

# Agilent 8890 GC/FID/5977B MSD システムによる USP <467> クラス 1、クラス 2、クラス 3 の 残留溶媒の分析

## 著者

Youjuan Zhang, Shun Na  
Agilent Technologies  
(Shanghai) Co. Ltd. Shanghai  
200131 P. R. China

## 概要

Agilent 8890 ガスクロマトグラフ (GC) に水素炎イオン化検出器 (FID) と質量選択検出器 (MSD) を搭載し、USP <467> 残留溶媒のクラス 1、クラス 2、クラス 3 の分析で使用しました。沸点の低い 52 種類の化合物は Agilent 7697A ヘッドスペースサンブラから DB-624 カラムに導入し、沸点が相対的に高い 10 種類の化合物はオートサンブラから DB-WAX カラムに導入しました。ページ付き 2 ウェイキャピラリー・フロー・テクノロジー (CFT) デバイスを用いてサンプルを 1:1 の比で FID と MSD に分けました。

このアプリケーションノートでは、優れたピーク形状と分離能、高い再現性を実証するとともに、FID および MSD デュアルチャネルシステムが残留溶媒の定性および定量分析のための強力なツールであることを示します。

## はじめに

残留溶媒の分析は、医薬品業界における重要なアプリケーションです。残留溶媒は、米国薬局方 (USP) メソッド <467> によってリスク評価に基づいて 3 つの主要なクラスに分類されています。<sup>1</sup>

- クラス 1 は製造プロセスでの使用を避けるべき溶媒で、5 つの化合物が含まれています。
- クラス 2 は規制すべき溶媒で、30 種類の化合物が含まれています。
- クラス 3 は低リスクと見なされている溶媒で、27 種類の化合物が含まれています。

3 つのクラスを合計すると、60 種類を超える化合物があります。中国薬局方 (2015 年版)<sup>2</sup> の化合物リストも USP <467> メソッドとほぼ同じです。

医薬品業界のラボでは一般的に、残留溶媒分析にガスクロマトグラフィーを使用しています。ルーチン作業で未知化合物が出現した場合、揮発性有機溶媒を同定するためには MSD が最適です。通常、ラボにおいて GC および GC/MSD は 2 つの別々のシステムで、2 つのシステム間で使用しているキャリアガスやカラムが異なる可能性があり、メソッドの移行に長い時間を要することがあります。このアプリケーションノートでは、FID と MSD の両方を搭載した 1 台の 8890 GC 装置を使用して、3 つのクラスの残留溶媒を分析しました。ヘッドスペースサンブラまたはオートサンブラによって導入されたサンプルは、1:1 の比で FID および MSD に分けられます。FID および MSD は定量分析用ツールとして使用でき、MSD はまた未知化合物の定性分析にも使用できます。

## 実験方法

このアプリケーションノートでは、USP <467> メソッドのリストにある化合物を 2 つのカテゴリに分類しました。1 つのカテゴリは沸点の低い揮発性化合物で、バック注入口に接続したヘッドスペースによって GC に導入しました。もう 1 つのカテゴリは、相対的に沸点が高い化合物で、フロント注入口に取り付けられたオートサンブラによって GC に導入しました。FID 付き Agilent 8890 GC と Agilent 5977B MSD、Agilent 7697A ヘッドスペース、Agilent 7693A オートサンブラを組み合わせ、一連の調査に使用しました。また、パージ付き 2 ウェイ CFT デバイスを用いてカラムからの溶出物を 1:1 の比で MSD と FID に分けました。ハードウェアを変更せずに、カラムを交換することによってヘッドスペース注入と液体注入とを切り替えられます。図 1 に、機器のセットアップの構成図を示します。表 1 および 2 に、分析で使用したクロマトグラフィー条件を示します。

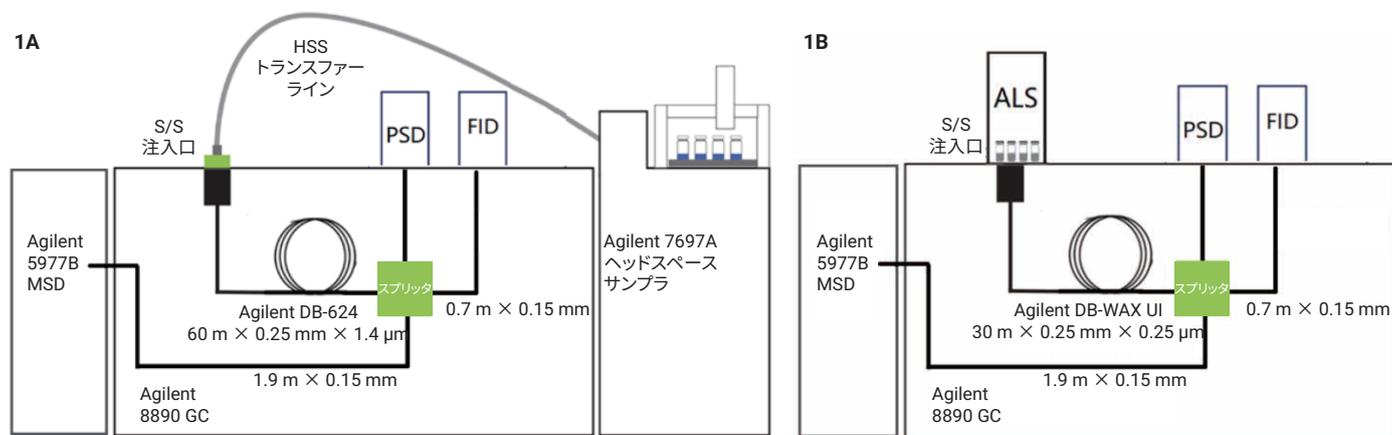


図 1. 1A はバック注入口に接続するヘッドスペース注入のためのシステム構成、1B はフロント注入口に接続する自動液体注入のための同じシステム構成

## クロマトグラフィー条件

表 1. ヘッドスペース注入メソッド

Agilent 7697 A ヘッドスペース	
パラメータ	設定値
バイアル加圧ガス	N <sub>2</sub>
ループサイズ	1 mL
バイアルのサイズ	20 mL
バイアル攪拌	7
バイアルスタンバイ流量	20 mL/min
バイアル平衡化時間	30 分
注入時間	0.5 分
オープン温度	85 °C
ループ温度	95 °C
トランスファーライン	内径 0.53 mm、不活性フューズドシリカ (p/n 160-2535-5)
トランスファーライン温度	105 °C
バイアル充填圧力	15 psi
ループ充填モード	カスタム
ループ昇圧速度	20 psi/min
ループ最終圧力	4 psi
ループ平衡化時間	0.1 分
Agilent 8890 GC	
パラメータ	設定値
注入口	SSL、250 °C、スプリット比 10:1
ライナー	ストレート、不活性化、内径 2 mm (p/n 5181-8818)
CFT デバイス	パージ付き 2 ウェイスブリッタ (p/n G3180-60501)、スプリット比 1:1 MSD: FID
PSD	3.8 psi の定圧
カラム	Agilent DB-624 60 m × 0.25 mm、1.4 μm (p/n 122-1364)
キャリア	ヘリウム、1 mL/min の定流量
FID リストリクタ	0.7 m × 内径 0.15 mm 不活性化フューズドシリカチューブ (p/n 160-2625-10)
MSD リストリクタ	1.9 m × 内径 0.15 mm 不活性化フューズドシリカチューブ (p/n 160-2625-10)
オープン	40 °C (10 分間)、5 °C /min で 80 °C まで昇温、12 °C /min で 220 °C まで昇温 (10 分間)
FID	温度: 250 °C、水素: 30 mL/min、空気: 300 mL/min、メークアップガス (N <sub>2</sub> ): 25 mL/min
トランスファーライン温度	250 °C
Agilent 5977B MSD	
パラメータ	設定値
イオン化タイプ	EI
イオン源温度	230 °C
四重極温度	150 °C
ドロアアウトプレート	3 mm
チューニングファイル	Atune.u
測定タイプ	スキャン
溶媒ディレイ	6 分
相対電圧	0

表 2. 液体注入メソッド

Agilent 8890 GC	
パラメータ	設定値
注入口	SSL、250 °C、スプリット比 30:1
ライナー	ウルトライナー、スプリット、低圧力損失、ガラスウール (p/n 5190-2295)
注入量	0.5 µL、シリンジ (p/n 5181-8810)
CFT デバイス	パーズ付き 2 ウェイスプリッタ (p/n G3180-60501)、スプリット比 1:1 MSD: FID
PSD	3.8 psi の定圧
カラム	Agilent DB-WAX UI 30 m × 0.25 mm、0.25 µm (p/n 122-7032UI)
キャリア	ヘリウム、1 mL/min の定流量
FID リストリクタ	0.7 m × 内径 0.15 mm 不活性化フューズドシリカチューブ
MSD リストリクタ	1.9 m × 内径 0.15 mm 不活性化フューズドシリカチューブ
オープン	40 (5 分間)、5 °C/min で 160 °C まで昇温、10 °C/min で 220 °C まで昇温 (10 分間) °C
FID	温度: 250 °C、水素: 30 mL/min、空気: 300 mL/min、メークアップガス (N <sub>2</sub> ): 25 mL/min
トランスファーライン温度	250 °C
Agilent 5977B MSD	
パラメータ	設定値
イオン化タイプ	EI
イオン源温度	230 °C
四重極温度	150 °C
ドロアアウトプレート	3 mm
チューニングファイル	Atune.u
測定タイプ	スキャン
溶媒ディレイ	6 分
相対電圧	0

### 化学物質および標準試料

残留溶媒のジメチルスルホキシド (DMSO) 溶液は、次の 3 つのアジレントの原液を使用しました。

- クラス 1 : p/n 5190-0490
- クラス 2A : p/n 5190-0492
- クラス 2C : p/n 5190-0493

クラス 2B およびクラス 3 の単一標準化合物は、ANPEL Scientific Instrument Co. Ltd. (上海、中国) と J&K Scientific Ltd. から購入しました。

表 3 の化合物は、DMSO と水の溶液 (v/v=50:50) で希釈しました。5 mL の DMSO と水の溶液 (v/v=50:50) をバイアルに充填し、異なる量の原液をスパイクして必要なレベルを得ることによって、それぞれのキャリブレーションレベルでのヘッドスペースバイアルを作成しました。表 4 の化合物は水で希釈しました。付録 A の表 A1 は各化合物の異なる濃度レベルを示しています。

表 3. 52 種類の化合物の Agilent DB-624 カラムでのヘッドスペース分析による結果 (次ページに続く)

No.	化合物名	RT	m/z	直線性範囲 (µg/mL)	R <sup>2</sup>		面積 RSD (%) L4 (n=8)	MDL (MSD) µg/mL
					MSD	FID		
1	Methanol	8.818	31	0.75 to 150	0.9998	0.9994	2.2	0.194
2	Pentane	11.251	43	0.5 to 100	0.9944	0.9997	2	0.143
3	Ethanol	11.73	31	2 to 100	0.9999	0.9998	1.2	0.514
4	Ethyl ether	12.142	74.1	0.5 to 100	0.9911	0.9998	4.3	0.147
5	1,1-Dichloroethene	13.083	61	0.004 to 0.8	0.9997	0.9986	1.7	0.003
6	Acetone	13.283	43	0.5 to 100	0.9999	0.9996	2.1	0.227
7	Isopropanol	13.854	45	1 to 200	0.9997	0.9979	4.3	0.245
8	Ethyl formate	13.873	45	1 to 200	0.9997	0.9979	4.3	0.245
9	Acetonitrile	14.39	41	0.1 to 20	0.9996	0.9984	4.2	0.032
10	Methyl acetate	14.564	43	0.5 to 100	0.9998	0.9998	2.7	0.424
11	Methylene chloride	14.947	84	0.15 to 30	0.9997	0.9997	2.1	0.033
12	<i>tert</i> -Butylmethyl ether	15.938	73	0.1 to 20	0.9988	0.9998	2.1	0.035
13	<i>trans</i> -1,2-Dichloroethene	15.979	95.9	0.236 to 47	0.9969	0.9998	1.7	0.065
14	Hexane	16.899	57	0.1 to 20	0.9995	0.9998	2.2	0.074
15	1-Propanol	17.712	31	0.5 to 100	0.9995	0.9996	2	0.180
16	Nitromethane	19	46	0.5 to 100	0.9999	0.9991	1.9	0.252
17	<i>cis</i> -1,2-Dichloroethene	19.21	96	0.236 to 47	0.9988	0.9999	2.5	0.045
18	2-Butanone	19.225	43	0.5 to 100	0.998	0.9999	2.3	0.147
19	Ethyl acetate	19.375	43	0.5 to 100	0.9986	0.9997	1.4	0.305
20	2-Butanol	19.688	45	0.5 to 100	0.9998	0.9999	2.4	0.237
21	Tetrahydrofuran	19.985	42	0.18 to 36	0.9998	0.9998	2.1	0.053
22	Chloroform	20.054	83	0.015 to 3	0.9997	0.9998	1.6	0.006
23	1,1,1-Trichloroethane	20.546	97	0.005 to 1	0.9999	0.9998	1.3	0.003
24	Cyclohexane	20.707	84	1.0 to 49 (195)*	0.9908	0.9997	1.8	0.188
25	Carbon tetrachloride	20.962	117	0.002 to 0.4	0.9998	0.9992	2.8	0.002
26	2-Methyl-1-propanol	21.119	43	0.5 to 100	0.9999	0.9999	2.1	0.494
27	1,2-Dimethoxyethane	21.265	45	0.5 to 100	0.9999	0.9995	1	0.256
28	Benzene	21.442	78	0.001 to 0.2	0.9995	0.9998	5.8	0.001
29	1,2-Dichloroethane	21.442	62	0.01 to 0.5	0.9989	0.9998	1.5	0.002
30	Isopropyl acetate	21.496	61	0.5 to 100	0.9985	0.9998	0.8	0.164
31	Heptane	21.956	71	0.1 to 20	0.9974	0.9996	2.4	0.034
32	1-Butanol	22.547	56	0.5 to 100	0.9994	0.9998	2.4	0.172
33	Trichloroethylene	22.791	130	0.015 to 3	0.9999	0.9999	1.8	0.007
34	Methylcyclohexane	23.208	83	0.3 to 15 (59)*	0.9989	0.9997	2.3	0.072
35	1,4-Dioxane	23.489	88	0.095 to 19	0.9999	0.9999	3.3	0.055
36	Propyl acetate	23.491	43	0.5 to 100	0.9966	0.9999	3	0.268
37	4-Methyl-2-pentanone	24.815	43	0.5 to 100	0.9985	0.9996	2.2	0.143
38	Isoamyl alcohol	24.879	55.1	0.5 to 100	0.9991	0.9996	2.4	0.256

表 3. 52 種類の化合物の Agilent DB-624 カラムでのヘッドスペース分析による結果 (続き)

No.	化合物名	RT	m/z	直線性範囲 (µg/mL)	R <sup>2</sup>		面積 RSD (%) L4 (n=8)	MDL (MSD) µg/mL
					MSD	FID		
39	Pyridine	25.024	79	2 to 100	0.9992	0.9997	2.1	0.502
40	Toluene	25.196	91	0.22 to 22 (44)*	0.9964	0.9998	2.1	0.065
41	Isobutyl acetate	25.322	56	0.5 to 100	0.9958	0.9999	2.1	0.178
42	1-Pentanol	25.735	42	0.5 to 100	0.9996	0.9998	2.1	0.332
43	2-Hexanone	26.201	58	0.06 to 3	0.9995	0.9998	2.1	0.011
44	Butyl acetate	26.351	43	0.5 to 100	0.9957	0.9999	2.3	0.250
45	Tetrahydrothiophene	26.571	88	0.5 to 100	0.9996	0.9999	1.4	0.180
46	Chlorobenzene	27.503	112	0.09 to 18	0.9999	0.9997	2.5	0.022
47	Ethylbenzene	27.618	91	0.09 to 18	0.9986	0.9997	4.1	0.029
48	m,p-Xylene	27.782	106	0.4 to 40 (80)*	0.9963	0.9997	3.3	0.107
49	o-Xylene	28.393	91	0.05 to 10	0.9999	0.9996	2.6	0.017
50	Isopropylbenzene	28.904	105	0.1 to 20	0.9983	0.9996	2.4	0.039
51	Anisole	29.011	108	0.5 to 100	0.9999	0.9997	2.8	0.189
52	1,2,3,4-Tetrahydronaphthalene	33.814	104	0.015 to 3	0.9998	0.9993	2	0.005

\* 括弧内の値は FID での直線性の最大濃度を表します。FID の最小濃度は MSD の最小濃度と同じです。アスタリスクのないものは、直線性範囲が MSD と FID で同じであることを示します。

表 4. 10 種類の化合物の Agilent DB-WAX カラムへの液体注入による分析の結果

No.	化合物名	RT	m/z	直線性範囲 (µg/mL)	R <sup>2</sup>		面積 RSD (%) L4 (n=8)	MDL (MSD) µg/mL
					MSD	FID		
53	2-メトキシエタノール	9.783	45	5 ~ 50	0.9984	0.9995	1.8	0.68
54	2-エトキシエタノール	10.816	59	16 ~ 161	0.9973	0.9987	1.4	1.93
55	N,N-ジメチルホルムアミド (DMF)	13.607	73	88.3 ~ 883	0.9997	0.9999	1	2.19
56	N,N-ジメチルアセトアミド (DMAC)	15.667	87	109.4 ~ 1094	0.9997	0.9996	1.3	2.58
57	酢酸	16.493	60	400 ~ 3000	0.9984	0.9997	1.7	90.12
58	ギ酸	17.774	46	400 ~ 3000	0.9995	0.9939	0.8	120
59	エチレングリコール	20.652	31	62.2 ~ 622	0.9983	0.9982	1.8	4.44
60	N-メチルピロリドン	22.074	98	53 ~ 530	0.9995	0.9997	0.9	3.02
61	ホルムアミド	24.157	45	22 ~ 221	0.9992	0.9986	2.3	2.11
62	スルホラン	30.706	120	16 ~ 160	0.9994	0.9997	2.1	1.33

## 結果と考察

### 1. ヘッドスペース注入分析

USP <467> リストにある 52 種類の化合物を、ヘッドスペースから導入し、Agilent DB-624 分析カラムで約 40 分間かけて分離しました。カラムからの溶出物を MSD と FID の両方に分けることによって、1 回の注入における 52 種類の化合物の選択性、同定、確認が促進されて、ラボの生産性が向上しました。GC/MS をフルスキャンモードで使用することで、医薬品中の未知の残留溶媒を同定できました。医薬品業界では通常、定量分析には FID を使用

しています。未知化合物が出現した場合、今回使用したシステムでは MSD と FID で化合物のリテンションタイムは同じです。この未知化合物は MSD のクロマトグラムで簡単に発見でき、ライブラリ検索機能によって定性分析を実行できます。図 2 から、GC/MS/SCAN クロマトグラムと FID クロマトグラムの両方で各化合物のピーク形状が良好であることがわかります。

図 2 は、*tert*-ブチルメチルエーテルと *trans*-1,2-ジクロロエテン、*cis*-1,2-ジクロロエテンと 2-ブタノン、テトラヒドロフランとクロロホルム、ベンゼンと 1,2-ジクロロエタンと酢

酸イソプロピル、1,4-ジオキサンと酢酸プロピル、4-メチル-2-ペンタノンとイソアミルアルコールはそれぞれ、DB-624 カラムでは適切に分離されないことを示しています。共溶出化合物は共通の MSD フラグメントを共有せず、FID による定量解析は困難であっても、各化合物に固有のイオンを抽出して個別に解析することができます。イソプロパノールとギ酸エチルも、DB-624 カラムで共溶出しますが、同じ定量イオンを持ちます。今回の研究では、この 2 つの化合物は一緒に定量解析されました。正確な定量分析が必要な場合は、分離のために固相が異なる他のカラムを選択できます。

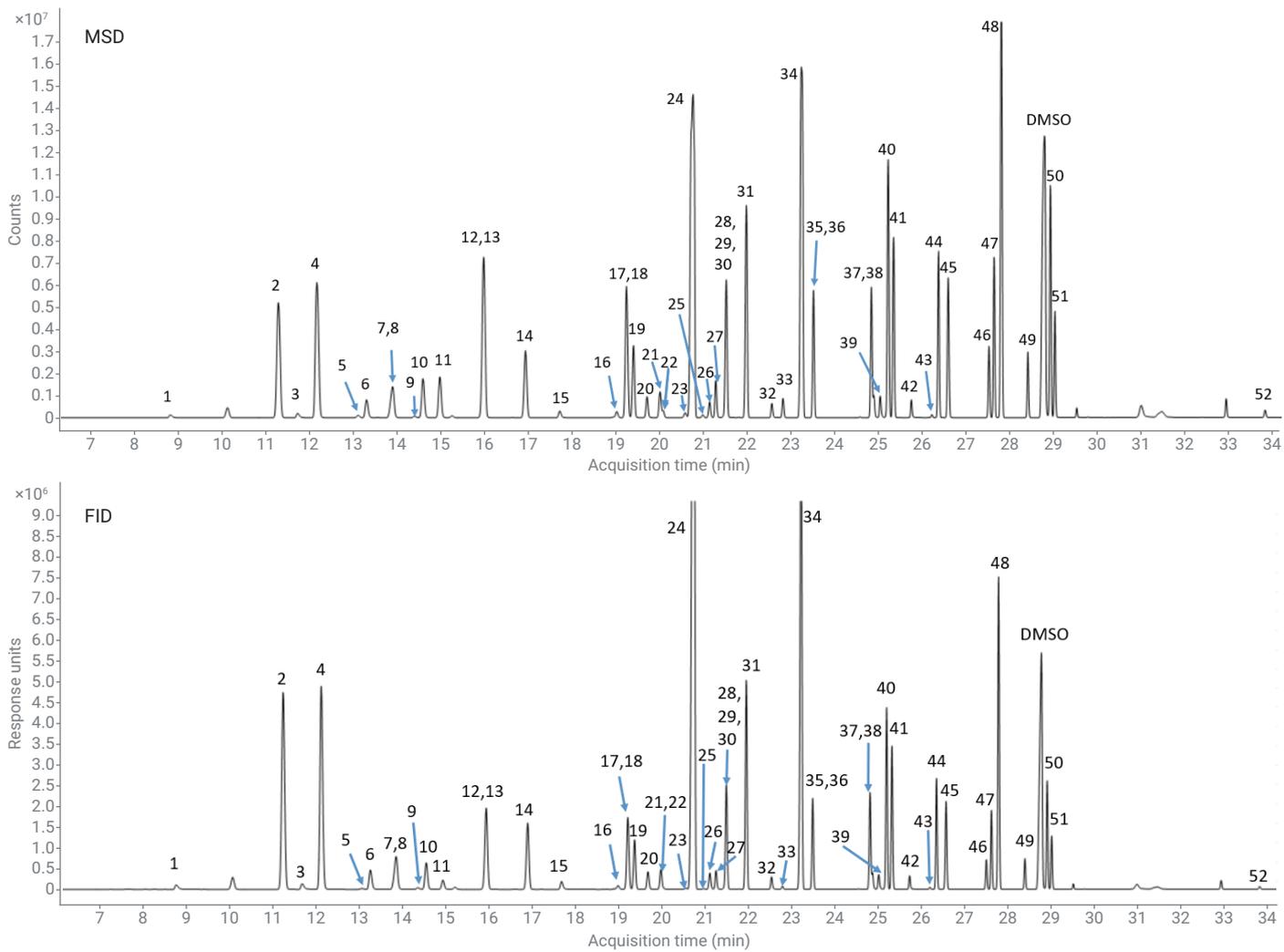


図 2. 標準溶液 (レベル 7) の 52 種類の化合物を Agilent DB-624 カラムで分析した場合の GC/MS-SCAN および FID クロマトグラム。溶出スプリット比は MSD: FID= 1:1

## ヘッドスペース注入用の希釈溶媒の選択

メタノール、アセトン、N,N-ジメチルホルムアミド (DMF)、DMSO は通常、揮発性有機溶媒の希釈溶媒として使用されます。今回の研究では、メタノール、アセトン、DMF は、これら自体がターゲット化合物であるため溶媒として使用しませんでした。クラス 1 およびクラス 2 の原液の溶媒は DMSO で、DMSO は大半の残留溶媒と相互に溶解するため、DMSO をベース溶媒として選択しました。ヘッドスペース注入を使用すると、水などの極性の高い溶媒に溶けている極性の低い有機溶媒について、高い感度を得ることができました。しかし、溶解性などの要素には留意すべきです。最終希釈溶媒として、DMSO 対水の容量比が 50:50 となるものを採用しました。

図 3 は、52 種類の化合物の分析結果を示しています。購入した標準混合物の濃度に制限があるため、表 3 に示すように各化合物の直線性範囲は異なります。付録 A の表 A1 に、分析した異なる濃度レベルの各化合物の濃度を示します。調査範囲での直線性について、52 種類の化合物が MSD と FID の両方で  $R^2$  値は 0.99 を超えており、その多くで  $R^2$  値が 0.999 を超えています。再現性は、中位レベルのキャリブレーション標準の濃度 (レベル 4) で 8 回連続注入することによって評価しました。表 3 から、大半の化合物で MSD での面積 %RSD が 5.8 % よりも十分に低いことが分かります。MDL 値は、低レベルのキャリブレーション標準 (レベル 2) の 8 回繰り返し分析の標準偏差から計算しました。詳細は表 3 に示します。

## 2. 液体注入分析

前述のヘッドスペース注入条件で、クラス 2 およびクラス 3 の残留溶媒の多くを検出できます。しかし、ヘッドスペースメソッドはすべての残留溶媒、特にクラス 2 の比較的沸点の高い化合物やクラス 3 の水溶性の酸類には適していません。これらの化合物は、液体注入によって高い感度で特定されました。

図 3 に、GC/MS-SCAN および FID で同時に得られたクロマトグラム例を示します。DB-WAX カラムは、すべての化合物について優れた分離能を示しました。炭素数の少ないギ酸などの一部の化合物では、FID よりも MSD が高いレスポンスを示します。このような化合物に対しては、感度を向上させるために MSD が最適です。

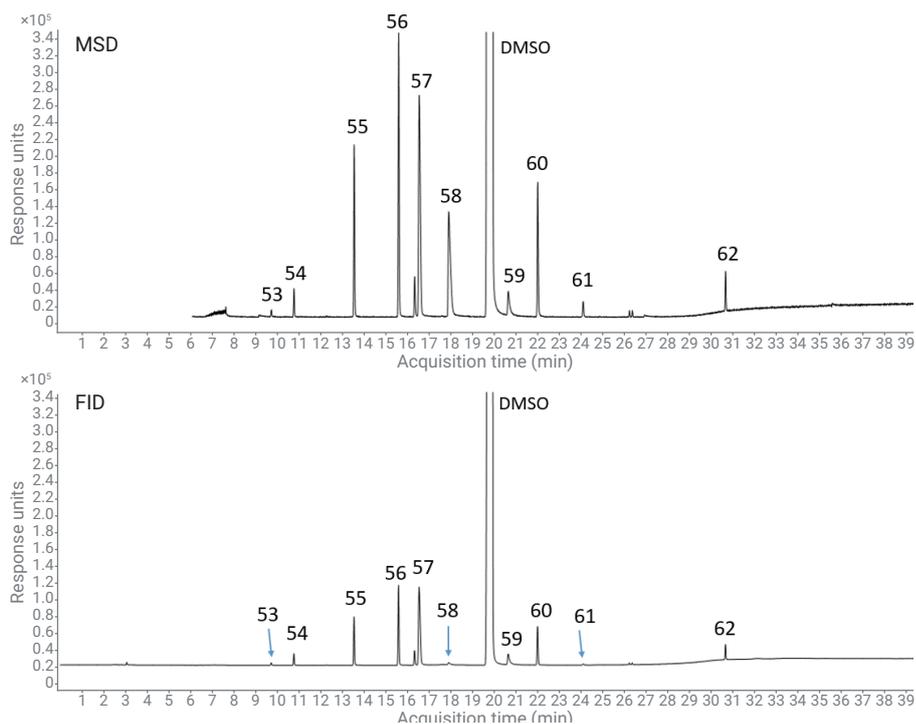


図 3. 標準溶液 (レベル 5) の 10 種類の化合物を Agilent DB-WAX カラムで分析した場合の GC/MS-SCAN および FID クロマトグラム。溶出スプリット比は MSD: FID= 1:1

## 液体注入での DMSO の酸類の リテンションタイムへの影響

今回の研究では、10 種類の化合物混合物をクラス 2C 標準、ギ酸および酢酸の単一標準から作成しました。クラス 2C の溶媒は DMSO で、2 つの酸類は純粋な溶媒でした。必要なレベルを得るために、異なる量のクラス 2C および酸類の水溶液をスパイクして 6 個のバイアルをそれぞれのキャリブレーションレベルで作成しました。これは、サンプルの濃度が高いほど、DMSO の量が多くなることを意味します。図 4 に示すように、ギ酸と酢酸のリテンションタイム (RT) はサンプル濃度が高くなると後ろにシフトしましたが、N,N-ジメチルアセトアミド (DMAC) やエチレングリコールなどのクラス 2C 化合物の RT はレベルが異なっても同じままでした。酸類について異なるレベルで同じ RT が必要な場合は、図 5 に示すように、レベルが異なっても DMSO の量を一定に保持する必要があります。

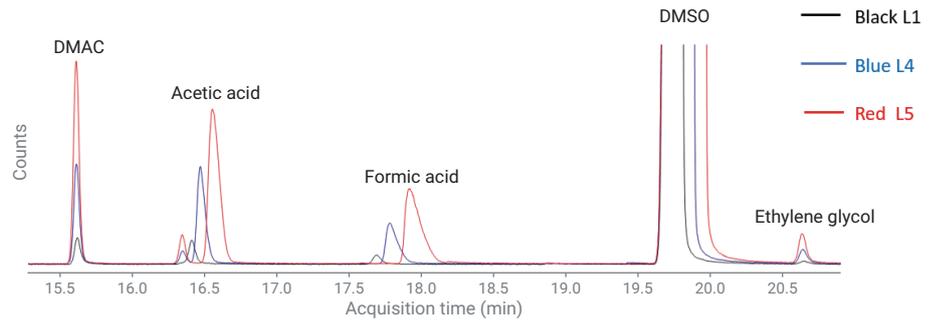


図 4. 溶液中の DMSO の量が異なる場合のレベル 1、レベル 4、レベル 5 のキャリブレーションレベルのクロマトグラムの重ね表示

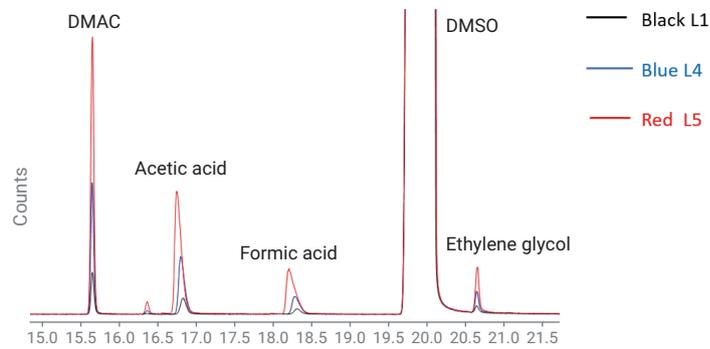


図 5. 溶液中の DMSO の量が同じ場合のレベル 1、レベル 4、レベル 5 のキャリブレーションレベルのクロマトグラムの重ね表示

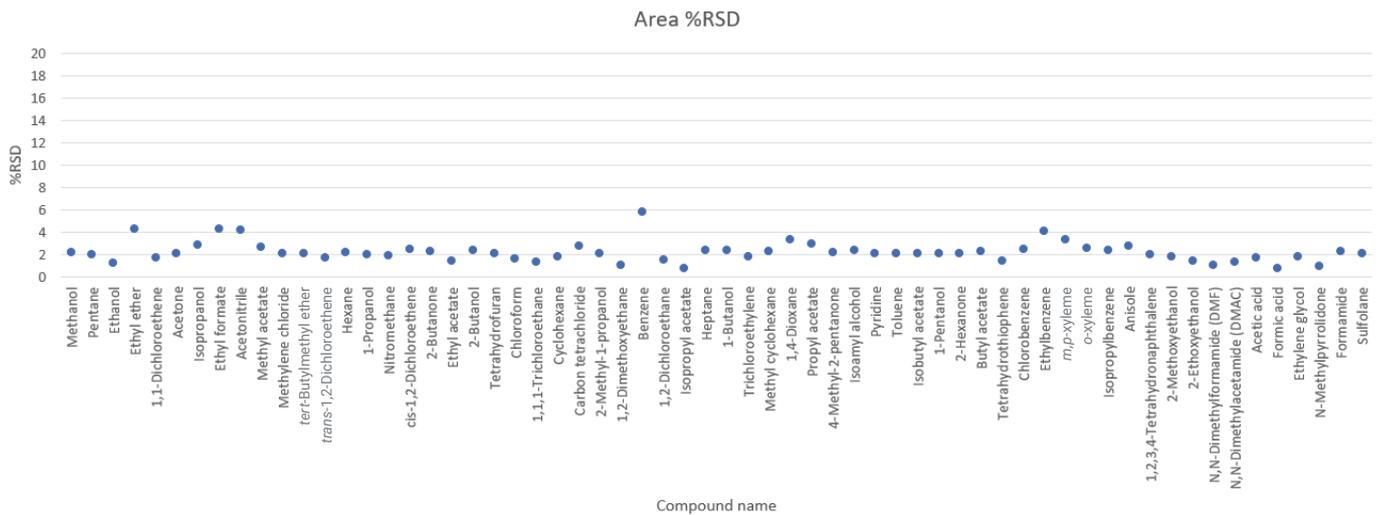


図 6. すべての化合物の面積 %RSD 結果

表 4 に 10 種類の化合物の相関係数を示します。R<sup>2</sup> 値は MSD と FID の両方で 0.9939 以上の良好な値を示しました。レベル 4 の濃度で標準混合物を 8 回繰り返し注入して再現性をテストしました。すべての化合物について、面積 %RSD は 2.3 % を十分に下回っていました。レベル 1 キャリブレーション 標準の 8 回繰り返し分析の標準偏差から MDL 値を計算しました。これらの詳細も表 4 に示します。

## 結論

クラス 1、2、3 の残留溶媒を Agilent 8890 GC/FID/MSD システムを用いてテストしました。新しい医薬品の開発や品質管理では、FID と MSD のデュアルチャンネル構成が溶媒の残留分析において強力なツールとなります。MSD 分析により、医薬品の製造に関わる 60 以上の溶媒の不確か性を回避できます。未知の溶媒や未知のピークが生じる場合、Agilent 8890 GC/FID/MSD システムは溶媒の同定および定量のための最適なソリューションです。

## 参考文献

1. USP 32-NF 27, General Chapter USP <467> Organic volatile impurities, United States Pharmacopeia. Pharmacopoeia Convention Inc., Rockville, MD, 8/2009.
2. Chinese Pharmacopeia (2015). Appendix VI V Solvent residue determination, China.

## 付表 A

表 A1. 分析対象の異なるレベルの各化合物の濃度（次ページへ続く）

No.	化合物名	濃度 (µg/mL)						
		L1	L2	L3	L4	L5	L6	L7
1	メタノール	0.75	3	7.5	14	37.5	75	150
2	ペンタン	0.5	2	5	10	25	50	100
3	エタノール	NA	2	5	10	25	50	100
4	エチルエーテル	0.5	2	5	10	25	50	100
5	1,1-ジクロロエテン	0.004	0.016	0.04	0.08	0.2	0.4	0.8
6	アセトン	0.5	2	5	10	25	50	100
7	イソプロパノール	0.5	2	5	10	25	50	100
8	ギ酸エチル	0.5	2	5	10	25	50	100
9	アセトニトリル	0.10	0.4	1	2	5	10	20
10	酢酸メチル	0.5	2	5	10	25	50	100
11	塩化メチレン	0.15	0.6	1.5	3	7.5	15	30
12	<i>tert</i> -ブチルメチルエーテル	0.1	0.4	1	2	5	10	20
13	<i>trans</i> -1,2-ジクロロエテン	0.236	0.944	2.36	4.72	11.8	23.5	47
14	ヘキサン	0.1	0.4	1	2	5	10	20
15	1-プロパノール	0.5	2	5	10	25	50	100
16	ニトロメタン	0.5	2	5	10	25	50	100
17	<i>cis</i> -1,2-ジクロロエテン	0.236	0.944	2.36	4.72	11.8	23.5	47
18	2-ブタノン	0.5	2	5	10	25	50	100
19	酢酸エチル	0.5	2	5	10	25	50	100
20	2-ブタノール	0.5	2	5	10	25	50	100
21	テトラヒドロフラン	0.18	0.72	1.8	3.6	9	18	36
22	クロロホルム	0.015	0.06	0.15	0.3	0.75	1.5	3
23	1,1,1-トリクロロエタン	0.005	0.02	0.05	0.1	0.25	0.5	1
24	シクロヘキサン	1	4	10	20	49	97.5	195
25	四塩化炭素	0.002	0.008	0.02	0.04	0.1	0.2	0.4
26	2-メチル-1-プロパノール	0.5	2	5	10	25	50	100
27	1,2-ジメトキシエタン	0.5	2	5	10	25	50	100
28	ベンゼン	0.001	0.004	0.01	0.02	0.05	0.1	0.2
29	1,2-ジクロロエタン	NA	0.01	0.025	0.05	0.125	0.25	0.5
30	酢酸イソプロピル	0.5	2	5	10	25	50	100
31	ヘプタン	0.1	0.4	1	2	5	10	20
32	1-ブタノール	0.5	2	5	10	25	50	100
33	トリクロロエチレン	0.015	0.06	0.15	0.3	0.75	1.5	3
34	メチルシクロヘキサン	0.3	1.2	3	6	15	29.5	59
35	1,4-ジオキサン	0.095	0.38	0.95	1.9	4.75	9.5	19
36	酢酸プロピル	0.5	2	5	10	25	50	100
37	4-メチル-2-ペンタノン	0.5	2	5	10	25	50	100
38	イソアミルアルコール	0.5	2	5	10	25	50	100
39	ピリジン	NA	2	5	10	25	50	100

表 A1. 分析対象の異なるレベルの各化合物の濃度 (続き)

No.	化合物名	濃度 (µg/mL)						
		L1	L2	L3	L4	L5	L6	L7
40	トルエン	0.22	0.88	2.2	4.4	11	22	44
41	酢酸イソブチル	0.5	2	5	10	25	50	100
42	1-ペンタノール	0.5	2	5	10	25	50	100
43	2-ヘキサノン	NA	0.06	0.15	0.3	0.75	1.5	3
44	酢酸ブチル	0.5	2	5	10	25	50	100
45	テトラヒドロチオフェン	0.5	2	5	10	25	50	100
46	クロロベンゼン	0.09	0.36	0.9	1.8	4.5	9	18
47	エチルベンゼン	0.09	0.36	0.9	1.8	4.6	9	18
48	m,p-キシレン	0.4	1.6	4	8	20	40	80
49	o-キシレン	0.05	0.2	0.5	1	2.5	5	10
50	イソプロピルベンゼン	0.1	0.4	1	2	5	10	20
51	アニソール	0.5	2	5	10	25	50	100
52	1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン	0.015	0.06	0.15	0.3	0.75	1.5	3
53	2-メトキシエタノール	5	6.3	8.3	12.5	25	50	NA
54	2-エトキシエタノール	16	20.1	26.8	40.3	80	161	NA
55	N,N-ジメチルホルムアミド	88.3	110.4	147.2	220.8	441	883	NA
56	N,N-ジメチルアセトアミド	109.4	136.8	182.3	273.5	547	1094	NA
57	酢酸	400	600	800	1000	2000	3000	NA
58	ギ酸	400	600	800	1000	2000	3000	NA
59	エチレングリコール	62.2	77.8	103.7	155.5	311	622	NA
60	N-メチルピロリドン	53	66.3	88.3	132.5	265	530	NA
61	ホルムアミド	22	27.6	36.8	55.3	110	221	NA
62	スルホラン	16	20	26.7	40	80	160	NA

NA : NA は、この濃度レベルが直線性の計算に含まれないことを示しています。

ホームページ

[www.agilent.com/chem/jp](http://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。

アジレント・テクノロジー株式会社  
 © Agilent Technologies, Inc. 2019  
 Printed in Japan, November 15, 2019  
 5994-1488JAJP  
 DE.4496875