

## GC/MS(SIM/Scan 同時取り込み)による 多環芳香族炭化水素 36 化合物の分析



<要旨> (50%-フェニル)-メチルポリシロキサン相当 (アリレン構造を持つ) のキャピラリカラムである DB-17ms 30m, 0.25mm, 0.25 $\mu$ m を用いて、多環芳香族炭化水素 (PAHs) 36 化合物の分析を行いました。Chrysene と Triphenylene の 2 成分以外は、分離が可能でした。

**Key Words:** 多環芳香族炭化水素 (PAHs)、ドイツ GS マーク、DB-17ms、GC/MS

\* \* \* \* \*

### 1. はじめに

GS マークは、ドイツの機器安全法にもとづいて検査され、安全性が認証された製品に付けられます。GS マークは法的に義務づけられたものではありませんが、製品の安全性を証明する手段として、ドイツだけでなく、世界中の国々で製品安全認証マークとして受け入れられています。その GS マーク認証において、2008 年 4 月より新たに多環芳香族炭化水素 (PAHs) の評価が加わりました。PAHs の評価では、EPA が定める PAHs 16 物質全体での合計含有濃度規制と、発がん性が高いとされるベンゾ [a] ピレン (B[a]P) の含有濃度規制があります。一方、PAHs の GC 分析では、一般に (5%-フェニル)-メチルポリシロキサンや (35%-フェニル)-及び (50%-フェニル)-メチルポリシロキサンのキャピラリカラムが用いられます。PAHs は、同属体、異性体が多いため、分離を優先する場合は、(35%-フェニル)-あるいは (50%-フェニル)-メチルポリシロキサンのカラムが用いられています。本アプリケーションノートでは、(50%-フェニル)-メチルポリシロキサン相当のキャピラリカラムである DB-17ms 30m, 0.25mm, 0.25 $\mu$ m を用いて、PAHs の分析を行いました。

### 2. 測定条件

装置: Agilent 7890 GC/5975C TAD MSD with 7683 ALS  
カラム : DB-17ms 30m, 0.25mm, 0.25 $\mu$ m  
注入量 : 1 $\mu$ l  
注入法 : パルスドスプリットレス  
パルス圧 : 30psi 1min  
ページオフ時間: 1min  
注入口温度 : 280 $^{\circ}$ C  
オープン : 80 $^{\circ}$ C (1min)-5 $^{\circ}$ C/min-320 $^{\circ}$ C (18min)  
カラム流量 : 1.2ml/min (He, 定流量モード)  
インターフェース温度: 320 $^{\circ}$ C

ソルVENTディレイ : 5min  
イオン源温度 : 300 $^{\circ}$ C  
EMV モード : ゲイン係数 2  
SIM/Scan 同時取り込み: 質量範囲, m/z 35-550 (サンプルリグレート 2<sup>2</sup>) ; SIM用のイオン, Table 1 参照

### 3. 結果及び考察

#### 3.1 ピークの分離

Fig. 1 に、PAHs 36 化合物 (濃度 約 100ppb) のクロマトグラムを示しました。

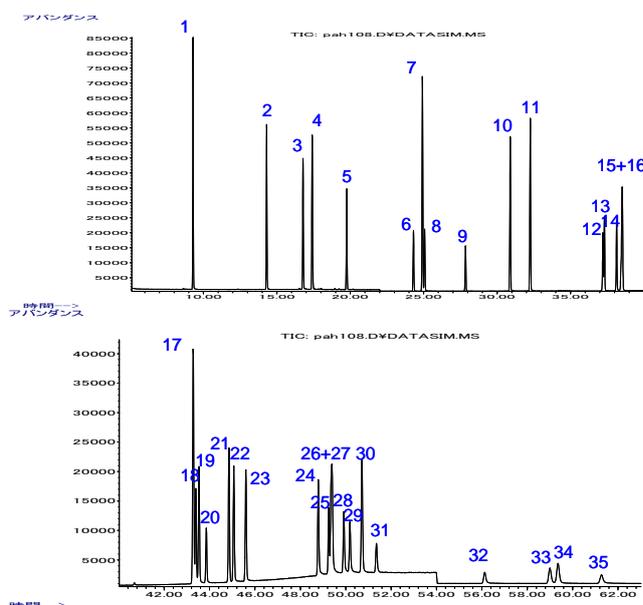


Fig. 1 PAHs 36 化合物のクロマトグラム

このクロマトグラム (再構成イオンクロマトグラム) 上では、15. Cyclopenta [cd]pyrene と 16. Chrysene + Triphenylene、26. Indeno [1, 2, 3-cd]pyrene と 27.



Dibenz[a, h]anthracene が重なっていますが、SIMクロマトグラムでは分離することができました。Fig. 2に、代表的なPAHsの分子イオンに相当するm/z 226, 228, 252, 276, 278, 300, 302のSIMクロマトグラムを示しました。ピーク15は、ベースライン分離ではないですが、分離が可能でした。ピーク16は、ChryseneとTriphenyleneが重なっていますが、この2成分は分離ができませんでした。ピーク22のB[a]Pは、ベンゾフルオランテン類や他の異性体との分離が可能でした。ピーク26及び27は、それぞれm/z 276及び278のSIMクロマトグラムで分離ができました。

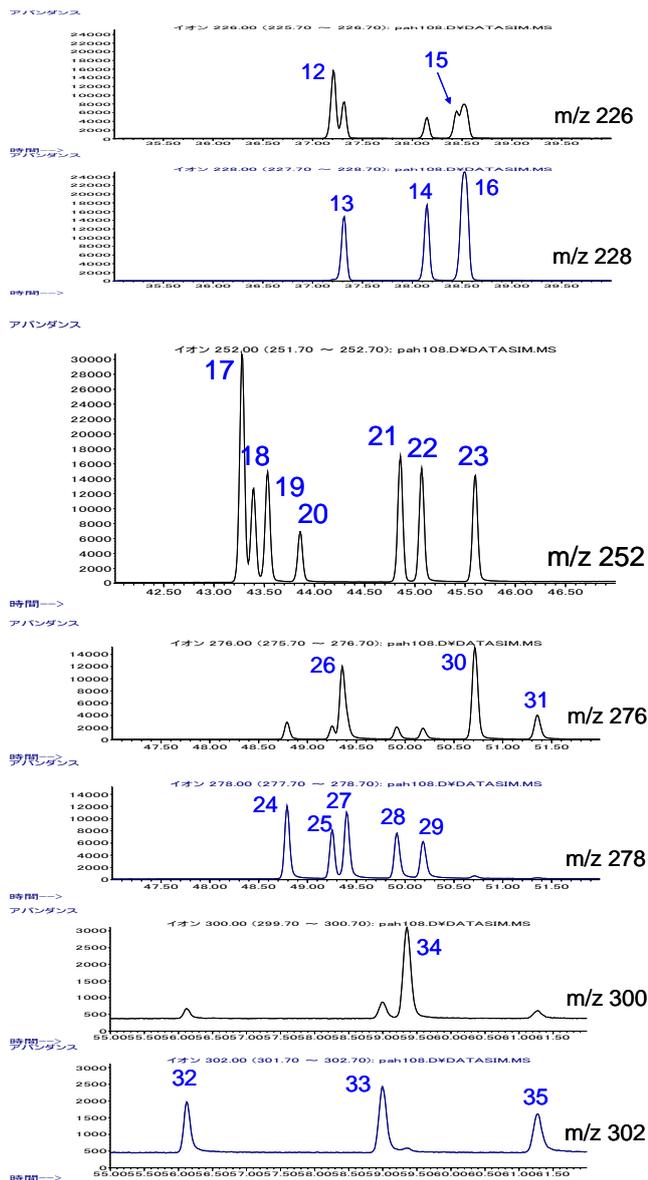


Fig. 2 ピーク12~35のSIMクロマトグラム

### 3.2 ピーク面積値の繰り返し再現性

Table 1に、濃度 約10ppbのPAHs 36化合物のピーク面積値の繰り返し再現性 (n=6)を示しました。すべての化合物がRSDで10%以下となり、良好な結

果が得られました。

Table 1 濃度 約10ppbのPAHs 36化合物のピーク面積値の繰り返し再現性 (n=6)

Pk#	Compounds	RT (min)	T-ion m/z	Q-ion m/z	RSD(%)
1	Naphthalene	9.30	128	-	2.5
2	Biphenyl	14.31	154	153	2.4
3	Acenaphthylene	16.79	152	151	2.7
4	Acenaphthene	17.42	154	153	3.0
5	Fluorene	19.77	166	165	2.2
6	Dibenzothiophene	24.32	184	-	2.2
7	Phenanthrene	24.93	178	176	2.7
8	Anthracene	25.08	178	176	2.6
9	4H-Cyclopenta[def]phenanthrene	27.87	190	189	2.1
10	Fluoranthene	30.91	202	200	2.7
11	Pyrene	32.27	202	200	3.2
12	Benzo[ghi]fluoranthene	37.22	226	224	4.3
13	Benzo[c]phenanthrene	37.33	228	226	4.0
14	Benzo[a]anthracene	38.16	228	226	4.5
15	Cyclopenta[cd]pyrene	38.46	226	224	5.4
16	Chrysene + Triphenylene	38.52	228	226	4.8
17	Benzo[b]fluoranthene	43.29	252	250	7.0
18	Benzo[k]fluoranthene	43.40	252	250	6.5
19	Benzo[j]fluoranthene	43.54	252	250	7.7
20	Benzo[a]fluoranthene	43.87	252	250	5.9
21	Benzo[e]pyrene	44.87	252	250	6.5
22	Benzo[a]pyrene	45.08	252	250	6.6
23	Perylene	45.61	252	250	7.6
24	Dibenz[a,i]anthracene	48.81	278	276	7.5
25	Dibenz[a,c]anthracene	49.27	278	276	7.4
26	Indeno[1,2,3-cd]pyrene	49.38	276	274	8.0
27	Dibenz[a,h]anthracene	49.42	278	276	7.4
28	Benzo[k]chrysene	49.93	278	276	6.8
29	Picene	50.20	278	276	8.0
30	Benzo[ghi]perylene	50.73	276	274	6.8
31	Anthanthrene	51.38	276	274	7.4
32	Dibenzo[b,k]fluoranthene	56.16	302	300	7.4
33	Dibenzo[a,e]pyrene	59.05	302	300	9.4
34	Coronene	59.38	300	298	9.7
35	Dibenzo[a,h]pyrene	61.32	302	300	7.3

### 4. まとめ

(50%-フェニル)-メチルポリシロキサン相当のキャピラリカラムである DB-17ms 30m, 0.25mm, 0.25µmは、PAHs 36化合物について良好な分離を示し、ChryseneとTriphenyleneの2成分以外は分離が可能でした。

### 5. 参考文献

[1] L.R. Bordajandi, M. Dabrio, F. Ulberth, H. Emons, J. Sep. Sci., 31, 1769 (2008)

【GCMS-200902NK-001】

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1

www.agilent.com/chem/jp



Agilent Technologies