,2,3-Trichlorobenzene
	76. 1,1,2-Tetrachloroethane	



8分以内での比類のないGC/MS分析

カラムの内径を小さくすると、キャリアガスの流量が減り、脱着流量の合計を一定にするとスプリット比が大きくなります。内径が小さい(内径0.2mm未満)カラムでは、60:1以上のスプリット比が一般的です。スプリット比を上げると、カラムに入るサンプル量が少なくなり、その結果、検出器に達するサンプル量も減少します。旧式のベンチトップMSDシステムには、スプリット注入インターフェースを使用してこのような微量の分析対象物を検出するための十分な感度はありませんでした。Agilentの5973および5973N MSDシステムでは、イオン源の構成が最適化され、電子倍増管とマスクフィルタ設計が向上しているために検出器の感度が向上し、このような制限はまったくなくなりました。



20m×内径0.18mm、膜厚1.0 μm を使用したDB-VRXは、高速GC/MS VOC分析に最適です。DB-VRXの選択性は、VOC分析を目的としてコンピュータで設計されています(2)。U.S.EPA 524.2および8260B法で指定されている分析対象物の選択性は非常に優れています。前の図は、ここに挙げた条件に基づいて、EPA 8260B法で行った114個のVOCの分析を示したものです。特に興味深いのは、オープンの初期温度です。35°Cで開始した場合は、早く溶出する分析対象物の分離度は優れていますが、全体的な測定周期は長くなります。オープンの初期温度を45°Cに上げると、測定周期は大幅に短縮されます。

Tekmar/Dohrmannの新しい技術を使用すると、ページ&トラップのスループットを劇的に向上することができます。Tekmar/DohrmannのDuet Dual Sampling Systemを使用すると、ラボでは、2つのページ&トラップ濃縮装置と、1つのGC/MS機器のインターフェースをとることができます。これらのページ&トラップでは、サンプルの注入がGC/MSシステムに変更されます。この2つの同期した濃縮装置を使用すると、1つの分析システムでのサンプルスループットを2倍にすることができます。デュアルページ&トラップシステムを最大限に活用するためには、クロマトグラフィーの測定周期の合計を約13分間まで短縮する必要があります。

この時間では、両方の濃縮装置が、速度を犠牲にすることなく完全に最適化されます。前の図に示すように設定されたDB-VRXキャビラリーカラムを使用すると、7.6分間の分析時間で行うことができます。5.5分間の冷却時間を加えると、測定周期の合計は13分間をわずかに超える程度になり、デュアルページ&トラップアプリケーションに最適です。

DB-VRXの実証済みのパフォーマンスと、Agilentの5973および5973N MS 検出器の高い感度を組み合わせることにより、分析ラボでは、新しいページ&トラップ技術を利用し、サンプルスループットと総合的な生産性を大幅に向上することができます。

参考資料

1. S. M. Abeel, A. K. Vickers, and D. Decker. Trends in Purge and Trap. J. Chromatogr. Sci. 32, 328-338 (1994).
2. D. Decker, R. M. A. Lautamo, M. R. Hastings, J. H. Garrett, and T. O. Tiernan, "Optimizations of Stationary Phase Selectivity, Column Design and Instrument Parameters for Maximum Resolution of Volatile Organic Compounds Included in EPA Method 502.2/524.2" 1992年Pittsburgh Conference and Exposition, New Orleans, Louisiana (1992年3月9~13日)で発表された論文

オーダーガイド*

カラムの説明	内径(mm)	長さ(m)	膜(μm)	部品番号	価格(円)
DB-VRX	0.18	20	1.0	121-1524	58,000
DB-VRX	0.25	60	1.4	122-1564	130,000
DB-VRX	0.32	60	1.8	123-1564	143,000
DB-VRX	0.45	75	2.55	124-1574	173,000

* これらは入手可能なカラムおよびサイズのサンプルの一部です。

詳細な情報に関してはAgilentまでお問い合わせくださいか、www.agilent.com/chemをご覧下さい。

Agilentオート・クリンパおよび デキヤッパが必要な10の理由

Agilentの2mlバイアル用(12x32mm、11mmのアルミシール付き)および20mmバイアル用(ヘッドスペースタイプ、20mmのアルミシール付き)オート・クリンパおよびデキヤッパは、完璧なソリューションを提供します。

- 1. 精度。** クリンプキャップではサンプルバイアルの密封度が最も高く、サンプルの完全性が保護されます。
- 2. 心地よさ。** これらのハンディタイプのツールを使用すると、手首が疲れることがなく、手を動かす必要もありません。手でクリンプキャップを取り付けると、手首が痛くなったり、場合によっては手根管症候群を発症することもあります。
- 3. 簡単。** 簡単なプッシュボタン式の操作によって作業が楽になります。
- 4. 自由。** 他の機械式または空気圧クリンパやデキヤッパとは異なり、Agilentのバッテリー式クリンパおよびデキヤッパを使用すれば、ラボ内を自由に動き回れます。
- 5. 信頼性。** 自動化されているため、気密に優れた、信頼性の高い、一貫した圧着が可能です。
- 6. 節約。** キャップを正確に外せばバイアルを再利用できます。クリンプキャップは、スクリューキャップよりも経済的にも優れています。



オンラインデモをご覧下さい。
www.chem.agilent.com/cag/cabu/crimp.htmで
“Demo”アイコンをクリックし、
クリンパのオンラインデモをご覧下さい。

- 7. 制御。** 圧着力を調整できるため、密封のレベルを制御できます。使用していないときも設定は保存されます。
- 8. 銳敏。** これらのツールは、ラックまたはオートサンプラトレイに密に置かれたバイアル間の狭いスペースにもフィットします。
- 9. 長い寿命。** 構造が堅牢であるため、長期にわたって使用できます。
- 10. 品質。** 35年間のクロマトグラフィーに関する知識と経験が、Agilentの機器、カラム、およびサプライ用品に集約されています。

オーダー情報

製品	部品番号	説明	価格(円)
2ml、12 x 32mmクリンプトップオートサンプルバイアルに対応			
オート・クリンパ	5183-4763	11mm、VersaPak® Gold充電式バッテリーおよび充電器1つ付き	68,000
オート・デキヤッパ	5184-3567	11mm、VersaPak Gold充電式バッテリーおよび充電器1つ付き	68,000
20mmヘッドスペースバイアルに対応			
オート・クリンパ	5184-3572	20mm、VersaPak Gold充電式バッテリーおよび充電器1つ付き	68,000
オート・デキヤッパ	5184-3573	20mm、VersaPak Gold充電式バッテリーおよび充電器1つ付き	68,000
すべてのクリンパおよびデキヤッパ			
Black & Decker VersaPak Gold	5183-4799	環境にやさしい、パワフルなNiMHバッテリー充電式バッテリー	5,000

VersaPak®は、Black & Decker Corporationの米国における登録商標です。

原因はカラムにあるのでしょうか 疑われたカラムに関する実話



ラボで問題が発生したときに、カラムを非難するのは簡単です。しかし、分析できわめて重要な役割を果たしているカラムを非難する前に、この1つの実話が考え方をきっかけになるかもしれません。

Eberhardt Kuhn, Ph.D.
テクニカルサポートエンジニア

ほんの数回の注入後、HP-INNOWaxカラムにすべての脂肪酸が吸着してしまうという苦情が1人のお客様からありました。このお客様が言っているのは、サンプルではなく、標準物質のことでした。疑いのあるカラムを評価用に送っていただき、最初に脂肪酸テスト混合液を注入したところ、そのカラムが実際に許容できないものであることが確認されました(図1)。出荷直後の同じロットのHP-INNOWaxで同じテスト混合液を実行すると、このカラムをこのアプリケーションで正しく使用できることがわかりました。お客様のカラムの汚染を疑い、

「注入口の端」と思われるところから数メートルを切り取り、もう一度テスト混合液を実行しました。パフォーマンスは向上しませんでした。

そこで、カラムを半分に切断しました。このようにして正常な方の半分(図2)と汚染された方の半分(図3)に分け、汚染の疑いを確認しました。汚染された方の半分を塩化メチレンですすいだところ、パフォーマンスが回復しました(図4)。しかし、この時点でも汚染の原因はわかりませんでした。

テスト混合液を100回注入しましたが、パフォーマンスは低下しませんでした。そこで、標準物質に何を使用している

のか、お客様に尋ねました。この標準物質を100回注入すると、酸に大きいテーリングが見られました。お客様の標準物質に含まれるどの物質がカラムの汚染の原因となっているのかについては特に調査しませんでしたが、標準物質でさえも問題の原因になり得るということが明らかになりました。

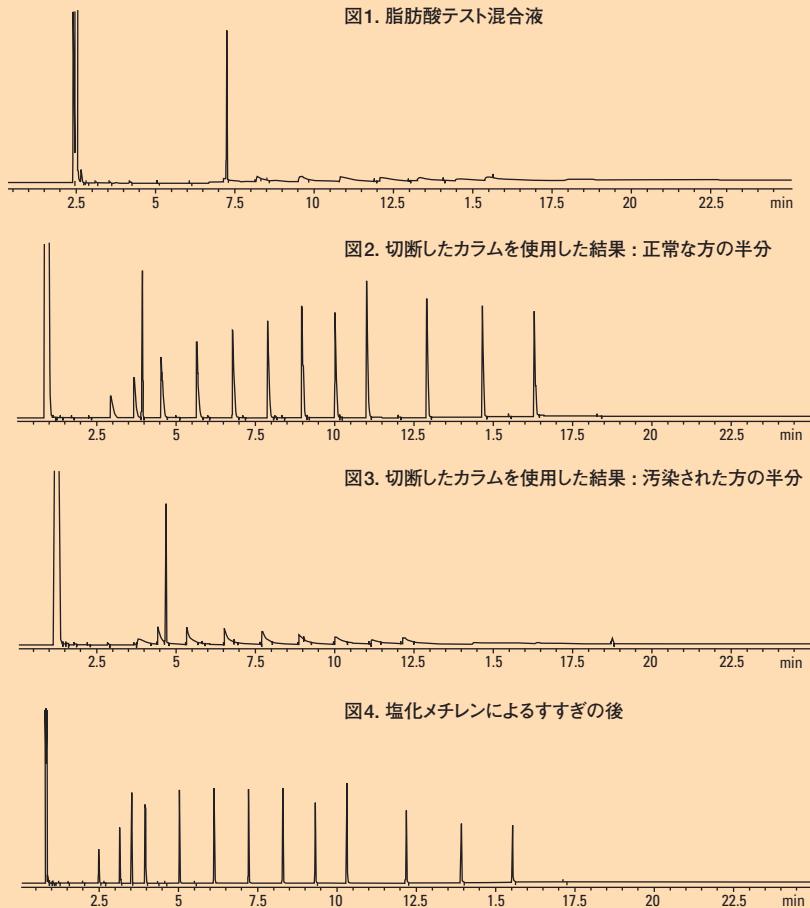
このケースは、カラムがいつでも問題の原因であるとは限らないことを示しています。ただし、カラム(または注入口)の汚染は、クロマトグラフィーの劣化の原因として最も頻繁に挙げられます。幸いにして、汚染の問題は、ほとんどの場合は簡単に解決できます。汚染物質は、通常はカラムの前面(注入口側)にあります。多くの場合は、カラムを約0.5m切断すれば、汚染された部分が取り除かれます。汚染物質がカラムの奥まで浸透している場合は、溶媒ですすぐことによって、ほとんどの場合はカラムのパフォーマンスを回復できます。もちろん、すぐことができるの、結合およびクロスリンクされた固定相だけです。非結合相は、このようなすぎによって損傷を受けることがあります。*

この操作は、カラムのリンスキットを使用すると非常に簡単です。

*Separation Times、第14巻、第2号、11月2日(Pub.No.5988-3075EN)、5ページ「ガスクロマトグラフィーにおける水の注入」を参照して下さい。

(6ページに続く)

原因はカラムにあるのでしょうか
5ページの続き



オーダーガイド*

カラムの説明	内径(mm)	長さ(m)	膜(μm)	部品番号	価格(円)
HP-FFAP	0.2	25	0.3	19091F-102	58,000
HP-FFAP	0.25	15	0.25	19091F-431	39,000
HP-FFAP	0.25	30	0.25	19091F-433	63,000
HP-FFAP	0.32	15	0.25	19091F-411	43,000
HP-FFAP	0.32	30	0.25	19091F-413	68,000
HP-FFAP	0.53	15	1.0	19095F-120	44,000
HP-FFAP	0.53	30	1.0	19095F-123	79,000
カラムリンスキット				430-3000	7,600
交換用フェラル				309-0002	300
A Practical Guide to the Care, Maintenance, and Troubleshooting of Capillary GC Systems by Dean Rood (キャピラリーGCシステムの扱い、保守、およびトラブルシューティングの実用ガイド、Dean Rood著)				900-1013	19,000

* これらは入手可能なカラムおよびサイズのサンプルの一部です。
詳細な情報に関してはAgilentまでお問い合わせくださいか、www.agilent.com/chemをご覧下さい。

リンスキットでは、塩化メチレンやヘキサンなどの溶媒をカラムに通します。必ず、カラムの検出器側から注入口側に向けてすぐことに注意して下さい。すすぐだカラムを再び取り付ける前に、注入口のライナを確認して下さい。特にスプリットレス注入を行っている場合は、ライナも汚染されている場合が多く、交換の必要があります。正しい取り扱いと準備によって、信頼性が高く、再現性のある結果を簡単に得ることができます。

ご質問はありませんか？

Agilentでは、毎日数百もの技術的な質問にお答えしています。

オンラインで直接エキスパートに質問して下さい。www.agilent.com/chemにログオンし、Technical Supportを選んだ後、Ask our Technical Support Specialistを選択します。

そして、そこから質問（英語のみ可）を送信して下さい。

迅速にご回答いたします。



適切なスプリット/スプリットレス注入口部品の選択方法

Agilentの純正交換部品およびサプライ用品

スプリット注入は、対象成分が約500 ppm以上の場合のサンプルの導入方法として最適です。スプリットレス注入は、GC微量分析用のサンプルを導入する有効な方法です。一貫した結果を得るためにには、適切なセプタム、ライナー、およびフェラルを選択する必要があり、交換時期を認識しておくことが必要です。



適切な注入口部品のための選択ガイド

項目/部品番号	利 点	用 途	例
セプタムのタイプ			
ブリードおよび温度最適化済みセプタム 5183-4757	中心にくぼみがあるため、ニードルが貫通しやすく、開く穴もわざか。 ブリードおよび高温に最適なパフォーマンス。	注入口温度が最大400°Cまでのアプリケーション。	オンカラム注入ができない場合の重い炭化水素混合物の分析。
Agilent高機能緑色セプタム 5183-4759	中心にくぼみがあるため、ニードルが貫通しやすく、開く穴もわざか。	注入口温度が350°C未満のほとんどのアプリケーション。	EPA半揮発性化合物の分析方法。
汎用赤色セプタム 5181-1263	中心にくぼみがあるため、ニードルが貫通しやすく、開く穴もわざか。 ブリードが少なく、寿命の長い コスト効率のよいセプタム。	注入口温度が350°C未満のほとんどのアプリケーション。	EPA半揮発性化合物の分析方法。
Merlin Microsealセプタム 5182-3444。 Merlin Microseal 5182-3442と併せて使用。	寿命のきわめて長いセプタム技術。 粒子の発生なし。	高スループット。中程度のクロマトグラフィー温度でのルーチン分析。	原料の面積パーセント純度検定。
密封のタイプ			
金めっきシール 18740-20885	ステンレススチールシールよりも不活性。 ほとんどのスプリットレスインジェクター流速に適切な流体力学。	スプリットレス注入、または、インジェクター流速が200mL/minのスプリット注入。	通常のバージ流速を使用したすべてのスプリットレス注入。
金めっきシール、クロスノッチ 5182-9652	ステンレススチールシールよりも不活性。 ほとんどのスプリットレスインジェクター流速に適切な流体力学。	インジェクターの総流速が200 mL/minを超える スプリット注入のみ。	高スプリット流速を使用した、複雑な混合物の面積パーセント純度検定。
ライナのタイプ			
スプリット			
ライナ、スプリットのみ、テーパー、不活性化、低圧力降下、5183-4647	ガラス綿と底部のテーパーによって注入精度が向上。	特に電子圧力制御(EPC)注入口を使用したスプリット注入。	複雑な混合物の面積パーセント純度検定。
スプリットレス			
シングルテーパーライナ 5181-3316	不活性化、カラムに流量を集中。	ほとんどのスプリットレスアプリケーション。	EPA半揮発性化合物の分析方法。
シングルテーパー、ガラス綿 5062-3587	不活性化、カラムに流量を集中。 ガラス綿によって、不揮発性の残留物質の影響が緩和される。	汚れたサンプル用。注意：活性を持つ分析対象物では、ガラス綿によって問題が発生する場合があります。	不活性な分析対象物を使用した生物学的/土壤抽出物の微量分析。
二重テーパーライナ、不活性化 5181-3315	シングルテーパーと同じ。 ただし、バックフラッシュの防止に役立つ。	非常に揮発性の高い溶媒を使用した高温における大量の注入。	水、メタノール、塩化メチレンが溶媒で、インジェクタ温度が250°Cを超える場合。
オートサンプラーのシリジングのタイプ			
10 μl、固定ニードル、23-26s 5181-1267	強度を上げ、開く穴を小さくするために、内径が先細になっている。	スプリットまたはスプリットレス注入。	ほとんどのスプリットレスアプリケーション。
10 μl、固定ニードル、26s 9301-0714	セプタムの穴を小さくするための、一般的な内径の小さいニードル。	スプリットまたはスプリットレス注入。	ほとんどのスプリットレスアプリケーション。
5 μl、固定ニードル、23-26s 5181-1273	5181-1267と同じ形状で最少0.5 μlの注入が可能。	少量の注入が必要なスプリットまたはスプリットレス注入。	カラム/検出器の過負荷を防止する高濃度のサンプル。
10 μl、固定ニードル、先端がテフロンのプランジャー、23-26s、5181-3354	気密、小さいヘッドスペース注入に使用。	環境ヘッドスペース分析、場合によっては水の注入にも使用。	環境ヘッドスペースについては、「アプリケーションノート」5966-1473Eを参照。
10 μl、固定ニードル、23ゲージ、ALS 9301-0713セプタム。	Merlin Microsealセプタム専用。	Merlin Microsealセプタムに必要。	原料の面積パーセント純度検定。

システムを正しく設定し、保守すれば、分析方法は堅牢で再現性のあるものになります。次の表に、最も一般的な注入口部品の選択と交換についてのガイドを示します。複数のオプションが記載されている場合は、各カテゴリの最も上の部品が、ほとんどのアプリケーションに対応します。

PerfectFit 注入口純正部品



交換が必要な時期

可変。ニードルの状態によって異なる。
通常は50~100回の注入後。

可変。ニードルの状態によって異なる。
通常は50~100回の注入後。

可変。ニードルの状態によって異なる。
通常は100回の注入後、または漏れが観察されたとき。

可変。ニードルの状態によって異なる。
2000回の注入後、または漏れが
観察されたときにチェック。

極性を持つ分析対象物の応答が許容可能な
レベル以下になったとき、または過度の
テーリングが見られたとき。

極性を持つ分析対象物の応答が許容可能な
レベル以下になったとき、または過度の
テーリングが見られたとき。

精度が低下したとき、またはライナが汚れたとき。

極性を持つ分析対象物の応答が許容可能な
レベル以下になったとき、または過度の
テーリングが見られたとき。

分析対象物のピークのテーリングが
許容できないレベルになったとき。

極性を持つ分析対象物の応答が許容可能な
レベル以下になったとき、または過度の
テーリングが見られたとき。

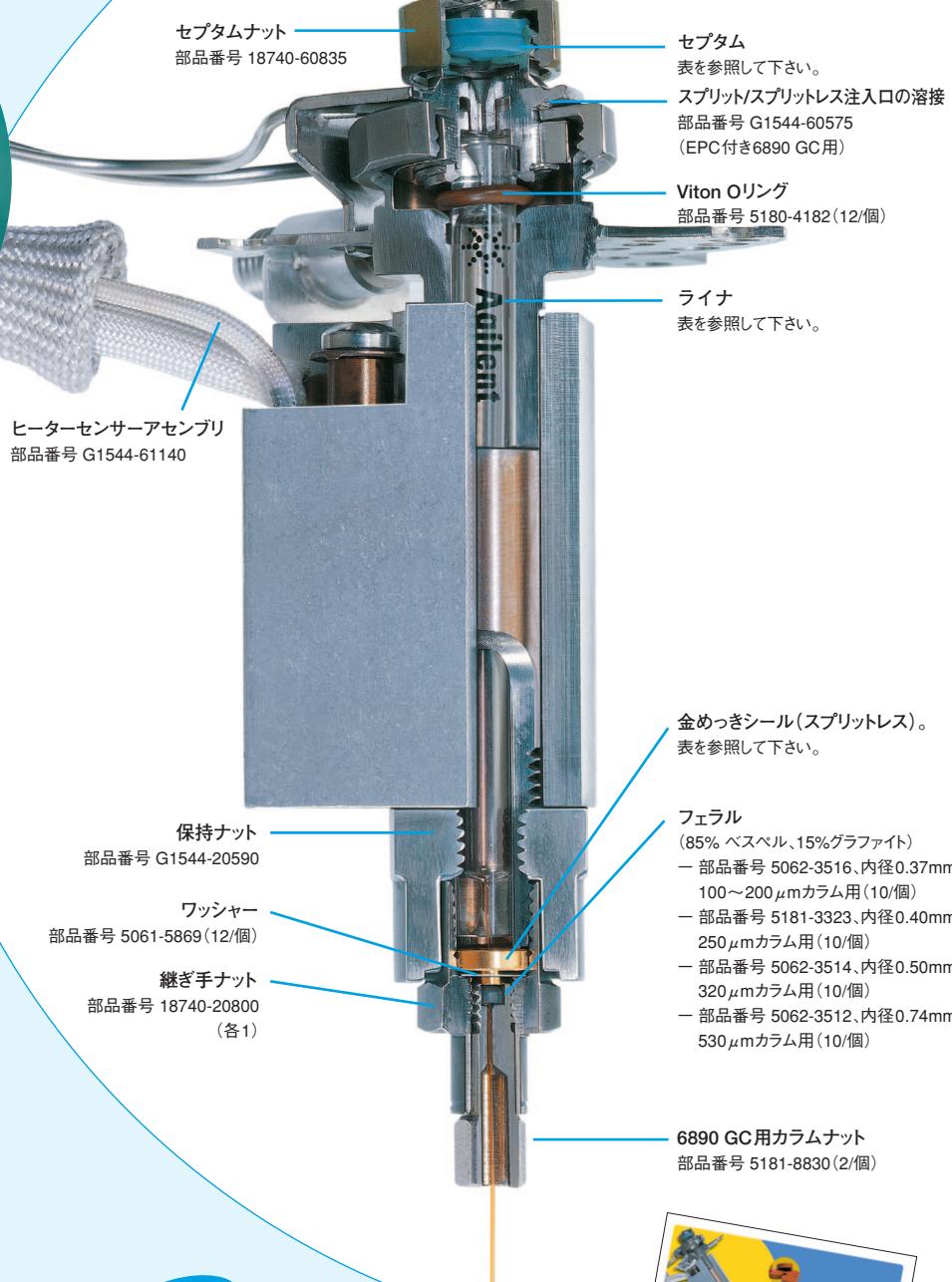
ニードルまたはシリジプランジャが曲がったとき。

ニードルまたはシリジプランジャが曲がったとき。

ニードルまたはシリジプランジャが曲がったとき。

テフロンが摩耗したとき、またはニードルが
曲がったとき。

ニードルまたはシリジプランジャが曲がったとき、
またはセパタムを交換したとき。



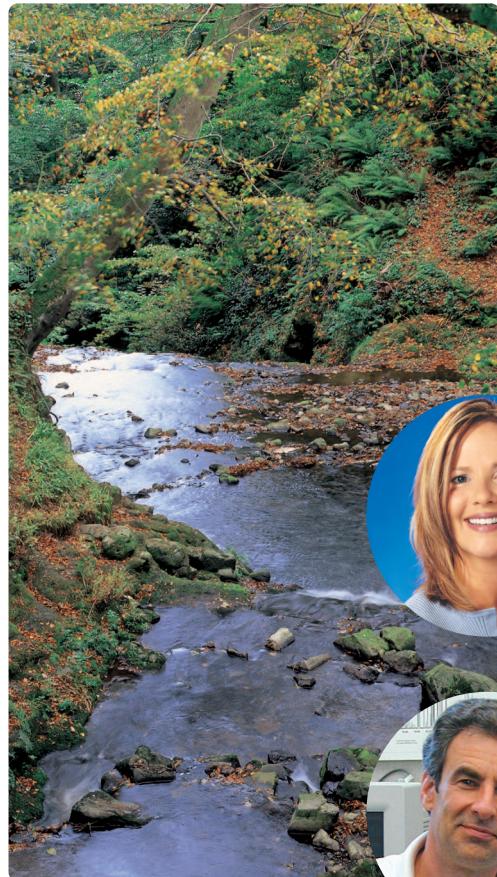
NEW

新しいカタログができました。

GCの注入口を最適化するために確認しておく必要
があるすべての情報と、Agilentの注入口部品およ
びサプライ用品は、Agilentの「GC注入口部品カ
タログ(5988-3466JAJP)」をご請求ください。

ここには、注入口を最高の状態に維持する
ための貴重なヒントが記載されています。





フェノール分析でのロック

- ・リテンションタイムロッキング(RTL)によって確実なフェノールの同定が可能に
- ・RTLを使用した高分離法による高精度な高速分析
- ・RTLを使用したFast Quant法によるさらなる高速分析

Angelica Reese
テクニカルサポートエンジニア
および
Harry Prest, Ph.D.
主席アプリケーション研究員
(Senior Applications Chemist)

のリテンションタイムが変化なく維持されるという意味です。これは、サンプルに存在する可能性があるが、ラボの標準物質として手元にない、多くの考えられる異性体の中からフェノールを確実に同定する上で非常に重要です。2,4-ジプロモフェノールをロック用の化合物として選択したのは、この物質がオープンプログラムの中間で溶出し、マススペクトルを簡単に識別でき、低価格で手に入るからです。

芳香族として、多くの置換誘導体があるため、フェノール化合物はさまざまな特性を示します。最も一般的なのは、塩素化、アルキル化、またはニトロ基誘導体です。その結果、水、土壤、堆積物、生物相におけるこの重要な化合物の存在を試験するために、さまざまな方法が開発されてきました。先頃、飲用水中の12種類の一般的なフェノールの分析に特化されたU.S.EPA法(528)が発表されました。この方法を始めとする分析方法の限界の1つとして、存在する可能性があるにもかかわらず、検出できなかったり、誤って同定されることがある、他のフェノール異性体の特徴化が欠けている点が挙げられます。

リテンションタイムロッキング(RTL)を使用すると、フェノール分析を一般に適

用できるようになります(1,2)。つまり、ラボのフェノール用分析サンプルでこの方法を使用し、フェノール化合物を確実に同定できるようになります。これは非常に重要です。それは、多くの置換フェノールが複数の異性体として存在し、非常に類似したマススペクトルを示すため、リテンションタイムの情報が確認に必要になるからです。RTLによって、DB-XLBおよびDB-5msカラムでのフェノールのリテンションタイムが普遍的かつ固定されたものになります。「普遍的」というのは、Agilent 6890とGCおよび5973N MSDを使用したすべての分析研究者が、リストアップされたすべてのフェノールのリテンションタイムを再現できるという意味です。「固定」というのは、カラムのトリミングや交換などの一般的なカラム保守によって、フェノール

GC/MSを使用し、飲用水中のフェノールを調査する比較的最近のEPA 528法では、DB-5msカラムの使用を推奨しています(3)。このカラムは、多様性があり、堅牢で、ブリードが少ないという特徴があるために広く使用されています。同様の理由により、DB-XLBカラムも非常に一般的です。特に、PCBやその他の有機塩素系化合物の分析に使用されています。DB-5msカラムとDB-XLBカラムのいずれもブリードが少ないという特性があるため、信号対ノイズ応答が向上し、どのシステムでも検出限界が上がります。これらのカラムではフェノールも非常によく分離されますが、DB-XLBカラム(図1)は、DB-5msよりもわずかに分離度が優れています。

(12ページに続く)

図1. 高分離法

カラム : DB-XLB
30m x 内径0.25mm、0.25μm
部品番号 : 122-1232
キャリアガス : 1.2ml/minのヘリウム(定流速)、
16.22分にロックされた2, 4ジプロモフェノール
オーブン : 40°Cで2.00分間
40°C/minで40~100°C
100°Cで0.50分間
2°C/minで100~140°C
30°C/minで140~340°C
注入口 : バルスド・スプリットレス、200°C
バルス圧および時間 : 25.0psiで1.00分間
バージ流速および時間 : 50.0ml/minで0.25分間
ガスセーバー流速および時間 : 20.0ml/minで3.00分間
検出器 : Agilent 5973N
トランスマスクライイン温度320°C
四重極温度150°C
イオン源温度230°C

1. Phenol
2. 2-Chlorophenol
3. 2-Methylphenol
4. 4-Methylphenol
5. 3-Methylphenol
6. 2-Chloro-5-methylphenol
7. 2,6-Dimethylphenol
8. 2-Nitrophenol
9. 2,4-Dimethylphenol
10. 2,5-Dimethylphenol
11. 2,4-Dichlorophenol
12. 2,3-Dimethylphenol
13. 2,5-Dichlorophenol
14. 2,3-Dichlorophenol
15. 2-Chlorophenol
16. 4-Chlorophenol
17. 3,4-Dimethylphenol
18. 2,6-Dichlorophenol
19. 4-Chloro-2-methylphenol
20. 4-Chloro-3-methylphenol
21. 2,3,5-Trichlorophenol
22. 2,4-Dibromophenol
23. 2,4,6-Trichlorophenol
24. 2,4,5-Trichlorophenol
25. 2,3,4-Trichlorophenol
26. 3,5-Dichlorophenol
27. 2,3,6-Trichlorophenol
28. 3,4-Dichlorophenol
29. 3-Nitrophenol
30. 2,5-Dinitrophenol
31. 2,4-Dinitrophenol
32. 4-Nitrophenol
33. 2,3,5,6-Tetrachlorophenol
34. 2,3,4,5-Tetrachlorophenol
35. 2,3,4,6-Tetrachlorophenol
36. 3,4,5-Trichlorophenol
37. 2-Methyl-4,6-dinitrophenol
38. Pentachlorophenol
39. Dinoseb
40. 2-Cyclohexyl-4,6-dinitrophenol

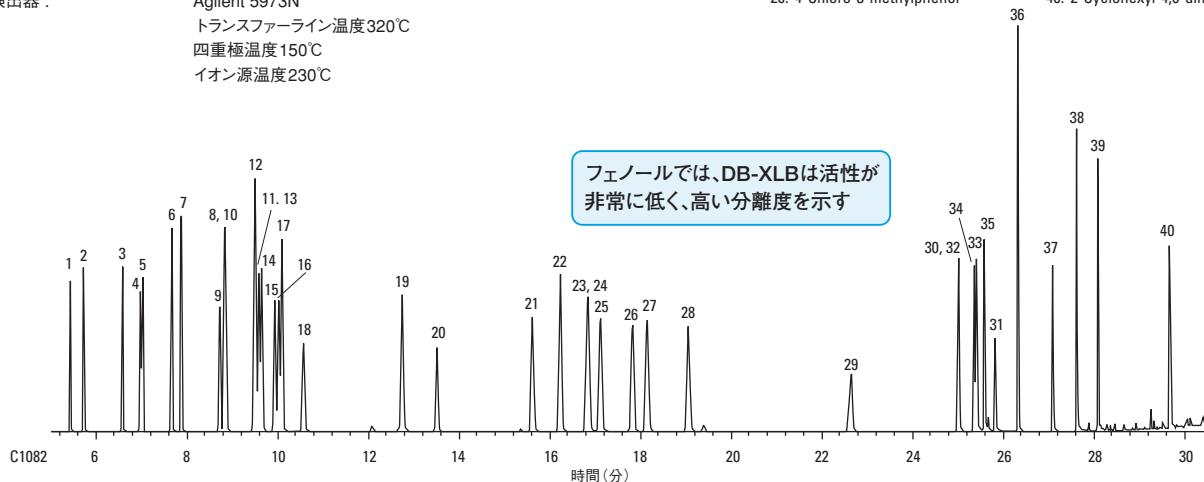
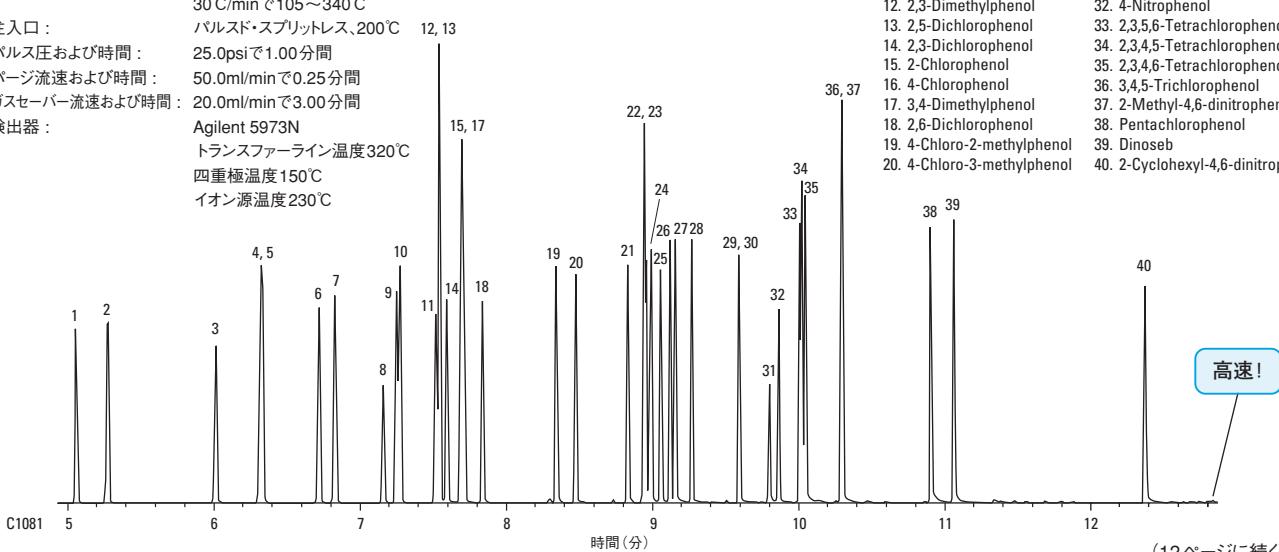


図2. Fast Quant法

カラム : DB-5ms
30m x 内径0.25mm、0.25μm
部品番号 : 122-5532
キャリアガス : 1.2 ml/minのヘリウム(定流速)、
8.95分にロックされた2, 4ジプロモフェノール
オーブン : 40°Cで2.00分間
40°C/minで40~100°C
100°Cで0.20分間
2°C/minで100~105°C
30°C/minで105~340°C
注入口 : バルスド・スプリットレス、200°C
バルス圧および時間 : 25.0psiで1.00分間
バージ流速および時間 : 50.0ml/minで0.25分間
ガスセーバー流速および時間 : 20.0ml/minで3.00分間
検出器 : Agilent 5973N
トランスマスクライイン温度320°C
四重極温度150°C
イオン源温度230°C

1. Phenol
2. 2-Chlorophenol
3. 2-Methylphenol
4. 4-Methylphenol
5. 3-Methylphenol
6. 2-Chloro-5-methylphenol
7. 2,6-Dimethylphenol
8. 2-Nitrophenol
9. 2,4-Dimethylphenol
10. 2,5-Dimethylphenol
11. 2,4-Dichlorophenol
12. 2,3-Dimethylphenol
13. 2,5-Dichlorophenol
14. 2,3-Dichlorophenol
15. 2-Chlorophenol
16. 4-Chlorophenol
17. 3,4-Dimethylphenol
18. 2,6-Dichlorophenol
19. 4-Chloro-2-methylphenol
20. 4-Chloro-3-methylphenol
21. 2,3,5-Trichlorophenol
22. 2,4-Dibromophenol
23. 2,4,6-Trichlorophenol
24. 2,4,5-Trichlorophenol
25. 2,3,4-Trichlorophenol
26. 3,5-Dichlorophenol
27. 2,3,6-Trichlorophenol
28. 3,4-Dichlorophenol
29. 3-Nitrophenol
30. 2,5-Dinitrophenol
31. 2,4-Dinitrophenol
32. 4-Nitrophenol
33. 2,3,5,6-Tetrachlorophenol
34. 2,3,4,5-Tetrachlorophenol
35. 2,3,4,6-Tetrachlorophenol
36. 3,4,5-Trichlorophenol
37. 2-Methyl-4,6-dinitrophenol
38. Pentachlorophenol
39. Dinoseb
40. 2-Cyclohexyl-4,6-dinitrophenol



(12ページに続く)

分離度と分析時間の合計を基準にし、両方のカラムについて、メソッドのパラメータと化合物の溶出を確認しました。この結果、DB-XLBカラムとDB-5msカラムの両方について2つの方法が開発されました。高分離法と、これよりも迅速なFast Quant法です。高分離プログラムの分析時間が21~31分間であるのに対し、Fast Quant法の実行時間は、DB-XLBおよびDB-5msカラムを使用した場合に、それぞれ16分間および14分間まで短縮されます。いずれのカラムもカラムブリードが最小限であるため、マススペクトルの測定精度が向上します。Fast Quant法は、分析対象物リストが、ここに示すフェノールリスト全体の一部であるお客様向けのものです。高分離法は、これよりも幅広いリストをお持ちのお客様、または共溶出の可能性を考慮している、またはフェノールを同定しているお客様向けです。いずれの方法も定量分析を目的としています。

DB-XLBカラムとDB-5msカラムの両方で開発されたFast Quant法(図2)は、検査および定量している化合物の数が限られている場合に特に有効です。16分間(DB-XLB)および14分間(DB-5ms)という大幅な実行時間の短縮は、対象化合物を迅速に解析したい場合に非常に魅力的です。明らかなように、カラムが長い高分離法では最高の分離度を達成できます。一般に、フェノールの分離度は、DB-5msカラムよりもDB-XLBカラムの方がよくなります。いずれのカラムも、優れた低ブリード特性、不活性、および堅牢性を示しているため、これらの分析や関連する分析に最適です。

3934ENの「Retention Time Locked GC/MS Analysis of Phenols」をご請求下さい。または、AgilentのWebサイト(www.agilent.com/chem)を参照して下さい。

参考資料

1. V. Giarrocco, B. Quimby, and M. Klee, "Retention Time Locking: Concepts and Applications" (Agilent Pub. No. 5966-2469E)
2. D. Agnew et al., "Retention Time Locking with the G1701BA MSD Productivity Chem-Station," (Agilent Pub. No. (23) 5968-3433E)
3. J.W. Munch, "Determination of Phenols in Drinking Water by Solid Phase Extraction and Capillary Column Gas Chromatography/Mass Spectrometry," U.S. Environmental Protection Agency, Method 528 rev. 1, April 2000.

Agilent GC/MS、RTLを使用したフェノール分析、および、DB-5msカラムとDB-XLBカラムの両方を使用した高分離法およびFast Quant法の両方のリテンションタイムデータの詳細については、「アプリケーションノート」5988-

オーダーガイド*

カラムの説明	内径(mm)	長さ(m)	膜(μm)	部品番号	価格(円)
DB-XLB	0.25	30	0.25	122-1232	80,000
DB-5ms	0.25	30	0.25	122-5532	75,000
二重テーパーライナー、不活性化				5181-3315	5,000

* これらは入手可能なカラムおよびサイズのサンプルの一部です。

詳細な情報に関しては下記「Agilentカラム分析機器部品カタログ」をご覧下さい。



すべてのラボのための優れたリソース

Agilentの新しい「Agilentカラム分析機器部品カタログ(5968-8361JAJP)」では、35年間の分析化学におけるリーダーシップを生かしてお客様の作業を簡単にします。製品説明は簡潔で、わかりやすいように写真や図を載せています。役立つ選択ガイドと互換性チャートによって選択が明確になります。トラブルシューティングのヒントは、何年もの経験から学んだノウハウを集めたものです。

このカタログは、米国では2002年3月に、日本語版は2002年6月に発行される予定です。

DB-23を使用したFAMEシスおよびトランス異性体の分離

- FAMEシスおよびトランス異性体のベースライン分離
- 30分以内で40個のFAMEの優れた分離度を達成
- FAME分析で最高のカラム間再現性



Cameron George
テクニカルサポートエンジニア

University of California at DavisのJ.Bruce German教授とその研究室では、細胞質機能の調整における食物脂質の役割を理解することに注目してい

ます。特に、酪酸とスフィンゴ脂質の細胞毒性機能と、食物脂肪酸がミトコンドリア膜の構造を改変する方法を研究対象にしています。この研究室では、DB-23カラムとFID検出器を使用して、すべてのタイプの生物サンプルから個々の脂質代謝物質の濃度を調べています。

FAME分析用のキャピラリーカラムは、複雑な脂質類を構成している脂肪酸の分離と正確な定量に必要な選択性と効率を備えていかなければなりません。DB-23、(50%-シアノ-プロピル)-メチルポリシリコサンには、非常に強い双極子特性があり、そのためには、C16およびC18

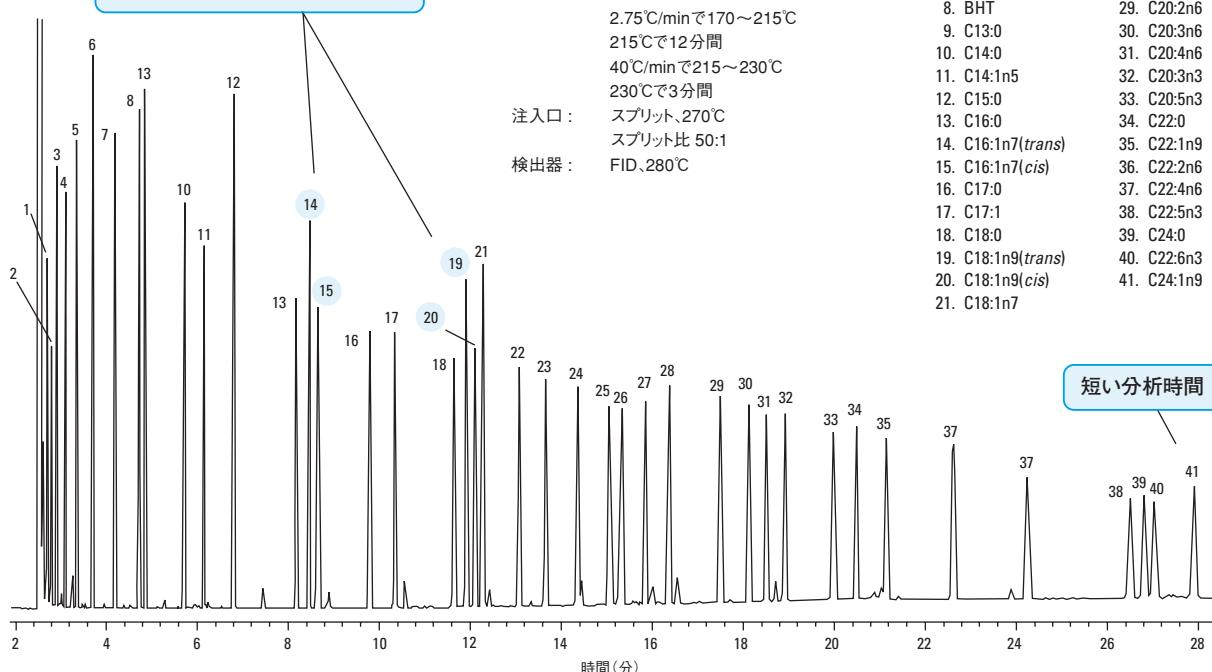
FAME異性体を非常によく分離できます。この分離度は、他の一般的な固定相を使用しても得ることはできません。カラムの長さを60 mまで伸ばすと、完全な分離に必要な理論段数が得られます。最後に、個々のDB-23が処理され、保持指数と効率のきびしい仕様を満たしているかどうかの試験が行われます。この操作が、次のDB-23が最後のカラムであるかどうかを確認する上で役立ちます。次に示すカラムと相のサイズの組み合わせは、UC DavisとLipomic Technologies, Inc.のラボで使用されてきました。

FAMEの分析では、DB-23の実証済みの選択性と、業界で最も厳しい品質管理の仕様を組み合わせることによって、毎回優れた結果を得ることができます。

液相/内容	内径(mm)	長さ(m)	膜(μm)	部品番号	価格(円)
DB-23	0.25	60	0.25	122-2362	112,000

FAME分析

C₁₆およびC₁₈シス、トランス異性体のベースライン分離



Lipomic Technologies, Inc.のSteve Watkins氏およびJeremy Ching氏にご提供いただいたクロマトグラム

ラボの生産性を向上する6つの簡単な方法

1. クロマトグラフィーに関する知識を深める。

オペレータの知識とスキルアップによって、高い生産性が維持され、エラーややり直しの回数が減り、クロマトグラフィーの機能が拡張されます。横河アナリティカルシステムズが提供する各種「オペレーション基礎コース」では、新しいオペレータの皆様が、分析機器とソフトウェアを使用するための正しい効果的な方法を学習する上で役立ちます。「ケミステーション データ解析コース」では、クロマトグラフィー技能の向上を望んでいる方を対象としています。



ガスクロマトグラフィー入門コース

コースのタイトル	型名	日数	説明
キャビラリーカラム／ガスクロマトグラフィーの基礎1	H2615A	1	キャビラリーガスクロマトグラフィーの基本原理を説明します。講義中心の入門的なコースです。
キャビラリーカラム／ガスクロマトグラフィーの基礎2	H4002A	2	ガスクロマトグラフィーと、キャビラリーカラムを使用した5890 GCの基本的な概念を説明します。新しいGCオペレータ向けの実践的なコース。GENT大学 Sandra 教授のテキストをしようし、キャビラリーカラム・ガスクロマトグラフィーにおいて特に重要なカラムの分離理論と注入法を中心に学習する、中級者向けのコースです。
Agilent6890 オペレーション基礎	H5944A	3	Agilent 6890 GCシステムの基礎的な操作法及び、検出器としてFIDを用いたキャビラリーカラムの注入法について、実習を通して学習します。新しいシステムオペレーターの方に理想的です。

2. 新しい機器を長期にわたって保護する。安心してお使いいただくためのワランティ延長

「ワランティ延長契約」をご契約いただくことによって、ご購入いただいたAgilent分析機器の保証期間を延長していただけます。このご契約では、ハードウェアに問題が発生した場合は、Agilentが解決いたします。お客様のご予算や予算年度に合わせて、1ヶ月から24ヶ月まで、自由に期間設定をしていただけます。

ワランティ延長契約 低コストでの基本的な問題解決サービス

保証期間中と同じサービス

次のように保証期間中と同じサービスが受けられます。

- ・ハードウェアの問題を切り分け、解決する電話サポート
- ・オンラインもしくはオフサイト(引取修理)での修理(機種により異なります)

保証期間が切れると同時に開始

お客様のご予算や予算年度に合わせて、1ヶ月から24ヶ月まで、自由に期間設定をしていただけます。

機器ご購入時にご用命ください。



3. カストマコンタクトセンターを活用する。

一般に、クロマトグラフィー機器のメーカーは、専門的な技術支援を提供しています。例えば、Agilentのカストマコンタクトセンターのテクニカルサポートのプロは、ハードウェアとソフトウェアのトラブルシューティング、ハードウェアとソフトウェアの操作、機器およびシステム設定などの基本的な支援サービスを無料で提供しています。日本国内からは、フリーダイヤル0120-477-111にお電話下さい。

4

4. 定期的に機器メンテナンスを行う。

機器を正しく保守すれば、機器の稼動時間を最大まで引き上げ、機器の寿命を延長することができます。Agilentの新しいカタログ「GC 部品カタログ(Pub. No.5988-3466J AJP)」は、優れたクロマトグラフィーの基礎について解説しているガイドで、役に立つトラブルシューティングと保守のヒントが記載されています。同様に、Agilentの「GC/MS 部品カタログ(Pub. No.5988-3960J AJP)」には、保守に関する貴重なアドバイスが含まれています。

もう1つのオプションとして、横河アナリティカルシステムズが提供する各種保守点検プログラムをご利用下さい。このサービスでは、Agilent認定カストマエンジニアによる機器のクリーニングと点検を行っているため、測定の整合性を常に確実なものとすることができます。



「Agilent GC/MS部品カタログ」(P/N 5988-3960J AJP)は、GC/MSシステムで最大のパフォーマンスを得るために必要な部品やメンテナンス情報が満載された、実践的かつ使用が簡単なガイドブックです。

5. 機器の修理サービス契約を購入する。保守契約を契約する。

横河アナリティカルシステムズでは、年間定期でご契約いただける保守契約プランを各種提供しております。

機器の保証とメンテナンスを組み合わせた、標準的なプラン〈スタンダードパック〉や、お客様の業務形態によって異なるサポートのニーズにお応えする〈製薬パック〉〈環境パック〉があります。

また、お客様のニーズとご予算に応じて組み合わせ自由なア・ラ・カルトプランもございますので、お気軽にお客様担当営業にご相談ください。



5

3. Separation Timesを購読する。

購読のお申し込みは、<http://www.agilent.co.jp/chem/yan>で“ライブラリ”をクリックし、Separation Timesにリンクして下さい。ここで購読の登録ができます。または、お客様担当の弊社代理店にご連絡をお願いします。

Agilentのコースの情報と、
登録方法については、
www.agilent.com/chem
<http://www.agilent.co.jp/chem/yan>に
ログオンし、“トレーニング”を
選択して下さい。
または、フリーダイヤル
0120-477-111に
お電話下さい。

新しいボックス、 同じ信頼性の高いカラム



HPとDBの商標は、
分析業界が25年以上信頼し
続けてきたGCカラムのシンボルです。
現在は、その両方を、1つのボックス、
1つのブランド名(J&W Scientific)で、
1つの企業、Agilent Technologies
から入手できるようになりました。

ボックスは新しくなりましたが、それ以外は
保証済みです。今後も、これまで何年間も
信頼してきた同じカラムを入手できます。
すべてのGCカラムは、業界の最もさびしい
品質管理仕様を基準にして測定されています。
いずれのカラムも、期待を裏切らない
最適なパフォーマンスを備えています。

常に最新情報を!

<http://www.agilent.co.jp/chem/yan>にアクセスすると、
Agilentの新製品や
アプリケーションの最新情報を
ご覧いただけます。

この刊行物に記載の情報、内容、
および仕様は、予告なしに変更されます。

© Agilent Technologies, Inc. 2001

April 26, 2002
Publication Number : 5988-4232JAJP

横河アナリティカルシステムズ株式会社

●カストマコンタクトセンター

- 1) システム、製品および部品に関するご相談窓口
- 2) 製品の操作、アプリケーションの問合せおよび
故障時の連絡窓口
- 3) ユーザートレーニングの申し込み窓口

0120-477-111

ホームページ <http://www.agilent.co.jp/chem/yan>

ANC-38

●横河アナリティカルシステムズ 取扱店一覧

代理店名	住所	電話
美和電気工業・札幌	札幌市北区北20条西7-20	011-737-1151
美和電気工業・盛岡	盛岡市前九年3-19-52	019-646-4341
美和電気工業・仙台	仙台市太白区長町南3-37-13	022-249-8103
美和電気工業・福島	福島市慶次町20-14	0245-31-6320
相生電気・北関東	熊谷市銀座4-10-8	0485-24-7234
相生電気・群馬	高崎市江木町1720-1	027-326-1180
相生電気・小山	小山市城北6-4-13	0285-23-8088
相生電気・さいたま	さいたま市宮原町4-15-6	048-669-1511
大陽計測・つくば	つくば市大字上ノ室2074	0298-57-2452
東京電機産業・新潟	新潟市紫竹山7-4-32	025-244-6171
東京電機産業・千葉	千葉市稻毛区作草部1-19-3	043-252-6012
西川計測(株)	港区三田3-13-16 三田43森ビル	03-3453-1337

下記の代理店の分析計担当部署にお問い合わせください。

代理店名	住所	電話
西川計測・横浜	横浜市中区長者町5-85	045-242-4162
協立電機(株)	静岡市田本町61-1	054-288-8880
横河商事・中部	名古屋市中村区烏森町7-336	052-471-7124
横河電機	富山市水菜町32-13	0764-41-1831
金陵電機	大阪市淀川区新高3-3-11	06-6394-1163
旭電気	倉敷市老松町3-7-10	086-422-5711
新川電機	広島市中区竹屋町8-6	082-247-6447
新川電機・高松	高松市伏石町672-1 丸忠第2ビル	087-868-6600
新川電機・西中国	徳山市五井町10-45	0834-21-2788
新川電機・九州	福岡市博多区博多駅南2-11-12	092-451-1747
西川計測・大分	大分市高城本町5-3	0975-58-0856
西川計測・熊本	熊本市山崎町66-7 栄泉中央ビル	096-355-5500