

# TOCバイアルセレクションガイド

## 1. はじめに

SUEZIは、TOC分析装置と消耗品のSievers製品を通じて、トレーサブルな低TOCバイアルを提供しています。ユーザーのニーズを満たすために、従来のSievers TOCバイアルに加えて、Sievers 酸添加済TOCバイアルと Sievers 導電率&TOC両用(DUCT)バイアルの2つの特殊バイアルを開発しました。これらの特殊バイアルを使うことで、特定の対象物のTOC回収率を向上させることができます。

このバイアルセレクションガイドは、3種類のバイアルすべてをテストし、特定のアプリケーションに最適なバイアルを選択するためのガイドです。以下の実験計画とワークシートを完成させた後、TOC回収率と直線性に基づいて、最適なバイアルを選択できます。

## 2. 実験計画

### 2.1 器具

- ・ Sievers TOC計 M9型 / 900型<sup>1</sup>
- ・ Sievers オートサンプラー および DataPro2 / DataPro<sup>2</sup>
- ・ 1L メスフラスコ 1個
- ・ 500mL メスフラスコ 5個
- ・ 洗浄保証付 TOCバイアル 20 本
- ・ DUCTバイアル 18 本
- ・ 酸添加済TOCバイアル 20 本
- ・ 脱イオン水

### 2.2 手順

1. テストする化合物の1000 ppm原液を調製します。1Lメスフラスコを使って、1Lの脱イオン水(TOC 20ppb未満)に化合物1000 mg(1G)を溶解させます。化合物が1000 ppmで溶解しない場合は、低濃度原液を作成します。低濃度原液を使用する場合、ステップ2で使用する原液の量を変更する必要があります。
2. 1000 ppm原液を使用して、500mLメスフラスコで10 ppm、5 ppm、3 ppm、1 ppm、0.5 ppmの溶液を調製します。以下の表は、目的の濃度を調製するために500 mLメスフラスコに添加する原液の容量を示しています。500mLメスフラスコに脱イオン水(TOC 20ppb未満)を全容量まで満たします。(注意:少なくとも各溶液 360 mLをテストプロトコルで使用します)

原液の量	化合物濃度(500 mL フラスコ)
0.25 mL	0.5 ppm
0.5 mL	1 ppm
1.5 mL	3 ppm
2.5 mL	5 ppm
5.0 mL	10 ppm

3. バイアルのタイプを1つ選択します(洗浄保証付(certified)、酸添加済(Acidified)、DUCT)。合計18本のバイアルのうち、15本は以下のステップ4で充填し、3本はステップ5で充填します。
4. 手順2で調製した各溶液を3本のバイアルに入れ、合計15本のバイアルを用意します。濃度を確認するためにすべてのバイアルにラベルを付けてください。

A.酸添加済バイアルを充填する場合、バイアル間で一貫したpHを確保するために、容量が等しくなるように注意してください。また、酸添加済バイアルを充填して蓋をした後、バイアルを数回静かに転倒させて、サンプルに酸を完全に混ぜるようにしてください。

5. 残っている3本のバイアルには、ブランクまたはネガティブコントロールとして、脱イオン水を入れます。
6. 他の2種類のバイアルについて、手順3～5を繰り返します。合計54個のバイアルにラベルを付けてください。
7. 追加の2本の洗浄保証付TOCバイアルに脱イオン水を入れ、リンスバイアルとラベルを付けます。また、追加の2本の酸添加済バイアルに脱イオン水を入れ、酸添加済リンスバイアルとラベルを付けます。
8. バイアルを以下の順序でオートサンプラー<sup>2)</sup>に配置します

a. ラック 1 (オートサンプラーのニードルに最も近い)

Certified ブランク*	Certified ブランク	Certified ブランク	Certified 0.5 ppm	Certified 0.5 ppm	Certified 0.5 ppm	Certified 1 ppm
Certified 1 ppm	Certified 1 ppm	Certified 3 ppm	Certified 3 ppm	Certified 3 ppm	Certified 5 ppm	Certified 5 ppm
Certified 5 ppm	Certified 10 ppm	Certified 10 ppm	Certified 10 ppm	リンスバイアル	Acidified リンスバイアル	Acidified リンスバイアル

\* Certifiedブランクはステップ5で用意したブランクまたはネガティブコントロールを入れた洗浄保証付バイアルです

b. ラック 2

Acidified ブランク**	Acidified ブランク	Acidified ブランク	Acidified 0.5 ppm	Acidified 0.5 ppm	Acidified 0.5 ppm	Acidified 1 ppm
Acidified 1 ppm	Acidified 1 ppm	Acidified 3 ppm	Acidified 3 ppm	Acidified 3 ppm	Acidified 5 ppm	Acidified 5 ppm
Acidified 5 ppm	Acidified 10 ppm	Acidified 10 ppm	Acidified 10 ppm	リンスバイアル	DUCT ブランク***	DUCT ブランク

\*\* Acidifiedブランクはステップ5で用意したブランクまたはネガティブコントロールを入れた酸添加済付バイアルです

\*\*\* DUCTブランクはステップ5で用意したブランクまたはネガティブコントロールを入れたDUCTバイアルです

c. ラック 3 (オートサンプラーのニードルから最も遠い)

DUCT ブランク	DUCT 0.5 ppm	DUCT 0.5 ppm	DUCT 0.5 ppm	DUCT 1 ppm	DUCT 1 ppm	DUCT 1 ppm
DUCT 3 ppm	DUCT 3 ppm	DUCT 3 ppm	DUCT 5 ppm	DUCT 5 ppm	DUCT 5 ppm	DUCT 10 ppm
DUCT 10 ppm	DUCT 10 ppm	-	-	-	-	-

9. 以下の表を参考にしてDataPro2 / DataProでプロトコルを作成して、測定を行います。

化合物濃度(ppm)	酸流量(μL / min)	酸化剤流量(μL / min)	繰り返し回数	棄却回数
ブランク	1.0	0.0	5	1
0.5	1.0	0.0	5	1
1	自動	自動	5	1
3	自動	自動	5	1
5	自動	自動	5	1
10	自動	自動	5	1

10. 付録Aの計算式を参考にして、TOCデータを付録Bに記録します。全ての計算において3本のサンプルバイアルの棄却を含まない繰り返し回数の平均値を使用する必要があります。バイアル毎の平均値の平均を使用しないでください。平均値および標準偏差は、各濃度3本のサンプルバイアルのすべての測定結果の総平均を取ることによって統計的に正しいデータを得ることができます。

1. TOC計 M9型 / 900型は多点校正を実施することを推奨します。1点校正を実施する場合は10ppm以上で実施してください。

自動試薬機能についてはM9型では検証、900型では校正 & 検証されている必要があります。

2. Sieversオートサンプラーが使用できない場合は、ステップ9の表を参考にしてグラフモードで測定を行います。

## 付録A: 計算

### 回収率

1. 化合物の炭素含有率を計算します。

$$\text{炭素含有率(\%)} = \frac{\text{炭素原子の数} \times \text{炭素の分子量}}{\text{化合物の分子量}} \times 100$$

- a. 例: スクロース(C<sub>11</sub>H<sub>22</sub>O<sub>11</sub>)

$$\text{炭素含有率(\%)} = \frac{(11 \times 12.01)}{(11 \times 12.01) + (22 \times 1.01) + (11 \times 16.00)} \times 100 = 40\%$$

2. 各溶液(0.5 ppm、1 ppm、10 ppmなど)の予想TOC濃度を計算します。

$$\text{予想TOC濃度} = \text{溶液 TOC 濃度} \times \frac{\text{炭素含有率(\%)}}{100}$$

- a. 例: 10 ppmスクロース

$$\text{予想TOC濃度} = 10 \text{ ppm} \times \frac{40\%}{100} = 4 \text{ ppm}$$

3. 各バイアルタイプ毎にTOC回収率を計算します。

$$\text{TOC回収率(\%)} = \frac{\text{TOC測定値} - \text{ブランク値}}{\text{予想TOC値}} \times 100\%$$

TOC測定値 = 各濃度における3本のバイアルのTOC平均値

ブランク値 = 各バイアルタイプのネガティブコントロールのTOC平均値

### 直線性

1. TOC測定値および予想TOC値を使用して直線性を検証します。x軸を予想TOC値、y軸をTOC測定値にしたグラフをバイアルタイプごとに作成します。最小二乗法にて回帰分析を行い、傾き、切片、R<sup>2</sup>値を計算します。Microsoft Excelを使用している場合は、以下の手順を使用します。
  - a. グラフの任意のデータポイントを右クリックして、「近似曲線の追加」を選択します。
  - b. ポップアップメニューで「線形近似」を選択して、「グラフに数式を表示する」と「グラフにR<sup>2</sup>乗値を表示する」のボックスにチェックを入れます。
  - c. 閉じるボタンをクリックします。
  - d. 最小二乗法による回帰直線および方程式とR<sup>2</sup>値がグラフに表示されます。
2. バイアルの各セットのR<sup>2</sup>値を比較します。R<sup>2</sup>値が1に近いほど直線性が優れていることを示します。
3. TOC回収率データと直線性データを使用して、対象化合物に最適なバイアルタイプを選択します。最適なバイアルを使用することで、テストした濃度範囲内で最高の直線性と回収率を得られます。  
(翻訳: セントラル科学株式会社)

## 付録B:ワークシート

実施者: \_\_\_\_\_

日付: \_\_\_\_\_

確認者: \_\_\_\_\_

日付: \_\_\_\_\_

化合物: \_\_\_\_\_

炭素含有率: \_\_\_\_\_

### Sievers洗浄保証付 TOCバイアル回収率:

濃度(ppm)	予想値(ppm)	測定値(ppm)	標準偏(ppb)	RSD(%)	回収率(%)
ブランク					
0.5					
1					
3					
5					
10					

### 洗浄保証付TOCバイアル 直線性 $R^2 =$ \_\_\_\_\_

### Sievers酸添加済みTOCバイアル回収率:

濃度(ppm)	予想値(ppm)	測定値(ppm)	標準偏(ppb)	RSD(%)	回収率(%)
ブランク					
0.5					
1					
3					
5					
10					

### Sievers酸添加済みTOCバイアル 直線性 $R^2 =$ \_\_\_\_\_

### Sievers DUCTバイアル回収率:

濃度(ppm)	予想値(ppm)	測定値(ppm)	標準偏(ppb)	RSD(%)	回収率(%)
ブランク					
0.5					
1					
3					
5					
10					

### Sievers DUCTバイアル 直線性 $R^2 =$ \_\_\_\_\_

上記の各グラフをこのワークシートに添付します

最適なバイアル= \_\_\_\_\_