

第15巻 | 第1号 | 2002年

Agilent Separation Times

高性能GCカラムと最適なパフォーマンスを得るためのヒント

夢ではないパフォーマンス：
FIDメンテナンスのためのヒント
2ページをご覧ください。

よごれたサンプルの分析	4
非標準相当品カラムの対策	6
検出器用備品と交換部品	8
消滅するピーク	10
分析時間の短縮	12
Agilent eセミナーに参加する理由	14



Agilent Technologies

専門知識の共有

今月号のSeparation Timesは、FID検出器のメンテナンスや、業界標準から外れたカラムを使用した場合の問題点とよごれたサンプルの分析に関する注意点などをテーマに当社研究員のレポートを特集しています。Eberhardt Kuhnは(「テクニカルサポートに聞く」の中で)ピーク消滅のケースによる事例について継続して取り上げています。また今回はゲスト執筆者に、より高速なクロマトグラフイメソッドが競走馬の薬物テスト分析時間をどのようにして35%短縮したかについて解説記事の執筆をお願いしました。

「Agilent eセミナーは情報交換のための革新的手段です。いる場所を問わず、誰でも参加できるこのリアルタイムでインタラクティブなセミナーを特に気に入っています。」

Agilent Technologiesのeセミナーでの講義は私たちの仕事の重要な一部です。重要な情報を提供するこのセミナーでは、参加者は自分の職場を離れることなく実験技術の向上を図り、最先端の技術に接することができるのです。(12ページを参照)

セミナーの講師は全員がGCのエキスパートです。「Keys to Maintaining FID Detectors」の執筆者Angelica Reese(本号の表紙写真)は検出器をはじめ、GC基礎理論、GCカラムの選択、メンテナンス、トラブルシューティングの専門家です。サンフランシスコ州立大学で細胞・分子生物学で理学士号を取得した同氏は法医毒物学者(forensic toxicologist)としてキャリアをスタートさせ、郡裁判所および連邦裁判所で薬物ならびにアルコールの専門家として幾度となく証言台に立ちました。3年前当社に入社してからはベテランインストラクタとして、また各種会議でのプレゼンタとして活躍しています。

このSeparation Timesが皆様のお役に立つことを願っています。詳しい情報やアドバイスをご希望の方は、当社まで電子メール(11ページ参照)または電話にてご連絡ください。また、eセミナーへもぜひご参加ください。Angelica Reeseがインストラクタとしてお待ちしております。

Phil Stremple

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



From Start to Finish

前号のSeparation Times(資料番号5988-4232.JAJP)では注入口用の正しい部品の選択に関する指針を取り上げました。今月号では検出器の最適なパフォーマンスに関するヒントとともに、その結果に焦点を当ててみましょう。

FID検出器メンテナンスのポイント

- ・ ガス流量を推奨範囲内の値に設定します。
- ・ 用途に合ったジェットを取り付けます。
- ・ 検出器の温度を110℃以上に保ちます。
- ・ ガストラップのメンテナンスを行います。
- ・ 付着物を取り除きます。
- ・ ジェット/コレクタ/イグナイタグローブラグアセンブリを定期的に掃除するか、交換します。



Angelica Reese
テクニカルサポートエンジニア

水素炎イオン化検出器(FID)は、ガスクロマトグラフで最も広く使われている検出器の一つです。シンプルな操作性と高い信頼性を誇るパフォーマンスとがその人気を支えている大きな理由です。ところが、シンプルな操作性と高い信頼性があだになって、メンテナンスや最適化がよろそかにされることがしばしばあります。

FIDを操作するには、水素、空気、それにメークアップガス(通常は窒素ですがヘリウムが使われることもあります)という3種類の気体が必要です。FIDの操作では水素と空気の比率が重要な意味を持ちます。炎を維持するには8~12%でなければなりません。

(3ページに続く)

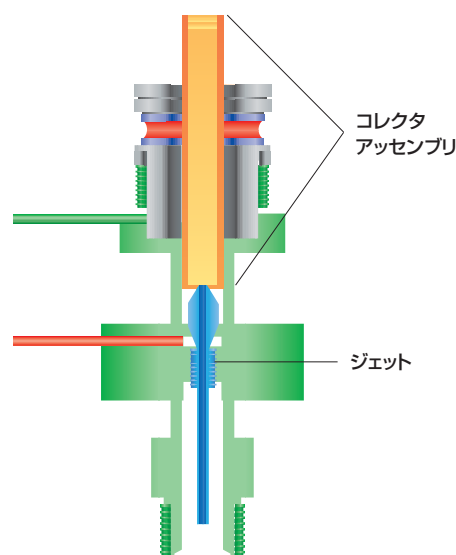


図1. 水素炎イオン化検出器(FID)

通常、この3種類の気体の流量は、水素が～30mL/分、空気が～300mL/分、メークアップガスが～30mL/分です。キャリアガスが必要な場合でも、キャリアガスの流量変化が感度に大きな影響を与えることはありません。経験則から、(石炭膜流量計やフローメータなど) 独立した測定装置を使って定期的にFIDの流量を測定することが有効であることがわかっています(FID 流量アダプタ[部品番号 19301-60660]を使用してください)。ガス流量が推奨値から10%以上ずれた場合は発火しにくくなる場合があります。また、不適切なジェットや不純物が付着したジェットを使った場合にも、発火しにくくなる場合があります。

用途に応じてさまざまなサイズのジェットを用意しております。パックドカラムのジェット(18710-20119または18789-80070)はキャピラリカラムのジェット(19244-80560または19244-80620)と異なり、また、6890 GC専用キャピラリFIDで使用するジェット(G1531-80560またはG1531-80620)はアダプタブルFIDのジェットと異なっています(ジェットとその用途については8ページをご覧ください)。カラムを取り付ける前に、用途に適したジェットを取り付けなければなりません。適切なジェットを選択すれば、キャピラリカラムの炎の形状を最適なものとし、高分子溶出液による汚染を防ぐことができます。一般に、口径が小さいジェットほど高い感度を発揮しますが、汚染の影響を受けやすくなります。FID燃焼プロセスによって水が生成されるため、液化防止には検出器の温度を110℃以上に保つ必要があります。液化

図2. 不純物が付着したFIDジェット

した水が塩素系の溶剤やサンプルと結び付くと、腐食や感度低下、スパイクなどを引き起こすことがあります。通常は、溶剤の液化を防ぐため、FIDの動作温度を250～300℃に設定します。

カラムブリードの副産物など、一部の化合物は、検出器へ付着し蓄積します。そうした付着物のために感度が下がり、クロマトグラフィにノイズやスパイクが生じることがあります。感度やパフォーマンスを回復するためには、付着物を機械的手段で取り除く必要があります。

そのためには、定期的にクリーニングや交換を行うだけで十分です(装置のマニュアルを参照するか、当社Webサイトwww.agilent.com/chemにアクセスして“Technical Support”をクリックし、クリーニング/交換方法に関するオンラインハウツービデオをご覧ください)。ジェットの交換やクリーニングは、検出器本体から取り外せば簡単に行うことができます。ジェットのクリーニングを行うときは、ジェットの内側を傷付けないよう十分注意してください。

腐食や汚染が確認された場合は、コレクタのクリーニングや交換も必要になります。コレクタの取外し/交換を行う場合は、対象機器のマニュアルか当社Webサイトを参照してください。コレクタをクリーニングする場合はジェットと同じ手順で行いますが、付着物の除去には必ずナイロンブラシを使用してください。

FIDジェットのクリーニング方法

1. 水性洗剤を入れた洗浄槽にジェットを入れ、約5分間超音波で洗浄します。
2. ジェットを取り出し、クリーニングワイヤを使ってジェットの内側をクリーニングします。
3. 再び超音波で5分間洗浄します。
4. ピンセットを使ってジェットを洗浄槽から取り出し、最初にお湯、次に少量のメタノールで洗います。
5. 圧縮空気を使って液体を飛ばし、乾いた紙タオルに乗せて自然乾燥させます。

原因不明の検出器ノイズや異常に大きいバックグラウンドノイズは、ガスライン上で使われているガストラップの交換が必要か、ガスラインにトラップを新たに取り付ける必要があることを示唆しています。

イグナイタグロープラグアセンブリを交換しなくてはならないケースもしばしばあります。発火しにくくなったり、イグニッションスイッチをONにしてもグローが赤くならなくなったりしたら、イグナイタの交換時期です。イグナイタの交換については、操作マニュアルまたは当社Webサイトを参照してください。

Webサイトのハウツービデオは、当社Webサイトwww.agilent.com/chemにアクセスし、“Technical Support”をクリックしてください。



Agilent FIDジェット(上から)

専用キャピラリ(部品番号G1531-80560)

アダプタブルキャピラリ(部品番号19244-80560)

アダプタブルパックドキャピラリ(部品番号18710-20119)

オーダーガイド*

Jet Type	Jet Tip I.D. (mm)	Jet Tip I.D. (in.)	Part Number	価格(円)
Jets for capillary-dedicated FID (6890 GC only)				
Capillary	0.29	0.011	G1531-80560	5,900
High Temperature Capillary	0.47	0.018	G1531-80620	4,700
Jets for adaptable FID (6890, 6850, 5890 GCs)				
Capillary	0.29	0.011	19244-80560	8,100
Packed	0.47	0.018	18710-20119	6,800
Wide Bore Packed	0.79	0.030	18789-80070	6,800
High Temperature Capillary	0.47	0.018	19244-80620	4,600

* Jets for the capillary-optimized FID are 48 mm long, while jets for the adaptable FID are 61 mm (capillary) and 63.5 mm (packed) long.

検出器の詳細については8ページを参照してください。



よごれたサンプルを分析するときのポイント

- ・ グラスウールがサンプル残留物を捕らえます。
- ・ プレバックドライナがライナごとのばらつきを抑えます。
- ・ 注入ポート下端部にある金メッキの注入口シールは定期メンテナンスが必要です。



Jason Ellis
テクニカルサポートエンジニア

不揮発性や半揮発性の残留物を大量に含むサンプルは、キャピリカラムやGCシステムを急速に汚染することがあります。そうした汚染が原因でリテンションタイムが変化し、分解能が低下し、レスポンスが失われ、検出器の信号が増大する場合があります。サンプルの残留物は注入の前に、適切なクリーニング方法で取り除いておくことをお勧めします。しかし、残留物の除去は必ずしも可能ではありません。乾燥したサンプルを注入する場合、注入口のメンテナンスを適切に実施し、正しいライナを選択することで、キャピリカラムや検出器の汚染といった深刻なトラブルの発生を未然に防ぐことができます。

ライナ内のグラスウールは、サンプル残留物を（それがキャピリカラムに入る前に）ある程度捕らえることができます。ただし、量的再現性はグラスウールの量や位置の変動によって大きく左右されます。当社では不活性化グラスウールの量を慎重に設定し、ジェットの上端部または下端部に取付けしています。

プレバックドライナは、ライナをパッキングしたり不活性化させる面倒な手間がいりません。ライナごとのばらつきが大きく減少するため、メソッドの再現性が向上します。上端部にグラスウールを取り付けたライナを使用する場合、シリジニードルの長さは42mm以下にしてください。これ以上長いと、サンプルがグラスウールより下に注入され、グラスウールの効果が期待できなくなります。

ここで取り上げているライナやグラスウールは、すべて化学的に不活性化処理を施したのですが、グラスウールを使用した場合、一部の化合物は吸着や分解といった問題を引き起こすことがあります。その結果、通常は反応性のある官能基を持つ化合物のレスポンス喪失やピークテールリングが現れます。アミン、ニトロフェノール、有機酸などがこのカテゴリに属し、ほかにも活性のある化合物や熱に対して不安定な化合物が含まれます。そのため、メソッドの中にはグラスウールとの相性が悪いものもあります。メソッド開発を行う場合、グラスウールを使ったり使わなかったりして分析を行うのが有効です。

(5ページに続く)

図1は、ワインのサンプルを注入した後に汚染残留物が付着したライナーの下端部です。この例では、ほぼ同量のワインを両方のライナーに注入しています。ライナー下端部のグラスウールが、注入口下端部およびカラム前部に汚染物質が到達するのを防いでいるのがわかります。

GCユーザがしばしば見逃してしまうことですが、5890や6890、それに6850スプリット／スプリットレス注入口に取り付けられた注入口下端部にある金メッキシールも、定期的なクリーニングや交換を必要とします。時間の経過とともに、サンプル残留物がシールに付着し、分析対象物の吸着や分解が発生し、装置からのバックグラウンド信号が増大します。スプリットレス注入を実施する場合は、加熱した注入口での滞留時間が長くなることから、金メッキシールがクリーンであることがさらに重要になってきます。図2はワインのサンプルの注入による残留物で汚染された金メッキシールです。

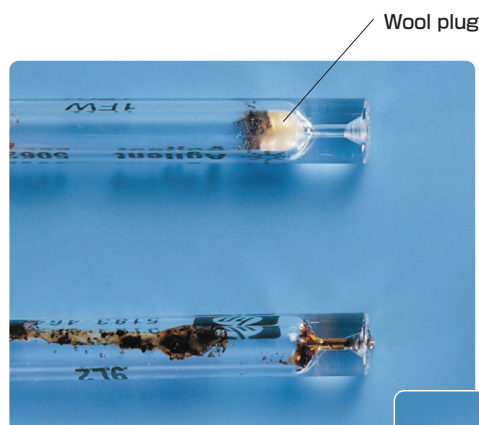


図1. ライナーの底に残留物が付着している

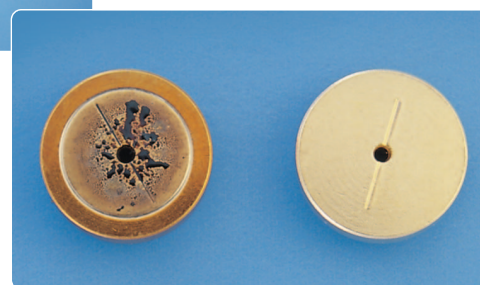


図2. 金メッキシール：サンプル残留物によって汚染されたもの(左) 清浄なもの(右)

メッセージ：装置類は定期的メンテナンスと最適なパフォーマンスを引き出すAgilent純正部品およびPerfectFit注入口純正部品によってベストな状態を保ってください。

オーダーガイド

Product	Description	部品番号	価格(円)
Split Liner	Low pressure drop, glass wool at top, bottom taper, deactivated	5183-4647	4,700
Splitless Liner	Glass wool at top, bottom taper, deactivated	5183-4711	3,700
Splitless Liner	Glass wool at bottom, bottom taper, deactivated	5062-3587	4,000
Gold-Plated Seal	For Agilent 5890, 6890, and 6850 GCs	18740-20885	3,800



ご注意を!「相当品」GCカラムは似て非なるものです

- ・ イミテーションのカラムは純正カラムとはまったく別物です。
- ・ 価格には理由があります。



Mitch Hastings
テクニカルサポートエンジニア

カラムメーカーの中には、自社のキャピラリーGCカラム製品が、J&W DBやHPといった業界標準カラムの「相当品」と主張しているところがあります。つまり、DBやHPカラムに代えてそうした「相当品」カラムを使っても、同一条件であれば基本的には同じ相対分離度数やカラム選択性を確保することができるということです。しかし、次に挙げるデータが示しているように、「相当品」カラムは業界標準カラムと同等ではありません、こうした言葉の落とし穴に注意を怠ると、貴重な時間と費用を無駄にする結果になってしまいます。



今回は業界標準のJ&W DB-WAXカラムと、このカラムと「交換」可能とメーカーが主張する別のワックスカラムとを比較してみました。アプリケーションには代表的なものとして、生物学的ソースから蒸留したアルコールに広く見られる混入物や不純物を選びました。分離はきわめて簡単なもので、含まれていた対象化合物はわずか17種類しかありませんでした。そのすべてを下表にまとめてあります。また、DB-WAXカラムでは分析が容易に行えま

した。比較は、サンプルや温度、カラムサイズ、キャリアガス、線速度などの状態をまったく同じにして実施しました。さらに、選択性の指標の1つであるリテンションインデックスをチェックするために、数種類の炭化水素を混入しました。こうした測定結果が同一ならば(通常の変動内であれば、このフェーズタイプの場合は ± 2 RI単位)、交換用カラムが業界標準カラムと同等であり、メーカーの主張が正しいことになります。

(7ページに続く)

表1. DB-WAXカラムの選択性の比較

Compound	DB-WAX Time (min)	"Replacement" Time (min)	DB-WAX Retention Index	"Replacement" Retention Index	Retention Index Difference
1. Methane	1.184	1.195			
2. Pentane	1.230	1.236	500.00	500.00	n/a
3. Acetaldehyde	1.430	1.436	704.14	715.20	-11.05
4. Methyl Formate	1.587	1.590	764.24	775.23	-10.99
5. Propionaldehyde	1.700	1.694	794.33	803.62	-9.29
6. Acetone	1.818	1.806	819.41	828.23	-8.82
7. Methyl Acetate	1.889	1.872	832.33	840.69	-8.36
8. Butyraldehyde	2.213	2.181	878.37	886.37	-8.00
9. Ethyl Acetate	2.317	2.271	890.09	896.98	-6.89
10. Acetal	2.366	2.271	895.25	896.98	-1.73
11. Nonane	2.413	2.298	900.00	900.00	n/a
12. Methanol	2.446	2.392			
13. Methyl Propionate	2.505	2.450			
14. Isopropanol	2.852	2.744			
15. Ethanol	3.021	2.902			
16. 1-Propanol	5.150	4.879			
17. Isobutanol	7.653	7.117			
18. 1-Butanol	10.642	9.917			
19. Active Amyl Alcohol	16.421	15.303			
20. Isoamyl Alcohol	16.442	15.303			

オーダーガイド*

一般的なAgilent DB-WAXカラム

相/内容	内径(mm)	長さ(m)	膜(μ m)	部品番号	価格(円)
DB-WAX	0.25	30	0.25	122-7032	61,000
DB-WAX	0.25	60	0.25	122-7062	108,000
DB-WAX	0.32	30	0.5	123-7033	68,000
DB-WAX	0.53	30	1.0	125-7032	78,000

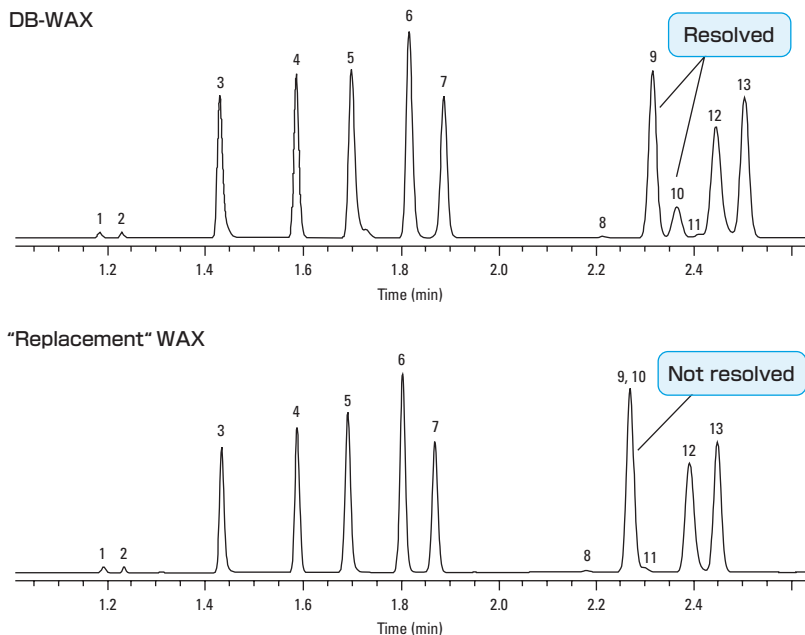
* これらは入手可能なカラムおよびサイズのサンプルの一部です。
詳細な情報に関してはAgilentまでお問い合わせいただくか、www.agilent.com/chemを参照して下さい。

今回のテストのGC条件

Agilentカラム : DB-WAX
 Agilent : 30m x 0.25mm I.D., 0.25 μ m
 Agilent部品番号 : 122-7032
 「交換用」カラム : 30m x 0.25mm I.D., 0.25 μ m
 キャリア : 42cm/秒
 オープン : 40°C、低温
 インジェクタ : スプリット1:50、150°C
 サンプル : エタノールの各成分が0.1~1%のH₂Oで1:5

「相当品」GCカラムは似て非なるものです
 6ページの続き

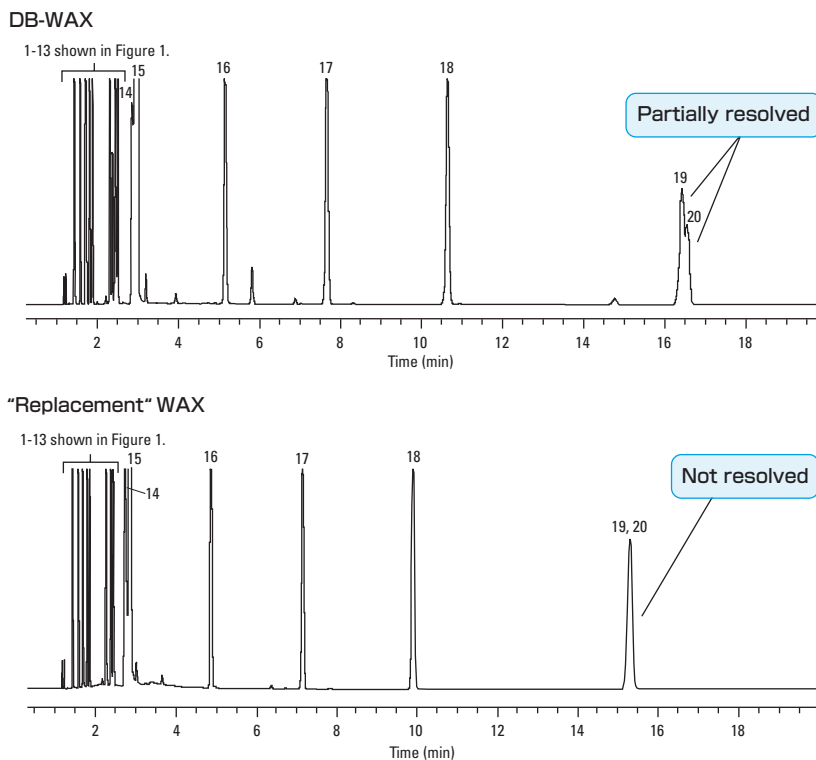
Figure 1. See above table for compound identification.



しかし、表のデータが示しているように、この2つのカラムの間ではリテンションインデックスの差が11単位以上異なるケースも確認されました。ここに示したクロマトグラムは、いわゆる「相当品」カラムを単純につなぎ換えて、すぐに使えるわけではないことを示しています。DB-WAXカラムを、ここに挙げた他のワックスカラムのいずれかと交換した場合、次のようなことが起こります。

- ・ 酢酸エチルおよびアセタールの分解能が失われます(図1)。
- ・ 活性アミル基とイソアミルアルコールの間に存在したわずかな分解能が失われます(図2)。

Figure 2.



相当品カラムのメーカーは、しばしば「違うのは価格だけだ」と主張します。しかし、実際にはここで取り上げたような単純なアプリケーションでさえ費用を無駄にすることになり、溶離順序を再確認し、特定アプリケーションでカラムが有効に働かなくなったり、溶離順序の変化を見逃してしまう潜在的リスクを計算するための時間が必要になります。低価格による多少の費用の節約も、多くの不具合で帳消しになってしまいます。

分析者にとっては、カラム間のパフォーマンスにばらつきがないことが、カラム特性の中で最も重要なことです。そうした品質の均一性を保つため、当社ではすべてのカラムをテストしています。さらに当社は、提供するほぼすべてのカラムに関して、ブリードやメートル当たりメッキ数、リテンションインデックスといったスペックを公表し、達成している唯一のメーカーです。こうしたスペックは1994年に公表して以来、徐々に厳しいものになってきています。

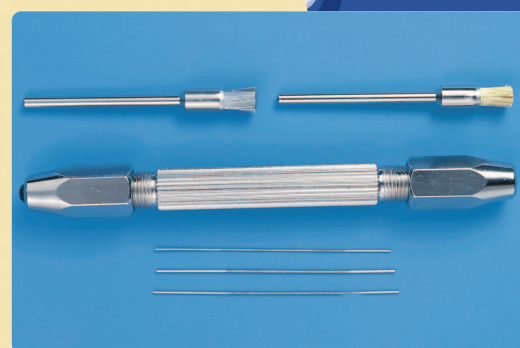
Agilent純正の交換部品と備品で実現する 最適な検出器パフォーマンス

クロマトグラフィーのメソッドのあらゆる状況を最適化し、非常にすぐれたクロマトグラフィーを実現しても、分析対象化合物を扱う検出器の性能が劣っていたのでは、すべてが台無しになってしまいます。GC検出器は、クロマトグラフィー分離とクロマトグラムとの重要なリンクになるものです。最適なパフォーマンスを実現するには、適切な予防メンテナンスが不可欠です。また、6890、6850、5890の各GCカラムには、Agilent純正PerfectFit交換部品をお使いください。

コレクタ本体

FIDメンテナンス部品 (6890、6850、5890GC共通)

Item	Part Number
Flame Ionization Detector (FID)	
Flow measuring insert	19301-60660
Ignitor glow plug assembly	19231-60680
FID cleaning kit	9301-0985
Jet cleaning wire	19301-20720
FID performance test mixture	18710-60170
FID/NPD 1/4-in. packed column adapter	19231-80530
FID/NPD 1/8-in. packed column adapter	19231-80520
FID/NPD capillary column adapter	19244-80610
Vespel adapter ferrule (required for all adapters)	5080-8774



FIDクリーニングキット

Agilent交換部品とアクセサリ(FID以外の検出器)

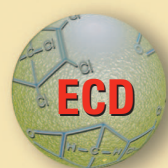
Item	Part Number
Nitrogen Phosphorus Detector (NPD)	
White ceramic bead assembly (6890 GC only)	G1534-60570
Black ceramic bead assembly (6890 GC only)	5183-2007
Collector assembly (bead) (5890 GC only)	19234-60540
Detector jets	See FID listing
Graphite ferrules	See FID listing
NPD performance test mixture	18789-60060
Thermal Conductivity Detector (TCD)	
Replacement cell (6890/6850 GCs only)	G1532-60675
Replacement cell (5890 GC only)	19232-60676
Graphite ferrules	See FID listing
TCD performance test mixture	18711-60060
Electron Capture Detector (ECD)	
Makeup gas adapter	19233-80565
Makeup gas adapter (micro-ECD)	G2397-80520
Fused silica liner	19233-20625
Fused silica liner (micro-ECD)	G2397-20540
Stainless steel makeup gas adapter cap	19233-20755
Graphite/Vespel ferrules	See FID listing
ECD wipe test kit	18713-60050
ECD performance test mixture	18713-60040

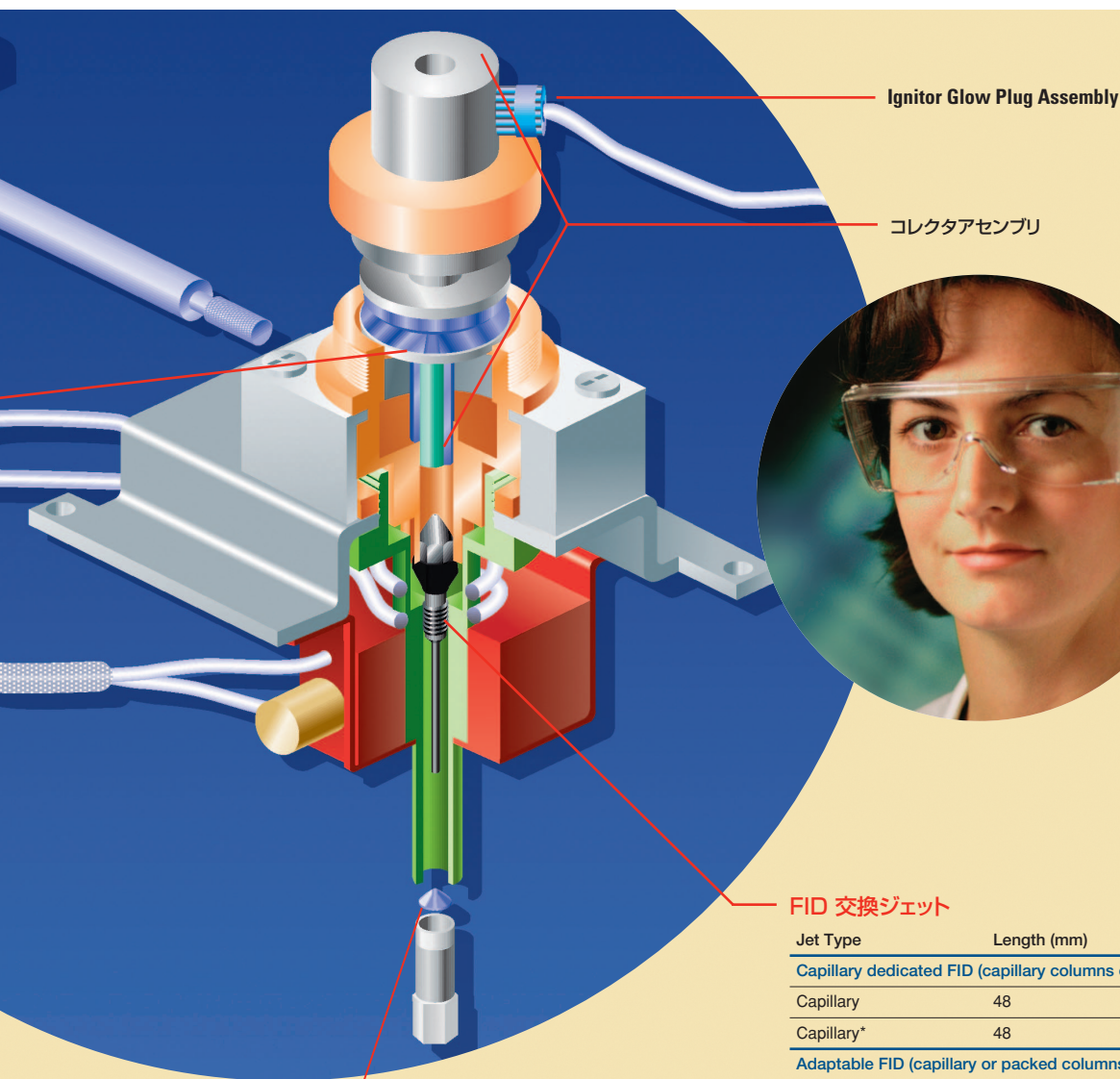
その他のFID部品(装置によって異なります)

Item	Part Number
FID collector assembly* (5890 GC only)	19231-60690
FID collector assembly* (6890 GC only)	G1531-60690
Collector body (5890 GC only)	19231-20960
Collector body (6850 and 6890 GC only)	G1531-20690
Hastelloy ignitor castle** (5890 GC only)	19231-21060
Hastelloy collector body** (5890 GC only)	19231-21080

* Assembly includes: Gasket, Ignitor Castle, Ignitor Glow Plug Assembly, Spring Washer-Wavy, Collector: Housing, Mount, Nut, Body, Spanner Nut, Insulator (upper and lower)

** Hastelloy components are ideal when analyzing corrosive materials.





FID 交換ジェット

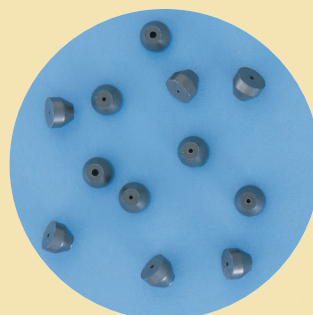
Jet Type	Length (mm)	Tip I.D. (in.)	Part Number
Capillary dedicated FID (capillary columns only; 6890 GC only)			
Capillary	48	0.011	G1531-80560
Capillary*	48	0.018	G1531-80620
Adaptable FID (capillary or packed columns; 6890, 6850 and 5890 GCs)			
Capillary	61	0.011	19244-80560
Capillary*	61	0.018	19244-80620
Packed column	63.5	0.018	18710-20119
Packed column jet*	63.5	0.030	18789-80070

* For high-temperature applications

FID フェラル

Ferrule Type	Column I.D. (μm)	Ferrule I.D. (mm)	Part Number*
General purpose graphite	180, 200, 250, 320	0.5	5080-8853
General purpose graphite	530	1.0	5080-8773
Graphite/Vespel	180, 200, 250	0.4	5181-3323
Graphite/Vespel	320	0.5	5062-3514
Graphite/Vespel	530	0.8	5062-3512
Universal column nut for Agilent 6890 GC (2/pk)			5181-8830
Universal column nut for Agilent 6850 GC (2/pk)			5183-4732

* All ferrule part numbers represent a quantity of 10/pk.



FIDのメンテナンスについては2ページを参照してください。

Ask

テクニカル
サポートに聞く

見えた時が消える時 消滅するピーク

お客様から新しいカラムを取り付け、条件を一定に保っていたのに、気がつくと分析対象化合物が消えていたというご相談を受けました。お客様はカラムに欠陥があると考えていましたが、この問題には別の原因が関係していました。



Eberhardt Kuhn, Ph.D.
テクニカルサポートエンジニア

あるお客様が、新しいHP-5msカラムを装置に取り付けました。このアプリケーションは、古いカラムを使って長年使用しており、ヘッド圧力など装置のパラメータはまったく同じ値にセットしていました。お客様は、2つの重要な分析対象物の間の分解能が古いカラムでは80%前後だったのが、新しいカラムでは20%以下に下がっていることに気がきました。この値は高精度で再現可能な定量データベースではとても容認できるものではなく、問題のカラムは「不良品」として関連書類一式とともに送り返されました。

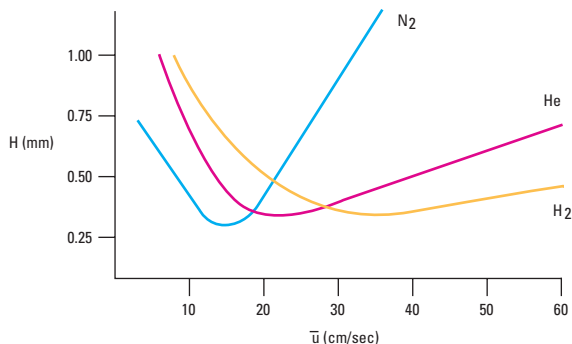
送られてきたクロマトグラムを詳細に調べたところ、われわれは新しいカラムで分解能が低下したピークのリテンション時間が、オリジナルメソッドに比べて1分以上ずれていることを発見しました。この違いは、分析条件は同じであるものの、キャリアガスの線速度が変化したことを意味しています。

オランダの化学者J.J. van Deemterが、キャリアガス速度とカラム効率との間の関係を解明しました(図1参照)。ご覧のように、理論段数の数、すなわち分解能は線速度に大きく左右されます。このケースでは、分解能がキャリア線速度に対してきわめて敏感に反応したのです。キャリアガスの速度を調整し、2つの化合物が以前と同じリテンションタイムで分離するようにしたところ、図2および3に示すように分解能も理想的なレベルにまで回復しました。それでも疑問は残ります。分析条件が同じだったにもかかわらず、この2つの化合物のリテンションタイムが変化した理由は何だったのでしょうか？

実は、分析条件が同じではなかったのです。その理由は、カラムが完全に同じではなかったことにあります。あらゆる製造プロセスには、製品を作る際の許容誤差が存在します。GCキャピラリカラムの場合、許容誤差の対象としては直径と長さが挙げられます。直径や長さがほんのわずかでも違っていると、特定のヘッド圧力の下では実際の速度や流量に影響が及びます。ガスクロマトグラフ装置には、速度や流量を測定する装置が内蔵されていません。表示される線速度は、ユーザが入力するヘッド圧力とカラム寸法から算出されます。公称値(長さ30m、直径0.25mm)を使用した場合、装置は自動的に30.00m×250.0μmのカラムを前提に流量と線速度を計算します。しかし、すべてのカラムがこのような正確な寸法を備えているわけではなく、その結果、保持されない化合物(メタンなど)を注入し、その保持時間とカラムの長さ(式1参照)を使って実際の線速度を測定し、平均線速度を計算することになります。流量は、カラムの断面積を式に組み入れて計算することもできます(式2参照)。

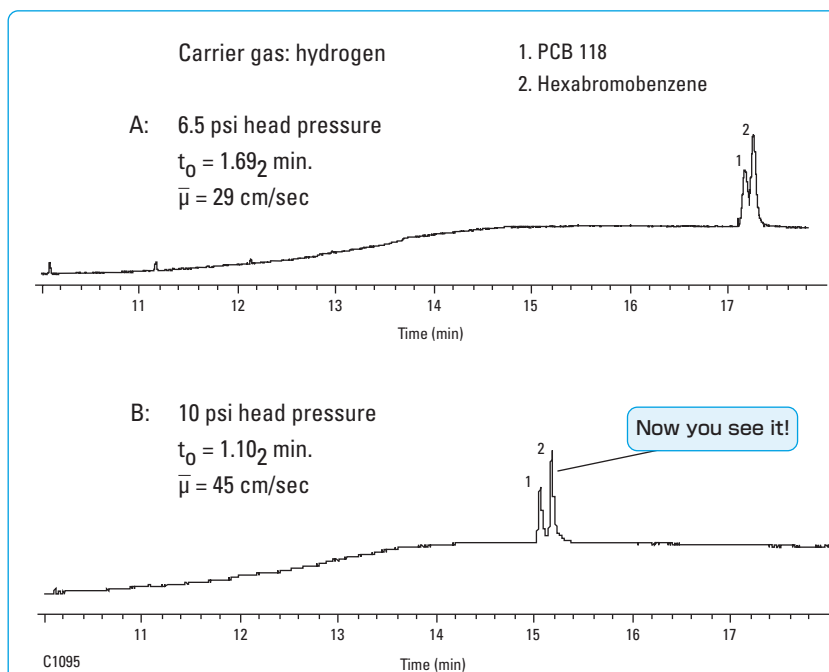
(7ページに続く)

Figure 1: van Deemter Curves for Common Carrier Gases*



* The y-axis shows the height of a theoretical plate (H), which is inversely proportional to the number of theoretical plates per meter. The smaller the H, the greater the efficiency of a column.

Figure 2: HP-5ms 30m x 0.25mm I.D. x 0.25 μ m



見えた時が消える時
10ページの続き

$$\text{式1: } \bar{\mu} = L/t_0$$

$$\text{式2: } \bar{F} = \pi r^2 L/t_0$$

$\bar{\mu}$: 平均線速度 (cm/秒)

\bar{F} : 平均流量 (mL/分)

L : カラムの長さ (cm)

t_0 : 保持されない化合物のピークの
保持時間

r : カラムの半径 (cm)

まったく同じ条件下で操作を行う場合は、カラムヘッド圧力を調節して、古いカラムからの保持されない化合物のリテンションに合わせる必要があります。エレクトロニックニューマティクスコントロール (EPC) といった装置の機能だけに頼ると設定を誤り、問題を引き起こすことがあります。

当社 Web サイト (www.chem.agilent.com) から (無料) でダウンロードできる Agilent Flow Calculator に数値を入力することで、カラム寸法がヘッド圧力と線速度の関係に及ぼす影響を確実にコントロールすることができます。“Technical Support” をクリックし、さらに “User Contributed Software” をクリックしてください。

結果にはきっとご満足いただけることと思います。

ご質問はありませんか？

Agilent では、毎日数百件に上る技術的質問にお答えしております。

ご質問はオンラインで、当社エキスパートまで直接お送りください。
www.agilent.com/chem にログインし、“Technical Support” を選択し、“Ask our Technical Support Specialist” を選んでください。
そこからご質問をお送りいただけます。
できるだけ迅速にお答えいたします。

DB-5msおよびGC/MSによる競走馬薬物テストのスピードアップ

- Agilentの無料メソッドトランスレーションソフトウェアによって、短くて直径が小さいカラムが実現
- 分析時間を35%短縮
- 変わらない溶離次数とピーク、スペクトルの品質
- 難しいサンプルにも対応可能なDB-5ms



Wayne Skinner



Dan McKemie



Jason Ellis

今月号のゲスト執筆者は Wayne Skinner、Dan McKemie、Scott Stanley, Ph.D. (写真なし) (カリフォルニア大学デービス校 California Animal Health and Food Safety Laboratory および Kenneth L. Maddy Equine Analytical Chemistry Laboratory) と、Jason Ellis (当社テクニカルサポートエンジニア) です。

競走馬を対象とする研究所では、新しい分析技術やアプリケーションの急速な発達とテスト感度の大幅な増強が求められることから、GC/MSが必須アイテムとなりました。この技術はシステムの安定性を向上させ、レース後の分析におけるサンプルスループットの結合を増大させます。

カリフォルニア大学デービス校 Kenneth L. Maddy Equine Analytical Chemistry Laboratory (EACL) は、薄層クロマトグラフィに代わる新しい薬物テスト方法を開発しました。

EACLでは、メソッド開発の重要部分に高速分離メソッドを組み入れることで、問題を解決しました。

それまでは30m×0.25mmの膜圧0.25μm (フェニル5%) を使っていましたが、20m×0.18mm、膜圧0.18μmのDB-5msを使用することで、分析効率の向上を図ったのです。Agilentのメソッドトランスレーションソフトウェア*は、溶離順序に影響を

与えることなく、既存メソッドを短く直径の小さなカラムに簡単に変換できるようにすることを目指したものです。カラムの長さを短くし、内径を小さくすることで、ピークやスペクトルの品質を保ちながら、分析時間の35%短縮に成功しました。

通常、研究所では一晩に40～60件のサンプルを検査しなければならないことから、このような分析時間の短縮はきわめて重要な意味を持ちます。尿の検査試料は、フルスキャンモードの5973 MSDとAgilent 6890 GCを使ったスクリーニング分析の前に、自動SPEによって作成されます。乾燥させたサンプルの抽出物をセットしたオートサンブラバイアルは、GC付属のCTC

* Agilentのメソッドトランスレーションソフトウェアは、Agilent Chemical Analysis Group Webサイト (www.agilent.com/chem) の Technical Support セクションから無料でダウンロードすることができます。まず “Technical Support” を選択し、次に “User Contributed Software” を選択します。メソッドトランスレーションの詳細についてお知りになりたい場合は、Agilent テクニカルサポートにアプリケーションノート「Predictable Translation of Capillary Gas Chromatography Methods for Fast GC」(5965-7673E) をご請求ください。また、当社オンライン文献ライブラリから直接ダウンロードすることもできます。

オートサンブラに装填されます。オートサンブラが誘導体化試薬をバイアルに入れ、サンプルに注入すると、オンライン誘導体化が実行されます。このメソッドは、大容量注入 (LVI) のプレカラムの役目を果たすパックド注入ポートライナを装備した Apex ProSep™ PTV を利用しています。目標となる化合物がスクリーニングプロセスで確認された場合、そのサンプルから新しいアリコートを取り、さらに厳格なクリーンアップメソッドを実施して、再度分析を行います。

図1は、すでに確立されたメソッドのパフォーマンスをモニターするために使用した27の分析対象物の200ppbパフォーマンスミックスを示したものです。このメソッドではLVIに対応するため5.5分の溶媒遅延が必要であり、最後の分析対象物が16.3分後にカラムから現れるよう設定する必要があります。ほとんどの分析対象物がTMS誘導体を形成します。純粋形態とTMS形態の両方で確認されたのは、マジンドールとベントバルビタールだけでした。図2は、25種類の50ppb分析対象物質によって裏付けられた、馬の尿の品質管理サンプルに関するクロマトグラムです。

馬の尿試料は、生物学マトリックスとして大きく影響します。それでも、このメソッドとカラムは必要とされるパフォーマンスと分解能を維持しながら、数百件に上る注入を取り扱うことができます。DB-5msは、レースの公正さを保つために必要な厳格で信頼性の高いツールであることが実証されました。

競馬場を訪れる人々に、レースが公正に行われていると感じさせる役割の一端を担っているのが、ガスクロマトグラフィです。

Apex ProSep™ は、APEX Technologies の商標です。

(15ページに続く)

Figure 1. Standards performance check, each drug fortified at 200 ppb.

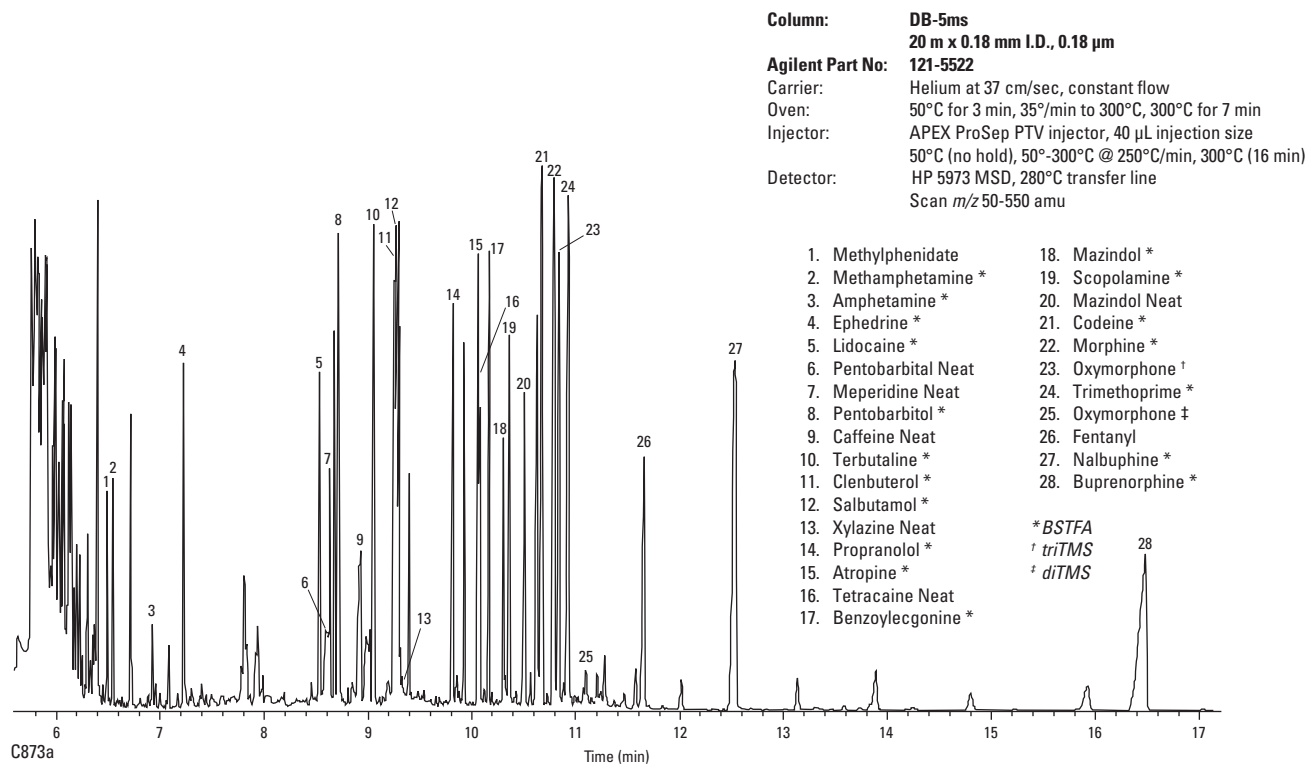
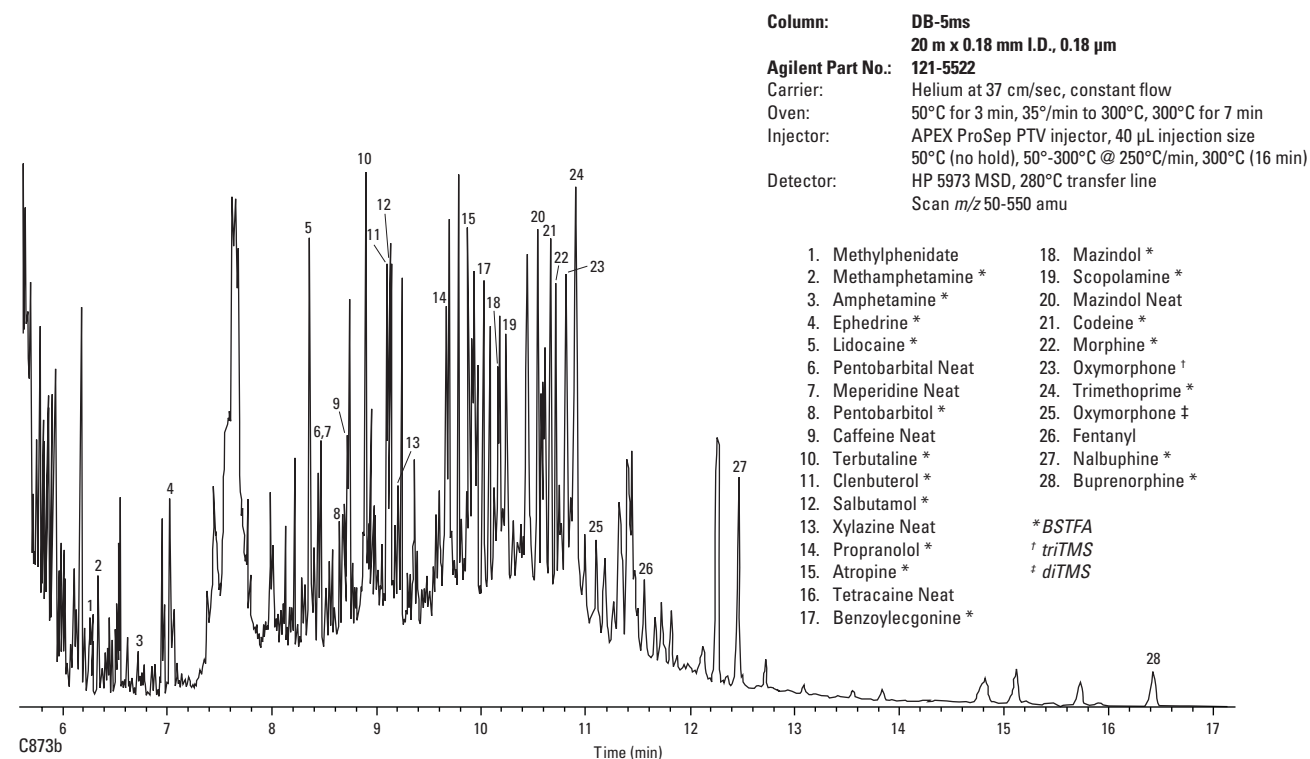


Figure 2. Equine urine quality control sample, each drug fortified at 50 ppb.



Agilent eセミナーに参加する理由



AgilentのGCスペシャリストたちが持っている専門知識を皆様にお伝えする方法の1つがAgilent eセミナーです。

(写真左から右へ) Mitch Hastings、Jason Ellis、Cameron George、Jeanee Tollefson、Angelica Reese、Allen Vickers、Eberhardt Kuhn

- ✓ Agilent eセミナーに参加すると、わずかな時間で大きな成果を得ることができます。
- ✓ このインタラクティブなリアルタイムセミナーには、誰でも、どこからでも参加することができます。
- ✓ 実験技術向上のための革新的で効率的な方法です。
- ✓ 当社テクニカルサポートスタッフを含む講師陣は、全員が業界のリーダであり豊富な経験を備えています。
- ✓ 60～90分間のオンラインセミナーで、最新のテクノロジーに接することができます。
- ✓ Agilent eセミナーでは、クロマトグラフィで35年間にわたりリーダの立場にある当社の経験と最先端の情報をお届けします。
- ✓ セミナーへの登録を済ませたお客様には、有効な参考資料になる教材をお送りします。
- ✓ お客様からのご質問は、所定のQ&Aタイムの間にチャットウィンドウを利用したオンライン方式または電話でお受けしております。
- ✓ セミナーは複数の言語で実施しております。
- ✓ **しかも受講料は無料です*。**

必要なのは電話とインターネットにアクセスできるコンピュータ、それにMicrosoft Internet Explorer™やNetscape Navigator™といったインターネットブラウザだけです。

実践的な講義内容

Agilent eセミナーの
実用的な講義内容のリスト(抜粋)

- ・ メソッド検証と堅牢性テスト
- ・ GCカラムの選択
- ・ 表面金属汚染物質の特性
- ・ Agilent 1100 LCシステムの最適化
- ・ FDAの21CFR111検証指針の影響
- ・ GC用低ブリード固定相
- ・ 装置の管理とデータの取得
- ・ マイクロアレーサンプルの品質管理
- ・ HPLCのハイスループット用ソリューション
- ・ カラムメンテナンスとトラブルシューティング

100%の 満足度

eセミナーの後、毎回実施しているオンライン調査で、回答されたお客様全員がセミナーに参加してよかったと満足し、また機会があれば参加したいと思っていることが確認されています。あるお客様は次のようにおっしゃっています。「とても役に立つ有益なセミナーでした。

自分のオフィスを出ることなく
セミナーに参加できるということで、
時間の節約にもなりました。」

Agilent eセミナーのスケジュールをご覧になりたい方は、
アカウントを取得されるか、クラスに登録する必要があります。
www.agilent.com/chemにアクセスし、左のナビゲーション
バーにある“Education”をクリックしてください。
さらに“e-Seminars”をクリックしてください。

* 長距離通話の場合、電話料金がかかります。eセミナーのオーディオとWebに同時にアクセスするには、電話とインターネット用にそれぞれ独立した回線が必要です。

Microsoft®およびMicrosoft Internet Explorer™は、Microsoft Corporationの商標です。
Netscape Navigator™は、Netscape Communications Corporationの米国内における商標です。

伝言板

オンライン部品カタログができました

弊社WEBサイトに、新しくオンライン部品カタログのページができました。

<http://www.agilent.co.jp/chem/yan>へアクセスしてください。

このボタンで部品検索が可能になります。

部品検索

Agilentカラム・分析機器部品の検索、見取りにご利用ください。

hp jornada 568が当たる!

4月22日(月)～7月19日(金)までに弊社WEBサイトからEメールのアドレスをご登録いただいた上で右記のカタログをご請求いただいた方に抽選で今話題のPDAが当たります。詳細は、<http://www.agilent.co.jp/chem/yan>へアクセスしてください。

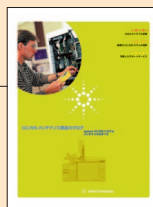
新しいカタログができました

GC、GC/MS、LCのユーザーの皆様へ、写真と図解で詳しく消耗部品やカラムをご紹介するカタログができました。トラブルシューティングの情報や、メンテナンスの方法も満載です。

- ▶ GC注入口部品カタログ
(5988-3466JAJP、日本語版)



- ▶ GC/MSメンテナンス部品カタログ
(5988-3960JAJP、日本語版)



- ▶ LCメンテナンス部品カタログ
(5988-4269JAJP、日本語版)



- ▶ Agilent ZORBAX StableBond HPLCカラム
(5988-4931JAJP、日本語版)



- ▶ GCメンテナンス部品カタログ
(5月下旬完成予定、日本語版)

Agilentからの情報誌です

最新アプリケーションや、トラブルシューティングの事例、新製品のご紹介など、盛りだくさんな内容の情報誌です。

- ▶ 「Separation Times」
GC、GC/MSを中心にご紹介
(5988-4232JAJP、日本語版)



- ▶ 「Forum Newsletter」
LC、LC/MSを中心にご紹介
(5988-5479JAJP、日本語版)



- ・本冊子記載価格および製品仕様(寸法、性能)などは為替変動や改善のため、予告なく変更することがありますので、ご注文時には最新の価格をご確認くださいようお願い申し上げます。
- ・本冊子記載の価格には、消費税は含まれておりません。

Exclusive
Offers

費用を大幅に節約 するためのヒント

Agilentサポート契約は、さまざまな
メリットをお約束します。

- ・ 機器アップタイムの大幅な改善
- ・ システム生産性の向上
- ・ 機器寿命の延長
- ・ 迅速な問題解決

Agilentのサポート契約では、各規制対応
等の業種別ニーズにお応えする、おトクなサ
ポートパックをお選びいただくことも、ご予
算とニーズに応じて必要なサポートを組み合
わせるア・ラ・カルトプランをご選択いただく
こともできます。

Agilent/横河アナリティカルシステムズで
は、サポート契約を結ばれたお客様を対象
とした、「Agilentコントラクト・プラス」プロ
グラムとして、さまざまな特典を提供いたし
ております。

【Agilentコントラクト・プラス 特典プログラム】
(5月1日現在)

・ Agilent5973オートサンブラ アップグレード・キャンペーン

現在ご契約中の5973Bオートサンブラを、
40%OFFにて5973Cにお買い替えいた
だけのプログラムです。5月末までの期間限
定ですので、ご興味のある方はお早めにお
客様担当営業にご連絡ください。

・ Agilentコントラクト・プラス Eメールアドレス登録キャンペーン

今後、特典プログラムや新製品のご紹介や
キャンペーン情報を定期的にお届けしていく
ため、Eメールアドレスをご登録ください。
5月15日から7月31日までにご登録いた
だいたお客様にはもちろん、「Agilentロゴ

入り VICTORINOXアーミーナイフ」を記念
品として差し上げます。さらに抽選で毎月2
名様に「VICTORINOXアーミーナイフ&腕
時計」が当たるダブルチャンスが!

詳細は、<http://www.agilent.co.jp/chem/yan>にアクセスし、右側の「製品また
はサービスを選択」から「サービス&サポート
製品」を選択し、「Agilentコントラクト・プ
ラス」の項をご参照ください。(お申し込みには、
ご契約システムのサポート契約番号が必要
です。お送りしているシステム貼付の契約カ
ードをお手元にご用意ください。)



常に最新の 情報とサービスを

Separation Timesの
オンライン購読申し込みは、
[www.chem.agilent.com/cag/
country/JP/publication/
pubmain.htm](http://www.chem.agilent.com/cag/country/JP/publication/pubmain.htm)にアクセスして、
Separation Timesの右にある
"日本語"をクリックしてください。

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. 2002

May 21, 2002

Publication Number : 5988-5880JAJP

横河アナリティカルシステムズ株式会社

●カスタム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>

●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	福島市腰浜町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
太陽計測・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	千葉市稲毛区作草部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

ANC-38
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)	静岡市中田本町61-1	054-288-8880
横河商事・中部	名古屋市中村区鳥森町7-336	052-471-7124
横河電機・高松	富山市永楽町32-13	0764-41-1831
全 隆 電 機 (株)	大阪市淀川区新高3-3-11	06-6394-1163
旭 電 気 (株)	倉敷市老松町3-7-10	086-422-5711
新川電機・広島	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	徳山市五月町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