

## HJ810-2016 に従った 水中の揮発性有機化合物の分析

Agilent 8697 ヘッドスペースサンプラ -XLトレイと  
Agilent 8860 GC システムおよび 5977B MSD

### 著者

Zhang Jie  
Agilent Technologies  
(Shanghai) Co. Ltd.

### 概要

Agilent 8697 ヘッドスペース -XLトレイと Agilent 8860 ガスクロマトグラフシステム (GC) および Agilent 5977B シングル四重極質量分析計 (MSD) システムを組み合わせ、水中の 55 の代表的な揮発性有機化合物 (VOC) を分析しました。システムの再現性、直線性、検出性は、HJ810-2016 メソッドに従って評価しました。分析結果から、HJ810 規格の要件に対して適合以上の優れたシステム性能が示されました。

## はじめに

水質の確保は現代に生きる私たちが直面している大きな課題です。水質は自然現象からだけでなく人間活動からの影響も受けます。水質は、物理的特性、化学的特性、生物学的特性を含む水の特性として説明されます。VOC は水質の重要な化学的指標の 1 つです。蒸気圧が高く水溶性が低い有機化合物を指します。多くの VOC は、産業での投棄、漏出、流出を介して水域に入り込みます。また、一部の VOC は消毒処理の副産物で、水から蒸発しやすいものです。この蒸発はヘッドスペースの動作原理と合致しています。水から VOC を抽出して GC やガスクロマトグラフィー / 質量分析計 (GC/MSD) に導入し、同定および定量するために、ヘッドスペース技術は理想的な手法となります。パーミアントラップ (P&T) は、もう 1 つの普及している水分析用 VOC 導入技術です。P&T では水サンプルから VOC を強制的に追い出し、濃縮して分析します。P&T はより徹底的な VOC 抽出を提供し、ヘッドスペース技術と比べてより高い感度を実現します。しかし、P&T の構造はより複雑で、機器の使用およびメンテナンスには一層の注意と専門知識が要求されます。<sup>1</sup> 一方、ヘッドスペースサンプリングは使用およびメンテナンスがかなり容易です。中国および欧州では、水中の VOC の分析にはヘッドスペースサンプリングが広く適用されています。<sup>2,3</sup>

8697 ヘッドスペースサンプリングは第二世代のアジレントのヘッドスペース製品です。8697 および 8697-XL トレイの 2 つのモデルがあり、主な違いはサンプルスルーポート (48 バイアル対 120 バイアル) およびバイアル冷却機能です。両モデルともインテリジェントプラットフォーム上で開発されています。ユーザーメンテナンス、ガス供給圧力のチェック、トランスファーラインの抵抗およびリークテストなど、複数のスマート機能に容易にアクセスし、実行できるようになりました。これらのインテリジェントなメンテナンスおよび診断テストは、ヘッドスペース使用時にお客様が直面する代表的な問題や解決しにくい課題の調査と分析に基づいてデザインされたものです。これらのテストから、ユーザーは機器のステータスを知り、不具合のある部分を迅速かつ正確に特定し、すばやくかつ効果的に機器をメンテナンスできます。

本アプリケーションノートでは、8697-XL トレイを 8860 GC および 5977B MSD システムと組み合わせて使用し、中国の HJ810-2016 メソッドに従って水中の VOC 分析を実施しました。<sup>4</sup> システムの性能は、再現性、直線性、検出下限 (LOD)、定量下限 (LOQ)、メソッドの回収率により評価しました。

## 実験方法

### 試薬および標準試料の調製

すべての試薬および標準試料は Alta Scientific Co. Ltd. から購入しました。これらの化学物質には、1,000 mg/L の VOC 混合溶液 (メタノール溶液)、1,000 mg/L のフルオロベンゼン、1,4-ジクロロベンゼン-d<sub>4</sub> の内部標準液 (IS) (メタノール溶液)、および塩化ナトリウム (分析グレード) が含まれていました。

### VOC 希釈標準溶液

VOC 原液をメタノールで 100 および 10 mg/L に希釈しました。また、後の使用に備えて、IS の原液をメタノールで 200 mg/L および 25 mg/L に希釈しました。

### 標準液および水サンプルの調製

まず、4 g の NaCl 塩を計量して 20 mL ヘッドスペースバイアルに入れ、その後に 10 mL の脱イオン水を加えました。VOC 標準液と IS 希釈標準溶液を塩溶液にスパイクした後、すぐにバイアルにキャップをして 10 秒から 20 秒強くボルテックスしました。

MSD スキャンモードで分析する標準液を、200 µg/L の内部標準を用いて、約 10、20、40、100、200、400 µg/L の 6 つの濃度に調製しました。選択イオンモニタリング (SIM) モード分析用に、20 µg/L の IS を用いて 1 ~ 40 µg/L の範囲 (すなわち、1、2、4、10、20、40 µg/L) の標準液を調製しました。キャリブレーションの各セットで、再現性テスト用に、3 つの異なる検量線レベルでの 6 回繰り返し分析を準備しました。スキャンおよび SIM モードでの LOQ 評価には、4 および 0.5 µg/L の標準液の 8 回繰り返し分析を使用しました。

HJ810-2016 に記載されたサンプルの収集および調製の手順に従って、水サンプルを地域の湖から収集して調製しました。回収試験用に、実際の水サンプルに中濃度および高濃度でスパイクしました。

## 機器および分析条件

分析では、8697 -XL トレイを 8860/5977B GC/MSD システムと組み合わせました (図 1)。6 mm のドロアアウトレンズを付けたエクストラクタイオン源を使用しました。VOC 分離のために、Agilent J&W DB-624 GC カラム (60 m × 250 μm, 1.4 μm) を使用しました。

表 1 に、ヘッドスペースおよび GC/MSD のパラメータを示します。今回の実験は HJ810-2016 に準拠しており、結果は以降の各図で示します。

データ採取には、GC/MS システム用 Agilent MassHunter Acquisition ソフトウェアバージョン 10.0 を使用しました。データ解析には、MassHunter Qualitative Analysis バージョン 10.0 ソフトウェアと MassHunter Quantitative Analysis バージョン 10.0 ソフトウェアを使用しました。スキャンメソッドと SIM メソッドの定量は、同じターゲットイオンセットを基にしました。

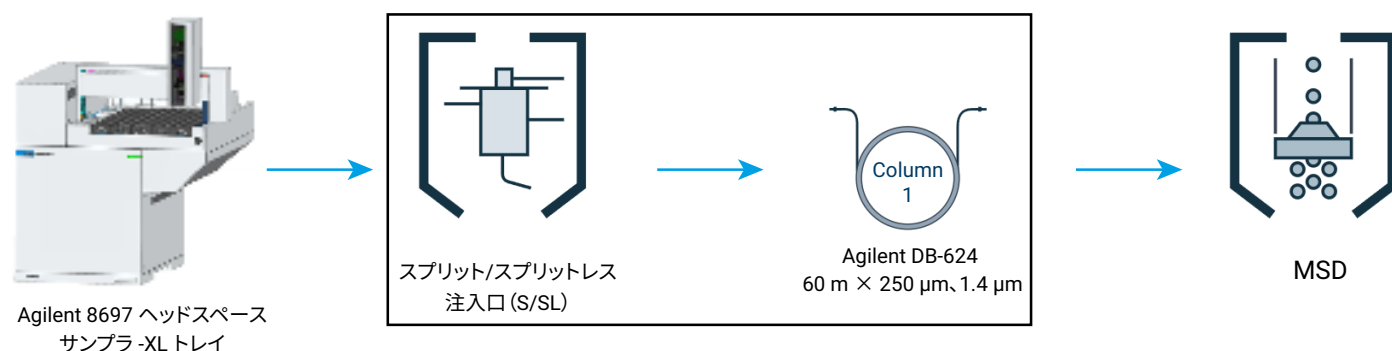


図 1. Agilent 8697 -XL トレイと Agilent 8860/5977B GC/MSD システムのシステム概略図

表 1. Agilent 8697 -XL トレイと Agilent 8860/5977B GC/MSD システムの分析条件

Agilent 8860 GC および不活性エクストラクタイオン源付き 5977B MSD システム	
パラメータ	設定値
注入口温度	250 °C
ライナ	不活性化された石英製ライナ、スプリットレス、内径 2 mm (p/n 5181-8818)
キャリアガス	ヘリウム
カラム流量	定流量モード、1.2 mL/min
スプリット比	5:1
オープンプログラム	40 °C (2 分間)、5 °C /min で 120 °C まで昇温 (3 分間)、その後 10 °C /min で 230 °C まで昇温 (4 分間)
カラム	Agilent J&W DB-624 GC カラム、60 m × 0.25 mm, 1.4 μm (p/n 121-1364)
MSD トランスファーライン	250 °C
MS イオン源	280 °C
MS 四重極	150 °C
スキャン範囲	35 ~ 350 Da
SIM メソッドでのイオンのドウェルタイム	20 ms
ゲイン係数	0.4
ドロアアウトプレート	6 mm、不活性 (p/n G2589-20045)

Agilent 8697 ヘッドスペースサンプラ -XL トレイ	
パラメータ	設定値
8697 ループサイズ	1 mL
バイアル加圧ガス	N <sub>2</sub>
HS オープン温度	65 °C
HS ループ温度	80 °C
HS トランスファーライン温度	120 °C
バイアル平衡化時間	40 分間
バイアルサイズ	20 mL、PTFE/シリコンセプタム (p/n 8010-0413)
バイアル攪拌	レベル 7、加速度 530 cm/s <sup>2</sup> で 136 回/min
バイアル充填モード	デフォルト
バイアル充填圧力	15 psi
ループ充填モード	カスタム
ループ昇圧速度	20 psi/min
ループ最終圧力	3 psi
ループ平衡化時間	0.1 分間
キャリアコントロールモード	GC キャリアコントロール
抽出後のバント	オン

## 結果と考察

### ユーザーバイアルリークテスト

バイアルリークは、レスポンスの再現性を低下させます。リークがまったくないバイアルは存在しません。バイアルのリークレートの適切なレベルでの制御は、高精度な結果を得るためにきわめて重要です。8697 ヘッドスペースサンブラは、キャップを付けた 5 個のバイアルのバイアルリークテストを自動で実施できます。また、統計結果に基づいて許容可能なリークレートスレッショールドを推奨します。その後、推奨されたスレッショールドをテストメソッドで設定し、分析でのリアルタイムのシステムリークチェックに使用できます。リークチェックに合格すると、バイアルシーリングは有効です。リークチェックで不合格になると、中止、継続、またはスキップを含む設定済み操作が、テストバイアルで自動的に実行されます。中止またはスキップが実行された場合、サンプルは保存され、リークの問題が解消された後に分析されます。バイアルリークテストでは、分析精度を保証してリークチェックでの不合格のリスクを低減する、特定のアプリケーション条件での適切なリークスレッショールドを見つけることができます。このテストは、テスト結果が良好な場合でもリークテスト不合格が表示されることに不満を持っていたコンプライアンスラボにとって

は重要です。不適切に設定されたリークレートスレッショールドが原因でリークテスト不合格のメッセージがポップアップ表示された場合は、コンプライアンスを確保するため、トラブルシューティングに時間を要することになります。バイアルリークテスト機能を使えば、このようなケースは大幅に低減できます。

今回の作業では、5 個のキャップ付き 40 µg/L 標準液サンプルを表 1 に示した分析条件でテストしました。5 個のサンプルのレスポンスおよび精度は分析要件に適合しました。その後、8860 GC ブラウザユーザーインターフェースからユーザーバイアルリークテストを起動することで、別のキャップ付きの 5 個のサンプルセットに対してユーザーバイアルテストを自動的に実行しました。

テストの終了時、リークレートスレッショールドとして 0.2 mL/min が推奨されました。この推奨値を分析メソッドに保存しました。後続の分析はこのリークレートスレッショールドを用いて実行しました。リークテスト不合格のポップアップメッセージが表示されることはなく、満足のいく結果が得られました。

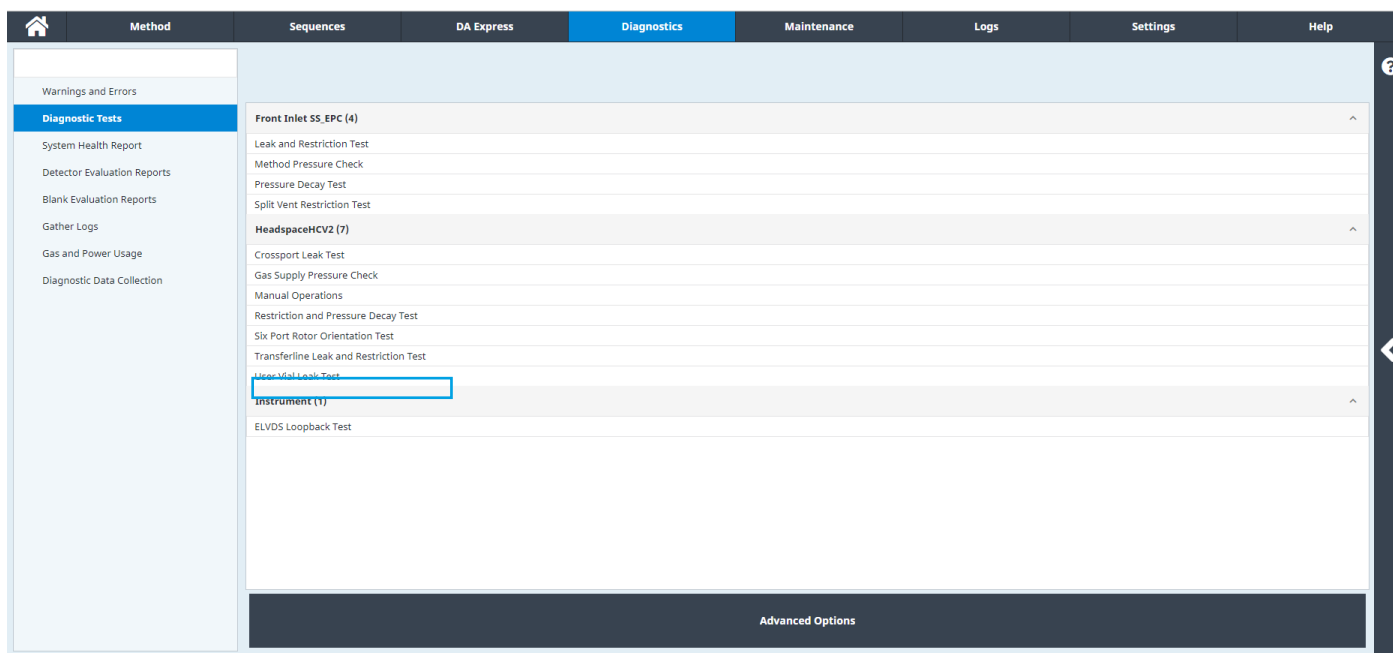


図 2. ブラウザユーザーインターフェースから開始されるユーザーバイアルリークテスト

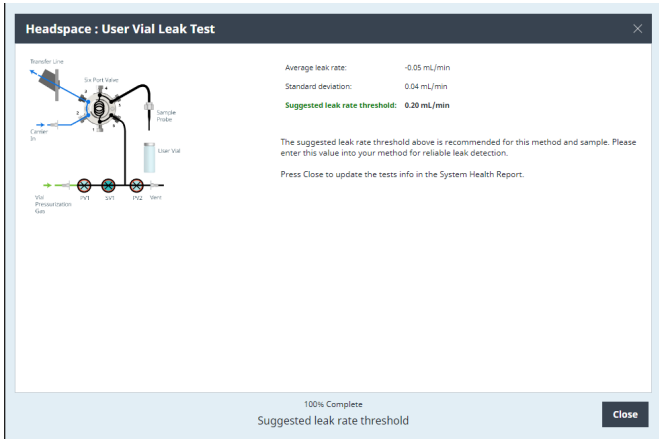


図 3. ユーザーバイアルリークテストによって推奨されたリークレートスレッショルド

表 2. MSD Etune 結果の適合性評価

ターゲット 質量	基準質量	下限 %	上限 %	Rel. Abn. (%)	Raw Abn.	合格/不合格
95	95	100	100	100.0	10603	合格
96	95	5	9	5.8	617	合格
173	174	0	2	0.0	0	合格
174	95	50	100	74.8	7936	合格
175	174	5	9	7.0	553	合格
176	174	95	105	95.1	7550	合格
177	176	5	10	6.2	466	合格

HJ810-2016 に記載されているように、MSD のスキャンモードは、水の VOC 分析のための主要な検出モードです。感度がターゲットVOC の検出に十分でない場合は、SIM モードベースの検出を使用します。今回は、性能評価全体を、2つの標準液セットに基づく2つのMSDモードで実行しました。

### 質量分析計 (MSD) の性能評価

HJ810-2016 では、実際のサンプルの各バッチを分析する前に、MS データの妥当性および信頼性を確保するため、MSD の性能をチェックする必要があります。Etune メソッドを選択することで、MSD は自動的にチューニングされました。その後、20  $\mu\text{L}$  の 25  $\mu\text{g/mL}$  BFB サンプルを 10 mL の VOC フリーの水にスパイクし、キャップをして分析しました。表 2 に、BFB のチューニング評価結果を示します。

### スキャン結果

図 4 に、40  $\mu\text{g/L}$  標準液のトータルイオンクロマトグラム (TIC) を示します。大半の化合物でベースライン分離が得られました。化合物の 6 つのペアが共溶出しました。付録の表 A1 に、上付き文字でラベルを付けています。これらの共溶出された化合物を、その固有の定性イオンと定量イオンによって同定し定量しました。ピークの同定を溶出順序で表 A1 に示します。

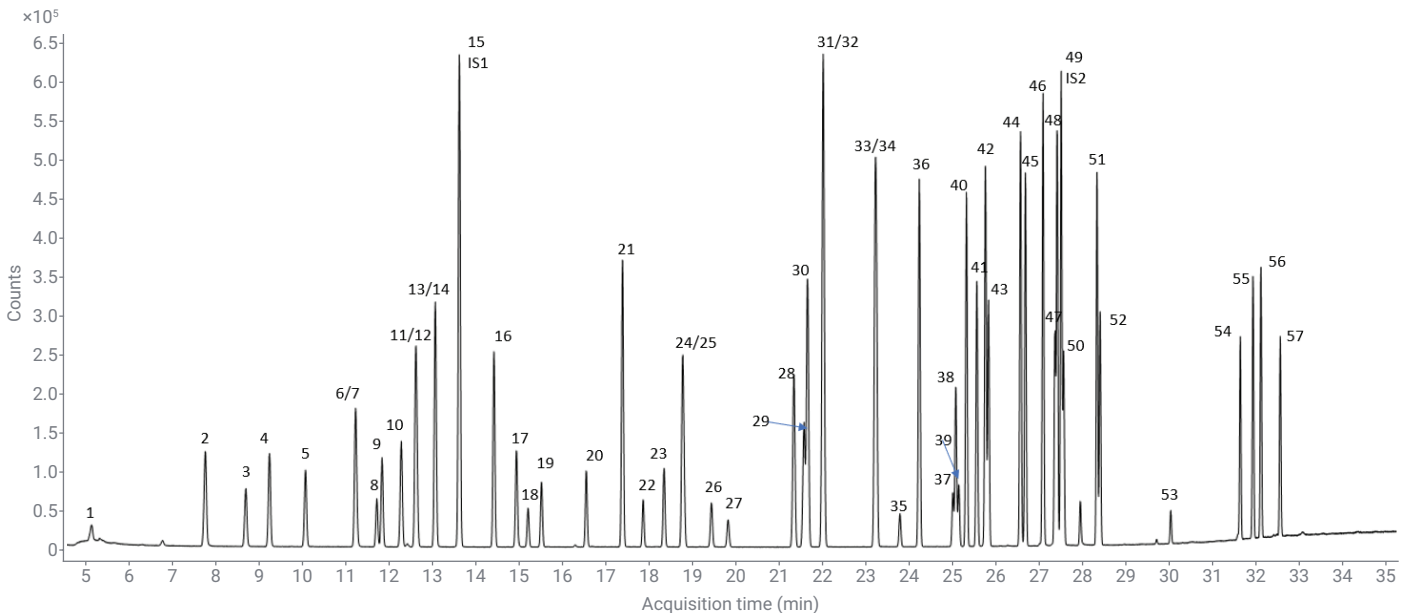


図 4. スキャンモードで得られた 40  $\mu\text{g/L}$  VOC 標準液のトータルイオンクロマトグラム

システムの再現性は、成分の絶対レスポンスに基づいて評価しました。各化合物の定量は、ターゲットイオンの抽出イオンクロマトグラム (EIC) に基づいています (表 A1 を参照)。10、40、200 µg/L キャリブレーションの 6 回繰り返し分析を実行しました。55 種類の VOC の平均レスポンス %RSD は 1.8 % で、0.8 ~ 6.2 % の範囲でした (図 5)。3 つの検量線レ

ベルにおける 200 µg/L のフルオロベンゼン (IS1) と 1,4-ジクロロベンゼン-d<sub>4</sub> (IS2) の平均レスポンス RSD % は、1.5 % と 2.9 % でした。この再現性性能から、優れたサンプリングおよび検出精度が実証されました。

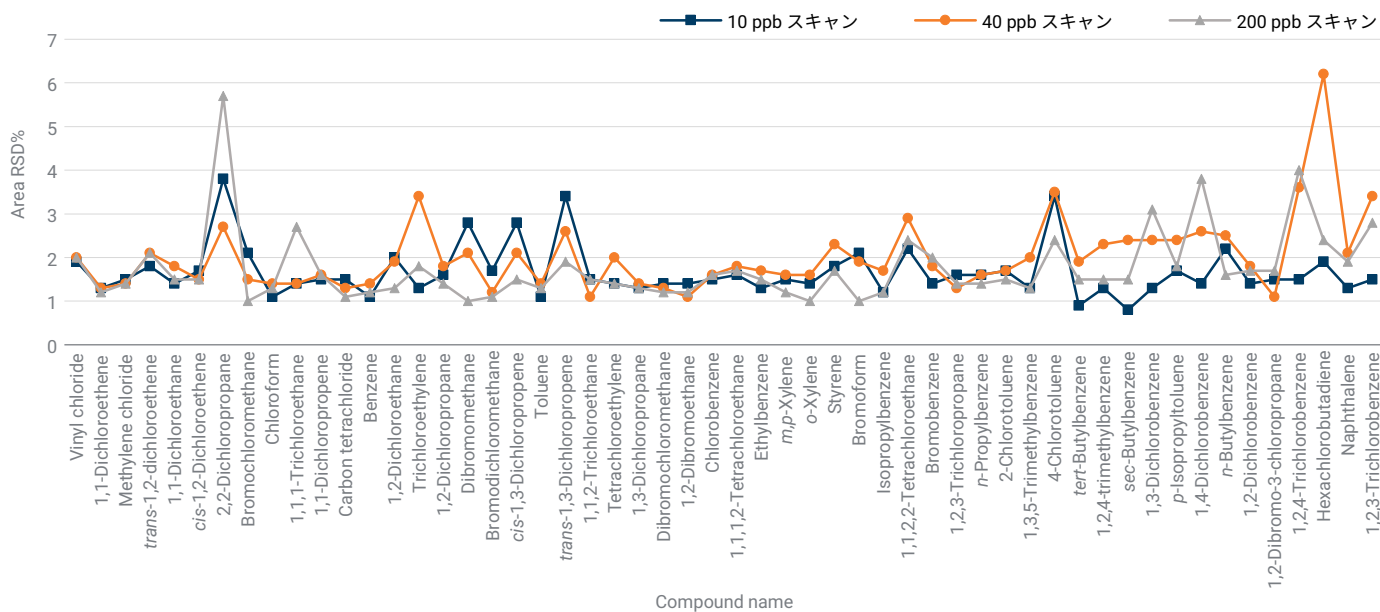


図 5. スキャンモードでの、異なる濃度レベルの 55 種類の VOC の面積 %RSD

直線性は、テスト対象の濃度範囲 10 ~ 400 µg/L での内部標準に対する各成分の相対レスポンスに基づいて評価しました。ターゲット成分の相関係数  $R^2$  は 0.9947 ~ 0.9999 で、その平均は 0.9990 でした。この中で、2,2-ジクロロプロパンのみが、その  $R^2$  が 0.9950 未満でした。直線性能は HJ810-2016 要件の  $R^2 \geq 0.990$  を満たしました。図 6 に、代表的な 4 つの化合物の直線性のプロットを示します。各成分の相対レスポンス係数 (RRF) の %RSD も 6 つの検量線レベルで計算しました。RRF %RSD の範囲は 0.98 ~ 12.7%、平均は 5.2 % で、HJ810-2016 の RRF %RSD スレッショールドの 20 % 内でした (各 RRF %RSD 結果は表 A1 を参照)。

55 種類のターゲット VOC の MDL は、式 1 に示す計算式を 4 µg/L 標準液の 8 回のトライアル分析に適用することで計算しました。MDL の範囲は 0.132 ~ 1.105 µg/L (実際の水サンプルでは µg/kg に相当) でした。LOQ は 0.44 ~ 3.68 µg/L でした。

**式 1. MDL の計算式**

$$MDL = S \times t \quad (n - 1, 1 - \alpha = 99)$$

n : 分析回数 (n = 8)

s : n 回の分析の標準偏差

t : 自由度 n - 1 で信頼度 99 % の場合の t の値 (ここでは n = 8、t = 2.998)

メソッド回収率は、40 および 100 µg/L でスパイクした湖の水サンプルで評価しました。40 µg/L でスパイクしたサンプルの回収率は 90.8 ~ 122.3 % で、100 µg/L でスパイクしたサンプルの場合は 90.9 ~ 105.7 % でした。回収性能は、HJ810-2016 メソッドで示されている参照回収率の結果と同等でした。

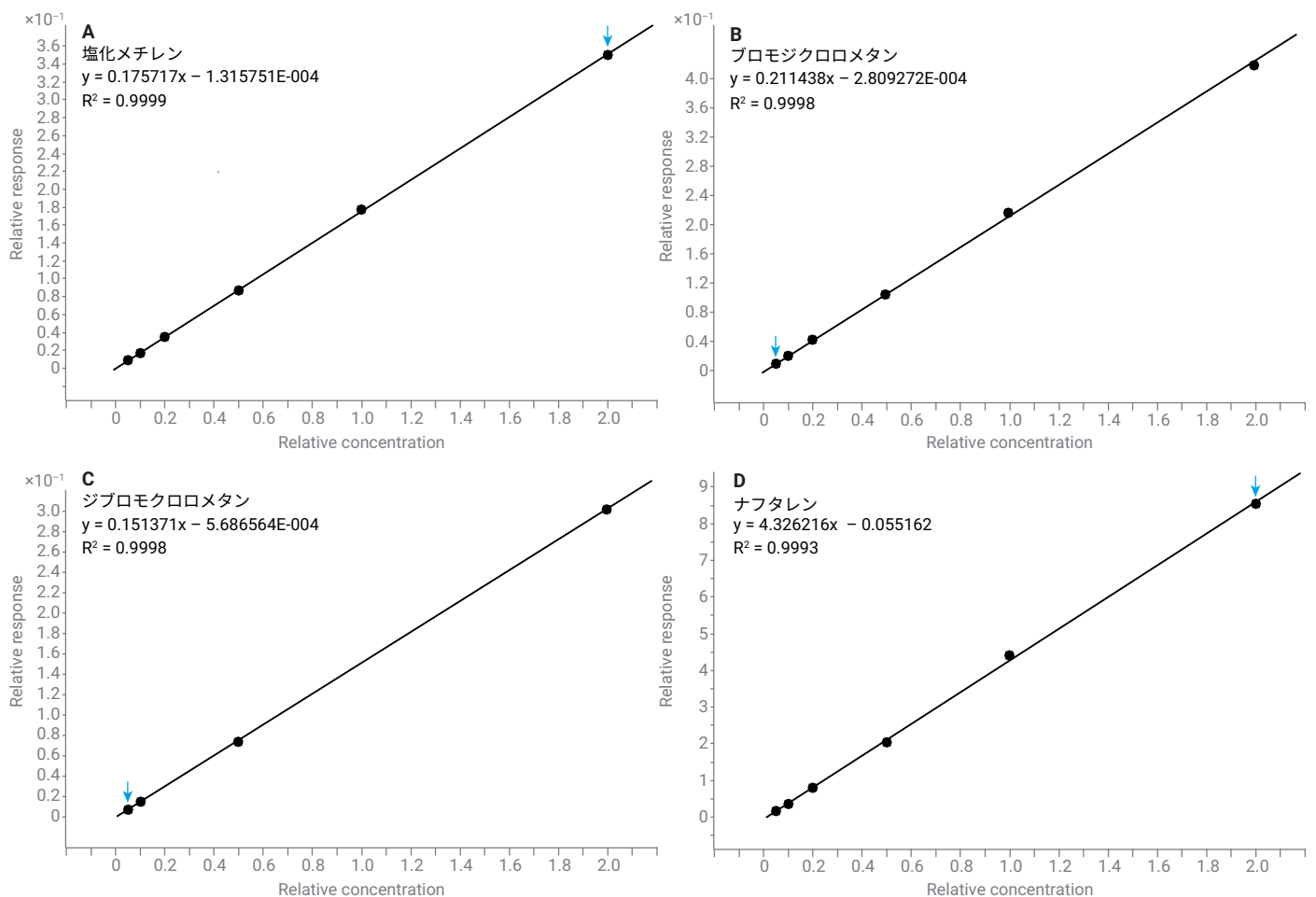


図 6. スキャンモード (10 ~ 400 µg/L) での、クロマトグラムの早期、中期、および後期に溶出する 4 種類の化合物の線形検量線、CF 重み付け: 1/x。  
 化合物: (A) 塩化メチル  $R^2$  0.9999、(B) プロモジクロロメタン  $R^2$  0.9998、(C) クロロジプロモメタン  $R^2$  0.9998、(D) ナフタレン  $R^2$  0.9993

## SIM 結果

シングルイオンモニタリング (SIM) 検出によって得られたレスポンス再現性を評価するために、4、10、40 µg/L キャリブレーションの 6 回繰り返し分析を行いました。各化合物の定量は、付録の表 A2 に示されている定量イオンに基づきます。55 種類の VOC のレスポンス %RSD は 0.6 ~ 4.8% の範囲内でした (図 8)。3 つの検量線レベルにおける 20 µg/L のフルオロベンゼン (IS1) と 1,4-ジクロロベンゼン-d<sub>4</sub> (IS2) の平均レスポンス %RSD は、それぞれ 2.3 % と 3.8 % でした。

表 A2 に、SIM モードの検量線の結果を示します。SIM では 1 ~ 40 µg/L の範囲のすべての化合物で、平均 R<sup>2</sup> が 0.9996 の優れた検量線の直線性が得られました。55 種類の成分の平均相対レスポンス係数 (RRF) %RSD は 0.86 ~ 17.15 %、その平均は 5.5 % で、HJ810-2016 メソッドで規定する 20 % のスレッショールド内でした。

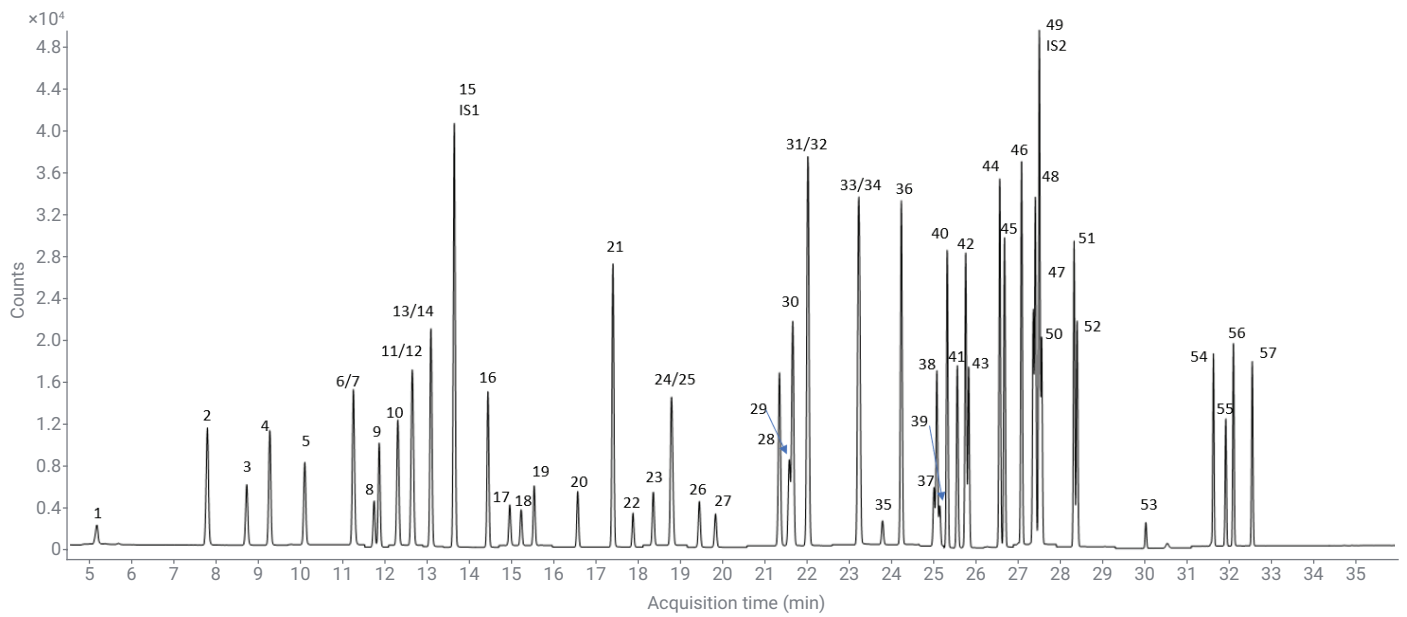


図 7. SIM モードで得られた 4 µg/L VOC 標準液のトータルイオンクロマトグラム

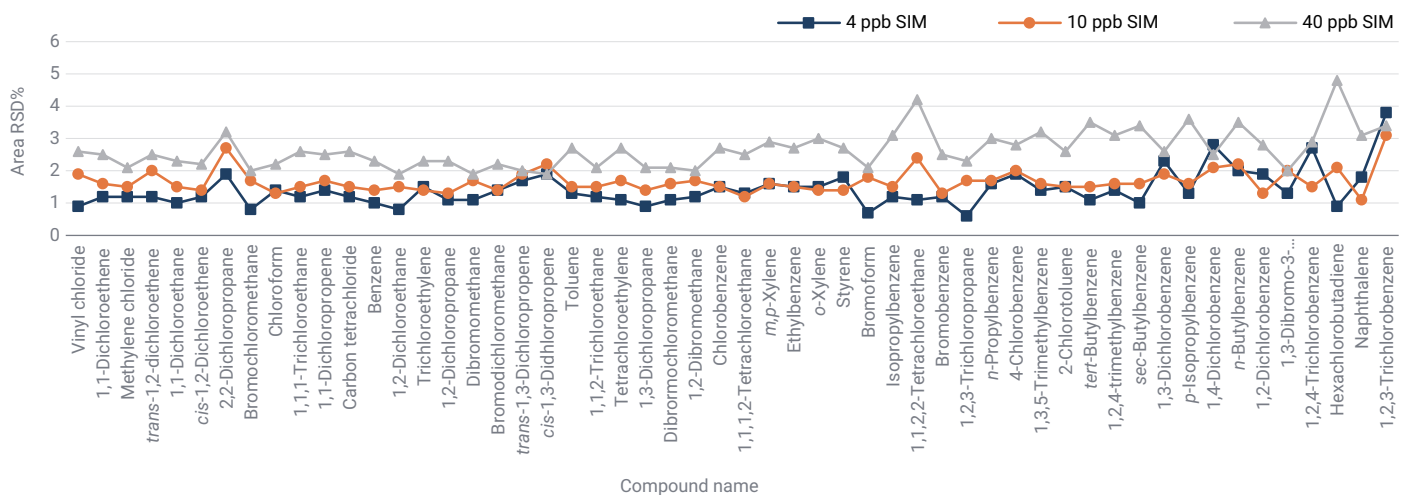


図 8. SIM モードにおける 55 種類の VOC の 4、10、40 µg/L での絶対レスポンス精度



SIM モードの MDL は、0.5 µg/L 標準液の 8 回繰り返し分析を基に計算しました。MDL の範囲は 0.007 ~ 0.073 µg/L (実際の水サンプルでは µg/kg に相当) でした。LOQ の範囲は 0.0229 ~ 0.243 µg/L で、HJ810-2016 要件を大幅に超える良好な値でした。

SIM メソッドの回収率も、2 つの濃度レベルでスパイクした地域の湖の水サンプルによってテストしました。回収率は、20 µg/L のスパイクサンプルでは 93.6 ~ 113.5 %、4 µg/L のスパイクサンプルでは 90.5 ~ 110.3 % でした。

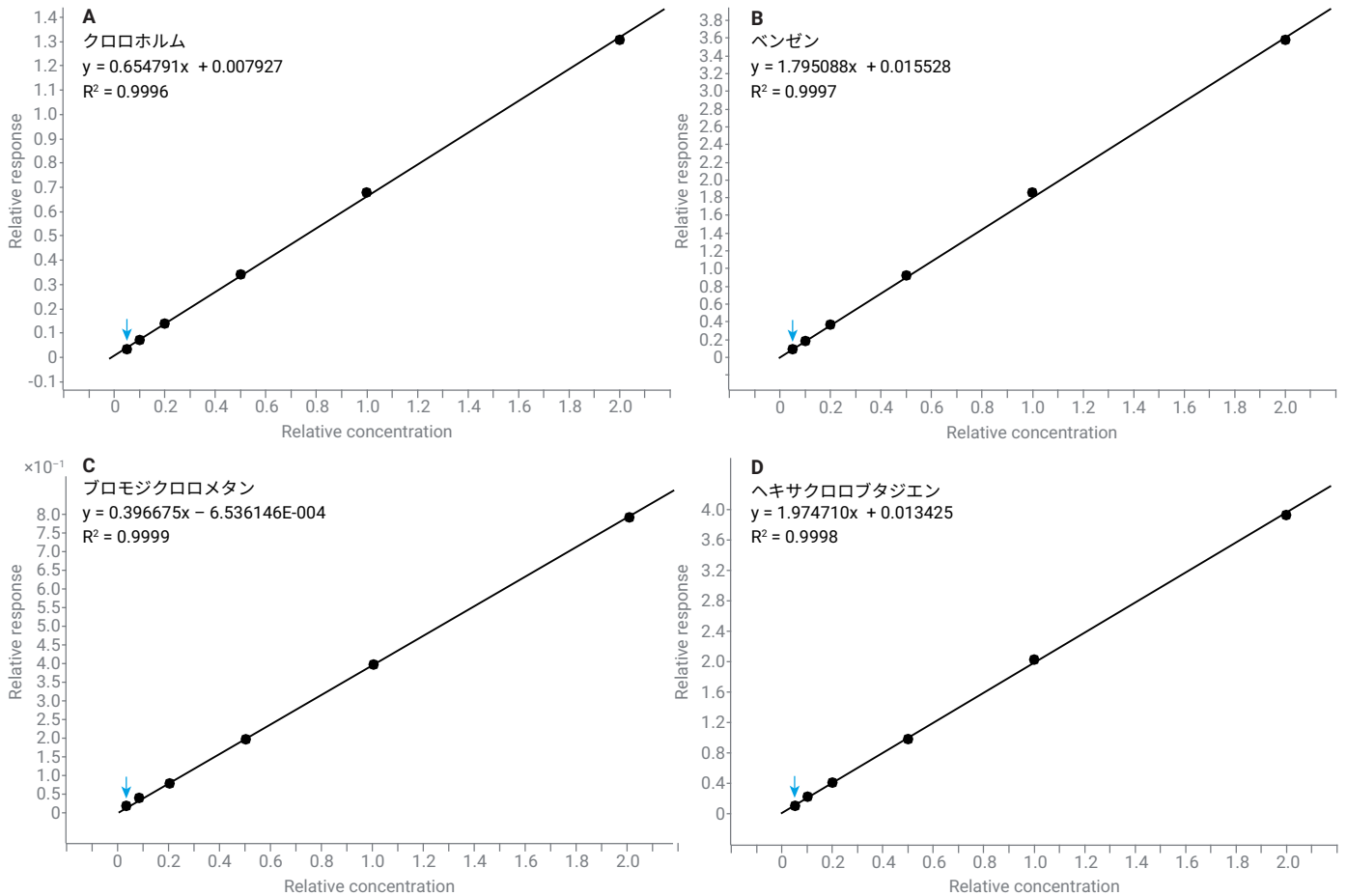


図 9. SIM モードでの 4 つの代表的な化合物の線形検量線 (1 ~ 40 µg/L)、CF 重み付け：なし。化合物：(A) クロロホルム  $R^2$  0.9996、(B) ベンゼン  $R^2$  0.9997、(C) プロモジクロロメタン  $R^2$  0.9999、(D) ヘキサクロブタジエン  $R^2$  0.9998

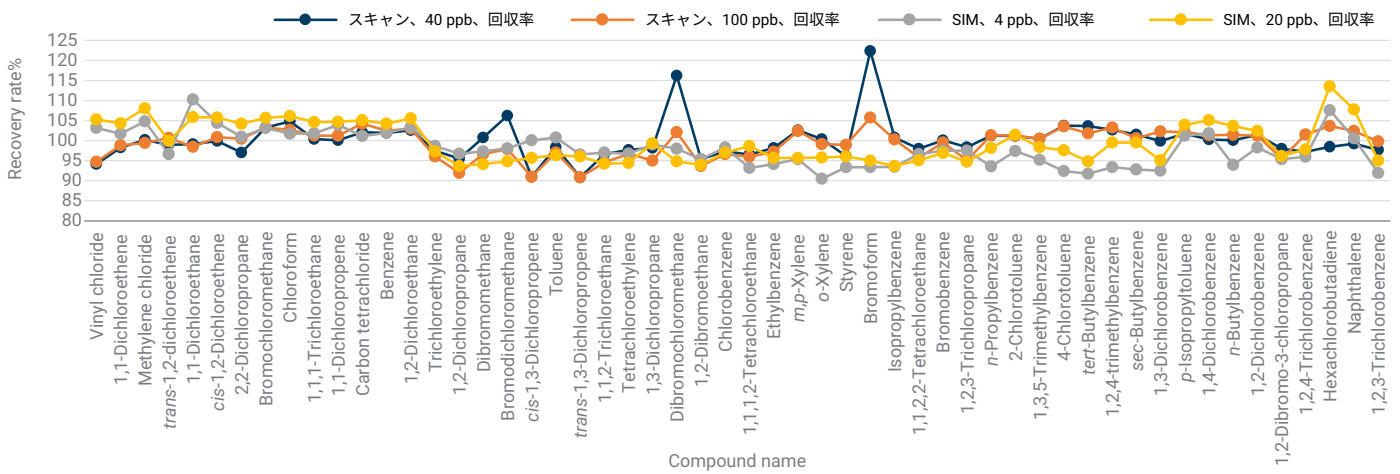


図 10. スキャンおよび SIM ベースメソッドの回収性能

## 結論

このアプリケーションノートでは、HJ810-2016 規格に基づいて、水中の VOC を分析するための 8697-XL トレイと 8860/5977B GC/MSD システムを組み合わせたシステムの性能を評価しました。MSD のスキャンモードと SIM モードで得られたレスポンス精度は 0.6 ~ 6.2 % の範囲で、ヘッドスペースサンプリングと GC/MSD 検出の優れた再現性が示されました。すべてのターゲット化合物の直線性はテスト濃度範囲内で、HJ810 要件の直線回帰係数  $R^2$  ( $\geq 0.99$ ) を上回りました。2 つの MSD 検出モードでのすべてのターゲット化合物の平均 RRF %RSD は、HJ810-2016 メソッドで規定されている 20 % のスレッショールド以下でした。MSD のスキャンモードと SIM モードで得られた LOQ はそれぞれ 0.44 ~ 3.68  $\mu\text{g/L}$  と 0.0228 ~ 0.243  $\mu\text{g/L}$  で、HJ810-2016 規格のリファレンス LOQ よりも大幅に優れていました。スパイクされた地域の湖の水サンプルの回収率は 90 ~ 125 % の範囲でした。すべてのテスト結果から、8697-XL トレイを使用して、効果的かつ高い再現性で水マトリックスから VOC を抽出して GC/MSD システムに導入し、信頼性の高い同定と、高い信頼度での高精度な定量が得られることが証明されました。

## 参考文献

1. Szelewski, M. Environmental Volatiles using an Agilent 7697A Headspace Sampler, an Agilent 7890B GC and an Agilent 5977A series GC/MSD. *Agilent Technologies application note*, publication number 5991-2108EN, **2013**.
2. Quimby, B. D.; Andrianova, A. A. 水素キャリアガスと HydroInert イオン源を用いたヘッドスペース GC/MSD による飲料水中の揮発性有機化合物の分析. *Agilent Technologies application note*, publication number 5994-4963JAJ, **2022**.
3. Rothweiler, B. Analysis of Volatile Organic Compounds in Environmental Waters Using the Agilent 7697A Headspace and 7890B/5977A GC/MS, *Agilent Technologies application note*, publication number 5991-3927EN, **2014**.
4. Water quality—Determination of Volatile Organic Compounds—Headspace/Gas Chromatography Mass Spectrometry, HJ 810-2016, published by Ministry of Ecology and Environment of the People's Republic of China. 2016-10-01.

## 付録

表 A1. スキャンベースメソッドの RT、直線性、LOD、LOQ (共溶出した化合物は同じ上付き文字でラベルを付けています)。

ピーク 番号	名前	RT	CF R <sup>2</sup>	CF 式	平均RRF RSD	LOD (µg/L)	LOQ (µg/L)	EIC の定量イオン	IS
1	塩化ビニル	5.135	0.9999	$y = 0.126972x + 3.503640E-004$	1.42	0.325	1.083	62	IS1
2	1,1-ジクロロエテン	7.760	1.0000	$y = 0.287535x - 6.883461E-004$	1.77	0.378	1.260	96	
3	塩化メチレン	8.695	0.9999	$y = 0.175717x - 1.315751E-004$	1.07	0.288	0.959	84	
4	<i>trans</i> -1,2-ジクロロエテン	9.238	1.0000	$y = 0.290481x - 4.032902E-004$	1.28	0.366	1.219	96	
5	1,1-ジクロロエタン	10.069	0.9997	$y = 0.370494x + 0.001974$	2.70	0.355	1.184	63	
6	<i>cis</i> -1,2-ジクロロエテン <sup>1</sup>	11.215	1.0000	$y = 0.262305x - 5.676062E-004$	1.78	0.320	1.068	96	
7	2,2-ジクロロプロパン <sup>1</sup>	11.237	0.9947	$y = 0.229538x + 2.058373E-005$	7.79	1.012	3.372	77	
8	ブromoclorometan	11.713	0.9998	$y = 0.108911x + 1.088656E-004$	1.42	0.598	1.993	128	
9	クロロホルム	11.827	0.9997	$y = 0.351395x + 7.031272E-004$	1.23	0.306	1.020	83	
10	1,1,1-トリクロロエタン	12.278	0.9998	$y = 0.349041x + 4.844261E-004$	0.98	0.278	0.926	97	
11	1,1-ジクロロプロペン <sup>2</sup>	12.603	0.9994	$y = 0.354595x - 1.713302E-005$	2.41	0.215	0.717	75	
12	四塩化炭素 <sup>2</sup>	12.629	0.9993	$y = 0.317708x + 7.545995E-004$	2.15	0.395	1.317	117	
13	ベンゼン <sup>3</sup>	13.056	0.9989	$y = 0.975904x + 0.004011$	2.53	0.258	0.860	78	
14	1,2-ジクロロエタン <sup>3</sup>	13.064	0.9979	$y = 0.119321x + 0.001719$	6.86	0.444	1.481	62	
15	フルオロベンゼン (IS1)	13.613						96	
16	トリクロロエチレン	14.409	0.9997	$y = 0.332354x + 7.836946E-004$	1.47	0.582	1.940	95	IS1
17	1,2-ジクロロプロパン	14.926	0.9998	$y = 0.207195x + 7.853720E-004$	2.10	0.261	0.870	63	
18	ジプロモメタン	15.193	0.9999	$y = 0.080913x - 2.946909E-004$	3.15	0.949	3.163	93	
19	ブromodichlorometan	15.508	0.9998	$y = 0.211438x - 2.809272E-004$	1.41	0.318	1.060	83	
20	<i>cis</i> -1,3-ジクロロプロペン	16.539	0.9990	$y = 0.271367x - 0.003129$	6.91	0.644	2.146	75	
21	トルエン	17.372	0.9987	$y = 1.218899x - 6.724743E-004$	4.40	0.209	0.698	91	
22	<i>trans</i> -1,3-ジクロロプロペン	17.849	0.9991	$y = 0.171387x - 0.001696$	6.17	0.877	2.924	75	
23	1,1,2-トリクロロエタン	18.333	0.9998	$y = 0.148842x - 4.405210E-005$	1.83	0.447	1.491	83	
24	テトラクロロエチレン <sup>4</sup>	18.758	0.9998	$y = 0.375692x + 7.865872E-004$	1.41	0.534	1.778	166	
25	1,3-ジクロロプロパン <sup>4</sup>	18.788	0.9994	$y = 0.213894x + 4.938890E-004$	1.94	0.235	0.782	76	
26	ジブromoclorometan	19.427	0.9998	$y = 0.151371x - 5.686564E-004$	2.75	0.341	1.137	129	
27	1,2-ジブromometan	19.805	0.9996	$y = 0.118271x - 7.610758E-004$	4.17	0.318	1.060	107	

ピーク番号	名前	RT	CF R <sup>2</sup>	CF 式	平均 RRF RSD	LOD (µg/L)	LOQ (µg/L)	EIC の定量イオン	IS	
28	クロロベンゼン	21.322	0.9992	y = 3.361692x - 0.050788	9.43	0.396	1.320	112	IS2	
29	1,1,1,2-テトラクロロエタン	21.561	0.9988	y = 1.031673x - 0.016123	9.48	0.638	2.128	131		
30	エチルベンゼン	21.642	0.9997	y = 5.796045x - 0.095480	12.66	0.323	1.076	91		
31/32	m,p-キシレン <sup>5</sup>	22.000	0.9982	y = 8.881587x - 0.028249	7.06	0.353	1.176	106		
33	o-キシレン <sup>6</sup>	23.198	0.9995	y = 4.482819x - 0.052524	9.89	0.407	1.355	106		
34	スチレン <sup>6</sup>	23.227	0.9995	y = 3.494952x - 0.046133	11.34	0.318	1.061	104		
35	ブロモホルム	23.766	0.9981	y = 0.372236x - 0.006807	11.25	0.771	2.570	173		
36	イソプロピルベンゼン	24.215	0.9996	y = 6.061658x - 0.076808	10.45	0.510	1.700	105		
37	1,1,2,2-テトラクロロエタン	24.986	0.9985	y = 0.890392x - 0.012181	8.16	0.719	2.397	83		
38	プロモベンゼン	25.050	0.9993	y = 1.281626x - 0.012817	5.72	0.466	1.555	156		
39	1,2,3-トリクロロプロパン	25.125	0.9990	y = 0.591367x - 0.004143	4.42	0.520	1.733	75		
40	n-プロピルベンゼン	25.303	0.9992	y = 6.827220x - 0.067985	10.01	0.419	1.395	91		
41	2-クロロトルエン	25.540	1.0000	y = 1.500561x - 0.012329	6.49	0.298	0.992	91		
42	1,3,5-トリメチルベンゼン	25.740	0.9997	y = 2.688176x - 0.028858	9.49	0.464	1.546	105		
43	4-クロロトルエン	25.809	0.9989	y = 4.029700x - 0.004739	4.80	1.035	3.450	91		
44	tert-ブチルベンゼン	26.548	0.9997	y = 4.668966x - 0.049583	9.40	0.465	1.550	119		
45	1,2,4-トリメチルベンゼン	26.658	0.9987	y = 5.240525x - 0.017612	6.62	0.439	1.464	105		
46	sec-ブチルベンゼン	27.065	0.9999	y = 1.477040x - 0.013188	7.16	0.583	1.942	105		
47	1,3-ジクロロベンゼン	27.344	1.0000	y = 2.640657x - 0.003993	1.50	0.506	1.687	146		
48	p-イソプロピルトルエン	27.393	0.9997	y = 1.603523x - 0.010740	6.78	0.612	2.041	119		
49	1,4-ジクロロベンゼン-d4 (IS2)	27.485						115		
50	1,4-ジクロロベンゼン	27.542	1.0000	y = 2.442603x + 0.007424	2.19	0.302	1.006	146		IS2
51	n-ブチルベンゼン	28.310	0.9999	y = 1.549466x - 0.013981	6.34	0.678	2.259	91		
52	1,2-ジクロロベンゼン	28.379	0.9999	y = 2.374979x + 0.003092	1.75	0.586	1.955	146		
53	1,2-ジブromo-3-クロロプロパン	30.012	0.9971	y = 0.185372x - 0.002942	9.57	0.704	2.346	157		
54	1,2,4-トリクロロベンゼン	31.613	0.9990	y = 1.919704x - 0.016428	4.64	0.526	1.754	180		
55	ヘキサクロロブタジエン	31.909	0.9970	y = 0.714420x - 0.011222	8.84	0.800	2.666	225		
56	ナフタレン	32.093	0.9993	y = 4.326216x - 0.055162	9.10	0.282	0.939	128		
57	1,2,3-トリクロロベンゼン	32.538	0.9990	y = 1.680303x - 0.011443	3.79	0.405	1.349	180		

表 A2. SIM ベースメソッドの RT、直線性、LOD、LOQ

ピーク番号	名前	RT	CF R <sup>2</sup>	CF 式	平均 RRF %RSD	LOD (µg/L)	LOQ (µg/L)	定量 (m/z)	定性 (m/z)	IS
1	塩化ビニル	5.133	0.9999	y = 0.281442x - 2.687199E-004	1.54	0.0366	0.1221	62	64	IS1
2	1,1-ジクロロエテン	7.754	0.9998	y = 0.648000x + 0.002310	1.29	0.0139	0.0464	96	61.63	
3	塩化メチレン	8.689	0.9999	y = 0.342324x + 0.002340	2.92	0.0164	0.0547	84	86.49	
4	trans-1,2-ジクロロエテン	9.238	0.9994	y = 0.609515x + 0.007889	2.66	0.0156	0.052	96	61.98	
5	1,1-ジクロロエタン	10.067	0.9995	y = 0.723088x + 0.008328	2.31	0.0105	0.0352	63	65.83	
6	cis-1,2-ジクロロエテン <sup>1</sup>	11.217	0.9997	y = 0.535136x + 0.004580	1.92	0.0069	0.0229	96	61.98	
7	2,2-ジクロロプロパン <sup>1</sup>	11.235	1.0000	y = 0.413206x + 0.001122	2.14	0.0401	0.1336	77	41.97	
8	プロモクロロメタン	11.715	0.9996	y = 0.216656x + 0.002607	3.28	0.0119	0.0396	128	49.130	
9	クロロホルム	11.833	0.9996	y = 0.654791x + 0.007927	3.17	0.0094	0.0315	83	85.47	
10	1,1,1-トリクロロエタン	12.28	0.9998	y = 0.657788x + 0.005203	1.86	0.01	0.0332	97	99.61	
11	1,1-ジクロロプロペン <sup>2</sup>	12.601	1.0000	y = 0.635295x - 0.001033	1.13	0.0171	0.0571	75	110.77	
12	四塩化炭素 <sup>2</sup>	12.633	0.9996	y = 0.628067x + 0.007055	2.79	0.0107	0.0355	117	119.121	
13	ベンゼン <sup>3</sup>	13.054	0.9997	y = 1.795088x + 0.015528	1.95	0.0074	0.0246	78	77.51	
14	1,2-ジクロロエタン <sup>3</sup>	13.066	0.9991	y = 0.229826x + 0.005075	6.23	0.0155	0.0518	62	64.98	
15	フルオロベンゼン (IS1)	13.613		NA				96	77	

ピーク 番号	名前	RT	CF R <sup>2</sup>	CF 式	平均 RRF %RSD	LOD (µg/L)	LOQ (µg/L)	定量 (m/z)	定性 (m/z)	IS
16	トリクロロエチレン	14.412	0.9997	y = 0.625227x + 0.005265	2.15	0.0176	0.0587	95	130.132	IS1
17	1,2-ジクロロプロパン	14.932	0.9999	y = 0.393225x + 6.140449E-004	0.97	0.0107	0.0358	63	41.112	
18	ジプロモメタン	15.191	1.0000	y = 0.121111x + 1.503549E-004	1.56	0.0192	0.064	93	95.174	
19	プロモジクロロメタン	15.508	1.0000	y = 0.396675x - 6.536146E-004	0.98	0.0108	0.0358	83	85.127	
20	cis-1,3-ジクロロプロペン	16.539	0.9997	y = 0.446259x - 0.005669	3.92	0.0249	0.083	75	39.77	
21	トルエン	17.376	0.9998	y = 2.151509x - 0.013350	4.28	0.0452	0.1508	91	92	
22	trans-1,3-ジクロロプロペン	17.851	0.9997	y = 0.276712x - 0.003420	3.79	0.0233	0.0775	75	39.77	
23	1,1,2-トリクロロエタン	18.329	1.0000	y = 0.280903x - 7.321405E-005	1.05	0.0212	0.0705	83	97.85	
24	テトラクロロエチレン <sup>4</sup>	18.758	0.9997	y = 0.699240x + 0.007796	3.05	0.0125	0.0416	166	168.129	
25	1,3-ジクロロプロパン <sup>4</sup>	18.79	1.0000	y = 0.391944x + 0.001236	1.36	0.0169	0.0564	76	41.78	
26	ジプロモクロロメタン	19.423	1.0000	y = 0.293262x - 2.788273E-004	1.03	0.0125	0.0417	129	127.131	
27	1,2-ジプロモエタン	19.805	0.9999	y = 0.213981x - 0.001164	1.66	0.0264	0.088	107	109.188	
28	クロロベンゼン	21.328	0.9998	y = 5.624883x - 0.061726	3.62	0.0134	0.0446	112	77.114	
29	1,1,1,2-テトラクロロエタン	21.555	0.9999	y = 1.834390x - 0.003029	1.68	0.0149	0.0498	131	133.119	
30	エチルベンゼン	21.642	0.9992	y = 9.604301x - 0.254832	12.35	0.0203	0.0676	91	106	
31/32	m,p-キシレン <sup>5</sup>	22.006	0.9996	y = 15.927853x - 0.242611	13.36	0.0244	0.0813	106	91	
33	o-キシレン <sup>5</sup>	23.196	0.9995	y = 7.906416x - 0.190460	13.54	0.021	0.0699	106	91	
34	スチレン <sup>5</sup>	23.229	0.9994	y = 6.011384x - 0.156803	16.55	0.0119	0.0398	104	78.103	
35	プロモホルム	23.77	1.0000	y = 0.624120x - 6.509101E-004	2.52	0.0286	0.0952	173	175.254	
36	イソプロピルベンゼン	24.215	0.9993	y = 10.764866x - 0.285476	14.26	0.0108	0.0361	105	120	
37	1,1,2,2-テトラクロロエタン	24.988	0.9997	y = 1.575668x - 0.016306	2.74	0.0466	0.1554	83	85.131	
38	プロモベンゼン	25.056	0.9999	y = 3.204360x - 0.019287	2.97	0.0501	0.1671	156	77.158	
39	1,2,3-トリクロロプロパン	25.123	0.9988	y = 0.273946x + 0.004546	5.13	0.073	0.2432	75	77.110	
40	n-プロピルベンゼン	25.309	0.9994	y = 11.651015x - 0.284331	14.89	0.0274	0.0912	91	120	
41	2-クロロトルエン	25.546	0.9998	y = 6.579881x - 0.093063	9.36	0.0217	0.0724	91	126	
42	1,3,5-トリメチルベンゼン	25.74	0.9996	y = 9.412703x - 0.216021	16.06	0.0224	0.0748	105	120	
43	4-クロロトルエン	25.811	0.9998	y = 7.059042x - 0.065293	9.27	0.0283	0.0945	91	126	
44	tert-ブチルベンゼン	26.552	0.9994	y = 8.436241x - 0.211647	14.96	0.0101	0.0338	119	91.134	
45	1,2,4-トリメチルベンゼン	26.662	0.9997	y = 9.332961x - 0.181817	15.90	0.0298	0.0994	105	120	
46	sec-ブチルベンゼン	27.071	0.9996	y = 12.869653x - 0.281401	14.22	0.0124	0.0412	105	134	
47	1,3-ジクロロベンゼン	27.344	0.9999	y = 4.738672x + 0.011042	0.86	0.0277	0.0922	146	111.148	
48	p-イソプロピルトルエン	27.393	0.9995	y = 10.115025x - 0.221348	17.15	0.0156	0.052	119	134.91	
49	1,4-ジクロロベンゼン-d <sub>4</sub> (IS2)	27.485		NA				115	150.152	
50	1,4-ジクロロベンゼン	27.546	0.9999	y = 4.371155x + 0.018148	1.04	0.0301	0.1002	146	111.148	
51	n-ブチルベンゼン	28.31	0.9994	y = 8.951068x - 0.218214	14.61	0.0134	0.0446	91	92.134	
52	1,2-ジクロロベンゼン	28.385	0.9995	y = 4.289234x + 0.039700	1.77	0.0221	0.0738	146	111.148	
53	1,2-ジプロモ-3-クロロプロパン	30.01	0.9998	y = 0.349032x - 0.003252	3.09	0.0533	0.1776	157	75.155	
54	1,2,4-トリクロロベンゼン	31.619	0.9999	y = 3.312049x + 0.010646	1.18	0.0409	0.1365	180	182.145	
55	ヘキサクロロブタジエン	31.907	0.9998	y = 1.974710x + 0.013425	3.10	0.0652	0.2174	225	223.227	
56	ナフタレン	32.093	0.9997	y = 7.577165x - 0.127161	7.29	0.0445	0.1483	128		
57	1,2,3-トリクロロベンゼン	32.54	0.9994	y = 2.998406x + 0.033306	2.45	0.0396	0.1318	180	182.145	

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ー

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。

DE93552106

アジレント・テクノロジー株式会社  
© Agilent Technologies, Inc. 2023  
Printed in Japan, May 8, 2023  
5994-6074JAJP