

# USP <467> Methodenparametervergleich für die Agilent 8697 und 7697A Headspace-Probengeber

## **Autor**

Derek W. Wolfe  
Agilent Technologies, Inc.

Der Agilent 8697 Headspace-Probengeber (HSS) weist im Vergleich zur Vorgängergeneration, dem 7697A-Gerät, signifikante Verbesserungen in Bezug auf Zuverlässigkeit, Anwenderfreundlichkeit und Geräteintelligenz auf. Eine neue Firmware- und Softwarearchitektur ermöglicht eine voll integrierte Steuerung und Diagnostik des 8697, wenn er an ein Agilent 8890, 8860 oder ein Intuvo 9000 GC angeschlossen wird. Diese Veränderungen verbessern die Anwendererfahrung, da das Gerät leichter einzurichten, zu bedienen und zu warten ist.

Viele Aspekte des Hardwaredesigns wurden jedoch vom bewährten 7697A HSS übernommen, um eine äquivalente chemische Leistung zu gewährleisten. Das Pneumatik-Design, die Temperaturzonen, das 6-Kanal-Ventil, die Probensonde und die Flusswegdeaktivierung wurden alle vom 7697A übernommen. Dadurch wurde der 8697 verbessert und entspricht dennoch den Leistungsspezifikationen des 7697A.

Da die beiden Geräte ein sehr ähnliches Konzept haben, kann der 8697 HSS mit den gleichen Methodenparametern betrieben werden wie der 7697A. Die Headspace-Parameter für die Restlösemittelmethode gemäß USP <467><sup>1</sup> sind als Beispiel in Tabelle 1 aufgeführt. Diese Parameter werden in den Application Notes für die Headspace-Probengeber 7697A<sup>2,3,4</sup> und 8697<sup>5</sup> verwendet.

**Tabelle 1.** USP <467> HS-Methodenparameter für die Agilent 7697A und 8697 Headspace-Probengeber.

HS-Parameter	GC/HS			
	7890/7697A	9000/7697A	8890/7697A	9000/8697
Probenschleifenvolumen	1 ml	1 ml	1 ml	1 ml
Ofentemperatur	85 °C	85 °C	85 °C	85 °C
Schleifentemperatur	85 °C	85 °C	85 °C	85 °C
Übertragungsleitungs- temperatur	100 °C	100 °C	100 °C	100 °C
Äquilibrationszeit der Probenflaschen	40 min	40 min	40 min	40 min
Injektionsdauer	0,5 min	0,5 min	0,5 min	0,5 min
Probenflaschengröße	10 ml	10 ml	10 ml	20 ml*
Schütteln der Probenflaschen	An, Stufe 2	An, Stufe 2	An, Stufe 2	An, Stufe 2
Probenflaschen-Füllmodus	Druckregelung über Fluss	Druckregelung über Fluss	Druckregelung über Fluss	Druckregelung über Fluss
Füllfluss der Probenflasche	50 ml/min	50 ml/min	50 ml/min	50 ml/min
Probenflaschen-Fülldruck	15 psi	15 psi	15 psi	15 psi
Anstiegsrate der Schleife	20 psi/min	20 psi/min	20 psi/min	20 psi/min
Enddruck der Schleife	0 psi	0 psi	0 psi	4 psi*
Äquilibrationszeit der Schleife	0,05 min	0,05 min	0,05 min	0,05 min

\* In der neuesten Application Note wurden 20-ml-Probenflaschen verwendet, um ein Probenvolumen von 6 ml besser aufnehmen zu können. Der Enddruck der Schleife wurde auf 4 psi erhöht, um den potenziellen Einfluss von Luftdruckschwankungen zu reduzieren. Ein Druck von 0 psi kann jedoch problemlos verwendet werden.

## Literatur

1. USP 32-NF 27, General Chapter USP <467> Residual Solvents, United States Pharmacopeia, Pharmacopoeia Convention Inc., Rockville, MD, USA.
2. Firor, R. L. Analysis of USP <467> Residual Solvents with Improved Repeatability Using the Agilent 7697A Headspace Sampler. Agilent Technologies Application Note, Publikationsnummer 5990-7625EN, **2012**.
3. Analyse von Restlösemitteln mit einem Agilent Intuvo 9000 GC-System. Agilent Technologies Application Note, Publikationsnummer 5991-9029DEE, **2018**.
4. Wieder, L. *et al.* Analyse von Restlösemitteln gemäß USP-Methode <467> auf dem Agilent 8890 GC-System. Agilent Technologies Application Note, Publikationsnummer 5994-0442DEE, **2019**.
5. Eisele, I. Analyse von Restlösemitteln mit einem Agilent Intuvo 9000 GC-System und 8697 Headspace-Probengeber. Agilent Technologies Application Note, Publikationsnummer 5994-3075DEE, **2021**.

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

DE44263.6067361111

Änderungen vorbehalten.

© Agilent Technologies, Inc. 2021  
Gedruckt in den USA, 9. März 2021  
5994-3125DEE