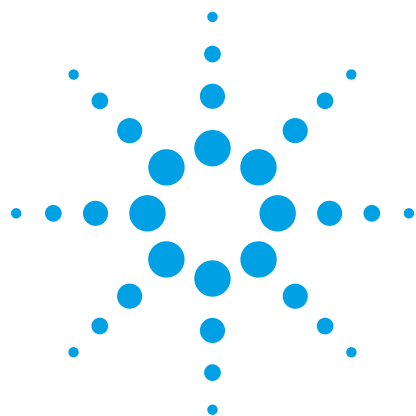




Agilent 7696A サンプル前処理 ワークベンチを用いた EPA メソッド 8270 の分析品質保証 (AQA) 基準の作成

アプリケーションノート

環境

著者

Darren DeBoo
GEOAnalytical, Inc.
Twinsburg, Ohio
USA

Peter Mrozinski
Agilent Technologies
Wilmington, Delaware
USA

概要

Agilent 7696A サンプル前処理ワークベンチを用いてキャリブレーション用標準の前処理を行うことで、EPA メソッド 8270 に対してラボが設定した分析品質保証基準を十分に満たす相対レスポンスファクターの再現性と回収率が得られます。

はじめに

分析品質保証 (AQA) は、民営組織、政府機関、学術機関を問わず、あらゆるラボが適切に業務を実施するために欠かせない要素です。特に環境保護庁 (EPA) の規制対象となる分析においてデータの信頼性は重要で、それは幅広い分析実施手順を厳密に守るかどうかによって決まります。もっとも一般的な手順の例は、検量線の使用と、添加サンプルの回収率の測定です。

検量線は、一連の化合物の標準を調製して作成されます。その濃度範囲は、未知サンプル中の分析対象成分の予想濃度に近い濃度とします。最も適合性の高い直線に対する各キャリブレーションポイントの逸脱の度合いをもとに、キャリブレーションの精度を評価します。この精度は、使用する標準の原材料の品質や、キャリブレーション用標準の前処理の精度と再現性に直接的に左右されます。標準を添加したサンプルからの分析対象成分の回収率も、分析の効率と精度を評価する指標です。こちらも、使用するキャリブレーション用標準の品質に左右されます。

キャリブレーション用標準は、手作業で前処理されるのがもっとも一般的です。この前処理には、面倒で時間のかかるピペッティング手順が含まれますが、こうした手作業の手順の精度は、オペレーターのスキルや人的ミスの可能性による影響を受けます。また、オペレーターが有毒化学物質にさらされるおそれもあります。自動分注システムを使えば、人的ミスをプロセスから排し、キャリブレーション用標準前処理の正確性と精度を確保することができます。



Agilent Technologies

このアプリケーションノートでは、Agilent 7696A サンプル前処理ワークベンチを使うことで、検量線精度および回収率レベルに関する AQA 要件を満たす自動前処理が可能になることを実証します。実証試験のモデルとして、半揮発性有機化合物 (SVOC) の検出に関する EPA メソッド 8270 を使用しました。このメソッドでは、ガスクロマトグラフィー/質量分析 (GC/MS) を用いて固体、液体、気体サンプルを分析し、EPA の規制対象である 90 の SVOC の有無を調べます。

自動前処理メソッドを用いることで、13 のキャリブレーション確認化合物 (CCC) の検量線平均相対レスポンスファクター (RRF) の相対標準偏差に関して、当ラボの AQA 要件を満たす標準が得られました。同様に 13 の化合物の回収率についても、許容限度内でした。また、システム性能化合物 (SPCC) および CCC 以外の化合物に関して、このメソッドで規定されている他のすべての要件を満たしました。

実験方法

標準および試薬

農薬グレード以上の塩化メチレンを用いて、キャリブレーション用標準を作成しました。SVOC 標準は Sigma-Aldrich および Restek から入手しました。濃度は 1,000 µg/mL です。重水素化内標準およびサロゲート標準も Restek から入手しました。

装置

キャリブレーション用標準の前処理には Agilent 7696A サンプル前処理ワークベンチを使用しました。表 1 に示す設定を用いました。分析には GC/MS を使用しました。

表 1. Agilent 7696A サンプル前処理ワークベンチの設定

フロントシリンジ	500 µL
バックシリンジ	100 µL
ヒーターセットポイント	周囲温度
ヒーターオフセット	0 °C
ポンプ数	2
洗浄量	400 µL
吸引スピード	800 (µL/min)
分注スピード	2,500 (µL/min)
吸引ニードル深さオフセット	0 mm
粘度ディレイ	4 秒
オーバーフィル	シリンジサイズの 5 %
エアギャップ	シリンジサイズの 0 %
サンプル処理スキーム	連続

サンプル前処理ワークベンチを用いた

キャリブレーション用標準の前処理

ワークベンチを用いてキャリブレーション用標準の前処理を連続的に行いました。まず、さまざまな量の塩化メチレンをバイアルに分注したのち、さまざまな量の SVOC 標準作業用溶液を同じバイアルに加え、各バイアルの総体積をすべて 1 mL としました。8 つのキャリブレーション用標準の濃度は、0.5~80 µg/mL の範囲としました。各分注手順の間に、シリンジを塩化メチレン 400 µL で洗浄しました。

結果

検量線

SVOC キャリブレーション用標準の GC/MS 分析で得られた各ピークの面積を積分すれば、ピーク面積と濃度を関連付けることができます (図 1)。検量線の各濃度でレスポンスファクターを計算するには、ピーク面積をキャリブレーション用標準の濃度で除算します。その後、キャリブレーション用標準のレスポンスファクターを内標準のレスポンスファクターで除算し、RRF を算出します。

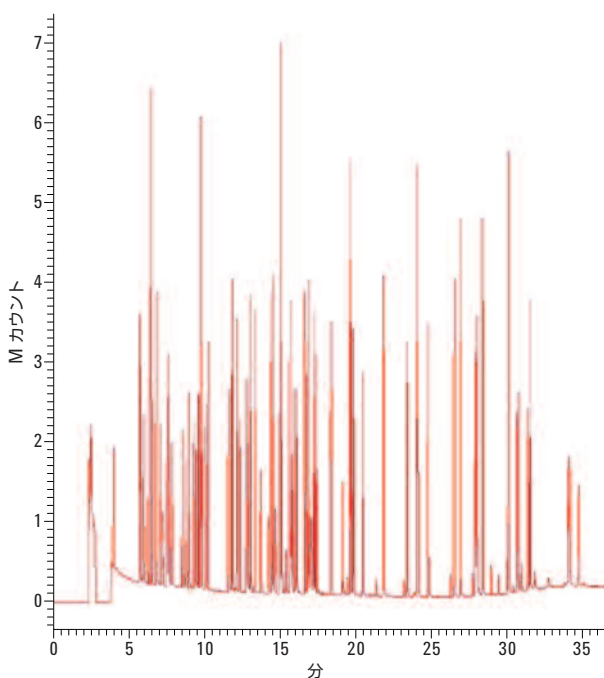


図 1. EPA メソッド 8270 GC/MS 分析で得られた代表的なトータルイオン電流 (TIC) クロマトグラム。キャリブレーション用標準混合液を 10 µg/mL で添加

検量線作成に用いたキャリブレーション用標準のすべての濃度の RRF から平均 RRF を計算します。また、各濃度において求めた RRF の相対標準偏差 (RSD) を算出します。当ラボの AQA 基準では、13 の CCC について RSD を計算することが求められています。RSD は 30 % 未満でなければなりません。表 2 からは、ワークベンチを用いて前処理した CCC の RRF が、すべてこの品質基準を満たしていることがわかります。実際に、13 の CCC のうち、8 つについては RSD が 10 % 以下でした。

回収率

ワークベンチを用いて作成した検量線から、添加キャリブレーション用標準の回収率を測定しました。ラボの AQA 基準では、すべての回収率が 80~120 % に収まることが求められています。表 3 から、すべての回収率がこの基準を満たしていることがわかります。測定した 13 の化合物のうち、7 つで回収率が 95~100 % の範囲内でした。この高い回収率は、ワークベンチ自動システムで前処理した標準から得られた検量線を用いた定量の優れた精度を実証しています。

表 3. 添加キャリブレーション用標準の回収率

キャリブレーション確認化合物	回収率 (%)
フェノール	114.21
1,4-ジクロロベンゼン	97.28
2-ニトロフェノール	99.69
1,2,4-ジクロロフェノール	108.1
ヘキサクロロブタジエン	98.53
4-クロロ-3-メチルフェノール	96.33
2,4,6-トリクロロフェノール	95.71
アセナフチレン	92.92
N-ニトロソジフェニルアミン	97.70
ペンタクロロフェノール	115.06
フルオランテン	89.91
Di- <i>n</i> -フタル酸オクチル	108.55
ベンゾ[a]ピレン	99.05

表 2. 検量線全体の相対レスポンスファクター (RRF)、平均 RRF、% RSD

キャリブレーション確認化合物	検量線の各濃度 (µg/mL) の RRF								平均 RRF	%RSD
	0.5	1.0	2.0	5.0	10	20	50	80		
フェノール	1.581	1.502	1.597	1.722	1.413	1.342	1.053	1.082	1.412	17.1
1,4-ジクロロベンゼン	1.600	1.618	1.848	1.725	1.710	2.074	1.722	2.030	1.791	10.0
2-ニトロフェノール	0.119	0.113	0.106	0.114	0.116	0.111	0.126	0.109	0.114	5.3
2,4-ジクロロフェノール	0.330	0.306	0.332	0.330	0.338	0.293	0.299	0.280	0.314	6.8
ヘキサクロロブタジエン	0.227	0.230	0.241	0.265	0.283	0.261	0.283	0.312	0.263	11.2
4-クロロ-3-メチルフェノール	0.417	0.416	0.420	0.422	0.442	0.379	0.438	0.464	0.425	5.8
2,4,6-トリクロロフェノール	0.529	0.495	0.476	0.460	0.477	0.451	0.410	0.403	0.463	9.1
アセナフチレン	2.195	2.137	1.960	2.012	2.062	1.914	1.962	2.389	2.079	7.6
N-ニトロソジフェニルアミン	0.868	0.795	0.721	0.673	0.650	0.646	0.658	0.678	0.711	11.3
ペンタクロロフェノール	0.157	0.140	0.129	0.136	0.128	0.118	0.094	0.088	0.124	18.8
フルオランテン	1.006	0.961	0.948	0.920	0.956	0.990	0.972	1.147	0.988	7.1
Di- <i>n</i> -フタル酸オクチル	2.038	2.557	2.825	3.159	3.281	3.471	4.018	—	3.050	21.2
ベンゾ[a]ピレン	1.092	1.080	1.069	0.984	0.951	0.914	0.987	1.060	1.017	6.6

結論

正確かつ精度の高いキャリブレーション用標準の前処理は、あらゆる分析ラボで必ず必要な要素です。特に、環境関連ラボの EPA メソッドでは重要です。メソッド 8270 は、化学的に多様な多成分の化合物を分析するため、困難なメソッドとなっています。Agilent サンプル前処理ワークベンチを使うことで、分析ラボに求められる精度と確度を確保し、報告可能な EPA メソッド 8270 の分析結果を得ることができます。手作業でのキャリブレーション用標準前処理に伴う面倒な作業や長い作業時間、人的ミスを排除できます。

www.agilent.com/chem/jp

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書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。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2012

Printed in Japan

August 17, 2012

5991-0973JAJP



Agilent Technologies