

水素キャリアガスと Agilent HydroInert イオン源を用いた GC/MS による 半揮発性有機化合物の分析

著者

Angela Smith Henry, PhD
Agilent Technologies, Inc.

概要

ガスクロマトグラフィー / 質量分析 (GC/MS) は、環境マトリックス中の半揮発性有機化合物 (SVOC) の分析において重要な役割を果たしています。近年のヘリウム (He) の供給不足問題から、各機関は水素 (H₂) キャリアガスの調査を積極的に行っていますが、多くの GC/MS 分析では感度が低下し、イオン源で水素化または脱塩素化反応が起こります。Agilent HydroInert イオン源は、H₂ キャリアガスを使用した場合でも、広いキャリブレーション範囲 (0.1 ~ 100 µg/mL) で分析でき、米国環境保護庁 (EPA) メソッド 8270 キャリブレーション基準を満たすことができます。

はじめに

GC/MS は、SVOC の分析に最適な分析手法とされています。政府の規制機関は、環境および産業マトリックス中に存在する汚染物質として特定された SVOC の測定のためのメソッドと性能基準を確立しています。例えば、U.S. EPA メソッド 8270 (8270D および 8270E) には、GC/MS 分析に適した固形廃棄物、土壌、空気、水抽出物中の 200 種類以上の化合物のリストが記載されています^{1, 2}。メソッド 8270 には、酸性、塩基性、中性化合物の複数成分の SVOC や多環芳香族炭化水素 (PAH) が含まれています。また、このメソッドでは、SVOC を定量分析するための詳細な仕様と要件も規定されています。

数年前からヘリウム (He) の確保について懸念されていましたが、近年、水素 (H₂) などの代替キャリアガスへの移行についての関心が著しく高まっています。しかし、既存の MS システムでは、ニトロ化合物など一部の官能基の水素化や過塩素化合物の脱塩素化の問題があり、これらの問題がトータルイオンクロマトグラム (TIC) のピークのマスマスペクトルを変え、化合物の誤同定につながる可能性があります。Agilent 5977B Inert Plus GC/MSD 用に新たに設計されたエクストラクタイオン源は、これらの H₂ に関する問題に対処し、GC/MS における H₂ キャリアガスの性能を向上させることができます。H₂ キャリアガスを用いた HydroInert イオン源は質量スペクトルの忠実度を維持し、ユーザーは既存の He ベースの質量スペクトライブラリおよび定量メソッドを引き続き使用することができます。

このアプリケーションノートでは、ニトロ基やハロゲンなどの重要な官能基を保持しながら、H₂ キャリアガスの使用を可能にする HydroInert イオン源の能力を実証します。質量スペクトルの忠実度を維持することは、特に EPA メソッド 8270 のような環境分析において、GC/MS システムで H₂ キャリアガスを使用するための突破口となります。また、He キャリアガス分析に近い感度を維持できる EP A8270 用のメソッドが開発され、多くの化合物を 0.1 ~ 100 µg/mL の範囲でキャリブレーションでき、線形曲線フィットを必要とする化合物は 20 % 未満です。

実験方法

酸性、塩基性、中性の化合物の代表的な混合物と、ニトロフェノールから PAH までのさまざまな化合物クラスで構成される混合物を生成するため、119 種類のターゲット化合物とサロゲート化合物を含む標準原液のセットを選択しました。ターゲット化合物の 9 つの標準原液は、濃度 2,000 µg/mL でした。これらの標準原液の部品番号は以下のとおりです。SVM-160、SVM-121、SVM-122、SVM-123、SVM-124、SVM-125、SVM-126-1、SVM-127、US-211。ピリジンは、純粋な標準を 1,000 µg/mL に希釈し、作業標準としました。サロゲート標準 (部品番号 ISM-332) には、表 1 に示すように、6 つの 2,000 µg/mL の化合物が含まれていました。分析対象物の回収とキャリブレーションには、6 種類の重水素化 PAH (部品番号 ISM-560) の内部標準混合物を使用しました。標準原液を混合してジクロロメタンで希釈し、200 µg/mL の分析用標準を作製しました。次にこの分析用標準を希釈して、次の濃度、0.1、0.2、0.5、0.8、1、2、5、10、20、35、50、75、100 µg/mL のキャリブレーション標準用のターゲット化合物とサロゲート化合物を作成しました。内部標準は、各キャリブレーション標準液に 40 µg/mL を添加しました。表 1 は、実験で使用した化合物のリストです。表 1 の化合物番号はターゲット化合物とサロゲート化合物の溶出順序に基づいています。内部標準については溶出順ではなく、表の最後にまとめて記載しています。

ベンジジン、ペンタクロロフェノール、4,4'-ジクロロジフェニルトリクロロエタン (4,4'-DDT) およびデカフルオロトリフェニルホスフィン (DFTPP) を混合したチューニング標準 (部品番号 GCM-150) を 25 µg/mL に希釈し、MS キャリブレーションおよびチューニング設定を得ました。

ジクロロメタンで抽出した土壌の複合混合物を EPA メソッド 8270 の分析用に調製しました。この混合物は、ラボでよく使用される代表的なマトリックス残留物で、Pace Analytical (Mt. Juliet, TN) から調達したものです。

表 1. ターゲット化合物、サロゲート化合物、内部標準

No.	化合物	No.	化合物	No.	化合物
1	N-ニトロソジメチルアミン	43	4-クロロ-3-メチルフェノール	85	ベンタクロロフェノール
2	ピリジン	44	2-メチルナフタレン	86	ベンタクロロニトロベンゼン
3	2-ピコリン	45	ヘキサクロロシクロペンタジエン	87	プロピザミド
4	N-ニトロソ-N-メチルエチルアミン	46	1,2,4,5-テトラクロロベンゼン	88	ジノセブ
5	メタンスルホン酸メチル	47	2,4,6-トリクロロフェノール	89	ジスルホン
6	2-フルオロフェノール	48	2,4,5-トリクロロフェノール	90	フェナントレン
7	N-ニトロソジエチルアミン	49	2-フルオロピフェニル (サロゲート)	91	アントラセン
8	メタンスルホン酸エチル	50	2-クロロナフタレン	92	メチルパラチオン
9	フェノール-d ₆ (サロゲート)	51	1-クロロナフタレン	93	フタル酸ジブチル
10	フェノール	52	2-ニトロアニリン	94	パラチオン
11	アニリン	53	フタル酸ジメチル	95	4-ニトロキノリン-1-オキシド
12	ビス(2-クロロエチル)エーテル	54	2,6-ジニトロトルエン	96	フルオランテン
13	2-クロロフェノール	55	アセナフチレン	97	ベンジジン
14	1,3-ジクロロベンゼン	56	m-ニトロアニリン	98	ピレン
15	1,4-ジクロロベンゼン	57	アセナフテン	99	アラマイト
16	ベンジルアルコール	58	2,4-ジニトロフェノール	100	p-テルフェニル-d ₁₄ (サロゲート)
17	1,2-ジクロロベンゼン	59	4-ニトロフェノール	101	アラマイト II
18	2-メチルフェノール (o-クレゾール)	60	ベンタクロロベンゼン	102	p-ジメチルアミノアゾベンゼン
19	ビス(2-クロロ-1-メチルエチル)エーテル	61	2,4-ジニトロトルエン	103	クロロベンジレート
20	1-ニトロソピロリジン	62	ジベンゾフラン	104	3,3'-ジメチルベンジジン
21	p-クレゾール	63	1-ナフタレンアミン	105	フタル酸ベンジルブチル
22	N-ニトロソジ-n-プロピルアミン	64	2,3,4,6-テトラクロロフェノール	106	3,3'-ジクロロベンジジン
23	アセトフェノン	65	2-ナフタレンアミン	107	ベンゾ[a]アントラセン
24	4-ニトロソモルホリン	66	フタル酸ジエチル	108	クリセン
25	o-トルイジン	67	チオナジン	109	フタル酸ビス(2-エチルヘキシル)
26	ヘキサクロロエタン	68	フルオレン	110	フタル酸ジ-n-オクチル
27	ニトロベンゼン-d ₅ (サロゲート)	69	4-クロロフェニルフェニルエーテル	111	7,12-ジメチルベンゾ[a]アントラセン
28	ニトロベンゼン	70	5-ニトロ-o-トルイジン	112	ベンゾ[b]フルオランテン
29	N-ニトロソピペリジン	71	4-ニトロアニリン	113	ベンゾ[kb]フルオランテン
30	イソホロン	72	2-メチル、4,6-ジニトロフェノール	114	ベンゾ[a]ピレン
31	2-ニトロフェノール	73	ジフェニルアミン	115	3-メチルコラントレン
32	2,4-ジメチルフェノール	74	アゾベンゼン	116	ジベンズ[a,j]アクリジン
33	安息香酸	75	2,4,6-トリプロモフェノール	117	インデノ(1,2,3-cd)ピレン
34	ビス(2-クロロエトキシ)メタン	76	スルホテップ	118	ジベンズ[a,h]アントラセン
35	2,4-ジクロロフェノール	77	ジアレート I	119	ベンゾ[ghi]ペリレン
36	1,2,4-トリクロロベンゼン	78	ジアレート II	120	1,4-ジクロロベンゼン-d ₄ (内部標準)
37	ナフタレン	79	ホレート	121	ナフタレン-d ₈ (内部標準)
38	a,a'-ジメチルフェネチルアミン	80	フェナセチン	122	アセナフタレン-d ₁₀ (内部標準)
39	p-クロロアニリン	81	4-プロモフェニルフェニルエーテル	123	フェナントレン-d ₁₀ (内部標準)
40	2,6-ジクロロフェノール	82	ヘキサクロロベンゼン	124	クリセン-d ₁₂ (内部標準)
41	ヘキサクロロプタジエン	83	ジメトエート	125	ペリレン-d ₁₂ (内部標準)
42	N-ニトロソジブチルアミン	84	4-アミノピフェニル		

機器と分析メソッド

Agilent 8890 GC システムは、Agilent HydroInert イオン源を備えた Agilent 5977B Inert Plus MS システムに Agilent J&W DB-5ms ウルトライナートカラム (部品番号 121-5523UI) を接続しました。表 2 に、今回の分析で使用した GC/MS 機器および消耗品をまとめます。GC および MSD メソッドパラメータ (表 3) は、12 分のメソッドを実現するために最適化したものです。同時に、異性体に必要な分離能を保持しており、スキャン範囲やスキャン速度などのパラメータは、EPA メソッド 8270 ガイドラインにも準拠しています。

装置構成

表 2. GC および MSD 機器および消耗品

パラメータ	設定値
GC	Agilent 8890 GC システム
MS	Agilent 5977B イナートプラス GC/MSD
イオン源	Agilent HydroInert イオン源と 9 mm HydroInert エクストラクタレンズ
シリンジ	Agilent ブルーラインオートサンプラーシリンジ、10 µL、PTFE-チップ プランジャ (部品番号 G4513-80203)
カラム	Agilent J&W DB-5ms ウルトライナート、20 m × 0.18 mm、0.36 µm (部品番号 121-5523UI)
注入口ライナ	Agilent ウルトラ イナートライナ、スプリット低圧力損失、ガラスウール入り (部品番号 5190-2295)

分析条件

表 3. GC および MSD 機器の条件

パラメータ	設定値
注入量	1 µL
注入口	230 °C、スプリット比 10:1
カラム温度プログラム	40 °C (0 分ホールド) 30 °C /min で 320 °C まで (2 分ホールド)
キャリアガスと流量	H ₂ 、1.2 mL/min 定流量モード
トランスファライン温度	320 °C
イオン源温度	300 °C
四重極温度	150 °C
スキャン	m/z 35 ~ 500
チューニング	etune.u
ゲイン係数	0.5
スレッシュホールド	0
A/D サンプル	4

メソッド開発

キャリアガスを He から H₂ に変更することにより、GC/MS シングル四重極機器を用いた EPA メソッド 8270 分析において、次に示すようないくつかの課題が生じます。多くの化合物で 0.1 ~ 100 µg/mL の必要なキャリアレーション範囲を達成するためには、感度の変化、注入口圧力と流量、カラム容量と寸法のバランスを管理する必要があります。例えば、He キャリアガスを用いた典型的な EPA メソッド 8270 分析で 30 m × 0.25 mm、0.25 µm DB-5ms ウルトライナートカラムを使用していたものを、H₂ キャリアガス用に 20 m × 0.18 mm、0.18 µm DB-5ms ウルトライナートカラムに変更すると、30 m カラム容量の約 33 % になるため、カラムへの過負荷を避けるために注入パラメータの変更が必要になります。しかし、20:1 のスプリット注入を行った場合、注入濃度 0.5 µg/mL (カラム上は 25 ng/mL) 以下となるため、感度の問題が発生し、etune.u を使用しても問題は解決されませんでした。別の検証メソッドでは、30 m × 0.25 mm、0.25 µm DB-5ms ウルトライナートカラムを使用し、パルスドスプリットレス注入、流量 1.5 mL/min を用いました。このメソッドでは、多くの化合物で下限濃度 0.1 µg/mL に到達することができましたが、約 75 µg/mL 以上では過負荷を示す著しいピークのリーディングが確認され、直線近似も増加する問題がありました。atune.u チューンを用いた 30 m カラム、10:1 スプリットのパルスドスプリット注入を検証しましたが、ほとんどの化合物は 0.1 µg/mL で検出されませんでした。この検証で使用したカラム (20 m × 0.18 mm、0.36 µm DB-5ms ウルトライナート) で、さまざまな注入パラメータと atune および etune アルゴリズムの両方を検証しました。表 3 に、カラム容量、感度、および 0.1 ~ 100 µg/mL の検量線作成のために最適化された最終メソッドを示します。atune が望ましいものの、多くの化合物で検出される最低濃度が 0.2 µg/mL となる傾向がありました。

結果と考察

質量スペクトルの忠実性

H₂ キャリアガスを使用する場合、ニトロ化合物や重ハロゲン化合物のマススペクトルが変化することが懸念されます。H₂ 存在下、高温下、金属表面で、ニトロ官能基は水素化されてアミン類になり、過塩素化合物は脱塩素化されます。これらの要因はすべて質量分析計に存在します。HydroInert イオン源を用いたニトロベンゼン分析の一例を紹介します。3 mm の抽出レンズを使用したエクストラクタイオン源の検証では、キャリアガスに H₂ を使用し、ニトロベンゼンは混合物 (部品番号 SVM-122-1) 内の化合物の 1 つでした。ニトロベンゼン (分子量 m/z 123) を水素化すると、アニリン (分子量 m/z 93) が生成されます。エクストラクタイオン源、H₂ キャリアガスで取得した TIC のマススペクトルを確認すると、図 1A のマススペクトルが観測されました。 m/z 93 のアバンダンスが大きく、 m/z 123 では小さいことから、ニトロベンゼンからアニリンへの変換がイオン源で起こっていることがわかります。この質量スペクトルは、ニトロベンゼンのリテンションタイムで観測され、アニリンのリテンションタイムとはよく分離されていることから、イオン源で発生したことが確認されました。比較として、ニトロベンゼンを含む同じ混合物を HydroInert イオン源 (9 mm レンズ) で確認したところ、He キャリアで確認される質量スペクトルと同等のスペクトルパターン、 m/z 123 および 93 が観察され (図 1B)、ニトロベンゼンがイオン源に保持され、アニリンに変換されていないことを示しています。図 2A (エクストラクタイオン源) と図 2B (HydroInert イオン源) に示すニトロベンゼンの抽出イオンクロマトグラム (EIC) でも確認することができます。ここで、HydroInert イオン源を使用した場合、123/93 の比率が改善されていますが、エクストラクタイオン源の EIC 重ね表示では m/z 93 への著しい変換とテーリングが見られました。

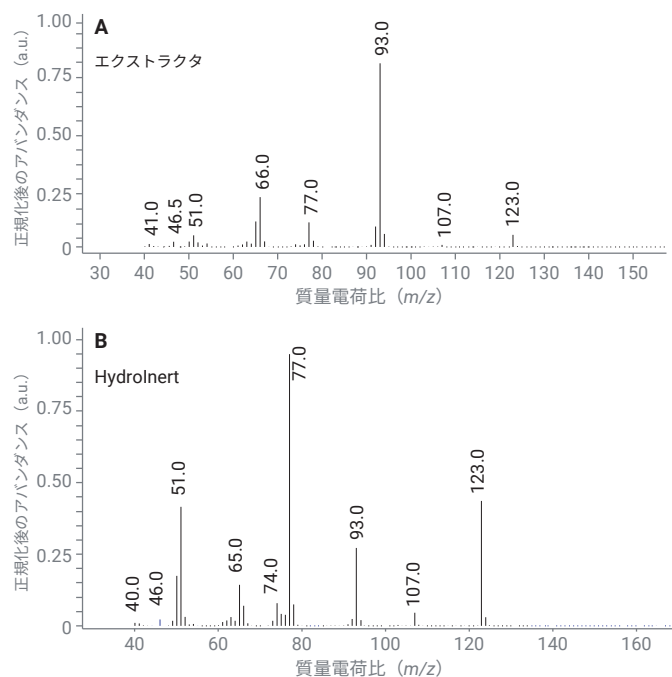


図 1. ニトロベンゼンのリテンションタイムで溶出するピークの質量スペクトルは、(A) 3 mm エクストラクタレンズ付きのイオン源では、十分な m/z 93 イオンでアニリンへの水素化を示し、(B) Agilent HydroInert イオン源では、ニトロベンゼンと関連する質量スペクトルが改善されています。

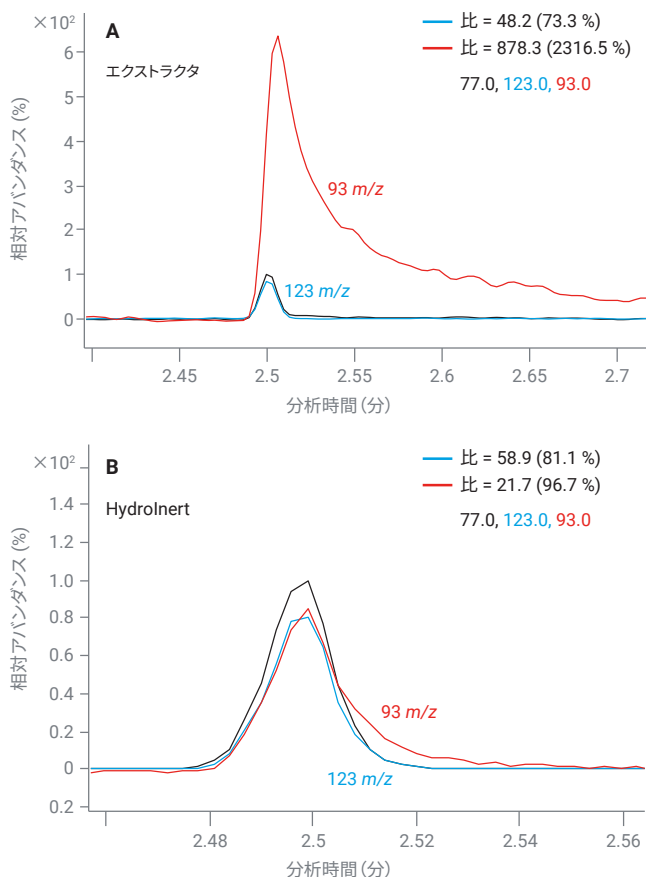


図 2. H₂ キャリアガスを用いたニトロベンゼンの EIC は、(A) 3 mmエクストラクタレンス付きのイオン源では、十分な m/z 93イオンでアニリンへの水素化を示し、(B) Agilent HydroInert イオン源では、m/z 123 対 m/z 93 の比の改善を示しています。

GC/MS チューニングミックス

EPA メソッド 8270 の重要な構成要素は、DFTPP のイオン比に関連するクライテリアです。このメソッドでは、スプリット注入のバランスをとるために、信号を10 倍増加させるための etune を使用しました。GC/MS シングル四重極システムでは、表 3 に示す EPA メソッド 8270E および 8270D の DFTPP イオン比クライテリアを使用して、H₂ キャリアガスを用いた HydroInert イオン源をテストしました。^{1,2} EPA メソッド 8270D は、EPA525 のクライテリアを反映した EPA8270E よりも多くのクライテリアを含んでいます。表 4 には、25 µg/mL での DFTPP イオン比の相対アバダンス、メソッドの基準、および測定した相対アバダンスが基準に一致した場合、測定したすべての相対アバダンスが EPA メソッド 8270E および 8270D のイオン比基準の両方をパスした実測値をまとめました。

表 4. DFTPP イオン、EPA メソッド 8270D および 8270E のアバダンス基準^{1,2}、相対アバダンスの測定値、および相対アバダンスの可否

ターゲット質量 (m/z)	イオン存在量基準	相対アバダンスの測定値	合格/不合格
51	*10 ~ 80 % (m/z 198)	38.5 %	合格
68	<2 % (m/z 69)	1.0 %	合格
69	あり	36.5 %	合格
70	<2 % (m/z 69)	0.4 %	合格
127	*10 ~ 80 % (m/z 198)	54.4 %	合格
197	<2 % (m/z 198)	0.0 %	合格
198	ベースピークまたは存在 *または >50 % (m/z 442)	51.6 %	合格
199	5 ~ 9 % (m/z 198)	5.0 %	合格
275	ベースピークの 10 ~ 60 %	30.4 %	合格
365	ベースピークの >1 %	4.9 %	合格
441	<150 % (m/z 443存在)、 *しかし <24 % (442)	83.1 %、*15.7 %	合格
442	ベースピークまたは存在 *または >50 % (m/z 198)	100 % (ベースピーク)	合格
443	15 ~ 24 % (m/z 442)	18.9 %	合格

* 8270D の要求値と EPA メソッド 8270E の要求値の差を示します。

EPA メソッド 8270 が機能するためには、キャリアガスに関係なく、常に注入口とカラムの清潔度が懸念事項であり、DDT、ペンタクロロフェノール、ベンジジンが、注入口とカラムの健全性を追跡するために使用されます。DDT 分解率の上昇は注入口のメンテナンスの必要性を、ベンジジンとペンタクロロフェノールのテーリングファクターの増大はカラムの切断または交換の必要性を示します。H₂ キャリアガスの導入により、DDT のような活性化合物の注入口での反応の増加が懸念される可能性があります。そのため、注入口温度を 230 ~ 250 °C に下げるか、マルチモード注入口のような温度制御可能な注入口を使用して活性化合物を保護しつつ、320 °C まで温度を上げ、PAH を排出することを推奨しています。本研究では、ラボで最も多く使用されているスプリット/スプリットレス注入口を使用し、注入口温度 230 °C で運転しました。

DDT の分解とテーリングファクターについて GC/MS 用チューニング混合物の結果を確認すると、DDT 分解率は 0.2 %、ペンタクロロフェノールのテーリングファクターは 1.2、ベンジジンのテーリングファクターは 1.3 でした。これらの値は、EPA メソッド 8270 の基準値である、DDT 分解率が <20 %、テーリングファクターが <2.0 を満たしています。

キャリブレーション基準

この 12 分メソッドでは、0.1 ~ 100 µg/mL の濃度範囲で 13 段階の初期キャリブレーションが行われました。図 3 は、標準品、サロゲートおよび内部標準の TIC です。

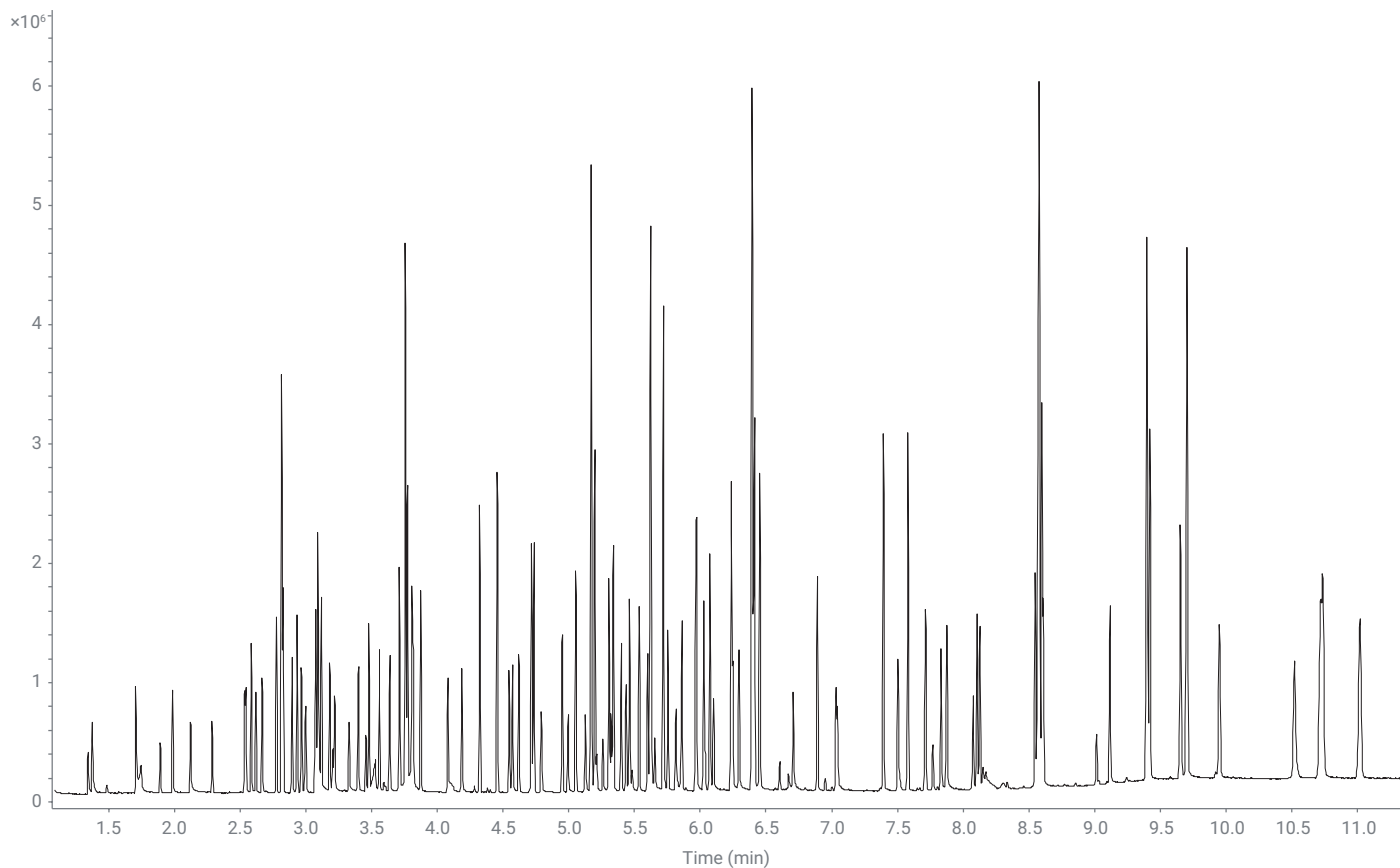


図 3. H₂ キャリアガスと Agilent HydroInert イオン源を使用した、119 種類のターゲット分析物およびサロゲートと 6 種類の内部標準を含む 20 µg/mL キャリブレーション標準液の TIC

近接したピークの分解能

メソッド時間の短縮とカラムの変更により、フェナントレンとアントラセン (EIC m/z 178)、ベンゾ[a]アントラセンとクリセン (EIC m/z 228)、ベンゾ (b) フルオランテンとベンゾ (k) フルオランテン (EIC m/z 252) で、50 % を超える近接したピークの分離能が確認されました。図 4 には、

5 µg/mL の中間濃度での 3 つの異性体の結果を示しています。フェナントレンとアントラセン (図 4A) はベースライン分離、ベンゾ[a]アントラセンとクリセン (図 4B) はほぼベースライン分離、ベンゾ (b) フルオランテンとベンゾ (k) フルオランテン (図 4C) は分離能 50 % 以上であり、EPA method 8270 基準を満たしていることがわかります。

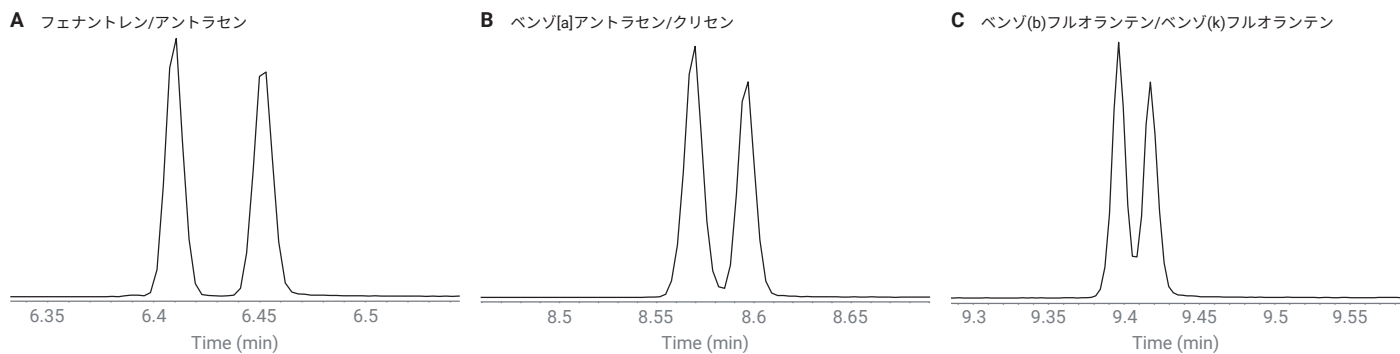


図 4. 重要な異性体の中間濃度 (5 µg/mL) の EIC: (A) フェナントレンとアントラセン (EIC m/z 178)、(B) ベンゾ[a]アントラセンおよびクリセン (EIC m/z 228)、(C) ベンゾ(b)フルオランテンおよびベンゾ(k)フルオランテン (EIC m/z 252)

水素キャリアガスとヘリウムキャリアガスのレスポンスファクター (RF) の比較

キャリアガスを He から H₂ に変更する場合、シングル四重極システムのレスポンスファクター (RF) および感度を常に維持することが重要です。表 5 には、EPA メソッド 8270E ガイダンス基準 (表 4) の RF を示しています。He キャリアガスを用いた GC/MS 分析で、スプリットレス注入を使用した場合の RF、次にパルスドスプリット注入を使用した場合の RF、さらに Hydrolnert イオン源と H₂ キャリアガスを用いた GC/MS 分析の RF です。H₂ メソッドではスプリット注入を行うため、He を用いたパルスドスプリット注入は良い比較対象となり、スプリットレス He のデータは従来の手法です。EPA メソッド 8270E の RF (表 4) はガイダンス基準であり、メソッド合格の要件ではありませんが、理想的には RF はこのガイダンス値と同等であるべきです。He を用いた (スプリットレス注入) GC/MS 分析では、ヘキサクロロエタンと N-ニトロソジ-n-プロピルアミンの 2 種類の化合物の RF がガイダンス基準を下回っており、これらの化合物の RF は、H₂ を使用した Hydrolnert の結果でも低くなっています。H₂ Hydrolnert GC/MS 分析では、さらに 5 つの化合物の RF がガイダンス基準以下となり、4 つは基準値から 0.1 ポイント以内でした。例えば、ビス(2-クロロエチル)エーテルのガイダンス RF 基準は 0.7 であり、H₂ Hydrolnert GC/MS の RF は 0.6 でした。パルスドスプリット He GC/MS の結果については、報告されたすべての RF が EPA のガイダンスと一致するか、それ以上でしたが、このデータセットでは表 5 に示した 7 つの指標化合物の RF は報告されていません。H₂ Hydrolnert GC/MS の結果では、表 5 に示した 72 化合物のうち、RF が EPA ガイダンスを下回ったのは合計 7 化合物のみでした。そのうち 5 つは RF 値がガイダンスの 0.1 ポイント以内であり、他の 2 つの RF 値はガイダンスの 0.3 ポイント以内でした。

表 5. EPA メソッド 8270E から選択した化合物の RF (EPA メソッドの表 4)²、キャリアガスに He を用いた GC/MS シングル四重極分析³、He およびパルスドスプリット注入を用いた GC/MS シングル四重極分析⁴、および Agilent Hydrolnert イオン源と H₂ キャリアガスを使用した GC/MS シングル四重極分析

化合物	レスポンスファクター			
	EPA 8270E より	He GC/MS ³	He GC/MS, パルスドスプリット ⁴	H ₂ Hydrolnert GC/MS
アセナフテン	0.9	1.3	1.1	1.1
アセナフチレン	0.9	1.9	2.0	1.4
アセトフェノン	0.01	1.2	--	0.4
アントラセン	0.7	1.1	1.1	1.0
ベンゾ(a)アントラセン	0.8	1.4	1.3	1.5
ベンゾ(a)ピレン	0.7	1.2	1.0	0.9
ベンゾ(b)フルオランテン	0.7	1.4	1.0	1.2
ベンゾ (g,h,i) ベリレン	0.5	1.1	1.1	1.0
ベンゾ(k)フルオランテン	0.7	1.2	1.1	1.2
ビス(2-クロロエトキシ)メタン	0.3	0.4	0.4	0.3
ビス(2-クロロエチル)エーテル	0.7	0.8	1.1	0.6
フタル酸ビス-(2-エチルヘキシル)	0.01	0.8	0.5	0.5
4-ブロモフェニルフェニルエーテル	0.1	0.3	0.2	0.2
フタル酸ブチルベンジル	0.01	0.6	0.5	0.3
4-クロロアニリン	0.01	0.4	0.4	0.4
4-クロロ-3-メチルフェノール	0.2	0.3	0.2	0.2
2-クロロナフタレン	0.8	2.4	1.2	1.0
2-クロロフェノール	0.8	0.8	1.2	0.7
4-クロロフェニルフェニルエーテル	0.4	0.7	0.6	0.5
クリセン	0.7	1.2	1.2	1.1
ジベンゾ(a,h)アントラセン	0.4	1.1	1.0	1.0
ジベンゾフラン	0.8	1.7	1.7	1.5
フタル酸ジ-n-ブチル	0.01	1.3	1.2	0.8
3,3-ジクロロベンジジン	0.01	0.5	--	0.4
2,4-ジクロロフェノール	0.2	0.3	0.3	0.2
フタル酸ジエチル	0.01	1.4	1.3	1.0
フタル酸ジメチル	0.01	1.4	1.3	1.0
2,4-ジメチルフェノール	0.2	0.3	0.3	0.3
4,6-ジニトロ-2-メチルフェノール	0.01	0.2	--	0.1
2,4-ジニトロフェノール	0.01	0.2	--	0.1
2,4-ジニトロトルエン	0.2	0.4	0.3	0.2
2,6-ジニトロトルエン	0.2	0.3	0.3	0.2
フタル酸ジ-n-オクチル	0.01	1.3	1.4	0.8
フルオランテン	0.6	1.2	1.2	1.2
フルオレン	0.9	1.3	1.3	1.2
ヘキサクロロベンゼン	0.1	0.3	0.3	0.3
ヘキサクロロプタジエン	0.01	0.2	0.2	0.2
ヘキサクロロシクロペンタジエン	0.05	0.3	0.4	0.1
ヘキサクロロエタン	0.3	0.2	0.5	0.1
インデノ(1,2,3-cd)ピレン	0.5	1.2	1.0	1.2
イソホロン	0.4	0.6	0.5	0.4

化合物	レスポンスファクター			
	EPA 8270E より	He GC/ MS ³	He GC/MS, パルスドスプリット ⁴	H ₂ HydroInert GC/MS
2-メチルナフタレン	0.4	0.7	0.7	0.7
2-メチルフェノール	0.7	0.7	1.0	0.6
4-メチルフェノール	0.6	1.0	1.1	0.3
ナフタレン	0.7	1.1	1.0	1.0
2-ニトロアニリン	0.01	0.4	0.3	0.2
3-ニトロアニリン	0.01	0.3	0.3	0.2
4-ニトロアニリン	0.01	0.3	0.3	0.2
ニトロベンゼン	0.2	0.3	0.3	0.2
2-ニトロフェノール	0.1	0.2	0.2	0.1
4-ニトロフェノール	0.01	0.2	--	0.1
N-ニトロソジ-n-プロピルアミン	0.5	0.4	0.7	0.4
N-ニトロソジフェニルアミン	0.01	2.1	0.6	0.9
2,2'-オキシビス-(1-クロロプロパン)	0.01	0.5	1.1	0.5
ペンタクロロフェノール	0.05	0.2	--	0.1
フェナントレン	0.7	1.2	1.1	1.1
フェノール	0.8	0.9	1.4	0.7
ピレン	0.6	1.3	1.3	1.2
1,2,4,5-テトラクロロベンゼン	0.01	0.4	--	0.3
2,3,4,6-テトラクロロフェノール	0.01	0.4	0.3	0.2
2,4,5-トリクロロフェノール	0.2	0.3	0.4	0.3
2,4,6-トリクロロフェノール	0.2	0.3	0.4	0.2

検量線

最大 13 段階の濃度でマルチポイントキャリブレーションを行い、各化合物および各キャリブレーションレベルの相対的な RF を決定しました。平均 RF は、相対標準偏差 (RSD) とともに各化合物の検量線を作成するために計算されました。平均 RF %RSD は 20 % 未満でなければならず、これは望ましい合格基準です。少なくとも 6 つの検量線レベルで達成できない場合は、直線近似で R² 値 >0.990 が必要であり、二次曲線近似が用いられる可能性もあります。少なくとも 6 つのポイントの曲線近似で、最も低いデータポイントの精度が推定濃度の 30 % 以内である必要があります。H₂ キャリアガスと HydroInert イオン源を使用した初期キャリブレーションの結果を、表 6 に示します。

119 化合物のうち、直線近似を必要としたのは 14 化合物、二次曲線近似を必要としたのは 1 化合物でした。表 6 には、119 のターゲット化合物およびサロゲートに対するキャリブレーション結果の平均 RF %RSD 値と、フルキャリブレーション範囲 (0.1 ~ 100 µg/mL) と値が異なる場合の最低濃度および最高濃度をまとめました。87 % 以上の化合物は平均 RF %RSD が 20 % 未満であり、キャリブレーション基準をパスしています。H₂ は He よりも反応性が高く、また、高温で水が存在すると塩酸が生成されるため注入口の温度を低く設定していることから、直線近似を必要とする化合物数の増加が予想されます。マルチモード注入口を使用することにより、重フタル酸塩と PAH の結果が改善される場合があります。

H₂ キャリアガスと既存の質量分析計システムによる感度の低下についてはよく報告されています。この懸念から、特にキャリブレーション範囲に注意を払い、多くの化合物が以前の He 分析と同じキャリブレーション範囲を達成できることを確認しました。感度に関しては、GC/MS で He キャリアガスを用いた以前の EPA メソッド 8270 のアプリケーションで、96 種類の化合物を分析しました³。これらの化合物について、HydroInert イオン源と H₂ キャリアガス (同じく GC/MS) を使用した同じセットと比較すると、15 の化合物では狭いキャリブレーション範囲でした。ここで、6 種類の化合物は、100 ng/mL ではなく 200 ng/mL から始まり、1 つの濃度レベルだけ狭くなっており、4 種類の化合物は、500 ng/mL から始まります。安息香酸については、H₂ キャリアガスを使用した HydroInert イオン源は、GC/MS の He キャリアガスで観察されたのと同じ 0.8 ~ 100 µg/mL のキャリブレーション範囲でした。ここで、2,4-ジニトロフェノールも、H₂ および HydroInert イオン源で 0.5 ~ 100 µg/mL の範囲で直線近似し、キャリブレーション基準をクリアしています。ペンタクロロフェノールにおいても、He と H₂ の結果は 0.5 ~ 100 µg/mL のキャリブレーション範囲で一致しましたが、H₂ のデータでは直線近似が必要でした。ポジティブな面として、4-ニトロフェノールや 2-メチル-4,6-ジニトロフェノールなど、H₂ および HydroInert イオン源でキャリブレーション範囲が広がった化合物もあり、それぞれ 100 ng/mL と 200 ng/mL の追加のキャリブレーションレベルが含まれました。また、これら 2 つの化合物は直線近似を必要とせず、平均 RF %RSD 値が 4-ニトロフェノールで 18.7 %、2-メチル-4,6-ジニトロフェノールで 19.7 % でキャリブレーション基準をパスしています。119 化合物のうち合計 24 化合物では、キャリブレーション範囲がデフォルトの 0.1 ~ 100 µg/mL より狭くなっていました。HydroInert イオン源と H₂ キャリアガスを使用することで、過去にテストした 96 種類の SVOC のうち 84 % 以上の感度範囲を維持することができました。

表 6. EPA メソッド 8270 に関して、H₂ キャリアガスと Agilent HydroInert イオン源を用いた、119 種類のターゲット化合物およびサロゲートの初回キャリブレーションの結果

名前	リテンションタイム (分)	平均 RF	平均 RF %RSD	曲線近似 R ²	曲線近似	低濃度標準液 (µg/mL)	高濃度標準液 (µg/mL)
						デフォルトは 0.1 ~ 100 µg/mL	
N-ニトロソジメチルアミン	1.339	0.273	7.41				
ピリジン	1.372	0.459	15.39			0.5	
2-ピコリン	1.705	0.561	5.89				
N-ニトロソ-N-メチルエチルアミン	1.741	0.232	7.23				
メタンスルホン酸メチル	1.890	0.256	15.04				
2-フルオロフェノール	1.983	0.568	5.20				
N-ニトロソ-N-ジエチルアミン	2.120	0.258	7.13				
メタンスルホン酸エチル	2.286	0.374	13.02				
フェノール-d ₆	2.532	0.667	4.93				
フェノール	2.541	0.664	6.32				
アニリン	2.583	0.968	7.50				
ビス(2-クロロエチル)エーテル	2.617	0.616	10.72				
2-クロロフェノール	2.665	0.661	8.50				
1,3-ジクロロベンゼン	2.774	0.773	6.96				
1,4-ジクロロベンゼン	2.825	0.804	7.53				
ベンジルアルコール	2.892	0.442	12.90				
1,2-ジクロロベンゼン	2.931	0.756	7.53				
2-メチルフェノール (o-クレゾール)	2.965	0.559	9.73				
ビス(2-クロロ-1-メチルエチル)エーテル	2.998	0.545	11.21				
1-ニトロソピロリジン	3.068	0.260	6.02				
p-クレゾール	3.074	0.333	7.00				
N-ニトロソジ-n-プロピルアミン	3.089	0.370	12.94				
アセトフェノン	3.092	0.445	6.48				
4-ニトロソモルホリン	3.095	0.107	8.43				
o-トルイジン	3.116	0.487	8.39				
ヘキサクロロエタン	3.180	0.112	8.62				
ニトロベンゼン-d ₅	3.201	0.097	10.05				
ニトロベンゼン	3.216	0.197	6.59				
ニトロソピペリジン	3.325	0.132	8.87				
イソホロン	3.395	0.433	7.86				
2-ニトロフェノール	3.455	0.112	11.43				
2,4-ジメチルフェノール	3.480	0.295	6.34				
安息香酸	3.519	0.117		0.9946	直線	0.8	
ビス(2-クロロエトキシ)メタン	3.558	0.345	8.69				
2,4-ジクロロフェノール	3.637	0.243	13.22				
1,2,4-トリクロロベンゼン	3.710	0.356	10.34				
ナフタレン	3.773	0.978	8.27				
a,a-ジメチルフェネチルアミン	3.782	0.360		0.9976	直線	0.2	
4-クロロアニリン	3.807	0.401	8.01				
2,6-ジクロロフェノール	3.816	0.232	16.62				
ヘキサクロロブタジエン	3.873	0.177	19.36				

名前	リテンションタイム (分)	平均 RF	平均 RF %RSD	曲線近似 R ²	曲線近似	低濃度標準液 (μg/mL)	高濃度標準液 (μg/mL)
						デフォルトは 0.1 ~ 100 μg/mL	
N-ニトロソジブチルアミン	4.079	0.172	9.34			0.2	
4-クロロ-3-メチルフェノール	4.185	0.204	10.56				
2-メチルナフタレン	4.321	0.656	6.20				
ヘキサクロロシクロペンタジエン	4.455	0.136		0.9928	直線		
1,2,4,5-テトラクロロベンゼン	4.458	0.308	19.22				
2,4,6-トリクロロフェノール	4.545	0.241	13.05				
2,4,5-トリクロロフェノール	4.570	0.288	13.13				
2-フルオロビフェニル	4.618	0.613	9.30				
1-クロロナフタレン	4.715	1.018	9.32				
2-クロロナフタレン	4.733	1.003	9.15				
2-ニトロアニリン	4.791	0.226	14.72				
フタル酸ジメチル	4.948	1.005	10.34				
2,6-ジニトロトルエン	4.994	0.153	17.84			0.2	
アセナフチレン	5.051	1.362	9.04				
m-ニトロアニリン	5.124	0.178	10.30				
アセナフテン	5.196	1.083	9.75				
2,4-ジニトロフェノール	5.212	0.074	15.34			0.5	
4-ニトロフェノール	5.260	0.143	18.74				
ペンタクロロベンゼン	5.305	0.428	14.62				
2,4-ジニトロトルエン	5.321	0.200	16.37				75
ジベンゾフラン	5.339	1.486	9.57				
1-ナフチルアミン	5.396	0.655	19.57				
2,3,4,6-テトラクロロフェノール	5.436	0.177		0.9912	直線	0.5	
2-ナフチルアミン	5.463	0.908	8.77				
フタル酸ジエチル	5.536	0.978	12.37			0.2	
チオナジン	5.599	0.142	16.65				
フルオレン	5.620	1.242	9.88				
5-ニトロ-o-トルイジン	5.623	0.209	19.75				
4-クロロフェニルフェニルエーテル	5.623	0.530	15.50				
4-ニトロアニリン	5.626	0.206		0.9943	直線	0.2	
2-メチル、4,6-ジニトロフェノール	5.654	0.098	19.68			0.2	
ジフェニルアミン	5.717	0.943	9.95				
アゾベンゼン	5.754	0.397	5.84				
2,4,6-トリプロモフェノール	5.814	0.083	19.91				
スルホテップ	5.863	0.082		0.9976	二次曲線	0.2	
ジアレート I	5.963	0.144	7.38				
ホレート	5.969	0.210	11.43				
フェナセチン	5.972	0.224	12.11				
4-プロモフェニルフェニルエーテル	6.026	0.197	8.23				
ジアレート II	6.038	0.050	10.31				
ヘキサクロロベンゼン	6.072	0.245	16.95				
ジメトエート	6.099	0.141	16.58				
4-アミノビフェニル	6.235	0.611	10.94				

名前	リテンションタイム (分)	平均 RF	平均 RF %RSD	曲線近似 R ²	曲線近似	低濃度標準液 (µg/mL)	高濃度標準液 (µg/mL)
						デフォルトは 0.1 ~ 100 µg/mL	
ベンタクロロフェノール	6.235	0.101		0.9911	直線	0.5	
ベンタクロロニトロベンゼン	6.247	0.054	19.27			0.5	
プロピザミド	6.293	0.204	14.45				
ジノセブ	6.390	0.089	19.44				
ジスルホン	6.402	0.317		0.9966	直線	0.5	
フェナントレン	6.411	1.091	14.31				
アントラセン	6.453	1.009	11.90				
メチルパラチオン	6.708	0.124	10.22				
フタル酸ジブチル	6.889	0.840	16.44				
パラチオン	7.032	0.089	12.62				
4-ニトロキノリン-1-オキシド	7.044	0.064	19.82				
フルオランテン	7.395	1.188	8.54				
ベンジジン	7.504	0.544	9.47				
ビレン	7.580	1.207	8.59				
アラマイト	7.710	0.044	18.03			0.2	
p-テルフェニル-d ₁₄	7.716	0.422	14.16				
アラマイト II	7.770	0.044	12.41			0.2	
p-ジメチルアミノアゾベンゼン	7.834	0.195		0.9919	直線	0.5	
クロロベンジレート	7.876	0.294	10.53				
3,3'-ジメチルベンジジン	8.107	0.466	17.39				
フタル酸ベンジルブチル	8.128	0.343		0.9926	直線	0.5	
3,3'-ジクロロベンジジン	8.549	0.364		0.9939	直線	0.5	
ベンゾ[a]アントラセン	8.570	1.443		0.9985	直線	0.2	
クリセン	8.600	1.047	11.58				
フタル酸ビス(2-エチルヘキシル)	8.612	0.502	17.43				
フタル酸ジ-n-オクチル	9.118	0.832	16.61				
7,12-ジメチルベンゾ[a]アントラセン	9.397	0.376		0.9947	直線	0.8	
ベンゾ[b]フルオランテン	9.400	1.198	17.62				
ベンゾ[k]フルオランテン	9.421	1.170	16.60				
ベンゾ[a]ビレン	9.657	0.874	17.50				
3-メチルコラントレン	9.954	0.328		0.9905	直線	0.8	
ジベンズ[a,j]アクリジン	10.523	0.594		0.9908	直線	0.8	
インデノ(1,2,3-cd)ビレン	10.720	1.210	19.76				
ジベンズ[a,h]アントラセン	10.738	1.016	19.11				
ベンゾ[ghij]ペリレン	11.020	1.024	17.29				

図5では、例として、He キャリアガス (図 5A) と HydroInert イオン源を用いた H₂ キャリアガス (図 5B) のニトロベンゼンの検量線を比較しました。He キャリアガスと H₂ キャリアガスおよび HydroInert イオン源の平均 RF %RSD結果は、ほぼ同等であり、He キャリアガスは 6.33 %RSD、H₂ キャリアガスおよび HydroInert イオン源は 6.59 %RSD でした。このデータセットに含まれるニトロベンゼンのクオリファイアとスペクトルを確認することで、H₂ キャリアガスと HydroInert イオン源による質量スペクトルとイオンフラグメント率の一貫性を確認することができます。図6は、キャリアレーションレベル 8 (10 µg/mL) における、(A) ニトロベンゼンのベースピーク EIC、(B) ベースピークとクオリファイア EIC の重ね表示、(C) 質量スペクトルを示しています。図 6B では、クオリファイア

EIC高さに合わせて表示していますが、図の右上には確認イオンとベースピークの比を示し、定量メソッドの基準比との比の精度を示しています。この定量メソッドにおける m/z 93/77 の基準比は 31 であり、図 6B の 93/77 比は 35.1 と予想された比の 20 % 以内であり、ニトロベンゼンからアニリンへの有意な変換は観察されませんでした。ニトロベンゼンの保持と水素化の回避は、図 6C のスペクトルでも示されており、 m/z 93 が m/z 123 や m/z 77 より高くないことがわかります。

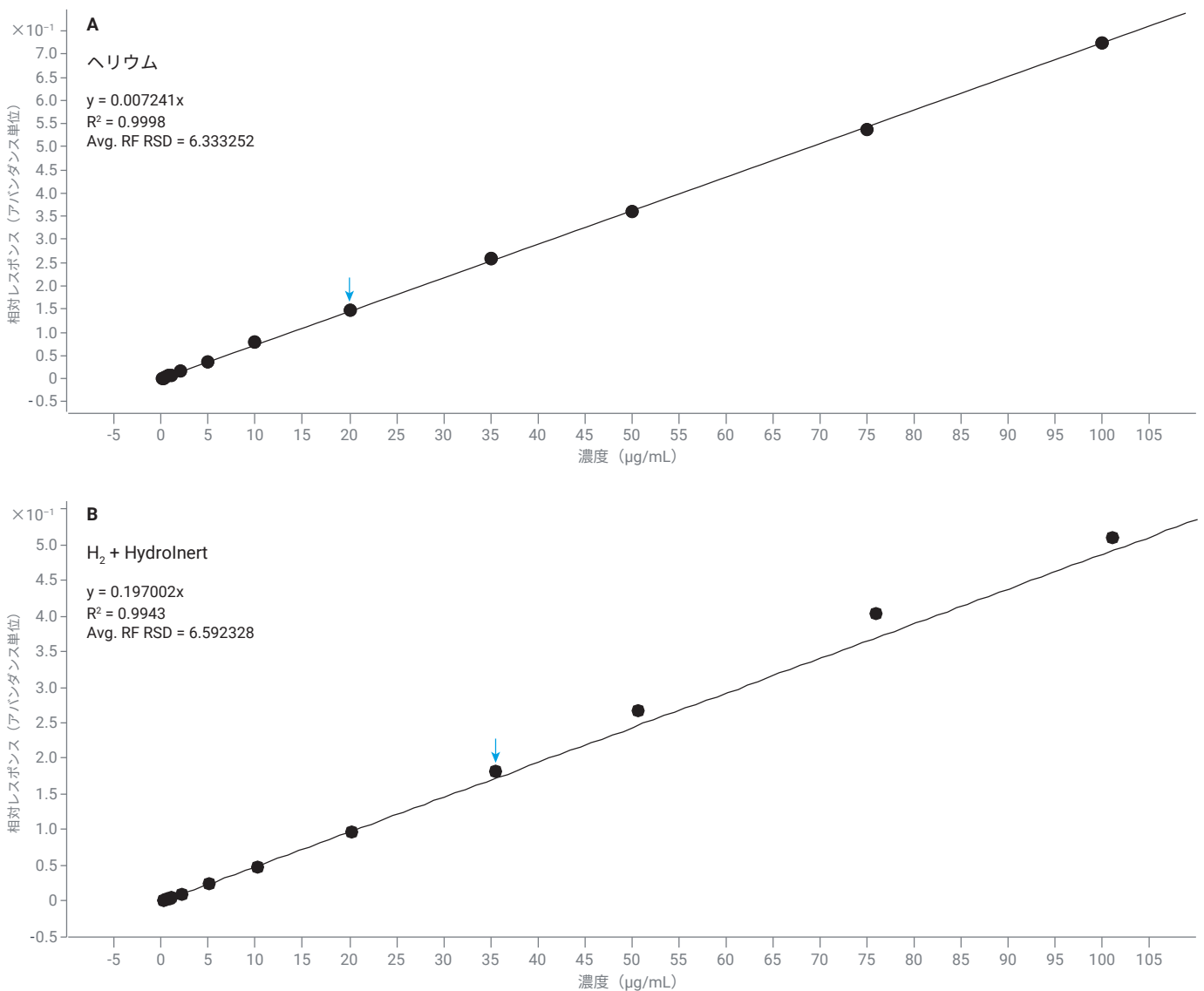


図 5. GC/MS システムで (A) He キャリアガスと (B) H₂ キャリアガスおよび Agilent HydroInert イオン源を用いて作成したニトロベンゼンの検量線 (0.1~100 µg/mL)

土壌マトリクスサンプルで再現性の確認

15 µg/mL はキャリブレーションポイントではないため、EPA メソッド 8270 の混合化合物を 15 µg/mL の濃度に希釈し、キャリブレーション検証標準としました。H₂ キャリアガスをを用いた GC/MS における HydroInert イオン源の再現性をテストするために、標準サンプルを 1 µL の複合土壌マトリクスでサンドイッチ注入し、スパイクされたマトリクスサンプルを分析しました。この注入を 9 回繰り返しました。表 7 には、各化合物について、土壌マトリクスでの 15 µg/mL キャリブレーション検証の 9 回繰り返し注入の平均計算濃度、および土壌マトリクスでの 9 回繰り返し注入の %RSD の結果が示されています。マトリクス中の 15 µg/mL サンプルの平均計算濃度を見ると、キャリブレーション検証のために ± 20 % の範囲外となったものは次の 2 つの化合物のみで、いずれも低い結果となりました。5-ニトロ-o-トルイジンおよびフタル酸ジブチル。この 2 つの化合物は添加濃度 15 µg/mL の 25 % 以内に収まっており、マトリクスによるわずかなシグナル抑制が起きている可能性があります。土壌マトリクスの繰り返し注入の %RSD はすべて 7 %RSD 以下であり、このメソッドが堅牢で一貫性があることが示されています。

表 7. 土壌マトリクス中の 15 µg/mL キャリブレーション検証標準の平均濃度 (9 回繰り返し注入) および 9 回繰り返し注入の %RSD

名前	15 µg/mL 添加濃度 マトリクス中の 平均計算濃度	9 回繰り返し注入の %RSD
N-ニトロソジメチルアミン	15.6	2.21 %
ピリジン	17.6	3.16 %
2-ピコリン	14.9	1.35 %
N-ニトロソ-N-メチルエチルアミン	15.8	1.26 %
メタンスルホン酸メチル	15.0	2.05 %
2-フルオロフェノール	15.9	1.82 %
N-ニトロソ-N-ジエチルアミン	15.6	2.53 %
メタンスルホン酸エチル	15.0	2.14 %
フェノール-d ₆	15.6	1.91 %
フェノール	15.1	1.00 %
アニリン	15.7	1.62 %
ビス(2-クロロエチル)エーテル	15.0	1.49 %
2-クロロフェノール	15.1	1.54 %
1,3-ジクロロベンゼン	15.0	1.11 %
1,4-ジクロロベンゼン	14.4	1.31 %
ベンジルアルコール	15.2	2.39 %
1,2-ジクロロベンゼン	15.3	1.86 %
2-メチルフェノール (o-クレゾール)	15.6	1.43 %
ビス(2-クロロ-1-メチルエチル)エーテル	14.4	1.91 %
1-ニトロソピロリジン	14.9	2.73 %
p-クレゾール	14.2	1.08 %
N-ニトロソジ-n-プロピルアミン	14.6	2.71 %
アセトフェノン	14.7	2.35 %

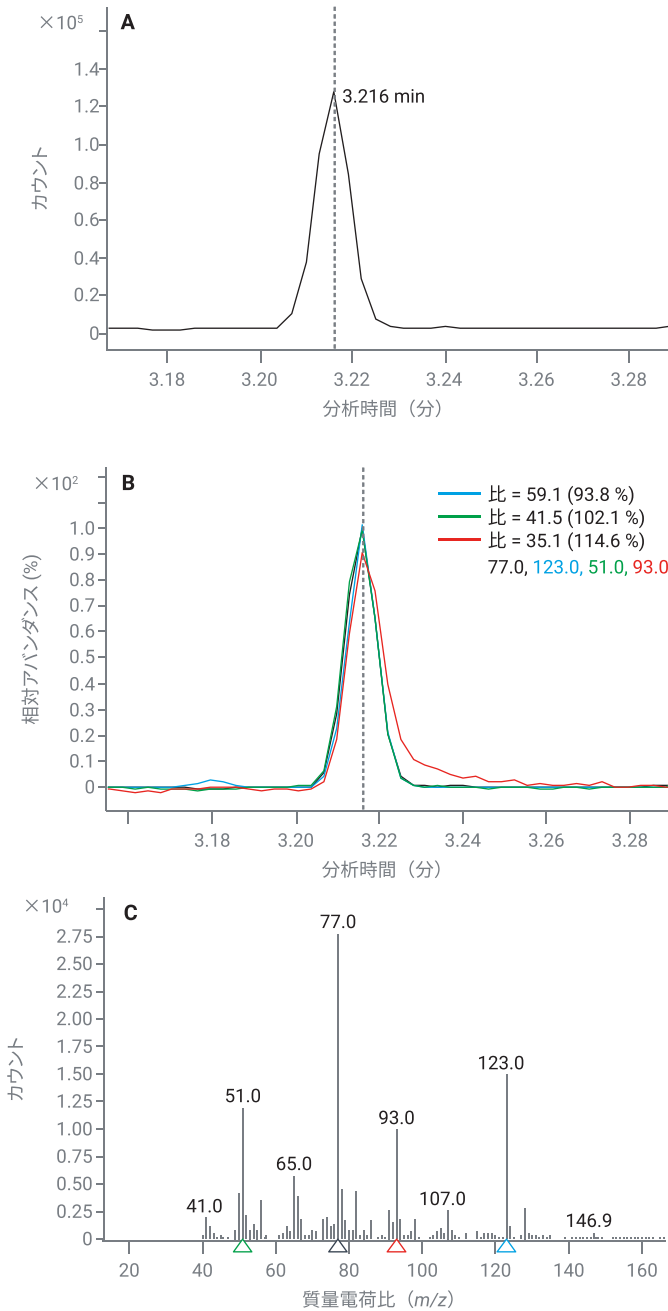


図 6. 10 µg/mL 標準のニトロベンゼン化合物情報: (A) ベースピークの抽出イオンクロマトグラム (EIC m/z 77)、(B) ベースピーク (m/z 77) と上位 3 つのクオリファイア EIC (m/z 123, 51, 93) の重ね表示、(C) 3.216 分のニトロベンゼンのピークの未加工の質量スペクトル

名前	15 µg/mL 添加濃度 マトリックス中の 平均計算濃度	9 回繰り返し注入の %RSD
4-ニトロソモルホリン	14.4	2.40 %
o-トルイジン	14.4	1.26 %
ヘキサクロロエタン	15.0	4.80 %
ニトロベンゼン-d ₅	15.0	1.53 %
ニトロベンゼン	14.8	1.87 %
ニトロソピペリジン	14.5	2.32 %
イソホロン	14.7	2.52 %
2-ニトロフェノール	15.4	3.43 %
2,4-ジメチルフェノール	14.3	1.79 %
安息香酸	14.3	6.81 %
ビス(2-クロロエトキシ)メタン	14.8	1.73 %
2,4-ジクロロフェノール	14.9	1.64 %
1,2,4-トリクロロベンゼン	15.0	1.31 %
ナフタレン	14.4	1.50 %
a,a-ジメチルフェネチルアミン	14.0	2.25 %
4-クロロアニリン	15.5	1.80 %
2,6-ジクロロフェノール	17.9	1.34 %
ヘキサクロロブタジエン	13.5	3.66 %
N-ニトロソジブチルアミン	14.2	2.45 %
4-クロロ-3-メチルフェノール	15.1	2.29 %
2-メチルナフタレン	14.7	1.59 %
ヘキサクロロシクロペンタジエン	12.6	3.44 %
1,2,4,5-テトラクロロベンゼン	14.9	2.77 %
2,4,6-トリクロロフェノール	15.3	1.92 %
2,4,5-トリクロロフェノール	15.3	1.91 %
2-フルオロピフェニル	15.5	1.47 %
1-クロロナフタレン	14.9	1.65 %
2-クロロナフタレン	15.3	1.64 %
2-ニトロアニリン	15.4	1.75 %
フタル酸ジメチル	15.8	1.42 %
2,6-ジニトロトルエン	13.1	3.81 %
アセナフチレン	15.0	1.03 %
m-ニトロアニリン	12.4	2.93 %
アセナフテン	14.5	1.52 %
2,4-ジニトロフェノール	12.3	5.97 %
4-ニトロフェノール	12.8	2.57 %
ベンタクロロベンゼン	16.2	1.84 %
2,4-ジニトロトルエン	15.6	2.45 %
ジベンゾフラン	14.9	1.23 %
1-ナフチルアミン	14.1	1.28 %
2,3,4,6-テトラクロロフェノール	12.7	3.86 %
2-ナフチルアミン	14.7	1.26 %
フタル酸ジエチル	14.4	2.21 %
チオナジン	14.0	2.99 %
フルオレン	14.2	1.72 %
4-クロロフェニルフェニルエーテル	14.4	2.41 %
5-ニトロ-o-トルイジン	11.4	4.16 %
4-ニトロアニリン	14.9	3.37 %

名前	15 µg/mL 添加濃度 マトリックス中の 平均計算濃度	9 回繰り返し注入の %RSD
2-メチル、4,6-ジニトロフェノール	13.6	2.93 %
ジフェニルアミン	15.2	0.66 %
アゾベンゼン	14.8	2.76 %
2,4,6-トリプロモフェノール	15.5	3.74 %
スルホテップ	13.1	4.28 %
ジアレート I	15.6	3.38 %
ホレート	14.9	2.14 %
フェナセチン	16.1	2.66 %
4-プロモフェニルフェニルエーテル	14.8	2.08 %
ジアレート II	14.9	3.70 %
ヘキサクロロベンゼン	16.9	2.73 %
ジメトエート	12.7	2.42 %
ベンタクロロフェノール	13.4	4.84 %
4-アミノピフェニル	16.0	2.40 %
ベンタクロロニトロベンゼン	16.7	6.40 %
プロピザミド	15.2	2.86 %
ジノセブ	13.0	3.24 %
ジスルホン	14.2	4.39 %
フェナントレン	14.5	0.88 %
アントラセン	15.0	2.01 %
メチルパラチオン	15.5	3.70 %
フタル酸ジブチル	11.5	3.70 %
パラチオン	15.7	2.21 %
4-ニトロキノリン-1-オキシド	16.9	2.04 %
フルオランテン	15.0	0.95 %
ベンジジン	14.0	2.76 %
アラマイト	13.9	3.71 %
アラマイト II	13.3	3.59 %
ピレン	14.8	1.62 %
p-テルフェニル-d ₁₄	15.3	1.98 %
p-ジメチルアミノアゾベンゼン	14.0	2.05 %
クロロベンジレート	14.9	1.92 %
3,3'-ジメチルベンジジン	14.6	2.11 %
フタル酸ベンジルブチル	13.8	2.51 %
3,3'-ジクロロベンジジン	15.8	1.90 %
ベンゾ[a]アントラセン	13.7	0.98 %
クリセン	14.5	1.31 %
フタル酸ビス(2-エチルヘキシル)	15.2	1.89 %
フタル酸ジ-n-オクチル	14.3	1.30 %
7,12-ジメチルベンゾ[a]アントラセン	12.2	1.40 %
ベンゾ[b]フルオランテン	14.7	1.50 %
ベンゾ[k]フルオランテン	15.4	2.94 %
ベンゾ[a]ピレン	15.4	2.07 %
3-メチルコラントレン	14.6	2.77 %
ジベンズ[a,j]アクリジン	13.0	1.58 %
インデノ(1,2,3-cd)ピレン	15.8	1.44 %
ジベンズ[a,h]アントラセン	15.5	2.18 %
ベンゾ[ghi]ペリレン	15.5	1.56 %

結論

Agilent 5977B イナートプラス GC/MSD に、H₂ キャリアガスと Agilent HydroInert イオン源を使用して SVOC を検証するメソッドを開発しました。これにより、ターゲット化合物の水素化と脱塩素化が回避できます。EPA メソッド 8270D/E のメソッド基準は、GC/MS チューニング用混合物、DFTPP チューニング基準、および 0.1～100 µg/mL の検量線において、12 分間の分析で満たされ、試験した 119 化合物のうち直線近似を必要とする化合物は 15 未満でした。質量スペクトルの忠実度を維持することは、特に EPA メソッド 8270 のような環境分析において、GC/MS システムで H₂ キャリアガスを使用するための突破口となります。

参考文献

1. Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS); Method 8270D, United States Environmental Protection Agency, Revision 4, February **2007**.
2. Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS); Method 8270E, United States Environmental Protection Agency, Revision 4, June **2018**.
3. Smith Henry, A. Agilent 焼結ガラスフリットライナを用いたガスクロマトグラフィー / 質量分析法による半揮発性有機化合物の分析、アジレント・テクノロジー・アプリケーションノート、資料番号 5994-0953JAJP, **2019**.
4. Ciotti, R. EPA 8270E with Pulsed Split Injection and Retention Time Locking on an 8890GC with a 5977 Series MSD, Agilent Technologies application note, publication number 5994-1500EN, **2020**.

ホームページ

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

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。

DE83360322

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2022

Printed in Japan, June 23, 2022

5994-4890JAJP