

# バイオディーゼル中のグリセロールと グリセリド類の GC-FID 分析 ～温度可変スプリット/スプリットレスおよび クールオンカラム注入口の比較～\*

## アプリケーションノート

### 著者

Matthew Giardina and James D. McCurry  
Agilent Technologies, Inc.  
2850 Centerville Rd  
Wilmington, DE 19808

### 概要

欧州規格の EN 14105:2011-07 は、バイオディーゼル中の遊離グリセロールと、モノ、ジ、トリアシルグリセリド残留不純物をガスクロマトグラフィー (GC) で定量するための分析メソッドです<sup>1</sup>。このメソッドでは「オンカラムインジェクタまたは等価デバイス」がサンプル導入の手段として指定されています。クールオンカラム (COC) は、最小の質量差別効果により高い定量真度と精度を実現するため、特にトリアシルグリセリドの定量では最適な選択肢と考えられています。しかし、今回のアプリケーションでは、COC の使用にはいくつかの難点があります。前処理したサンプル中の高濃度のバイオディーゼルは、グリセロールなどの早く溶出する化合物の溶媒フォーカシングを妨げ、外部キャリブレーション標準と比べてバンド拡散およびリテンションタイムシフトが生じやすいためです。さらに問題となるのはメタルリテンションギャップ使用時のメソッドの堅牢性です。リテンションギャップへの繰り返し注入により、少ない回数の注入でメソッド管理仕様は損なわれます。代替手段として、温度設定可能なスプリット/スプリットレス (TPSS) 注入口の性能等価性を調査しました。この結果では、TPSS では COC 注入と同等の濃度測定が得られることが示されました。さらに、TPSS は、メソッドの性能管理不全がなく、早く溶出するピークで溶媒フォーカシングが実現するため、COC 注入口よりも堅牢性は大幅に優れています。

次にオリジナルの出典を示します。Journal of Chromatographic Science: Giardina, M., McCurry, J.D. Comparison of Temperature Programmable Split/Splitless and Cool On-Column Inlets for the Determination of Glycerol and Glycerides in Biodiesel by Gas Chromatography with Flame Ionization Detection. *J. Chromatogr. Sci.*, (2016), 54(5): 683-688. (<http://chromsci.oxfordjournals.org/content/early/2016/02/26/chromsci.bmw015.abstract>)



**Agilent Technologies**

## はじめに

バイオディーゼルは、さまざまな植物および動物性の再生可能な脂質を原料とする燃料です。主に脂肪酸のモノアルキルエステル類で構成されていますが、これはトリアシルグリセリドのエステル交換反応によって生成されます。この反応は、2段階のプロセスから成る酸触媒前処理を使用して、遊離脂肪酸をアルキルエステルに変換した後、メタノールと塩基触媒でエステル化し、脂肪酸メチルエステル (FAME) の形態のモノアルキルエステル類を生成し、主な反応副生成物として遊離グリセロールを生成します<sup>2</sup>。グリセロールや残留メタノールは腐食やエンジン堆積物の原因となって燃料品質を大幅に低下させるため、これらの不純物を除去する精製が重要です。この他の不純物として、反応しないまたは部分的に反応する少量のアシルグリセリド類もあり、これらは低温で運転性能の低下を招くため、燃料品質に影響を与えます<sup>3</sup>。

欧州規格 EN 14105:2011-07 は、EN 14213 と EN 14214 品質基準を遵守して、遊離グリセロールと、残留モノ、ジ、トリアシルグリセリドを定量するための分析メソッドです<sup>3</sup>。このメソッドでは、GC と水素炎イオン化検出器 (FID) の使用が指定されています。遊離ヒドロキシル (つまり、グリセロール、モノグリセリド、ジグリセリド) を含む溶質はトリメチシル (TMS) 類似体に誘導体化され、揮発性が増大し、極性が低下して、クロマトグラフィーの安定性が向上します。シリル化を伴う場合でも、分離は広い揮発性レンジの分析対象

物を包含します。トリグリセリド類を約 30 分以内に溶出させるために、このメソッドでは最高 400 °C に温度設定できる高温カラム機能の使用が指定されています。実用においては、金属製または高温ポリイミド被覆のフューズドシリカカラムの使用が必要になります。このメソッドは、最小の質量差別効果と最適な定量真度を実現するために、特に高沸点物の場合は、クールオンカラム (COC) または同等のものを使用するように推奨しています。COC 注入口はこの分析に最適ですが、非揮発性混入物質の蓄積を原因とするカラムの汚れの影響を受けやすい性質や、リテンションギャップやカラムの活性などを原因とするサンプル劣化の可能性など、固有の制限があります<sup>4</sup>。マルチモード注入口 (MMI) などの温度プログラム可能なスプリット/スプリットレス (TPSS) 注入口は、さらに用途が広く、さまざまなサンプル導入モードで使用できます。コールドスプリットレスモードでは、TPSS 注入口はホットスプリット/スプリットレス注入よりも、質量差別効果および熱分解の影響を受けにくく<sup>5, 6</sup>、COC と類似した結果を得られます。また、メンテナンスが容易で、汚染の閾値に達した場合に必要なのは、カラムクリッピングではなくライナ交換です<sup>7</sup>。

今回の研究では、バイオディーゼル中の遊離グリセロールとアシルグリセリドの分析において、COC と同等の手法として MMI の使用を調査しました。COC 注入口によるデータと MMI によるデータの 2 種類のデータセットを、同じ高温メタルカラムを使用して採集しました。注

入口の性能は、EN 14105:2011-07 のガイドラインに記載された B100 バイオディーゼル標準参照物質の定性分析と定量分析に基づいて比較しました。

## 実験方法

### 装置構成

すべての分析で、FID 付き Agilent 7890 シリーズ GC を用いました。Agilent MMI 注入口と COC 注入口はそれぞれ前面と背面に設置しました。COC および MMI データの比較において結果に違いが出ないように、同じアジレント製の長さ 15 m、直径 0.32 mm、膜厚 0.10 μm の Select Biodiesel UltiMetal カラムを使用して、各サンプルセットを分析しました。COC の分析では、オートサンプルラでの変更なしにオンカラム注入が可能になるよう、長さ 2 m、直径 0.53 mm の UltiMetal リテンションギャップが取り付けられました。リテンションギャップは、Agilent キャピラリー・フロー・テクノロジー Ultimate ユニオンを使用して分析カラムに接続しました。MMI の分析では、リテンションギャップを取り付けることなく、カラムを直接注入口に接続しました。COC 分析と MMI 分析の両方で、同じ 5 μL シリンジニードルを使用してサンプル導入を行いました (機器の消耗品の詳細は、表 1 を参照してください)。

表 1. 機器の消耗品

項目	消耗品
カラム	Select Biodiesel for Glycerides, 15 m × 0.32 mm, 0.10 μm
COC	UltiMetal チューブ, 2 m × 0.53 mm UltiMetal カラム用 COC 注入口 Ultimate Union キット セプタム, BT0, 5 mm
MMI	ディンプルライナ, 内径 2 mm, 200 μL セプタム, BT0, 11 mm
シリンジ	5 μL, 23 ~ 26s テーパードニードル
ツール	UltiMetal チューブカッター UltiMetal チューブ用エンドストレートナ リーマ

## 試薬

標準および複製サンプルは、表 2 の試薬を用い、EN 14105:2011-07 の手順に従って調整しました。NIST (メリーランド州ゲイザースバーグ) から入手した大豆由来の B100 標準参照物質 (SRM 2772) をバイオディーゼルサンプルとして選択しました。COC および MMI 注入口の評価では、同じ標準とサンプルを使用して、サンプル前処理のばらつきが原因で生じる可能性のある偏りを取り除きました。

## 機器と分析メソッド

表 3 に、機器の条件を示します。注入口条件以外のすべての設定を同一にして、COC および MMI 注入口でデータを収集しました。COC では、カラムとリテンションギャップをコンポジットカラムとして、オープン温度ゾーンで加熱されたリテンションギャップとカラムの両方をメソッド設定で構成しました。

## 結果と考察

### クロマトグラフィーの比較

図 1 では、B100 SRM 分析における、COC 注入口および MMI 注入口を用いた場合のクロマトグラムを比較しています。*n*-ヘプタンの溶媒ピーク、FAME 溶出範囲、グリセロール、1,2,4-ブタントリオール、モノ C19 内部標準 (IS)、ジ C38 IS、トリ C57 IS のクロマトグラムを示しています。FAME の前に溶出した分析対象物を除くと、クロマトグラムのリテンションとレスポンスは極めて類似しています。図 2 に、COC 注入口の場合の FAME 領域前に溶出するターゲットピーク、グリセロール、内部標準 (1,2,4-ブタントリオール) の部分のクロマトグラムを拡大して示しています。図 2 の重ね表示は、純粋 *n*-ヘプタン中のターゲットおよび内部標準を含む標準を注入した場合と大量の FAME に加えた *n*-ヘプタンを含む B100 を注入した場合の、リテンションとピーク形状の違いを示しています。比較のために、MMI を使用した場合の純粋 *n*-ヘプタンと B100 中のターゲットおよび分析対象物のピークの重ね表示を図 3 に示します。

表 2. 試薬

試薬	キット
シリル化試薬、N-メチル-N-トリメチルシリルトリフルオロアセトアミド (MSTFA)	バイオディーゼル MSTFA キット
4-レベルのグリセロール標準とピリジン中の 1,2,4-ブタントリオール内部標準	グリセロールキャリブレーション標準キット
THF 溶液中の、Glycerol mononadecanoic (Mono C19)、1,3-glycerol dinonadecanoic (Di C38)、glycerol trinonadecanoate (Tri C57)	標準グリセリド、原液、THF 溶液
ピリジン溶液の、モノパルミチン、モノステアリン、モノオレイン	バイオディーゼルモノグリセリドキット
B100 バイオディーゼル (大豆ベース)	標準参照物質 (NIST、2772)

表 3. 機器と分析メソッド

項目	パラメータの設定値
キャリアガス	ヘリウム、5.6 mL/min の定流量
オープン	50 °C で 1 分維持 15 °C/min で 180 °C まで上昇、0 分維持 7 °C/min で 230 °C まで上昇、0 分維持 10 °C/min で 370 °C まで上昇、4 分維持
MMI	モード: スプリットレス 温度プログラム: 88 °C で 0.1 分維持 250 °C/min で 370 °C まで スプリットベントへのパーセント流量: 2.5 分で 9.6 mL/min セプタムパーセント流量: 3 mL/min
COC	モード: トラックオープン セプタムパーセント流量: 1 mL/min
注入量	1 µL
FID	ヒーター: 380 °C H <sub>2</sub> 流量: 30 mL/min 空気流量: 400 mL/min メイクアップ流量: 25 mL/min

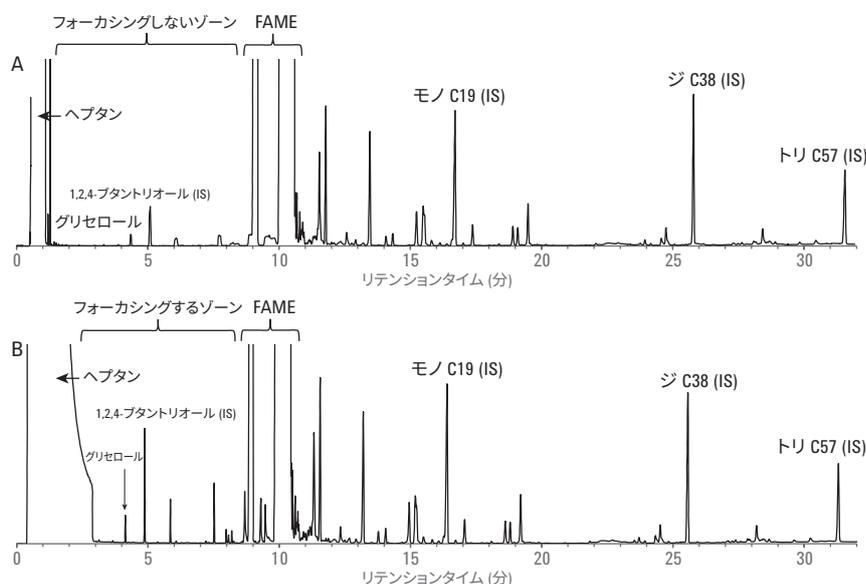


図 1. COC (A) と MMI (B) を使用した B100 SRM の分析でのクロマトグラムの比較

## 定量的比較

図4は、COCとMMIを用いて得られたグリセロールの検量線の重ね表示です。EN 14105で指定されているように、各検量線は*n*-ヘプタン中の1,2,4-ブタントリオールについてグリセロールの相対レスポンスと相対濃度を使用して作成しました。この検量線を使用して、バイオディーゼルサンプル中の遊離グリセロールを定量できます。表4は、回帰パラメータを示しています。残留するモノ、ジ、トリグリセリドの定量は、バイオディーゼルサンプルに添加したシングルレベルの標準の相対レスポンスをベースとします。グリセロールの総量は、モノ、ジ、トリグリセリドの濃度の加重和を基に求めることができます。表5では、COCとMMIを使用した場合のB100 SRMの定量結果を比較しています。

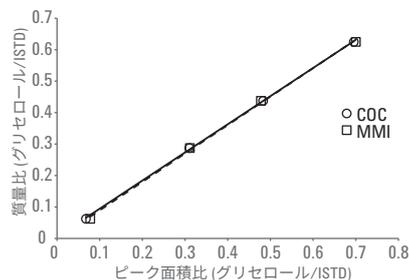


図4. COC注入口(実線)とMMI(破線)を使用した場合のTMS誘導体化されたグリセロールの検量線

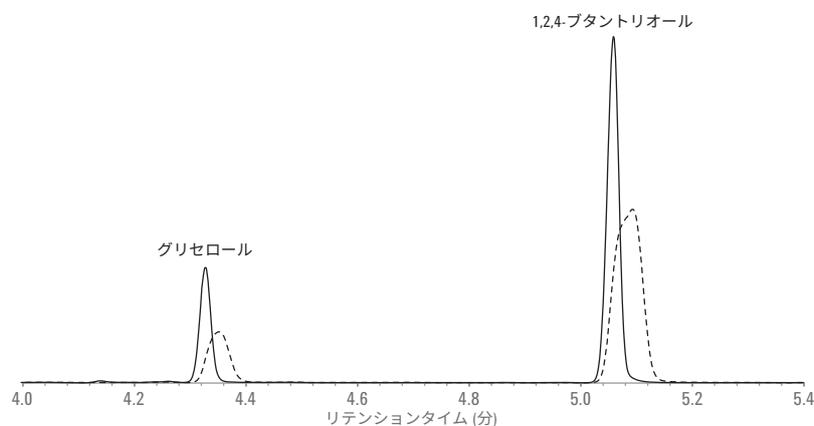


図2. COC注入口を使用する場合の純粋ヘプタン中(実線)およびB100バイオディーゼル中(破線)の誘導体化されたグリセロールと1,2,4-ブタントリオールの比較

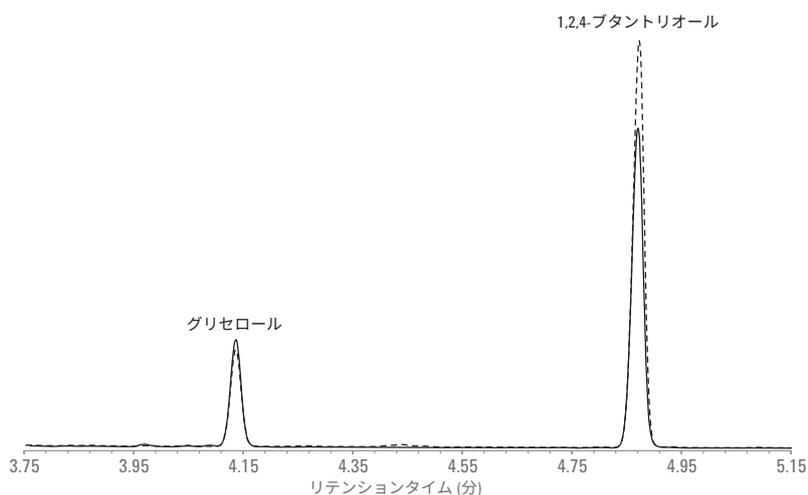


図3. MMIを使用する場合の純粋ヘプタン中(実線)およびB100バイオディーゼルの誘導体化されたグリセロールと1,2,4-ブタントリオールの比較

表4. グリセロールキャリブレーションパラメータ

注入口	傾き (± 95 % C.I.)	切片 (± 95 % C.I.)	回帰の 標準誤差	相関係数
COC	0.89 + 0.04	0.01 ± 0.02	0.0045	0.99988
MMI	0.90 + 0.09	0.00 + 0.04	0.0097	0.99944

表5. COCとMMIについてのB100 SRM中のグリセロールとグリセリドの分析結果の比較

分析対象物の グループ	COC (wt%) ±95 % C.I.	MMI (wt%) ±95 % C.I.	差	EN 14105 の 反復リミット
グリセロール	0.015 + 0.006	0.015 + 0.006	0.000	0.003
モノグリセリド	0.24 + 0.08	0.24 + 0.08	0.00	0.03
ジグリセリド	0.10 + 0.03	0.11 + 0.03	0.00*	0.01
トリグリセリド	0.05 + 0.05	0.05 + 0.05	0.00	0.01
総グリセロール	0.096 + 0.020	0.097 + 0.020	0.001	0.007

\* 丸める前で引き算

### 堅牢性の比較

トリグリセリドが適切に検出されるよう、EN 14105 では各分析についてカラム性能の管理測定が必要とされています。このメソッドでは、ジグリセリド (ジ C38) に対するトリグリセリド内部標準 (トリ C57) の最大相対レスポンス係数 (RRF) を 1.8 に設定しています。RRF が 1.8 より大きい場合、その機器は分析に適しません。B100 SRM を用いて準備したサンプルを複数回注入し、各注入における COC 注入口と MMI 注入口の両方の RRF を図 5 に示します。COC 注入口の場合、RRF は注入回数に応じて増大し、8 回目の注入で閾値に到達しました。システム性能は、9 回目の注入でリテンションギャップを 5 cm 取り除くことによって回復しました。一方、MMI 注入口の場合は、より安定した RRF を示し、16 回の注入回数を通して閾値に到していません。実際に、図 6 は MMI での 50 回注入の経過を示していますが、RRF 変動はほとんどなく、複数回の注入経過を通してシステムの安定度が高いことが分かります。

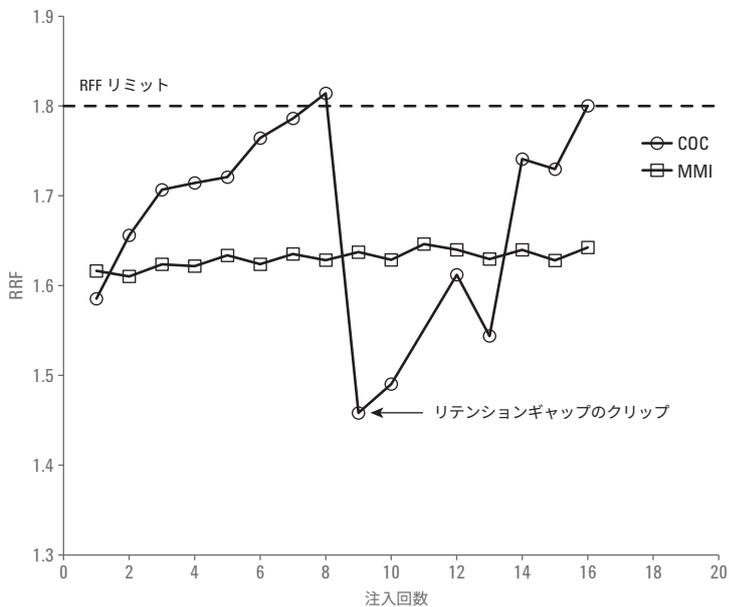


図 5. COC と MMI での注入回数に対する RRF

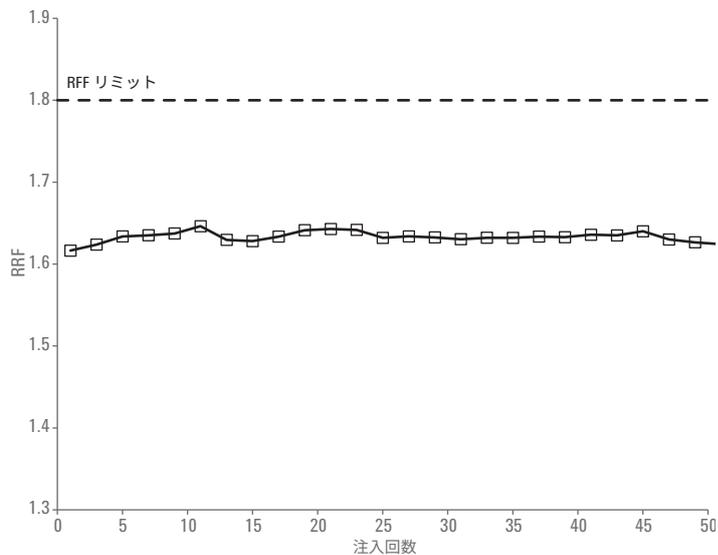


図 6. MMI での注入回数に対する RRF

## TPSS 注入口の最適化

アジレントのラボでの経験を基に内径 2 mm ディンプルライナを選択しました。このライナは一般的に、サンプルマトリックスに少量の非揮発性混入物が含まれる、コールドスプリットレス注入用に適しています。オフセットディンプルは、ニードルチップからカラムまでの直接的な経路を防止し、非揮発性物質を捕獲できるように大きな表面を提供します。

表 3 の温度プログラムの設定は、原則に基づくもので、実験で最適化したものではありませんでした。注入口温度は、サンプルを濃縮液体として導入できるように、ヘプタン溶媒の沸点よりも 10 °C 低い 88 °C に設定しました。開始温度の持続時間を 0.1 分に選択して、注入口を加熱する前にサンプルをライナに確実に供給しシリンジを引き抜きます。オープン温度がヘプタンの沸点に到達する前に、注入口を加熱し最終カラム温度の 370 °C になるように注入口の昇温速度を選択して、溶媒を再濃縮させました。

注入口の最適なパーズ時間は実験で求めました。1、1.2、2、2.5 分の 4 つのパーズ時間について評価しました。ヘプタン溶媒ピークと最初に溶出するグリセロールピークとの間のベースライン分離を維持しつつ、ジ C38 対トリ C57 の相対レスポンス係数によって求められるディスクリミネーションが最少となったため、パーズ時間は 2.5 分としました。

## クロマトグラフィーの比較

早く溶出する化合物では、図 1 ~ 3 で例示した MMI と COC 注入口を使用した場合のバイオディーゼルサンプル分離におけるクロマトグラフィー性能の違いは、サンプル導入のメカニズムと大いに関係します。COC 注入口とリテンションギャップを使用した場合の早期溶出物の溶質フォーカシングの主なメカニズムは、溶媒のフォーカシング (つまり、低リテンションエリアから高リテンションエリアへの溶質移動) がベースです。最適な溶媒フォーカシングでは、サンプル導入直後かつ温度プログラミング前に濃縮溶媒がリテンションギャップの壁を均

質にコーティングし、基本的に疑似固定相となるものを形成する必要があります。濃縮相中の分配係数が高く揮発性がやや低いサンプルの成分が、温度プログラミング中に分析カラムのヘッドにリフォーカシングされます。カラム温度の上昇時、溶媒は徐々に気化し、低揮発性溶質を伴って移動します。これにより、溶質を狭いバンドに集中できます<sup>6,7,8</sup>。バイオディーゼルの場合は、高濃度の FAME と *n*-ヘプタンが二成分系溶媒の混合物を形成し、リテンションギャップの壁をコーティングします。早く溶出する物質は、一部は *n*-ヘプタンによって、一部は FAME によって溶媒和されます。この場合は、カラムを過熱すると、早く溶出する溶媒のバンドは揮発性の小さい FAME によって保持されます。これにより、FAME ピークの前に溶出するピークについて溶質バンド拡散が生じます。この仮説は、COC 注入におけるバイオディーゼル混合物中のグリセロールおよび 1,2,4-ブタントリオールとキャリブレーション標準を比較することで裏付けられます (図 2)。キャリブレーション標準を *n*-ヘプタンで希釈して、グリセロールと 1,2,4-ブタントリオールの両方のフォーカシングに最適な溶媒を提供し、FAME が存在する B100 バイオディーゼル中の同じ成分と比較してシャープなクロマトグラフィーピークを生成します。

COC で観察された溶媒フォーカシング中の乱れは、MMI ではサンプル導入のメカニズムが異なるために観察されませんでした。MMI の場合、サンプルは低温の注入口ライナに導入された後、高速に注入口を昇温し、揮発性に基づくカラムへのサンプル導入において、軽微ではあるものの重要な差別化を実現します。沸点がより高い FAME は長い時間注入口ライナに留まり、*n*-ヘプタン、グリセロール、1,2,4-ブタントリオールなどの早く溶出する物質は狭いバンドでカラムに移動します。この効果は、早期溶出物のフォーカシングを保持するのに十分です。MMI を使用したバイオディーゼル混合物とキャリブレーション標準中のグリセロールと 1,2,4-ブタントリオールのピーク形状を比較した図 3 に、その効果が示されています。

## 定量的比較

EN 14105 では、レスポンスカーブを用いてバイオディーゼルサンプル中の遊離グリセロールを定量するように規定されています。このレスポンスカーブは、4 つの濃度レベルについて、内部標準に対するグリセロールの濃度比と、内部標準に対するグリセロールのピーク面積比をプロットすることによって作成します。通常の線形最小二乗法回帰モデルを使用し傾きと切片のパラメータを決定して、データをフィッティングします。メソッドに従って、相関係数 (R) が 0.9 以上の場合は、カーブの直線性が確立されます。図 4 に COC および MMI 注入口の両方の検量線を示し、表 4 にフィッティングモデルのパラメータとして傾き、切片、相関係数を示します。メソッドでは指定されていませんが、表 4 には各データセットについて、計算で求めた傾きおよび切片の信頼区間および標準回帰誤差も記載しています。図 4 の各データセットのレスポンスカーブを観察すると、実質的に区別することはできず、表 4 のモデルパラメータの信頼区間はかなりの部分が重なります。この 2 つのデータセットの直線性は、最小要件の相関係数 0.9 を超えて確立されました。しかし、モデルパラメータの信頼区間および標準回帰誤差によって求めた精度は、COC 注入口が MMI 注入口よりも高い精度であることを示しています。COC 注入口のサンプル導入のメカニズムが最高の真度と精度の注入技術とされていることを考えると、これは驚くことではありません<sup>4</sup>。

EN 14105 では、グリセロールに加え、モノ、ジ、トリグリセリドおよび総グリセロール濃度が規定されています。レスポンスカーブとは対照的に、各グリセリドタイプの内部標準のシングル RRF を基に算出します。総グリセロールは、下  
述した方程式 1 で得られる、構成物質である遊離グリセロール (*G*)、モノ (*M*)、ジ (*D*)、トリグリセリド (*T*) の加重和から導出されるパーセント濃度として報告されます。

$$GT = G + 0.255M + 0.146D + 0.103T$$

方程式 1

メソッドには、EN ISO 425911 に記載されている統計学的メソッドに準拠した 95 % 信頼度リミットでの測定精度の評価も含まれています。次の 2 種類の精度指標が割り当てられています。

- **反復性の指標:** 同一のオペレータ、同一のラボ、同一の分析機器による測定
- **再現性の指標:** 複数のオペレータ、複数のラボ、複数の分析機器による測定

両方の精度指標について、精度リミットは、反復性および再現性の分散が測定されている 16 のラボ研究の結果を基に予想精度を計算して求めます。算出した反復性リミットと再現性リミットは 2 つの測定の結果の違いと比較されます。系統誤差を除くと、結果の違いは精度リミットよりも小さくなることが予想されます。COC と MMI の結果の比較には、反復指標を選択しました。これは、より正確な比較が可能になり、より高い精度の閾値が求められるためです。表 5 は、測定結果と関連する 95 % の信頼度での不確実性を示しています。不確実性は、EN ISO 4259 のセクション 7.2.3 で指定されたメソッドを使用して計算しました<sup>9</sup>。興味深いことに、信頼区間は反復精度区間よりも広くなります。EN ISO 4259 で規定された信頼区間の計算は反復性と再現性の両方を包含しており、再現性が支配的であるためです。分析対象物の各グループで、COC と MMI の結果の違いは精度リミットよりも小さく、注入口性能にほとんど違いがないことが示されます。分析データを見る限り、今回の研究では MMI で得た結果と COC で得た結果は区別がつかないと考えられます。

## 堅牢性の比較

図 5 に示すように、ジグリセリド (ジ C38) に対するトリグリセリド内部標準 (トリ C57) の RRF に基づく COC のカラム性能の管理指標は、8 回目の注入でリミットの 1.8 を超えています。リテンションギャップをクリップすることによって 9 回目の注入で性能が回復しています。メタルリテンションギャップへの挿入中にシリンジニードルによる擦過によって表面の不活性が除去されたものと仮定しました。この仮定は、性能を回復するためにギャップへのニードル挿入の深さ (約 5 cm) とほぼ等しい長さのリテンションギャップのわずかな部分のみを取り除く必要があったという事実によって裏付けられました。リテンションギャップを注意してまっすぐに行っている場合でも、この影響をなくすることは困難です。MMI ではこの影響は観察されず (図 6)、カラム性能の低下の原因がマトリックスの付着物ではなく COC によるサンプル導入の物理的メカニズムであるとする仮説が裏付けられました。

## 結論

EN 14105 では、バイオディーゼル中のグリセロールおよびグリセリドを分析するためのサンプル導入の手段として、COC 注入口または同等のデバイスの使用が規定されています。このアプリケーションノートでは、MMI と COC の比較により MMI でも同等の閾値が得られるという説得力のある証拠が得られました。さらに、MMI は早期溶出化合物についてより良好な分離能を実現し、COC よりも堅牢性が高いことを示しています。

## 参考文献

1. Fat and Oil Derivatives – Fatty Acid Methyl Esters (FAME) -Determination of Free and Total Glycerol and Mono-, Di-, and Triglyceride Contents; DIN EN 14105:2011-07; European Committee for Standardization/Technical Committee 307; Brussels, **2011**.
2. Van Gerpen, J. H.; He, B. B. Biodiesel and Renewable Diesel Production Methods. In *Advances in Biorefineries: Biomass and Waste Supply Chain Exploitation*; Waldron, K., Ed.; Woodhead Publishing Series in Energy 53; Woodhead Publishing, Sawston, Cambridge, (2014), pp 441-475.
3. Carrero, A.; Pérez, Á. Advances in biodiesel quality control, characterization and standard development. In *Advances in Biodiesel Production: Process and Technologies*; Luque, R., Melero, A., Eds.; Woodhead Publishing Series in Energy 39; Woodhead Publishing, Sawston, Cambridge, (2012), pp 91-130.
4. Klee, M. Cool On-Column Inlets. In *GC Inlets: An Introduction*, 2nd Edition, Chapter 8. Agilent Technologies: Wilmington, (**2005**), pp 87-98.
5. Hinshaw, Jr, J. V.; Seferovic, W. Programmed-Temperature Split-Splitless Injection of Triglycerides: Comparison to Cold On-Column Injection; *J. High Resolut. Chrom Chrom. Comm.* **1986**, 9, 69-72.
6. Knauss, K.; Fullermann, J.; Turner, M. P. On-Column Injection with Open Tubular Columns. *J. High Resolut. Chrom Chrom Comm.* **1981**, 4, 641-643.
7. Tipler, A. Sample Introduction Methods. In *Gas Chromatography*, Chapter 8. Poole, C.F., Ed.; Elsevier Inc., Kidlington, Oxford, (**2012**); pp 187-219.
8. Grob, K.; Split and Splitless Injection for Quantitative Gas Chromatography: Concepts, Processes, Practical Guidelines, Sources of Error, 4th Edition, Part D, Chapter 7, Wiley-VCH Verlag GmbH, Weinheim, (**2001**); pp 339-379.
9. Petroleum Products – Determination and Application of Precision Data in Relation to Methods of Test; BS EN ISO 4259:2006; International Standards Organization/Technical Committee 28; Brussels, **2006**.

ホームページ

[www.agilent.com/chem/jp](http://www.agilent.com/chem/jp)

カスタムコンタクトセンタ

**0120-477-111**

[email\\_japan@agilent.com](mailto: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おりません。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。

アジレント・テクノロジー株式会社  
© Agilent Technologies, Inc. 2017, 2018  
Printed in Japan, March 5, 2018  
5991-7595JAJP



**Agilent Technologies**