

Application News

No. G321

ガスクロマトグラフィー

Nexis™ GC-2030 パックドカラム対応 ハッカ油の分析 (FID)

Nexis GC-2030 が、新たにパックドカラムにも対応しました。パックドカラムに対応した検出器は FID と TCD です。

本稿では、Nexis GC-2030 でガラスパックドカラムを用いた FID の分析例として、日本薬局方で規定されているハッカ油の純度試験をご紹介します。

C. Kanamori, K. Kawamoto

■ パックドカラム対応システム

Nexis GC-2030 に取りつけ可能なガラスカラムは、GC-17 や GC-2010 で使うガラスカラムと同じ部品で、装置間での共用が可能です。

FID-2030 は、FID-2030Packed kit (P/N : S221-85191-41) を用いて、

- ・ FID の標準ノズルをパックド用ノズルに交換する
- ・ FID のキャピラリカラムアダプタを取り外す

という簡単な作業でパックド用 FID に改造することができます。図 1 にガラスカラムの取付け例を示します。

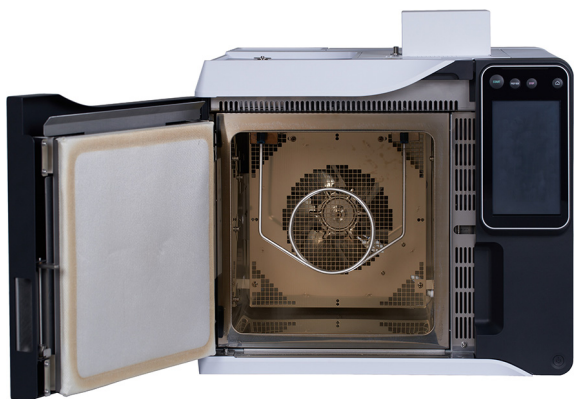


図 1 ガラスカラムの取付け例

■ デュアルラインにも拡張可能

パックドカラムを用いてカラム昇温プログラムを伴う分析を行うと、カラムの液相の溶出によりベースラインドリフトが大きくなり、同定や定量処理に影響を与える場合があります。

FID-2030 のパックドカラム対応では、サンプルを分析するサンプルラインとは別に、試料気化室、カラム、検出器を追加してベースラインドリフトのキャンセルを目的とするリファレンスラインを構成したデュアルラインシステムへの拡張が可能です。

■ 測定例 ハッカ油の分析

日本薬局方で規定されているハッカ油の純度試験 (l-メントール定量) の分析例です。試料をエタノールで希釈し、内部標準物質 (n-カプリル酸エチル) を添加した試料溶液 1 μ L を分析しました。

■ 分析条件

本分析の装置構成および分析条件を表 1 に示しました。局方にある通り、カラム流量は、内標物質 (n-カプリル酸エチル) の溶出時間が約 10 分になる様に調整しました。

表 1 装置構成と分析条件

Model	: Nexis GC-2030 /AOC-20i +SINJ-2030+FID-2030Packed Kit
Injection Mode	: Direct
Injection Volume	: 1.0 μ L
Injection Temp.	: 200 $^{\circ}$ C
Carrier Gas	: N ₂
Carrier Gas Control	: 流量一定*1
Column	: PEG 6000 25% CW 60/80 AW-DMCS (2 m \times 3 mm I.D.)
Column Temp.	: 150 $^{\circ}$ C
Detector	: 水素炎イオン化検出器 (FID)
Detector Temp.	: 200 $^{\circ}$ C
Detector Gas	: H ₂ 32.0 mL/min, Air 200 mL/min (Make Up ガスは不要)

*1 キャリアガス流量は、内部標準物質の溶出時間が 10 分になるように調整します。カラムの充填状況によりキャリアガス流量設定値は異なります。

■ クロマトグラムと定量結果

試料溶液のクロマトグラムを図2に示しました。

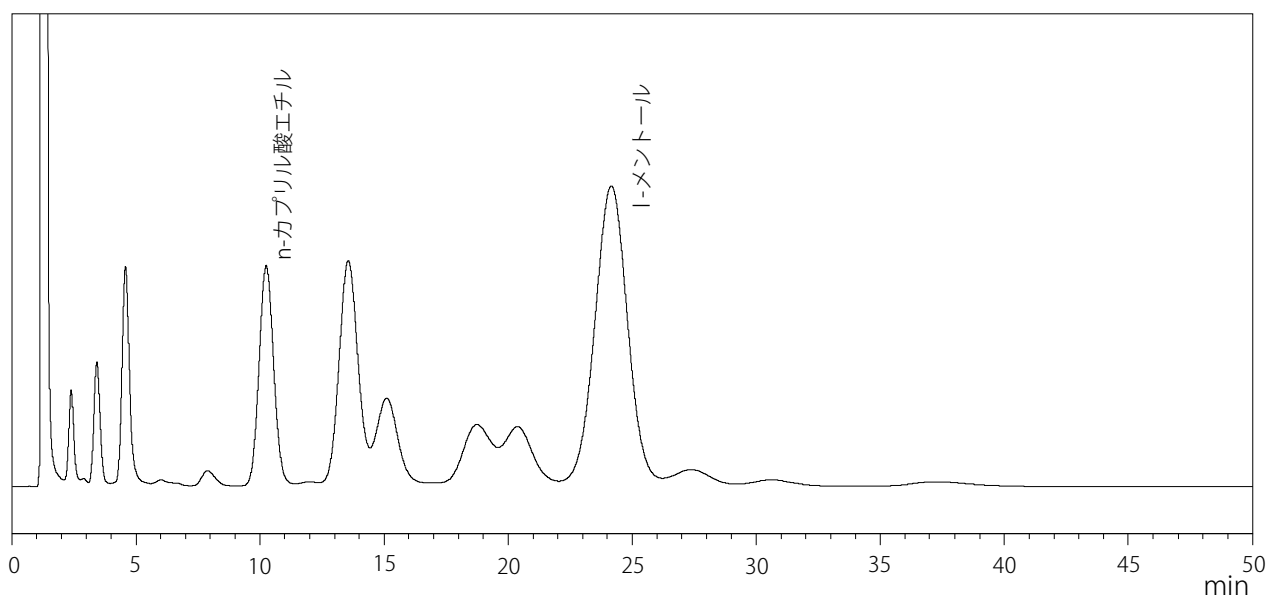


図2 試料溶液のクロマトグラム

■ l-メントールの定量結果

試料溶液測定結果とl-メントールの定量結果を表2に示しました。

表2 l-メントールの定量結果

試料溶液	IS面積	メントール面積	定量値 (mg)
n=1	185,015,464	542,461,986	166.961
n=2	188,204,772	552,155,381	167.065
n=3	188,572,117	553,166,607	167.045
n=4	187,792,875	550,934,516	167.061
n=5	188,802,576	553,789,578	167.029
平均値	187,677,561	550,501,614	167.032
%RSD	0.819	0.840	0.025

■ まとめ

Nexis GC-2030のパックドカラム用に改造したFIDにガラスパックドカラムを接続して、FIDのシングルラインでハッカ油の分析を行いました。

試料溶液の測定再現性は良好で、定量値のバラツキも抑えられた良好な結果が得られました。

Nexis GC-2030 オプション情報

Nexis GC-2030には、便利に使える多くのオプションが揃っています。

<IQ/OQ ドキュメント>

Nexis GC-2030のIQ/OQバリデーション文書はE形式に対応しています。

IQ/OQバリデーション文書（E形式）は、OQの各検査項目の手順、設定値、管理基準値、結果を一冊にまとめて管理する様式で、IQ/OQの実施項目の計画・確認を行う文書EQP（装置適格性評価計画：Equipment Qualification Plan）もご提供いたします。また、IQの点検結果報告書とOQの点検結果報告書に加えて、IQ/OQ点検結果のサマリーレポート（EQR）をご提供できるようになりました。このサマリーレポートの利用により、お客様による手順と結果の照合作業、および規制当局からの企業監査への対応がよりスムーズに行えます。また、E形式のバリデーション報告書はPDFファイル形式での提供が可能です。

Nexisは、株式会社島津製作所の日本およびその他の国における商標です。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2020年4月

島津コールセンター ☎0120-131691
(075) 813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。