

# Agilent 7000E トリプル四重極 GC/MS を用いた US EPA 8270E による 半揮発性有機化合物の分析



## 著者

Eric Fausett, Rachael Ciotti,  
and Dale Walker  
Agilent Technologies, Inc.

## 概要

このアプリケーションノートでは、Agilent 7000E トリプル四重極 GC/MS システム (GC/TQ) での半揮発性有機化合物 (SVOC) の分析に使用する高感度メソッドについて説明します。SVOC の分析に GC/TQ 機器を使用することにより、大きな利点が得られます。マルチプルリアクションモニタリング (MRM) モードで実現される高い選択性によりマトリックス干渉が排除されるため、バッチのレビューが高速化され、信頼性が向上します。これらの干渉は、選択的イオンモニタリング (SIM) またはスキャン取り込みモードを使用している場合によく発生します。感度が向上すると抽出量を少なくすることができるため、サンプル前処理および溶媒の使用、廃棄物処理に関連して、持続可能性の向上や廃棄物の削減、コスト削減につながります。本検討の主な目的は、優れたダイナミックレンジを維持しながら、GC/TQ が低濃度の SVOC を検出してこれらのラボのニーズに応える能力を実証することです。

## はじめに

SVOCの分析は、塩基性、中性、酸性物質などさまざまなターゲット化合物が存在するため、困難をきたす場合があります。これらの分析成分の分子量と沸点は広範囲にわたります。米国環境保護庁（US EPA）は、これらの分析成分のGC/TQによる分析について、メソッド 8270E において規制とガイドラインを発行しました。SVOCの分析を行う代表的なサンプルには、表流水または地下水、さらに固体サンプルがあります。これらのサンプルは、分析前に抽出を行います。メソッドの感度を向上させることができ、サンプル量と抽出量を減らすことができ、コストの削減やラボの持続可能性の向上につなげることができます。好ましい分析メソッドは、サンプルの希釈と再分析の必要性を減らす広いダイナミックレンジを示すメソッドです。

## 実験方法

### サンプル前処理

SVOCの2,000 µg/mL標準原液はアジレントから入手しました（部品番号 US201-1）。初期検量線用標準は、保存標準と作業標準をジクロロメタンで希釈して調製しました。次の濃度で11のキャリブレーションレベルを用意しました。0.005、0.01、0.025、0.05、0.1、0.25、0.5、1、2.5、5、10 µg/mL。2,000 µg/mL 内部標準（ISTD）溶液もアジレントから入手しました（部品番号 ISM-560-1）。この溶液には、次の6つの内部標準が含まれています。1,4-ジクロロベンゼン-d4、アセナフテン-d10、クリセン-d12、ナフタレン-d8、フェナントレン-d10、ペリレン-d12。このISTD溶液を希釈し、4 µg/mLの濃度でキャリブレーションバイアルに加えました。

### 機器メソッド

サンプル導入には、Agilent 8890 GC システムと7693A オートサンプラ（ALS）を使用しました。8890 GCは、スプリット/スプリットレス（SSL）注入口で構成しました。Agilent 7000E トリプル四重極質量分析計（TQ/MS）を検出器として使用しました。

最初のメソッドパラメータは、アジレントの2つのアプリケーションノートから取得しました。<sup>1,2</sup> GCおよびMSメソッドの設定を次の表に示します。

メソッドの成功率を高めるために、以下の主要なテクニックを採用しました。

- GC/TQを使用することにより、低濃度分析の感度が向上し、選択性の向上によりデータ削減が簡素化されました。

- スプリット比 5:1 のパルススプリット注入により、スプリット注入の利点を維持しながら優れた感度が得られました。
- 9 mm エクストラクタレンズにより直線性が向上し、困難な分析成分に対する全体的な性能が改善されました。
- リテンションタイムロッキングにより、ピーク損失を防ぐことができました。これがないと、ピークがカラムのトリミング後にMRM分析ウィンドウから外れてしまうことがあります。
- ダイナミックMRM（dMRM）分析モードにより、監視する同時トランジションの数が減り、分析成分を追加・削除するプロセスが簡素化されました。

GC の設定値	
分析カラム	Agilent J&W DB-8270D UI、30 m × 0.25 mm、0.25 µm（部品番号 122-9732）
注入量	1 µL
注入口温度	280 °Cで等温
注入モード	パルススプリット
スプリット比	5:1
注入パルス圧力	30 psi、0.6 分まで
ライナ	ウルトライナーツスプリット、低圧力損失ガラスウール（部品番号 5190-2295）
オープン温度プログラム	40 °C、0.5 分間保持 昇温速度 25 °C /min で 260 °Cまで、0 分間保持 昇温速度 5 °C /min で 280 °Cまで、0 分間保持 昇温速度 25 °C /min で 320 °Cまで、2 分間保持
分析時間	16.9 分
平衡化時間	1 分
キャリアガス	ヘリウム、定流量 1.55 mL/min（RT ロッキングで調整）
トランスファライン温度	320 °C

MS 設定	
イオン源	9 mm レンズ付きエクストラクタ
イオン源温度	300 °C
四重極温度	150 °C
コリジョンガス	窒素、1.5 mL/min
クエンチガス	ヘリウム、2.25 mL/min
イオン化モード	EI
溶媒ディレイ	1.7 分
EMV モード	ゲイン係数
ゲイン係数	3
スキャンタイプ	ダイナミックMRM

パルス注入の有無にかかわらず、スプリットモードとスプリットレスモードを含む注入技術をいくつか評価しました。スプリット注入の利点を維持しながら優れた感度が得られるため、スプリット比 5:1 のパルススプリット注入を選択しました。スプリット注入により、注入口からカラムへのサンプル移送が高速化されます。この移送の高速化により、熱に敏感な分析成分が GC 注入口で高温にさらされる時間が短縮されるため、分析性能を向上させることができます。スプリット注入は、GC カラムのヘッドにおける非揮発性物質の蓄積も減少させます。

このメソッドでは、MS ソースで直径 9 mm のエクストラクタレンズ（部品番号 G3870-20449）も使用しています。9 mm レンズを用いると、多環芳香族炭化水素や 2,4-ジニトロフェノールなどの他の多くの分析困難な成分のメソッド性能が大幅に向上することを、Anderson ら<sup>3</sup>が示しています。

注入口のメンテナンスとカラムのトリミングを繰り返した後でも正確なリテンションタイムの一貫性を確保するためには、リテンションタイムロッキング（RTL）の実装が極めて重要でした。メンテナンス中にカラムをトリミングした後、GC/MS システム用の Agilent MassHunter データ取り込みソフトウェアが GC 流量をわずかに調整できるように、1 回注入を行いました。この調整により、すべての分析成分のリテンションタイムが再調整されました。このメソッドでは、アセナフテン-d10 のリテンションタイムが 7.08 分にロックされました。この手法は、カラムのメンテナンス後に dMRM 分析ウィンドウから外れてしまう可能性のあるピークの損失を防ぎます。

このメソッドでは、dMRM 取り込みモードも使用されました。このアプローチは、グループセグメンテーションをすべての分析成分のトランジションの個々のタイムウィンドウに置き換えることで、化合物の大きなバッチに対するタイムセグメントメソッドの制限を解消します。また、各 MS スキャン中に監視される個々の MRM トランジションの数も劇的に減少します。<sup>4</sup>ダイナミック MRM モードにより、目的の分析成分の追加や削除が簡単に行えるようになります。dMRM モードにより、短い溶出ウィンドウで大量の分析成分を対象とするタイムセグメントメソッドに関連する多くの課題を克服できます。

初期のメソッド実験では、25 °C /min のオープン昇温速度を 40 ~ 320 °C で使用していました。260 ~ 280 °C のオープン昇温速度が 5 °C /min に減速するようにオープン昇温を変更しました。オープン昇温を最適化することにより、ベンゾ [b]フルオランテンとベンゾ [k]フルオランテンのクロマトグラフィー分離能が向上しました。2 つの異性体ピーク間の谷の高さが 2 つのピーク高さの平均の 50 % 未満である場合、異性体は分離されたと見なします。<sup>5</sup>図 1 に示すように、2.0 µg/mL の濃度で 88.6 % の分離が達成されました。図 2 に示すように、インデノ [1,2,3-cd]ピレンとジベンズ [a,h]アントラセンも 62.6 % の分離で良好に分離されました。

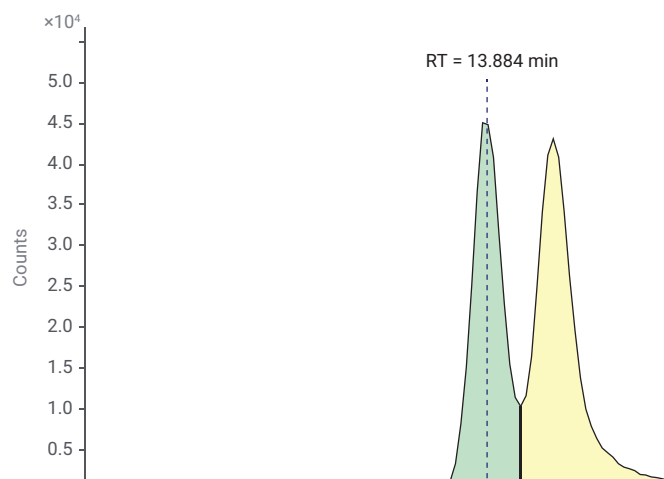


図 1. 2.0 µg/mL のベンゾ (b) フルオランテンとベンゾ (k) フルオランテン（分解 88.6 %）

## 結果と考察

### メーカー推奨チューニング

シングル四重極 MS では、機器に DFTPP (デカフルオロトリフェニルホスフィン) 溶液を使用して、質量精度と分解能の検証を行うことがあります。DFTPP チューニングチェックは、MRM を使用したタンデム MS 分析には適していません。ただしラボでは初期キャリブレーションの前に、パーフルオロトリプチルアミン (PFTBA) 内部キャリブラントまたは別の適切な化学物質について、MS システムが機器メーカーによって指定された質量精度と質量分解能の基準を達成していることを実証する必要があります。<sup>5</sup>MS チューニングは、アジレントのメーカーが推奨する GC/TQ のチューニングプロトコルを使用して検証されました。図 4 は、アジレントのメーカーが推奨するチューニングによるチェックチューニングレポートの例を示しています。この手順は、MS システムの操作性を迅速に評価して文書化するチューニング評価テストとレポートを生成することにより、分析担当者が GC/TQ を使用する支援を行います。

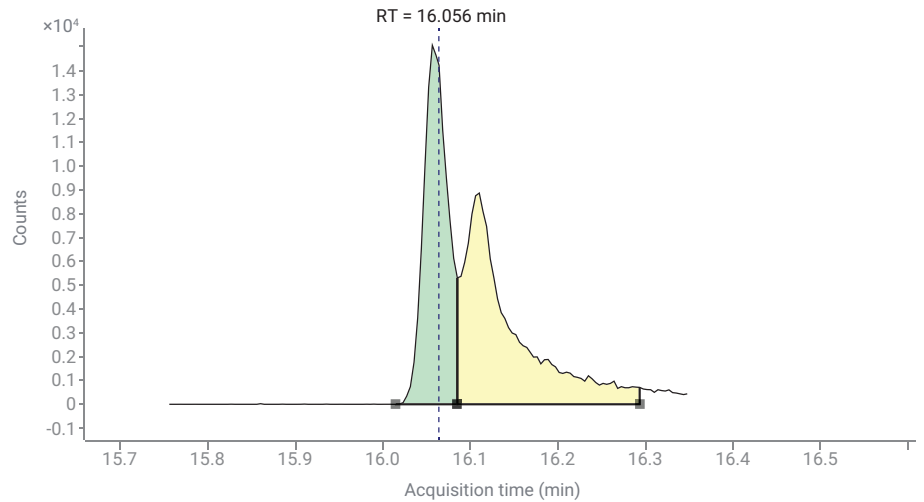


図 2. 2.0  $\mu\text{g/mL}$  のインデノ[1,2,3-cd]ピレンおよびジベンゾ[a,h]アントラセン (分解 62.6%)

### キャリブレーション

初期キャリブレーションでは 74 個の成分を対象としました。3- および 4- メチルフェノール異性体は分離されず、2 成分を合わせた結果として報告されました。初期キャリブレーションは、0.005 ~ 10  $\mu\text{g/mL}$  という 3 桁を超える範囲で 11 の異なるキャリブレーション溶液を

導入することによって実施しました。各分析成分は、少なくとも 2 つの MRM トランジションを使用して監視され、そのうちの 1 つを結果を定量化するために選択し、2 つ目はクオリファイアとして使用しました。一部の検量線範囲は、メソッド基準を満たすために、作業範囲の上部または下部でトリミングしました。

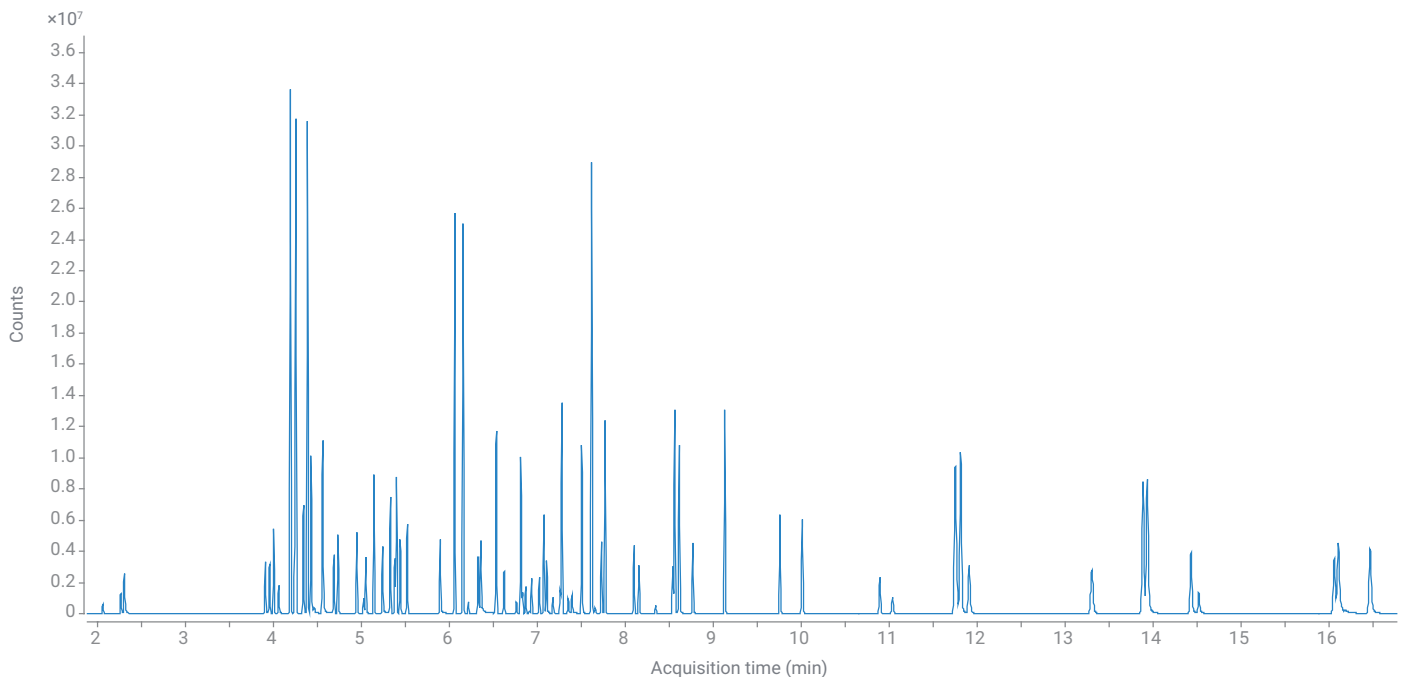


図 3. 16.9 分を分離を示すすべての dMRM トランジションからのトータルイオンクロマトグラム

### Triple Quadrupole GC/MS Checktune Report



Instrument Information EI with Extractor Ion Source – High Sensitivity Tune			
MS Model	G7000E	Tune Timestamp	2022-03-30 11:30:51-04:00
Instrument Name		Save Timestamp	2022-03-30 11:30:56-04:00
SW/FW Version		Tune File	first.lelex
		Tune Level	Full Autotune

Instrument Actuals					
Emission (µA)	35.1	Rough Vac (mTorr)	1.04E+2	Column 1 (mL/min)	1.550
Source Temp. (°C)	300	High Vac (Torr)	7.64E-5	Column 2 (mL/min)	0.000
MS1 Quad Temp. (°C)	150	Turbo 1 Speed (%)	100.0	Collision Cell (mL/min)	1.500
MS2 Quad Temp. (°C)	150	Turbo 1 Power (W)	0.0	Quench Flow (mL/min)	2.250
Transfer Line (°C)	320				

MS1/MS2 Quadrupole Checktune Results								
Target Mass (m/z)	Actual Mass (m/z)		MS1 Abundance			MS2 Abundance		
	MS1	MS2	Abundance	Ratio %	Acceptable %	Abundance	Ratio %	Acceptable %
69.0	69.0	69.0	11,924,296	100.00	50.0 - 110.0	39,580,079	100.00	50.0 - 110.0
219.0	219.0	219.0	10,837,233	90.88	70.0 - 110.0	15,324,358	38.72	10.0 - 40.0
264.0	264.0	264.0	3,749,068	31.44	10.0 - 80.0	12,500,412	31.58	10.0 - 60.0
414.0	414.0	414.0	952,894	7.99	0.1 - 40.0	3,333,806	8.42	0.1 - 20.0
502.0	502.0	502.0	560,982	4.70	0.1 - 40.0	964,475	2.44	0.1 - 12.0
Isotope M+1 (m/z)	MS1 Abundance			MS2 Abundance				
	Iso M+1 Abund	Iso M+1 Ratio %	Acceptable %	Iso M+1 Abund	Iso M+1 Ratio %	Acceptable %		
70.0	137,009	1.15	0.63 - 1.72	545,237	1.38	0.63 - 1.72		
220.0	471,869	4.35	2.94 - 6.42	687,613	4.49	2.94 - 6.42		
265.0	213,584	5.70	4.09 - 8.37	731,141	5.85	4.09 - 8.37		
415.0	84,401	8.86	7.29 - 12.08	294,690	8.84	7.29 - 12.08		
503.0	55,587	9.91	8.75 - 12.88	94,539	9.80	8.75 - 12.88		

Detector Checktune Results		
Detector Checktune Results	Value	Recommended Limit
EMV (V)	1158	≤ 2,900
Maximum Gain Factor	100	≥ 100

Air and Water Checktune Results			
Air / Water	Absolute Abundance	Relative Abundance (%)	Recommended Limit
PFTBA(69)	11,357,567	100	---
Water	21,511	0.19	≤ 20
Oxygen	22,816	0.20	≤ 2.5
Nitrogen*	85,036	0.75	≤ 10

\* Nitrogen values are calculated from oxygen abundance

図 4. メーカー推奨チューニングのチェックチューニングレポートの例

8270 のリスト中の一部の分析成分は、キャリブレーションが困難なものもあります。これらの分析成分は特に低濃度で、GC 注入口内で不安定となったり、活性化したりする可能性があります。これは、成分の濃度に対する応答係数の変動として現れる場合があります。8270 メソッドのセクション 1.4.7<sup>5</sup> には、そのような分析成分がいくつかリストされており、それらが不規則なクロマトグラフィー挙動を示す可能性があることが記載されています。2,4-ジニトロフェノールは、このリストの中で最も難しいものの 1 つであり、そのキャリブレーションを図 5 に示します。応答係数が濃度とともに若干増加していますが、平均応答係数 (avg RF) の相対標準偏差は 18.07 % であり、要件の 20 % よりも小さいため、メソッドの要件は満たされました。メソッド 8270 では、決定係数 ( $R^2$ ) が 0.99 を超える場合、一部の分析成分ではカーブフィッティングによってこの問題を軽減できます。2,4-ジニトロフェノールで代替的に二次曲線近似を使用した結果を図 6 に示します。 $R^2$  は 0.9979 です。困難を伴う可能性のある分析成分として挙げられたもののうちのもう 1 つの成分に、ペンタクロロフェノールがあります。検量線を図 8 に示します。この場合、二次曲線近似を用いると  $R^2$  値 0.9966 が得られました。これらの検量線は、分析困難な成分でも低濃度ではキャリブレーション基準を満たすことができることを示しています。NDMA のより理想的な検量線の例を図 9 に示します。NDMA 自体は、溶出が早く、溶媒から完全に分離することが困難な可能性があるため、クロマトグラフィー条件が最適化されていない場合、難しい分析成分になる可能性があります。この例では、NDMA の平均 RF 相対標準偏差は 5.71 % であり、キャリブレーション範囲全体で模範的な線形性を示しています。

表 1. キャリブレーション結果

化合物	曲線近似	% RSE	R <sup>2</sup>	低濃度標準 (ppm)	高濃度標準 (ppm)
				(デフォルトは 0.005 ~ 10 ppm)	
1,2,4-トリクロロベンゼン	平均 RF	5.7			
1,2-ジクロロベンゼン	平均 RF	5.3			
1,3-ジクロロベンゼン	平均 RF	4.5			
1,3-ジニトロベンゼン	平均 RF	16.4		0.025	5
1,4-ジクロロベンゼン	平均 RF	7.8			
1,4-ジニトロベンゼン	平均 RF	11.8		0.025	
1-メチルナフタレン	平均 RF	6.8			
2,2'-オキシビス[1-クロロプロパン]	平均 RF	4.3		0.050	
2,3,4,6-テトラクロロフェノール	平均 RF	14.1			
2,3,5,6-テトラクロロフェノール	平均 RF	9.6		0.025	
2,4,5-トリクロロフェノール	平均 RF	8.2			
2,4,6-トリクロロフェノール	平均 RF	5.2			
2,4-ジクロロフェノール	平均 RF	4.2			
2,4-ジメチルフェノール	平均 RF	3.4		0.010	
2,4-ジニトロフェノール	平均 RF	18.1		0.050	5
2,4-ジニトロトルエン	二次曲線	5.4	0.9967	0.025	
2,6-ジニトロトルエン	二次曲線	8.3	0.9937	0.010	
2-クロロナフタレン	平均 RF	3.5			
2-クロロフェノール	平均 RF	6.5			
2-メチル-4,6-ジニトロフェノール	平均 RF	13.0		0.025	5
2-メチルナフタレン	平均 RF	4.1			
2-メチルフェノール	平均 RF	6.7		0.010	
2-ニトロアニリン	平均 RF	10.4			
2-ニトロフェノール	平均 RF	7.8			
3+4-メチルフェノール	平均 RF	3.5			
3-ニトロアニリン	平均 RF	14.7			5
4-ブロモフェニルフェニルエーテル	平均 RF	3.9			
4-クロロ-3-メチルフェノール	平均 RF	4.9			
4-クロロアニリン	平均 RF	3.0			
4-クロロフェニルフェニルエーテル	平均 RF	2.1			
4-ニトロアニリン	二次曲線	7.0	0.9954		
4-ニトロフェノール	平均 RF	11.9			5
アセナフテン	平均 RF	9.8		0.010	
アセナフチレン	平均 RF	4.3		0.010	
アニリン	平均 RF	7.6		0.010	
アントラセン	平均 RF	5.2			
アゾベンゼン	平均 RF	3.9			
ベンゾ[a]アントラセン	平均 RF	6.7			
ベンゾ[a]ピレン	平均 RF	7.9			
ベンゾ[b]フルオランテン	平均 RF	7.2			
ベンゾ[g,h,i]ペリレン	平均 RF	8.0			
ベンゾ[k]フルオランテン	平均 RF	8.7			
ベンジルアルコール	平均 RF	2.7		0.010	
ビス (2-クロロエトキシ) メタン	平均 RF	3.2			

化合物	曲線近似	% RSE	R <sup>2</sup>	低濃度標準 (ppm)	高濃度標準 (ppm)
				(デフォルトは 0.005 ~ 10 ppm)	
ビス (2-クロロエチル) エーテル	平均 RF	7.1			
フタル酸ビス (2-エチルヘキシル)	平均 RF	14.3		0.025	
フタル酸ブチルベンジル	平均 RF	10.3			
カルバゾール	平均 RF	5.0			
クリセン	平均 RF	5.7			
ジベンズ[a,h]アントラセン	平均 RF	14.4			5
ジベンゾフラン	平均 RF	5.0			
フタル酸ジエチル	平均 RF	7.6		0.100	
フタル酸ジメチル	平均 RF	4.1			
フタル酸ジ-n-ブチル	平均 RF	3.2		0.025	
フタル酸ジ-n-オクチル	二次曲線	6.2	0.9960		
ジフェニルアミン	平均 RF	4.9		0.025	
フルオランテン	平均 RF	3.9			
フルオレン	平均 RF	3.0			
ヘキサクロロベンゼン	平均 RF	7.1			
ヘキサクロロブタジエン	平均 RF	3.7			
ヘキサクロロシクロペンタジエン	平均 RF	14.4		0.010	
ヘキサクロロエタン	平均 RF	2.6		0.010	
インデノ[1,2,3-cd]ピレン	平均 RF	7.9			5
イソホロン	平均 RF	5.6			
ナフタレン	平均 RF	6.8			
NDMA	平均 RF	5.7		0.010	
ニトロベンゼン	平均 RF	10.9		0.010	
N-ニトロソジ-n-プロピルアミン	平均 RF	3.4		0.050	
ペンタクロロフェノール	二次曲線	6.7	0.9966	0.010	
フェナントレン	平均 RF	5.7			
フェノール	平均 RF	5.7			
ピレン	平均 RF	3.6			
ピリジン	平均 RF	5.2		0.025	
	平均 =7.0				

このデータセットでは、74 の分析成分のうち 69 個が、相対標準偏差が 20 % 以下の平均 RF フィットで較正されました。残りの 5 つの分析成分 (2,4-ジニトロトルエン、2,6-ジニトロトルエン、4-ニトロアニリン、フタル酸ジ-n-オクチル、およびペンタクロロフェノール) は、R<sup>2</sup> 値が 0.99 を超える二次曲線近似による重み付き最小二乗法回帰を使用して較正しました。各分析成分の相対標準偏差を計算すると、

各検量線で 20 % 以下であることがわかりました。すべての分析成分の平均相対標準偏差は 6.96 % でした。また、使用したすべてのキャリブレーションポイントの精度は、各濃度の理論値の ±30 % 以内でした。各検量線には、少なくとも 6 つのデータポイントを使用しました。

より高い濃度をカバーするようなキャリブレーション範囲が必要な場合は、サンプルを希釈するか、パルススプリット注入の比率を増やすことが推奨されます。この変更には、カラムと検出器に到達するマトリックスを減らすという追加の利点があり、メンテナンスの頻度を減らせる可能性があります。

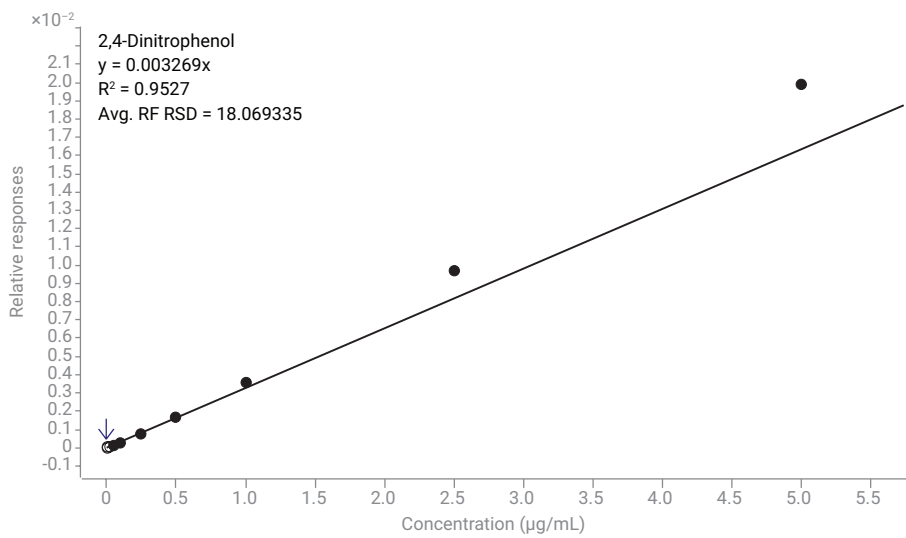


図 5. 分析困難な成分 2,4-ジニトロフェノール 0.05 ~ 5 µg/mL の平均 RF 検量線。  
 平均RF RSD = 18.07。キャリブレーションポイント 1、2、3、および 11 は除外されています。

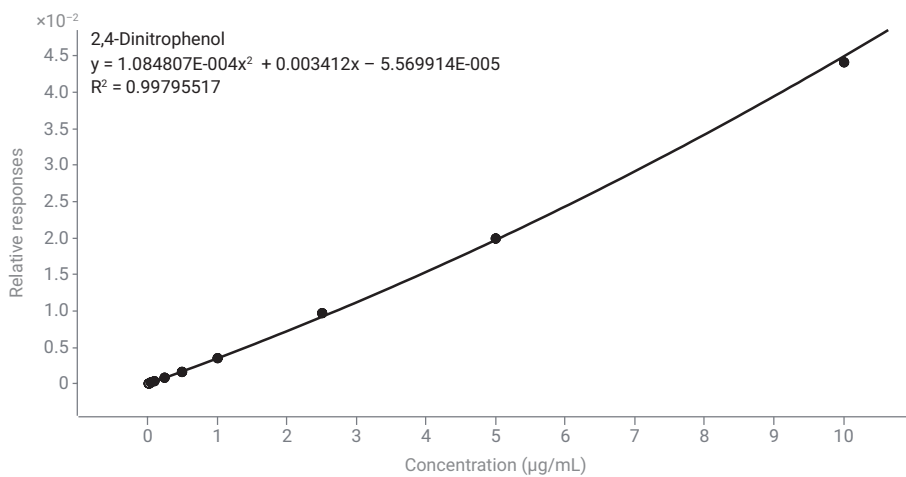


図 6. 0.05 ~ 5 µg/mL で二次曲線近似を使用した 2,4-ジニトロフェノールの代替検量線。 $R^2 = 0.9979$ 。  
 キャリブレーションポイント 1、2、3、および 11 は除外されています。



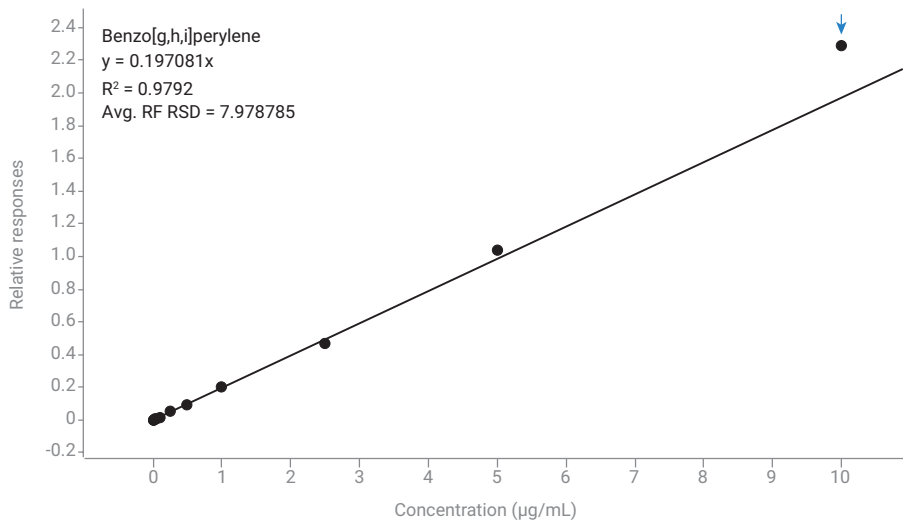


図 7. ベンゾ[g,h,i]ペリレン 0.005 ~ 10 µg/mL の平均 RF 検量線。平均 RF RSD = 7.98

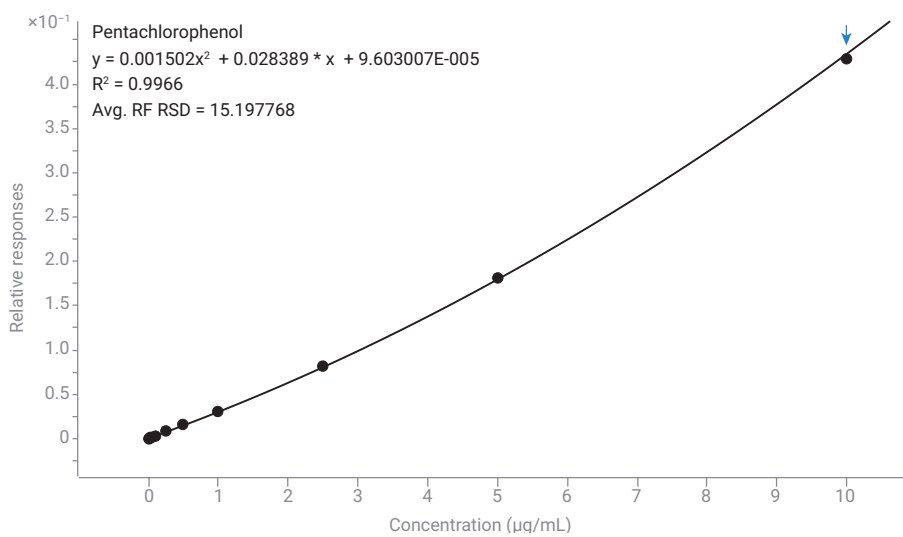


図 8. ペンタクロロフェノール 0.01 ~ 10 µg/mL の検量線。R<sup>2</sup> = 0.9966。キャリブレーションポイント 1 は除外されています。

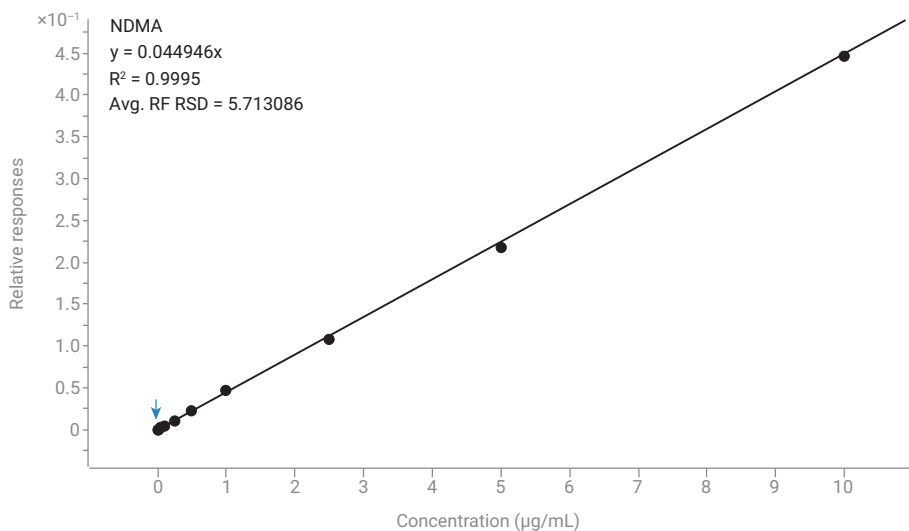


図 9. NDMA の検量線。0.01 ~ 10 µg/mL。平均RF RSD = 5.71。キャリブレーションポイント 1 は除外されています。

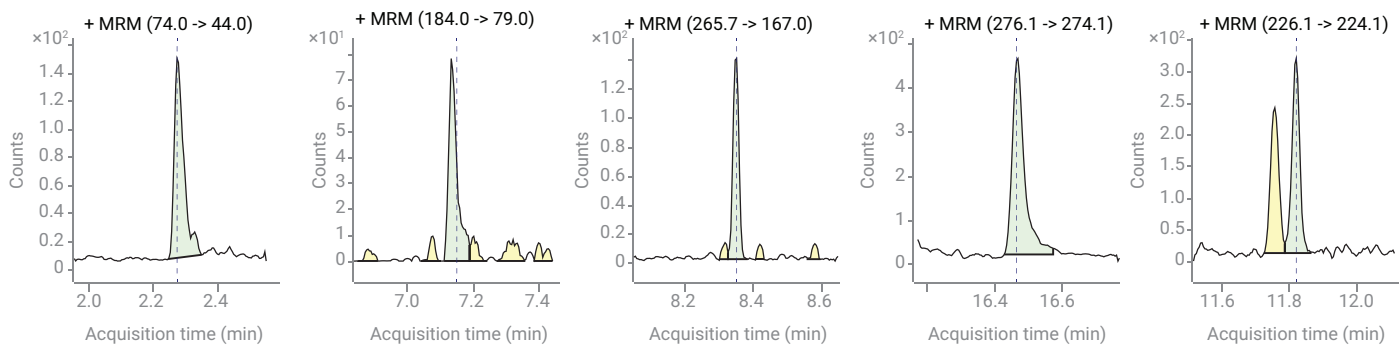


図 10. NDMA 0.01 µg/mL、2,4-ジニトロフェノール 0.05 µg/mL、PCP 0.01 µg/mL、ベンゾ[g,h,i]ペリレン 0.005 µg/mL、クリセン 0.005 µg/mL

## 結論

SVOC の高感度分析法を開発し、ダイナミックレンジの拡張も実証しました。多くの分析成分について、0.005 ~ 10 µg/mL という 3 桁を超える広い有効なキャリブレーション範囲を持つことを示しました。収集したデータを、EPA 8270E に記載されている品質基準を用いて評価しました。

SVOC の分析において GC/TQ には、シングル四重極 GC/MSD システムよりも大きな利点があります。

- 高い選択性により、マトリックス干渉が排除されるためデータの複雑さが軽減され、バッチ確認が高速化されます。
- 感度の向上により、サンプルサイズの縮小と抽出量の削減が可能になり、次に挙げる利点可以实现できます。
  - サステナビリティを向上させながら廃棄物を削減できます
  - サンプルの輸送、溶媒の使用、および廃棄物処理に関連するコストが削減されます
- ダイナミック MRM モードでは通常、各 MS スキャン中の個々の MRM トランジションの数が減ります。これにより機器の性能が向上し、メソッドへの分析物の追加とメソッドからの削除が容易になります。
- メーカーが推奨するチューニングプロトコルにより、GC/TQ のチューニング検証が簡素化されます。

GC/MS による SVOC 分析において、結果の改善につながる主要な手法は次のとおりです。

- リテンションタイムロッキングにより、カラムのトリミング後でも正確なリテンションタイムの一貫性が保証され、次が実現されます。
  - メンテナンス後にリテンションタイムを手動で調整する必要がなくなります
  - 複数の機器や複数のラボでデータ交換が可能になります
- パルススプリット注入は、広いダイナミックレンジを維持しながら、標準のスプリット注入よりも感度を高めることができます。
- 9 mm エクストラクタレンズは、すべての化合物に対して優れた直線性を提供すると同時に、多くの分析困難な成分に対して優れた感度を実現します。

## 参考文献

1. Churley, M. et al. A Fast Method for EPA 8270 in MRM Mode Using the 7000 Series Triple Quadrupole GC/MS. Agilent Technologies application note, publication number 5991-0694EN, **2019**.
2. M. Churley, et al, EPA 8270 Re-Optimized for Widest Calibration Range on the 5977 Inert Plus GC/MSD. Agilent Technologies application note, publication number 5994-0349EN, **2018**.

3. Anderson, Kim A. et al. Modified ion source triple quadrupole mass spectrometer gas chromatograph for polycyclic aromatic hydrocarbon analyses. J. Chromatog. A **2015**, 1419, 89-98. doi:10.1016/j.chroma.2015.09.054
4. Stone, P. et al. New Dynamic MRM Mode Improves Data Quality and Triple Quad Quantification in Complex Analyses. Agilent Technologies technical overview, publication number 5990-3595, **2009**.
5. Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS); Method 8270E Sections 1.4.7, 11.3.1.2, and 11.6.1.4; United States Environmental Protection Agency, Revision 4, June **2018**.

## 免責事項

データのレビューのために EPA の文書を参照していますが、この出版物の内容は EPA のレビューの対象ではなく、また著者の意見は EPA のポリシーを反映していません。

## 付録

キャリブレーションされた化合物とトランジションのリストを次の表に示します。

化合物名	CAS No.	リテンションタイム (分)	プリカーサ イオン	プロダクト イオン	左側 RT デルタ	右側 RT デルタ	CE
NDMA	62-75-9	2.25	74	44	0.3	0.3	6
NDMA	62-75-9	2.25	74	42	0.3	0.3	14
ピリジン	110-86-1	2.4	79	52	0.3	0.5	25
ピリジン	110-86-1	2.4	79	51	0.3	0.5	25
フェノール	108-95-2	3.92	94	66.1	0.3	0.3	15
フェノール	108-95-2	3.92	94	65.1	0.3	0.3	20
アニリン	62-53-3	3.96	93	66	0.3	0.3	10
アニリン	62-53-3	3.96	92	65	0.3	0.3	10
ビス (2-クロロエチル) エーテル	111-44-4	4.01	95.1	65	0.3	0.3	5
ビス (2-クロロエチル) エーテル	111-44-4	4.01	93.1	63	0.3	0.3	0
2-クロロフェノール	95-57-8	4.06	128	64	0.3	0.3	30
2-クロロフェノール	95-57-8	4.06	128	63	0.3	0.3	15
1,3-ジクロロベンゼン	541-73-1	4.2	146	111	0.3	0.3	15
1,3-ジクロロベンゼン	541-73-1	4.2	146	75	0.3	0.3	30
1,4-ジクロロベンゼン-d4	3855-82-1	4.25	150	115	0.2	0.2	15
1,4-ジクロロベンゼン-d4	3855-82-1	4.25	150	78	0.2	0.2	30
1,4-ジクロロベンゼン	106-46-7	4.27	146	111	0.3	0.3	15
1,4-ジクロロベンゼン	106-46-7	4.27	146	75	0.3	0.3	30
ベンジルアルコール	100-51-6	4.35	108	79	0.3	0.3	15
ベンジルアルコール	100-51-6	4.35	107	79	0.3	0.3	5
1,2-ジクロロベンゼン	95-50-1	4.39	146	111	0.3	0.3	15
1,2-ジクロロベンゼン	95-50-1	4.39	146	75	0.3	0.3	30
2-メチルフェノール	95-48-7	4.44	108	107	0.3	0.3	15
2-メチルフェノール	95-48-7	4.44	107	77	0.3	0.3	15
2,2'-オキシビス[1-クロロプロパン]	108-60-1	4.47	121	77	0.3	0.3	5
2,2'-オキシビス[1-クロロプロパン]	108-60-1	4.47	121	49	0.3	0.3	30
3+4-メチルフェノール	108-39-4	4.57	108	107.1	0.3	0.3	15
3+4-メチルフェノール	108-39-4	4.57	108	80	0.3	0.3	0
N-ニトロソジ-n-プロピルアミン	621-64-7	4.58	113.1	71	0.3	0.3	10
N-ニトロソジ-n-プロピルアミン	621-64-7	4.58	101	70	0.3	0.3	0
ヘキサクロロエタン	67-72-1	4.69	200.9	165.9	0.3	0.3	15
ヘキサクロロエタン	67-72-1	4.69	118.9	83.9	0.3	0.3	35
ニトロベンゼン	98-95-3	4.74	123	77	0.3	0.3	10
ニトロベンゼン	98-95-3	4.74	77	51	0.3	0.3	15
イソホロン	78-59-1	4.96	138	82	0.3	0.3	5
イソホロン	78-59-1	4.96	82	54	0.3	0.3	5
2-ニトロフェノール	88-75-5	5.03	138.9	81	0.3	0.3	15
2-ニトロフェノール	88-75-5	5.03	109	81	0.3	0.3	10
2,4-ジメチルフェノール	105-67-9	5.06	121	107	0.3	0.3	10
2,4-ジメチルフェノール	105-67-9	5.06	107.1	77.1	0.3	0.3	15
ビス (2-クロロエトキシ) メタン	111-91-1	5.15	95	65	0.3	0.3	5
ビス (2-クロロエトキシ) メタン	111-91-1	5.15	93	63	0.3	0.3	5
2,4-ジクロロフェノール	120-83-2	5.25	163.9	63	0.3	0.3	30

化合物名	CAS No.	リテンションタイム (分)	プリカーサ イオン	プロダクト イオン	左側 RT デルタ	右側 RT デルタ	CE
2,4-ジクロロフェノール	120-83-2	5.25	162	63	0.3	0.3	30
1,2,4-トリクロロベンゼン	120-82-1	5.34	179.9	145	0.3	0.3	15
1,2,4-トリクロロベンゼン	120-82-1	5.34	179.9	109	0.3	0.3	30
ナフタレン-d8	1146-65-2	5.39	136.1	108.1	0.2	0.2	20
ナフタレン-d8	1146-65-2	5.39	136.1	84.1	0.2	0.2	25
ナフタレン	91-20-3	5.41	128.1	102.1	0.3	0.3	20
ナフタレン	91-20-3	5.41	128.1	78.1	0.3	0.3	20
4-クロロアニリン	106-47-8	5.46	127	92	0.3	0.3	15
4-クロロアニリン	106-47-8	5.46	127	65	0.3	0.3	20
ヘキサクロロ-1,3-ブタジエン	87-68-3	5.53	226.8	191.9	0.3	0.3	15
ヘキサクロロ-1,3-ブタジエン	87-68-3	5.53	224.7	189.9	0.3	0.3	15
4-クロロ-3-メチルフェノール	59-50-7	5.91	142	107	0.3	0.3	15
4-クロロ-3-メチルフェノール	59-50-7	5.91	107	77	0.3	0.3	15
2-メチルナフタレン	91-57-6	6.07	142	141	0.3	0.3	15
2-メチルナフタレン	91-57-6	6.07	141	114.9	0.3	0.3	15
1-メチルナフタレン	90-12-0	6.16	142	114.9	0.3	0.3	30
1-メチルナフタレン	90-12-0	6.16	114.9	89	0.3	0.3	20
ヘキサクロロシクロペンタジエン	77-47-4	6.22	236.7	143	0.3	0.3	20
ヘキサクロロシクロペンタジエン	77-47-4	6.22	236.7	119	0.3	0.3	20
2,4,6-トリクロロフェノール	88-06-2	6.34	197.8	97	0.3	0.3	25
2,4,6-トリクロロフェノール	88-06-2	6.34	195.8	97	0.3	0.3	25
2,4,5-トリクロロフェノール	95-95-4	6.37	197.8	97	0.3	0.3	30
2,4,5-トリクロロフェノール	95-95-4	6.37	195.8	97	0.3	0.3	25
2-クロロナフタレン	91-58-7	6.54	162	126.9	0.3	0.3	20
2-クロロナフタレン	91-58-7	6.54	162	77	0.3	0.3	35
2-ニトロアニリン	88-74-4	6.63	138	92	0.3	0.3	15
2-ニトロアニリン	88-74-4	6.63	138	65	0.3	0.3	25
1,4-ジニトロベンゼン	100-25-4	6.77	168	75	0.2	0.2	20
1,4-ジニトロベンゼン	100-25-4	6.77	122	92	0.2	0.2	5
フタル酸ジメチル	131-11-3	6.82	163	92	0.3	0.3	30
フタル酸ジメチル	131-11-3	6.82	163	77	0.3	0.3	20
1,3-ジニトロベンゼン	99-65-0	6.84	168	75	0.3	0.3	20
1,3-ジニトロベンゼン	99-65-0	6.84	122	92	0.3	0.3	5
2,6-ジニトロトルエン	606-20-2	6.87	165	90.1	0.3	0.3	15
2,6-ジニトロトルエン	606-20-2	6.87	165	63	0.3	0.3	25
アセナフチレン	208-96-8	6.94	151.9	102	0.3	0.3	30
アセナフチレン	208-96-8	6.94	150.9	77	0.3	0.3	25
1,2-ジニトロベンゼン	528-29-0	6.95	168	78	0.3	0.3	5
1,2-ジニトロベンゼン	528-29-0	6.95	168	63	0.3	0.3	35
3-ニトロアニリン	99-09-2	7.03	138	92	0.3	0.3	15
3-ニトロアニリン	99-09-2	7.03	138	80	0.3	0.3	5
アセナフテン-d10	15067-26-2	7.08	164.1	162.1	0.5	0.5	15
アセナフテン-d10	15067-26-2	7.08	162.1	160.1	0.5	0.5	20
アセナフテン	83-32-9	7.11	153.9	127	0.3	0.3	40
アセナフテン	83-32-9	7.11	152.9	77	0.3	0.3	45
2,4-ジニトロフェノール	51-28-5	7.14	184	107	0.3	0.3	25
2,4-ジニトロフェノール	51-28-5	7.14	184	79	0.3	0.3	25

化合物名	CAS No.	リテンションタイム (分)	プリカーサ イオン	プロダクト イオン	左側 RT デルタ	右側 RT デルタ	CE
4-ニトロフェノール	100-02-7	7.19	138.9	109	0.3	0.3	5
4-ニトロフェノール	100-02-7	7.19	109	81	0.3	0.3	10
2,4-ジニトロトルエン	121-14-2	7.27	165	119	0.3	0.3	5
2,4-ジニトロトルエン	121-14-2	7.27	165	63	0.3	0.3	45
ジベンゾフラン	132-64-9	7.29	167.9	139.1	0.3	0.3	25
ジベンゾフラン	132-64-9	7.29	138.9	63	0.3	0.3	35
2,3,5,6-テトラクロロフェノール	935-95-5	7.36	232	167.9	0.2	0.2	15
2,3,5,6-テトラクロロフェノール	935-95-5	7.36	230	165.9	0.2	0.2	15
2,3,4,6-テトラクロロフェノール	58-90-2	7.4	231.9	167.9	0.3	0.3	15
2,3,4,6-テトラクロロフェノール	58-90-2	7.4	230	165.9	0.3	0.3	15
フタル酸ジエチル	84-66-2	7.51	149	93	0.3	0.3	15
フタル酸ジエチル	84-66-2	7.51	149	65	0.3	0.3	20
4-クロロジフェニルエーテル	7005-72-3	7.62	204	77	0.3	0.3	30
4-クロロジフェニルエーテル	7005-72-3	7.62	141.1	115.1	0.3	0.3	20
フルオレン	86-73-7	7.62	166	165.1	0.3	0.3	15
フルオレン	86-73-7	7.62	164.9	163.1	0.3	0.3	35
4-ニトロアニリン	100-01-6	7.64	138	108.1	0.3	0.3	5
4-ニトロアニリン	100-01-6	7.64	108	80	0.3	0.3	15
4,6-ジニトロ-o-クレゾール	534-52-1	7.66	198	167.9	0.3	0.3	5
4,6-ジニトロ-o-クレゾール	534-52-1	7.66	198	121	0.3	0.3	10
ジフェニルアミン	122-39-4	7.75	170	169.2	0.3	0.3	15
ジフェニルアミン	122-39-4	7.75	167	166.2	0.3	0.3	20
アゾベンゼン	103-33-3	7.79	105	77.1	0.3	0.3	5
アゾベンゼン	103-33-3	7.79	77	51	0.3	0.3	15
4-ブロモフェニルフェニルエーテル	101-55-3	8.1	250	141	0.3	0.3	20
4-ブロモフェニルフェニルエーテル	101-55-3	8.1	248	141	0.3	0.3	20
ヘキサクロロベンゼン	118-74-1	8.16	283.7	213.8	0.3	0.3	30
ヘキサクロロベンゼン	118-74-1	8.16	248.7	214	0.3	0.3	15
ペンタクロロフェノール	87-86-5	8.35	265.7	167	0.3	0.3	25
ペンタクロロフェノール	87-86-5	8.35	165	130	0.3	0.3	25
フェナントレン-d10	1517-22-2	8.54	188.3	160.2	0.2	0.2	20
フェナントレン-d10	1517-22-2	8.54	188.3	158.2	0.2	0.2	35
フェナントレン	85-01-8	8.57	177.9	152	0.3	0.3	25
フェナントレン	85-01-8	8.57	175.9	149.9	0.3	0.3	25
アントラセン	120-12-7	8.62	178.1	151	0.3	0.3	30
アントラセン	120-12-7	8.62	177.9	152	0.3	0.3	25
カルバゾール	86-74-8	8.77	167	139	0.3	0.3	45
カルバゾール	86-74-8	8.77	167	89	0.3	0.3	60
フタル酸ジ-n-ブチル	84-74-2	9.13	149	121	0.3	0.3	15
フタル酸ジ-n-ブチル	84-74-2	9.13	149	65	0.3	0.3	25
フルオランテン	206-44-0	9.76	201.9	151.9	0.3	0.3	30
フルオランテン	206-44-0	9.76	200.9	199.9	0.3	0.3	15
ピレン	129-00-0	10.02	202.1	151	0.3	0.3	45
ピレン	129-00-0	10.02	201.1	200	0.3	0.3	15
フタル酸ブチルベンジル	85-68-7	10.9	149	65	0.3	0.3	25
フタル酸ブチルベンジル	85-68-7	10.9	91	65	0.3	0.3	15
ベンゾ[a]アントラセン	56-55-3	11.75	228.1	226.1	0.3	0.3	30

化合物名	CAS No.	リテンションタイム (分)	プリカーサ イオン	プロダクト イオン	左側 RT デルタ	右側 RT デルタ	CE
ベンゾ[a]アントラセン	56-55-3	11.75	226.1	224.1	0.3	0.3	35
クリセン-d12	1719-03-5	11.77	240.2	236.2	0.3	0.3	35
クリセン-d12	1719-03-5	11.77	236.1	232.1	0.3	0.3	40
クリセン	218-01-9	11.81	226.1	224.1	0.3	0.3	40
クリセン	218-01-9	11.81	113.1	112.1	0.3	0.3	10
フタル酸ビス (2-エチルヘキシル)	117-81-7	11.9	167	149	0.3	0.3	5
フタル酸ビス (2-エチルヘキシル)	117-81-7	11.9	149	65	0.3	0.3	25
フタル酸ジ-n-オクチル	117-84-0	13.29	149	93	0.3	0.3	20
フタル酸ジ-n-オクチル	117-84-0	13.29	149	65	0.3	0.3	25
ベンゾ[b]フルオランテン	205-99-2	13.88	252.1	250.1	0.3	0.3	35
ベンゾ[b]フルオランテン	205-99-2	13.88	126	113.1	0.3	0.3	10
ベンゾ[k]フルオランテン	207-08-9	13.93	252.1	250.1	0.3	0.3	30
ベンゾ[k]フルオランテン	207-08-9	13.93	126.1	113.1	0.3	0.3	10
ベンゾ[a]ピレン	50-32-8	14.42	252.1	250.1	0.3	0.3	35
ベンゾ[a]ピレン	50-32-8	14.42	125	124.1	0.3	0.3	10
ベリレン-d12	1520-96-3	14.5	264.2	260.1	0.3	0.3	35
ベリレン-d12	1520-96-3	14.5	260.1	256.1	0.3	0.3	40
インデノ[1,2,3-cd]ピレン	193-39-5	16.05	276.1	274.1	0.3	0.3	40
インデノ[1,2,3-cd]ピレン	193-39-5	16.05	137	136	0.3	0.3	15
ジベンズ[a,h]アントラセン	53-70-3	16.1	278.1	276.1	0.3	0.3	35
ジベンズ[a,h]アントラセン	53-70-3	16.1	125	124	0.3	0.3	10
ベンゾ[g,h,i]ベリレン	191-24-2	16.47	276.1	274.1	0.3	0.3	45
ベンゾ[g,h,i]ベリレン	191-24-2	16.47	138	137	0.3	0.3	15

消耗品	部品番号
<b>サンプル容器</b>	
バイアル、スクリュートップ、茶色、不活性化、2 mL、100 個	5183-2072
キャップ、スクリュ、PTFE/シリコンセブタム、100 個	5040-4681
バイアルインサート、250 µL、不活性化、100 個	5181-8872
<b>装置部品</b>	
シリンジ、ブルーライン、10 µL、ニードル固定型、23 ~ 26s/42/コーン、6 個	G4513-80200
注入口セブタム、Advanced Green、ノンスティック、11 mm、50 個	5183-4759
注入口ライナ、ウルトラライナート、スプリット、低圧力損失、ガラスウール	5190-2295
GC 注入口シール、金メッキ、ワッシャ付き、ウルトラライナート、10 個	5190-6145
レンズ、エクストラクション、9 mm	G3870-20449
<b>分離</b>	
J & W DB-8270D ウルトラライナート GC カラム、30 m × 0.25 mm、0.25 µm	122-9732

ホームページ

[www.agilent.com/chem/jp](http://www.agilent.com/chem/jp)

カスタマコンタクトセンタ

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。

DE50589665

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2022

Printed in Japan, September 20, 2022

5994-4964JAJP