

## Agilent 8890 GC による欧州連合 多環芳香族炭化水素 (EUPAH) の分析

### 著者

Abbey Fausett  
Agilent Technologies, Inc.

### 概要

このアプリケーションノートでは、GC/MS による多環芳香族炭化水素 (PAH) の分析メソッドを説明します。カラム分離がクリティカルな PAH を分離し、特定の PAH のキャリブレーションの再現性を達成できました。実験には Agilent 8890A GC、Agilent 5977 GC/MSD、Agilent 7693A オートサンプラと Agilent J&W DB-EUPAH カラムを組み合わせて使用しました。

## はじめに

農産物または環境由来のサンプルによる PAH 化合物の分析は、多くのラボで一般的に実施されています。このクラスに属する化合物は、人体に有害であると見なされています。欧州連合 (EU) では 16 種類の重要な PAH を分析が必要な規制対象として指定しています。これは EUPAH リストと呼ばれています。これらの化合物リストにはさまざまな構造異性体が含まれるため、GC 分析が困難です。これらの PAH 化合物は、異性体の分離が困難であるだけでなく、GC 流路内の表面に吸着しやすいという特性があります。この影響は通常、ターゲット化合物の分子量が大きいほど大きくなります。吸着の問題だけでなく、低揮発性有機化合物は注入口のディスクリミネーションが発生しやすいため、結果にバイアスが生まれてメソッドの再現性に影響します。

アジレントは、注入口のディスクリミネーションによる影響を抑え、吸着する化合物の表面積を減らし、事後ではなく予防的なメンテナンスを実施できるよう、いくつかの改良を加えています。ウルトライナート注入口ライナは、活性化合物をスムーズにカラムに移送できるように設計されています。カラム技術の向上によって、この実験で使用した DB-EUPAH のように、対象化合物専用のカラム相を形成できます<sup>1</sup>。使用可能な消耗品オプションをさらに補完するため、8890A GC にはオンボード診断および設定値の入力/制御機能があります。またタッチスクリーンインタフェースと Web ユーザーインタフェースからヘルプおよびラーニングファイルを参照できるため、ローカルでもリモートでも操作に迷うことはありません。

## 実験方法

マルチモード注入口 (MMI)、5977A GC/MSD、および 7693A オートサンブラ (ALS) で構成した 8890A GC を、ワークフローで使用しました。データ処理には Agilent MassHunter GC/MS ソフトウェアを使用しました。EUPAH 標準溶液のバイアルはイソオクタン (Sigma-Aldrich、Chromosolv グレード、>99.5%) で希釈し、0.1 ~ 10 ppm の 8 ポイントのキャリブレーション範囲を作成しました。5977 MSD エクストラクタイオン源は、9 mm の抽出レンズを用い、マスフィルタを選択イオンモニタリング (SIM) モードで使用しました。表 1 に、この実験で使用した消耗品を示します。

実験テストの結果、PAH 化合物の場合、イオン源温度が高く<sup>2</sup>エクストラクタレンズの口径が大きい<sup>3</sup>と、優れた直線性と性能が得られ、感度低下が最小限に抑えられることがわかりました。メソッドのイオン源と四重極の温度を調整するときに、MSD の熱平衡に時間をかけ、新しい温度設定値で再チューニングすると、温度変化による遅延と不整合をなくすことができます。表 2 と表 3 に、改良したメソッド設定値を示します。

表 1. EUPAH データ取り込みを使用する消耗品

製品	部品番号
EUPAH 認定標準物質 (250 µg/mL)	5190-0487
オートサンブラシリンジ (10 µL)	G4513-80203
高性能グリーン注入口セプタム (緑色)	5183-4761
ウルトライナートスプリットレス注入口ライナ (ウール入り)	5190-2293
Agilent J&W DB-EUPAH カラム (30 m × 250 µm, 0.25 µm)	122-9632
エクストラクタイオン源大口径レンズ (9 mm)	G3870-20449

表 2. 8890 GC での EUPAH のメソッド条件

パラメータ	設定値
シリンジサイズ	10 µL
注入量	1 µL
注入口タイプ	MMI
注入口モード	パルスドスプリットレス
注入口温度	330 °C
パルス圧力	40 psi
パルス時間	0.5 分
パーズフロー	50 mL/min
パーズ時間	0.9 分
セプタムパーズ	3 mL/min
キャリアガス流量	ヘリウム
カラム	DB-EUPAH p/n 122-9632, 30 m × 0.25 mm, 0.25 µm
オープン平衡化	1 分
オープンプログラム	80 °C で 2 分、 40 °C/min で 225 °C まで昇温、6 分間保持 2.5 °C/min で 330 °C まで昇温、4.5 分間保持
GC サイクルタイム	58.25 分
MSD トランスファーライン	320 °C

表 3. 5977 GC/MSD (エクストラクタ) での EUPAH の分析条件

パラメータ	設定値
イオン源	エクストラクタ-9 mm レンズ
高真空ポンプ	ターボ
モード	SIM
チューニング	Etune
イオン源温度	325 °C
四重極温度	200 °C

注入時のディスクリミネーションの発生を抑制するため、ガラスウールを含むウルトライナートスプリットレスライナを注入口で使用しました。また、スプリットレス注入は、パルスモードを使用しました。パルス圧力技法は微量分析でよく実施されます。注入成分をカラムに効率的に移送できるためです。また GC 注入口ライナ内で溶媒が蒸発した後の膨張を制御しやすいという特長もあります。

## 結果と考察

図 1 にクロマトグラム例、図 2 に重要なペアと計算した分離能値の拡大図を示します。

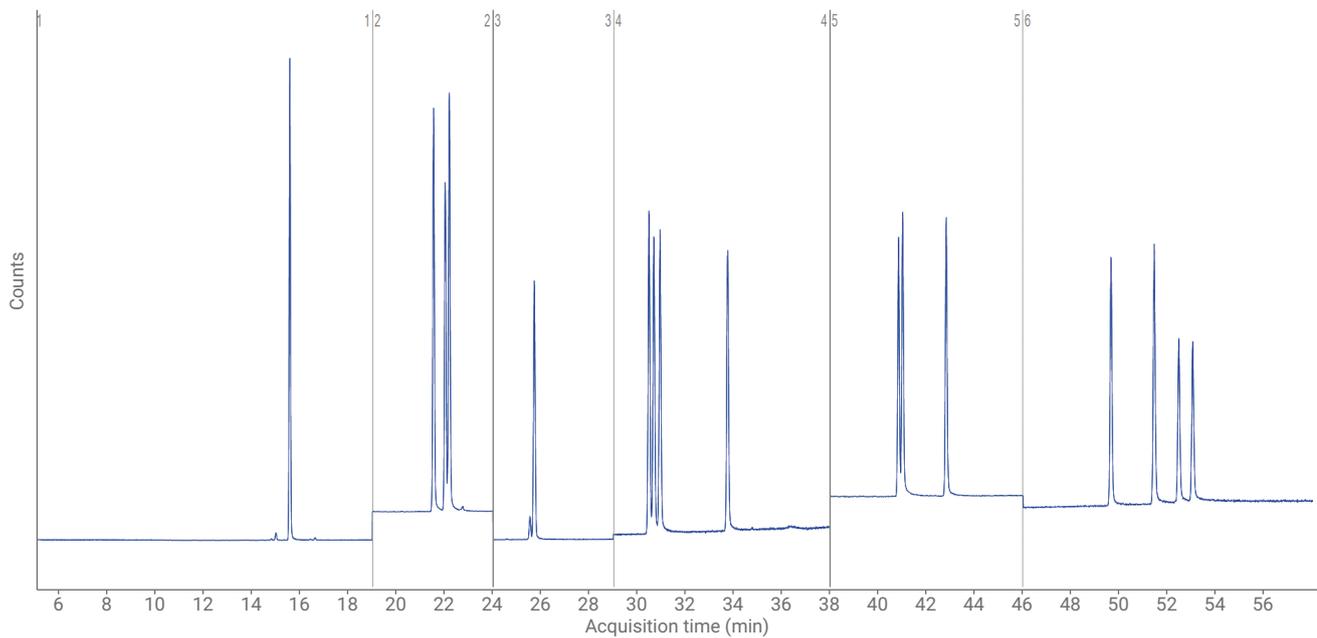


図 1. EUPAH 標準溶液 (1 ppm) のタイムセグメントベースの SIM クロマトグラム

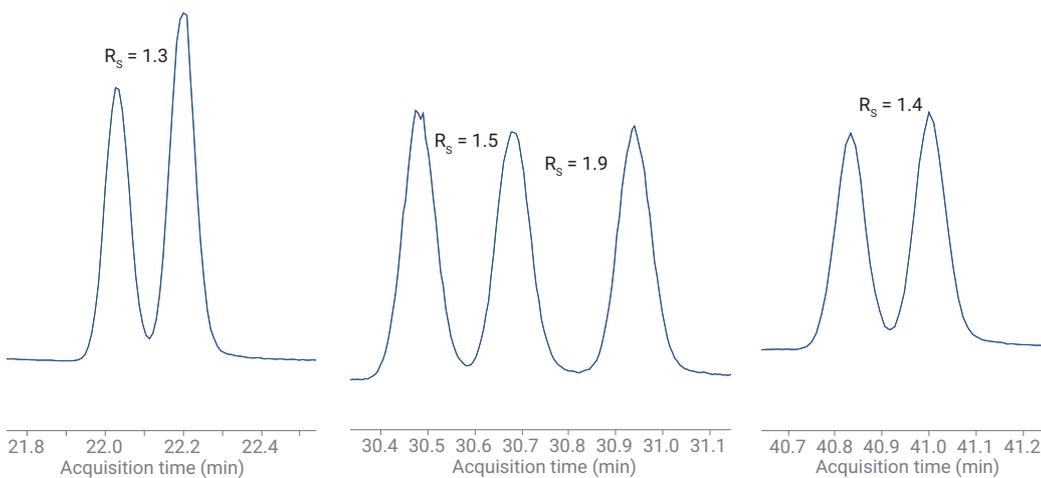


図 2. 1 ppm の標準溶液を注入した場合の重要なペアの分離能値。分離能値は次の式を用いて計算しました。

$$R_s = 1.18[\Delta RT / (\Sigma PW_{50})]$$

8 ポイント検量線の標準溶液をブランクブランクを使って分析し、キャリアオーバーを評価しました。この濃度範囲での作業では、キャリアオーバーは見られませんでした。検量線の精度を確認するため、キャリブレーションブランクの直後に 2 種類の検量線確認用標準溶液を分析しました。検量線の作成には逆加重した直線回帰を使用しました。表 4 に決定係数を示します。キャリブレーション後に計算した量を各標準溶液内のターゲット量と比較した場合の精度は、混合物中の各化合物の各キャリブレーションレベルで ±5 % 以内でした。

表 4. 逆加重した検量線の線形相関

化合物	R <sup>2</sup>
ベンゾ[c]フルオレン	0.9999
ベンゾ[a]アントラセン	0.9998
シクロペンタ[c,d]ピレン	0.9999
クリセン	0.9998
5-メチルクリセン	0.9999
ベンゾ[b]フルオランテン	0.9997
ベンゾ[k]フルオランテン	0.9997
ベンゾ[j]フルオランテン	0.9999
ベンゾ[a]ピレン	0.9997
インデノ[1,2,3-cd]ピレン	0.9990
ジベンゾ[a,h]アントラセン	0.9997
ベンゾ[ghi]ペリレン	0.9999
ジベンゾ[a,i]ピレン	0.9994
ジベンゾ[a,e]ピレン	0.9997
ジベンゾ[a,i]ピレン	0.9992
ジベンゾ[a,h]ピレン	0.9994

オープン温度プロファイルを最適化することで、GC サイクル時間を短縮できました。Agilent メソッドトランスレータなどのツールを使用して、このパラメータセットを小さい内径のカラムに変換するという方法もあります<sup>4</sup>。このソフトウェアツールは、Agilent データシステムのユーザー向けの GC ドライバに組み込まれており、ユーザーマニュアル付きのスタンドアロンツールとして使用できます。このツールの使用法は、Agilent YouTube チャンルのビデオを参照してください<sup>5</sup>。サイクルタイムを改善するには、採取プロセスを高速化する前に、まず何回も分析してターゲット化合物間の分離能を明確にすることをお勧めします。またこれらの分析をマトリックスによって評価し、サンプルの追加成分がクロマトグラフィーに影響を与えているかどうかを確認してください。

## 結論

このアプリケーションノートでは、分析対象の EUPAH 標準溶液に含まれる重要な PAH ペアの分離メソッドと、構成 PAH の正確なキャリブレーションについて説明しました。アジレントは、お客様の堅牢な分析手順の開発を支援し、サンプルの複雑性、規制監査、ユーザーの経験レベルに柔軟に対応できる新しい製品群を継続的に開発しています。8890A GC は、一連のオプションの最新製品です。8890 GC にはオンボード診断機能、ビルトインのヘルプおよびラーニングファイル、メンテナンスカウンタが付属しており、多くのオプション部品も用意されています。新旧機能の融合と使いやすさの改善により、ラボの生産性向上に大いに役立つ製品です。

## 参考文献

1. Smith, D.; Lynam, K. GC/MS Analysis of European Union (EU) Priority Polycyclic Aromatic Hydrocarbons (PAHs) using an Agilent J&W DB-EUPAH GC Column with a Column Performance Comparison. *Agilent Technologies Application Note*, publication number 5990-4883EN, **2010**.
2. Prest, H.; Thomson, C. The 5973N Inert MSD: Using Higher Ion Source Temperatures. *Agilent Technologies Application Note*, publication number 5989-0678EN, **2004**.
3. PAH Analysis in Palm Oil. *Agilent Technologies Application Brief*, publication number 5991-7520EN, **2016**.
4. Lynam, K. PAH Analyses with High Efficiency GC Columns: Column Selection and Best Practices. *Agilent Technologies Application Note*, publication number 5990-5872EN, **2010**.
5. Agilent YouTube channel, Method Translator Education Series, <https://www.youtube.com/watch?v=Q-359Q4qD-Q>.

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, January 28, 2019  
5994-0485JAJP