

水素キャリアガスを用いた Agilent 5977C GC/MSD による フタレートの分析



著者

Bruce D. Quimby, Ph.D.
Agilent Technologies, Inc.

概要

水素キャリアガスで構成した Agilent 5977C イナートプラス GC/MSD と、Agilent イナートプラスエクストラクタ EI イオン源を組み合わせた Agilent 8890 GC システムを用いて、19 種類のフタレートの分析を評価しました。このシステムは、本アプリケーションノートに記載のメソッドで使用した場合、優れたピーク形状、分離能、感度を実現します。水素キャリアと直径 180 μm の Agilent J&W HP-5ms カラムを使用することにより、ヘリウムと 250 μm カラムを使用する場合と比較して、分析時間が約半分に短縮されます。14 種類のフタレートについて、1 ~ 1,000 pg の範囲で検量線は直線性を示しました。ビス(2-メトキシエチル) (DMEP) は、2.5 ~ 1,000 pg の範囲でキャリブレーションを行いました。二次近似が必要でした。ビス(1-ブトキシエチル) (DBEP) は、1 ~ 1,000 pg の範囲でキャリブレーションを行いました。この場合も二次近似が必要でした。ビス(2-エチルヘキシル) (DEHP) は、2.5 ~ 1,000 pg の範囲で直線性を示しました。ジイソノニル (DINP) およびジイソデシル (DIDP) は、いずれも異性体の混合物であり、50 ~ 20,000 pg の範囲において直線近似でキャリブレーションを行いました。使用する消耗品とその使用前の準備に特に注意を払う必要があり、これが最低キャリブレーションレベルを達成するために重要になります。

はじめに

プラスチックは現代社会に広く存在しており、数千ものアプリケーションで使用されています。柔軟性、透明性、耐久性といったプラスチックの機械的特性を特定の用途に合わせて調整するために、多くの場合、配合にフタル酸エステル（フタレート）が添加されます。これらの化合物は、混合されたプラスチックと共有結合しないため、環境中に容易に放出されます。フタレートは、電線絶縁材、子供用玩具、包装材、医療機器、ペン、チューブなど、幅広い製品に含まれています。現在、多くの国において、各種製品中のフタレート含有量が規制されています。フタレート分析の分析要件は、地域や試験対象製品に応じて異なりますが、通常、GC/MS が適した測定手法です。

GC/MS 分析におけるキャリアガスとして水素とヘリウムの両方が使用できることは、以前の文献で実証されています。例えば、ポリマー材料中の 7 種類のフタレートは、ヘリウムキャリアガスを用いた GC/MS で正しく分析され、50 ~ 1,000 ng/mL の範囲でキャリブレーションされました¹。ヘリウムキャリアガスと Agilent JetClean セルフクリーニングイオン源を用いた、10 ~ 1,000 ng/mL の範囲における 17 種類のフタレート、および 125 ~ 10,000 ng/mL の範囲における 2 種類の異性体混合物 (DINP と DIDP) のキャリブレーション性能について、詳細に報告されています²。水素キャリアガス、Agilent HydroInert イオン源、およびバックフラッシュを使用した、電気ケーブルサンプル中の 10 種類のフタレートの分析が、200 ~ 5,000 ng/mL のキャリブレーション範囲で達成されています³。多くのラボが、GC/MS 分析においてヘリウムから水素キャリアガスへの転換を検討しているため、低濃度 (< 10 ng/mL) において、水素キャリアガスを使用した際のフタレートの性能を評価することは有用です。

本アプリケーションノートでは、GC キャリアガスとして水素を使用した、選択イオンモニタリング (SIM) モードでの GC/MS を取り上げます。一般的に、GC/MS 分析用のキャリアガスとしてヘリウムが最適であると考えられていますが、その高いコストとヘリウム不足の再発により、水素を使用するアプリケーションの需要が高まっています。GC/MS 分析に水素を用いる場合、いくつか考慮すべき事項があります。

第一に、水素は反応性ガスであり、注入口やカラム内、時には質量分析計の電子イオン化 (EI) イオン源内で化学反応が生じる可能性があります。分析結果が変わってしまうことがあります。重要なことは、GC/MS 内が高濃度である場合に、分析成分と水素との化学反応の問題を起こさないようにすることです。

第二に、クリーンな水素ガスの信頼できるソースを使用することが大切です。多くの場合、純度が > 99.9999 % で、水と酸素についてはそれぞれ低濃度であることが仕様で示された水素発生装置を使用します。水素発生装置には、水分フィルタを使用することを強くお勧めします。同様に、クロマトグラフィーまたは研究グレードの水素ボンベも良好に機能します。また、可燃性ガスや爆発性ガスを扱う全作業者が適切なガスの取り扱いおよび使用を含むラボ安全コースを受講することも推奨します。

加えて、GC/MS アプリケーションでは、水素に切り替えるときに、ガスクロマトグラフと質量分析計でハードウェアの変更が必要となる場合があります。『Agilent EI GC/MS Instrument Helium to Hydrogen Carrier Gas Conversion user guide』⁴ (Agilent EI GC/MS 機器のヘリウムから水素キャリアガスへの切り替えのユーザーガイド) は、切り替えの手順を詳細に説明しています。この手順には、注入口ライナ、カラム、真空ポンプ、EI イオン源の選択も含まれています。クロマトグラフィー条件および注入溶媒の調整が必要となることもあります。

水素キャリアガスでみられる利点の 1 つは、EI イオン源のクリーニングの必要性が低減することです。分析中にイオン源へ低流量の水素を連続的に加える Agilent JetClean 技術の使用時にも、同様の改善があります^{3, 5, 6, 7}。水素キャリアガスを使用する際によく見られる 2 つ目の利点は、クロマトグラフィー分離能を維持したまま分析時間を短縮できることです。

フタレートは相対的に耐久性のある化合物であるため、本アプリケーションノートで説明する最適化されたメソッドを使用して推奨に従って実行することにより、水素キャリアガスでの分析が可能となります。

実験方法

この実験で使用したシステムは、フタレート分析において水素キャリアガスに伴う潜在的な問題を最小化するように構成しました。使用した重要なパラメータは次のとおりです。

水素ガス：99.9999 % 純度仕様の水素で、水および酸素がそれぞれ低濃度仕様のものをキャリアガスとして使用しました。

パルスドスプリットレス注入：フタレートのカラムへの移送を最大化するために使用しました。

GC カラム：Agilent J&W HP-5ms ウルトライナートカラム (20 m × 内径 0.18 mm、0.18 μm、部品番号 19091S-577UI) を使用して、最適なガス流量と注入口圧力を維持しました。

注入口ライナ：Agilent ウルトライナートミッドフリット付きライナ (部品番号 5190-5105) は、良好なピーク形状と不活性度を示すことがわかりました。

MSD EI イオン源：水素キャリアガスへの転換時には、EI イオン源のハードウェアの選択が重要な考慮事項となります⁴。水素化の影響を受ける分析対象物については、HydroInert イオン源を強く推奨します。これは、HydroInert イオン源が、EI イオン源で一般的に使用される金属で見られることが多い、水素に対する触媒活性を大幅に低減させる材料で構成されているためです^{4, 8, 9}。

例えば、NIST ライブラリに対する、スキャンデータのライブラリ検索による未知化合物の同定に本メソッドを用いる場合も、HydroInert イオン源が最適な選択肢となります。ただし、GC/MS で分析される化合物の多くは水素との反応を示さず、オプションの 6 mm または 9 mm エクストラクタレンズを装着した標準のイナートプラスエクストラクタ EI イオン源を用いて分析可能です⁴。水素を初めて評価するラボにとって、これはコスト効率の優れた選択肢となります。分析に関係するターゲット化合物の数が管理可能な範囲であれば、オプションの 9 mm レンズを装着した標準のイナートプラスエクストラクタ EI イオン源を用いた性能評価が効果的な場合があります。

本アプリケーションでは、19 種類のターゲットフタレートが対象です。スペクトル忠実度（NIST ライブラリー致スコアに基づく）と定量性能を比較した実験データから、このケースでは、標準のイナートプラスエクストラクタ EI イオン源に 9 mm レンズを装着した場合の結果が、HydroInert イオン源の場合と同等であることが示されたため、本メソッドに採用されました。

図 1 に、今回の実験で使用したシステムの構成を示します。機器の操作パラメータを表 1 および 2 に示します。

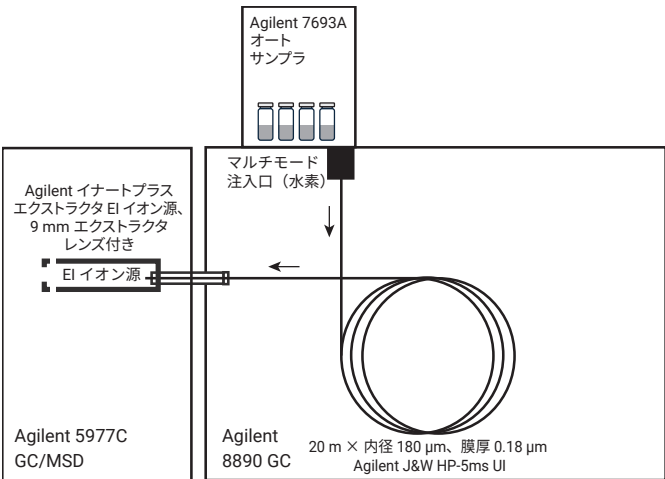


図 1. システム構成

表 1. フタレート分析のための GC および MS 条件

メソッドパラメータ	
GC	Agilent 8890 GC と Agilent 7693A オートサンブラ およびトレイ
注入口	マルチモード注入口 (MMI)
モード	パルスドスプリットレス
注入パルス圧力	25 psi、0.90 分まで
スプリットベントへのバージ流量	1.0 分で 50 mL/min
注入量	1.0 µL
シリンジ	10 µL、PTFE チップ付きプランジャ、デュアルターバニードル (G4513-80203)
セプタム	11 mm アドバンストグリーン (部品番号 8010-0208)
注入口温度	280 °C
注入口ライナ	Agilent ユニバーサルウルトライナートミッドフリット付きライナ (部品番号 5190-5105)
カラム	Agilent J&W HP-5ms UI、20 m × 内径 0.18 mm、膜厚 0.18 µm (部品番号 19091S-577UI)
カラム温度プログラム (°C)	60 °C (1.5 分間保持)、50 °C /min で 220 °C まで昇温 (保持なし)、12.5 °C /min で 320 °C まで昇温 (0.3 分間保持)
キャリアガスと流量	水素、0.9 mL/min 定流量
MSD	Agilent 5977C イナートプラス GC/MSD
イオン源	Agilent イナートプラスエクストラクタ EI イオン源、9 mm エクストラクタレンズ付き (G3870-20449)
トランスファーライン温度	280 °C
イオン源温度	300 °C
四重極温度	150 °C
EM 電圧ゲインモード	ゲイン 1.0
モード	SIM
チューニング	ETUNE.U

表 2. 研究対象のフタレートの名称、略語、CAS 番号、リテンションタイム、およびターゲットイオンと確認イオン

リテンション タイム	物質名	省略記号	CAS 番号	ターゲット m/z	Q1 m/z	Q2 m/z	Q3 m/z
4.177	フタル酸ジメチル	DMP	131-11-3	163	77	194	133
4.530	フタル酸ジエチル	DEP	84-66-2	149	177	105	222
4.896	ジアリルフタレート	DAP	131-17-9	149	41	132	189
5.206	1,2-ベンゼンジカルボン酸、ビス(2-メチルプロピル)エステル	DIBP	84-69-5	149	223	167	104
5.480	フタル酸ジブチル	DBP	84-74-2	149	223	205	104
5.602	フタル酸ビス(2-メトキシエチル)	DMEP	117-82-8	149	176	104	59
5.876	1,2-ベンゼンジカルボン酸、ビス(4-メチルペンチル)エステル	BMPP	146-50-9	149	251	167	85
5.993	1,2-ベンゼンジカルボン酸、ビス(2-エトキシエチル)エステル	DEEP	605-54-9	149	72	104	193
6.128	フタル酸ジアミル	DPP	131-18-0	149	237	219	104
6.915	1,2-ベンゼンジカルボン酸、ジヘキシルエステル	DHXP	84-75-3	149	104	233	251
6.971	フタル酸ベンジルブチル	BBP	85-68-7	149	91	104	206
7.515	フタル酸ビス(2-プトキシエチル)	DBEP	117-83-9	149	193	101	85
7.767	フタル酸ジシクロヘキシル	DCHP	84-61-7	149	167	104	249
7.858	フタル酸ビス(2-エチルヘキシル)	DEHP	117-81-7	149	167	113	104
8.777	フタル酸ジ-n-オクチル	DNOP	117-84-0	149	279	104	261
9.292	フタル酸ビス(2-プロピルヘプチル)	DPHP	53306-54-0	149	55	167	307
9.779	1,2-ベンゼンジカルボン酸、ジノニルエステル	DNP	84-76-4	149	293	275	150
8-10.3	フタル酸ジイソノニル	DINP	28553-12-0	293	149	167	
8.5-10.7	フタル酸ジイソデシル	DIDP	26761-40-0	307	149	167	

パルスドスプリットレス注入は、フタレートのカラムへの移送を最大化し、高温注入口における不要な相互作用を最小限に抑えるために使用されます。ウルトライナートミッドフリット付きライナは今回のアプリケーションで良好に機能します。ミッドフリットは、注入された液体サンプルに熱を伝達して、カラムに入る前に蒸発させます。マルチモード注入口 (MMI) 温度プログラミング可能注入口を使用して、280 °C で定温操作しました。したがって、スプリット/スプリットレス注入口も適用可能です。

フタレート標準溶液は、2 つの別々のキャリブレーションセットで調製しました。最初のセットには、19 種類のフタレートのうち 17 種類を含め、2 つ目のセットには、DINP および DIDP フタレート異性体を含めました。

15 成分のカスタムフタレート混合物は、Ultra (現アジレント) から購入しました。各成分の濃度は、イソオクタン中で 1,000 µg/mL でした。ジアリルフタレート (DAP)、DINP、DIDP は、Agilent から純形態として購入しました。純フタル酸ビス(2-プロピルヘプチル) (DPHP) は、Millipore Sigma から購入しました。

17 種類のフタレートについては、11 つの濃度：1、2.5、5、10、20、50、100、250、500、800、1,000 ng/mL (イソオクタン中) で標準溶液を調製しました。DIDP および DINP 異性体については、11 つの濃度：50、100、250、500、750、1,000、2,500、5,000、7,500、10,000、20,000 ng/mL で標準溶液をイソオクタンに溶解しました。化合物の同定については、表 2 および図 2 を参照してください。すべての定量測定は、Agilent MassHunter Quantitative Analysis ソフトウェアバージョン 11.1 を使用して実施しました。

結果と考察

図 2 は、DMP の m/z 163 および残りの 17 種類のキャリブレーション成分の m/z 149 における、50 ng/mL 標準溶液の SIM クロマトグラムを示しています。ここで用いたパラメータの場合、ピーク形状は優れています。図 3 は、1,000 ng/mL DINP および DIDP フタレート標準の SIM クロマトグラムを示しています。水素キャリアガスと直径の小さいカラムを組み合わせることにより、現行メソッドでの分析時間 (14.5 分) が、ヘリウムと 250 µm カラムの場合の約半分となっています²。

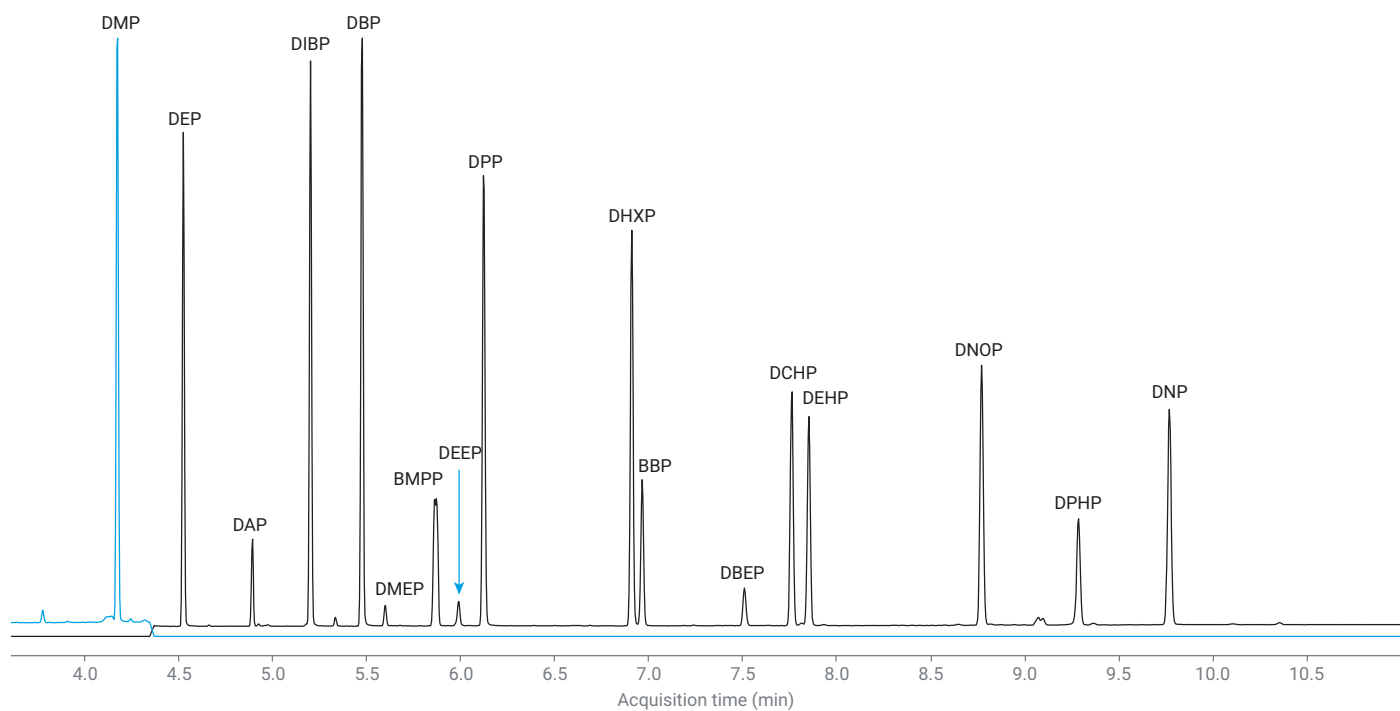


図 2. 50 ng/mL フタレート標準。青色：DMP の SIM m/z 163 定量イオン。黒色：その他すべての SIM m/z 149 定量イオン

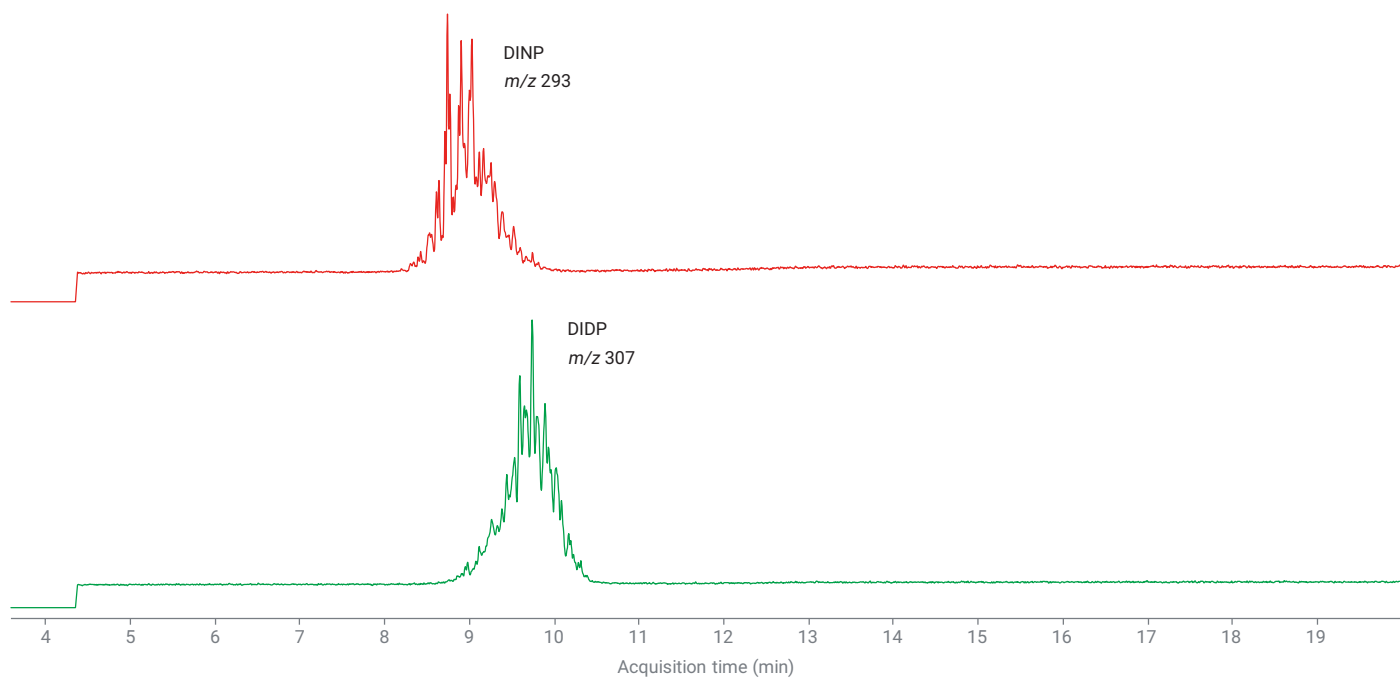


図 3. 1,000 ng/mL DINP および DIDP フタレート標準

干渉と汚染

ここで採用した GC/MS メソッドの感度は、17 種類の個々のフタレート
を低 pg レベル (ng/mL) で検出するのに十分です。ただし、干渉と汚
染により、当初、最低濃度でのキャリブレーションは制限されていました。
干渉はシリコンのピークと同定され、汚染は使用した消耗品とガラス容
器に含まれている低濃度の一般的なフタレートに起因していました。

図 4 は、イソオクタン溶媒ブランクを初めて分析した際に発生した問題の
一例を示しています。

4.3 分で終了している青色のトレースは、DMP の SIM 定量イオンです。
ブランクにはいくつかのピークが存在していますが、これらは DMP から
分離されており、干渉していません。

黒色の SIM m/z 149 トレースでは、明らかに複数の問題が認められます。
1,2-ベンゼンジカルボン酸 (DIBP)、フタル酸ジブチル (DBP)、フタル酸
ジエチル (DEP) に対する顕著なレスポンスが認められ、さらに DEHP
および DPHP に対するより小さいレスポンスも存在します。さらに、スキャ
ンデータからシリコキサン (Si と表示) と同定された一連のピークも観察
されています。DPHP のピークは小さく、前回の注入による広がったシリ
コキサンのゴーストピークにより不明瞭になっています。

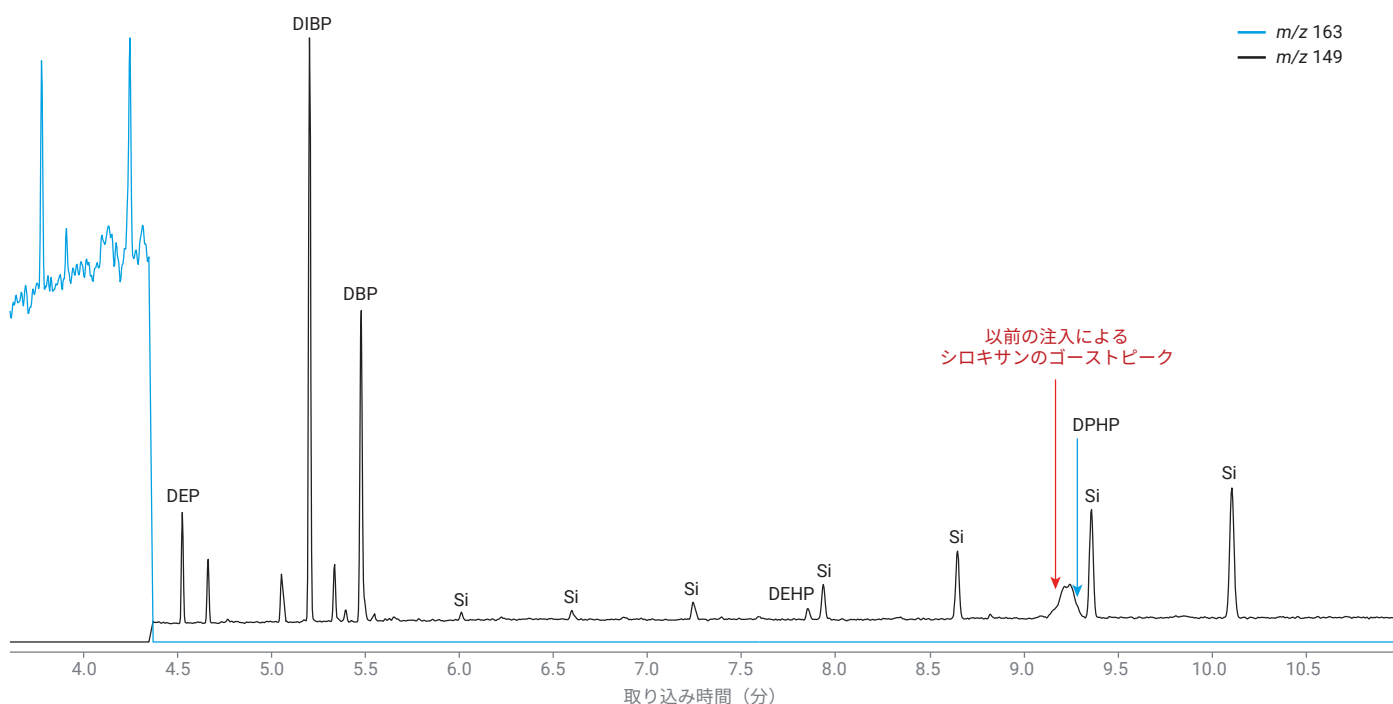


図 4. イソオクタン溶媒ブランクにおいて初期に観察された干渉と汚染の例。青色：DMP の SIM m/z 163 定量イオン。黒色：その他すべての SIM m/z 149 定量イオン

図 5 は、同一バイアルで行った 2 回の連続ブランク溶媒分析を示しています。注入パラメータは、代わりに 4 台のシリンジポンプを使用し、1 回の注入につきニードルがセプタムを 1 回のみ貫通する（サンプル洗浄なし）ように設定されています。2 回目の注入時には、顕著なシロキサンレスポンスが観察されました。シロキサンピークの溶出範囲を確定するために、オープン昇温範囲を 320 °C まで拡張し、最終保持時間を 7.3 分まで延長しました。図 5 に示すように、これらは少なくとも 20 分まで継続しました。これにより、GC 分析が 13 分で終了した際に、広がったゴーストピークが出現しました。

図 5 では、初回分析時の非常に小さいシロキサンレスポンスのみが示されていますが、このレスポンスは変動しやすく、最低濃度の標準溶液と干渉する場合があります。したがって、別の 2 種類のバイアルキャップを評価しました。図 6 は、試験したポリウレタンスナップキャップと PTFE クリンプキャップを示しています。

いずれのタイプのキャップもシロキサンピークを示しておらず、フタレート汚染のレベルも非常に低い状態でした。ポリウレタンスナップキャップはエラストマー製で、ニードル穿刺後も再密封可能であるため、同一サンプルから複数回の注入が実施できます。ただし、溶媒との適合性には制限があります。例えば、イソオクタン溶媒では良好な性能を示しましたが、ジクロロメタンでは膨張して密封性が失われる寸前でした。

A ポリウレタンスナップキャップ



キャップ：
5181-1512

バイアル：
5182-0545

B PTFE クリンプキャップ



キャップ：5182-0871

バイアル：5181-3376

図 6. シロキサン干渉の低減のために試験した別のアジレントのバイアルとキャップ。(A) ポリウレタンキャップおよびスナップキャップバイアル。(B) アルミニウム/PTFE クリンプキャップおよびクリンプキャップバイアル

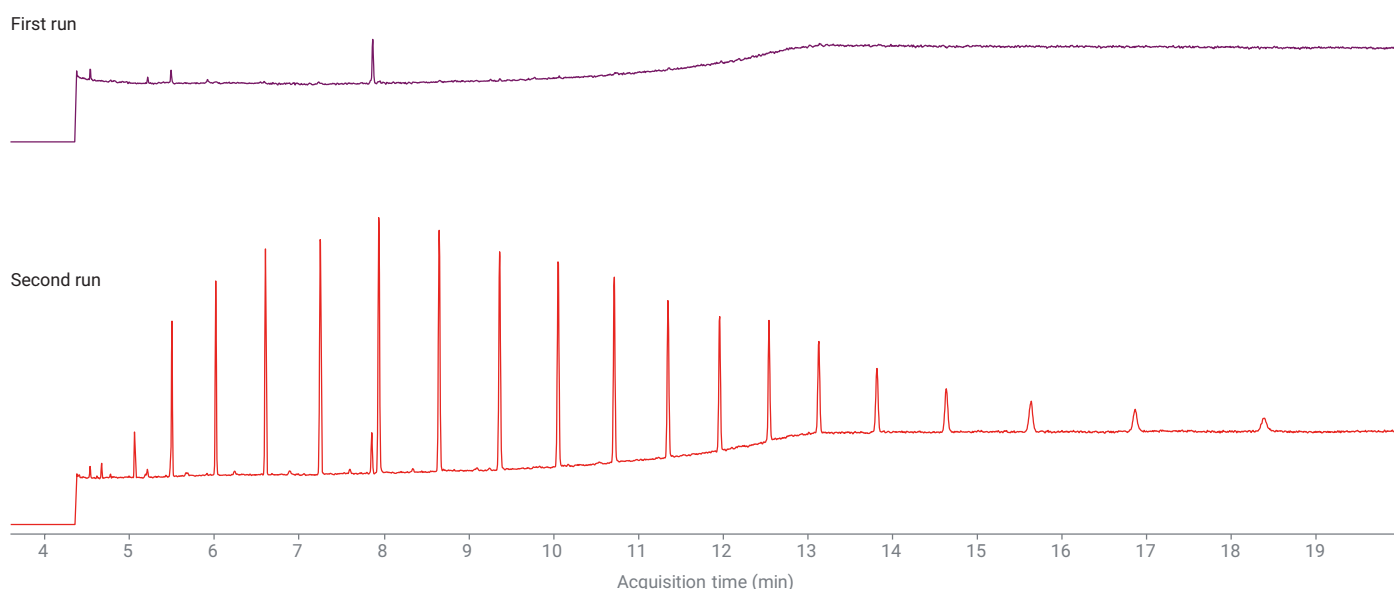


図 5. 連続的なイソオクタン溶媒ブランク注入。SIM m/z 149 でのバイアルセプタムからのシロキサン干渉を示しています。

PTFE クリンプキャップも良好な性能を示しました。PTFE は弾性が非常に低いため、ニードル穿刺後はキャップにより再密封できません。バイアルあたり 1 回の注入が最適です。必要に応じて注入を繰り返す場合は、蒸発による問題を回避するため即座に実施する必要があります。PTFE クリンプキャップの利点の 1 つは、他の消耗品とともにガラス容器オープンにおいて 130 °C で一晩空焼きすることができる点です。ただし、PTFE クリンプキャップは、ある程度の非弾性性質により完全には密封されないため、長期にわたるサンプル保管には推奨されません。

フタレート（およびその他の）汚染の発生源として考えられる別の可能性は、図 7 に示す、Agilent 7693A オートサンプラのニードルサポートインサート（G4513-40525）です。このサポートは、時間の経過とともに、高濃度標準や高マトリックスサンプルからの残留物により汚染される可能性があります。サポートは、約 20 mL のメタノールを入れたバイアルに挿入して、ポルテックスし、一晩浸漬させることにより洗浄できます。浸漬後は、再度取り付ける前に完全に空気乾燥させる必要があります。ニードルサポートは消耗品であり、少なくとも年 1 回は交換する必要がありますが、使用頻度が高い場合はより頻繁に交換する必要があります。本研究では、新しいニードルサポートを前述の方法に従って洗浄し、取り付けました。

図 8 は、空焼きした消耗品、ポリウレタンキャップ、新たに洗浄したニードルサポートを用いた、1 ng/mL (1 pg) 標準溶液とブランクの SIM m/z 149 クロマトグラムを示しています。両クロマトグラムのスケールは同一ですが、明確にするためブランクはオフセットされています。依然とし

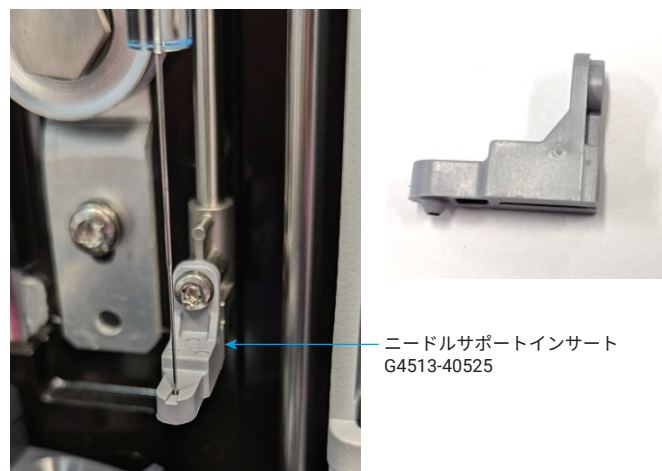


図 7. Agilent 7693A オートサンプラのオートサンプラニードルサポートインサート

て少量の汚染が認められますが、その量は大幅に低減しており、低 ppb 濃度までのキャリブレーションが可能であると考えられます。PTFE クリンプキャップを使用した際にも、同様の結果が得られました。図 9 は、同一の分析から得られた SIM m/z 163 クロマトグラムを示しており、DMP のブランクレベルも非常に低いことがわかります。

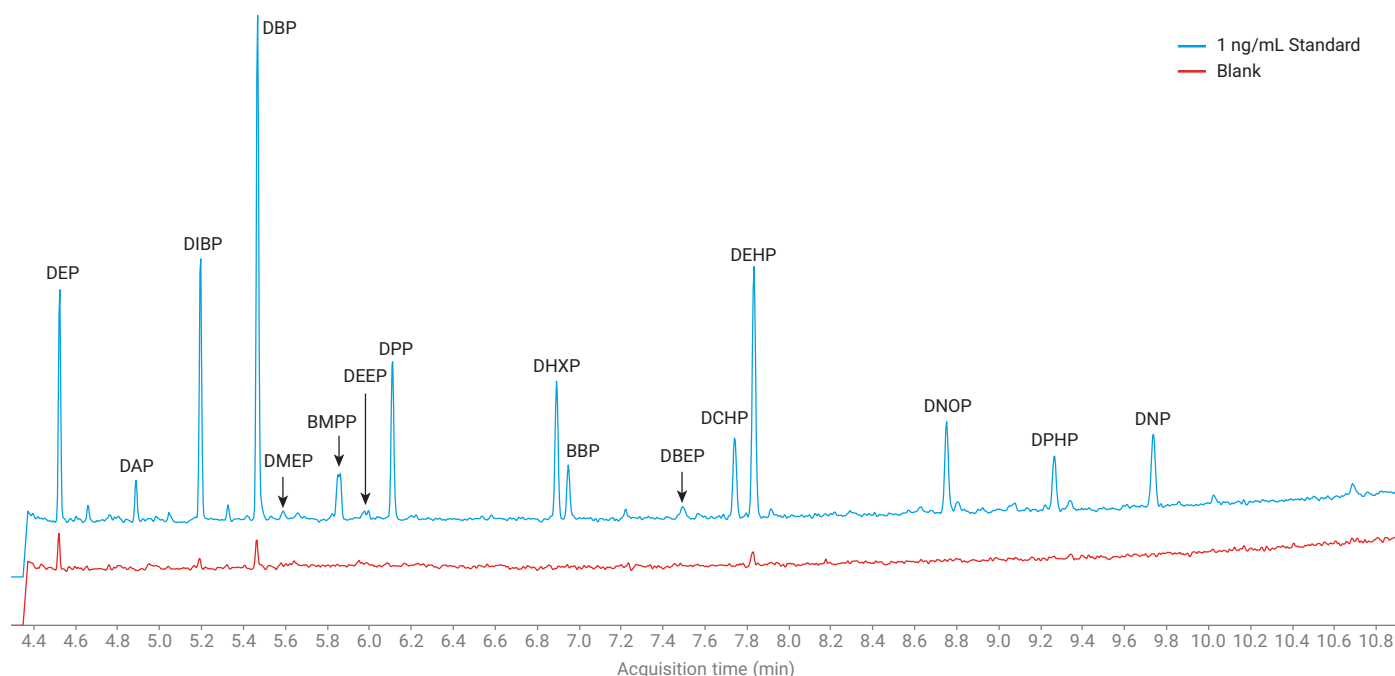


図 8. 空焼きした消耗品、ポリウレタンキャップ、新たに洗浄したニードルサポートを用いた、1 ng/mL 標準溶液とブランクの SIM m/z 149 クロマトグラム

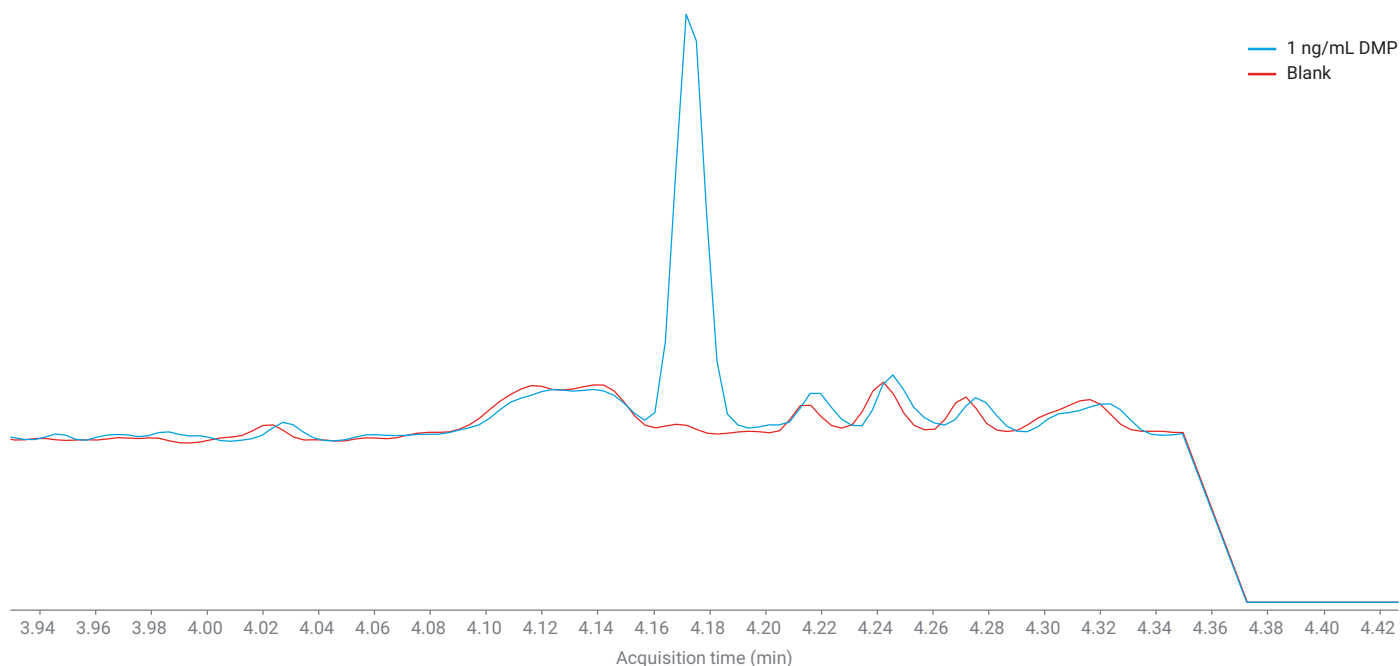


図 9. 空焼きした消耗品、ポリウレタンキャップ、新たに洗浄したニードルサポートを用いた、1 ng/mL 標準溶液とブランクの SIM 163 クロマトグラム (DMP)

初回キャリブレーション

14 種類の個々のフタレートについて、1 ～ 1,000 pg の範囲で検量線は直線性を示しました。DMEP は、2.5 ～ 1,000 pg の範囲でキャリブレーションを行いました、二次近似が必要でした。DBEP は、1 ～ 1,000 pg の範囲でキャリブレーションを行いました、この場合も二次近似が必要でした。DEHP は、2.5 ～ 1,000 pg の範囲で直線性を示しました。表 3 および図 10、11 は、17 種類のフタレートについて 1 ～ 1,000 pg の 11 レベル、また DINP および DIDP について 50 ～ 20,000 pg の個別のキャリブレーションによるシステムのキャリブレーション結果を示しています。

必要に応じて、相対標準誤差 (RSE) の値を使用し、RSE 値 < 20 % を達成するように、二次近似を選択したり、最小キャリブレーション点を削除したりしました。

機器検出下限

初回キャリブレーションが完了した後に、機器検出下限 (IDL) を調べました。17 種類の個々のフタレートに対して、1 pg 標準溶液を用いて 8 回の分析を実施しました。式 1 を適用することにより IDL を計算しました。S/N 比が低い化合物 (DMEP および DEEP) については、2.5 pg の濃度で 8 回の分析を実施しました。DINP および DIDP については、50 pg 標準溶液を用いて 8 回の分析を実施しました。表 3 に、計算された IDL を示します。

式 1. IDL の計算式。

$$IDL = s \times t(n - 1, 1 - \alpha = 99) = s \times 2.998$$

各項の説明：

$t(n - 1, 1 - \alpha)$ = 自由度 $n - 1$ で信頼度 99 % の場合の t の値

n = 分析回数 (8)

s = 8 回の分析の標準偏差

表 3. 1 ～ 1,000 pg の範囲にわたる 11 濃度レベルの SIM モードでのキャリブレーションの結果

化合物メソッド									
リテンションタイム	物質名	CF	CF 下限	CF 上限	CF 重量	RSE	CF R2	濃度IDL	IDL (ppb)
4.175	DMP	直線	1	1,000	1/x	9.5	1.000	1	0.20
4.524	DEP	直線	1	1,000	1/x	9.9	0.999	1	0.21
4.892	DAP	直線	1	1,000	1/x	11.6	0.999	1	0.23
5.200	DIBP	直線	1	1,000	1/x	7.3	0.999	1	0.60
5.471	DBP	直線	1	1,000	1/x	5.4	1.000	1	0.60
5.594	DMEP	二次	2.5	1,000	1/x	14.1	0.999	2.5	0.40
5.865	BMPP	直線	1	1,000	1/x	7.7	0.999	1	0.17
5.985	DEEP	直線	1	1,000	1/x	14.9	0.998	2.5	0.56
6.119	DPP	直線	1	1,000	1/x	10	0.999	1	0.16
6.899	DHXP	直線	1	1,000	1/x	11.1	0.999	1	0.19
6.955	BBP	直線	1	1,000	1/x	11.3	0.999	1	0.18
7.498	DBEP	二次	1	1,000	1/x	14.3	0.999	1	0.73
7.751	DCHP	直線	1	1,000	1/x	11.7	0.999	1	0.26
7.841	DEHP	直線	2.5	1,000	1/x	9.6	0.999	1	0.61
8.758	DNOP	直線	1	1,000	1/x	11.3	0.999	1	0.27
9.274	DPHP	直線	1	1,000	1/x	10.1	0.999	1	0.30
9.745	DNP	直線	1	1,000	1/x	11.8	0.999	1	0.31
8.754	DINP	直線	50	20,000	1/x	11.3	0.998	50	7.08
9.762	DIDP	直線	50	20,000	1/x	11.7	0.998	50	7.13

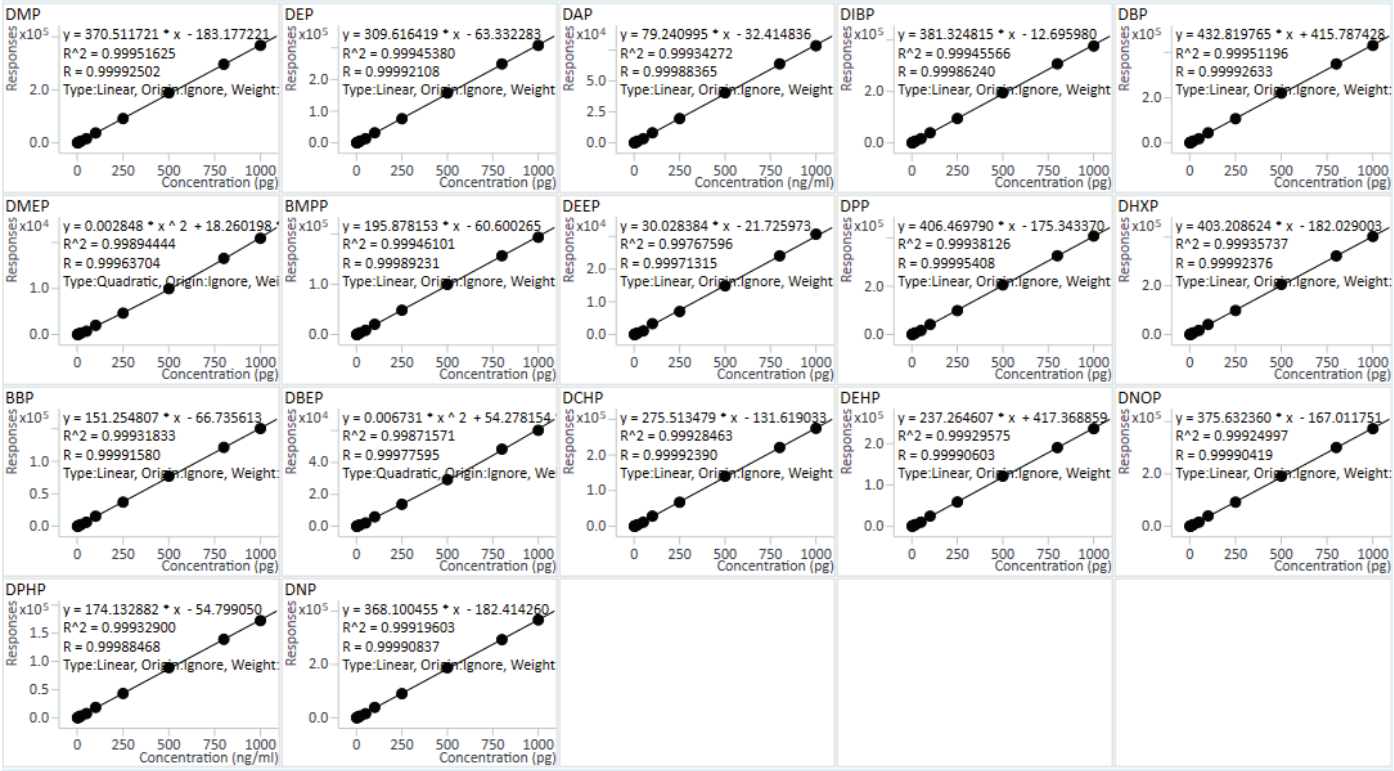


図 10. 17 種類の個々のフタレートに対する、1 ～ 1,000 pg の範囲にわたる 11 濃度レベルの SIM モードでのキャリブレーションのプロット

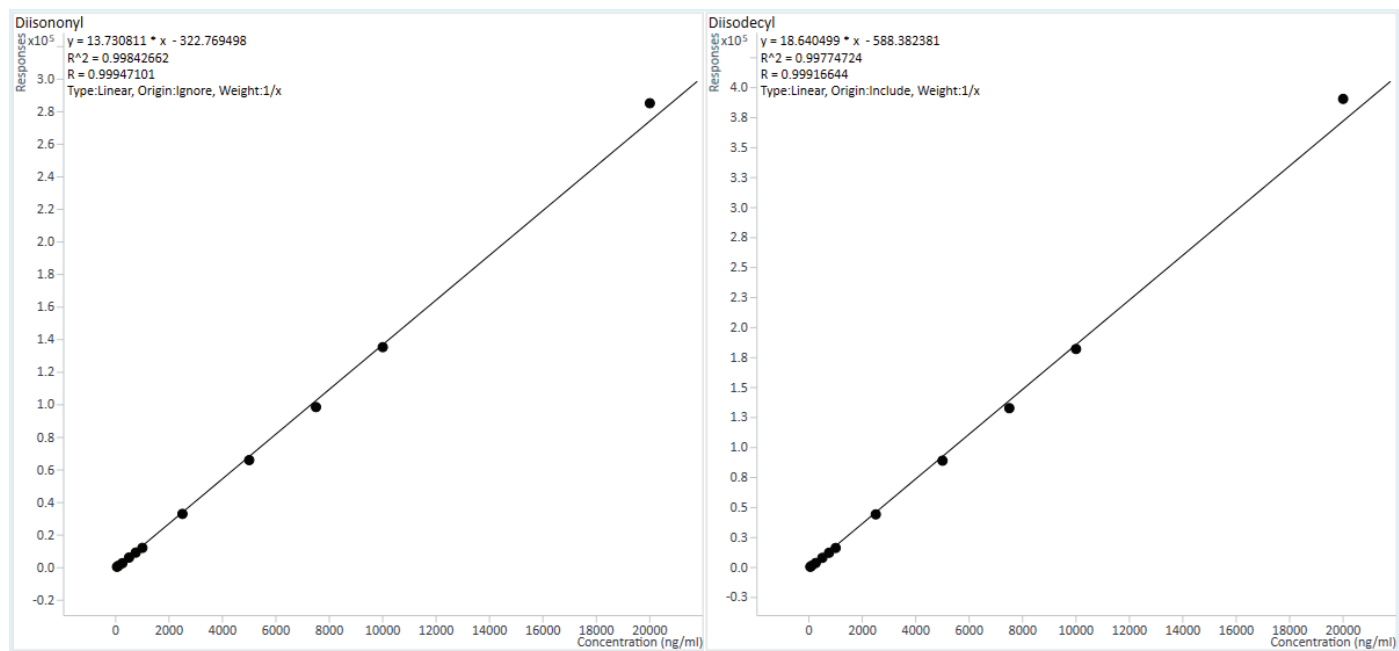


図 11. DINP および DIDP に対する、50 ～ 20,000 pg の範囲にわたる 11 濃度レベルの SIM モードでのキャリブレーションのプロット

結論

Agilent 5977C GC/MSD および 8890 GC は、本アプリケーションノートに記載のメソッドで使用した場合、優れたピーク形状、分離能、感度を実現します。水素キャリアと直径 180 μm の Agilent J&W HP-5ms、カラムを組み合わせることにより、ヘリウムの場合と比較して分析時間を短縮することができました。14 種類のフタレートについて、1 ~ 1,000 pg の範囲で検量線は直線性を示しました。DMEP および DBEP には二次曲線近似が必要であり、DMEP および DEHP は 2.5 ~ 1,000 pg の範囲でキャリブレーションを行いました。DINP および DIDP は、50 ~ 20,000 pg の範囲において直線近似でキャリブレーションを行いました。使用する消耗品とその使用前の準備に特に注意を払う必要があり、これが最低キャリブレーションレベルを達成するために重要になります。

参考文献

1. Bushey, J. Phthalate Analysis Using an Agilent 8890 GC and an Agilent 5977A GC/MSD. Agilent Technologies application note, **2018**, 5994-0483EN.
2. Zhang, J. Phthalates Analysis with Method GB 5009.271-2016 Using the Agilent 8890 GC and MSD with Agilent JetClean. Agilent Technologies application note, **2019**, 5994-0656EN.
3. Dao, D. L.; Tran, M. T.; Phan, X. D.; Pham, Q. T.; Nguyen, T. L.; Ho, T. D.; Srisawang, B. Analysis of Phthalate with Hydrogen Carrier Gas. Agilent Technologies application note, **2024**, 5994-7215EN.
4. Agilent EI GC/MS Instrument Helium to Hydrogen Carrier Gas Conversion. Agilent Technologies user guide, **2022**, 5994-2312EN.
5. Andrianova, A. A.; Quimby, B. D. Optimized GC/MS Analysis for PAHs in Challenging Matrices. Agilent Technologies application note, **2019**, 5994-0499EN.
6. Anderson, K. A.; Szelewski, M. J.; Wilson, G.; Quimby, B. D.; Hoffman, P. D. Modified Ion Source Triple Quadrupole Mass Spectrometer Gas Chromatograph for Polycyclic Aromatic Hydrocarbons. J. Chromatogr. A. **2015**, 1419, 89–98. DOI: 10.1016/j.chroma.2015.09.054
7. Quimby, B. D.; Prest, H. F.; Szelewski, M. J.; Freed, M. K. In-Situ Conditioning in Mass Spectrometer Systems. US 8,378,293 B1, **2013**.
8. Agilent Inert Plus GC/MS System with HydroInert Source. Agilent Technologies technical overview, **2022**, 5994-4889EN.
9. Quimby, B. D.; Andrianova, A. A. Mass Spectrometry Ion Source. US 12,033,843 B2, **2024**.

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンタ

0120-477-111

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-006223

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2025

Printed in Japan, May 7, 2025

5994-8354JAJP