

7693A 自動前処理機能の精度 (希釈・内部標準添加)



<要旨> Agilent 7693 A オートサンプラの自動前処理機能(希釈・内部標準添加)について精度の評価を行いました。希釈については、2.5~100ppm の 5 点検量線を自動で作成した結果、相関係数 0.9999 の直線性が得られました。また、低濃度への希釈の繰り返し再現性も良好な結果が得られました。内部標準添加では試料バイアルへ内部標準を添加する方法とサンドイッチ注入法の 2 つを検証しましたが両方において、良好な再現性が得られました。

Key Words: 7693 A オートサンプラ、自動前処理、希釈、内部標準添加

* * * * *

1. はじめに

近年、機器分析において被測定成分や検体数が増加し、分析に係る業務全体の効率化への要求が高まっています。また、分析に要する総時間の 60%以上が前処理に費やされており、ミスが起こる割合が一番多いというデータも出ています。このことから、前処理は化学分析のボトルネックになっていると言えます。

Agilent 7693A オートサンプラは希釈、内部標準添加、加熱、攪拌といった前処理を自動で行うことができます。これにより作業時間の短縮、人為的誤差の低減が可能になり、前処理操作における問題点の解決に寄与できます。本アプリケーションノートでは 7693A を用いた希釈および内部標準添加の自動前処理機能の精度評価を行いました。

2.測定条件および分析試料

2-1.機器条件

装置: Agilent 7693A /7890 A / FID
カラム: DB-5 (30m,0.25mm,0.25 μ m)
(部品番号 122-5032)

注入量: 1 μ L

注入法: パルスドスプリットレス
30psi (1min) \rightarrow 16.924psi

注入口温度: 250 $^{\circ}$ C

オープン: 60 $^{\circ}$ C(1min) -20 $^{\circ}$ C/min-220 $^{\circ}$ C(0min)

キャリアガス: ヘリウム、流量 1.49 mL/min

検出器: 温度 300 $^{\circ}$ C、取り込み周期 10Hz

水素流量: 30mL/min、Air 流量 400mL/min、

メイクアップ流量 (窒素): 20mL/min

2-2.オートサンプラの構成

Fig.1 に示すようにフロントインジェクタで希釈、バックインジェクタで注入および内部標準添加を行

いました。



Fig.1 オートサンプラの構成図

2-3.分析試料

希釈の検討は Fig.2 に示す成分 1~10 の各 1000ppm 溶液で行いました。内部標準添加の検討は内部標準にドデカンを用い、最終溶液が成分 1~10 は各 20ppm、内部標準は 10ppm になるようにしました。

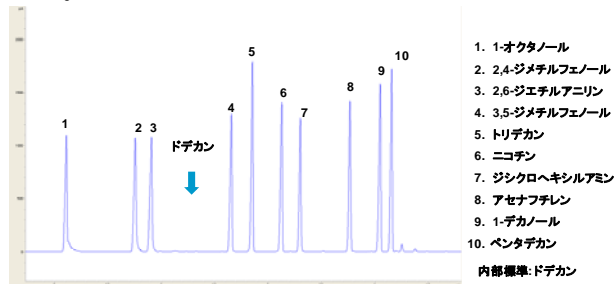


Fig.2 各成分濃度 100ppm のガスクロマトグラム



3.結果および考察

3-1.希釈の検討

Fig.3 は1-オクタノールについて自動で作成した2.5、5、10、20、50、100ppmの検量線です。これより得られた相関係数(r)は0.9999と良好な値を示し、その他の成分についても同様な結果となりました。(Table1)

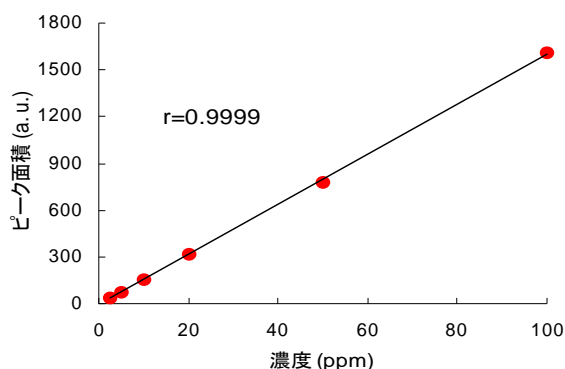


Fig.3 自動で作成した1-オクタノールの検量線

Table1 自動で作成した検量線の直線性

化合物名	1-オクタノール	2,4-ジメチルフェノール	2,6-ジエチルアニリン	3,5-ジメチルフェノール	トリデカン
m	16.0	16.2	16.2	16.4	19.9
b	-4.60	-4.33	-4.30	-4.89	-3.13
相関係数 r	0.9999	0.9999	0.9999	0.9999	1.000
化合物名	ニコチン	ジシクロヘキシルアミン	アセナフチレン	1-デカノール	ペンタデカン
m	17.4	14.1	17.0	19.6	19.9
b	-3.35	-4.07	-3.31	-3.55	-3.12
相関係数 r	0.9999	0.9999	0.9999	0.9999	0.9999

また、高い希釈倍率における精度を再現性(n=5)により評価しました。100倍希釈(10ppm)における面積値の再現性は%RSDで大きいものでも2.16と良好でした(Table2)。400倍希釈(2.5ppm)における面積値の再現性は、%RSDが5.21(アセナフチレン)と比較的大きな値になるものもありました(Table3)。このような低濃度への希釈には2段階希釈を行うことで精度を向上できました。40倍希釈(25ppm)を行い、それを10倍希釈(2.5ppm)する方法での再現性を検証したところ、大きなものでも2.91と良好な結果となりました(Table4)。

Table2 100倍希釈(10ppm)の面積値の再現性(n=5)

化合物名	1-オクタノール	2,4-ジメチルフェノール	2,6-ジエチルアニリン	3,5-ジメチルフェノール	トリデカン
平均値	148	156	155	155	195
標準偏差	3.03	3.31	3.31	3.12	3.50
%RSD	2.04	2.12	2.13	2.01	1.80
化合物名	ニコチン	ジシクロヘキシルアミン	アセナフチレン	1-デカノール	ペンタデカン
平均値	169	135	163	190	195
標準偏差	3.35	2.83	3.42	4.10	3.59
%RSD	1.98	2.10	2.10	2.16	1.84

Table3 1段階400倍希釈(2.5ppm)の面積値の再現性(n=5)

化合物名	1-オクタノール	2,4-ジメチルフェノール	2,6-ジエチルアニリン	3,5-ジメチルフェノール	トリデカン
平均値	32.1	37.6	37.7	37.6	48.1
標準偏差	1.185	0.849	0.895	0.956	1.274
%RSD	3.69	2.26	2.37	2.54	2.65
化合物名	ニコチン	ジシクロヘキシルアミン	アセナフチレン	1-デカノール	ペンタデカン
平均値	42.1	33.2	41.6	47.3	48.4
標準偏差	1.256	0.850	2.168	1.134	1.303
%RSD	2.98	2.56	5.21	2.40	2.69

Table4 2段階400倍希釈(2.5ppm)の面積値の再現性(n=5)

化合物名	1-オクタノール	2,4-ジメチルフェノール	2,6-ジエチルアニリン	3,5-ジメチルフェノール	トリデカン
平均値	40.2	40.3	40.1	39.6	50.3
標準偏差	1.13	0.94	1.00	1.02	0.92
%RSD	2.81	2.33	2.49	2.58	1.83
化合物名	ニコチン	ジシクロヘキシルアミン	アセナフチレン	1-デカノール	ペンタデカン
平均値	43.8	34.0	42.0	49.4	50.3
標準偏差	0.95	0.95	1.22	1.23	0.98
%RSD	2.17	2.78	2.91	2.48	1.96

3-2.内部標準添加の検討

内部標準添加は2つの方法で検討しました。ひとつは分析試料の入ったバイアルに内部標準を添加してから注入する方法です(これを方法Iとします。)。下記の①、②の2つについて再現性(n=7)を求めました。

- ①20ppmの試料999μLに5000ppmのドデカン1μL添加
- ②20ppmの試料995μLに1000ppmのドデカン5μL添加

①と②ともに同程度の再現性を示し、%RSDで大きいものでも3.07、内部標準であるドデカンの再現性も1.13(①)および1.60(②)と良好な値を示しました(Table5,6)。

Table5 方法I-①による面積値の再現性(n=7)

化合物名	1-オクタノール	2,4-ジメチルフェノール	2,6-ジエチルアニリン	3,5-ジメチルフェノール	トリデカン
平均値	336	339	337	338	417
標準偏差	8.16	8.84	8.78	8.48	9.97
%RSD	2.43	2.61	2.61	2.51	2.39
化合物名	ニコチン	ジシクロヘキシルアミン	アセナフチレン	1-デカノール	ペンタデカン
平均値	365	290	343	408	417
標準偏差	9.29	8.89	10.14	11.19	10.90
%RSD	2.55	3.07	2.96	2.74	2.61
化合物名	ドデカン				
平均値	222				
標準偏差	2.50				
%RSD	1.13				

Table6 方法II-②による面積値の再現性(n=7)

化合物名	1-オクタノール	2,4-ジメチルフェノール	2,6-ジエチルアニリン	3,5-ジメチルフェノール	トリデカン
平均値	341	345	343	345	424
標準偏差	8.40	9.83	10.04	8.89	8.38
%RSD	2.46	2.85	2.92	2.58	1.98
化合物名	ニコチン	ジシクロヘキシルアミン	アセナフチレン	1-デカノール	ペンタデカン
平均値	371	297	353	416	424
標準偏差	9.14	8.30	8.68	11.12	8.38
%RSD	2.47	2.79	2.46	2.67	1.98
化合物名	ドデカン				
平均値	210				
標準偏差	3.36				
%RSD	1.60				

もうひとつはシリンジで分析試料と内標をそれぞれ別々のバイアルから採取するサンドイッチ注入法です(これを方法IIとします。)。方法Iと同じ注入容量、絶対量になるようにFig.4のようなシリンジ採取の設定にしました。得られた面積値の再現性は%RSDで大きいものでも3.04と方法Iと同等の再現性が得られました(Table7)。



Fig.4 サンドイッチ注入の設定

Table7 方法IIによる面積値の再現性(n=7)

化合物名	1-オクタノール	2,4-ジメチルフェノール	2,6-ジエチルアニリン	3,5-ジメチルフェノール	トリデカン
平均値	279	289	283	273	350
標準偏差	3.65	4.10	4.17	6.77	5.57
%RSD	1.31	1.42	1.48	2.48	1.59
化合物名	ニコチン	ジシクロヘキシルアミン	アセナフチレン	1-デカノール	ペンタデカン
平均値	315	220	269	344	343
標準偏差	4.88	6.67	5.42	6.54	6.27
%RSD	1.55	3.04	2.02	1.90	1.83
化合物名	ドデカン				
平均値	245				
標準偏差	3.53				
%RSD	1.44				

4.まとめ

Agilent 7693A オートサンプラによる希釈および内部標準添加の自動前処理の精度は良く、非常に有効です。これを用いることで、希釈、内部標準添加での作業時間の短縮・人為的誤差の低減が可能になります。

【GCMS-201101TW-001】

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1



Agilent Technologies

www.agilent.com/chem/jp