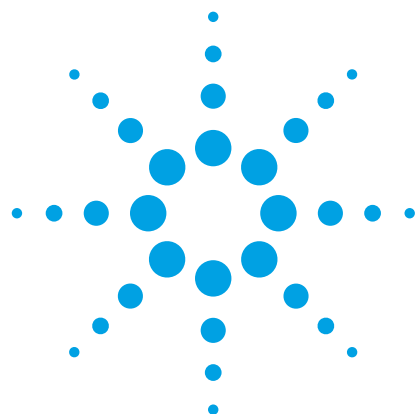




# Agilent 7696 サンプル前処理ワークベンチを使用したヘッドスペース標準の自動サンプル前処理

## アプリケーションノート

法医学および薬物試験

### 著者

Jared Bushey  
Agilent Technologies, Inc.  
2850 Centerville Rd.  
Wilmington, DE 19808  
USA



### 概要

一連のキャリブレーション標準の前処理は、未知サンプルに含まれる対象化合物を定量し、システムの直線性を評価するために有効です。手動による標準の前処理は、時間がかかり、エラーが発生しやすい操作です。自動化された前処理の方が時間効率が高く、手動の方法により発生するエラーを防止することができます。これまでの研究で、Agilent 7696 サンプル前処理ワークベンチを連続希釈系列作成の自動化に使用できることがわかっています [1]。このアプリケーションノートでは、Agilent 7696 サンプル前処理ワークベンチを使用して、Agilent 7697 ヘッドスペースサンプラで分析する血中アルコール分析のキャリブレーション標準を正しく前処理する方法について説明します。この方法では 2 mL バイアルで前処理し、そのバイアル自体を 20 mL ヘッドスペースバイアルに入れます。サンプル前処理ワークベンチシステムによって前処理した標準の分析を、手動で前処理した標準の分析と比較します。その結果、自動化された前処理を使用しても、面積精度やシステムの直線性性能が失われないことがわかりました。



**Agilent Technologies**

## はじめに

キャリブレーション溶液は、血中アルコール (BAC) 分析などの法医学アプリケーションで広く使用されています。ヘッドスペース/ガスクロマトグラフ (HS/GC) 分析は比較的短時間で実行できますが、必要なキャリブレーション標準の前処理には時間がかかることがあります。自動前処理メソッドを使用すると、サンプルの前処理中にユーザーは別の操作ができるため、大幅な時間の短縮ができます。

Agilent 7696 サンプル前処理ワークベンチは、サンプル前処理の自動化用に設計されたもので、液体オートサンブラで使用される 2 mL バイアルを使用します。また、7697 ヘッドスペースサンブラでは、10、20、および 22 mL のヘッドスペースバイアルを使用します。HS/GC 分析に使用できる信号を生成するには、1 mL 未満のサンプルボリュームで十分です。したがって、7696 サンプル前処理ワークベンチで前処理するキャリブレーション標準の量は、ヘッドスペース分析には十分です。課題は、2つのプラットフォームを合わせて 1つの分析ソリューションにする方法です。

希釈前処理の自動化は、(大容量の計量用ガラス器具の代わりに 2 mL バイアルを使用するため) 使用する化学薬品の削減に役立つだけでなく、人の介入を削減することで人為的ミスの可能性も軽減します。Agilent 7697 ヘッドスペースと 7696 サンプル前処理ワークベンチバイアルは、7696 の 2 mL バイアルを 7697 のバイアルに完全に挿入できるように設計されています。7697 の操作では、サンプルプローブをサンプル溶液に直接接触させるのではなく、各バイアル内の気相部分をサンプリングします。7696 の 2 mL バイアルを 7697 の 20 mL バイアル内に入れることにより、サンプリング中に 7697 のプローブが 2 mL バイアルに影響を与えることがなく、プローブが損傷を受けることもありません。

静的ヘッドスペース分析では、揮発性成分が 2つの相の間で熱力学的な平衡状態に達したときに、不揮発性マトリックスから揮発性成分をサンプリングします。サンプルが含まれるバイアルを過熱すると、バイアルのヘッドスペースに含まれる揮発性対象化合物の量が増えるため、検出応答が向上します。特定の分析応答を得るために必要な過熱時間を短縮するには、加熱中にヘッドスペースバイアルの攪拌や振とうを頻繁に行います。サンプルの加熱と振とうの両方を正確に制御すると同時に、圧力と時間を制御することで、7697 ヘッドスペースサンブラは業界トップの精度と直線応答を持ちます。

このアプリケーションノートの結果は、7696 の 2 mL バイアルを 7697 の 20 mL バイアル内部で使用しても、7697 ヘッドスペースサンブラの面積精度と直線性性能が失わ

れないことを示しました。さらに、この結果により、7696 サンプル前処理ワークベンチを使用して、ヘッドスペースアプリケーション用のキャリブレーション標準を正確に前処理できることもわかりました。

## 実験方法

### 実験装置

- Agilent 7696 サンプル前処理ワークベンチ (10  $\mu$ L シリンジを取り付けたバックタワーおよび 500  $\mu$ L シリンジを取り付けたフロントタワー)
- Agilent 7697 ヘッドスペースサンブラ、大容量
- Agilent 7890 ガスクロマトグラフ
- 250 mL および 100 mL メスフラスコ、それぞれ  $\pm 0.12$  mL および  $\pm 0.08$  mL
- Gilson ピペットマン

### サンプル

0.005、0.01、0.05、0.1、および 0.2 % (それぞれ vol/vol) : メタノール (MeOH)、エタノール (EtOH)、アセトン、イソプロパノール (IPA)、アセトニトリル、酢酸エチル、メチルエチルケトン (MEK) を、それぞれ表 1 および 2 の手順に従って、0.5 % 原液から手動と自動の両方で前処理しました。

0.5 % 原液は、1.25 mL の各対象化合物 (純化合物) を 250 mL のメスフラスコに入れ、印の箇所まで水で希釈して前処理しました。

表 1. 手動によるサンプル前処理手順

| 濃度 %  | 前処理量 (mL) | 0.5 % 原液の量 | 水 (mL) |
|-------|-----------|------------|--------|
| 0.2   | 100       | 40         | 60     |
| 0.1   | 100       | 20         | 80     |
| 0.05  | 100       | 10         | 90     |
| 0.01  | 100       | 2.0        | 98     |
| 0.005 | 100       | 1.0        | 99     |

表 2. 自動によるサンプル前処理手順

| 濃度 %  | 前処理量 (mL) | 0.5 % 原液の量 | 水 (mL) |
|-------|-----------|------------|--------|
| 0.2   | 1.5       | 0.60       | 0.90   |
| 0.1   | 1.5       | 0.30       | 1.20   |
| 0.05  | 1.5       | 0.15       | 1.35   |
| 0.01  | 1.5       | 0.030      | 1.47   |
| 0.005 | 1.5       | 0.015      | 1.49   |

手動による前処理では、各濃度の 100 mL 溶液から 1.5 mL を、20 mL ヘッドスペースバイアルにピペットを使用して手動で入れ、直ちにキャップをしました。各希釈レベルについて 6 本のヘッドスペースバイアルを前処理し、合計で 36 本のバイアルとしました。サンプル前処理ワークベンチによる前処理では、各濃度で用意した 1.5 mL の希釈レベルを、前処理に使用した 2 mL バイアルに入れたままにし、スクリュキャップを取り外しました。各バイアルを 20 mL ヘッドスペースバイアルに入れ、その直後にキャップを取り付けました。手動による前処理と同様に、各希釈レベルで 6 本のヘッドスペースバイアル (2 mL の 7696 バイアルが内部にあるもの) を前処理し、合計で 36 本のバイアルを用意しました。したがって、サンプル前処理ワークベンチメソッドを各希釈レベルにおいて 6 回繰り返し、必要な数のサンプルを用意しました。

各前処理手順では、1 連の希釈系列を順番に (つまり 0.005 % から 0.5 % の順に) 分析してから、各希釈レベルを繰り返しました。各希釈系列の間には 2 つの水ブランクを分析しました。ヘッドスペースとガスクロマトグラフの設定条件を表 3 に示します。

表 3. HS と GC の設定

#### Agilent 7697 ヘッドスペースの設定

|       |                                                                                                                                         |
|-------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 温度    | オープン = 60 °C、ループ = 60 °C、トランスファーライン = 100 °C                                                                                            |
| 時間    | バイアル平衡化 = 35 分間、GC サイクル = 6 分間、圧力平衡化 = 0.1 分間、注入 = 0.5 分間                                                                               |
| バイアル  | モード = 流量から圧力、初期圧力 = 15 psi、注入流量 = 50 mL/min、ループ注入モード = カスタム、ループ注入速度 = 20 psi/min、最終ループ圧力 = 10 psi、ループ平衡化 = 0.05 分間、バイアル = 20 mL、振とう = 1 |
| キャリア  | GC 制御                                                                                                                                   |
| 高度な機能 | ページ流量 = 100 mL/min、ページ時間 = 1 分間                                                                                                         |
| 構成    | バイアル加圧ガスのタイプ = He、サンプルループボリューム = 1 mL、スタンバイ流量 = 20 mL/min                                                                               |

#### Agilent 7890 GC の設定

|      |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                |
|------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 注入口  | S/Sl, 5183-4647 ライナ (ウールなし)、200 °C、33.505 psi、3 mL/min セプタムパージ、スプリット = 5:1                                                                                                                                                                                                                                                                     |
| カラム  | DB-ALC2 (J&W 123-9234)、0.320 mm x 30 m、1.2 µm、定流量 = 12 mL/min<br>7696 で前処理したサンプルのデュアルカラム構成:<br>16 cm の 530 µm 不活性処理済みフューズドシリカ (160-2535) を注入口から不活性な CFT スプリットに接続。<br>また、このスプリットを DB-ALC2 および DB-ALC1 カラムに接続。<br>DB-ALC1 (J&W 123-9134)、0.320 mm x 30 m、1.8 µm、定流量 = 12 mL/min<br>DB-ALC2 (J&W 123-9234)、0.320 mm x 30 m、1.2 µm、定流量 = 12 mL/min |
| オープン | 35 °C で 4 分間保持                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                 |
| 検出器  | FID、250 °C                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     |
| 信号   | FID、50 Hz (フロントまたはバック検出器)                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      |

## 結果と考察

Agilent 7696 サンプル前処理ワークベンチによって前処理したサンプルを、Agilent 7890 GC で設定したデュアルカラム (DB-ALC1 および DB-ALC2 カラム) を使用した Agilent 7697 ヘッドスペースサンプラによって分析しました。手動により前処理したサンプルは、7890 GC で設定した標準のシングルカラム (DB-ALC2) を使用して分析しました。デュアルカラムシステムを使用して取得した代表的なクロマトグラムを図 1 に示します。

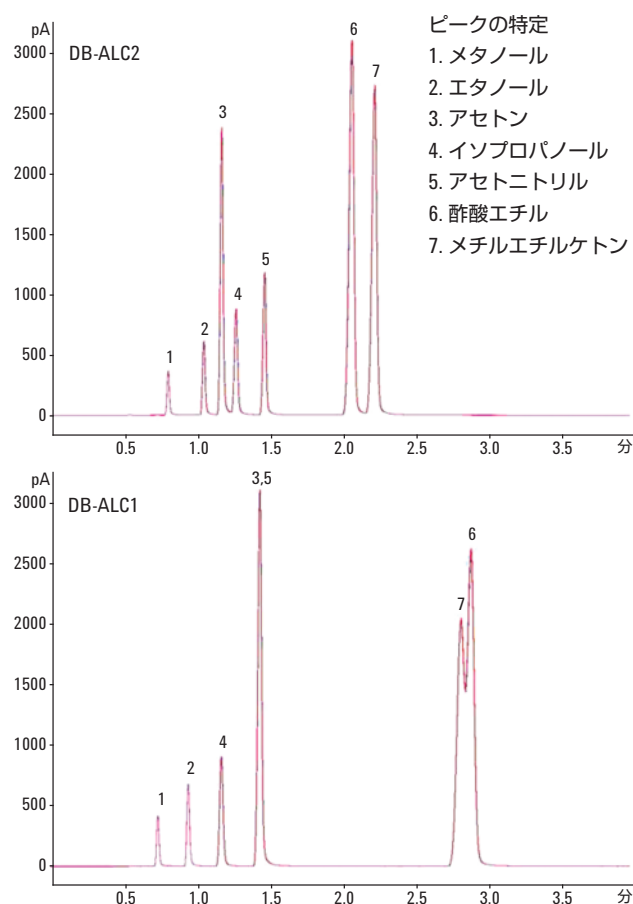


図 1. Agilent 7696 サンプル前処理ワークベンチで前処理した BAC 混合物の代表的なクロマトグラム

図 1 のデータは、7696 サンプル前処理ワークベンチによって前処理した 0.1 % 濃度レベルの対象化合物を表しています。各クロマトグラムは、繰り返して行った注入の 6 つのトレースを重ねて表示したもので、システムの精度を示します。

HS バイアルが熱平衡に達したことを確認するために、Agilent 7697HS サンプラのパラメータ増分機能を使用して、すべての対象化合物について一定の面積応答が観察されるバイアル平衡化時間を測定しました。バイアル平衡化時間の測定は、0.05 % の希釈レベルを使用し、希釈系列の評価とは別の実験で行いました。その結果を図 2 に示します。

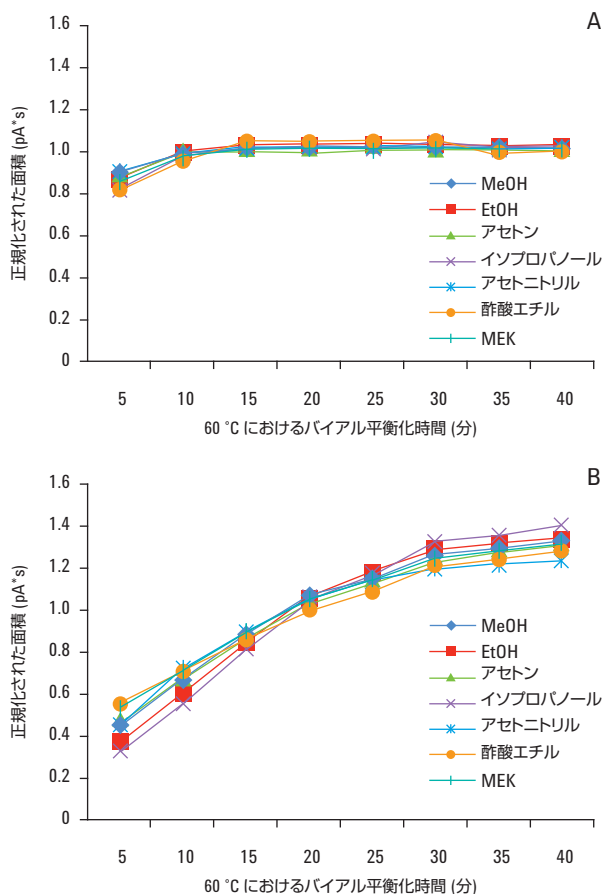


図 2. Agilent 7697 ヘッドスペースサンプラのバイアル平衡化時間とピーク面積  
A. 20 mL HS バイアルに 1.5 mL のサンプル。3 回の試験の平均値  
B. 20 mL HS バイアル内の 2 mL バイアルに 1.5 mL のサンプル。3 回の試験の平均値

図 2 の実験結果より、7697 オープンにおける 35 分間のバイアル平衡化が、2 mL ALS バイアルが含まれるヘッドスペースバイアルに十分であることを確認しました。35 分間の平衡化時間で観察された面積精度は、熱平衡に達したことを示しています。さらに、図 2 では、35 分間のバイアル平衡化時間が、液体サンプルだけが含まれるヘッドスペースバイアルの分析にとっても支障がないことがわかります。

## 手動による前処理

35 分間のバイアル平衡化時間を使用し、表 3 に示した条件により、手動で前処理した希釈系列を 7697 ヘッドスペースサンブラで分析しました。分析結果の検量線を図 3 に示し、表 4 には、手動で前処理したサンプルの回帰値を示します。図 3 の結果は、1.5 mL の各サンプルを HS バイアルに直接入れたときの各濃度レベルの 6 回の繰り返し測定 of 平均面積を表しています。図 3 のデータに基づいて、各濃度レベルにおける個々の対象化合物の精度と、エタノールを内部標準 (イソプロパノール) で正規化した値を表 5 に示します。

表 4. 図 3 のデータ

| 対象化合物    | m      | b      | R <sup>2</sup> |
|----------|--------|--------|----------------|
| MeOH     | 26.061 | 4.0250 | 0.99999        |
| EtOH     | 49.950 | 19.203 | 0.99998        |
| アセトン     | 196.08 | 178.07 | 0.99963        |
| イソプロパノール | 83.103 | 71.332 | 0.99984        |
| アセトニトリル  | 101.05 | 48.276 | 0.99995        |
| 酢酸エチル    | 456.69 | 524.77 | 0.99945        |
| MEK      | 373.91 | 451.77 | 0.99942        |

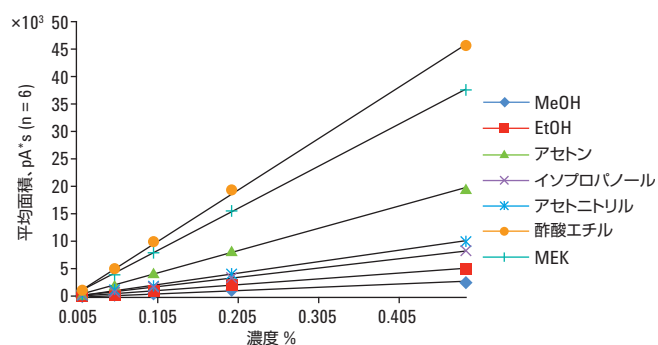


図 3. 手動で前処理した BAC キャリブレーション標準の Agilent 7697 ヘッドスペースサンブラによる分析

表 5 の下の表は、内部標準 (この場合はイソプロパノール) を使用したときのエタノール分析の精度を示しています。このデータは、キャリブレーション範囲全体で、どの対象化合物にも同様の傾向が見られることを示します。たとえば、エタノールの面積応答に特定の傾向が現れた場合は、同じ大きさの傾向がイソプロパノール内部標準でも発生しています。

表 5. 手動で前処理した各濃度レベルにおける BAC 分析の精度

面積精度 n = 6

| 濃度 %  | MeOH | EtOH | アセトン | イソプロパノール | アセトニトリル | 酢酸エチル | MEK  |
|-------|------|------|------|----------|---------|-------|------|
| 0.005 | 1.4  | 1.1  | 0.54 | 0.53     | 0.57    | 1.8   | 0.85 |
| 0.01  | 3.3  | 3.4  | 1.1  | 2.2      | 1.7     | 1.3   | 0.89 |
| 0.05  | 1.1  | 0.93 | 0.45 | 0.60     | 0.53    | 0.90  | 0.52 |
| 0.1   | 1.1  | 0.98 | 0.46 | 0.66     | 0.58    | 0.89  | 0.50 |
| 0.2   | 2.4  | 1.9  | 0.46 | 1.1      | 0.77    | 0.83  | 0.54 |
| 0.5   | 1.8  | 1.8  | 0.78 | 1.6      | 1.2     | 1.1   | 0.72 |

EtOH/IPA 比

| 濃度 %  | 試験 1 | 試験 2 | 試験 3 | 試験 4 | 試験 5 | 試験 6 | 平均   | 標準偏差   | RSD % |
|-------|------|------|------|------|------|------|------|--------|-------|
| 0.005 | 0.56 | 0.56 | 0.56 | 0.57 | 0.57 | 0.56 | 0.56 | 0.0035 | 0.62  |
| 0.01  | 0.55 | 0.55 | 0.56 | 0.57 | 0.56 | 0.56 | 0.56 | 0.0076 | 1.4   |
| 0.05  | 0.56 | 0.56 | 0.56 | 0.56 | 0.56 | 0.56 | 0.56 | 0.0019 | 0.34  |
| 0.1   | 0.58 | 0.58 | 0.58 | 0.58 | 0.59 | 0.58 | 0.58 | 0.0020 | 0.35  |
| 0.2   | 0.58 | 0.59 | 0.59 | 0.59 | 0.59 | 0.59 | 0.59 | 0.0051 | 0.87  |
| 0.5   | 0.60 | 0.60 | 0.60 | 0.60 | 0.60 | 0.60 | 0.60 | 0.0019 | 0.32  |

## サンプル前処理ワークベンチによる前処理 – DB-ALC2

35 分間のバイアル平衡化時間を使用し、表 3 に示した条件により、Agilent 7696 で前処理した希釈系列を Agilent 7697 ヘッドスペースサンプラで分析しました。DB-ALC2 カラムで分析した検量線とその回帰値を図 4 および表 6 に示します。検量線のデータポイントは、各濃度レベルで行った 6 回の繰り返し分析の平均面積応答を表しています。線形回帰値は、すべての対象化合物についてキャリブレーション範囲で、直線性が維持されていたことを示します。表 7 には、各濃度レベルにおける個々の対象化合物の面積精度と、エタノールを内部標準 (イソプロパノール) で正規化した値が含まれます。

表 6. DB-ALC2 カラム分析における自動化されたサンプル前処理の線形回帰の結果

| 対象化合物   | m      | b       | R <sup>2</sup> |
|---------|--------|---------|----------------|
| MeOH    | 22.545 | -7.2643 | 0.99992        |
| EtOH    | 41.948 | -3.8325 | 0.99999        |
| アセトン    | 172.10 | -5.8540 | 0.99997        |
| IPA     | 66.710 | 43.059  | 0.99964        |
| アセトニトリル | 91.056 | -11.408 | 0.99999        |
| 酢酸エチル   | 365.62 | -14.323 | 1.0000         |
| MEK     | 312.30 | 90.117  | 0.99991        |

このデータは、対象化合物の濃度にかかわらず、さまざまな対象化合物の応答に一貫性があることを示します。表 7 は、エタノールとイソプロパノールが独立してではなく、濃度の関数として面積応答が同時に変化することを示しています。この結果は、自動化されたサンプル前処理手順によりエラーが発生しやすい濃度の偏りが生じなかったことを表しています。

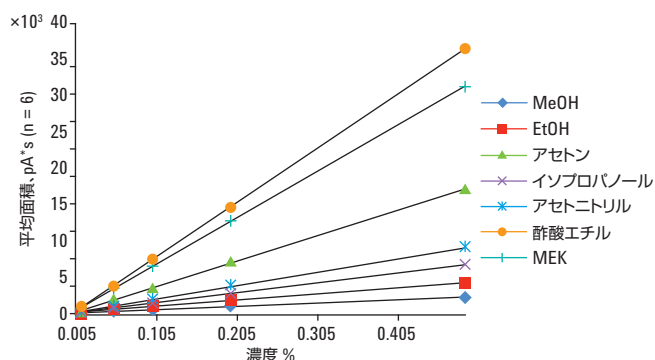


図 4. Agilent 7696 サンプル前処理ワークベンチで前処理し、DB-ALC2 カラムを使用して行った、BAC 標準の Agilent 7697 ヘッドスペースサンプラ分析による検量線

表 7. Agilent 7696 サンプル前処理ワークベンチで前処理し、DB-ALC2 カラムを使用して行った、BAC 標準の Agilent 7697 ヘッドスペースサンプラ分析の精度

面積精度 n = 6

| 濃度 %  | MeOH | EtOH | アセトン | イソプロパノール | アセトニトリル | 酢酸エチル | MEK  |
|-------|------|------|------|----------|---------|-------|------|
| 0.005 | 1.2  | 1.1  | 1.5  | 1.4      | 1.5     | 1.8   | 1.6  |
| 0.01  | 0.52 | 0.76 | 0.84 | 0.70     | 0.59    | 1.8   | 1.1  |
| 0.05  | 0.44 | 0.50 | 0.53 | 0.49     | 0.37    | 1.3   | 0.69 |
| 0.1   | 0.62 | 0.59 | 0.58 | 0.59     | 0.59    | 1.0   | 0.66 |
| 0.2   | 2.2  | 1.8  | 0.75 | 1.2      | 1.3     | 1.4   | 0.83 |
| 0.5   | 0.65 | 0.56 | 0.60 | 0.62     | 0.48    | 1.1   | 0.75 |

EtOH/IPA 比

| 濃度 %  | 試験 1 | 試験 2 | 試験 3 | 試験 4 | 試験 5 | 試験 6 | 平均   | 標準偏差   | RSD % |
|-------|------|------|------|------|------|------|------|--------|-------|
| 0.005 | 0.57 | 0.57 | 0.57 | 0.57 | 0.57 | 0.58 | 0.57 | 0.0024 | 0.43  |
| 0.01  | 0.57 | 0.58 | 0.58 | 0.57 | 0.58 | 0.58 | 0.58 | 0.0018 | 0.31  |
| 0.05  | 0.57 | 0.57 | 0.57 | 0.57 | 0.57 | 0.58 | 0.57 | 0.0014 | 0.25  |
| 0.1   | 0.57 | 0.57 | 0.57 | 0.57 | 0.57 | 0.57 | 0.57 | 0.0011 | 0.20  |
| 0.2   | 0.62 | 0.62 | 0.62 | 0.62 | 0.62 | 0.61 | 0.62 | 0.0048 | 0.77  |
| 0.5   | 0.63 | 0.62 | 0.63 | 0.62 | 0.63 | 0.63 | 0.63 | 0.0013 | 0.20  |

## サンプル前処理ワークベンチによる前処理 – DB-ALC1

Agilent 7696 で前処理した希釈系列を表 3 に示す条件により、DB-ALC1 カラムを使用して Agilent 7697 ヘッドスペースサンプラで分析した結果を図 5 に示します。図 1 からわかるように、DB-ALC1 カラムの特性により、アセトニトリルとアセトンは分離できず、メチルエチルケトンと酢酸エチルはベースライン分離できませんでした。検量線のデータポイントは、各濃度レベルで行った 6 回の繰り返し分析の平均面積応答を表しています。線形回帰の結果を表 8 に示します。ここでも、テストした濃度範囲で各対象化合物の分析応答は直線になりました。表 9 には、各濃度レベルにおける個々の対象化合物の精度と、エタノールを内部標準 (イソプロパノール) で正規化した値が含まれます。

表 8. DB-ALC1 カラム分析による自動化されたサンプル前処理の線形回帰の結果

| 対象化合物        | m      | b        | R <sup>2</sup> |
|--------------|--------|----------|----------------|
| MeOH         | 30.515 | -13.550  | 0.99980        |
| EtOH         | 52.707 | -12.505  | 0.99996        |
| イソプロパノール     | 86.119 | -0.42683 | 1.00000        |
| アセトン/アセトニトリル | 316.62 | -27.949  | 1.00000        |
| MEK          | 442.02 | -656.60  | 0.99807        |
| 酢酸エチル        | 431.50 | 555.17   | 0.99813        |

表 9. Agilent 7696 サンプル前処理ワークベンチで前処理し、DB-ALC1 カラムを使用して行った、BAC 標準の Agilent 7697 ヘッドスペースサンプラ分析の精度

面積精度 n = 6

| 濃度 %  | MeOH | EtOH | イソプロパノール | アセトニトリル/アセトン | MEK  | 酢酸エチル |
|-------|------|------|----------|--------------|------|-------|
| 0.005 | 1.2  | 1.3  | 1.1      | 1.4          | 1.5  | 1.8   |
| 0.01  | 0.40 | 0.72 | 0.73     | 0.72         | 1.0  | 1.8   |
| 0.05  | 0.53 | 0.42 | 0.46     | 0.44         | 0.69 | 1.3   |
| 0.1   | 0.52 | 0.55 | 0.55     | 0.53         | 0.64 | 1.1   |
| 0.2   | 2.3  | 1.8  | 1.2      | 0.83         | 0.95 | 1.5   |
| 0.5   | 0.52 | 0.54 | 0.59     | 0.54         | 1.0  | 0.96  |

EtOH/IPA 比

| 濃度 %  | 試験 1 | 試験 2 | 試験 3 | 試験 4 | 試験 5 | 試験 6 | 平均   | 標準偏差   | RSD % |
|-------|------|------|------|------|------|------|------|--------|-------|
| 0.005 | 0.59 | 0.60 | 0.59 | 0.59 | 0.59 | 0.59 | 0.59 | 0.0024 | 0.41  |
| 0.01  | 0.60 | 0.59 | 0.59 | 0.59 | 0.59 | 0.60 | 0.60 | 0.0016 | 0.27  |
| 0.05  | 0.60 | 0.60 | 0.60 | 0.60 | 0.60 | 0.60 | 0.60 | 0.0015 | 0.26  |
| 0.1   | 0.60 | 0.60 | 0.60 | 0.60 | 0.60 | 0.60 | 0.60 | 0.0014 | 0.23  |
| 0.2   | 0.60 | 0.60 | 0.60 | 0.61 | 0.60 | 0.59 | 0.60 | 0.0047 | 0.78  |
| 0.5   | 0.61 | 0.61 | 0.61 | 0.61 | 0.61 | 0.61 | 0.61 | 0.0013 | 0.20  |

これまでの結果と同様に、表 9 のデータは、各化合物の面積精度が許容範囲であることを示しています。イソプロパノールの面積で正規化されたエタノールの面積は、DB-ALC2 カラムに加えて、手動で前処理したサンプルの分析結果と同じ精度を示しています。

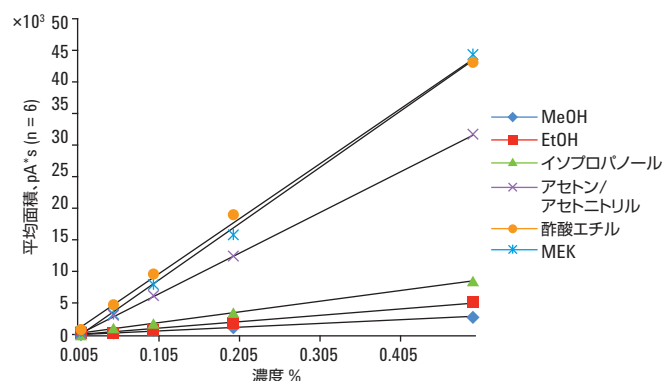


図 5. Agilent 7696 サンプル前処理ワークベンチで前処理し、DB-ALC1 カラムを使用して行った、BAC 標準の Agilent 7697 ヘッドスペースサンプラ分析による検量線

## まとめ

図 4 および 5 の結果は、CFT デバイスのスプリッタと表 3 で説明したデュアルカラム構成を使用して、1 回の GC 分析で取得したものです。デュアルカラムの構成は高い正確度および精度のデータを生成し、一般的な法医学 (血中アルコール分析) アプリケーションにおける Agilent 7696 サンプル前処理ワークベンチによるキャリブレーション標準作成の有効性を示しました。これまでのデータを要約するために、4 つの主要な測定基準を表 10 にまとめました。

表 10. 手動で前処理したサンプルと自動化された 7696 システムで前処理したサンプルの比較表

|                       | 濃度 %    |         |         |          |         |         |         |
|-----------------------|---------|---------|---------|----------|---------|---------|---------|
| EtOH の面積精度            | 0.005   | 0.01    | 0.05    | 0.1      | 0.2     | 0.5     |         |
| 手動による前処理 (DB-ALC2)    | 1.1     | 3.4     | 0.93    | 0.98     | 1.9     | 1.8     |         |
| 自動化された前処理 (DB-ALC2)   | 1.1     | 0.76    | 0.50    | 0.59     | 1.8     | 0.56    |         |
| 自動化された前処理 (DB-ALC1)   | 1.3     | 0.72    | 0.42    | 0.55     | 1.8     | 0.54    |         |
|                       | 濃度 %    |         |         |          |         |         |         |
| IPA の面積精度             | 0.005   | 0.01    | 0.05    | 0.1      | 0.2     | 0.5     |         |
| 手動による前処理 (DB-ALC2)    | 0.53    | 2.2     | 0.6     | 0.66     | 1.1     | 1.6     |         |
| 自動化された前処理 (DB-ALC2)   | 1.42    | 0.70    | 0.49    | 0.59     | 1.2     | 0.62    |         |
| 自動化された前処理 (DB-ALC1)   | 1.1     | 0.73    | 0.46    | 0.55     | 1.2     | 0.59    |         |
|                       | 濃度 %    |         |         |          |         |         |         |
| EtOH/IPA 比の精度         | 0.005   | 0.01    | 0.05    | 0.1      | 0.2     | 0.5     |         |
| 手動による前処理 (DB-ALC2)    | 0.62    | 1.4     | 0.34    | 0.35     | 0.87    | 0.32    |         |
| 自動化された前処理 (DB-ALC2)   | 0.43    | 0.31    | 0.25    | 0.20     | 0.77    | 0.20    |         |
| 自動化された前処理 (DB-ALC1)   | 0.41    | 0.27    | 0.26    | 0.23     | 0.78    | 0.20    |         |
|                       |         |         |         |          |         |         |         |
| 直線性 (R <sup>2</sup> ) | MeOH    | EtOH    | アセトン    | イソプロパノール | アセトニトリル | 酢酸エチル   | MEK     |
| 手動による前処理 (DB-ALC2)    | 0.99999 | 0.99980 | 0.99963 | 0.99984  | 0.99995 | 0.99945 | 0.99942 |
| 自動化された前処理 (DB-ALC2)   | 0.99992 | 0.99999 | 0.99997 | 0.99964  | 0.99999 | 1.00000 | 0.99991 |
| 自動化された前処理 (DB-ALC1)   | 0.99980 | 0.99996 | 分離されない  | 1.00000  | 分離されない  | 0.99813 | 0.99807 |

表 10 のデータは、エタノール、イソプロパノール、およびその面積比で、7696 によって前処理したサンプルが、最も低い濃度レベルである 0.005 % を除き、手動で前処理したサンプルよりも正確なデータを提供することを示しています。ただし、表 10 からわかるように、濃度 0.005 % でも、7696 サンプル前処理ワークベンチで前処理したサンプルの面積精度は、エタノールとイソプロパノールのいずれも 1.5 % 未満でした。表 10 にまとめた線形回帰の結果は、線形性能が、採用したサンプル前処理のタイプや、使用したカラム構成のタイプの影響を受けないことも示しています。

## 結論

1. Agilent サンプル前処理ワークベンチによって前処理したキャリブレーション標準は、手動で前処理した標準と同じ直線性を Agilent 7697 ヘッドスペースサンブラで示します。
2. サンプル前処理ワークベンチによって前処理したサンプルと、手動で前処理したサンプルからは同じピーク面積精度が得られました。
3. サンプル前処理ワークベンチによって前処理した 2 mL バイアルを 20 mL ヘッドスペースバイアルの中に入れたもので、7697 サンブラを使用して正しく分析することができます。
4. 2 mL バイアルを 20 mL ヘッドスペースバイアルに入れたものでは、熱力学的平衡に達するまでに必要なバイアルの平衡化時間や攪拌操作が増加します。平衡化時間と攪拌レベルに与える影響は、メソッドのヘッドスペースオープン温度、ガラスバイアルの特性、テスト対象の対象化学物質および溶媒の特性によって異なります。

## 参考文献

1. W. Dale Snyder, 「Agilent 7696A サンプル前処理ワークベンチによる連続希釈の前処理自動化：水素炎イオン化検出器の性能評価に使用するサンプルセットの作成」, アジレント・テクノロジー、アプリケーションノート、資料番号 5990-6850JAJP, 2010

## 詳細情報

これらのデータは一般的な結果を示したものです。アジレントの製品とサービスの詳細については、アジレントの Web サイト ([www.agilent.com/chem/jp](http://www.agilent.com/chem/jp)) をご覧ください。

[www.agilent.com/chem/jp](http://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。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、本文書を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc., 2011

Printed in Japan

September 28, 2011

5990-9025JAJP



**Agilent Technologies**