

バックフラッシュによる生産性の向上と カラム寿命の延長 アプリケーション

Chin-Kai Meng

以前のアプリケーションノート^[1]では、複数の GC シグナルと MS シグナルを 1 回の注入で取り込むことができることを説明しました。3 ウェイスプリッタをカラムの出口に接続すると、カラム溶出ガスを 2 台の GC 検出器と MSD に分割して送ることができます。このマルチシグナルコンフィギュレーションによって、ライブラリ検索用にフルスキャンデータを、定量用に SIM データを、複雑なマトリックスから優れた選択性と感度を得るために元素の選択的検出器を使用することができます。

本実験で使用したシステムの構成は、7683ALS、スプリット/スプリットレス注入口付き 7890A GC、3 ウェイスプリッタ、 μ ECD、デュアル炎光光度検出器 (DFPD)、および 5975C MSD です。図 1 は、ミルク抽出物の 1 回の注入から得られた 4 つのクロマトグラムです。5975C MSD の SIM/スキャンデータの同時取り込み機能により、スクリーニング (フルスキャンデータ) と定量 (SIM データ) の両方に対して有用なデータが得られます。DFPD によって、光フィルタを切り替える必要なく、P シグナルと S シグナルの両方が得られます。

図 1 のフルスキャン TIC で分かるように、32 分後に多数のマトリックスピークが認められました。複雑なサンプルの分析後にカラムをきれいにするために、ベークアウトのオープン昇温条件を追加することは珍しいことではありません。カラムのベークアウトは、カラムからの溶出が遅い物質を早く溶出することで次の注入が可能になります。そのため、分析条件より高いオープン温度と、通常のオープンプログラムの終了時における延長のベークアウト時間を使用することは一般的であり、このベークアウト時間はサイクル時間の増加と、カラムの寿命の減少につながります。ミルク抽出物分析にベークアウト時間を追加することによって、42 分までに既に溶出したターゲット

ハイライト

- バックフラッシュは、カラムからの高沸点化合物の除去を迅速かつより低いカラム温度で行うことで分析時間を短縮し、カラム寿命を伸ばす、シンプルな手法です。
- このミルク抽出物の例では、7 分間の 280 °C バックフラッシュは、33 分間の 320 °C ベークアウトと同等にカラムが洗浄されたことが示されました。サイクル時間は 30% 以上減少しました。
- バックフラッシュを使用すると、過剰なカラムブリードと重い残留物が MSD に導入されなくなるため、イオン源の汚染が減少します。

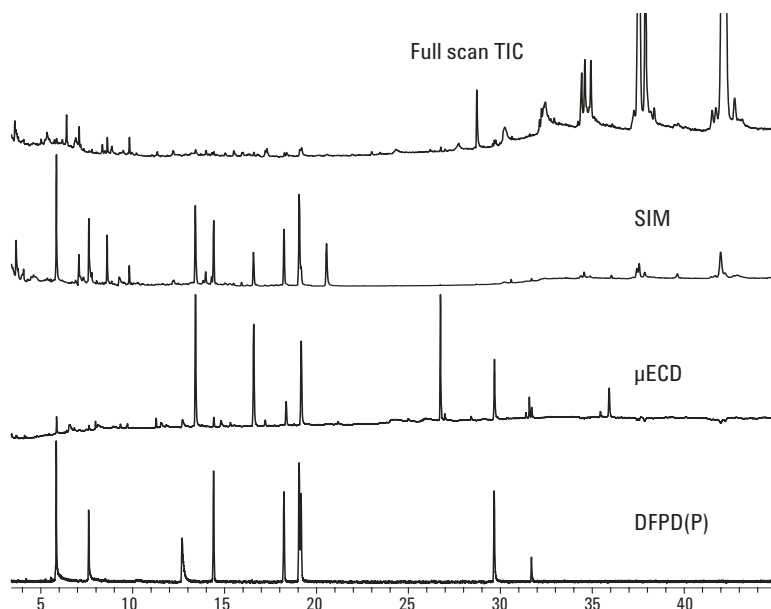


図 1. ミルク抽出物の 1 回の注入から同時に収集した 4 つのクロマトグラム



Agilent Technologies

化合物に続き、最長で 72 分までさらにマトリックスピークが認められました。つまり、各注入毎の生産性を考慮すると、30 分が無駄になったということになります。

バックフラッシュ^[2]は、カラムの注入口から溶出が遅い物質を逆流させることによってサイクル時間を劇的に減らすシンプルなテクニックです。溶出が遅い物質は、オープン温度が十分に上がり、これらの物質がカラム内を移動するまでは、カラムの入り口付近に残ります。溶出が遅い物質がカラムへの移動を開始する前に、カラムフローを逆流させると、これらの物質がカラムの注入口側から出るのにかかる時間が減り、より低いオープン温度で可能となります。

バックフラッシュを使用すると、以下の多くの利点が得られます。

- ・ サイクル時間の減少 (ピークアウト時間なし、より低いオープン温度からの冷却)。
- ・ カラムブリードが減り (高温ピークアウトの必要なし)、カラムの寿命が延びる
- ・ ゴーストピークが排除される (高沸点化合物が次以降の分析に残留しないため)。
- ・ 検出器に入る汚染物が最小限に抑えられる。これはイオン源の洗浄が削減されるため MSD では特に重要です

図 2 は、Agilent 7890A GC/5975C MSD から得られた 3 つのトータルイオンクロマトグラム (TIC) です。1 番上のクロマトグラムは、42 分より前にすべてのターゲット化合物が溶出したミルク抽出液の分析結果です (オープン温度は 280 °C までの昇温)。しかし、カラムから高沸点化合物を出すために、320 °C で 33 分のピークアウト時間が必要でした。このピークアウト時間の長さは、すべてのターゲット化合物を溶出するのに必要な時間とほぼ同じでした。真ん中は、42 分で分析を停止し、さらに 280 °C で 7 分間のバックフラッシュを行った同じミルク抽出物分析のクロマトグラムです。1 番下のクロマトグラムは、バックフラッシュ完了後に行ったブランク分析です。このブランク分析によって、バックフラッシュ後にカラムが非常にきれいになったことが分かります。この例から、33 分のピークアウトと同様に、7 分のバックフラッシュによってカラムが洗浄されたことが示されます。

図 2 のミルク抽出物の例から、バックフラッシュがサイクル時間とカラムブリードを減らすことが示されました。ピークアウト温度 320 °C に到達することなく、サイクル時間が 30% 以上減少し、カラムは 280 °C に保たれました。バックフラッシュの実行には、カラム溶出ガススプリッタまたは QuickSwap が必要です。

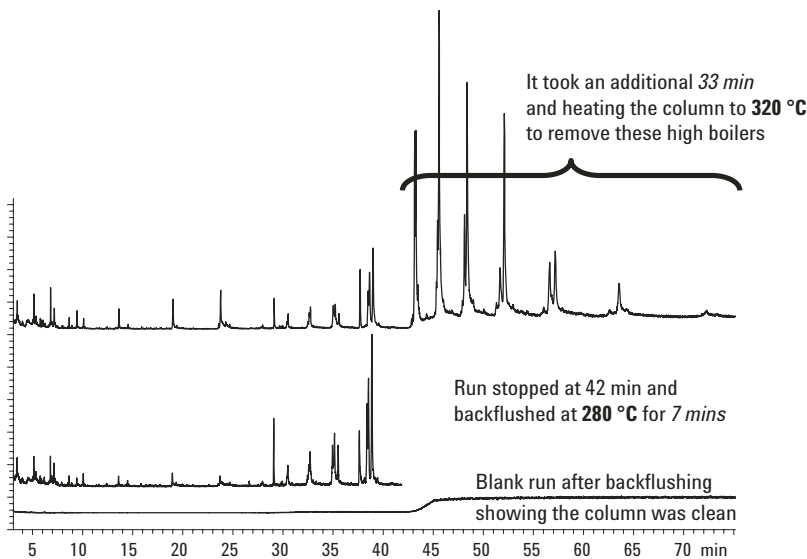


図 2. バックフラッシュ使用の有無による 3 つのトータルイオンクロマトグラムの比較結果

参考文献

1. Chin-Kai Meng and Bruce Quimby, "Identifying Pesticides with Full Scan, SIM, μ ECD, and FPD from a Single Injection" Agilent Application Note, 5989-3299EN, July 2005.
2. Matthew Klee, "Simplified Backflush Using Agilent 6890 GC Post Run Command" Agilent Application Note, 5989-5111EN, June 2006.

謝辞

ミルク抽出物は、USDA Agricultural Research Service (Wyndmoor, Pennsylvania, USA) の Dr. Steven Lehotay からのご好意により、ご提供いただきました。

追加情報

弊社の製品およびサービスに関する追加情報は、弊社 Web サイト www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2007

Agilent は、本資料に誤りが発見された場合、また、本資料の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。

本資料に記載の情報、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。また、本資料掲載の機器類は薬事法に基づく登録を行っておりません。

著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本資料を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

Printed in Japan
December 13, 2006
5989-6018JAJP



Agilent Technologies