

LUMA マルチチャンネル真空紫外検出器と Agilent 8890 GC

著者

Saurabh U. Patel and
Alan M. Medina-Gonzalez
Agilent Technologies, Inc.

はじめに

LUMA マルチチャンネル真空紫外 (VUV) 検出器は、石油化学、環境、食品、医薬品の分析など、幅広いアプリケーションに対応できる独自のガスクロマトグラフィー (GC) 検出器です。LUMA 検出器は、高感度で直線範囲が広い、汎用的な検出器です。他の UV-Vis 手法と同様に、ベールの法則は検出器の定量の基本原理です。LUMA はこれを利用した濃度ベースの検出器です。

LUMA は電磁スペクトル全般 (118 nm の VUV 領域から 1,050 nm の可視光領域まで) で使用できます。光は特殊な重水素ランプによって生成され、検出器ボックス内に収容されます。この光が固定ミラーによって収束され、加熱されたフローセルを通過して、分析対象物と相互作用します。フォトダイオードアレイが透過光を捕捉して、電気信号に変換します。この信号は個々のエネルギーレベルに基づいて 118 ~ 1,050 nm の波長の 12 個のバンドに分割されており、使いやすくなっています。図 1 をご覧ください。

このアプリケーション概要では、LUMA 検出器と Agilent 8890 GC および Agilent J&W DB-1 カラムを組み合わせて、システムの分析機能を説明します。

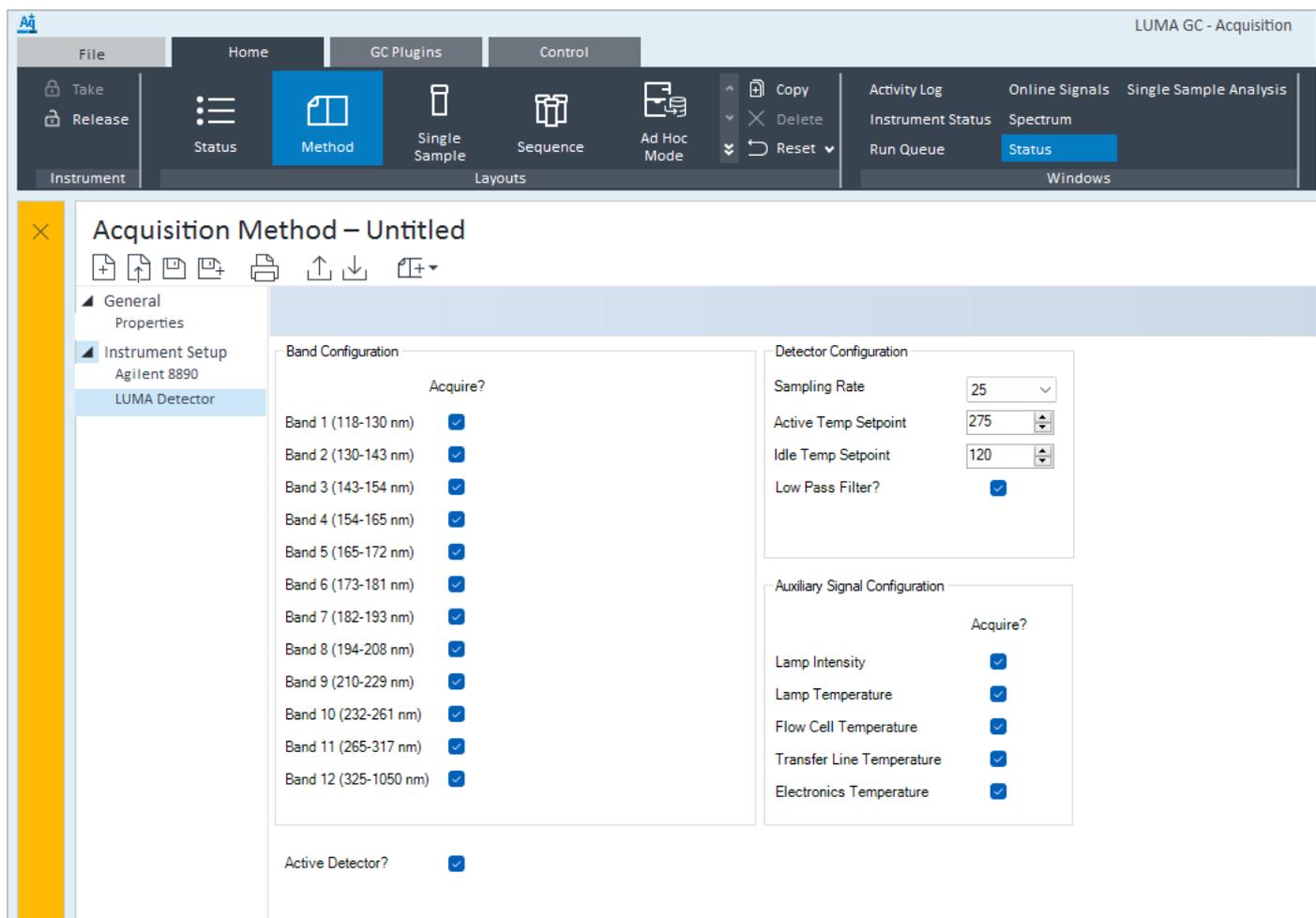


図 1. Agilent OpenLab CDS ソフトウェアでの LUMA コントロールおよびバンド構成。12 バンドすべてのデータを同時に取得し、個々の信号として保存して柔軟に利用できます。

実験方法

LUMA 検出器の分析機能を証明するため、Polar ISO Column Text Mix standard を 8890 GC と J&W DB-1 カラム (30 m × 320 μm, 1 μm) で測定しました。LUMA では、推奨の温度と流量を維持しました。

表 1. Agilent 8890 GC と LUMA 検出器の設定値

パラメータ	設定値
注入量	1 μL
注入口 (スプリット/スプリットレス)	250 °C (5:1 スプリット)
オープンプログラム	40 °C (1 分間保持)、20 °C /min で 260 °C まで昇温
カラム流量	6.5 mL/min (水素)
LUMA 温度設定値	275 °C

結果と考察

検出器のレスポンス、感度、直線性をテストするため、6種類の標準溶液 (7.8 ~ 250 ppm) を調製し評価に用いました。標準溶液に含まれる8化合物について、7.8 ~ 250 ppm の濃度範囲で5回連続注入した際のピーク面積の平均 RSD は2% 未満でした。8種類の化合物の平均 R² 値は 0.999 でした。S/N 比は、これらの化合物の多くで検出下限と定量下限が下がったことを示しています。

表 2. 図 2 の分析対象物のピーク同定。各成分の R² 係数、S/N (ASTM ノイズベース)、ピーク対称性を示しています。

ピーク	分析対象物	CAS 番号	R ²	S/N (7.8 ppm)	ピーク対称性
1	アニリン	62-53-3	0.999	415	0.95 (バンド7)
2	2-クロロフェノール	95-57-8	0.999	398	0.98 (バンド7)
3	1-オクタノール	111-87-5	0.999	155	0.97 (バンド2)
4	2-ノナン	821-55-6	0.999	169	0.98 (バンド2)
5	2-ドデカノール	10203-28-8	0.999	152	0.94 (バンド2)
6	ラウリン酸メチル (C12:0)	111-82-0	0.999	150	1.00 (バンド2)
7	n-ヘプタデカン (C17)	629-78-7	0.999	170	0.99 (バンド2)
8	n-ノナデカン (C19)	629-92-5	0.999	158	0.99 (バンド2)

図 2 に、バンド 1 ~ 12 で 8 種類の化合物の混合物 (250 ppm) を分析した結果を示します。各化合物のピークレスポンスは、各バンドにおける吸光度のレベルに比例しました。化合物が存在する各バンドでのピーク形状は良好でした。これらの化合物それぞれについて、VUV スペクトルデータを抽出することができました。

図 3 に、バンド 2 (130 ~ 143 nm) とバンド 7 (189 ~ 193 nm) で 8 種類の化合物 (濃度 7.8 ppm) を分析した結果を示します。ベールの法則を利用して、ユーザーのニーズに基づいてさまざまなバンドで化合物を定量できます。例えば、n-ヘプタデカンなどの直鎖炭化水素は、吸光がバンド 1 (118 ~ 130 nm) および 2 で強いですが、バンド 6 (172 ~ 181 nm) 以上では弱いかゼロになります。

一方、官能基を持つ化合物であるアニリンは、吸光がバンド 7 で最も強く、バンド 2 で最も弱くなります。個々のバンドで化合物を分析できるため、これを利用して、あるバンドには存在するが他のバンドには存在しない可能性がある共溶出化合物を区別できます。

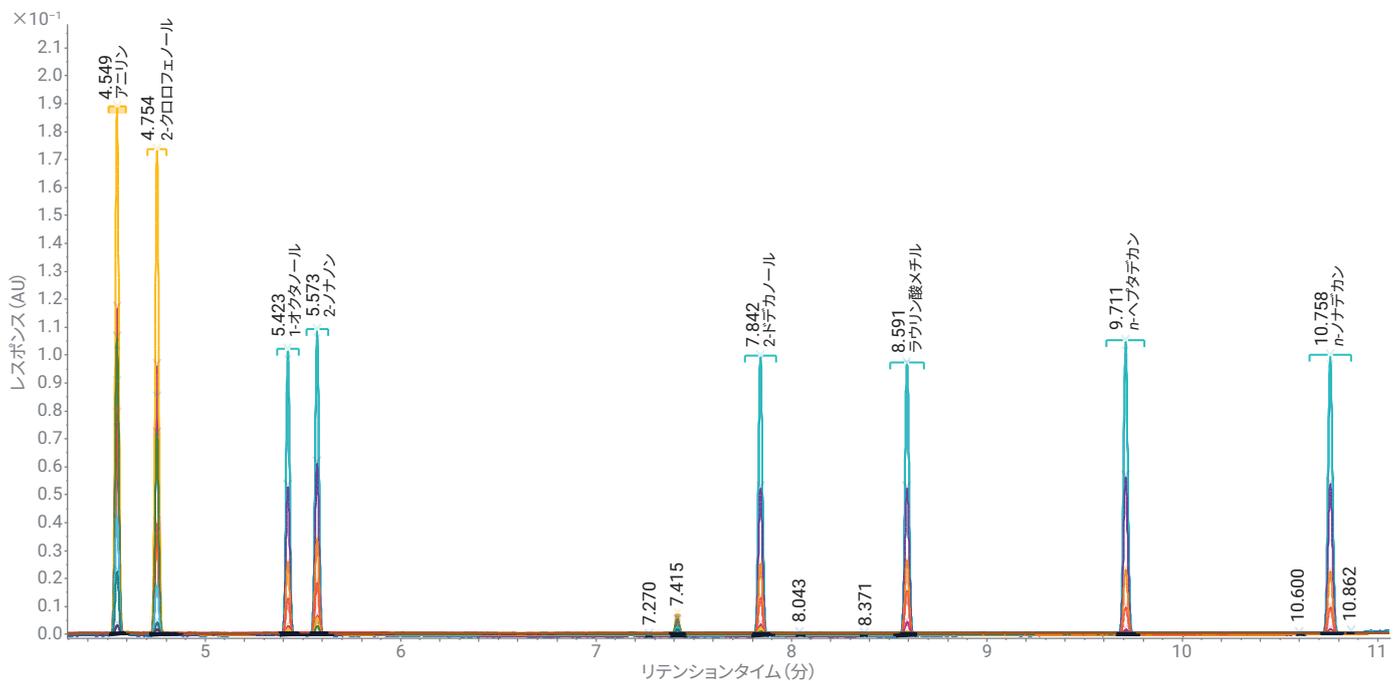


図 2. バンド 1 ~ 12 で 8 種類の化合物 (250 ppm) のクロマトグラムの重ね表示

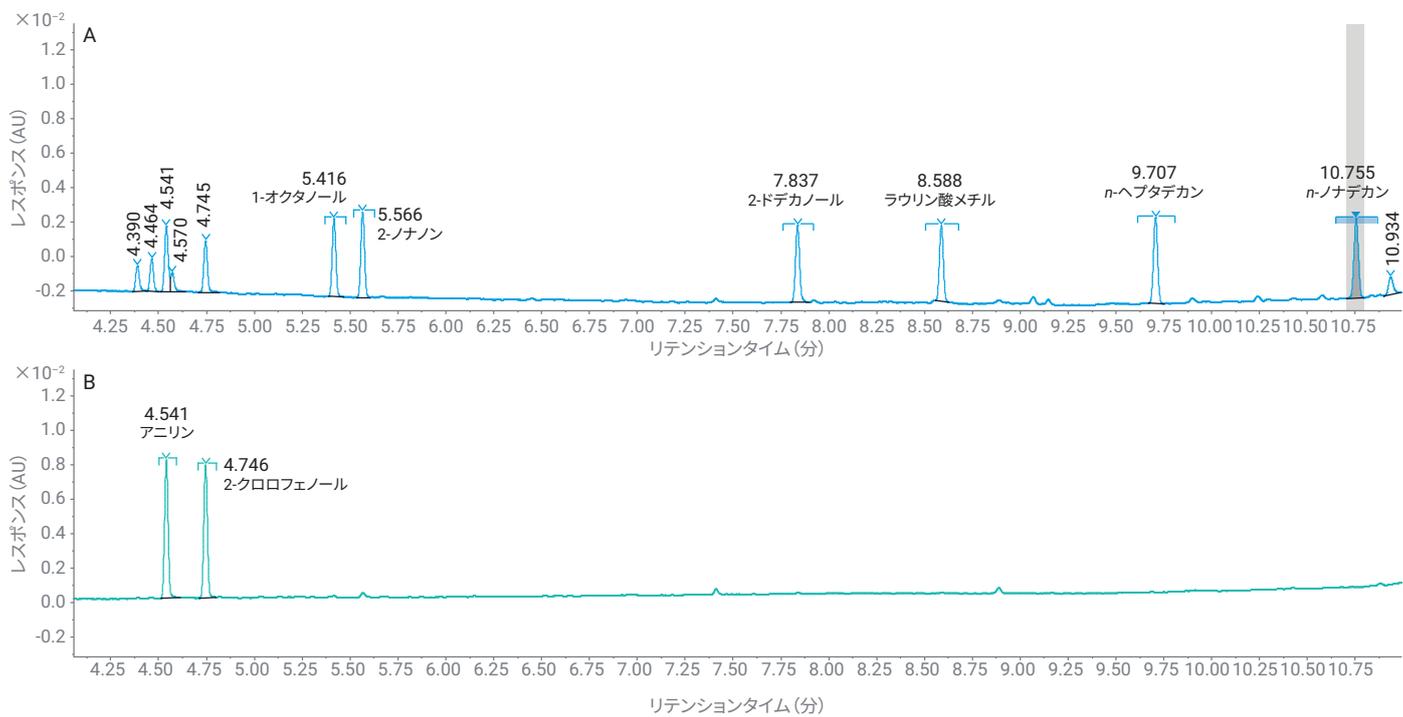


図 3. バンド 2 (A) とバンド 7 (B) での、非極性化合物と極性化合物 (7.8 ppm) のクロマトグラム。バンド 2 では 4.25~4.60 分に汚染物質が存在していますが、バンド 7 ではこれが見られません。

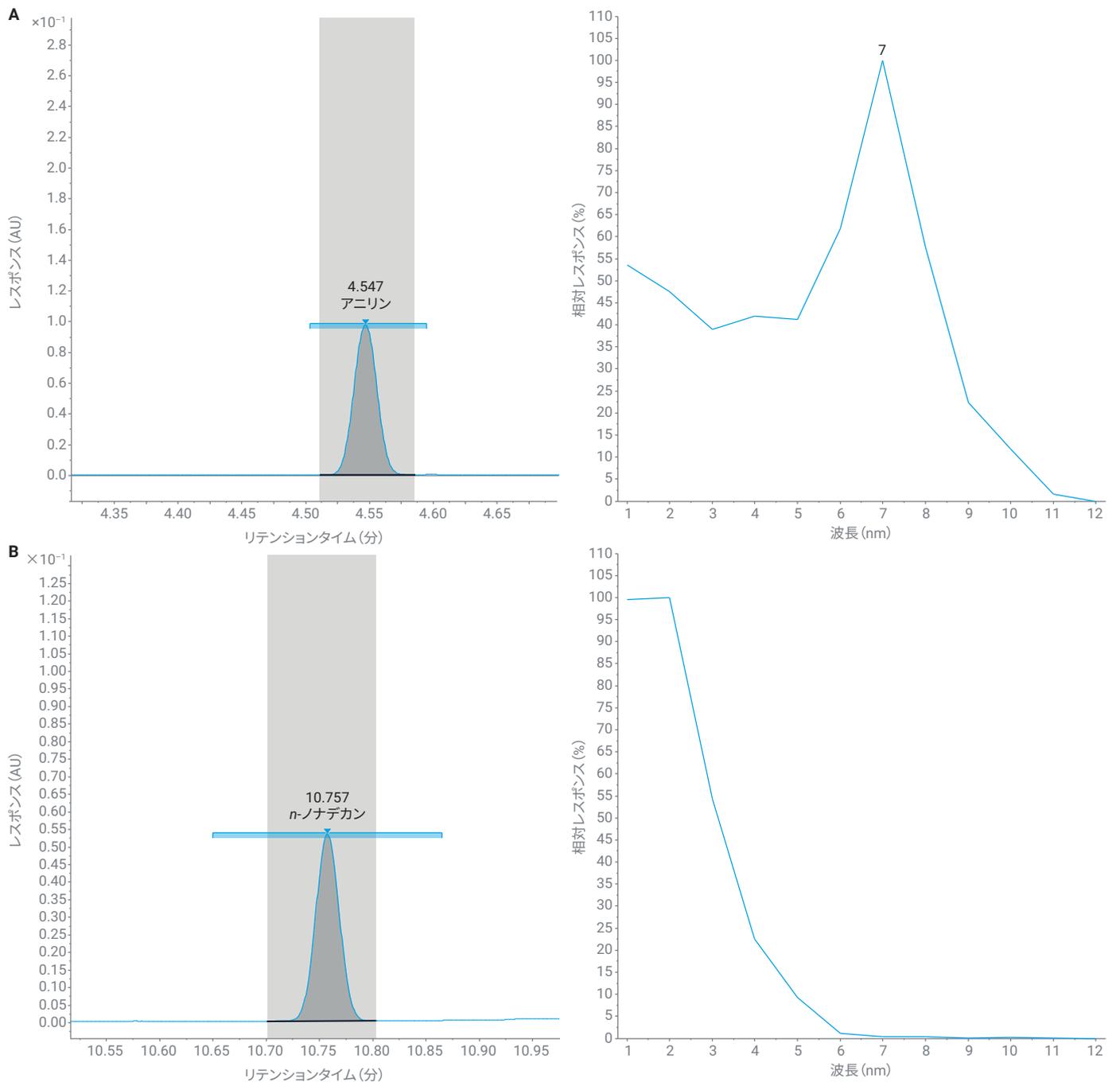


図 4. アニリン (A) と n-ノナデカン (B) のクロマトグラムおよび関連する VUV スペクトル

結論

LUMA マルチチャンネル VUV 検出器と Agilent 8890 GC および Agilent J&W DB-1 カラムを組み合わせることで、幅広い直線性、高い面積再現性、優れたピーク分離、ガウス曲線のピーク形状を実現できます。VUV スペクトルデータとピークリテンションタイムを組み合わせることで、サンプル中の成分を確実に同定できます。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタマ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いません。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。

DE-001371

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2024
Printed in Japan, October 7, 2024
5994-7848JAJP