

Agilent 5977A シリーズ GC/MSD を使用した 感度と再現性の高い PAH の検出

アプリケーションノート

環境

著者

Shuang Feng
Agilent Technologies Co. Ltd (China)
Guangzhou 510613
Peoples Republic of China
Brian J. Hom
Agilent Technologies, Inc.
Santa Clara, CA 95051
USA

要約

Agilent 5977A シリーズ GC/MSD を用いて、5 ppb のレベルで 16 種類の PAH を優れた直線性 ($R^2 > 0.995$) と再現性 ($RSD \leq 2\%$) で検出するメソッドを開発しました。

はじめに

多環芳香族炭化水素 (PAH) は大きな化合物グループを構成しており、油、石炭、タール鉱床に含まれ、空気、水、および土壌の汚染の原因となります。環境からの取り込みや食品加工の過程で食品に含まれることもあります。PAH の中には、発癌性物質、突然変異原、催奇性物質など、非常に毒性が強い化合物があります。優先して監視すべき監視対象 PAH のリストは国ごとに異なりますが、USEPA (United States Environmental Protection Agency) と欧州連合 (EU) では、監視が必要な 16 種類の PAH を特定しています。

このアプリケーションノートでは、5977A シリーズ GC/MSD が感度と再現性の高い PAH の検出を 15 分で実施でき、監視対象となった 16 種類の全 PAH で濃度 5 ppb における相対標準偏差 (RSD) が 2% 以下であったことを示します。



Agilent Technologies

実験方法

標準試料と試薬

監視対象の 16 種類の化合物と 2 種類の内部標準が含まれる市販の PAH 標準を購入しました。作業用キャリブレーション標準は、Agilent 7696A サンプル前処理ワークベンチを使用してヘキサン溶媒で作成しました。

装置

この実験は、スプリット/スプリットレス注入口を備え、5977A シリーズ GC/MSD に接続された Agilent 7890B シリーズ GC で選択イオンモニタリング (SIM) および電子イオン化 (EI) 取り込みモードを使用して行いました。イオン源には、オプションの 6 mm エキストラクタレンズ (p/n G3870-20448) を取り付けました。表 1 に装置の条件を示します。

表 1. Agilent 7890/ 5977 ガスクロマトグラフと質量分析装置の条件

GC 分析条件

分析カラム	Agilent HP-5 ms 30 m x 0.25 mm, 0.25 µm (p/n 19191S-433UI)
注入量	1 µL
注入モード	パルスドスプリットレス
注入口温度	290 °C
ライナ	デュアルターバ、内径 4 mm ライナ、ウールなし (p/n 5181-3315)
キャリアガス	ヘリウム、定流量、1.5 mL/min
オープンプログラム	55 °C で 1 分間 25 °C/min で 55~320 °C、3 分間保持
トランスファーライン温度	290 °C

MS 条件

溶媒待ち時間	4 分
取り込みモード	EI、SIM
チューニング	Etune.u
ゲイン係数	1
イオン源温度	350 °C
四重極温度	150 °C

取り込みパラメータ

表 2 に、取り込みに使用した SIM イオンを示します。

表 2. 取り込みパラメータ

内部標準	リテンション タイム	クオンティ ファイア イオン	クオリファイ イオン
フェナントレン-d10	8.375	188	
クリセチン-d12	10.921	240	236,120
標的化合物			
ナフタレン	5.208	128	127,129
アセナフチレン	6.75	152	153,151
アセナフテン	6.93	153	154,152
フルオレン	7.419	166	165,167
フェナントレン	8.349	178	176,179
アントラセン	8.393	178	176,179
フルオランテン	9.518	202	200,101
ピレン	9.736	202	200,101
ベンゾ (a) アントラセン	10.902	228	226,229
クリセチン	10.943	228	226,229
ベンゾ (b) フルオランテン	12.222	252	263,126
ベンゾ (k) フルオランテン	11.933	252	263,126
ベンゾ (a) ピレン	12.222	252	263,126
インデノ (1,2,3-cd) ピレン	13.481	276	138,277
ジベンゾ (a,h) アントラセン	13.494	278	139,279
ベンゾ (g,h,i) ペリレン	13.813	276	138,277

結果と考察

直線性

2つの内部標準を使用し、5~200 ppbの範囲で検量線を作成しました。図1に、5~200 ppbの範囲内の8つのすべてのキャリブレーション濃度におけるPAH標準混合物の分離で得られた全イオン電流(TIC)クロマトグラムを重ねて示します。優れた再現性があることがわかります。ゲイン係数1とイオン源温度350℃を使用したところ、非常に高いR²値を持つ検量線が得られました(表3)。

再現性

図2に、低い濃度でも得られる5977AシリーズGC/MSDの優れた再現性を示します。イオン源温度350℃、Etuneおよびゲイン係数1で、16種類のすべてのPAH化合物について最小の標準偏差値が得られました。すべての値は10回の注入を通じて2%以下でした(表4)。

表3. Etune、ゲイン係数1、および350℃のイオン源温度を使用したときのキャリブレーション係数(R²)値

化合物名	R ²
ナフタレン	0.9999
アセナフチレン	0.9997
アセナフテン	0.9999
フルオレン	0.9999
フェナントレン	0.9998
アントラセン	0.9999
フルオランテン	0.9999
ピレンメソッド	0.9999
ベンゾ(a)アントラセン	0.9998
クリセン	0.9999
ベンゾ(b)フルオランテン	0.9957
ベンゾ(k)フルオランテン	0.9961
ベンゾ(a)ピレン	0.9994
インデノ(1,2,3-cd)ピレン	0.9985
ジベンゾ(a,h)アントラセン	0.9986
ベンゾ(g,h,i)ペリレン	0.9983

8つのキャリブレーション濃度: 5、10、20、40、40、120、160、および200 ppb
内部標準の濃度は50 ppb

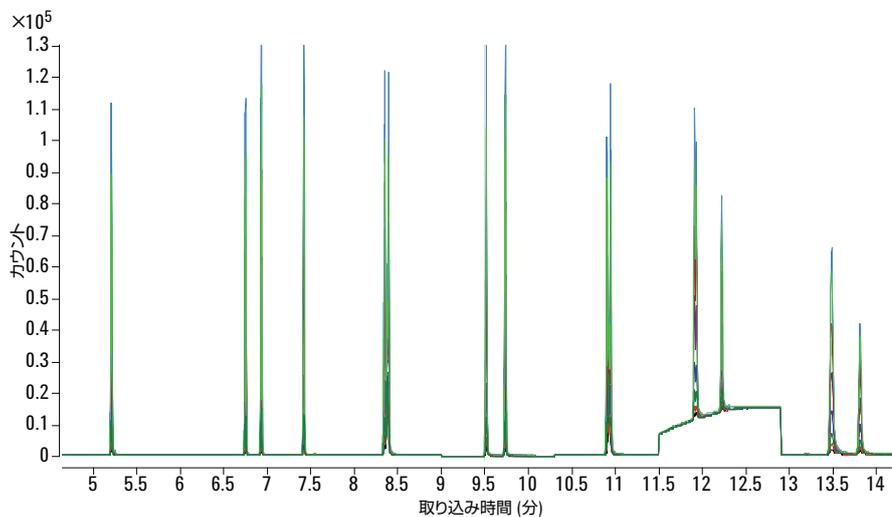


図1. 8つの全キャリブレーション濃度(5~200 ppb)におけるPAH標準混合物の分離で得られたTICの重ね表示

結論

Agilent 5977A GC/MSD は、5 ppb という低いレベルで感度、精度、および再現性の高い PAH 分析を行うための安定したプラットフォームを提供します。新しいエキストラクタイオン源と 350 °C のイオン源温度を使用することで優れた相対標準偏差 (RSD) が得られ、7696A サンプル前処理ワークベンチなどの自動化を使用した標準物質の前処理によって再現性の高いキャリブレーション係数 (R^2) 値が実現します。

詳細情報

これらのデータは一般的な結果を示したものです。アジレントの製品とサービスの詳細については、アジレントの Web サイト (www.agilent.com/chem/jp) をご覧ください。

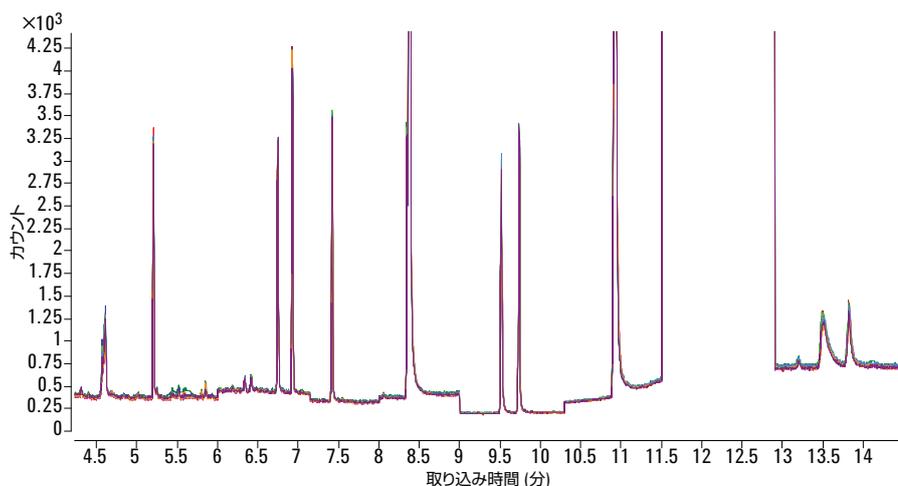


図 2. Etune と 350 °C のイオン源温度を使用して 5 ppb の PAH 標準混合物で行った 10 回の連続した分析の TIC 重ね表示

表 4. Etune、ゲイン係数 1、および 350 °C のイオン源温度を使用したときの相対標準偏差 (RSD) 値

	RSD
ナフタレン	1.9 %
アセナフチレン	0.7
アセナフテン	0.9
フルオレン	0.7
フェナントレン	0.9
アントラセン	1.7
フルオランテン	1.3
ピレンメソッド	0.9
ベンゾ (a) アントラセン	1.1
クリセン	1.8
ベンゾ (b) フルオランテン	1.2
ベンゾ (k) フルオランテン	1.1
ベンゾ (a) ピレン	2.0
インデノ (1,2,3-cd) ピレン	1.9
ジベンゾ (a,h) アントラセン	1.6
ベンゾ (g,h,i) ペリレン	1.9

www.agilent.com/chem/jp

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。

本資料に記載の情報、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. 2013

Printed in Japan

January 21, 2013

5991-1811JAJP



Agilent Technologies