

# Agilent G1888A ヘッドスペースサンプラから Agilent 7697A および 8697 ヘッドスペース サンプラへのメソッド移管

## はじめに

Agilent 7697A および 8697 ヘッドスペースサンプラには、機器全体の性能を向上させるために追加された、エレクトロニックニューマティクスコントロールが内蔵されています。8697 ヘッドスペースサンプラには、GC とヘッドスペースの間に一体型コントロール部が追加されており、GC タッチスクリーンで完全な制御が可能です。このような機能が追加されたため、Agilent G1888A ヘッドスペースサンプラと 7697A および 8697 ヘッドスペースサンプラの間には大きな違いがいくつか見られます。ニューマティクスコントロールを搭載する利点の 1 つが、バイアル加圧の圧力をコントロールする際に、GC からのコントロールが必要なくなるという点です。



図 1. Agilent G1888A ヘッドスペースサンプラ

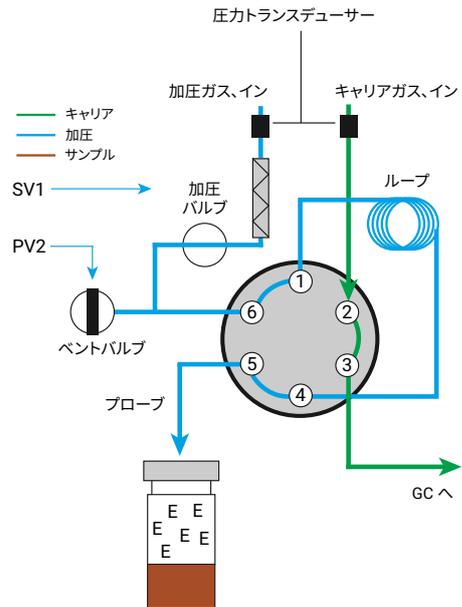


図 4. スタンバイモードの Agilent G1888A ヘッドスペースサンプラのフローパス



図 2. Agilent 7697A ヘッドスペースサンプラ

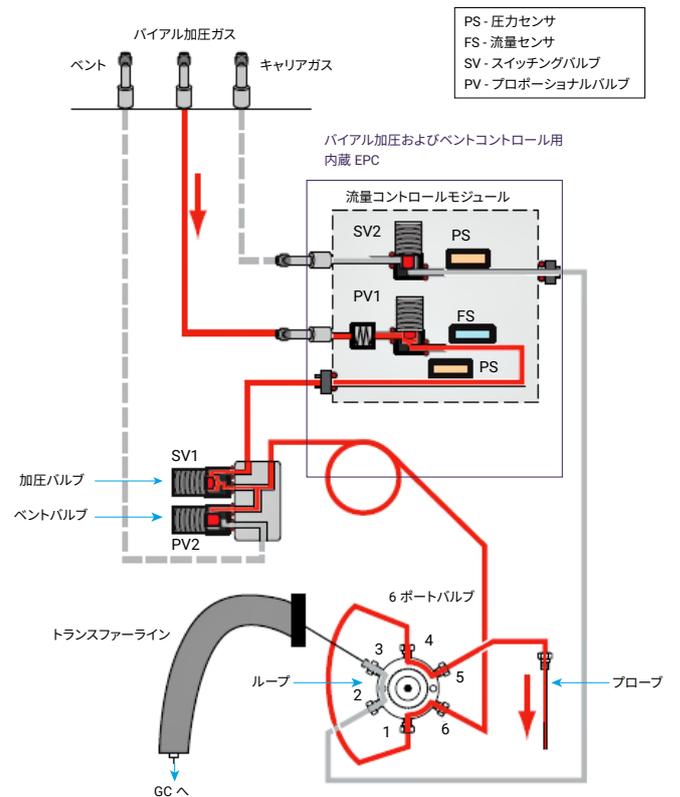


図 5. スタンバイモードの Agilent 7697A および 8697 ヘッドスペースサンプラのフローパス (標準設置時、7697A ではオプションのキャリア PCM なし)



図 3. Agilent 8697 ヘッドスペースサンプラ - XLトレイ

## ループ注入動作

ニューマティクスコントロールを内蔵する 7697A および 8697 ヘッドスペースサンブラでは、アクティブまたはパッシブ背圧コントロールが可能です。G1888A ヘッドスペースサンブラでは、パッシブ背圧コントロールにより、サンプルループを通過してバイアル内部を周囲圧力までベントします。7697A および 8697 ヘッドスペースサンブラのデフォルト設定のループ注入モードは、アクティブ背圧コントロールです。このコントロールモードでは、最終的なループ圧力を低下させ、サンプルをヘッドスペースバイアルからサンプルループに通過させ、ベントします。7697A および 8697 ヘッドスペースサンブラの最終圧力設定値は、初期バイアル圧力によって決まります。7697A および 8697 ヘッドスペースサンブラでアクティブ背圧コントロールを使用すれば、パッシブコントロールの場合よりも高いレスポンスが得られます。図 6 と表 1 では、アクティブおよびパッシブ背圧コントロールの結果を比較しています。

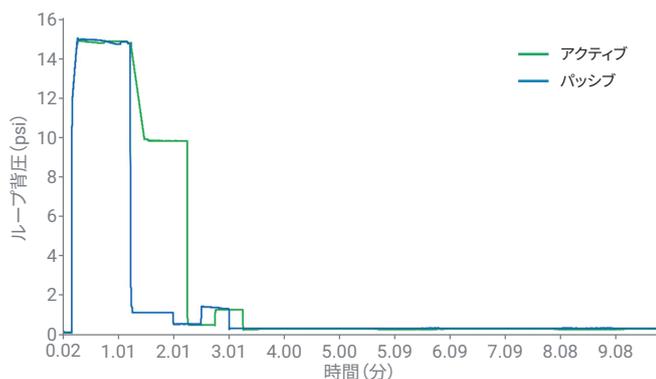


図 6. アクティブおよびパッシブ背圧コントロール

表 1. アクティブおよびパッシブ背圧コントロールの比較

分析対象物	アクティブ面積 (pA*s)	パッシブ面積 (pA*s)	アクティブ面積に対するパッシブ面積の %
エタノール	357.98	251.93	70.38
n-プロパノール	701.04	458.82	65.45

## アクティブ背圧の影響と修正方法

7697A または 8697 ヘッドスペースサンブラをアクティブ背圧コントロールで動作させると、G1888A ヘッドスペースサンブラで開発したメソッドのピーク形状が悪化する場合があります。このような場合は、ループ注入モードをデフォルトからカスタムに変更して最終背圧を低い値に設定するか、またはスプリット比を増大させてカラム負荷を低くすることで対処します。最終ループ圧力を 0 psig に設定すると、最終バイアル圧力が周囲圧力の変動の影響を受けることになり、G1888A のパッシブ背圧コントロールと同等になります。デフォルトの条件下よりもレスポンスが低くなると予想される場合には、例えば 2 psig のような低い圧力が使用できますが、大気圧補正は依然として有効です。

Original Method	Modified Method
Temperature Settings: Oven Temperature (°C): 50 Loop Temperature (°C): 60 Transfer Line Temperature (°C): 70	Temperature Settings: Oven Temperature (°C): 50 Loop Temperature (°C): 60 Transfer Line Temperature (°C): 70 Cooling Plate (°C): OFF
Timing Settings: GC Cycle Time (min): 25.00 Vial Equilibration (min): 15.00 Vial Pressurization (min): 0.00 Loop Fill Time (min): 0.00 Loop Equilibration Time (min): 0.05 Injection Duration (min): 0.50	Timing Settings: Vial Equilibration (min): 15.00 Injection Duration (min): 0.50 GC Cycle Time (min): 25.00
Pressure Settings: Carrier (psi): 10 Vial (psi): 15	Vial and Loop Settings: Vial Size: 20 Vial Shaking: Level 3, 36 shakes/min with acceleration of 125 cm/s <sup>2</sup> Fill Mode: Default Fill Pressure (psi): 15 Loop Fill Mode: Default
Advanced Settings: Carrier (psi): 10 Vial (psi): 15 Vial Shaking: LOW Extraction Mode: OFF	Carrier Settings: Carrier Control Mode: GC controls Carrier
	Advanced Settings: Extraction Mode: Single Extraction Vent After Extraction: ON Post Injection Purge: Default, 100 mL/min for 1 min Acceptable Leak Check: Default, 0.2mL/min Barcode Symbology: Enable All Barcode Checksum: OFF
	Sequence Actions: Vial Missing: Skip Wrong Vial Size: Continue Leak Detected: Continue System Not Ready: Abort

図 7. G1888A 設定値の 7697A および 8697 設定値への移行を示す Agilent メソッド開発ビューア

表 2. G1888A の拡張機能の Agilent 7697A および 8697 の機能への移行

G1888A の拡張機能の番号	表示	同等の機能
1	STABILIZE TIME (安定化時間)	含まれず
2	PARAM. INCREMENT (パラメータ増加分)	データシステムまたは 8890 ブラウザインタフェースの [Method (メソッド)] > [Miscellaneous (Method Development) (その他 (メソッド開発))]
3	VIAL NO. AND LOC. (バイアルの番号と位置)	データシステムまたは 8890 ブラウザインタフェース
4	KEYBOARD LOCK (キーボードロック)	データシステムまたは 8890 ブラウザインタフェース
5	MANUAL OPERATION (手動操作)	データシステムまたは 8890 ブラウザインタフェース
6	PRESSURE UNITS (圧力単位)	8890 タッチスクリーンの [System Settings (システム設定)] > [System Setup (システム設定)]
7	STORED METHOD (保存済みメソッド)	データシステムまたは 8890 ブラウザインタフェース
8	MULTI. HS EXTR. (マルチ HS 抽出)	7697 タッチパッドの [Adv Function (拡張機能)] > [Extraction Mode (抽出モード)], 8697 および 7697A 用 8890 タッチスクリーンの [Settings (設定)] > [Configuration (構成)] > [Headspace (ヘッドスペース)]
9	CHECK FOR READY (準備完了のチェック)	8890 タッチスクリーンの [Miscellaneous (その他)] > [Sequence Actions (シーケンスアクション)]
10	RESET (リセット)	8890 タッチスクリーンの [Stop (停止)]
11	VALVE COUNT (バルブカウント)	8890 タッチスクリーンの [Maintenance (メンテナンス)] > [Headspace (ヘッドスペース)] > [Early Maintenance Feedback (EMF) (アーリーメンテナンスフィードバック機能 (EMF))]
12	VIAL SIZE (バイアルサイズ)	自動検出
13	ZONE CALIBRATION (ゾーンキャリブレーション)	8890 タッチスクリーンの [Temperatures (温度)] > [Oven, Loop, Transfer Line (オーブン、ループ、トランスファーライン)]
14	LAN CONFIGURATION (LAN 構成)	8890 タッチスクリーンの [System Settings (システム設定)] > [Network (ネットワーク)]
15	MAC ADDRESS (MAC アドレス)	8890 タッチスクリーンの [System Settings (システム設定)] > [Network (ネットワーク)]
16	ENABLE RS-232 (RS-232 の有効化)	含まれず
17	PURGE VALVES (パージバルブ)	8890 タッチスクリーンの [Venting and Purging (ベントとパージ)] > [Purge Flow Mode, Purge Flow, Purge Time (パージ流量モード、パージ流量、パージ時間)]
18	LEAK TEST (リークテスト)	8890 タッチスクリーンの [Diagnostics (診断)] > [Diagnostic Tests (診断テスト)] > [Headspace (ヘッドスペース)] > [Restriction and Pressure Decay Test (制限と圧力減衰テスト)]
19	DIAGNOSTIC (診断)	8890 タッチスクリーンの [Diagnostics (診断)] > [Diagnostic Tests (診断テスト)]

## Agilent ヘッドスペースサンプリングメソッド開発ビューア

ヘッドスペースドライバにある、Agilent 7697A および 8697 ヘッドスペースサンプリングメソッド開発ビューアを使用することにより、G1888A ヘッドスペースサンプリングと 7697A または 8697 ヘッドスペースサンプリングで利用できるパラメータの違いを確認することができます。

## 温度設定

どちらのシステムも、オープン、ループ、トランスファーラインの温度を許容範囲内にする必要があります。7697A または 8697 サンプリングで適切な温度ゾーン設定値を決定する際には、ホワイトペーパー『Agilent 7697A ヘッドスペースサンプリングの温度ゾーンに関する考慮事項』(資料番号 5990-9892JAJP) の推奨事項を考慮する必要があります。

## タイミング設定

G1888A ヘッドスペースサンプリングから 7697A または 8697 ヘッドスペースサンプリングへ移行する際、バイアル平衡化、注入時間、GC サイクル時間などのタイミング設定が影響を受けることはありません。7697A および 8697 ヘッドスペースサンプリングには、圧力平衡化というパラメータが追加されています。圧力平衡化は、バイアル加圧時にバイアル圧力の平衡化に割り当てられる時間を示すものです。デフォルト値は 0.10 分です。これに相当する値は、ソフトウェアで「ホールド時間」として設定することもできます。バイアル加圧、ループ注入、ループ平衡化時間は、自動的に設定されるようになりましたが、ユーザーがカスタム値に設定することもできます。

## バイアルおよびループの設定

7697A および 8697 ヘッドスペースサンプリングでは、バイアルサイズ、注入モード、注入圧力、ループ注入モードなど、特定のバイアルおよびループ設定が必要になります。これらの設定値は、システムがアクティブ背圧コントロールを維持する方法を決定します。

デフォルトの注入モードは、圧力に対して固定の流量で注入するモードです。ヘッドスペースは、固定流量を用いてバイアルを既定値まで加圧します。デフォルトのループ注入モードでは、初期バイアル圧力を用いて、サンプルループ注入に最適な流量と最終バイアル圧力が計算されます。各パラメータで利用できるモードの詳細については、それぞれのヘッドスペースサンプリングの操作マニュアルをご覧ください。

7697A および 8697 ヘッドスペースサンブラの攪拌速度では、加速度と振動数の両方が考慮されます。加速度については、7697A および 8697 ヘッドスペースサンブラの攪拌レベル 4 が G1888A ヘッドスペースサンブラの「高」に相当し、攪拌レベル 3 が G1888A ヘッドスペースサンブラの「低」に相当します。

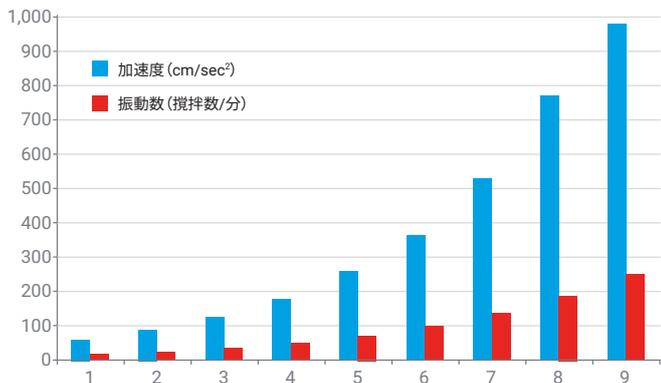


図 8. 7697A および 8697 ヘッドスペースサンブラで使用できる 9 レベルの攪拌の加速度と振動数を示すグラフ

## キャリア設定

キャリアガスの GC コントロールは、G1888A、7697A、および 8697 ヘッドスペースサンブラ設置時のデフォルトのモードです。G1888A および 7697A には、ヘッドスペースによるキャリアガスコントロールを可能にするオプション設定がありますが、8697 にはありません。G1888A は、HS でキャリアガス圧力を制御できるように手動圧力制御 (MPC) に設定できます。オプションの EPC モジュールを搭載した 7697A には、HS で流量を制御する、GC + HS コントロールモードもあります。HS コントロールを使用するメソッドはすべて、7697A または 8697 へのメソッド移管の流量計算に流量を含める必要があります。

8697 の場合、キャリアコントロールは GC を通してのみ行われます。以前の構成において、GC 注入口のキャリアガス流量に加えて、ヘッドスペースがキャリアガス流量を提供していた場合、GC からの単一のキャリアガス流量で同じ注入口条件を達成するように、メソッドの設定値を更新する必要があります。

## 高度な設定

7697A および 8697 ヘッドスペースサンブラでは、シングル、マルチ、濃縮という 3 種類の抽出モードが利用できます。「抽出後バント」では、抽出後の使用済みサンプルバイアルの残留圧力のバントを実行することができます。複数のサンプルバイアル間で、ヘッドスペースサンブラがサンプルプローブ、サンプルループをパージし、バントします。キャリアオーバーが見られる場合は、注入後パージ設定を編集し、パージ流量を増やすかパージ時間を長くすれば、残留しているサンプルガスをシステムから一掃することができます。内蔵の電子ニューマティクスコントロールを使えば、リークを検知することも可能です。「許容リークチェック」のデフォルト値を選択することも、任意の値に調整することもできます。これらの機能は、G1888A の拡張機能である、「Multi.HS Extr. (マルチ HS 抽出)」、「V2 Sequence Purge (V2 シーケンスパージ)」、「Leak Test (リークテスト)」をそれぞれ置き換えます。

7697A および 8697 ヘッドスペースサンブラでは、冷却トレイとバーコードリーダーがオプションのアクセサリとして用意されています。冷却トレイの温度をモニタリングして、バーコードコードとバーコードチェックサムを設定できます。これらの高度な設定の詳細については、『7697A Headspace Sampler Advanced Operation Manual (7697A ヘッドスペースサンブラの高度な操作マニュアル)』(G4556-90016EN)、および『8697 Headspace Samplers Operation Guide (8697 ヘッドスペースサンブラ操作ガイド)』(G4511-90004EN) をご覧ください。

## シーケンスアクション

7697A および 8697 ヘッドスペースサンブラでは、1 回の分析や連続した分析でサンプルバイアルをハンドリングする際に発生する可能性のある、特定のタイプのヘッドスペースサンブラエラーまたは GC エラー (バイアルの欠落、不適切なバイアルサイズ、リーク検出、システムの準備が未完了など) に対するレスポンスにおいて、シーケンスアクションを十分に制御することができます。このようなエラーのいずれかが検出された場合は、「待機」(8697 のみ)、「継続」、「スキップ」、「一時停止」、「中断」といったアクションを設定して、ヘッドスペースを制御することができます。これらの設定は、「G1888A の拡張機能 9 - 準備完了のチェック」の「チェックなし」、「待機」、「中断」の設定を置き換え、拡張します。

例えば、「システムの準備が未完了」エラーでは、ヘッドスペースサンブラの準備が完了したときに、GC の準備が完了しているかどうかをチェックされます。新たな注入に対して GC の準備が完了していない場合、ヘッドスペースサンブラは、指定されたアクションに従って動作します。デフォルト設定は「中断」です。

## ガイド付きトラブルシューティング

7697A および 8697 ヘッドスペースサンブラでは、「拡張機能 - 診断およびリークテスト」機能を使用したG1888A の限定的な自己診断機能が大幅に改善され、拡張されています。7697A ヘッドスペースサンブラには、性能のモニタリングとエラーのトラブルシューティング用のセンサが搭載されています。サービスモードを通して、制限テスト、クロスポートリークテスト、圧力減衰テストを利用することができ、さらにシーケンスログ、イベントログ、ステータス表示によるエラーモニタリングも可能です。

一体型 8697 ヘッドスペースサンブラは、GC タッチスクリーンにより、テストを実施してエラーを表示できます。エラーが発生すると、アジレントのクロマトグラフィーエキスパートが開発した決定木に基づいて、GC とヘッドスペースの両方に関するメンテナンスの概要がガイドされます。以下の作業に関する段階的な図解ガイドが含まれています。

- GC 注入口へのトランスファーラインの取り付け/取り外し
- トランスファーラインのフューズドシリカの取り付け/取り外し
- サンプルプローブの交換
- サンプルループの交換
- 6 ポートバルブの交換
- ロータの交換
- 6 ポートバルブとロータの清掃
- オープンの清掃
- サンプルトレイアセンブリの清掃

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。

DE-000084

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2013, 2024

Printed in Japan, August 12, 2024

5991-1542JAJP Rev. 2

## アーリーメンテナンスフィードバック機能 (EMF)

7697A ヘッドスペースサンブラでは、サービスモードを使用して、アーリーメンテナンスフィードバック機能 (EMF) のカウンタを設定し、メンテナンスイベントをログに記録できます。これらのカウンタには、以下が含まれます。

- トランスファーライン
- プローブ
- ベントバルブ
- 6 ポートロータ
- 6 ポートバルブ
- サンプルループ
- ベントチューブ
- グリッパッド
- トレイキャリブレーション

8697 ヘッドスペースサンブラは、GC タッチスクリーンを使用して、アーリーメンテナンスフィードバック機能 (EMF) のカウンタを設定し、ログに記録されたメンテナンスイベントを表示およびダウンロードすることができます。これらのカウンタには、以下が含まれます。

- グリッパッド
- ヘッドスペース「オン」時間
- ヘッドスペース実行回数
- プローブ
- サンプルループ
- 6 ポートロータ
- 6 ポートバルブ
- トランスファーライン
- トレイキャリブレーション
- ベントチューブ
- ベントバルブ
- カスタム設定