

ヘリウムまたは水素キャリアガスを用いた 水中の半揮発性有機化合物 (SVOC) 分析



半揮発性化合物は、塩基性・中性・酸性物質、フェノール、多環芳香族炭化水素 (PAH) など多岐にわたります。これらの化合物は、通常、水よりも沸点が高く、それに対応して低い蒸気圧を示します。これらの化合物の発生源には、いくつか例を挙げると、殺虫剤や除草剤、洗浄剤の成分、工業用溶剤などがあります。これらの汚染物質は、生物蓄積性があり健康に有害であるため、特に飲料水の供給で監視が重要です。

SVOC 分析の課題

反応性成分

SVOC の環境分析では、汚染物質の抽出、同定、および定量化に重点が置かれます。SVOC 分析の課題の 1 つは、これらの分析成分の活性が非常に高いことです。多くの反応性 SVOC は、GC 流路の高温の活性表面と相互作用して分解され、ピーク応答が低下し、ピーク形状が非対称になるだけでなく、カラムの寿命が短くなり、システムのメンテナンスを頻繁に行う必要があります。この種の分析用に特別に設計された製品を使用せずにこれらの物質の分析をラボで行うと、メンテナンスや再キャリブレーションのために長時間のシステムダウンタイムが発生するリスクがあります。

Agilent J & W DB-UI 8270D GC カラムは不活性で、活性 SVOC の微量分析に対してそのケミストリーが最適化されており、優れたピーク形状を得ることができます。Agilent ウルトラインオート消耗品を用いると、分析対象物の分解を最小限に抑えられ、EPA (525、625、および 8270) ガイドラインで求められる正確で高感度、かつ信頼性の高い微量濃度の多成分残留分析が実現できます。Agilent J & W DB-5ms UI および HP-5ms UI カラムは、歴史的に一部のラボで使用されてきましたが、SVOC 分析種に関する品質保証試験を受けていません (DB-UI 8270D GC カラムは、製造プロセス中に試験を受けています)。

キャリアガス供給の問題

最近のタイトなヘリウム (He) 供給により、キャリアガスとして水素 (H₂) を積極的に利用しようとする検討が行われていますが、ほとんどの GC/MS および GC/MS/MS 分析では感度が低下し、既存の質量分析製品では水素化または脱塩素化が生じてしまいます。質量分析計の設計における新たな進歩により、イオン源での水素化および脱塩素反応を低減することができるようになりました。Agilent HydroInert イオン源は、0.02 ~ 100 µg/mL の一部の化合物について幅広いキャリブレーション範囲を分析する能力を有しており、H₂ キャリアガスを使用する場合、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します。



分子量ディスクリミネーション

半揮発性物質の分析におけるもうひとつの課題は、分子量ディスクリミネーションです。次のような場合に起こります。

- 注入口の温度設定が低すぎ (< 300 °C)、注入口でのサンプル気化が不完全である
- スプリットレス注入のホールドタイムが最適でないため、サンプルのカラムへの移送が完了していない。
- 選択された注入口ラインが不適切である。クロマトグラフではこれらの結果は、分子量が大きい SVOC の感度低下として観察されます。

分子量ディスクリミネーションを起こさせないための推奨パラメータ：

- 注入量：1 ～ 2 μ L
- 注入口温度：300 ～ 320 °C
- パージ時間：45 ～ 90 秒、スプリットレス
- 4 mm スプリットレス注入口ライン - フリットまたはガラスウール
- 20 ～ 50 psi で 0.9 分間パルスドスプリットレス注入を行い、高沸点 SVOC をカラムに導く。PAH などの分子量が大きく沸点の高い分析対象物のスプリットレス/PTV/MMI タイプの注入には、液相の「コーールドラップ」効果がよく用いられる。通常は初期オープン温度 75 °C で、多くのサンプル溶媒が優れたピーク形状を呈する
- 高カラム流量で、注入口（およびシステムの）のドウェルタイムを最少化する
 0.18 mm：1.5 mL/min He
 0.25 mm：2.0 mL/min He
 注：内径 0.18 および 0.25 mm の GC カラムでは、より高い流量で使用できるが、MS 感度が低下する。HES イオン源では、1.5 mL/min を超える流量は推奨されない。

SVOC 分析用に GC/MS を最適化するベストプラクティス

- リテンションギャップおよび/または注入口バックフラッシュを使用し、サンプルキャリーオーバーをなくし、メンテナンスを減らして分析サイクル時間を短縮する
- ウルトラナート焼結フリットライナを使用することで、マトリックスを補足すると同時に、ガラスウールの破損や注入口の圧力変化によるガラスウールの移動で新しい活性部位の形成のリスクを最小限に抑える（アプリケーションノート：[5994-0953](#)）
- 定流量モードで分析を実施する
- 加熱ゾーンを十分に断熱して高温に保ち、システムのコールドスポット発生による感度低下を防ぐ
- 温度設定が低すぎると PAH のテーリングが起こるので、MS のトランスファラインとイオン源の温度を 300 °C 以上に維持する
- 内径 0.25 mm の使用がより一般的であるが、内径 0.18 mm を使用すると、分解能を損なうことなく分析時間を短縮できる（アプリケーションノート：[5991-0250JAJP](#)）
- Agilent JetClean を用いることで、特に高マトリックスサンプルにおけるマニュアルでのイオン源クリーニング頻度を大幅に低減できる。イオン源を水素（0.33 mL/min）とし連続的にクリーニングすると、SVOC 分析のキャリブレーションの直線性とレスポンスの精度が経時的に大幅に向上することが実証されている（JetClean e-book：[5991-9517JAJP](#)）
- より重い分子量の SVOC は冷蔵保存中に溶液から離脱する可能性があるため、キャリブレーション混合物を希釈または調製する前に、標準液を室温に戻す
- 9 mm エクストラクタレンズを使用して、SVOC が沈着する可能性のある表面を最小限に抑える。これは、フェノール、PAH、その他の活性化合物で最も効果があり、シグナル/ノイズ比、直線性が向上し、テーリングが少なくなる（アプリケーションノート：[5994-0350](#)）。6 mm エクストラクタレンズは、活性の低い分析成分に適しており、MDL と直線性/テーリングのバランスを取るのに使用できる。

ヘリウムから水素への移行のベストプラクティス

- Inert Plus 質量分析計に HydroInert イオン源を使用する。
- ステンレスチューブを推奨。銅チューブしか入手できない場合は、新しいチューブを使用する。
- 高純度の H₂ 発生器を使用する
- 感度の高い化合物を扱うときは注入口温度を下げるか、マルチモード注入口でコールドスプリットレス注入を使用する。
- 水素の粘度はヘリウムよりも低いいため、注入口圧力が低くなる。次のことが推奨される：
 - カラムの寸法を 0.18 mm ID に変更する、または
 - キャリアガス流量を増やす。
- 内径 0.18 mm のカラムに変更する場合は、カラムの過負荷を避けるために、注入モードをスプリット注入に変更する必要がある場合もある。
- 水素用のポンプ能力はヘリウムよりも小さいため、最適なキャリアガス流量はポンプによって異なる。
 - 最適範囲：0.5 ~ 1.0 mL/min
 - ターボポンプの最大推奨流量：2.0 mL/min
- 定流量メソッドを使用する。
- 水素を使用する GC/MS/MS システムの場合、クエンチガス（ヘリウム）は使用しない。電子圧力制御モジュール（EPC）の背面からヘリウム配管を取り外し、どの GC/MS/MS メソッドでもクエンチガスを 0.00 mL/min に設定すること。

パラメータ	設定値
注入量	1 µL
マルチモード注入口	スプリット 20:1 250 °C（ホールド 0.3 分）、200 °C/min で 350 °C まで昇温（分析中ホールド） 分析後：350 °C/min、100 mL/min のスプリットフロー
カラム温度プログラム	40 °C（ホールド 0 分）、 30 °C/min で 320 °C まで昇温（2 ~ 2.7 分ホールド） 分析後：320 °C で 2 分間ホールド
キャリアガスと流量	H ₂ 、定流量 1.2 mL/min **
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
コリジョンガスと流量	窒素、1.5 mL/min
クエンチガス	H ₂ キャリアガスではクエンチガスは使用されません
EMV モード	ゲイン係数
ゲイン係数	1（システムごとに最適化）
スキャンタイプ	dMRM

表 1. Agilent HydroInert イオン源を使用した 8890 GC/7000E Inert Plus トリプル四重極 GC/MS の機器条件

パラメータ	設定値
注入量	1 µL
注入口	230 °C スプリット 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 まで昇温（2 分間ホールド）
キャリアガスと流量	H ₂ 、定流量 1.2 mL/min
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	35 ~ 500 m/z
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

表 2. Agilent 8890 GC/5977 Inert Plus GC/MSD の機器条件

標準品、カラム、消耗品などの情報

このガイドでは、規制メソッドに基づいてアジレント製品を推奨し、お客様が最適な製品を簡単に見つけるためのお手伝いをいたします。

すべての商品は、通常のアジレント営業所や販売店から注文できます。

標準*

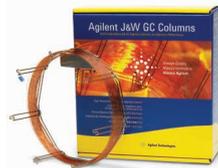
説明	部品番号	EPA メソッド
SVOC-EPA 8270D/E 標準	各種 (マイリストを見る)	EPA 地下水標準
SVOC-EPA 525 標準	各種 (マイリストを見る)	EPA 飲料水標準
SVOC-EPA 625 標準	各種 (マイリストを見る)	EPA 排水標準液

* 国によってはご利用いただけない場合があります。詳細については、最寄りの販売店までお問い合わせください。アジレントの SVOC 標準ポートフォリオの詳細については、www.agilent.com/chem/standards をご覧ください。



GC カラム

説明	部品番号	EPA メソッド
DB-UI 8270D、30 m x 0.25 mm x 0.25 μm (推奨)	122-9732	8270D/E、525.2、525.3、625.2
DB-UI 8270D、20 m x 0.18 mm x 0.18 μm	121-9723	8270 D/E、525.2、525.3、625.2、および 8270E H ₂ GC/TQ
DB-5ms UI 30 m x 0.25 mm x 0.25 μm	122-5532UI	525.2、525.3、625.2
DB-5ms UI 20m x 0.18 mm x 0.36 μm	121-5523UI	8270 D/E H ₂ GC/MS



GC 付属品

説明	部品番号
BTO 注入口セプタム、11 mm、50 個	5183-4757
BTO 注入口セプタム、11 mm、100 個	5183-4757-100
ライナ UI 4 mm ガラス底フリット、テーパ、1 個	5190-5112
ライナ UI 4 mm ガラス底フリット、5 個	5190-5112-005
ライナウルトラライナート、低圧力損失、ガラスウール (H ₂ キャリアガス用に推奨)	5190-2295
ウルトラライナートゴールドシール、ワッシャ付き、1 個	5190-6144
ウルトラライナートゴールドシール、ワッシャ付き、10 個	5190-6145
セルフタイトカラムナット、カラー付き、注入口用	G3440-81011
セルフタイトカラムナット、カラー付き、MSD 用	G3440-81013
交換用カラー、セルフタイトナット用	G3440-81012
グラファイトポリイミドフェラル	5181-3323
ALS シリンジ、ブルーライン、10 μL、ニードル固定型、23-26/42/コーン、PTFE チップ付きブランジャ	G4513-80203



H₂ キャリアガスへの移行のための Hydrolnert イオン源

説明	部品番号
5977 用 Hydrolnert イオン源アセンブリ (推奨)	G7078-67930
7000 TQ 用 Hydrolnert イオン源アセンブリ (推奨)	G7006-67930
Hydrolnert GC/MSD のアップグレード	5505-0083
Hydrolnert GC/TQ のアップグレード	5505-0084
ステンレス製取り付けキット	19199S



MS 消耗品

説明	部品番号
フィラメント	G7005-60061
ドロアアウトプレート、9 mm、不活性イオン源 (推奨)	G3440-20022
エクストラクタレンズ9 mm、エクストラクタイオン源 (推奨)	G3870-20449
ドロアアウトプレート、6 mm、不活性イオン源	G2589-20045
エクストラクタレンズ6 mm、エクストラクタイオン源	G3870-20448
9 mm Hydrolnertエクストラクタレンズ (H ₂ キャリアガスに推奨)	G7078-20909
エクストラクタレンズインシュレータ (H ₂ キャリアガスに推奨)	G3870-20445



バイアルおよびキャップ

説明	部品番号
Agilent A-Line 認定、茶色、(スクリュートップ) バイアル、2 mL、100 個	5190-9590
2 mL スクリュートップ、茶色、ラベル付き、不活性処理済、認定、100 個	5183-2072
スクリュキャップ、青、認定、PTFE/シリコン/PTFE セブタム、100 個	5182-0723
250 µL ガラス/ポリマー脚	5181-8872



ガスフィルタ

説明	部品番号
7890 用ガススクリーンキャリアガスケット	CP17988
Agilent 大型ユニバーサルトラップ (H ₂ キャリアガスに推奨)	RMSH-2-SS
8890 および 8860 用ガススクリーンキャリアガスケット	CP179880
ガススクリーンキャリアガスフィルタ交換カートリッジ	CP17973
キャリアガス用 Agilent ガススクリーンフィルタキット	CP17976



SVOC 分析用サンプル前処理に関する考慮事項

ターゲットの汚染物質または汚染グループを正常に抽出するために必要な手法は、サンプルマトリックスで決まります。一般に、既知の体積の水溶性サンプルを溶媒で抽出するか、溶媒で希釈します。水ベースのサンプルを抽出する手法には、分液漏斗液抽出 (LLE)、連続液抽出 (CLE)、固相抽出 (SPE)、自動 SPE (ASPE)、固相マイクロ抽出 (SPME) などがあります。

サンプル数が多い場合、固相マイクロ抽出 (SPME) の自動化で、サンプル操作が少なく済み、溶媒消費量とサンプルあたりの分析時間も削減できます。PAL3 シリーズ RDI および RTC システムで利用可能な Agilent SPME Arrows は、同等のファイバよりも機械的堅牢性が高く、表面積容量が大きいため、微量濃度の感度が向上し、抽出時間が短縮され、スルーputが向上します。SPME ファイバと Arrow はいずれも、マニュアルでのサンプリングに使用できます。

自動化サンプル前処理消耗品

説明	部品番号
Agilent SPME Arrow PDMS 100 µm, 1.1 mm	5191-5862
Agilent SPME Arrow PDMS 100 µm, 1.5 mm	5191-5866
SPME ファイバ PDMS 7 µm	5191-5870
SPME ファイバ PDMS 30 µm	5191-5871
SPME ファイバ PDMS 100 µm	5191-5872
SPME ファイバおよび SPME Arrow 用マニュアル注入キット	5191-5877
PAL3 位置決めリング (マニュアル注入用)	G7371-67001

CTC/CombiPAL & SPME ヘッドスペース消耗品

説明	部品番号
注入口ライナウルトラライナート、スプリットレス、ストレート、内径 2 mm、SPME Arrow 用	5190-6168
注入口ライナウルトラライナート、ストレート、内径 0.75 mm、SPME ファイバ用	5190-4048
サンプルループ、ヘッドスペース、1.00 mL、不活性	G4556-80106
サンプルプローブ、不活性処理済、Agilent 7697A ヘッドスペース サンプル用	G4556-63825
ヘッドスペースシリンジ CTC/CombiPAL、1.0 mL	G6500-80107
ヘッドスペースシリンジ CTC/CombiPAL、2.5 mL	G6500-80109
ヘッドスペースシリンジ CTC/CombiPAL、5.0 mL	G6500-80111
フューズドシリカチューブ、不活性処理済、5 m、0.32 mm、外径 0.43 mm	160-2325-5
フェラル、ポリアミド、グラファイト、1/32 インチ、5 個	0100-2595
フィッティング、インターナルリデュース、1/16 ~ 1/32 インチ	0100-2594
バイアル、クリンプトップ、ヘッドスペース、透明、認定、平底、10 mL、100 個	5182-0838
バイアル、ヘッドスペース、認定、クリンプ、透明、平底、20 mL、100 個	5182-0837
バイアル、クリンプトップ、ヘッドスペース、茶色、目盛およびラベル付き、平底、認定、10 mL、100 個	5190-2287
バイアル、クリンプトップ、ヘッドスペース、茶色、平底、認定、20 mL、23 x 75 mm、100 個	5067-0226
キャップ、クリンプ、ヘッドスペース、アルミ、PTFE/シリコンセプタム、20 mm、100 個	5183-4477
スクリューキャップ、ヘッドスペース、スチール、磁気キャップ、PTFE/シリコンセプタム (上が白、下が青)、18 mm、100 個	5188-2759

見えない価値を目に見える成果につなげる

Agilent CrossLab は、サービスと消耗品を統合し、お客様のワークフローのサポート、生産性の向上や運用の効率化を実現するためのお手伝いをいたします。アジレントは、あらゆる場面で「見えない価値」を提供し、お客様の目標達成を支援します。また、お客様が機器やラボを管理して最高の性能を実現できるように、メソッドの最適化やトレーニングから、ラボ全体の移設と運用分析まで、幅広い製品とサービスを提供しています。

CrossLab の詳細については [ホームページ](#) をご覧ください。



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いません。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。

DE78350831

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2022

Printed in Japan, September 1, 2022

5994-0932JAJP

