

キャリブレーション範囲を拡大した Agilent 8890 GC と 5977 GC/MSD による 飲料水中の半揮発性有機化合物の分析

著者

Angela Smith Henry, Ph.D. Agilent Technologies, Inc.

概要

このアプリケーションノートでは、Agilent 8890 GC と Agilent 5977 MSD を組み合わせて、飲料水中の半揮発性有機化合物を米国環境保護庁(EPA)メソッド 525 に従って分析し、このメソッドを他の世界的な飲料水規制にも適用できることを実証しました。

はじめに

政府機関は飲料水中の有機汚染物質をモニ タリングするように通達を出しています。ガス クロマトグラフ/質量選択検出器 (GC/MSD) は、その優れた感度と選択性から、多数の 有機汚染物質の定量における重要な技術で す¹。米国の EPA メソッド 525 (バージョン 525.2 および 525.3) には、幅広い分析対象 物中の 100 を超える有機化合物の抽出と分 析の手順について、詳細に記載されています。 これには、多環芳香族炭化水素 (PAH)、有機 塩素系農薬、有機窒素系農薬および有機リン 系農薬、一部のポリ塩化ビフェニル、その他 の半揮発性有機化合物などがあります^{2,3}。メ ソッド 525 は、トキサフェン、アロクロール、 テクニカルクロルデンなどの多成分分析にも 適用できます。EPA メソッドに記載の化合物 は、極性、揮発性、安定性が幅広く、分析が 困難なものです。

ここで説明する分析メソッドは、改正された欧州飲料水指令 2020/2184 にも適用できます。適切なサンプル前処理および濃縮手順を適用すれば、この規制に基づいてバリデーションが実施されている限り、GC/MS 条件を直接利用することも、さらなるメソッド開発の出発点とすることも可能です。

EPA メソッドバージョン 525.2 および 525.3 のキャリブレーション範囲はそれぞれ、 $0.1 \sim 10 \text{ ng/}\mu\text{L}$ および $0.1 \sim 5 \text{ ng/}\mu\text{L}$ に規定されています。一部の州政府機関は検出下限を低く設定し、キャリブレーション範囲を広げて $0.02 \text{ ng/}\mu\text{L}$ を低濃度基準として含めるよう義務づけました 4 。広いダイナミックレンジ $(0.02 \sim 15 \text{ ng/}\mu\text{L})$ では直線性を得るのが困難な化合物もあるため、広範囲にわたるキャリブレーションを実施することは通常ありません。キャリブレーションを実施することは通常ありません。キャリブレーション範囲を超える濃度のサンプルは、最終飲料水以外のサンプルの分析に使用するシステムの場合は特に、再分析が

必要になることがあります。Agilent Intuvo 9000 GC と Agilent 5977 MSD を用いた以前の研究では、ドローアウトプレートの口径が EPA 525 メソッドの化合物に与える影響と直線範囲の拡大について検討しました 5 。

今回の研究では、5977 MSD と組み合わせた Agilent 8890 GC の 0.02~15 ng/μL の範囲におけるキャリブレーションの性能を評価します。分析対象の全化合物について直線範囲の拡大が可能であり、大半の低濃度の標準物質で十分な検出感度を維持し、飲料水メソッドで規定されているキャリブレーション要件を満たせることが実証されました。

実験方法

サンプル前処理

半揮発性化合物 (SVM-525)、有機塩素系農薬 (PPM-525E)、有機窒素系/有機リン系農薬 (NPM-525C) の 3 種類の多成分標準物質は、100 ng/ μ L の濃度のものをアジレント (旧 Ultra Scientific) から購入し、混合して原液としました。原液の一部を酢酸エチルで希釈し、0.02、0.05、0.10、0.20、0.50、1.0、2.53、5.0、10、15.3 ng/ μ L (一部の化合物を除く) のキャリブレーション標準に調製しました (付表 A1)。 cis および trans ペルメトリン異性体は有機塩素系農薬の標準物質

中に合わせて 200 ng/µL の濃度で存在しま した。混合物は等モルと想定され、表 A1 の リストに挙げた濃度に近いものでした。ペン タクロロフェノールは、半揮発性化合物の混 合物中に 4 倍の濃度で存在しました。MGK-264 は、有機窒素系/有機リン系農薬の標準 物質中に合計 100 ng/µL の濃度で異性体 の混合物として存在し、2つの主要な異性体 が同定されました。それぞれの異性体は別々 に定量し、表 A1 のリストの濃度の半分の濃 度と推定されました。アラクロールとアトラ ジンは、2 種類の混合物 (有機塩素系農薬お よび有機窒素系/有機リン系農薬) 内に存在 し、それぞれのキャリブレーションレベルにお いてキャリブレーション標準の 2 倍の濃度で した。各キャリブレーションレベルで 5 ng/μL の濃度とするために、内部標準とサロゲート 化合物 (ISM-510) をそれぞれのキャリブレー ション標準に添加しました。

EPA 525 と Intuvo 9000C GC/MSD に関する以前の研究では、異なるドローアウトプレートの口径 (3、6、9 mm) をテストしました。その結果、口径が大きくなるとより広いダイナミックレンジで良好な結果が得られ、9 mmのドローアウトプレートが3 mm より適していることが示されました 5 。以前の研究に基づき、今回の分析では9 mm のドローアウトプレートを用いました。

装置構成

表 1. GC および MSD 機器および消耗品

パラメータ	設定値
GC	8890 GC
MS	不活性 EI イオン源を搭載した 5977 GC/MSD
ドローアウトプレート	9 mm (部品番号 G3870-20449)
カラム	Agilent DB-8270D ウルトライナート、30 m × 0.25 mm × 0.25 μm (部品番号 122-9732)
ライナ	Agilent ウルトライナート、スプリットレス、シングルテーパライナ、ガラスウール入り (部品番号 5190-2293)
注入口セプタム	Agilent 高性能グリーン、ノンスティックセプタム、11 mm (部品番号 5183-4759、50 パック用)
オートサンプラ	Agilent 7650A 自動液体サンプラ
バイアル	Agilent A-Line スクリューバイアル、認定、茶色、100 個 (部品番号 5190-9590)
バイアルインサート	Agilent 不活性化バイアルインサート、100 個 (部品番号 5181-8872)
バイアル用 スクリューキャップ	Agilent スクリューキャップ、PTFE/シリコン/PTFE セプタム、キャップサイズ: 12 mm、 500 個 (部品番号 5185-5862)

結果と考察

機器性能の検証

EPA メソッド 525 では、サンプルを分析する前に GC/MS が機器適合性試験に合格する必要があります。この試験ではまず、機器性能チェック (IPC) 標準 (DFTPP、エンドリン、4,4'-DDTを含む) で MSD のチューニングとシステムの流路の不活性度を評価します。バージョン 525.2 および 525.3 では、DFTPP がチューニングチェックに合格し、4,4'-DDT 分解率が 20 % 未満となる必要があります。また、メソッド 525.2 には、システムが最適であることを宣言するには、エンドリン分解率が 20 % 未満であることが必要と記載されています $^{2.3}$ 。8890 GC と 5977 MSD における IPC 試験の結果については、参考文献を参照してください 6 。

図 1 は、ターゲット化合物、サロゲート化合 物、内部標準を35分メソッドで分離した結果 を示しています。EPA メソッド 525.2 では、ク ロマトグラフィー分離能を 2 セットの異性体 で示す必要があります。アントラセン、フェナ ントレン、ベンゾ[a]アントラセン、クリセンの それぞれのペアです。アントラセンとフェナン トレンはベースラインで分離する必要があり、 ベンゾ[a]アントラセンとクリセンは 25% の最 小分離能が必要です。分離能は中程度の濃 度で2つの化合物のピーク高さの平均に対 する谷の高さの比率で求めます。図1に、中 間濃度 (2.5 ng/μL) の全ターゲット化合物、 内部標準 (5 ng/μL)、サロゲート化合物 (5 ng/μL) の分離を示します。図 2A にフェナン トレンとアントラセン (m/z 178) の抽出イオン クロマトグラム (EIC) を示します。図 2B に 1.0 ng/μL のベンゾ[a]アントラセンとクリセンペア (m/z 228) の EIC を示します。 フェナントレン とアントラセンの異性体はベースライン分離を 示し、ベンゾ[a]アントラセンとクリセンの異性 体はほぼベースラインで分離し、いずれの異 性体セットもメソッド基準に合格しています。

分析条件

表 2. 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	スプリット/スプリットレス、250°C、 パルスドスプリットレス、1分まで 50 psi、 1分で 50 mL/min でパージ、 スイッチドセプタムパージ
カラム温度プログラム	40°C (1 分間保持)、 25°C/min で 160°C まで昇温 (3 分間保持)、 6°C/min で 312°C まで昇温
キャリアガスと流量	ヘリウム、1.2 mL/min、定流量
トランスファーライン温度	270°C
イオン源温度	320 ° C
四重極温度	200°C

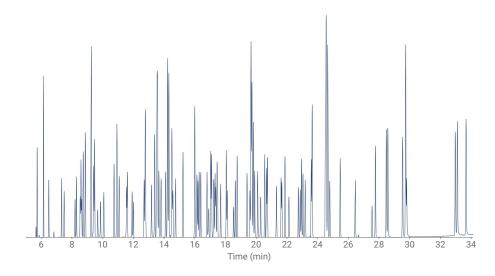


図 1. ターゲット化合物 (2.5 ng/ μ L)、内部標準 (5 ng/ μ L)、サロゲート化合物 (5 ng/ μ L) の分離を示すトータルイオンクロマトグラム (TIC)。「サンプル前処理」の項に記載のとおり、一部のターゲット化合物の実際の濃度は 2.5 ng/ μ L ではありません。



図 2. フェナントレンおよびアントラセンのベースライン分離 (A) と、ベンゾ[a] アントラセンおよびクリセンがほぼベースライン分離していること (B) を示す EIC

直線キャリブレーション範囲の拡大

102 種類のターゲット化合物すべてについて キャリブレーション範囲を $0.02 \sim 15 \text{ ng/µL}$ に広げて、EPA メソッド 525.2 の規定値 $0.1 \sim 10 \text{ ng/µL}$ と、EPA メソッド 525.3 の規定値 $0.1 \sim 5 \text{ ng/µL}$ の キャリブレーションと比較しました。検量線の計算は、メソッド要件と環境ラボでの一般的な方法に従いました。最初に平均レスポンス係数に基づき、10 種類すべてのキャリブレーションレベルを用いてキャリブレーションを実施しました。メソッド 525.2 では、許容基準を満たす場合、平均レスポンス係数または直線回帰によるキャリブレーションは許容可能です。

- ・ 平均レスポンス係数において 30 % RSD 未満の標準偏差が実現した場合、各レベルで計算した濃度は真値の 30 % 以内になることが実証されました。
- ・ 計算した濃度が 30 % 閾値または % RSD 基準を満たさなかった場合は、要件を満たすまでキャリブレーションレベルを下のほうから削除しました。

・ レベルを減らすことで最少である 5 つの キャリブレーションポイントを確保できな い場合は、重み付き直線回帰を用いま した。直線回帰と平均レスポンス係数の キャリブレーションメソッドはいずれも、 計算された濃度が各キャリブレーション レベルで実際の濃度の 30 % 以内となる ことが必要です。

図3に、平均レスポンス係数に基づく、全ターゲット化合物の3つのキャリブレーション範囲におけるRSDの比較を示します。ただし、クロロタロニル、エンドスルファント、硫酸エンドスルファンは除きます。この3つの化合物は、拡大したキャリブレーション範囲(0.02~15 ng/μL)でのみ重み付き直線回帰が必要でした(付表 A2)。EPA 525.2 と 525.3 のキャリブレーション範囲を評価したとき、すべての化合物の平均レスポンス係数%RSDは30%RSD未満で、計算された濃度はすべてのターゲット化合物について実際の濃度の30%以内でした。表3に各キャリブレーション範囲におけるターゲット化合物のRSDの平均と標準偏差を示します。0.1~5 ng/μL と 0.1~10

ng/μL でのキャリブレーションの RSD の分布 はほぼ同じでしたが、EPA 525.2 の範囲より も低い濃度を2つ、高い濃度を1つ含む拡大 した範囲では、平均 RSD が大きくなることが 示されました。また、ターゲット化合物の 10 種類の濃度をすべて 5 ng/μL としたサロゲー ト化合物のレスポンス係数もモニタリングしま した。リストを付表 A3 に示します。これらの レスポンス係数は表 3 で示した計算には含め ませんでした。拡大範囲で大きくなったことは、 シングル四重極 MSD でより幅広いダイナミッ クレンジと低濃度を用いたことで理解できま す。3 つのキャリブレーション範囲すべてにお いて、メソッド基準 (付表 A1 に示した全ター ゲット化合物のレスポンス係数) に基づくキャ リブレーションを達成しました。

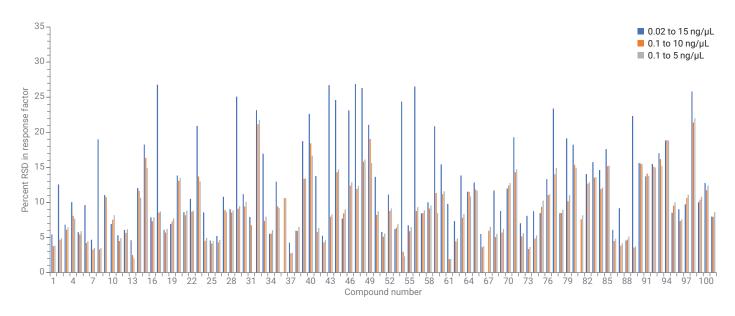


図 3. $0.02 \sim 15 \text{ ng/}\mu\text{L}$ (青)、 $0.1 \sim 10 \text{ ng/}\mu\text{L}$ (オレンジ)、 $0.1 \sim 5 \text{ ng/}\mu\text{L}$ (グレー) のターゲット化合物のキャリブレーション範囲のパーセント RSD の比較。 ターゲット化合物の識別は付表 A1 に示します。

表 3. ターゲット化合物の 3 つのキャリブレーション範囲の統計特性

キャリブレーション範囲 (ng/μL)	RF の 平均 RSD	平均 RSD RF の 標準偏差	直線回帰が必要なターゲット化合物
0.02 ~ 15	12.71	6.60	クロロタロニル、エンドスルファン l、硫酸エンドスルファン
0.1 ~ 10	8.97	4.46	
0.1 ~ 5	8.96	4.45	

結論

EPA メソッド 525 に従った飲料水中の半揮発性化合物の分析におけるキャリブレーション要件は、8890 GC と 5977 MSD によって満たすことができます。102 種類のターゲット化合物の大半について、EPA メソッドの検量線作成ガイドラインに従い、0.02 ~ 15 ng/μLの拡大した範囲でキャリブレーションが可能です。9 mm ドローアウトレンズが化合物の検出と拡大したキャリブレーション範囲の直線性に適しているという結果は、Intuvo 9000 GC および 5977 MSD を用いた以前の研究とも一致しています。

参考文献

- Padilla-Sánchez, J.A.: Plaza-Bolaños, P.; Frenich, A.G. Applications and Strategies based on Gas Chromatograph-Low-Resolution Mass Spectrometry (GC-LRMS) for the Determination of Residues and Organic Contaminants in Environmental Samples. In Comprehensive Analytical Chemistry; Cappiello, A.; Palma, P., Eds.; Advanced Techniques in Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS-MS and GC-TOF-MS) for Environmental Chemistry, Volume 61; Ferrer, I.; Thurman, E., Eds; Elsevier, Oxford, 2013, 181-202.
- Munch, J. W. Method 525.2:
 Determination of Organic
 Compounds in Drinking Water by
 Liquid-Solid Extraction and Capillary
 Column Gas Chromatography/
 Mass Spectrometry. United States
 Environmental Protection Agency,
 Department of Water, 1995.

- Munch, J. W.; et al. Method 525.3: Determination of Organic Compounds in Drinking Water by Liquid-Solid Extraction and Capillary Column gas chromatography/ mass spectrometry. United States Environmental Protection Agency, 2012.
- Title 18. Environmental Quality, Chapter 11. Department of Environmental Quality – Water Quality Standard, Arizona Department of State, Phoenix, AZ, USA, 2016.
- Giardina, M. Analysis of Semivolatile Organic Compounds in Drinking Water on the Agilent Intuvo and 5977 with Extended Calibration Range, Agilent Technologies Application Note, publication number 5994-0013EN, 2018.
- 6. Agilent 8890 GC/5977B GC/MSD 複合システムを用いた飲料水メソッドの エンドリンと DDT の安定性の研究 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 5994-0444JAJP, **2019**.

付表 A

表 A1. 0.02~15 ng/μL のターゲット化合物のリテンションタイム、レスポンス係数、平均レスポンス係数、% RSD

							濃度 (ng/μL)						
		RT	1	2	3	4	5	6	7	8	9			
No.	化合物	(分)	(0.02)	(0.05)	(0.1)	(0.2)	(0.5)	(1.0)	(2.53)	(5.0)	(10)	10 (15.3)	平均 RF	% RSD
1	イソホロン	5.671	1.106	1.039	0.979	1.010	1.035	1.067	1.088	1.102	1.066	0.983	1.048	4.42
2	ジクロルボス	6.426	0.636	0.695	0.737	0.678	0.714	0.742	0.750	0.748	0.754	0.693	0.715	5.44
3	ヘキサクロロシクロペンタジエン	7.249	NA	0.349	0.338	0.324	0.342	0.345	0.364	0.370	0.362	0.333	0.347	4.37
4	EPTC	7.412	0.437	0.391	0.408	0.443	0.431	0.459	0.482	0.482	0.472	0.434	0.444	6.82
5	メビンホス	8.109	0.641	0.809	0.758	0.740	0.812	0.815	0.883	0.893	0.910	0.843	0.811	10.04
6	酪酸	8.203	0.496	0.432	0.427	0.442	0.462	0.479	0.490	0.496	0.476	0.442	0.464	5.77
7	バーナレート	8.434	0.401	0.420	0.499	0.479	0.512	0.512	0.535	0.542	0.528	0.485	0.491	9.63
8	フタル酸ジメチル	8.486	1.456	1.328	1.330	1.307	1.335	1.389	1.417	1.417	1.340	1.241	1.356	4.68
9	エトリジアゾール	8.528	NA	0.169	0.186	0.191	0.183	0.182	0.198	0.196	0.194	0.181	0.187	4.92
10	2,6-ジニトロトルエン	8.628	0.212	0.222	0.220	0.220	0.242	0.249	0.267	0.282	0.285	0.263	0.246	11.06
11	ペブレート	8.633	0.565	0.617	0.542	0.543	0.606	0.635	0.645	0.650	0.620	0.565	0.599	6.93
12	アセナフチレン	8.769	1.868	1.893	1.954	1.912	1.984	2.083	2.134	2.152	2.045	1.887	1.991	5.32
13	クロロネブ	9.309	0.424	0.471	0.422	0.438	0.489	0.466	0.491	0.484	0.460	0.422	0.457	6.09
14	2-クロロビフェニル (BZ #1)	9.367	1.100	1.125	1.114	1.049	1.085	1.094	1.090	1.101	1.041	0.955	1.075	4.61
15	テブチウロン	9.561	0.376	0.343	0.387	0.345	0.398	0.412	0.451	0.465	0.484	0.447	0.411	12.07
16	2,4-ジニトロトルエン	9.755	0.220	0.274	0.267	0.266	0.275	0.300	0.346	0.374	0.387	0.360	0.307	18.26
17	モリネート	9.959	0.552	0.579	0.550	0.610	0.616	0.656	0.680	0.677	0.657	0.601	0.618	7.88
18	フタル酸ジエチル	10.625	NA	NA	1.721	1.516	1.395	1.387	1.422	1.415	1.365	1.250	1.434	9.57
19	フルオレン	10.814	1.208	1.336	1.268	1.237	1.358	1.381	1.432	1.443	1.370	1.266	1.330	6.11
20	プロパクロール	10.95	0.614	0.678	0.669	0.599	0.652	0.694	0.732	0.738	0.718	0.663	0.676	6.93
21	エトプロホス	11.438	0.203	0.218	0.209	0.222	0.240	0.265	0.288	0.289	0.287	0.266	0.249	13.86
22	シクロエート	11.49	0.721	0.719	0.711	0.764	0.780	0.845	0.883	0.892	0.847	0.779	0.794	8.60
23	クロルプロファム	11.81	0.288	0.368	0.337	0.343	0.351	0.384	0.403	0.414	0.407	0.373	0.367	10.54
24	トリフルラリン	11.894	NA	0.155	0.214	0.188	0.184	0.210	0.242	0.253	0.259	0.239	0.216	16.38
25	α-リンデン	12.575	0.179	0.223	0.217	0.225	0.237	0.233	0.244	0.248	0.235	0.217	0.226	8.59
26	2,3-ジクロロビフェニル (BZ #5)	12.649	0.663	0.679	0.670	0.682	0.689	0.728	0.731	0.750	0.705	0.657	0.695	4.57
27	ヘキサクロロベンゼン	12.67	0.474	0.427	0.434	0.447	0.457	0.476	0.476	0.492	0.456	0.421	0.456	5.21
28	アトラトン	13.047	0.176	0.132	0.151	0.163	0.164	0.169	0.188	0.188	0.190	0.176	0.170	10.83
29	プロメトン	13.246	0.133	0.137	0.142	0.137	0.146	0.153	0.170	0.168	0.165	0.154	0.150	9.04
30	シマジン	13.246	NA	0.103	0.114	0.102	0.112	0.122	0.131	0.130	0.129	0.118	0.118	9.35
31	アトラジン*	13.403	0.196	0.210	0.227	0.208	0.241	0.255	0.270	0.269	0.259	0.240	0.237	11.19
32	β-リンデン	13.388	0.129	0.115	0.131	0.125	0.130	0.138	0.150	0.148	0.140	0.130	0.134	7.94
33	ペンタクロロフェノール†	13.445	NA	0.092	0.094	0.100	0.124	0.136	0.159	0.160	0.160	0.149	0.130	22.10
34	プロパジン	13.529	NA	0.163	0.173	0.158	0.181	0.184	0.195	0.196	0.187	0.165	0.178	7.90
35	γ-リンデン	13.676	0.122	0.131	0.113	0.126	0.127	0.126	0.135	0.131	0.124	0.116	0.125	5.53
36	プロナミド	13.975	0.229	0.310	0.297	0.300	0.302	0.326	0.355	0.366	0.364	0.340	0.319	12.96
		1	L	I	L	I	I	L	1	1	1	1		I.

								ng/μL)						
		RT	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10		
No.	化合物	(分)	(0.02)	(0.05)	(0.1)	(0.2)	(0.5)	(1.0)	(2.53)	(5.0)	(10)	(15.3)	平均 RF	% RSD
37	クロロタロニル	14.179	4 404	4.050	4.040	4.475	4.005		線回帰	4.050	1.107	1.110	1.007	4.00
38	フェナントレン	14.184	1.134	1.253	1.218	1.175	1.225	1.221	1.278	1.252	1.197	1.119	1.207	4.28
39	アントラセン	14.373	1.105	1.103	1.108	1.105	1.160	1.208	1.286	1.264	1.210	1.128	1.168	5.97
40	ターバシル	14.436	NA	0.169	0.218	0.177	0.201	0.215	0.249	0.255	0.254	0.240	0.220	14.80
41	メチルパラオキソン	14.441	0.133	0.135	0.166	0.155	0.172	0.185	0.222	0.232	0.247	0.233	0.188	22.64
42	δ-リンデン 	14.62	NA	0.119	0.109	0.105	0.122	0.116	0.122	0.121	0.116	0.109	0.115	5.55
43	2,4,5-トリクロロビフェニル (BZ #29)	15.107	0.308	0.322	0.328	0.319	0.338	0.345	0.361	0.354	0.335	0.314	0.333	5.26
44	アラクロール*	15.867	NA	0.183	0.190	0.178	0.181	0.197	0.216	0.215	0.210	0.197	0.196	7.40
45	シメトリン	16.009	NA	0.188	0.216	0.211	0.238	0.257	0.293	0.296	0.291	0.274	0.252	15.96
46	ヘプタクロル	16.072	0.148	0.160	0.153	0.142	0.159	0.170	0.177	0.179	0.173	0.165	0.163	7.70
47	アメトリン	16.156	NA	0.147	0.164	0.189	0.178	0.198	0.226	0.225	0.220	0.207	0.195	14.41
48	プロメトリン	16.26	NA	0.118	0.156	0.156	0.168	0.183	0.204	0.204	0.200	0.187	0.175	16.33
49	テルブトリン	16.669	NA	0.129	0.145	0.164	0.187	0.195	0.220	0.221	0.223	0.207	0.188	18.47
50	ブロマシル	16.737	0.133	0.181	0.157	0.159	0.189	0.194	0.221	0.227	0.263	0.244	0.197	21.07
51	フタル酸ジブチル	16.916	1.879	1.609	1.249	1.221	1.295	1.367	1.492	1.491	1.431	1.344	1.438	13.66
52	2,2`,4,4`-テトラクロロビフェニル (BZ #47)	16.968	0.223	0.238	0.230	0.236	0.250	0.261	0.261	0.262	0.252	0.236	0.245	5.79
53	メトラクロール	17.104	0.441	0.534	0.531	0.522	0.551	0.587	0.643	0.639	0.626	0.590	0.566	11.12
54	クロルピリホス	17.194	0.154	0.138	0.143	0.141	0.148	0.155	0.167	0.163	0.158	0.148	0.152	6.22
55	アルドリン	17.235	NA	0.131	0.103	0.102	0.106	0.103	0.109	0.104	0.099	0.093	0.099	24.39
56	DCPA	17.324	0.234	0.249	0.243	0.250	0.275	0.270	0.286	0.282	0.271	0.252	0.261	6.74
57	シアナジン	17.351	NA	0.030	0.066	0.061	0.067	0.070	0.078	0.077	0.074	0.069	0.063	26.53
58	トリアジメホン	17.56	0.369	0.302	0.316	0.308	0.321	0.344	0.374	0.377	0.365	0.343	0.342	8.42
59	ジフェナミド	17.922	0.499	0.509	0.533	0.519	0.573	0.584	0.650	0.650	0.631	0.589	0.574	10.01
60	MGK-264a [‡]	17.99	NA	0.252	0.329	0.316	0.330	0.360	0.381	0.387	0.432	0.404	0.339	20.86
61	MGK-264b [‡]	18.404	0.138	0.132	0.157	0.161	0.171	0.190	0.202	0.206	0.201	0.189	0.175	15.42
62	ヘプタクロルエポキシド	18.499	0.078	0.112	0.092	0.090	0.088	0.091	0.093	0.091	0.089	0.083	0.091	9.79
63	22,2`,3`,4,6-ペンタクロロビフェニル (BZ #98)	18.64	0.151	0.178	0.180	0.173	0.185	0.192	0.196	0.194	0.185	0.174	0.181	7.34
64	γ-クロルデン	19.28	0.094	0.112	0.130	0.126	0.129	0.143	0.151	0.152	0.146	0.136	0.132	13.86
65	テトラクロルビンホス	19.463	0.287	0.217	0.231	0.219	0.226	0.245	0.277	0.282	0.288	0.267	0.254	11.55
66	ブタクロール	19.589	0.195	0.188	0.196	0.206	0.219	0.224	0.257	0.261	0.262	0.243	0.225	12.83
67	ピレン	19.6	1.396	1.449	1.384	1.252	1.304	1.305	1.374	1.350	1.291	1.205	1.331	5.51
68	エンドスルファン丨	19.683		J.	l	Į.	l	直紅	泉回帰	Į.		l	l .	
69	α-クロルデン	19.689	0.087	0.104	0.117	0.116	0.123	0.129	0.132	0.129	0.126	0.117	0.118	11.71
70	trans-ノナクロル	19.767	0.133	0.145	0.153	0.159	0.159	0.168	0.179	0.177	0.168	0.158	0.160	8.79
71	ナプロパミド	19.972	0.362	0.368	0.370	0.357	0.377	0.424	0.472	0.476	0.467	0.435	0.411	11.99
72	トリシクラゾール	20.181	0.163	0.164	0.213	0.192	0.218	0.241	0.273	0.278	0.272	0.253	0.227	19.30
73	p,p'-DDE	20.433	0.242	0.198	0.218	0.229	0.233	0.239	0.253	0.250	0.242	0.225	0.233	7.03
74	ディルドリン	20.538	0.270	0.215	0.215	0.213	0.217	0.225	0.234	0.227	0.220	0.205	0.224	8.10
75	2,2`,4,4`,5,`-ヘキサクロロビフェニル (BZ #154)	20.601	0.210	0.160	0.194	0.197	0.207	0.211	0.222	0.216	0.206	0.193	0.202	8.76

							濃度 (ı	ng/μL)						
No.	化合物	RT (分)	1 (0.02)	2 (0.05)	3 (0.1)	4 (0.2)	5 (0.5)	6 (1.0)	7 (2.53)	8 (5.0)	9 (10)	10 (15.3)	平均 RF	% RSD
76	エンドリン	21.193	0.059	0.060	0.062	0.047	0.055	0.051	0.060	0.057	0.056	0.053	0.056	8.50
77	クロロベンジレート	21.492	0.259	0.280	0.303	0.289	0.316	0.341	0.375	0.377	0.376	0.354	0.327	13.34
78	エンドスルファン	21.544	NA	0.023	0.023	0.024	0.029	0.030	0.033	0.033	0.032	0.030	0.029	14.44
79	4,4`-DDD	21.749	0.366	0.341	0.353	0.355	0.377	0.394	0.432	0.431	0.416	0.390	0.386	8.46
80	エンドリンアルデヒド	22	0.108	0.055	0.080	0.062	0.065	0.077	0.079	0.079	0.077	0.072	0.076	19.13
81	ノルフラゾン	22.614	NA	0.203	0.189	0.197	0.204	0.226	0.259	0.269	0.272	0.251	0.230	14.38
82	硫酸エンドスルファン	22.734					•	直網	泉回帰					
83	フタル酸ベンジルブチル	22.818	0.416	0.438	0.453	0.448	0.499	0.536	0.597	0.599	0.597	0.555	0.514	14.06
84	p,p'-DDT	22.918	0.248	0.239	0.264	0.267	0.292	0.321	0.353	0.362	0.360	0.336	0.304	15.75
85	ヘキサジノン	23.054	0.403	0.472	0.484	0.488	0.522	0.563	0.621	0.642	0.626	0.584	0.541	14.63
86	ビス(2-エチルヘキシル)アジピン酸	23.452	0.455	0.371	0.420	0.497	0.485	0.534	0.611	0.635	0.629	0.588	0.523	17.61
87	2,2`,3,3`,4,4`,6-ヘプタクロロビフェニル (BZ #171)	24.375	0.145	0.156	0.163	0.159	0.160	0.168	0.178	0.176	0.172	0.160	0.164	6.10
88	ベンゾ[a]アントラセン	24.401	1.510	1.301	1.219	1.146	1.125	1.184	1.238	1.246	1.212	1.127	1.231	9.19
89	クリセン	24.522	1.162	1.218	1.181	1.094	1.139	1.200	1.249	1.249	1.189	1.106	1.179	4.59
90	2,2`,3,3`,4,5`,6,6`-オクタクロロビフェニル (BZ #200)	24.538	NA	0.243	0.236	0.258	0.239	0.252	0.257	0.254	0.243	0.225	0.245	4.47
91	メトキシクロル	24.658	0.537	0.535	0.525	0.528	0.610	0.655	0.727	0.757	0.760	0.706	0.634	15.63
92	フタル酸ビス(2-エチルヘキシル)	25.334	1.035	0.817	0.706	0.697	0.732	0.817	0.910	0.959	0.955	0.890	0.852	13.71
93	フェナリモル	26.309	0.159	0.154	0.166	0.153	0.172	0.189	0.212	0.225	0.222	0.208	0.186	15.50
94	cis-ペルメトリン	27.405	0.278	0.242	0.269	0.267	0.286	0.312	0.360	0.379	0.389	0.361	0.314	17.01
95	trans-ペルメトリン	27.625	0.606	0.593	0.562	0.599	0.678	0.756	0.855	0.901	0.904	0.840	0.729	18.84
96	ベンゾ[b]フルオランテン	28.322	1.138	1.080	1.032	1.095	1.121	1.210	1.301	1.327	1.276	1.198	1.178	8.55
97	ベンゾ[k]フルオランテン	28.422	0.986	1.110	1.135	1.089	1.178	1.262	1.339	1.243	1.296	1.208	1.185	9.04
98	ベンゾ[a]ピレン	29.376	1.009	1.055	0.932	1.031	1.096	1.156	1.224	1.263	1.227	1.157	1.115	9.73
99	フルリドン	29.643	NA	0.451	0.554	0.490	0.582	0.661	0.794	0.861	0.819	0.745	0.662	22.69
100	インデノ[1,2,3-cd]ピレン	32.799	1.126	1.060	1.142	1.035	1.146	1.239	1.331	1.386	1.334	1.233	1.203	10.02
101	ジベンズ[a,h]アントラセン	32.935	0.993	1.078	1.041	1.119	1.189	1.299	1.375	1.442	1.362	1.262	1.216	12.76
102	ベンゾ[ghi]ペリレン	33.496	1.226	1.197	1.249	1.208	1.253	1.363	1.432	1.497	1.381	1.253	1.306	7.98

^{*} アトラジンおよびアラクロールの濃度: 0.04、0.1、0.2、0.4、1.0、2.0、5.07、10、20、30.67 ng/ μ L

[†] ペンタクロロフェノールの濃度: 0.08、0.2、0.4、0.8、2.0、4.0、10、20、40、60 ng/μL [‡] MGK-264a および b の推定濃度: 0.01、0.03、0.05、0.1、0.25、0.5、1.27、2.5、5.0、7.67 ng/μL

表 A2. 直線回帰を用いたターゲット化合物のリテンションタイムと計算した濃度

				濃度 (ng/µL)										
No.	化合物	RT (分)	1 (0.02)	2 (0.05)	3 (0.1)	4 (0.2)	5 (0.5)	6 (1.0)	7 (2.53)	8 (5.0)	9 (10)	10 (15.3)		
37	クロロタロニル	14.179	NA	0.039	0.117	0.193	0.495	1.017	2.710	4.948	10.513	14.648		
37	70030-7/		y = 0.053290x - 0.001789、1/x の重み付け、R² = 0.9978											
68		19.683	NA	0.054	0.106	0.193	0.537	1.066	2.747	5.250	10.149	14.584		
00	エンドスルファン			y = 0.0	07419x -	7.778928	×10 ⁻⁵ 、1	/x の重み付	け、R ² = 0	.9977				
82	硫酸エンドスルファン・	22.734	0.022	0.037	0.110	0.186	0.518	1.035	2.661	5.258	10.254	14.621		
82				y = 0.0)13198x –	2.280692	×10 ⁻⁴ 、1	/x の重み付	け、R ² = 0	.9981				

表 A3. ターゲット化合物の濃度 $0.02\sim15$ ng/ μ L に対し、濃度をすべて 5 ng/ μ L に保持したサロゲート化合物のリテンションタイム、レスポンス係数、 平均レスポンス係数、 8SD

				濃度 (ng/μL)										
		RT	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10		
No.	サロゲート化合物	(分)	(5)	(5)	(5)	(5)	(5)	(5)	(5)	(5)	(5)	(5)	平均 RF	% RSD
S1	1,3-ジメチル-2-ニトロベンゼン	6.086	0.291	0.300	0.289	0.294	0.292	0.291	0.301	0.294	0.299	0.293	0.294	1.47
S2	ピレン-d ₁₀	19.537	1.106	1.112	1.115	1.101	1.107	1.113	1.111	1.113	1.109	1.120	1.111	0.49
S3	リン酸トリフェニル	23.515	0.258	0.251	0.246	0.242	0.271	0.266	0.263	0.247	0.269	0.271	0.258	4.29
S4	ペリレン-d ₁₂	29.586	1.024	1.029	1.002	1.021	1.022	1.069	1.039	1.050	1.068	1.077	1.040	2.39

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カストマコンタクトセンタ

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。

アジレント・テクノロジー株式会社 © Agilent Technologies, Inc. 2019, 2025 Printed in Japan, September 5, 2025 5994-0646JAJP

