

パージ & トラップを用いた 揮発性有機化合物の分析

Agilent 5975C 質量選択検出器による 安定した VOC 分析

アプリケーションノート

環境

著者

Jeffery S. Hollis
AnalySense
Sacramento, CA USA
Harry Prest
Agilent Technologies, Inc.
Santa Clara, CA USA

概要

揮発性有機物に対する GC/MS を使用したパージ & トラップ (P&T) が広範に適用されているという状況にもかかわらず、目的の濃度範囲と必要な検出下限で一貫した操作を行うにはさまざまな問題が発生します。このアプリケーションノートでは、いくつかのベータサイトでインストールおよびテストされた、一貫して優れたデータ採取が可能なアプローチを紹介します。ハードウェア要件、P&T と GC/MS のパラメータ、揮発性有機化合物 (VOC) 標準試料の前処理、および高い感度と堅牢性を実現する USEPA チューニング要件を満たすための新しい自動チューニングアプローチについても詳細に説明します。USEPA 524.2 で規定されている 0.25 µg/L~50 µg/L の濃度範囲の初期キャリブレーション分析で、平均相対レスポンスファクタ定量化に対して規定されている 20% の相対標準偏差 (RSD) より低い VOC 平均相対レスポンスファクタが安定して得られます。0.10 µg/L で測定されたメソッド検出下限と、0.10 µg/L~100 µg/L の濃度範囲での平均相対レスポンスファクタのデータも示します。このアプローチの詳細に従うと、P&T と GC/MS での VOC 分析で同様の結果が確実に得られます。



Agilent Technologies

はじめに

VOC の P&T メソッドは、環境ラボで過去 35 年にわたって実施されてきた基本分析の一部です。したがって、P&T 開発には長い歴史があります (「序論」を参照)。これらのメソッドで提示される課題は、多数のパラメータや対象化合物と同じだけ存在します。このアプリケーションノートでは、P&T を使用した VOC の分析に成功するための重要な事項を説明します。

- 信頼できる堅牢な性能を発揮するためにアジレントが提供しているカラム、ライナ、メソッド、およびその他の部品を含む GC/MS VOC アクセサリキットのコンポーネント。
- アジレントおよび複数のベータサイトラボで実装されてきた、Tekmar Atomx および Stratum/AQUATEk 70 用の P&T パラメータ。
- 4-ブロモフルオロベンゼン (BFB) についての USEPA チューニング要件を確実に満たし、感度を向上させるための新しい自動チューニングアプローチの詳細。

このアプリケーションに含まれる VOC データは、直線性と動的動作範囲の観点から、初期キャリブレーション (ICAL) とメソッド検出下限 (MDL) の調査で優れた性能を示します。一連のベータサイトでアプリケーションをさらに精査し、そこでも優れたデータセットが取得されました。このアプローチを促進するために、各セクションで次の点を説明します。

- 標準試料の前処理と、Atomx の自動希釈機能、および Stratum/AQUATEk 70 に対する手動希釈でそれを模倣した場合の性能。
- ICAL とその要件の詳細、およびこれらの条件下での性能。
- 524.2 と 8260B の両方での対象 VOC の MDL を示すデータ。
- 新しいチューニングプロセスと GC/MS システムのトラブルシューティング、および種々の対象化合物に対する P&T プロセスでの問題の指標。

この推奨アプローチで示されるパラメータから逸脱すると、VOC 分析でさまざまな問題が発生します。

序論

土壌、固形、汚泥サンプルの VOC 分析が近年商品化され、この技術の歴史と進化のマイルストーンを確認することが重要になりました。技術の基礎は現在も変わっていないためです。

この分析の最初のマイルストーンは、USEPA-Cincinnati の化学者、Tom Bellar が 1974 年にパージ & トラップ (P&T) と呼ばれるサンプル抽出手法を考案したときに設定されました。水や土壌から微量濃度の揮発性有機汚染物質を抽出するこの手法により、当時の分析装置の検出レベルとサンプル前処理手法が格段に向上し、検出レベルは 10 億分の 1 (ppb) の域に達しました。Tom Bellar の発見を基に、オハイオ州シンシナティにある Tekmar Company の 2 人の創立者 Lothar Witt と Jim Grote は、USEPA-Cincinnati と協力して、1976 年に発表された最初の市販 P&T デバイスを開発しました。P&T をガスクロマトグラフ (GC) と組み合わせ、電気伝導度検出器 (ELCD) や光イオン化検出器 (PID) など、使用可能な多くの 2 次元 (2-d) 検出器を 1 つ以上使用して、微量濃度の検出を実現しました。これと同時に、質量分析計が VOC 分析に選択される検出器になり始めました。2D 検出器での検出レベルが優れており、口径の大きいカラムで優れたクロマトグラフィー分離を達成するために必要なキャリアガスのマスフローが制限される傾向にあったため、ガスクロマトグラフを質量分析計 (GC/MS) と組み合わせることで 3 次元 (3D) 検出を行う一般的な使用法は、1980 年代初頭から半ばになるまでは広く普及させませんでした。

VOC 分析と一般的な GC 分析における次の重要なマイルストーンは、Hewlett-Packard 社の科学者 R.D. Dandeneau と E.H. Zerenner が Third Hindelang Symposium (1979 年 4 月 29 日~5 月 3 日) でポリイミド強化フューズドシリカ製キャピラリカラムを発表した 1970 年代半ばから終わりに設定されました [1]。そのプレゼンテーションで、フレキシブルな薄壁フューズドシリカカラムの製造と使用法が説明されました。そのチューブは、Hewlett-Packard 社によって製造された光ファイバの応用でした。Dandeneau と Zerenner は、破損につながるひび割れがチューブの薄壁に生じる可能性があることに気づいたため、成形後すぐにチューブの外側をコーティングしました。当初はチューブをシリコンラバーでコーティングしましたが、その後ポリイミドに変更しました [2]。フューズドシリカカラムの登場で、分離科学の分野が革新されました。カラムサプライヤはすぐにフューズドシリカキャピラリカラムの製造を開始し、多くのアプリケーションで他のカラムタイプは廃止されました [3]。

1990年代の初め、Hewlett-Packard社は、エレクトロニックニューマティックコントロール(EPC)を装備した5890A Series IIガスクロマトグラフを発表しました。これは、定圧またはマスフローでカラム内のキャリアガスを制御することでクロマトグラフィー性能を大幅に向上させました。この前進により、分析カラム内のキャリアガスの優れた制御や、質量分析計の高真空環境へのキャリアガスの適切なマスフローコントロールが可能になりました。VOC分析に限ると、ジョージア州アトランタで1993年に開催されたPittsburgh Conference on Analytical Chemistry and Applied Spectroscopyで、分析カラムのガスマスフローとP&Tデバイス内のトラップを管理する新しいアプローチが紹介されました。この分離手法では、P&TデバイスからGCにサンプルを移送する別の方法が実証されました。マイクロボアキャピラリカラム(20 m x 0.18 mm, 1.0 μm)がEPCスプリット/スプリットレス注入口と組み合わせて使用されました。この機器構成で、VOC分析のクロマトグラフィー分離能、再現性、および感度に対するカラム内径、脱着流量、および注入口構成の影響が最適化されました[4]。この構成は、今ではP&Tおよびヘッドスペース機器に広く使用されており、このアプリケーションノートで引用した成功するアプローチの基礎にもなっています。

1990年代から21世紀にかけて、GC/MSによるVOC分析で使用される分析機器に多くの重要な進歩がありました。その一部を次に年代順に示します。

- 1993 Tekmar LSC 3000 PTC
- 1996 Hewlett-Packard 5973A MSD
- 1998 Tekmar LSC 3100 PTC
- 1998 Tekmar AQUATek 70
- 2003 Teledyne-Tekmar Velocity PTC
- 2004 Agilent 7890A GC
- 2005 Agilent 5975A MSD
- 2007 Teledyne-Tekmar Stratum PTC
- 2009 Agilent 5975C MSD (TAD)
- 2009 Teledyne-Tekmar Atomx ASPs

これらの進歩により、検出能力が目覚しく改善されました。USEPA-CincinnatiのTom BellarがP&T抽出手法を考案し、Tekmar CompanyのLothar WittとJim GroteがLSC-1を発表してその分析を商業化した38年前は、ppb濃度範囲が画期的でした。今日の検出下限は低い桁のpptレベルが普通となり、化合物によっては1000兆分の1(ppq)のレベルに近い検出が可能です。メソッドの正確性、精度、高感度を実現、最適化、維持するには、最適な実験手法に従うことが重要です。また、数10年に及ぶVOC分析から開発されたベストプラクティスはさらに重要です。このアプリケーションノートでは、これらの堅実な基本事項を適用し、MSDのチューニングを紹介します。このチューニングは、USEPAが4-ブromoフルオロベンゼン(BFB)のチューニングに対して挙げているメソッド要件を満たしています。

メソッド

この作業は、GC/MSによるVOC分析で最も広く使用されている次の2つのメソッドに基づいています。

1. Method 524.2 Revision 4.1 – キャピラリカラムガスクロマトグラフィー/マススペクトロメトリーによる水中の揮発性有機化合物の測定。これは、地表水、地下水、および任意の処理段階の飲料水中の揮発性有機化合物を同定および同時測定するための汎用メソッドです。このメソッドは、4種のトリハロメタン消毒液副生成物(THM)など、P&T手順で水サンプルから除去する必要がある、揮発性が十分に高く水溶性が低いさまざまな有機化合物に適用できます[5]。
2. Method 8260B – ガスクロマトグラフィー/マススペクトロメトリー(GC/MS)による揮発性有機化合物の分析。このメソッドはさまざまな固形廃棄物マトリクス中の揮発性有機化合物の測定に使用されます。このメソッドは、さまざまな空気サンプリングトラップ媒体、地下水と地表水、水性汚泥、腐食液、酸性液、廃溶剤、油性廃液、ムース、タール、繊維質廃液、ポリマー系乳剤、フィルタ、使用済み活性炭、使用済み触媒、土壌、堆積物など、含水率にかかわらずほぼすべてのタイプのサンプルに適用できます。

基本的に、これらのメソッドのアプローチと装置使用法は同じです。ただし、処理するマトリクスは異なるため、QA/QCに関しては違いがあります。このアプリケーションノートでは、特にMethod 524.2 Revision 4.1に焦点を当てています。Method 8260Bの結果を得るために使用した条件も示します。

実験

アジレント・テクノロジー (R&D、カリフォルニア州サンタクララ) 内の数多くのハードウェアの配置を、この研究のために選定されたテストサイトで使用しました。装置には、表 1 に示す 7 通りの構成があります。

Agilent VOC キット (部品番号 G7022A) を全サイトの全テストに使用しました。このキットが VOC 分析の成功に不可欠であることが実証されています。キットの内容を表 2 に示します。

米国ペンシルバニア州レーモントにある Advanced Materials Components Express, L.L.C. (ACMX) による、Inertium と呼ばれる選択的サンプル通路処理プロセスを推奨します。Inertium は、Silcosteel と Silinert、または Silonite など、表面をフューズドシリカとガラスで補強することで期待できる利点をすべて備えています。P&T 濃縮器のサンプル通路のどの部品に Inertium プロセスを適用したチューブを使用する利点があるかを最終的に判断するには、さらなる研究が必要です。しかし、選定したベータサイトの関係者と著者が収集したデータからは、特に P&T 濃縮器と GC の注入口の間のトランスファラインに Inertium で処理されたチューブを使用すると、優れた性能を発揮することが示唆されます。

この分析を実装する前に、GC/MS システムが許容できる性能レベルを示すことを確認することをお勧めします。性能レベルが許容限界内および期待限界内であることを確認するために GC、MSD、および P&T ハードウェアで使用できる性能チェックとテストは数多く存在します。チェックアウトチューンの実行による MSD のオートチューンの評価は、そのようなテストの一例です。この評価の実行手順は、『Agilent 5975 Series Mass Selective Detectors Hardware Installation Manual』の「Verifying EI Performance」のセクションに記載されています [7]。実行する手順にかかわらず、この分析を正しく実装するためには GC/MS の適格性を評価する必要があります。

表 1. 機器構成

システム	Agilent GC	Agilent MSD	バージ & トラップシステム	メソッド	サンプルサイズ (mL)
1	7890A	5975C、TAD	Atomx	524.2	25
2	7890A	5975C、TAD	Atomx	8260B	10
3	7890A	5975C、TAD	Stratum + AQUATek 70	524.2	25
4	7890A	5975C、TAD	Stratum + AQUATek 70	8260B	10
5	7890A	5975C、TAD	Velocity + AQUATek 70	524.2	25
6	7890A	5975C、TAD	Eclipse + Centurion WS	8260B	5
7	6890N	5973N	Stratum + AQUATek 70	8260B	5

システム 1 および 3 はアジレント・テクノロジー (R&D、カリフォルニア州サンタクララ) で使用しました。

表 2. Agilent VOC キット (部品番号 G7022A) の内容

説明	アジレント部品番号
6 mm ドローアウトプレート (イナート)、 Agilent 5973 および Agilent 5975 MSD イナート EI イオン源用	G2589-20045
DB-624UI カラム (20 m x 0.18 mm、膜厚 1.0 μm)	121-1324UI
ストレートスルー 1.0 mm UI ライナ	5190-4047
Tekmar VOCARB 3000 (#K) トラップ	5188-8820
アジレント GC/MS VOC アプリケーションキット ディスク (技術資料、キット説明書、機器メソッド、 該当するテクニカルノート付き)	G7022-60001

VOC の分析用に GC/MS を初期設定し、メソッド性能を検証するプロセスは、IDOC (Initial Demonstration Of Capability) と呼ばれ、次の 3 つのアクティビティに分かれます。

1. チューンチェック標準試料としての 4-ブロモフルオロベンゼン (BFB) に対するスペクトル忠実度の要件を取得し、満たします。
2. 対象化合物の初期キャリブレーションを行い、特定のメソッド要件 (ICAL) を満たします。
3. 対象化合物リスト全体にわたってメソッド検出限界 (MDL) 調査を実施します。

この 3 つの初期ステップは、実装する分析メソッドによって若干異なります。しかし、この 3 つの基本ステップは事実上すべての USEPA GC/MS メソッドに共通です。BFB に対するスペクトル忠実度の要件を取得して満たすという最初のステップは、VOC 分析の成功に不可欠です。キャリブレーションやサンプルデータを取り込む前に、BFB に対して規定されているスペクトル忠実度の基準が満たされるように、MSD をチューニングする必要があります。スペクトル忠実度要件の達成に加えて、一定時間にわたるチューニング安定性が必要です。Method 524.2 と

8260B の両方で、MSD が 12 時間にわたって安定を持続する必要があります。BFB スペクトル忠実度の観点から、BFB の分析を 12 時間ごとに実行し、BFB のスペクトル忠実度を評価する必要があります。この作業の目的の 1 つは、時間の経過につれてチューニング安定性が向上するように、MSD 用の安定した環境を作り出すことです。チューンチェック標準試料として BFB を取り込むための詳細なパラメータは、「付録 A」と「付録 C」に示しています。

チューンチェック標準試料としての BFB の分析は、524.2 と 8260B の両方でよく似ています [5, 6]。一定量の BFB が GC に注入され、一定量の質量がオンカラムに提供されます。Method 524.2 では 25 ng 以下、Method 8260B では 5~50 ng が規定されています。どちらのメソッドも、BFB を直接注入するか P&T より導入するかは規定していません。

P&T を BFB 導入のメソッドとして選択する場合は、サンプルが注入口でスプリットされることに注意してください。そのため、導入量が大幅に減少し、BFB のレスポンスが低下します。この調査結果から、適量の BFB の 1 µL 溶液を GC に直接注入することをお勧めします。これにより、一定量の BFB が分析され、メソッド固有の基準に照らして評価することができます。

ラボでは一般にさまざまなサンプルサイズを使用しますが、5 mL と 25 mL が最も一般的な量です。5 mL と 25 mL の両方のサンプルサイズについて、Tekmar P&T システム (Atomx と Stratum/AquaTEK 70) 用のパラメータを「付録 C」と「付録 D」にリストしています。

すべての PC で、取り込みに Agilent MSD ChemStation リビジョン E.02.02 SP1 を使用しました。MS チューニングアルゴリズムである BFB オートチューンは、このリビジョンの MSD ChemStation に含まれています。

MSD のチューニング

背景

環境化学への GC/MS の適用初期に、装置の性能を検証し、データに対するより優れた品質保証を作成し、スペクトルライブラリマッチングと化合物同定を向上させ、データの一貫性を強化する試みとして、USEPA はリファレンス化合物中のスペクトル一致の基準を開発しました。その成果は、4-ブロモフルオロベンゼンスペクトルにおける有意なイオンについてのイオン比アバンドンス基準でした。GC/MS 装置が進化してスペクトル性能が変化したため、これらの基準は限定的になりました。GC/MS 検出器に高エネルギー変換ダイノード (HED) が追加されると、より特異な高質量フラグメントに対するシグナルが強化され、化合物の同定と検出が向上しました。

農業や他の高分子量化合物である PCB 類、PBDE 類の利用が拡大しているため、高質量サンプルへの注目が続いてきました。しかし、高質量イオンアバンドンスの強化は BFB の基準と対立します。1970 年代の終わりに開発されたスペクトル基準を満たすには、メソッドが要求するスペクトル忠実度を達成するために最適条件から現在のイオン源をデチューンする必要があります。USEPA Method 524.2 による BFB スペクトルターゲットイオンアバンドンス比基準を、表 3 と 4 に示します。

表 3. 4-ブロモフルオロベンゼン (BFB) に対する USEPA Method 524.2 のイオンアバンドンス基準および BFB オートチューンでの BFB の相対アバンドンスの予想範囲 [5]

質量 (m/z)	相対アバンドンス基準	BFB オートチューンでの重要なイオンに対する相対アバンドンスの予想範囲
50	質量 95 の 15~40 %	質量 95 b の 15~20 %
75	質量 95 の 30~80 %	
95	ベースピーク、100 % 相対アバンドンス	
96	質量 95 の 5~9 %	
173	質量 174 の 2 % 未満	
174	質量 95 の 50 % 超	質量 95 の 80 % 以上
175	質量 174 の 5~9 %	
176	質量 174 の 95 % 超、101 % 未満	
177	質量 176 の 5~9 %	

表 4. 4-ブロモフルオロベンゼン (BFB) に対する USEPA Method 8260B のイオンアバンドンス基準および BFB オートチューンでの BFB の相対アバンドンスの予想範囲 [6]

質量 (m/z)	相対アバンドンス基準	BFB オートチューンでの重要なイオンに対する相対アバンドンスの予想範囲
50	質量 95 の 15~40 %	質量 95 の 15~20 %
75	質量 95 の 30~60 %	
95	ベースピーク、100 % 相対アバンドンス	
96	質量 95 の 5~9 %	
173	質量 174 の 2 % 未満	
174	質量 95 の 50 % 超	質量 95 の 80 % 以上
175	質量 174 の 5~9 %	
176	質量 174 の 95 % 超、101 % 未満	
177	質量 176 の 5~9 %	

5973 および 5975 MSD プラットフォームは、PFTBA チューニング化合物に対して選択されたスペクトルターゲットを満たすように、イオン源レンズの最適化を行います。これにより、注入された BFB のスペクトルがスペクトル基準を満たすことができます。このアプローチは、動的なレンズ昇圧による「ターゲットチューニング」として知られています。これはユーザーが使いやすく柔軟ですが、感度はいくぶん犠牲になります。簡易性と使いやすさを求めて、新しい完全自動化 BFB チューニングアルゴリズムが開発されました。BFB オートチューンでは、ターゲットチューニングアプローチよりも高い一貫性、堅牢性、感度、および動的動作範囲を実現する完全自動のチューニングが提供されます。この新しいチューニングは、このアプリケーションノートで説明している VOC 分析へのアプローチのもっとも重要な機能です。

新しい BFB オートチューン

要件

BFB オートチューンは、この研究で使用した特定のハードウェア構成と操作条件に合わせて設計されました。6 mm のドローアウトプレートを EI イオン源 (部品番号: 標準 EI イオン源 G3163-20530、イナート EI イオン源 G2589-20045) に取り付ける必要があります。標準の 3 mm ドローアウトプレートでもこのチューニングをサポートできますが、この VOC 分析用アプローチとしてはお勧めできません。動作を最適化するために、イオン源と四重極の温度をそれぞれ 250 °C と 200 °C に設定します。

BFB オートチューンの操作

システムを新規に使用する場合は、チューニングパラメータが正しく、イオン源がクリーンであることを確認するために、オートチューンを実行して ATUNE.U レポートを調べます。クリーンなイオン源はバックグラウンドノイズが少なく、キャリアプラントが豊富で、EM 電圧は限界内です。BFB オートチューンにアクセスするには、「Tune and Vacuum Control」ビューの「Tune」ドロップダウンメニューにある「BFB Autotune (BFB_Atune.U)」をクリックします (図 1)。BFB オートチューンは標準オートチューニングより多くのパラメータを最適化するため、約 2 倍の時間がかかります。BFB_ATUNE.U ファイルのレポートの例を図 2 に示します。エミッション設定は他のレンズエレメントに対しても最適化されるため、35 μ A から逸脱している可能性があります。注目すべき機能として、高質量に対する傾きがあります。ユーザーは、219 m/z : 69 m/z の比率の PFTBA フラグメントが、約 45~75 % の範囲にあることを想定する必要があります。リペラ設定には 20 V~32 V の範囲が想定されます。

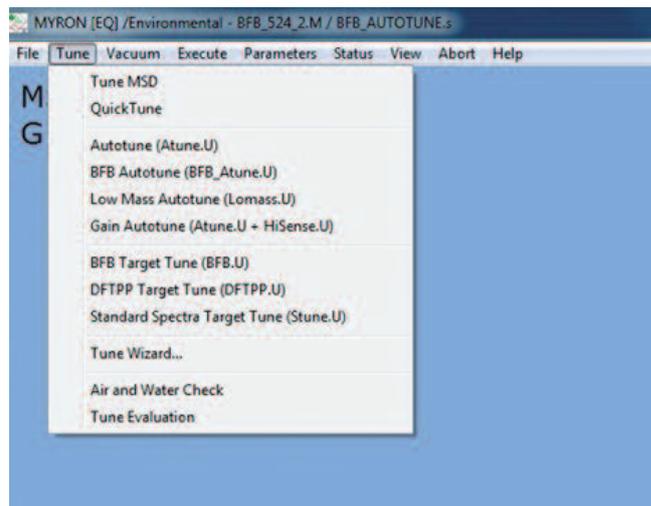
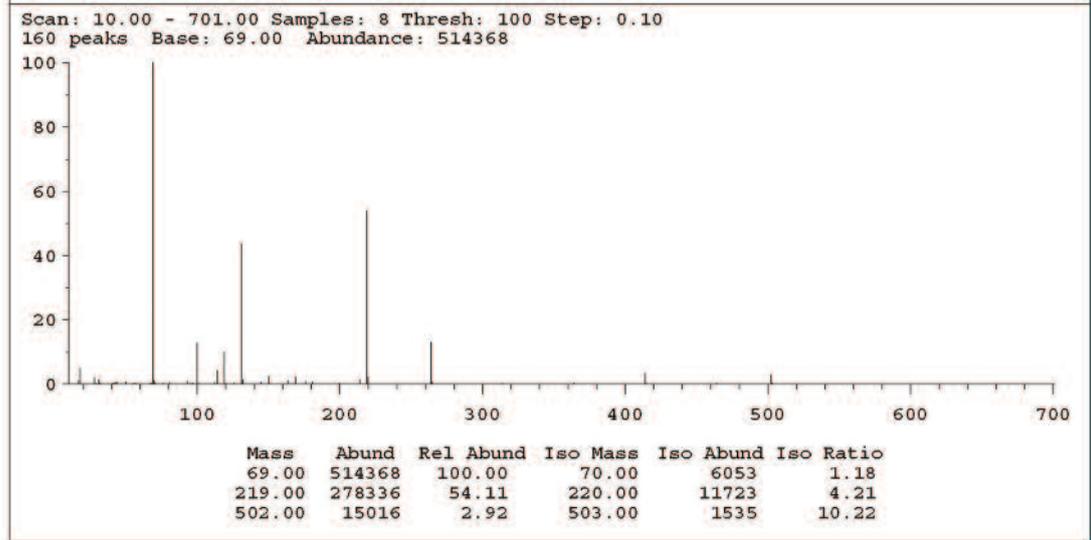
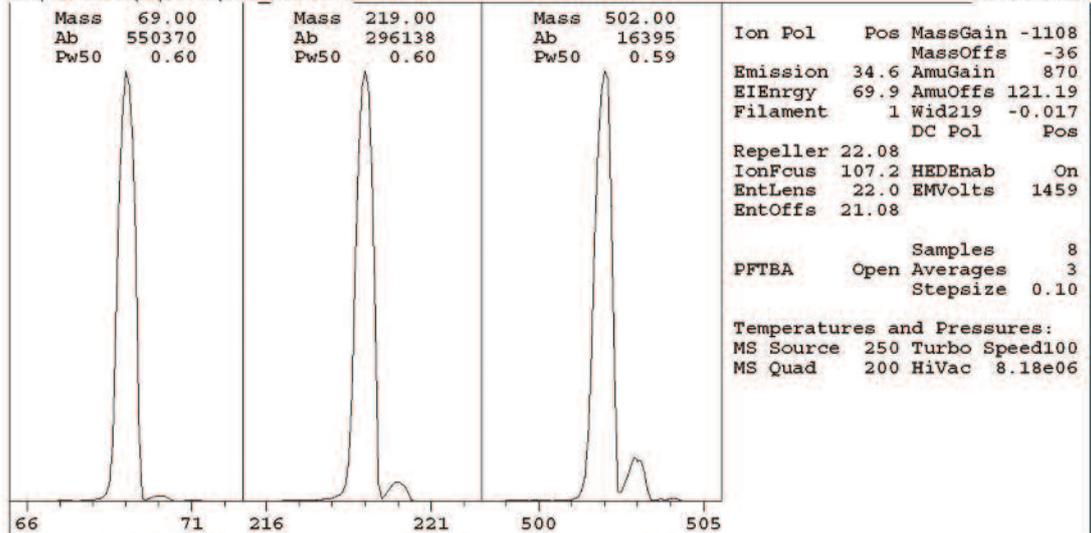


図 1. Agilent MSD ChemStation の「Tune and Vacuum Control」画面

他の MSD ChemStation チューニングルーチンと同様に、BFB オートチューンはキーワード要求によりシーケンスで実行することもできます。

1. 「Sample Log Table」で、「Type」フィールドのドロップダウンメニューから「Keyword」を選択します。
2. 「Method/Keyword」フィールドのドロップダウンメニューから「Tune」を選択します。
3. 「Comment/Keyword/String」フィールドに「BFB_AUTUNE」と入力します。
4. 「OK」をクリックして、変更をシーケンスに保存します。

Tue Apr 10 14:09:11 2012
 C:\MSDCHEM\1\5975\BFB_Atune.u Instrument: MYRON [EQ]
 US10483718



Air/Water Check: H2O~4.77% N2~2.08% O2~0.20% CO2~0.75% N2/H2O~43.56%

Column(1) Flow: 0.7 Column(2): 0 ml/min. Interface Temp: 250

Ramp Criteria:

Ion Focus Maximum 90 volts using ion 502; EM Gain 74381
 Repeller Maximum 35 volts using ion 219; Gain Factor 0.74

MassGain Values(Samples): -1099(3) -1094(2) -1078(1) -1038(0) -985(FS)

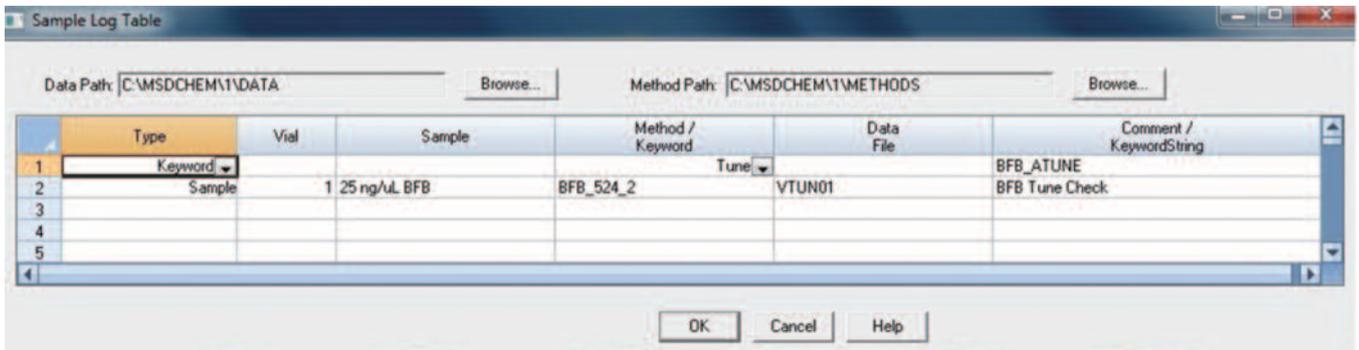
TARGET MASS:	50	69	131	219	414	502	1050
Amu Offset:	121.2	121.2	121.2	121.2	121.2	121.2	121.2
Entrance Lens Offset:	21.1	21.1	21.1	21.1	21.1	21.1	21.1

図 2. BFB オートチューンレポート

BFB スペクトルの評価

Method 524.2 では、25 ng 以下の BFB をバージまたは直接注入 (セクション 6.3.1 および 10.2.2) により導入し、表 1 に示した基準に照らしてテストする必要があります。MSD ChemStation EnviroQuant では、通常、クロマトグラフィーのピークからピークの前のエッジのバックグラウンドスペクトルを引いた上位 3 つのスペクトルの平均として BFB を評価します。BFB を 3 回スキャンした平均を使用した BFB オートチューンの典型的な結果を図 4 に示します。BFB スペクトルは 174 および 176 m/z イオンで比較的強く、50 m/z の質量では 95 m/z フラグメントに比べて相対的に低くなっていることに注意してください。これは BFB オートチューンの特徴であり、これらの重要なイオンに対する相対アバンダンスの予想範囲を表 1 に示します。

Method 524.2 のセクション 6.3.4 「An average spectrum across the BFB GC peak may be used to test instrument performance」を参照してください。MSD ChemStation EnviroQuant (E.02.02 SP1) には、ピークの平均を評価するためのオプションが用意されています (図 5 を参照)。このオプションにより、対象化合物の定量化に各イオンのピーク面積が使用されるという事実との一貫性が向上します。



Type	Vial	Sample	Method / Keyword	Data File	Comment / KeywordString
Keyword			Tune		BFB_ATUNE
Sample	1	25 ng/uL BFB	BFB_524_2	VTUN01	BFB Tune Check

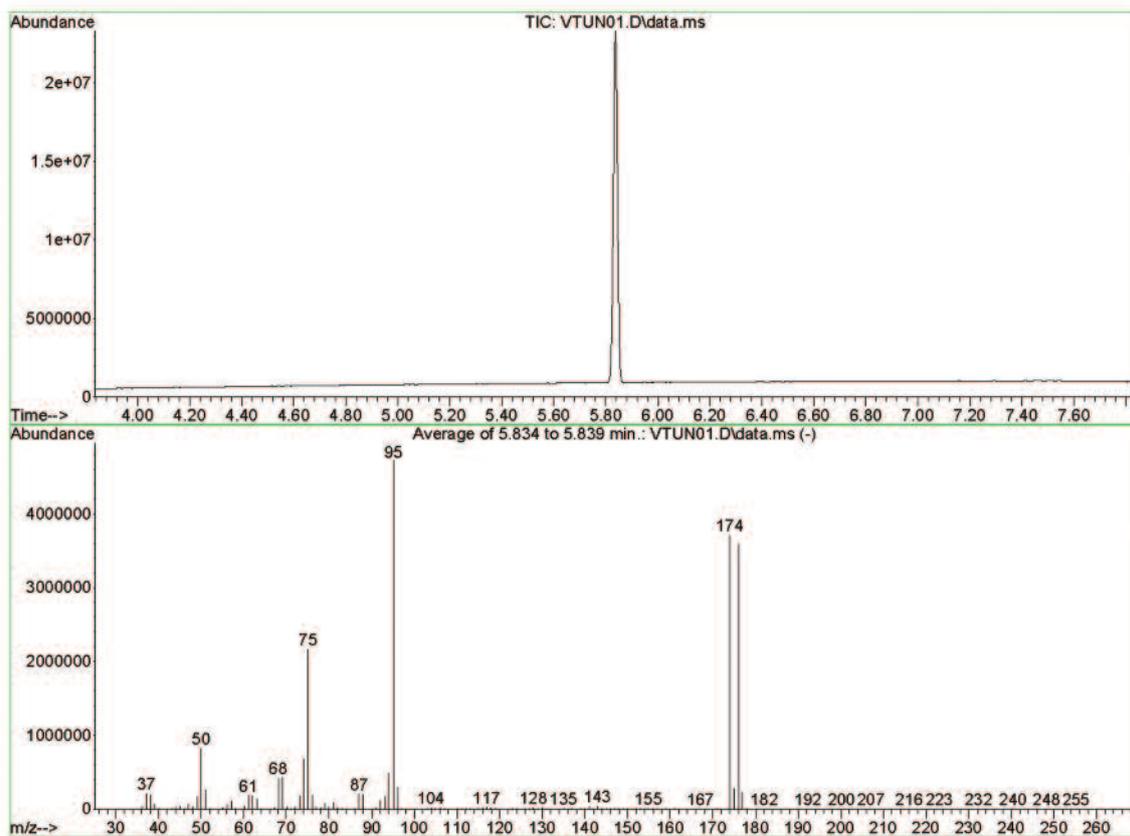
図 3. BFB オートチューン呼び出しシーケンスの使用

Method 524.2 - BFB Tune Check

Data Path : C:\MSDchem\1\data\
 Data File : VTUN01.D
 Acq On : 10 Apr 2012 2:13 pm
 Operator : jsh
 Sample : 2.5 ng OC BFB Tune Check | GF = 5.0
 Misc : 5975C MSD using BFB Autotune
 ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

Integration File: rteint.p

Method : C:\MSDchem\1\methods\BFB_524_2.M
 Title : Method 524.2



AutoFind: Scans 984, 985, 986; Background Corrected with Scan 970

Target Mass	Rel. to Mass	Lower Limit%	Upper Limit%	Rel. Abn%	Raw Abn	Result Pass/Fail
50	95	15	40	17.3	817820	PASS
75	95	30	80	45.9	2162700	PASS
95	95	100	100	100.0	4716152	PASS
96	95	5	9	6.2	294737	PASS
173	174	0.00	2	0.0	0	PASS
174	95	50	100	78.7	3710849	PASS
175	174	5	9	7.4	273257	PASS
176	174	95	101	96.7	3590014	PASS
177	176	5	9	6.4	230523	PASS

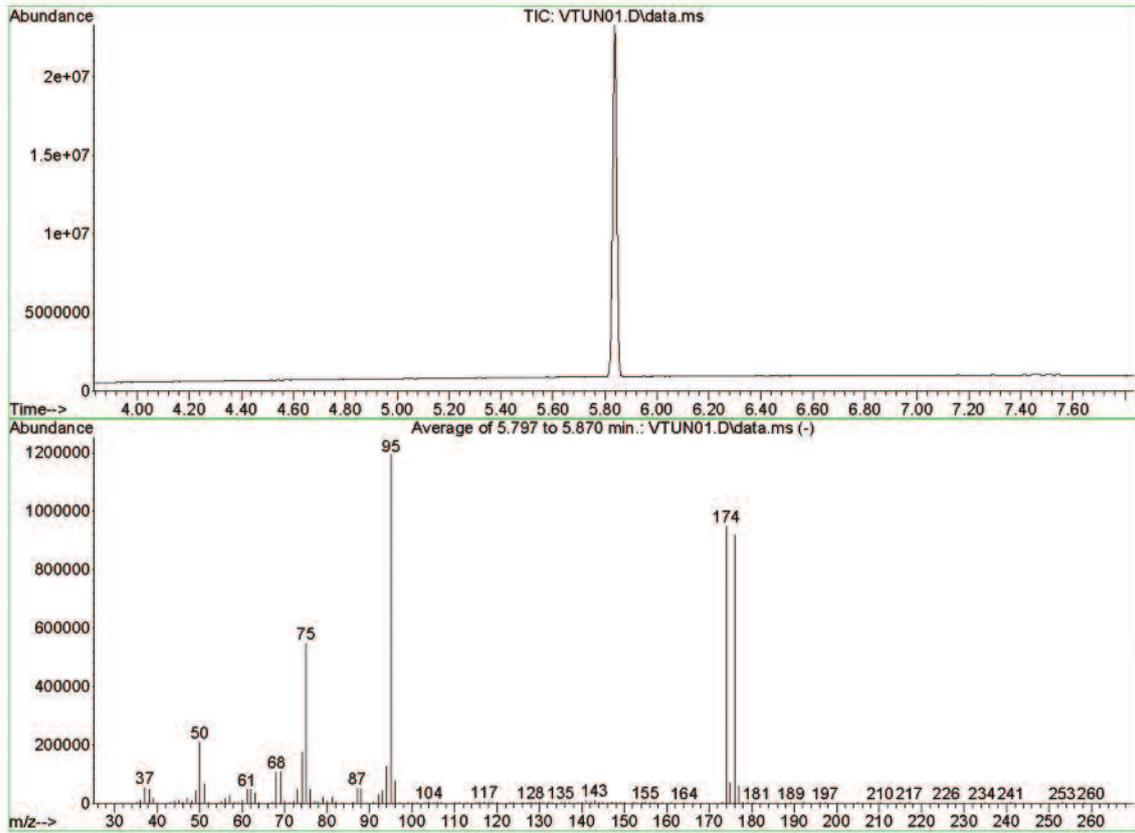
図 4. 3回のスキャンの平均を使用した BFB チューンチェックレポート

Method 524.2 - BFB Tune Check

Data Path : C:\MSDchem\1\data\
 Data File : VTUN01.D
 Acq On : 10 Apr 2012 2:13 pm
 Operator : jsh
 Sample : 2.5 ng OC BFB Tune Check | GF = 5.0
 Misc : 5975C MSD using BFB Autotune
 ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

Integration File: rteint.p

Method : C:\MSDchem\1\methods\BFB_524_2.M
 Title : Method 524.2



AutoFind: Averaged scan 971 to 997; Bkg corrected with scan 970)

Target Mass	Rel. to Mass	Lower Limit%	Upper Limit%	Rel. Abn%	Raw Abn	Result Pass/Fail
50	95	15	40	17.4	208090	PASS
75	95	30	80	45.9	547083	PASS
95	95	100	100	100.0	1192636	PASS
96	95	5	9	6.3	75351	PASS
173	174	0.00	2	0.1	781	PASS
174	95	50	100	79.5	948003	PASS
175	174	5	9	7.4	70368	PASS
176	174	95	101	96.8	917661	PASS
177	176	5	9	6.4	58891	PASS

図 5. GC ピーク全体の平均を使用した BFB チューンチェックレポート

BFB の問題

BFB が基準を満たせない場合がいくつかあります。それぞれの失敗パターンには、異なる原因が潜んでいます。例えば、BFB テストのゲインファクタ設定は、BFB スペクトルの取り込みテスト中に検出器の飽和を回避する必要があります。95 m/z のフラグメント強度の絶対アバダンスは、高くても 820 万カウント未満である必要があり、望ましいのは 300 万未満です。高すぎる場合は、実際の注入量と質量分析計パラメータビューのゲインファクタ設定を確認してください。シグナルスケールはゲインファクタに比例することに注意してください。例えば、ゲインファクタを 5 から 1 に下げると、検出器シグナル (ピーク高さ) も 1/5 に減少します [8]。

VOC アプリケーションの観点からは、GC/MS 取り込みメソッドの EM 電圧に、チューニング電圧に数 100 ボルトを加えるような設定を行うと、芳香族、特に m+p-キシレンでシグナルの飽和が発生することがよくあります。ゲインファクタを正しく使用することで、この問題を一貫して排除できます。BFB チューンチェック標準試料の取り込みに使用したのと同じゲインファクタを、VOC メソッドに対して確立された条件下でのすべてのデータ取り込みに使用する必要があります。

BFB が基準を満たせないという失敗は、継続的失敗と偶発的失敗の 2 つのカテゴリに大別されます。継続的失敗では、4 つまたは 5 つの連続的な BFB 評価がスペクトル基準を満たせず、通常は 50 m/z :95 m/z または 174 m/z :95 m/z 比も満たしません。この失敗を解決するには、それまでの履歴に応じてイオン源を再チューニングまたはクリーニングします。偶発的失敗では、一般に 1 つまたは 2 つの連続スペクトルが、イオン比にかかわらず基準を満たしません。この場合、再チューニングやイオン源のメンテナンスを行っても解決する保証はありません。一方、524.2 Method で許容されるスペクトル平均化オプションを使用すると、このような失敗は 50 % 以上補正されます。

新しい BFB オートチューンを評価するには、50 および 174 m/z の BFB のスペクトルに存在する重要なイオンをテストする必要があります。前述のピークアプローチの平均で評価することをお勧めします。めったに発生しないチューニング失敗の場合は、BFB オートチューンを再実行してください。それでも失敗する場合は、イオン源のクリーニングが必要です。イオン源のクリーニング、フィラメントの交換、または同様の保守の後、最適なアプローチは、以前の BFB_ATUNE.U ファイルを削除し、オートチューンを実行して ATUNE.U レポートをチェックしてから、BFB オートチューンを実行することです。

BFB オートチューンの操作と トラブルシューティングの概要

BFB オートチューンは効果的ですが、MSD 性能の欠陥をすべて克服することはできません。オートチューン操作の概要は、次のとおりです。

1. ATUNE.U でイオン源と四重極をそれぞれ 250 °C と 200 °C (これらの VOC 分析メソッドに適した値) に設定し、少なくとも 2 時間待ちます。
2. 推奨に従い、使用前の 3 時間、300 °C のイオン源温度と 200 °C の四重極温度でアナライザを空焼きします。
3. メニューの「TUNE」をクリックして、オートチューン (ATUNE.U) を実行し、評価します。
4. チューンレポートをスキャンしてチェックし、特に 50 m/z 近辺の質量範囲で、バックグラウンドが低いこと (通常は、PFTBA のスペクトル中に 150 イオン未満) を確認します。そうでない場合は、良好な BFB オートチューンが行われても、VOC ガスの分析は困難になります。

イオン源やエレクトロンマルチプライアの動作状況を示すその他の指標は、次のとおりです。

- チューニングで、エレクトロンマルチプライアの電圧が、オートチューンターゲットの 69 m/z で 500,000 カウントとなるようにアバダンス設定されているか? この値が低すぎると (250,000 カウント未満)、BFB オートチューン中にエラーが発生し、これを修正するまで完了しなくなります。
- エレクトロンマルチプライア電圧設定が相対的に低く、1,500 V 未満か? これは、イオン源の清潔さとエレクトロンマルチプライアの正常性に関する優れた指標です。2,000 V を超えるエレクトロンマルチプライア電圧は、イオン源のクリーニングを実行する必要があること、また場合によっては古くなったエレクトロンマルチプライアの交換が必要であることを示している場合があります。
- チューニングイオンの質量ピークプロファイルが優れた形状で明確に強く現れているか? そうでない場合は、イオン源を正しくクリーニングします [9]。バイアルのキャリブレーション (PFTBA) レベルを確認します。EM の交換を検討します。イオン源を元どおりに取り付けます。「Tune and Vacuum Control」ビューで、「Execute」>「Bake out MSD」の順をクリックして、イオン源と四重極をそれぞれ 300 °C と 200 °C で少なくとも 3 時間空焼きします。
- BFB オートチューンの実行後、ALERT エラーフラグなしにチューニングが完了したか? 生成される可能性のあるアラートは次の 3 つで、BFB オートチューンに問題があることを示しています。

• キャリブレーション強度が低すぎる

前述のように、EM 電圧設定が低すぎる、バイアル中のキャリブレーションが少なすぎる、またはイオン源が汚れていることが原因で、フラグメント質量 69 の結果でイオン強度が不十分になります。

・ フィラメントの問題

このメッセージは、イオン源が非常に汚れていること、フィラメントが曲がっていること、またはイオン源の圧力(カラム流量)が高いことを示しています。イオン源のクリーニング、弱ったフィラメントの交換、または他のフィラメントへの一時的な切り替えにより、問題が解決する可能性があります。他のアプローチとして、プロセスの再試行があります。

1. BFB_Atune.U ファイルを削除します。
2. オートチューンで再チューニングし、チューニングレポートを調べます。
3. BFB オートチューンを使用してチューニングします。

・ イオンフォーカスの限界の超過

このエラーは、イオンフォーカスとエントランスレンズのリードが正しく取り付けられていないか、イオン源が非常に汚れている場合に発生する可能性があります。

標準試料の前処理

標準原液は、コネチカット州ニューヘブーンにある AccuStandard, Inc から入手しました。Method 524.2 の実装には、表 5 に示す標準試料を使用しました。

チューンチェック標準試料の前処理 – BFB

GC/MS による VOC 分析の最初のステップは、MSD が BFB に対して許容できる忠実度でスペクトルデータを生成していることの確認です。BFB オートチューンの完了後、メソッドで規定されている量の BFB をカラムに注入します。

Method 524.2 では 25 ng 以下の BFB を分析し、メソッドで規定されたスペクトル基準を満たす必要があります。表 4 に示すチューンチェック標準原液から適切な濃度に前処理するには、適切な質量の BFB がサンプルとともにカラムに注入されるように、GC メソッドで規定されたスプリット比を考慮します。最適な VOC 性能を発揮するための推奨スプリット比は 150:1 です。

表 5. AccuStandard の標準原液

名称	部品番号	濃度	説明
チューンチェック標準試料	CLP-004-80X	2,000 µg/mL	4-プロモフルオロベンゼン
添加溶液	M-524-FS	2,000 µg/mL	フルオロベンゼン – IS 4-プロモフルオロベンゼン – SUR 1,2-ジクロロベンゼン-d4 – SUR
分析対象化合物混合物質 1	M-502-10X	2,000 µg/mL	分析対象化合物 60 種
分析対象化合物混合物質 2	M-524R-B	2,000 µg/mL	分析対象化合物 24 種

したがって、必要な質量の BFB がカラムに注入されるように、BFB 原液を正確に希釈します。可能なら、直接注入でカラムに目的の質量の BFB が注入されるように注入スプリット比を調整します。例えば、カラムに 25 ng の BFB を得るには、チューンチェック標準原液 1-µL の注入に対して 80:1 のスプリット比を使用します (1 µL の 2,000 ng/µL ÷ 80 = 25 ng/µL または 25 ng オンカラム)。

初期キャリブレーション標準試料の前処理

VOC 分析を成功させるには、ICAL 標準試料の慎重な前処理が不可欠です。標準試料の前処理に使用する水とメタノールの品質、およびラボとガラス器具の清潔さは、ppb 未満のレベルの検出に直接影響します。標準原液の希釈を前処理する場合は、必ず P&T グレードのメタノールと逆浸透法 (DI/RO) で前処理された脱イオン水を使用します。塩化メチレンやアセトンなど、ラボに存在する一般的な有機溶媒は 1 ppb のレベルで GC/MS システムによって検出されるため、これらの曝露を排除するか最小限に抑えます。

ICAL 標準水溶液を前処理する方法は、少なくとも 2 つあります。自動前処理した ICAL 標準水溶液は、Atomx P&T デバイスで使用します。手動で前処理した ICAL 標準水溶液は、Stratum/AQUATek 70 P&T システムで使用します。これらの前処理スキームを、それぞれ表 6 と 7 に示します。

表 6. Atomx 用 ICAL、内部、およびサロゲート標準試料の前処理

Method 524.2 - ICAL および添加標準試料の前処理

Atomx を使用

最終濃度	ICAL 標準試料の濃度	希釈/サンプルサイズ
0.5 µg/L	50 µg/L [1]	100:1
1 µg/L	50 µg/L [1]	50:1
5 µg/L	50 µg/L [1]	10:1
10 µg/L	50 µg/L [1]	5:1
25 µg/L	50 µg/L [1]	2:1
50 µg/L	50 µg/L [1]	1:1

添加標準試料

1.0 µg/L	5 µL、Atomx を使用 [2]	25 mL
5.0 µg/L	5 µL、Atomx を使用 [2]	5 mL

AccuStandard 部品番号 M-502-10X Method 502.2 揮発性有機化合物 (60 種)、濃度 2,000 µg/mL (2,000,000 µg/L)。

AccuStandard 部品番号 M-524R-B 濃度 2,000 µg/mL (2,000,000 µg/L) で Method 524.2 (24 種の化合物) に添加。

AccuStandard 部品番号 M-524-FS Method 524.2 添加原液の濃度は 2,000 µg/mL (2,000,000 µg/L)。

[1] 対象原液を混合して希釈 : 2,000 µg/mL (2,000,000 µg/L) の 500 µL を 10 mL MeOH に混合し、100 µg/mL (100,000 µg/L) の原液 (WS) とします。

その後、100 µg/mL (100,000 µg/L) の 50 µL を 10 mL の脱イオン水で希釈し、0.05 µg/mL (50 µg/L) ICAL 標準試料とします。

[2] 2,000 µg/mL (2,000,000 µg/L) の添加標準原液 25 µL を 10 mL の MeOH で希釈し、5 µg/mL (5,000 µg/L) の原液 (WS) とします。

表 7. Stratum/AQUATek 70 用 ICAL、内部、およびサロゲート標準試料の前処理

Method 524.2 - ICAL および添加標準試料の前処理

Stratum および AQUATek 70 を使用

最終濃度	WS 量	水量
0.5 µg/L	5µL [1]	200 mL
1 µg/L	5µL [1]	100 mL
5 µg/L	25µL [1]	100 mL
10 µg/L	50µL [1]	100 mL
25 µg/L	125µL [1]	100 mL
50 µg/L	250µL [1]	100 mL

添加標準試料

1.0 µg/L	2 µL、AQUATek 70 を使用 [2]	25 mL
5.0 µg/L	2 µL、AQUATek 70 を使用 [2]	5 mL

AccuStandard 部品番号 M-502-10X Method 502.2 揮発性有機化合物 (60 種)、濃度 2,000 µg/mL (2,000,000 µg/L)。

AccuStandard 部品番号 M-524R-B 濃度 2,000 µg/mL (2,000,000 µg/L) で Method 524.2 (24 種の化合物) に添加。

AccuStandard 部品番号 M-524-FS Method 524.2 添加原液の濃度は 2,000 µg/mL (2,000,000 µg/L)。

[1] 2,000 µg/mL (2,000,000 µg/L) の対象標準原液 100 µL を 10 mL の MeOH に混合して希釈し、20 µg/mL (20,000 µg/L) の原液 (WS) とします。

[2] 2,000 µg/mL (2,000,000 µg/L) の添加標準原液 125 µL を 20 mL の MeOH で希釈し、12.5 µg/mL (12,500 µg/L) の原液 (WS) とします。

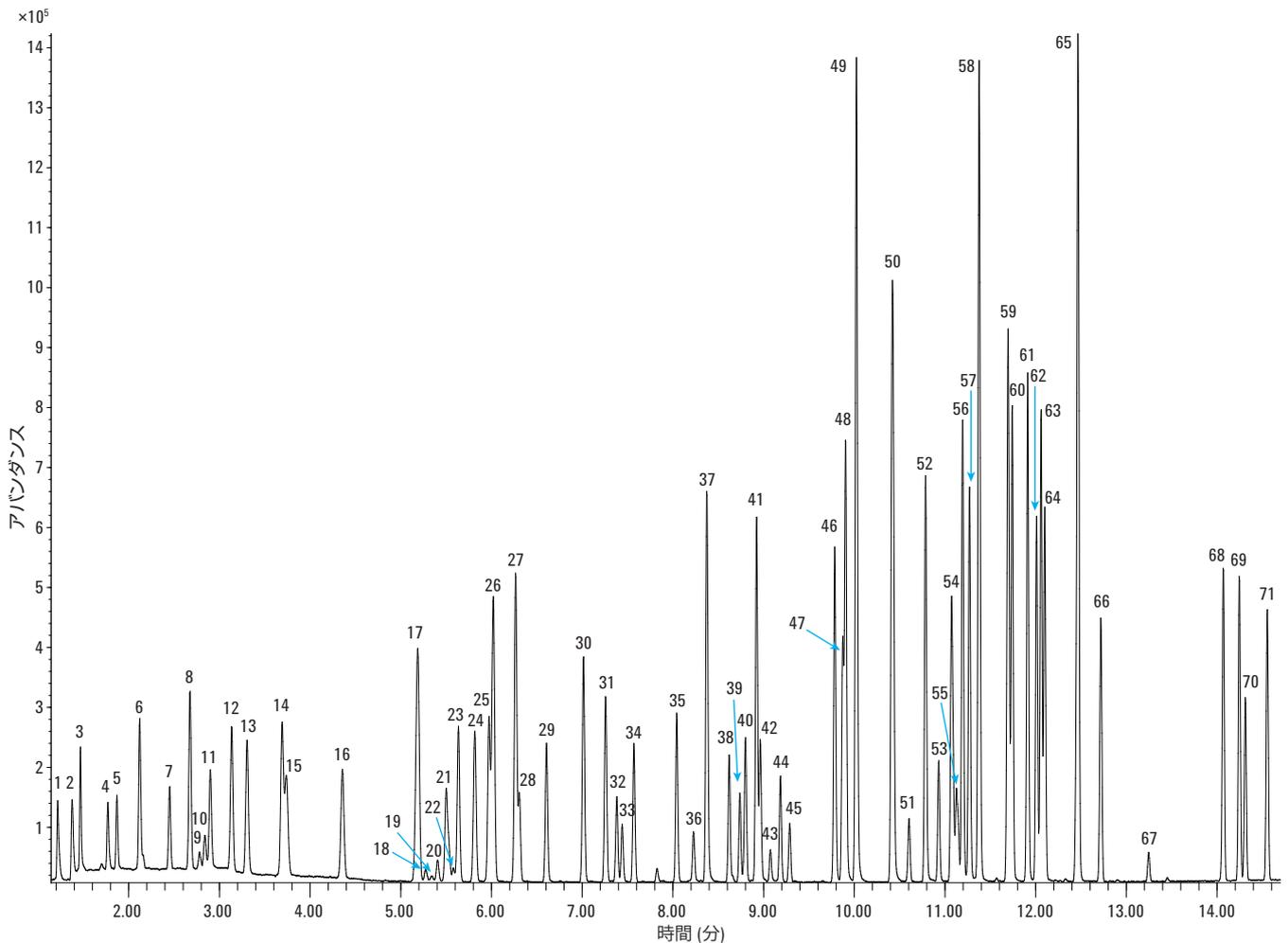
結果と考察

BFB 注入とスペクトル評価に成功した後、ICAL を規定の濃度範囲 (通常は 0.5~50 µg/L) で分析しました。

図 6 に、この分析で規定されている GC、MSD、および P&T のパラメータを使用して取り込んだ典型的なクロマトグラム (TIC) を示します。ICAL データを取り込む前に、ゲインファクタを使用して MSD のダイナミックレンジを適切に調整したことに注意してください [8]。表 8 に、システム 1 (Atomx PTC) を使用して 0.25~50 µg/L の濃度範囲で生成された典型的な ICAL 結果を示します。Method 524.2 では、平均相対レスポンスファクタによる定量化を適用するには、すべての化合物の %RSD 値が 20 % 未満でなければならないと規定されています。そうでない場合は、化合物に 1 次または 2 次曲線の検量線を使用する必要があります。望ましいのは平均相対レスポンスファクタの曲線調整ですが、一般に低レベルの濃度で発生する誤差は 1 次または 2 次曲線の調整を必要とし、低い応答性、分析対象成分の残留、または汚染を示します。このような低濃度まで定量化を拡張できるということは、これらの問題がないことを示します。表 8 の結果は、すべての化合物が 20 % RSD 未満という基準を満たし、ほとんどの場合に 10 % RSD 未満であることを示していま

す。Atomx を使用して、0.25 µg/L レベルでは 25 µg/L の標準試料、その他すべてについては 50 µg/L の標準試料からマルチレベル ICAL の一連の希釈を前処理しました。これは Atomx の優れた希釈能力を示しています。Atomx PTC によって導入された内部標準とサロゲート化合物の %RSD は、5 µL の供給で 5 % RSD 未満です。

VOC 分析を含むほとんどの分析の正確性と精度は、低いキャリブレーションレベルの場合には特に、正しいメソッドの実行にかかっています。Method 524.2 と 8260B の両方が、ICAL 固有の変動に対応します。従来、メソッドで規定された検量線調整は、平均相対レスポンスファクタ調整を使用し、%RSD を評価して、ある特定の対象化合物の直線性が許容されるかどうかを判断します。平均相対レスポンスファクタを使用する場合、Method 524.2 では %RSD を 20 % 以下、Method 8260B では %RSD を 15 % 以下と規定しています。どちらのメソッドでも 1 次および 2 次曲線調整が可能ですが、精度に誤差が生じる可能性があるため、これらの曲線調整はできるだけ回避されます。さらに、Method 524.2 の内部標準とサロゲート化合物の精度は、GC/MS と P&T 装置で高い精度を達成できること実証します。Atomx を使用して ICAL 標準試料を自動前処理し、内部標準およびサロゲート化合物を添加した場合の正確性と精度は非常に良好です。



- | | | | |
|--|---|--|---|
| 1. ジクロロジフルオロメタン | 20. アクリル酸メチル | 37. トルエン | 56. n-プロピルベンゼン |
| 2. クロロメタン | 21. ブロモクロロメタン、
メタアクリロニトリル | 38. <i>trans</i> -1,3-ジクロロプロペン | 57. 2-クロロトルエン |
| 3. 塩化ビニル | 22. THF | 39. メタクリル酸エチル | 58. 1,3,5-トリメチルベンゼン、
4-クロロトルエン |
| 4. プロモメタン | 23. クロロホルム | 40. 1,1,2-トリクロロエタン | 59. <i>tert</i> -ブチルベンゼン |
| 5. クロロエタン | 24. 1,1,1-トリクロロエタン | 41. テトラクロロエテン | 60. 1,2,4-トリメチルベンゼン |
| 6. トリクロロフルオロメタン | 25. 1-クロロブタン | 42. 1,3-ジクロロプロパン | 61. <i>sec</i> -ブチルベンゼン |
| 7. ジエチルエーテル | 26. 四塩化炭素、
1,1-ジクロロ-1-プロペン | 43. 2-ヘキサノン | 62. 1,3-ジクロロベンゼン |
| 8. 1,1-ジクロロエテン | 27. ベンゼン | 44. ジブロモクロロメタン | 63. <i>p</i> -インプロピルトルエン |
| 9. アセトン | 28. 1,2-ジクロロエタン | 45. 1,2-ジブロモエタン | 64. 1,4-ジクロロベンゼン |
| 10. ヨードメタン | 29. フルオロベンゼン | 46. クロロベンゼン | 65. 1,2-ジクロロベンゼン-d ₄ 、
1,2-ジクロロベンゼン、
n-ブチルベンゼン |
| 11. 二硫化炭素 | 30. トリクロロエテン | 47. 1,1,1,2-テトラクロロエタン | 66. ヘキサクロロエタン |
| 12. 塩化アリル | 31. 1,2-ジクロロプロパン | 48. エチルベンゼン | 67. 1,2-ジブロモ-3-クロロプロパン
(DBCP) |
| 13. 塩化メチレン | 32. ジブロモメタン | 49. <i>m+p</i> -キシレン | 68. 1,2,4-トリクロロベンゼン |
| 14. アクリロニトリル、
<i>trans</i> -1,2-ジクロロエテン | 33. メタクリル酸メチル | 50. <i>o</i> -キシレン、スチレン | 69. ヘキサクロロブタジエン |
| 15. メチル- <i>tert</i> -ブチルエーテル
(MTBE) | 34. ブロモジクロロメタン | 51. ブロモホルム | 70. ナフタレン |
| 16. 1,1-ジクロロエタン | 35. <i>cis</i> -1,3-ジクロロプロペン | 52. イソプロピルベンゼン | 71. 1,2,3-トリクロロベンゼン |
| 17. 2,2-ジクロロプロパン、
<i>cis</i> -1,2-ジクロロエテン | 36. 1,1-ジクロロプロパン、
2-ニトロプロパン、
4-メチル-2-ペンタノン (MIBK) | 53. ブロモフルオロベンゼン | |
| 18. 2-ブタノン (MEK) | | 54. ブロモベンゼン、
1,1,2,2-テトラクロロエタン | |
| 19. プロピオニトリル | | 55. 1,2,3-トリクロロプロパン、
<i>trans</i> -1,4-ジクロロ-2-ブテン | |

図 6. Method 524.2 ICAL 標準試料のトータルイオンクロマトグラム

表 8. Atomx を使用した 0.25~50 µg/L の Method 524.2 の ICAL (続き)

Method 524.2 ICAL	0.25 µg/L RRF	0.5 µg/L RRF	1 µg/L RRF	5 µg/L RRF	10 µg/L RRF	25 µg/L RRF	50 µg/L RRF	平均 RRF	%RSD
フルオロベンゼン (ISTD)	ISTD	ISTD	ISTD	ISTD	ISTD	ISTD	ISTD	1.000	4.0
ジクロロジフルオロメタン	0.097	0.105	0.098	0.080	0.081	0.080	0.089	0.090	11.3
クロロメタン	0.167	0.176	0.183	0.153	0.149	0.139	0.147	0.159	10.4
塩化ビニル	0.174	0.150	0.153	0.142	0.146	0.146	0.162	0.153	7.3
ブロモメタン	0.063	0.073	0.070	0.056	0.063	0.064	0.075	0.066	9.8
クロロエタン	0.090	0.081	0.084	0.078	0.081	0.078	0.085	0.083	5.0
トリクロロフルオロメタン	0.185	0.189	0.180	0.151	0.156	0.155	0.170	0.169	9.2
ジエチルエーテル	0.084	0.078	0.078	0.066	0.070	0.068	0.073	0.074	8.6
1,1-ジクロロエテン	0.203	0.182	0.191	0.164	0.172	0.170	0.186	0.181	7.5
アセトン				0.021	0.019	0.015	0.016	0.018	14.0
ヨードメタン	0.051	0.059	0.066	0.077	0.079	0.067	0.064	0.066	15.0
二硫化炭素	0.319	0.271	0.281	0.253	0.274	0.276	0.303	0.282	7.7
塩化アリル	0.212	0.193	0.202	0.187	0.196	0.192	0.201	0.198	4.2
塩化メチレン	0.188	0.156	0.157	0.143	0.150	0.145	0.156	0.157	9.5
<i>trans</i> -1,2-ジクロロエテン	0.185	0.164	0.165	0.152	0.160	0.159	0.179	0.166	7.0
メチル- <i>tert</i> -ブチルエーテル (MTBE)	0.300	0.267	0.247	0.214	0.225	0.219	0.239	0.244	12.5
1,1-ジクロロエタン	0.243	0.199	0.217	0.212	0.221	0.214	0.233	0.220	6.6
2,2-ジクロロプロパン	0.192	0.177	0.176	0.150	0.153	0.147	0.157	0.165	10.4
<i>cis</i> -1,2-ジクロロエテン	0.192	0.196	0.210	0.192	0.199	0.198	0.214	0.200	4.3
2-ブタノン (MEK)				0.028	0.026	0.024	0.025	0.025	6.9
ブロモクロロメタン	0.090	0.085	0.095	0.079	0.084	0.081	0.085	0.086	6.2
クロロホルム	0.195	0.196	0.201	0.196	0.207	0.202	0.221	0.202	4.4
1,1,1-トリクロロエタン	0.187	0.171	0.183	0.171	0.178	0.175	0.192	0.180	4.5
1-クロロブタン	0.274	0.262	0.254	0.231	0.244	0.242	0.264	0.253	5.9
四塩化炭素	0.162	0.157	0.169	0.146	0.153	0.153	0.170	0.158	5.5
1,1-ジクロロ-1-プロペン	0.181	0.180	0.172	0.149	0.158	0.158	0.174	0.167	7.4
ベンゼン	0.509	0.483	0.502	0.467	0.488	0.482	0.528	0.494	4.1
1,2-ジクロロエタン	0.127	0.119	0.124	0.109	0.112	0.112	0.120	0.118	5.7
トリクロロエテン	0.152	0.132	0.131	0.118	0.122	0.122	0.134	0.130	8.7
1,2-ジクロロプロパン	0.154	0.128	0.129	0.117	0.124	0.121	0.130	0.129	9.3
ジブロモメタン	0.048	0.049	0.049	0.046	0.050	0.048	0.052	0.049	3.8
ブロモジクロロメタン	0.152	0.141	0.148	0.138	0.151	0.145	0.159	0.148	4.8
<i>cis</i> -1,3-ジクロロプロペン	0.191	0.182	0.170	0.156	0.168	0.165	0.178	0.173	6.8
4-メチル-2-ペンタノン (MIBK)				0.074	0.078	0.076	0.081	0.077	4.0
トルエン	0.584	0.528	0.530	0.482	0.510	0.504	0.554	0.527	6.4
<i>trans</i> -1,3-ジクロロプロペン	0.150	0.133	0.131	0.115	0.120	0.120	0.128	0.128	9.2
1,1,2-トリクロロエタン	0.089	0.089	0.079	0.067	0.071	0.068	0.071	0.076	12.4
テトラクロロエテン	0.135	0.176	0.159	0.123	0.130	0.127	0.144	0.142	13.6
1,3-ジクロロプロパン	0.148	0.145	0.132	0.118	0.124	0.122	0.131	0.132	8.8
2-ヘキサノン				0.041	0.041	0.039	0.042	0.041	2.5
ジブロモクロロメタン	0.104	0.098	0.096	0.084	0.091	0.091	0.098	0.094	6.8
1,2-ジブロモエタン (EDB)	0.084	0.081	0.073	0.060	0.064	0.063	0.066	0.070	13.6
クロロベンゼン	0.334	0.303	0.319	0.285	0.305	0.301	0.328	0.311	5.6
1,1,1,2-テトラクロロエタン	0.128	0.107	0.107	0.103	0.108	0.106	0.115	0.111	7.8
エチルベンゼン	0.618	0.577	0.577	0.519	0.544	0.549	0.611	0.571	6.3
m+p-キシレン	0.475	0.455	0.435	0.391	0.412	0.418	0.467	0.436	7.2
o-キシレン	0.444	0.435	0.435	0.399	0.418	0.415	0.461	0.430	4.8
スチレン	0.337	0.327	0.332	0.308	0.326	0.327	0.361	0.331	4.8
ブロモホルム	0.059	0.061	0.053	0.046	0.049	0.048	0.052	0.052	10.6
イソプロピルベンゼン	0.532	0.494	0.492	0.434	0.448	0.451	0.498	0.479	7.3

表 8. Atomx を使用した 0.25~50 µg/L の Method 524.2 の ICAL (続き)

Method 524.2 ICAL	0.25 µg/L RRF	0.5 µg/L RRF	1 µg/L RRF	5 µg/L RRF	10 µg/L RRF	25 µg/L RRF	50 µg/L RRF	平均 RRF	%RSD
ブromofluorobenzene (SUR)	0.323	0.332	0.323	0.319	0.332	0.330	0.348	0.330	2.9
ブromobenzene	0.195	0.209	0.233	0.196	0.214	0.211	0.221	0.211	6.3
1,1,2,2-tetrachloroethane	0.098	0.119	0.102	0.093	0.093	0.081	0.080	0.095	14.0
1,2,3-trichloropropane	0.031	0.025	0.026	0.020	0.021	0.019	0.020	0.023	18.3
n-propylbenzene	0.405	0.389	0.378	0.343	0.359	0.357	0.392	0.375	6.0
2-chlorotoluene	0.409	0.397	0.378	0.343	0.359	0.357	0.392	0.377	6.5
1,3,5-trimethylbenzene	0.535	0.476	0.460	0.411	0.432	0.431	0.478	0.460	9.0
4-chlorotoluene	0.479	0.472	0.432	0.381	0.405	0.406	0.450	0.432	8.6
tert-butylbenzene	0.518	0.470	0.450	0.395	0.419	0.415	0.455	0.446	9.2
1,2,4-trimethylbenzene	0.498	0.484	0.455	0.403	0.424	0.427	0.472	0.452	7.7
sec-butylbenzene	0.701	0.681	0.617	0.517	0.549	0.551	0.612	0.604	11.5
1,3-dichlorobenzene	0.270	0.255	0.244	0.212	0.226	0.223	0.244	0.239	8.4
p-isopropyltoluene	0.573	0.520	0.477	0.400	0.424	0.430	0.478	0.472	12.7
1,4-dichlorobenzene	0.259	0.253	0.247	0.208	0.221	0.221	0.242	0.236	8.1
1,2-dichlorobenzene-d4 (SURRE)	0.290	0.275	0.287	0.280	0.288	0.289	0.303	0.287	3.1
1,2-dichlorobenzene	0.225	0.229	0.213	0.183	0.194	0.192	0.210	0.207	8.5
n-butylbenzene	0.569	0.540	0.496	0.407	0.430	0.437	0.495	0.482	12.5
hexachloroethane	0.107	0.104	0.093	0.082	0.087	0.089	0.099	0.095	9.8
1,2-dibromo-3-chloropropane (DBCP)	0.014	0.015	0.014	0.013	0.013	0.011	0.011	0.013	12.0
1,2,4-trichlorobenzene	0.180	0.179	0.161	0.132	0.144	0.146	0.162	0.158	11.5
hexachlorobutadiene	0.126	0.118	0.100	0.089	0.088	0.088	0.098	0.101	15.3
naphthalene	0.305	0.280	0.262	0.210	0.227	0.229	0.250	0.252	13.1
1,2,3-trichlorobenzene	0.154	0.140	0.139	0.115	0.124	0.123	0.137	0.133	10.0

ほとんどの化合物の一般的なレポート限界は 0.5 µg/L です。ただし、より高いレポート限界を持つ化合物もあります。例えば、アセトンなどのケトン類では、レポート限界は 5.0 µg/L です。レポート限界には局所的な差がありますが、一般的に引用される限界を表 8 に示します。

図 7 に、ガスの EIC を示します。プロモエタンとクロロエタンの関係は重要です。クロロエタンはプロモエタンとの相対で、75 % 以上の EIC アバンドス (Y 軸) で存在する必要があります。クロロエタンの不足は、サンプル通路またはトラップの活性点を意味します。脱ハロゲン化水素のプロセス中に、GC および P&T システムにおける水管理の不備が明らかになります。これは、1,1,2,2-テトラクロロエタン、テトラクロロエテン、トリクロロエテン、および脱ハロゲン化水素の影響を受けるその他の VOC についての ICAL と MDL の調査で得た高い %RSD 値、または直線性 ($R^2 < 0.98$) に現れていました。

平均相対レスポンスファクタ曲線調整 (すべての %RSD が 20 % 未満) を使用して、すべての分析対象化合物について許容可能な 2 桁を超える直線性を実証した後に、MDL 調査を行いました。最も低い 0.25 µg/L のキャリブレーションレベルで、7 回の分析を行いました。計算された MDL は、式 1 に示す公式を適用して得ました。

式 1. MDL 計算の公式

$$MDL = s \times t_{(n-1, 1-\alpha = 99)} = s \times 3.143$$

意味:

(n-1, 1-alpha) = 自由度 n-1 での信頼度 99 % に対する t 値

n = 注入回数

s = 7 回注入の標準偏差

表 9 に、Method 524.2 について計算された MDL を示します。これはこの分析条件を使用した場合の標準的な数値です。低い ppt レベルが示すように、このメソッドではより低いレベルの検出が可能です。

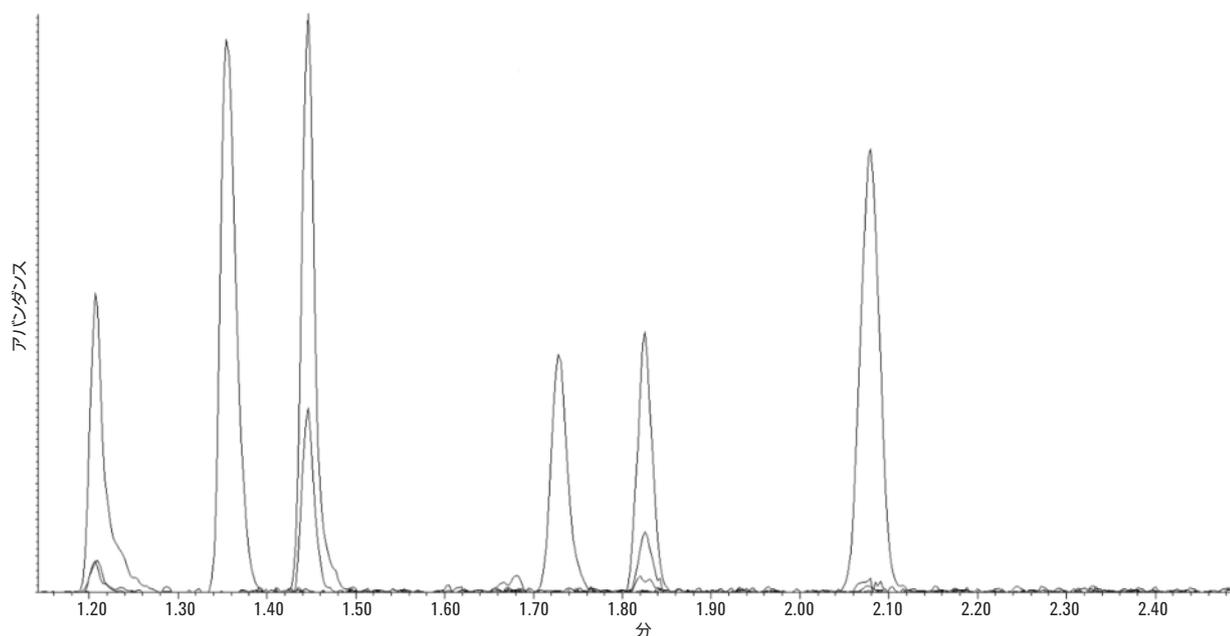


図 7. ガスの抽出イオンクロマトグラム、溶出順で左から右にジクロロジフルオロメタン (85 m/z)、クロロメタン (50 m/z)、塩化ビニル (62 m/z)、プロモメタン (94 m/z)、クロロエタン (64 m/z)、およびトリクロロフルオロメタン (101 m/z)。

表 9. Atomx を使用して Method 524.2 に対し 0.25 µg/L で計算された MDL (続き)

Method 524.2 MDL 調査	スパイク µg/L	MDL 1 µg/L	MDL 2 µg/L	MDL 3 µg/L	MDL 4 µg/L	MDL 5 µg/L	MDL 6 µg/L	MDL 7 µg/L	平均 µg/L	SD µg/L	MDL µg/L
フルオロベンゼン (ISTD)	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	0.000	N/A
ジクロロジフルオロメタン	0.25	0.31	0.32	0.28	0.29	0.25	0.26	0.29	0.29	0.025	0.08
クロロメタン	0.25	0.29	0.31	0.28	0.28	0.28	0.27	0.29	0.29	0.013	0.04
塩化ビニル	0.25	0.23	0.25	0.28	0.28	0.27	0.27	0.25	0.26	0.019	0.06
プロモメタン	0.25	0.30	0.28	0.27	0.27	0.29	0.30	0.32	0.29	0.018	0.06
クロロエタン	0.25	0.23	0.23	0.24	0.24	0.23	0.23	0.28	0.24	0.018	0.06
トリクロロフルオロメタン	0.25	0.25	0.28	0.29	0.27	0.28	0.25	0.28	0.27	0.016	0.05
ジエチルエーテル	0.25	0.29	0.26	0.29	0.29	0.28	0.29	0.28	0.28	0.011	0.03
1,1-ジクロロエテン	0.25	0.25	0.30	0.29	0.30	0.27	0.28	0.29	0.28	0.018	0.06
アセトン	2.00	2.61	2.94	2.90	3.00	2.93	2.76	2.96	2.87	0.138	0.43
ヨードメタン	0.25	0.28	0.20	0.27	0.30	0.26	0.17	0.23	0.24	0.046	0.15
二硫化炭素	0.25	0.25	0.25	0.27	0.26	0.24	0.25	0.27	0.26	0.011	0.04
塩化アリル	0.25	0.25	0.24	0.28	0.26	0.25	0.27	0.28	0.26	0.016	0.05
塩化メチレン	0.25	0.28	0.28	0.31	0.28	0.27	0.33	0.30	0.29	0.021	0.07
trans-1,2-ジクロロエテン	0.25	0.31	0.31	0.29	0.26	0.31	0.27	0.27	0.29	0.022	0.07
メチル-tert-ブチルエーテル (MTBE)	0.25	0.27	0.26	0.28	0.28	0.27	0.28	0.26	0.27	0.009	0.03
1,1-ジクロロエタン	0.25	0.25	0.24	0.26	0.27	0.23	0.21	0.25	0.24	0.020	0.06
2,2-ジクロロプロパン	0.25	0.20	0.07	0.20	0.18	0.22	0.20	0.21	0.18	0.051	0.16
cis-1,2-ジクロロエテン	0.25	0.28	0.26	0.28	0.30	0.30	0.26	0.31	0.28	0.020	0.06
2-ブタノン (MEK)	1.00	0.92	1.06	0.88	1.01	0.97	1.02	1.06	0.99	0.069	0.22
プロモクロロメタン	0.25	0.29	0.30	0.28	0.33	0.28	0.29	0.32	0.30	0.020	0.06
クロロホルム	0.25	0.22	0.22	0.23	0.25	0.23	0.24	0.25	0.23	0.013	0.04
1,1,1-トリクロロエタン	0.25	0.23	0.24	0.27	0.25	0.24	0.23	0.27	0.25	0.017	0.05
1-クロロブタン	0.25	0.28	0.28	0.26	0.29	0.28	0.25	0.29	0.28	0.015	0.05
四塩化炭素	0.25	0.22	0.24	0.24	0.25	0.21	0.22	0.24	0.23	0.015	0.05
1,1-ジクロロ-1-プロペン	0.25	0.29	0.29	0.29	0.30	0.28	0.28	0.24	0.28	0.020	0.06
ベンゼン	0.25	0.28	0.28	0.29	0.30	0.29	0.28	0.28	0.29	0.008	0.02
1,2-ジクロロエタン	0.25	0.29	0.31	0.27	0.31	0.25	0.32	0.28	0.29	0.025	0.08
トリクロロエテン	0.25	0.23	0.25	0.27	0.25	0.26	0.25	0.24	0.25	0.013	0.04
1,2-ジクロロプロパン	0.25	0.37	0.39	0.37	0.31	0.32	0.33	0.30	0.34	0.035	0.11
ジプロモメタン	0.25	0.23	0.25	0.23	0.28	0.23	0.25	0.26	0.25	0.019	0.06
プロモジクロロメタン	0.25	0.23	0.22	0.23	0.25	0.22	0.23	0.23	0.23	0.010	0.03
cis-1,3-ジクロロプロペン	0.25	0.24	0.26	0.24	0.26	0.23	0.24	0.26	0.25	0.013	0.04
4-メチル-2-ペンタノン (MIBK)	0.25	0.25	0.34	0.28	0.28	0.38	0.31	0.38	0.32	0.051	0.16
トルエン	0.25	0.25	0.24	0.24	0.26	0.24	0.24	0.24	0.24	0.008	0.02
trans-1,3-ジクロロプロペン	0.25	0.26	0.27	0.23	0.27	0.27	0.22	0.24	0.25	0.021	0.07
1,1,2-トリクロロエタン	0.25	0.34	0.35	0.35	0.39	0.35	0.35	0.35	0.35	0.016	0.05
テトラクロロエテン	0.25	0.28	0.30	0.30	0.33	0.29	0.42	0.31	0.32	0.047	0.15
1,3-ジクロロプロパン	0.25	0.26	0.30	0.29	0.30	0.29	0.29	0.30	0.29	0.014	0.04
2-ヘキサノン	1.00	0.79	0.84	0.84	0.87	0.81	0.75	0.79	0.81	0.040	0.13
ジプロモクロロメタン	0.25	0.25	0.26	0.25	0.28	0.24	0.25	0.24	0.25	0.014	0.04
1,2-ジプロモエタン (EDB)	0.25	0.25	0.32	0.27	0.30	0.33	0.26	0.32	0.29	0.033	0.10
クロロベンゼン	0.25	0.23	0.25	0.24	0.25	0.24	0.24	0.24	0.24	0.007	0.02
1,1,1,2-テトラクロロエタン	0.25	0.23	0.23	0.26	0.26	0.22	0.24	0.24	0.24	0.015	0.05
エチルベンゼン	0.25	0.24	0.25	0.24	0.25	0.24	0.23	0.27	0.25	0.013	0.04
m+p-キシレン	0.50	0.48	0.49	0.49	0.53	0.50	0.49	0.50	0.50	0.016	0.05
o-キシレン	0.25	0.26	0.25	0.24	0.26	0.24	0.24	0.24	0.25	0.010	0.03
スチレン	0.25	0.37	0.38	0.37	0.40	0.36	0.35	0.37	0.37	0.016	0.05
プロモホルム	0.25	0.25	0.27	0.31	0.27	0.29	0.26	0.30	0.28	0.022	0.07
イソプロピルベンゼン	0.25	0.23	0.25	0.26	0.28	0.26	0.26	0.28	0.26	0.017	0.05
プロモフルオロベンゼン (SUR)	1.00	1.00	1.03	1.03	1.05	1.03	1.05	1.05	1.03	0.018	0.06
プロモベンゼン	0.25	0.27	0.31	0.29	0.28	0.29	0.29	0.30	0.29	0.013	0.04
1,1,2,2-テトラクロロエタン	0.25	0.28	0.29	0.32	0.31	0.30	0.29	0.28	0.30	0.015	0.05
1,2,3-トリクロロプロパン	0.25	0.28	0.32	0.35	0.22	0.39	0.31	0.32	0.31	0.053	0.17
n-プロピルベンゼン	0.25	0.27	0.29	0.29	0.28	0.27	0.26	0.27	0.28	0.011	0.04
2-クロロトルエン	0.25	0.27	0.28	0.28	0.28	0.27	0.26	0.27	0.27	0.008	0.02
1,3,5-トリメチルベンゼン	0.25	0.26	0.26	0.25	0.26	0.25	0.26	0.27	0.26	0.007	0.02
4-クロロトルエン	0.25	0.25	0.26	0.26	0.29	0.25	0.26	0.27	0.26	0.014	0.04
tert-ブチルベンゼン	0.25	0.25	0.25	0.25	0.28	0.24	0.23	0.25	0.25	0.015	0.05

表 9. Atomx を使用して Method 524.2 に対し 0.25 µg/L で計算された MDL (続き)

Method 524.2 MDL 調査	スパイク µg/L	MDL 1 µg/L	MDL 2 µg/L	MDL 3 µg/L	MDL 4 µg/L	MDL 5 µg/L	MDL 6 µg/L	MDL 7 µg/L	平均 µg/L	SD µg/L	MDL µg/L
1,2,4-トリメチルベンゼン	0.25	0.25	0.25	0.26	0.27	0.26	0.25	0.27	0.26	0.009	0.03
sec-ブチルベンゼン	0.25	0.27	0.28	0.27	0.29	0.28	0.26	0.29	0.28	0.011	0.03
1,3-ジクロロベンゼン	0.25	0.27	0.26	0.26	0.27	0.27	0.23	0.28	0.26	0.016	0.05
p-イソプロピルトルエン	0.25	0.27	0.28	0.27	0.28	0.27	0.27	0.27	0.27	0.005	0.02
1,4-ジクロロベンゼン	0.25	0.25	0.27	0.25	0.28	0.27	0.25	0.27	0.26	0.013	0.04
1,2-ジクロロベンゼン-d4 (SURR)	1.00	1.09	1.13	1.08	1.09	1.11	1.10	1.09	1.10	0.017	0.05
1,2-ジクロロベンゼン	0.25	0.28	0.31	0.29	0.31	0.30	0.29	0.31	0.30	0.012	0.04
n-ブチルベンゼン	0.25	0.28	0.28	0.28	0.30	0.29	0.26	0.31	0.29	0.016	0.05
ヘキサクロロエタン	0.25	0.25	0.25	0.26	0.24	0.25	0.24	0.25	0.25	0.007	0.02
1,2-ジブromo-3-クロロプロパン (DBCP)	0.25	0.24	0.26	0.29	0.36	0.27	0.30	0.32	0.29	0.040	0.13
1,2,4-トリクロロベンゼン	0.25	0.29	0.29	0.26	0.29	0.29	0.27	0.28	0.28	0.012	0.04
ヘキサクロロブタジエン	0.25	0.33	0.28	0.27	0.30	0.30	0.28	0.30	0.29	0.020	0.06
ナフタレン	0.25	0.33	0.33	0.31	0.33	0.30	0.31	0.31	0.32	0.013	0.04
1,2,3-トリクロロベンゼン	0.25	0.29	0.28	0.27	0.29	0.27	0.27	0.30	0.28	0.012	0.04

規制により VOC の制限が継続されているため、より低い検出レベルの必要性が増えています。したがって、キャリブレーション範囲内で相対的に高いレベルを維持したまま、標準の 0.5 または 0.25 µg/L を下回るレベルでのキャリブレーションが必要になります。MSD のターゲットチューニングを理由に、MSD の歴史を通じて 3 桁のキャリブレーション範囲の達成と維持が課題でした。従来はなかった 3 桁のキャリブレーションは、BFB オートチューンで達成可能になりました。表 10 に、ICAL 結果の典型的な例を示します。この例では、次の 4 つの特定グループの VOC を使用します。

- **トリハロメタン (THM)** – 自治体の地下水モニタリングに使用される標準的な VOC です。地下水に影響を与える可能性があるため、消毒薬やその副生成物のレベルが分析対象です。
- **ガス** – 気体中の VOC の分析は、その揮発性とクロマトグラフィ特性のため困難です。
- **芳香族** – 芳香族はスペクトル中の分子イオンが強いため、一般に低い ppt レベルの検出でも問題は生じません。極端に低いレベルの非芳香族を分析する条件で、芳香族がシグナルの飽和点に達することなく検出できるようにすることが課題です。
- **脱ハロゲン化水素** – これらの化合物は、P&T での水管理が不十分または不適切であることを示します。

表 10 に、0.1~100 µg/L の範囲の ICAL のデータ (すべて 3 桁) を示します。すべての化合物で、平均相対レスポンスファクタ曲線調整を使用した良好な直線性が実証されています。すべての %RSD が 20 % 未満というメソッド要件を満たしているため、1 次および 2 次曲線調整は必要ありません。脱ハロゲン化水素がほとんどないため、水管理は十分であることが証明されました。ガソリンに添加される酸素化合物であるメチル tert-ブチルエーテル (MTBE) は、許容可能な性能を示しました。すべての %RSD が 20 % 未満で、シグナル飽和がないことが示されました。4 つの THM すべてで、優れた直線性性能が実証されました。ISTD フルオロベンゼンの 7.7 %RSD は、特に優れた性能を示しています。

同じプロトコルに従って、付随的な MDL 調査を実施しました。0.1 µg/L で実施したこの MDL 調査の結果を表 11 に示します。

表 10. Atomx を使用した 0.1~100 µg/L の Method 524.2 の ICAL

Method 524.2 ICAL 選択化合物	0.1 µg/L RRF	0.25 µg/L RRF	0.5 µg/L RRF	1 µg/L RRF	5 µg/L RRF	10 µg/L RRF	25 µg/L RRF	50 µg/L RRF	100 µg/L RRF	平均 RRF	%RSD
フルオロベンゼン (ISTD)	ISTD	ISTD	ISTD	ISTD	ISTD	ISTD	ISTD	ISTD	ISTD	1.000	7.7
塩化ビニル	0.189	0.174	0.150	0.153	0.142	0.146	0.146	0.162	0.149	0.157	10.0
クロロエタン	0.108	0.090	0.081	0.084	0.078	0.081	0.078	0.085	0.075	0.085	11.6
塩化アリル	0.249	0.212	0.193	0.202	0.187	0.196	0.192	0.201	0.182	0.202	9.8
メチル-tert-ブチルエーテル (MTBE)	0.334	0.300	0.267	0.247	0.214	0.225	0.219	0.239	0.211	0.250	16.9
クロロホルム	0.241	0.195	0.196	0.201	0.196	0.207	0.202	0.221	0.207	0.207	7.2
1,1,1-トリクロロエタン	0.210	0.187	0.171	0.183	0.171	0.178	0.175	0.192	0.172	0.182	7.1
四塩化炭素	0.170	0.162	0.157	0.169	0.146	0.153	0.153	0.170	0.149	0.159	5.8
ベンゼン	0.724	0.509	0.483	0.502	0.467	0.488	0.482	0.528	0.570	0.528	15.1
トリクロロエテン	0.156	0.152	0.132	0.131	0.118	0.122	0.122	0.134	0.116	0.131	10.8
ジプロモメタン	0.056	0.048	0.049	0.049	0.046	0.050	0.048	0.052	0.046	0.049	6.5
ブロモジクロロメタン	0.168	0.152	0.141	0.148	0.138	0.151	0.145	0.159	0.148	0.150	6.2
トルエン	0.660	0.584	0.528	0.530	0.482	0.510	0.504	0.554	0.502	0.539	10.1
テトラクロロエテン	0.217	0.148	0.158	0.159	0.142	0.130	0.127	0.144	0.170	0.155	17.5
ジブロモクロロメタン	0.126	0.104	0.098	0.096	0.084	0.091	0.091	0.098	0.091	0.098	12.3
クロロベンゼン	0.343	0.334	0.303	0.319	0.285	0.305	0.301	0.328	0.295	0.313	6.3
1,1,1,2-テトラクロロエタン	0.130	0.128	0.107	0.107	0.103	0.108	0.106	0.115	0.106	0.112	8.9
エチルベンゼン	0.632	0.618	0.577	0.577	0.519	0.544	0.549	0.611	0.553	0.575	6.6
m+p-キシレン	0.502	0.475	0.455	0.435	0.391	0.412	0.418	0.467	0.405	0.440	8.4
o-キシレン	0.528	0.444	0.435	0.435	0.399	0.418	0.415	0.461	0.419	0.440	8.6
ブロモホルム	0.070	0.059	0.061	0.053	0.046	0.049	0.048	0.052	0.048	0.054	14.5
ブロモフルオロベンゼン (SURR)	0.351	0.323	0.332	0.323	0.319	0.332	0.330	0.348	0.367	0.336	4.7
1,1,2,2-テトラクロロエタン	0.131	0.098	0.119	0.102	0.093	0.093	0.081	0.080	0.085	0.098	17.7
1,2-ジクロロベンゼン-d4 (SURR)	0.326	0.29	0.275	0.287	0.28	0.288	0.289	0.303	0.351	0.299	8.3

表 11. Atomx を使用して Method 524.2 に対し 0.1 µg/L で計算された MDL

Method 524.2 MDL 調査 選択化合物	スパイク µg/L	MDL 1 µg/L	MDL 2 µg/L	MDL 3 µg/L	MDL 4 µg/L	MDL 5 µg/L	MDL 6 µg/L	MDL 7 µg/L	平均 µg/L	SD µg/L	MDL µg/L
フルオロベンゼン (ISTD)	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	0.05
塩化ビニル	0.10	0.13	0.12	0.14	0.09	0.12	0.10	0.11	0.12	0.017	0.09
クロロエタン	0.10	0.10	0.13	0.11	0.07	0.11	0.16	0.13	0.12	0.028	0.06
塩化アリル	0.10	0.15	0.12	0.10	0.11	0.11	0.12	0.14	0.12	0.018	0.07
メチル-tert-ブチルエーテル (MTBE)	0.10	0.13	0.13	0.13	0.07	0.12	0.11	0.11	0.11	0.021	0.03
クロロホルム	0.10	0.09	0.12	0.09	0.10	0.11	0.11	0.10	0.10	0.011	0.04
1,1,1-トリクロロエタン	0.10	0.13	0.12	0.14	0.10	0.11	0.11	0.12	0.12	0.013	0.04
四塩化炭素	0.10	0.11	0.11	0.12	0.08	0.11	0.10	0.10	0.10	0.013	0.03
ベンゼン	0.10	0.13	0.14	0.14	0.13	0.12	0.12	0.14	0.13	0.009	0.03
トリクロロエテン	0.10	0.12	0.12	0.13	0.10	0.12	0.12	0.11	0.12	0.010	0.04
ジプロモメタン	0.10	0.11	0.11	0.12	0.11	0.09	0.09	0.09	0.10	0.013	0.02
ブロモジクロロメタン	0.10	0.12	0.11	0.11	0.11	0.10	0.08	0.11	0.11	0.013	0.02
トルエン	0.10	0.11	0.12	0.13	0.11	0.11	0.11	0.12	0.12	0.008	0.04
テトラクロロエタン	0.10	0.12	0.14	0.14	0.12	0.15	0.14	0.14	0.14	0.011	0.03
ジブロモクロロメタン	0.10	0.12	0.12	0.13	0.10	0.13	0.12	0.12	0.12	0.010	0.02
クロロベンゼン	0.10	0.11	0.11	0.11	0.11	0.10	0.10	0.11	0.11	0.005	0.05
1,1,1,2-テトラクロロエタン	0.10	0.11	0.12	0.13	0.09	0.11	0.13	0.09	0.11	0.017	0.02
エチルベンゼン	0.10	0.11	0.11	0.12	0.11	0.12	0.12	0.12	0.12	0.005	0.03
m+p-キシレン	0.20	0.20	0.20	0.22	0.19	0.20	0.21	0.20	0.20	0.010	0.02
o-キシレン	0.10	0.11	0.12	0.12	0.11	0.10	0.12	0.12	0.11	0.008	0.04
ブロモホルム	0.10	0.11	0.13	0.11	0.11	0.10	0.13	0.12	0.12	0.011	0.03
ブロモフルオロベンゼン (SURR)	1.00	1.07	1.05	1.01	1.05	1.05	1.05	1.03	1.04	0.019	0.06
1,1,2,2-テトラクロロエタン	0.10	0.12	0.13	0.11	0.12	0.13	0.11	0.11	0.12	0.009	0.03
1,2-ジクロロベンゼン-d4 (SURR)	1.00	1.09	1.09	1.09	1.08	1.07	1.11	1.09	1.09	0.012	0.04

計算されたすべての MDL は ppt 未満のレベルで、ppq の桁に近い検出レベルでした。チューニングとキャリブレーションの有効性が保たれていることを確認するために、約 12 時間ごとにキャリブレーションチェックが必要です。これは継続キャリブレーション検証 (CCV) と呼ばれます。新しい BFB オートチューンでは非常に高いレベルの安定性が実現され、一部のベータサイトでは再チューニングや CCV 基準からの逸脱なしでサンプルを数か月間分析できました。「付録 J」に、Method 8260B を適用したサイトでのそのようなデータの例を示します。

結論

世界中の環境ラボでの標準的な分析ではあっても、P&T を使用した GC/MS による VOC 分析は進化を続けています。この分析に要求される検出レベルはますます低くなっているため、技術の改善が成功の鍵の 1 つになります。ウルトライナート (UI) プロセスなどのカラムおよび GC 注入口ライナ技術によって、安定性と堅牢性のレベルが向上します。MSD チューニングの向上は、感度と安定性を高めます。BFB オートチューンは、5971A MSD の登場以降、MSD 技術における最も重要な強化の 1 つです。BFB オートチューンは感度を ppq の範囲まで向上させ、ラボは数日ではなく数週間以上にわたって安定性を保つことができます。P&T 技術の向上によって正確性と精度の両方で比類のないレベルが実現され、これまで想定されていたよりも広い動的動作範囲であっても優れたキャリブレーションが提供されるようになりました。

ただし、VOC 分析の基本を忘れてはなりません。成功のためには、3 つの構成要素 (GC、MSD、および P&T) に対する正しいパラメータが必要です。技術の向上により、可能な検出レベルはますます低くなってきているため、1990 年代初頭から実証されてきた証明済みで堅実なメソッドに引き続き従うことが肝要です。このメソッドが、GC/MS による VOC 分析を新たなレベルに導くでしょう。

参考文献

1. R.D. Dandeneau and E.H. Zerenner, *J. High Resolut.Chromatogr.* 2, 351–356 (1979).
2. R.D. Dandeneau and E.H. Zerenner, *LCGC* 8(12), 908–912 (1990).
3. L.S. Ettre, *The Evolution of Capillary Columns for Gas Chromatography*, *LCGC* 19(1), 48-59 (2001).
4. J.S. Hollis, *EPA Method 524.2 by capillary direct split mode using the HP5972A Mass Selective Detector [MSD]*, HP Application Note 5962-8659E (1993).
5. J.W. Munch, T.A. Bellar, J.W. Eichelberger, W.L. Budde, R.W. Slater, Jr., A. Alford-Stevens, *Method 524.2 – Measurement of Purgeable Organic Compounds In Water by Capillary Column Gas Chromatography/Mass Spectrometry – Revision 4.1*.
6. EPA Publication SW-846 “Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods, Method 8260B – Volatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS).
7. 『ゲインノーマライズされた装置のチューニングによる性能向上：その利点と特徴』、Agilent Technologies, Inc. 技術概要、5989-7654JAJP (www.chem.agilent.com/chem/jp)
8. 『MSD EI および CI イオン源の適切なクリーニングと取り付け』、Agilent Technologies, Inc. 技術概要、5989-5974JAJP (www.chem.agilent.com/chem/jp)

付録 A アジレント GC/MS メソッド条件 (BFB 取り込み用)

機器コントロールパラメータ : Method BFB_524_2.M

GC 取り込みパラメータ

サンプル注入口	GC
注入源	外部デバイス
質量分析計	使用可
平衡化時間	0 分
最高温度	260 °C
低速ファン	使用不可
オープンプログラム	オン 40 °C で 1 分間、その後 25 °C /min で 200 °C まで、 200 °C で 0.6 分間 分析時間は 8 分間
フロント SS 注入口	He
モード	スプリット
ヒーター	200 °C
圧力	14.517 psi
総流量	110.7 mL/min
セプタムパージ流量	5 mL/min
ガスセーバ	オフ
スプリット比	150:1
スプリット流量	105 mL/min

サーマル Aux 2 (MSD トランスファライン)

ヒーター	オン
温度	250 °C
カラム	Agilent J&W 121-1324UI、DB-624UI、 20 m x 180 µm、1 µm
最高温度	260 °C
入口	フロント SS 注入口 He
出口	真空
初期温度	40 °C
圧力	14.517 psi
定流量	0.7 mL/min
平均線速度	37.157 cm/s
ホールドアップ時間	0.8971 分
分析時間	8 分

MS 取り込みパラメータ

チューンファイル	BFB_Atune.u
取り込みモード	スキャン
溶媒ディレイ	3.00 分
EMV モード	ゲインファクタ
ゲインファクタ	5.00
スキャンパラメータ	
低質量	35.0
高質量	260.0
しきい値	100
サンプル	2
	A/D サンプル 4

MS ゾーン

MS イオン源	250 °C
MS 四重極	200 °C
微量イオン検出	オン

付録 B アジレント GC/MS メソッド条件 (VOC 用)

機器コントロールパラメータ : Method 524_2.M

GC 取り込みパラメータ

サンプル注入口	GC
注入源	外部デバイス
質量分析計	使用可
平衡化時間	0 分
最高温度	260 °C
低速ファン	使用不可
オープンプログラム	オン
	35 °C で 4 分間、その後 15 °C /min で 240 °C まで、 240 °C で 0.3333 分間 分析時間は 18 分間
フロント SS 注入口	He
モード	スプリット
ヒーター	200 °C
圧力	14.125 psi
総流量	110.7 mL/min
セプタムパージ流量	5 mL/min
ガスセーバ	オフ
スプリット比	150:1
スプリット流量	105 mL/min

サーマル Aux 2 (MSD トランスファライン)

ヒーター	オン
温度	250 °C
カラム	Agilent J&W 121-1324UI、DB-624UI、 20 m x 180 µm、1 µm
最高温度	260 °C
入口	フロント SS 注入口 He
出口	真空
初期温度	35 °C
圧力	14.125 psi
定流量	0.7 mL/min
平均線速度	37.062 cm/s
ホールドアップ時間	0.8994 分
分析時間	18 分

MS 取り込みパラメータ

チューンファイル	BFB_Atune.u
取り込みモード	スキャン
溶媒ディレイ	1.05 分
EMV モード	ゲインファクタ
ゲインファクタ	5.00
スキャンパラメータ	
低質量	35.0
高質量	260.0
しきい値	100
サンプル	2
	A/D サンプル 4

MS ゾーン

MS イオン源	250 °C
MS 四重極	200 °C
微量イオン検出	オン

Method 524.M 化合物リスト、およびリテンションタイムと推奨される定量イオン

名称	リテンションタイム	シグナル	Q1 シグナル	Q2 シグナル	Q3 シグナル
フルオロベンゼン (ISTD)	6.61	96	77		
ジクロロジフルオロメタン	1.22	85	87	50	
クロロメタン	1.37	50	52	49	
塩化ビニル	1.47	62	64		
プロモメタン	1.77	94	96	93	79
クロロエタン	1.87	64	66	49	
トリクロロフルオロメタン	2.12	101	103	66	105
ジエチルエーテル	2.45	59	74	45	43
1,1-ジクロロエテン	2.68	61	96	98	
アセトン	2.78	43	58		
ヨードメタン	2.84	142	127	141	
二硫化炭素	2.9	76			
塩化アリル	3.13	41	39	76	78
塩化メチレン	3.31	49	84	86	51
trans-1,2-ジクロロエテン	3.69	61	96	98	63
アクリロニトリル	3.69	53	52	51	
メチル-tert-ブチルエーテル (MTBE)	3.74	73	57	43	41
1,1-ジクロロエタン	4.36	63	65		
2,2-ジクロロプロパン	5.18	77	41	79	39
cis-1,2-ジクロロエテン	5.19	61	96	98	63
2-ブタノン (MEK)	5.27	43	72		
プロピオニトリル	5.35	54	52		
アクリル酸メチル	5.4	55	85	42	
プロモクロロメタン	5.5	49	130	128	51
メタアクリロニトリル	5.53	41	67	39	51
THF	5.58	42	41	71	
クロロホルム	5.64	83	85	47	
1,1,1-トリクロロエタン	5.82	97	99	61	
1-クロロブタン	5.97	56	49		
四塩化炭素	6.01	117	119	121	82
1,1-ジクロロ-1-プロペン	6.03	75	39	110	77
ベンゼン	6.26	78	77	51	52.1
1,2-ジクロロエタン	6.31	62	64	49	
トリクロロエテン	7.02	130	95	132	97
1,2-ジクロロプロパン	7.26	63	62	41	76
ジプロモメタン	7.38	174	93	95	172
メタクリル酸メチル	7.44	41	69	39	100
プロモジクロロメタン	7.57	83	85	47	48
cis-1,3-ジクロロプロペン	8.04	75	39	77	110
2-ニトロプロパン	8.23	43	41	39	42
4-メチル-2-ペンタノン [MIBK]	8.23	43	58	41	
トルエン	8.37	91	92	65	
1,1-ジクロロプロパノン	8.23	43	83		

名称	リテンションタイム	シグナル	Q1 シグナル	Q2 シグナル	Q3 シグナル
<i>trans</i> -1,3-ジクロロプロペン	8.62	75	39	77	77
メタクリル酸エチル	8.74	69	41	39	99
1,1,2-トリクロロエタン	8.8	97	83	61	99
テトラクロロエテン	8.92	166	164	129	131
1,3-ジクロロプロパン	8.96	76	41	78	39
2-ヘキサノン	9.08	43	58	57	41
ジブロモクロロメタン	9.19	129	127	131	79
1,2-ジブロモエタン	9.29	107	109		
クロロベンゼン	9.78	112	77	114	51
1,1,1,2-テトラクロロエタン	9.87	131	133	119	
エチルベンゼン	9.91	91	106		
m+p-キシレン	10.02	91	106	105	77
o-キシレン	10.41	91	106	105	77
スチレン	10.43	104	103	78	51
プロモホルム	10.6	173	171	175	
イソプロピルベンゼン	10.79	105	120	77	79
プロモフルオロベンゼン	10.93	95	174	176	75
プロモベンゼン	11.07	77	156	158	
1,1,2,2-テトラクロロエタン	11.09	83	85	95	60
1,2,3-トリクロロプロパン	11.13	75	77		
n-プロピルベンゼン	11.2	91	120	65	92
<i>trans</i> -1,4-ジクロロ-2-ブテン	11.15	53	89	124	
2-クロロトルエン	11.27	91	126	89	63
1,3,5-トリメチルベンゼン	11.37	105	120	75	77
4-クロロトルエン	11.38	91	126	63	125
<i>tert</i> -ブチルベンゼン	11.7	119	91	134	77
1,2,4-トリメチルベンゼン	11.74	105	120	77	119
<i>sec</i> -ブチルベンゼン	11.91	105	134	91	77
1,3-ジクロロベンゼン	12.01	146	148	111	75
p-イソプロピルトルエン	12.06	119	134	91	117
1,4-ジクロロベンゼン	12.1	146	148	111	75
1,2-ジクロロベンゼン-d4	12.45	152	115	150	
1,2-ジクロロベンゼン	12.47	146	148	111	
n-ブチルベンゼン	12.47	91	92	134	65
ヘキサクロロエタン	12.72	117	119	201	
1,2-ジブロモ-3-クロロプロパン (DBCP)	13.25	157	75	155	39
1,2,4-トリクロロベンゼン	14.07	180	182	145	74
ヘキサクロロブタジエン	14.25	225	227	223	118
ナフタレン	14.31	128	127	129	
1,2,3-トリクロロベンゼン	14.55	180	182	145	74

付録 C アジレント GC/MS メソッド条件 (BFB 取り込み用)

機器コントロールパラメータ : Method BFB_8260B.M

GC 取り込みパラメータ

サンプル注入口	GC
注入源	外部デバイス
質量分析計	使用可
平衡化時間	0 分
最高温度	260 °C
低速ファン	使用不可
オープンプログラム	オン
	40 °C で 1 分間、その後 25 °C /min で 200 °C まで、 200 °C で 0.6 分間 分析時間は 8 分間
フロント SS 注入口	He
モード	スプリット
ヒーター	200 °C
圧力	14.517 psi
総流量	110.7 mL/min
セプタムパージ流量	5 mL/min
ガスセーバ	オフ
スプリット比	150:1
スプリット流量	105 mL/min

サーマル Aux 2 (MSD トランスファライン)

ヒーター	オン
温度	250 °C
カラム	Agilent J&W 121-1324UI、DB-624UI、 20 m x 180 µm、1 µm
最高温度	260 °C
入口	フロント SS 注入口 He
出口	真空
初期温度	35 °C
圧力	14.517 psi
定流量	0.7 mL/min
平均線速度	37.157 cm/s
ホールドアップ時間	0.8971 分
分析時間	8 分

MS 取り込みパラメータ

チューンファイル	BFB_Atune.u
取り込みモード	スキャン
溶媒ディレイ	3.00 分
EMV モード	ゲインファクタ
ゲインファクタ	5.00

スキャンパラメータ

低質量	35.0
高質量	300.0
しきい値	100
サンプル	2
	A/D サンプル 4

MS ソーン

MS イオン源	250 °C
MS 四重極	200 °C
微量イオン検出	オン

付録 D アジレント GC/MS メソッド条件 (VOC 取り込み用)

機器コントロールパラメータ : Method 8260B.M

GC 取り込みパラメータ

サンプル注入口	GC
注入源	外部デバイス
質量分析計	使用可
平衡化時間	0 分
最高温度	260 °C
低速ファン	使用不可
オープンプログラム	オン
	35 °C で 4 分間、その後 15 °C /min で 240 °C まで、 240 °C で 0.3333 分間 分析時間は 18 分間
フロント SS 注入口	He
モード	スプリット
ヒーター	200 °C
圧力	14.125 psi
総流量	110.7 mL/min
セプタムパージ流量	5 mL/min
ガスセーバ	オフ
スプリット比	150:1
スプリット流量	105 mL/min

サーマル Aux 2 (MSD トランスファライン)

ヒーター	オン
温度	250 °C
カラム	Agilent J&W 121-1324UI、DB-624UI、 20 m x 180 µm、1 µm
最高温度	260 °C
入口	フロント SS 注入口 He
出口	真空
初期温度	35 °C

圧力	14.125 psi
定流量	0.7 mL/min
平均線速度	37.062 cm/s
ホールドアップ時間	0.8994 分
分析時間	18 分

MS 取り込みパラメータ

チューンファイル	BFB_Atune.u
取り込みモード	スキャン
溶媒ディレイ	1.05 分
EMV モード	ゲインファクタ
ゲインファクタ	5.00

スキャンパラメータ

低質量	35.0
高質量	300.0
しきい値	100
サンプル	2
	A/D サンプル 4

MS ゾーン

MS イオン源	250 °C
MS 四重極	200 °C
微量イオン検出	オン

Method 8260B.M 化合物リスト、およびリテンションタイムと推奨される定量イオン

名称	リテンションタイム	シグナル	Q1 シグナル	Q2 シグナル	Q3 シグナル
フルオロベンゼン (ISTD)	6.7	96	70	50	77
クロロジフルオロメタン	1.56	51	67	69	
ジクロロジフルオロメタン	1.24	85	87	50	
クロロメタン	1.39	50	52	49	
塩化ビニル	1.5	62	64	61	
1,3-ブタジエン	1.87	54	53	51	
ブロモメタン	1.81	96	94	81	
クロロエタン	1.92	64	66	49	
ジクロロフルオロメタン	2.19	67	69	47	
トリクロロフルオロメタン	2.19	101	103	66	
エチルエーテル	2.52	59	45	74	
アクロレイン	2.33	56	55	53	
トリクロロトリフルオロエタン	2.81	151	101	153	
1,1-ジクロロエテン	2.77	96	63	61	
アセトン	2.89	43	58	42	
ヨードメタン	2.877	142	127	141	
二硫化炭素	3.01	76	78	77	
2-プロパノール (イソプロピルアルコール)	2.5	45	44	59	
3-クロロ-1-プロペン	3.01	76	41	78	
酢酸メチル	3.34	43	74	59	
アセトニトリル	3.14	40	39	41	42
塩化メチレン	3.43	84	86	49	51
tert-ブチルアルコール	3.76	59	57	60	
アクリロニトリル	3.82	53	52	51	
メチル-tert-ブチルエーテル	3.92	73	57	55	
trans-1,2-ジクロロエテン	3.84	96	61	98	
ヘキサン	4.24	57	56	71	55
ジイソプロピルエーテル	4.65	45	59	87	
1,1-ジクロロエタン	4.51	63	65	83	
酢酸ビニル	4.51	86	43		
クロロブレン	4.67	53	88	90	62
tert-ブチルエチルエーテル	5.08	59	87	57	
2,2-ジクロロプロパン	5.32	77	79	97	
cis-1,2-ジクロロエテン	5.34	96	98	61	
2-ブタノン	5.43	72	43	57	
酢酸エチル	5.45	61	70	88	
プロピオニトリル	5.41	54	53	55	50
メタアクリロニトリル	5.81	67	66	52	41
ブromoクロロメタン	5.64	128	49	130	
テトラヒドロフラン	5.77	71	72	42	
クロロホルム	5.77	83	85	47	
シクロヘキサン	6.01	56	84	69	
1,1,1-トリクロロエタン	5.96	97	99	61	

名称	リテンションタイム	シグナル	Q1 シグナル	Q2 シグナル	Q3 シグナル
ジブロモフルオロメタン	5.96	113	111	192	
四塩化炭素	5.96	117	119	121	
1,1-ジクロロプロペン	6.02	75	110	77	
イソブチルアルコール	6.4	43	41	42	
1,2-ジクロロエタン-d4	6.35	65	67	51	
ベンゼン	6.41	78	52	51	
1,2-ジクロロエタン	6.44	62	64	49	98
tert-アミルメチルエーテル	6.57	55	73	87	
トリクロロエテン	7.15	95	132	130	97
メチルシクロヘキサン	7.39	83	55	98	
1,2-ジクロロプロパン	7.39	63	62	41	112
ジブロモメタン	7.51	93	95	174	172
メタクリル酸メチル	7.5	69	100	59	39
1,4-ジオキサン	7.6	88	58		
プロモジクロロメタン	7.7	83	85	127	
2-ニトロプロパン	8.28	41	43	39	38
2-クロロエチルビニルエーテル	8.04	63	106	65	
cis-1,3-ジクロロプロペン	8.17	75	77	39	
4-メチル-2-ペンタノン (MIBK)	8.37	58	43	85	100
トルエン-d8	8.44	98	99	70	
トルエン	8.51	92	91	65	
クロロベンゼン-d5 (ISTD)	9.89	82	117	119	
n-オクタン	8.51	85	57	71	
trans-1,3-ジクロロプロペン	8.74	75	77	39	
メタクリル酸エチル	8.78	69	86	99	41
1,1,2-トリクロロエタン	8.92	83	97	85	99
テトラクロロエテン	9.06	164	129	131	166
2-ヘキサノン	9.22	57	43	100	53
1,3-ジクロロプロパン	9.09	76	78	63	
ジブロモクロロメタン	9.31	129	206	208	
1,2-ジブロモエタン (EDB)	9.42	107	109	188	
1-クロロヘキサン	9.91	91	41	69	
クロロベンゼン	9.92	112	114	77	
エチルベンゼン	10.04	106	91	77	
1,1,1,2-テトラクロロエタン	10	131	133	119	
m-キシレン、p-キシレン	10.16	106	91	77	
o-キシレン	10.54	106	91	65	
スチレン	10.56	103	104	78	
プロモホルム	10.73	173	171	175	254
イソプロピルベンゼン	10.92	105	120	77	
cis-1,4-ジクロロ-2-ブテン	10.91	89	62	75	124
4-ブロモフルオロベンゼン	11.06	95	174	176	
1,4-ジクロロベンゼン-d4 (ISTD)	12.13	152	150	115	
1,1,2,2-テトラクロロエタン	11.21	83	85	131	
trans-1,4-ジクロロ-2-ブテン	91	126	63		

名称	リテンションタイム	シグナル	Q1 シグナル	Q2 シグナル	Q3 シグナル
<i>tert</i> -ブチルベンゼン	11.83	119	91	134	
1,2,4-トリメチルベンゼン	11.87	105	120	77	
<i>sec</i> -ブチルベンゼン	12.05	105	134	91	
<i>p</i> -イソプロピルトルエン	12.19	119	134	91	
1,3-ジクロロベンゼン	12.15	146	111	148	
1,4-ジクロロベンゼン	12.15	146	111	148	
<i>n</i> -ブチルベンゼン	12.6	91	92	134	
1,2-ジクロロベンゼン	12.61	146	111	148	
1,2-ジブromo-3-クロロプロパン (DBCP)	13.38	155	157	75	
1,3,5-トリクロロベンゼン	13.546	180	182	145	
1,2,4-トリクロロベンゼン	14.21	180	182	145	
ヘキサクロロブタジエン	14.39	225	223	227	
ナフタレン	14.45	128	127	102	
1,2,3-トリクロロベンゼン	14.7	180	182	145	

付録 E

Teledyne Tekmar Teklink メソッド (Atomx 用)

メソッド : Method 524_5 mL - VOCARB

メソッドタイプ : 水

機器 : Atomx

備考 : VOCARB 3000 (#K) トラップを使用した
5 mL パージベッセル付き Atomx 用
Teklink メソッド

Purge

Valve oven temperature	125 °C
Transfer line temperature	125 °C
Sample mount temperature	40 °C
Water heater temperature	80 °C
Sample vial temperature	20 °C
Sample equilibrate time	0.00 minutes
Soil valve temperature	110 °C
Standby flow purge	10 mL/min
Ready temperature condensate	40 °C
Ready temperature	45 °C
Presweep time	0.25 minutes
Prime sample fill volume	3.0 mL
Sample volume	5.0 mL
Sweep sample time	0.25 minutes
Sweep sample flow	100 mL/min
Sparge vessel heater	Off
Sparge vessel temperature	20 °C
Prepurge time	0.00 minutes
Prepurge flow	0 mL/min
Purge time	11.0 minutes
Purge flow	40 mL/min
Purge temperature	20 °C
Condensate purge temperature	20 °C
Dry purge time	2.00 minutes
Dry purge flow	100 mL/min
Dry purge temperature	20 °C

Desorb

Methanol needle rinse	Off
Methanol needle rinse volume	0.0 mL
Water needle rinse volume	7.0 mL
Sweep needle time	0.25 minutes
Desorb preheat temperature	245 °C
GC start signal	Start of desorb
Desorb time	4.00 minutes
Drain flow	100 mL/min
Desorb temperature	250 °C

Bake

Methanol glass rinse	Off
Number of methanol glass rinses	0
Methanol glass rinse volume	0.0 mL
Number of water bake rinses	3
Water bake rinse volume	7.0 mL
Bake rinse sweep time	0.40 minutes
Bake rinse sweep flow	100 mL/min
Bake rinse drain time	0.60 minutes
Bake time	6.00 minutes
Bake flow	200 mL/min
Bake temperature	260 °C
Condensate bake temperature	200 °C

Cryo

Focus temperature	n/a
Inject time	n/a
Inject temperature	n/a
Standby temperature	n/a

メソッド: [Method 524_25 mL - VOCARB]

メソッドタイプ: 水

機器: Atomx

備考: VOCARB 3000 (#K) トラップを使用した
25 mL パージベッセル付き Atomx 用
Teklink メソッド

Purge

Valve oven temperature	125 °C
Transfer line temperature	125 °C
Sample mount temperature	40 °C
Water heater temperature	80 °C
Sample vial temperature	20 °C
Sample equilibrate time	0.00 minutes
Soil valve temperature	110 °C
Standby flow purge	10 mL/min
Ready temperature condensate	40 °C
Ready temperature	45 °C
Presweep time	0.25 minutes
Prime sample fill volume	3.0 mL
Sample volume	25.0 mL
Sweep sample time	0.25 minutes
Sweep sample flow	100 mL/min
Sparge vessel heater	Off
Sparge vessel temperature	20 °C
Prepurge time	0.00 minutes
Prepurge flow	0 mL/min
Purge time	11.0 minutes
Purge flow	40 mL/min
Purge temperature	20 °C
Condensate purge temperature	20 °C
Dry purge time	2.00 minutes
Dry purge flow	100 mL/min
Dry purge temperature	20 °C

Desorb

Methanol needle rinse	Off
Methanol needle rinse volume	0.0 mL
Water needle rinse volume	27.0 mL
Sweep needle time	0.25 minutes
Desorb preheat temperature	245 °C
GC start signal	Start of desorb
Desorb time	4.00 minutes
Drain flow	100 mL/min
Desorb temperature	250 °C

Bake

Methanol glass rinse	Off
Number of methanol glass rinses	0
Methanol glass rinse volume	3.0 mL
Number of water bake rinses	3
Water bake rinse volume	27.0 mL
Bake rinse sweep time	0.40 minutes
Bake rinse sweep flow	100 mL/min
Bake rinse drain time	0.60 minutes
Bake time	6.00 minutes
Bake flow	200 mL/min
Bake temperature	260 °C
Condensate bake temperature	200 °C

Cryo

Focus temperature	n/a
Inject time	n/a
Inject temperature	n/a
Standby temperature	n/a

メソッド: [Method 8260_5 mL - VOCARB]

メソッドタイプ: 水

機器: Atomx

備考: VOCARB 3000 (#K) トラップを使用した
5 mL パージベッセル付き Atomx 用
Teklink メソッド

Purge

Valve oven temperature	125 °C
Transfer line temperature	125 °C
Sample mount temperature	40 °C
Water heater temperature	80 °C
Sample vial temperature	20 °C
Sample equilibrate time	0.00 minutes
Soil valve temperature	110 °C
Standby flow purge	10 mL/min
Ready temperature condensate	40 °C
Ready temperature	45 °C
Presweep time	0.25 minutes
Prime sample fill volume	3.0 mL
Sample volume	25.0 mL
Sweep sample time	0.25 minutes
Sweep sample flow	100 mL/min
Sparge vessel heater	Off
Sparge vessel temperature	20 °C
Prepurge time	0.00 minutes
Prepurge flow	0 mL/min
Purge time	11.0 minutes
Purge flow	40 mL/min
Purge temperature	20 °C
Condensate purge temperature	20 °C
Dry purge time	2.00 minutes
Dry purge flow	100 mL/min
Dry purge temperature	20 °C

Desorb

Methanol needle rinse	Off
Methanol needle rinse volume	0.0 mL
Water needle rinse volume	27.0 mL
Sweep needle time	0.25 minutes
Desorb preheat temperature	245 °C
GC start signal	Start of desorb
Desorb time	0.50 minutes
Drain flow	100 mL/min
Desorb temperature	250 °C

Bake

Methanol glass rinse	Off
Number of methanol glass rinses	0
Methanol glass rinse volume	0.0 mL
Number of water bake rinses	3
Water bake rinse volume	27.0 mL
Bake rinse sweep time	0.40 minutes
Bake rinse sweep flow	100 mL/min
Bake rinse drain time	0.60 minutes
Bake time	6.00 minutes
Bake flow	200 mL/min
Bake temperature	260 °C
Condensate bake temperature	200 °C

Cryo

Focus temperature	n/a
Inject time	n/a
Inject temperature	n/a
Standby temperature	n/a

メソッド: 「Cold Standby_5 mL - VOCARB」

メソッドタイプ: 水

機器: Atomx

備考: VOCARB 3000 (#K) トラップを使用した
5 mL パージベッセル付き Atomx 用
Teklink メソッド

Purge

Valve oven temperature	20 °C
Transfer line temperature	20 °C
Sample mount temperature	20 °C
Water heater temperature	80 °C
Sample vial temperature	20 °C
Sample equilibrate time	0.00 minutes
Soil valve temperature	20 °C
Standby flow purge	10 mL/min
Ready temperature condensate	40 °C
Ready temperature	45 °C
Presweep time	0.25 minutes
Prime sample fill volume	3.0 mL
Sample volume	5.0 mL
Sweep sample time	0.25 minutes
Sweep sample flow	100 mL/min
Sparge vessel heater	Off
Sparge vessel temperature	20 °C
Prepurge time	0.00 minutes
Prepurge flow	0 mL/min
Purge time	11.0 minutes
Purge flow	40 mL/min
Purge temperature	20 °C
Condensate purge temperature	20 °C
Dry purge time	2.00 minutes
Dry purge flow	100 mL/min
Dry purge temperature	20 °C

Desorb

Methanol needle rinse	Off
Methanol needle rinse volume	0.0 mL
Water needle rinse volume	10.0 mL
Sweep needle time	0.25 minutes
Desorb preheat temperature	245 °C
GC start signal	Start of desorb
Desorb time	4.00 minutes
Drain flow	100 mL/min
Desorb temperature	250 °C

Bake

Methanol glass rinse	Off
Number of methanol glass rinses	0
Methanol glass rinse volume	0.0 mL
Number of water bake rinses	2
Water bake rinse volume	7.0 mL
Bake rinse sweep time	0.40 minutes
Bake rinse sweep flow	100 mL/min
Bake rinse drain time	0.60 minutes
Bake time	4.00 minutes
Bake flow	200 mL/min
Bake temperature	260 °C
Condensate bake temperature	200 °C

Cryo

Focus temperature	n/a
Inject time	n/a
Inject temperature	n/a
Standby temperature	n/a

メソッド: 「Cold Standby_25 mL - VOCARB」

メソッドタイプ: 水

機器: Atomx

備考: VOCARB 3000 (#K) トラップを使用した
25 mL パージベッセル付き Atomx 用
Teklink メソッド

Purge

Valve oven temperature	20 °C
Transfer line temperature	20 °C
Sample mount temperature	20 °C
Water heater temperature	80 °C
Sample vial temperature	20 °C
Sample equilibrate time	0.00 minutes
Soil valve temperature	20 °C
Standby flow purge	10 mL/min
Ready temperature condensate	40 °C
Ready temperature	45 °C
Presweep time	0.25 minutes
Prime sample fill volume	3.0 mL
Sample volume	25.0 mL
Sweep sample time	0.25 minutes
Sweep sample flow	100 mL/min
Sparge vessel heater	Off
Sparge vessel temperature	20 °C
Prepurge time	0.00 minutes
Prepurge flow	0 mL/min
Purge time	11.0 minutes
Purge flow	40 mL/min
Purge temperature	20 °C
Condensate purge temperature	20 °C
Dry purge time	2.00 minutes
Dry purge flow	100 mL/min
Dry purge temperature	20 °C

Desorb

Methanol needle rinse	Off
Methanol needle rinse volume	0.0 mL
Water needle rinse volume	10.0 mL
Sweep needle time	0.25 minutes
Desorb preheat temperature	245 °C
GC start signal	Start of desorb
Desorb time	4.00 minutes
Drain flow	100 mL/min
Desorb temperature	250 °C

Bake

Methanol glass rinse	Off
Number of methanol glass rinses	0
Methanol glass rinse volume	0.0 mL
Number of water bake rinses	2
Water bake rinse volume	27.0 mL
Bake rinse sweep time	0.40 minutes
Bake rinse sweep flow	100 mL/min
Bake rinse drain time	0.60 minutes
Bake time	4.00 minutes
Bake flow	200 mL/min
Bake temperature	260 °C
Condensate bake temperature	200 °C

Cryo

Focus temperature	n/a
Inject time	n/a
Inject temperature	n/a
Standby temperature	n/a

付録 F

Teledyne Tekmar Teklink メソッド (Stratum + AquaTEK 70 用)

メソッド : Method 524_5 mL - VOCARB

Stratum (AQUATEk 70 付き) メソッドおよび VOCARB 3000 (#K) トラップ

Parameter	Setpoint
Valve oven temperature	125 °C
Transfer line temperature	125 °C
Sample mount temperature	40 °C
Purge ready temperature	45 °C
Standby flow	10 mL/min
Pressurize time	0.25 minutes
Fill I.S. time	0.04 minutes
Sample transfer time	0.50 minutes
Pre-purge time	0.50 minutes
Pre-purge flow	40 mL/min
Sample heater	Off
Sample preheat time	1.00 minutes
Sample temperature	40 °C
Purge time	11.00 minutes
Purge temperature	0 °C
Purge flow	40 mL/min
Condenser ready temperature	40 °C
Condenser purge temperature	20 °C
Rinse loop time	0.25 minutes
Purge loop time	0.50 minutes
Dry purge time	2.00 minutes
Dry purge temperature	20 °C
Dry purge flow	100 mL/min
GC start	Start of desorb
Desorb preheat temperature	245 °C
Desorb drain	On
Desorb time	4.00 minutes
Desorb temperature	250 °C
Desorb flow	100 mL/min
Bake rinse	On
Number of bake rinses	3
Bake drain time	0.25 minutes
Bake drain flow	400 mL/min
Bake time	6.00 minutes
Bake temperature	260 °C
Bake flow	200 mL/min
Condenser bake temperature	200 °C
Focus temperature	n/a
Inject time	n/a
Inject temperature	n/a
Standby temperature	n/a

メソッド : Method 524_25 mL - VOCARB

Stratum (AQUATEk 70 付き) メソッドおよび VOCARB 3000 (#K) トラップ

Parameter	Setpoint
Valve oven temperature	125 °C
Transfer line temperature	125 °C
Sample mount temperature	40 °C
Purge ready temperature	45 °C
Standby flow	10 mL/min
Pressurize time	0.60 minutes
Fill I.S. time	0.04 minutes
Sample transfer time	1.50 minutes
Pre-purge time	0.50 minutes
Pre-purge flow	40 mL/min
Sample heater	Off
Sample preheat time	1.00 minutes
Sample temperature	40 °C
Purge time	11.00 minutes
Purge temperature	0 °C
Purge flow	40 mL/min
Condenser ready temperature	40 °C
Condenser purge temperature	20 °C
Rinse loop time	0.75 minutes
Purge loop time	1.50 minutes
Dry purge time	2.00 minutes
Dry purge temperature	20 °C
Dry purge flow	100 mL/min
GC start	Start of desorb
Desorb	Preheat temperature 245 °C
Desorb drain	On
Desorb time	4.00 minutes
Desorb temperature	250 °C
Desorb flow	100 mL/min
Bake rinse	On
Number of bake rinses	3
Bake drain time	0.75 minutes
Bake drain flow	400 mL/min
Bake time	6.00 minutes
Bake temperature	260 °C
Bake flow	200 mL/min
Condenser bake temperature	200 °C
Focus temperature	n/a
Inject time	n/a
Inject temperature	n/a
Standby temperature	n/a

メソッド : 8260_5 mL - VOCARB

Stratum (AQUATek 70 付き) メソッドおよび VOCARB 3000 (#K) トラップ

Parameter	Setpoint
Valve oven temperature	125 °C
Transfer line temperature	125 °C
Sample mount temperature	40 °C
Purge ready temperature	45 °C
Standby flow	10 mL/min
Pressurize time	0.25 minutes
Fill I.S. time	0.04 minutes
Sample transfer time	0.50 minutes
Pre-purge time	0.50 minutes
Pre-purge flow	40 mL/min
Sample heater	Off
Sample preheat time	1.00 minutes
Sample temperature	40 °C
Purge time	11.00 minutes
Purge temperature	0 °C
Purge flow	40 mL/min
Condenser ready temperature	40 °C
Condenser purge temperature	20 °C
Rinse loop time	0.25 minutes
Purge loop time	0.50 minutes
Dry purge time	2.00 minutes
Dry purge temperature	20 °C
Dry purge flow	100 mL/min
GC start	Start of desorb
Desorb preheat temperature	245 °C
Desorb drain	On
Desorb time	0.50 minutes
Desorb temperature	250 °C
Desorb flow	100 mL/min
Bake rinse	On
Number of bake rinses	3
Bake drain time	0.25 minutes
Bake drain flow	400 mL/min
Bake time	6.00 minutes
Bake temperature	260 °C
Bake flow	200 mL/min
Condenser bake temperature	200 °C
Focus temperature	n/a
Inject time	n/a
Inject temperature	n/a
Standby temperature	n/a

メソッド : 8260_25 mL - VOCARB

Stratum (AQUATek 70 付き) メソッドおよび VOCARB 3000 (#K) トラップ

Parameter	Setpoint
Valve oven temperature	125 °C
Transfer line temperature	125 °C
Sample mount temperature	40 °C
Purge ready temperature	45 °C
Standby flow	10 mL/min
Pressurize time	0.60 minutes
Fill I.S. time	0.04 minutes
Sample transfer time	1.50 minutes
Pre-purge time	0.50 minutes
Pre-purge flow	40 mL/min
Sample heater	Off
Sample preheat time	1.00 minutes
Sample temperature	40 °C
Purge time	11.00 minutes
Purge temperature	0 °C
Purge flow	40 mL/min
Condenser ready temperature	40 °C
Condenser purge temperature	20 °C
Rinse loop time	0.75 minutes
Purge loop time	1.50 minutes
Dry purge time	2.00 minutes
Dry purge temperature	20 °C
Dry purge flow	100 mL/min
GC start	Start of desorb
Desorb preheat temperature	245 °C
Desorb drain	On
Desorb time	0.50 minutes
Desorb temperature	250 °C
Desorb flow	200 mL/min
Bake rinse	On
Number of bake rinses	3
Bake drain time	0.75 minutes
Bake drain flow	400 mL/min
Bake time	6.00 minutes
Bake temperature	260 °C
Bake flow	200 mL/min
Condenser bake temperature	200 °C
Focus temperature	n/a
Inject time	n/a
Inject temperature	n/a
Standby temperature	n/a

メソッド : Cold Standby_5 mL - VOCARB

Stratum (AQUATek 70 付き) メソッドおよび VOCARB 3000 (#K) トラップ

Parameter	Setpoint
Valve oven temperature	20 °C
Transfer line temperature	20 °C
Sample mount temperature	20 °C
Purge ready temperature	20 °C
Standby flow	0 mL/min
Pressurize time	0.25 minutes
Fill I.S. time	0.04 minutes
Sample transfer time	0.50 minutes
Pre-purge time	0.50 minutes
Pre-purge flow	40 mL/min
Sample heater	Off
Sample preheat time	1.00 minutes
Sample temperature	40 °C
Purge time	11.00 minutes
Purge temperature	0 °C
Purge flow	40 mL/min
Condenser ready temperature	20 °C
Condenser purge temperature	20 °C
Rinse loop time	0.25 minutes
Purge loop time	0.50 minutes
Dry purge time	2.00 minutes
Dry purge temperature	40 °C
Dry purge flow	200 mL/min
GC start	Start of desorb
Desorb preheat temperature	245 °C
Desorb drain	On
Desorb time	4.00 minutes
Desorb temperature	250 °C
Desorb flow	100 mL/min
Bake rinse	On
Number of bake rinses	1
Bake drain time	0.25 minutes
Bake drain flow	400 mL/min
Bake time	6.00 minutes
Bake temperature	260 °C
Bake flow	200 mL/min
Condenser bake temperature	200 °C
Focus temperature	n/a
Inject time	n/a
Inject temperature	n/a
Standby temperature	n/a

メソッド : Cold Standby_25 mL - VOCARB

Stratum (AQUATek 70 付き) メソッドおよび VOCARB 3000 (#K) トラップ

Parameter	Setpoint
Valve oven temperature	20 °C
Transfer line temperature	20 °C
Sample mount temperature	20 °C
Purge ready temperature	20 °C
Standby flow	0 mL/min
Pressurize time	0.60 minutes
Fill I.S. time	0.04 minutes
Sample transfer time	1.50 minutes
Pre-purge time	0.50 minutes
Pre-purge flow	40 mL/min
Sample heater	Off
Sample preheat time	1.00 minutes
Sample temperature	40 °C
Purge time	11.00 minutes
Purge temperature	0 °C
Purge flow	40 mL/min
Condenser ready temperature	20 °C
Condenser purge temperature	20 °C
Rinse loop time	0.75 minutes
Purge loop time	1.50 minutes
Dry purge time	2.00 minutes
Dry purge temperature	40 °C
Dry purge flow	200 mL/min
GC start	Start of desorb
Desorb preheat temperature	245 °C
Desorb drain	On
Desorb time	4.00 minutes
Desorb temperature	250 °C
Desorb flow	100 mL/min
Bake rinse	On
Number of bake rinses	1
Bake drain time	0.75 minutes
Bake drain flow	400 mL/min
Bake time	6.00 minutes
Bake temperature	260 °C
Bake flow	200 mL/min
Condenser bake temperature	200 °C
Focus temperature	n/a
Inject time	n/a
Inject temperature	n/a
Standby temperature	n/a

付録 G
Method 8260B-ICAL

化合物	0.25000 レベル 1	0.50000 レベル 2	1.000 レベル 3	4.000 レベル 4	20.000 レベル 5	40.000 レベル 6	60.000 レベル 7	80.000 レベル 8	RRF	RSD (%)
8. ジクロロジフルオロメタン	0.34054	0.32883	0.31235	0.42528	0.41838	0.40534	0.39518	0.38404	0.37624	11.477
9. クロロメタン (**)	0.50701	0.44283	0.39135	0.43214	0.39398	0.38491	0.37392	0.37243	0.41232	11.183
10. 塩化ビニル (*)	0.37353	0.32909	0.38365	0.41448	0.39844	0.38986	0.37795	0.35849	0.37819	6.862
11. プロモメタン	+++++	0.29372	0.19802	0.23361	0.20475	0.22141	0.21065	0.21717	0.22562	14.261
12. クロロエタン	0.23582	0.19971	0.22573	0.24434	0.21540	0.21818	0.20800	0.21158	0.21985	6.717
13. トリクロロフルオロメタン	0.58258	0.59444	0.50895	0.55473	0.53940	0.52228	0.51544	0.49372	0.53894	6.656
15. トリクロロトリフルオロエタン	0.33586	0.29722	0.30380	0.32937	0.29805	0.28793	0.28376	0.27627	0.30153	7.011
17. 1,1-ジクロロエテン (*)	0.36693	0.30018	0.34161	0.35170	0.32497	0.30486	0.30203	0.29625	0.32357	8.347
18. アセトン	+++++	+++++	+++++	0.20374	0.20235	0.19494	0.18732	0.18789	0.19525	3.964
21. 二硫化炭素	1.09419	1.03008	0.99721	1.07853	0.98246	0.95236	0.94433	0.92458	1.00047	6.244
31. 酢酸ビニル	+++++	0.77985	0.71755	0.84031	0.77711	0.73544	0.71843	0.71068	0.75420	6.281
22. 塩化メチレン	0.31745	0.34951	0.35783	0.38429	0.34684	0.33316	0.33926	0.33192	0.34503	5.834
23. t-ブタノール	0.14286	0.13429	0.12444	0.13519	0.12231	0.11764	0.11394	0.11315	0.12548	8.687
25. メチル-t-ブチルエーテル	0.96439	1.02300	0.95850	1.06853	0.95791	0.91416	0.92313	0.92509	0.96684	5.540
26. trans-1,2-ジクロロエテン	0.29336	0.40553	0.37764	0.39099	0.36397	0.35042	0.34776	0.34137	0.35888	9.641
27. アクリロニトリル	0.24006	0.22783	0.23137	0.25382	0.23640	0.22904	0.22784	0.23414	0.23506	3.715
30. 1,1-ジクロロエタン (**)	0.69013	0.70848	0.67984	0.72079	0.66661	0.63283	0.63595	0.62699	0.67020	5.340
33. 2,2-ジクロロプロパン	0.57176	0.59340	0.54055	0.56170	0.51466	0.47754	0.47232	0.45268	0.52308	9.905
35. cis-1,2-ジクロロエテン	0.47801	0.52877	0.42189	0.43850	0.41024	0.38637	0.39012	0.38440	0.42979	11.851
38. 2-ブタノン	+++++	+++++	0.42879	0.34666	0.33205	0.32803	0.32521	0.32447	0.34753	11.691
40. プロモクロロメタン	+++++	+++++	0.20272	0.20572	0.19675	0.18114	0.18361	0.18309	0.19217	5.668
41. クロロホルム (*)	+++++	0.62212	0.63520	0.67729	0.63984	0.61394	0.61219	0.60416	0.62925	3.926
42. 1,1,1-トリクロロエタン	0.61786	0.57410	0.58272	0.61973	0.57669	0.54677	0.54434	0.53548	0.57471	5.580
43. 四塩化炭素	0.59278	0.53642	0.53099	0.55774	0.52058	0.50300	0.50351	0.49239	0.52968	6.265
44. 1,1-ジクロロプロパン	0.65875	0.54076	0.52106	0.57393	0.52341	0.50907	0.50694	0.49943	0.54167	9.759
47. ベンゼン	1.53791	1.44549	1.40623	1.49558	1.43492	1.40384	1.40025	1.40732	1.44144	3.499
48. 1,2-ジクロロエタン	0.50770	0.44387	0.46611	0.46986	0.45238	0.43474	0.44404	0.43859	0.45716	5.239
49. トリクロロエテン	0.40789	0.38258	0.41269	0.42306	0.40198	0.38747	0.39061	0.38609	0.39905	3.661
51. 1,2-ジクロロプロパン (*)	0.35136	0.37070	0.34038	0.37379	0.36086	0.34441	0.34830	0.34800	0.35472	3.479
52. ジプロモメタン	0.27656	0.27396	0.23080	0.24449	0.22880	0.22101	0.22154	0.22046	0.23970	9.723
53. 1,4-ジオキサン	+++++	0.00665	0.00686	0.00730	0.00658	0.00583	0.00481	+++++	0.00634	14.004
54. プロモジクロロメタン	0.50463	0.48486	0.44358	0.47389	0.45642	0.44111	0.45084	0.44663	0.46274	4.931
55. 2-クロロエチルビニルエーテル	0.25055	0.24377	0.22546	0.23840	0.23473	0.23667	0.23756	0.24129	0.23855	3.045
56. cis-1,3-ジクロロプロパン (xtr)	0.62883	0.57568	0.51216	0.53851	0.52698	0.51680	0.52608	0.52474	0.54372	7.279
57. 4-メチル-2-ペンタノン	0.60482	0.64669	0.65514	0.58200	0.57700	0.56518	0.56479	0.55924	0.59436	6.345
58. トルエン (*)	0.94889	0.92042	0.82292	0.90067	0.88503	0.85842	0.87079	0.85925	0.88330	4.485
60. trans-1,3-ジクロロプロパン (xt)	0.55910	0.47078	0.43113	0.48910	0.48072	0.47056	0.47671	0.47433	0.48155	7.416
61. 1,1,2-トリクロロエタン	+++++	0.25262	0.30965	0.29899	0.30355	0.28960	0.29366	0.29014	0.29117	6.351
62. テトラクロロエテン	0.42639	0.48062	0.40806	0.44374	0.43233	0.42542	0.41702	0.42540	0.43237	5.110
63. 1,3-ジクロロプロパン	0.60404	0.51274	0.50988	0.52912	0.53231	0.51849	0.51925	0.53084	0.53209	5.685
64. 2-ヘキサノン	+++++	0.57036	0.47718	0.51047	0.47741	0.46341	0.45102	0.45284	0.48610	8.688

化合物	0.25000 レベル 1	0.50000 レベル 2	1.000 レベル 3	4.000 レベル 4	20.000 レベル 5	40.000 レベル 6	60.000 レベル 7	80.000 レベル 8	RRF	RSD (%)
65. ジブロモクロロメタン	0.38508	0.33835	0.34641	0.37578	0.38024	0.36437	0.36807	0.37830	0.36707	4.559
66. 1,2-ジブロモエタン	0.35967	0.37417	0.35581	0.34281	0.34634	0.33914	0.33794	0.34648	0.35029	3.499
67. 1-クロロヘキサン	+++++	0.58814	0.54853	0.55296	0.51070	0.49985	0.48664	0.49088	0.52539	7.287
68. クロロベンゼン (**)	0.96667	0.91848	1.00862	1.01542	0.98865	0.98310	0.97858	0.99366	0.98165	3.053
69. エチルベンゼン (*)	0.48166	0.61758	0.53947	0.58841	0.54732	0.54695	0.53601	0.54320	0.55007	7.233
70. 1,1,1,2-テトラクロロエタン	0.38843	0.37476	0.35974	0.37736	0.36125	0.34829	0.34694	0.35344	0.36378	4.111
71. キシレン (m, p)	0.68620	0.66850	0.66455	0.70890	0.68194	0.67369	0.66115	0.67500	0.67749	2.244
72. キシレン (o)	0.66009	0.60812	0.63083	0.68003	0.65309	0.63433	0.63067	0.63450	0.64146	3.441
73. スチレン	1.05218	1.01902	1.02298	1.11333	1.06150	1.04165	1.04274	1.06017	1.05170	2.793
74. プロモホルム (**)	0.31866	0.33307	0.29824	0.31310	0.30990	0.30272	0.30120	0.30478	0.31021	3.680
75. イソプロピルベンゼン	1.70424	1.76441	1.76368	1.89950	1.80721	1.76833	1.73658	1.76879	1.77659	3.249
77. プロモベンゼン	0.70170	0.74450	0.79777	0.75695	0.73628	0.72449	0.74866	0.75597	0.74579	3.734
78. 1,1,2,2-テトラクロロエタン (**)	0.94965	1.00798	0.87034	0.98105	0.93952	0.90843	0.91815	0.93621	0.93892	4.542
79. n-プロピルベンゼン	3.72507	3.73928	3.77536	4.00119	3.76395	3.79613	3.84690	3.90084	3.81859	2.451
80. 1,2,3-トリクロロプロパン	0.36902	0.34779	0.34639	0.31888	0.31096	0.30188	0.29985	0.30156	0.32454	8.122
81. 2-クロロトルエン	1.99411	2.15852	2.14837	2.17295	2.11289	2.08588	2.11367	2.14066	2.11588	2.679
82. 1,3,5-トリメチルベンゼン	2.71917	2.70981	2.59186	2.70105	2.54855	2.55629	2.57620	2.61602	2.62692	2.741
83. 4-クロロトルエン	2.48753	2.32733	2.37602	2.54098	2.42554	2.39238	2.43979	2.47058	2.43252	2.788
84. t-ブチルベンゼン	2.40875	2.13786	2.20930	2.40179	2.28049	2.29813	2.30034	2.33033	2.29632	3.956
85. 1,2,4-トリメチルベンゼン	2.68061	2.44280	2.41069	2.60898	2.53239	2.53223	2.53100	2.57114	2.53873	3.390
86. sec-ブチルベンゼン	3.32992	3.36793	3.37067	3.64648	3.42537	3.41540	3.41839	3.49025	3.43305	2.875
87. 1,3-ジクロロベンゼン	1.33554	1.43268	1.39572	1.47391	1.39238	1.38835	1.41153	1.41364	1.40547	2.818
88. p-イソプロピルトルエン	2.59450	2.96811	2.78355	3.03347	2.89197	2.89542	2.86107	2.94415	2.87153	4.680
89. 1,4-ジクロロベンゼン	1.54755	1.37173	1.37625	1.52487	1.39961	1.39631	1.42161	1.40908	1.43088	4.700
90. n-ブチルベンゼン	2.40501	2.58999	2.59695	2.79921	2.66904	2.67884	2.61014	2.68299	2.62902	4.290
91. 1,2-ジクロロベンゼン	1.33664	1.32903	1.33766	1.36646	1.30666	1.26875	1.27878	1.29849	1.31531	2.508
92. 1,2-ジブromo-3-クロロプロパン	0.28997	0.35435	0.26477	0.27844	0.26191	0.25209	0.23719	0.24365	0.27280	13.651
93. 1,2,4-トリクロロベンゼン	0.92975	0.80247	0.74702	0.92807	0.89751	0.88191	0.77593	0.82462	0.84841	8.299
94. ヘキサクロロブタジエン	0.51650	0.48834	0.44919	0.54584	0.51395	0.51651	0.44029	0.46489	0.48194	7.620
95. ナフタレン	2.78606	2.57762	2.71709	2.96419	2.88263	2.74830	2.42534	2.64624	2.71843	6.276
96. 1,2,3-トリクロロベンゼン	0.86396	0.70228	0.77820	0.85926	0.83005	0.79633	0.68078	0.72953	0.78005	9.005
M 97. 1,2-ジクロロエテン (合計)	0.38569	0.46717	0.39978	0.41475	0.38710	0.36840	0.36894	0.36289	0.39434	8.671
M 98. キシレン (合計)	0.67750	0.64838	0.65332	0.69928	0.67232	0.66057	0.65099	0.66150	0.66548	2.555
S 4. ジブromoフルオロメタン	+++++	0.40755	0.40799	0.35369	0.34457	0.34025	0.34004	0.34015	0.36203	8.732
S 5. 1,2-ジクロロエタン-d4	+++++	0.43999	0.39597	0.38119	0.36329	0.35701	0.35724	0.35803	0.37896	8.101
S 6. トルエン-d8	+++++	1.40981	1.40176	1.31237	1.29428	1.29787	1.30131	1.31277	1.33288	3.776
S 7. 4-ブromoフルオロベンゼン	+++++	0.53168	0.49163	0.45964	0.47071	0.45906	0.45144	0.46149	0.47509	5.913
S 136 トリフルオロトルエン	+++++	0.72900	0.69072	0.63774	0.63783	0.63267	0.63224	0.61097	0.65302	6.336

平均 %RSD 結果:

平均 %RSD 計算値 = 6.38856

平均 %RSD 最大値 = 15.00000

* 平均 %RSD テスト合格

付録 H

Method 8260B - MDL 調査

分析日

機器 5975C MSD システム

メソッド ID/説明 8260 AQ

注 アジレント BFB オートチューン - 5 mL - ゲインファクタ = 5

対象化合物	スパイク µg/L	MDL #1 µg/L	MDL #2 µg/L	MDL #3 µg/L	MDL #4 µg/L	MDL #5 µg/L	MDL #6 µg/L	MDL #7 µg/L	平均 µg/L	%R	SD µg/L	MDL µg/L	RL µg/L
1,1,1,2-テトラクロロエタン	0.250	0.296	0.254	0.249	0.264	0.256	0.269	0.297	0.269	1.077	0.019	0.061	1.0
1,1,1-トリクロロエタン	0.250	0.238	0.212	0.244	0.240	0.259	0.265	0.266	0.246	0.985	0.019	0.060	1.0
1,1,2,2-テトラクロロエタン	0.250	0.262	0.228	0.284	0.271	0.256	0.293	0.257	0.264	1.057	0.021	0.067	1.0
1,1,2-トリクロロエタン	0.250	0.253	0.293	0.272	0.266	0.266	0.280	0.252	0.269	1.076	0.014	0.045	1.0
1,1-ジクロロエタン	0.250	0.236	0.222	0.229	0.255	0.280	0.275	0.240	0.248	0.993	0.023	0.071	1.0
1,1-ジクロロエテン	0.250	0.238	0.224	0.262	0.227	0.281	0.306	0.265	0.257	1.030	0.030	0.094	1.0
1,1-ジクロロプロペン	0.250	0.235	0.233	0.229	0.248	0.271	0.297	0.263	0.254	1.015	0.025	0.077	1.0
1,2,3-トリクロロベンゼン	0.250	0.226	0.236	0.225	0.197	0.246	0.257	0.278	0.238	0.952	0.026	0.081	1.0
1,2,3-トリクロロプロパン	0.250	0.292	0.323	0.272	0.272	0.272	0.271	0.250	0.279	0.1.116	0.023	0.072	1.0
1,2,4-トリクロロベンゼン	0.250	0.271	0.239	0.229	0.188	0.264	0.274	0.254	0.245	0.982	0.030	0.095	1.0
1,2,4-トリメチルベンゼン	0.250	0.252	0.274	0.272	0.261	0.264	0.257	0.266	0.264	1.055	0.008	0.024	1.0
1,2-ジブromo-3-クロロプロパン	0.250	0.335	0.335	0.298	0.214	0.354	0.269	0.366	0.310	1.241	0.054	0.168	2.0
1,2-ジブromoエタン	0.250	0.252	0.249	0.228	0.305	0.242	0.247	0.282	0.257	1.030	0.027	0.083	2.0
1,2-ジクロロベンゼン	0.250	0.235	0.231	0.267	0.239	0.250	0.255	0.243	0.246	0.982	0.012	0.039	1.0
1,2-ジクロロエタン	0.250	0.218	0.266	0.235	0.258	0.269	0.264	0.236	0.249	0.996	0.020	0.062	1.0
1,2-ジクロロプロパン	0.250	0.236	0.247	0.267	0.267	0.280	0.281	0.253	0.262	1.047	0.017	0.053	1.0
1,3,5-トリメチルベンゼン	0.250	0.243	0.246	0.271	0.248	0.280	0.271	0.231	0.256	1.023	0.018	0.057	1.0
1,3-ジクロロベンゼン	0.250	0.281	0.258	0.264	0.275	0.265	0.291	0.279	0.273	1.093	0.012	0.037	1.0
1,3-ジクロロプロパン	0.250	0.288	0.247	0.234	0.231	0.253	0.254	0.257	0.252	1.008	0.019	0.059	1.0
1,4-ジクロロベンゼン	0.250	0.291	0.269	0.251	0.265	0.262	0.269	0.254	0.266	1.064	0.013	0.041	1.0
1,4-ジオキサン	0.250	5.828	3.240	3.928	4.968	5.902	6.215	5.666	5.107	0.817	1.124	3.531	50.0
1-クロロヘキサン	0.250	0.325	0.310	0.347	0.328	0.322	0.288	0.257	0.311	1.244	0.030	0.094	2.0
2,2-ジクロロプロパン	0.250	0.259	0.206	0.276	0.213	0.265	0.296	0.288	0.257	1.030	0.035	0.110	1.0
2-ブタノン	0.250	0.509	0.477	0.552	0.577	0.666	0.525	0.599	0.558	2.231	0.063	0.197	2.0
2-クロロエチルビニルエーテル	0.250	0.229	0.273	0.303	0.295	0.235	0.249	0.242	0.261	1.044	0.029	0.092	2.0
2-クロロトルエン	0.250	0.265	0.272	0.261	0.264	0.284	0.288	0.258	0.270	1.081	0.012	0.036	1.0
2-ヘキサノン	0.250	0.254	0.258	0.306	0.286	0.289	0.283	0.306	0.283	1.132	0.020	0.064	2.0
4-クロロトルエン	0.250	0.271	0.284	0.266	0.244	0.267	0.249	0.273	0.265	1.059	0.014	0.044	1.0
4-メチル-2-ペンタノン	0.250	0.253	0.251	0.198	0.251	0.266	0.280	0.239	0.248	0.993	0.025	0.081	2.0
アセトン	2.000	2.456	2.542	2.523	2.451	2.274	2.332	2.085	2.380	1.190	0.162	0.509	10.0
アクリロニトリル	2.500	2.437	2.302	2.299	2.298	2.580	2.456	2.226	2.371	0.948	0.124	0.388	20.0
ベンゼン	0.250	0.237	0.236	0.255	0.247	0.259	0.247	0.238	0.246	0.982	0.009	0.029	1.0
ブromobenゼン	0.250	0.278	0.291	0.257	0.276	0.235	0.280	0.259	0.268	1.072	0.019	0.059	1.0
ブromokロロメタン	0.250	0.228	0.281	0.267	0.293	0.325	0.278	0.262	0.276	0.1.104	0.030	0.093	1.0
ブromojクロロメタン	0.250	0.251	0.232	0.258	0.232	0.217	0.243	0.259	0.242	0.967	0.016	0.049	1.0
ブromホルム	0.250	0.217	0.214	0.229	0.260	0.206	0.225	0.230	0.226	0.904	0.017	0.054	1.0
ブromメタン	0.250	0.370	0.211	0.206	0.230	0.324	0.397	0.290	0.290	1.160	0.077	0.243	1.0
二硫化炭素	0.250	0.274	0.265	0.288	0.286	0.327	0.335	0.286	0.295	1.179	0.026	0.083	2.0

対象化合物	スパイク	MDL #1	MDL #2	MDL #3	MDL #4	MDL #5	MDL #6	MDL #7	平均	SD	MDL	RL	
	μg/L	μg/L	μg/L	μg/L	μg/L	μg/L	μg/L	μg/L	μg/L	%R	μg/L	μg/L	μg/L
四塩化炭素	0.250	0.203	0.258	0.269	0.268	0.276	0.283	0.263	0.260	1.040	0.026	0.083	1.0
クロロベンゼン	0.250	0.242	0.237	0.275	0.238	0.248	0.244	0.263	0.250	0.999	0.014	0.045	1.0
クロロエタン	0.250	0.245	0.187	0.298	0.211	0.284	0.348	0.168	0.249	0.995	0.065	0.204	1.0
クロロホルム	0.250	0.269	0.275	0.236	0.262	0.259	0.234	0.248	0.254	1.018	0.016	0.050	1.0
クロロメタン	0.250	0.209	0.199	0.216	0.205	0.282	0.255	0.251	0.231	0.924	0.032	0.099	1.0
cis-1,2-ジクロロエテン	0.250	0.256	0.263	0.272	0.262	0.250	0.274	0.249	0.261	1.043	0.010	0.031	1.0
cis-1,3-ジクロロプロペン	0.250	0.244	0.237	0.238	0.224	0.221	0.242	0.232	0.234	0.936	0.009	0.028	1.0
ジブロモクロロメタン	0.250	0.244	0.258	0.223	0.222	0.253	0.253	0.279	0.247	0.988	0.020	0.063	1.0
ジブロモメタン	0.250	0.206	0.237	0.252	0.242	0.254	0.255	0.233	0.240	0.960	0.017	0.055	1.0
ジクロロジフルオロメタン	0.250	0.184	0.1774	0.210	0.181	0.215	0.185	0.172	0.189	0.756	0.017	0.059	1.0
エチルベンゼン	0.250	0.270	0.259	0.245	0.264	0.270	0.255	0.270	0.262	1.047	0.010	0.030	1.0
ヘキサクロロブタジエン	0.250	0.225	0.210	0.192	0.196	0.277	0.307	0.300	0.244	0.975	0.050	0.156	1.0
イソプロピルベンゼン	0.250	0.231	0.236	0.239	0.243	0.252	0.261	0.263	0.246	0.985	0.012	0.039	1.0
塩化メチレン	0.250	0.230	0.322	0.310	0.297	0.302	0.222	0.277	0.280	1.119	0.039	0.124	1.0
メチル-t-ブチルエーテル	0.250	0.240	0.241	0.258	0.252	0.265	0.274	0.245	0.253	1.014	0.013	0.041	2.0
ナフタレン	0.250	0.219	0.223	0.239	0.215	0.262	0.276	0.272	0.244	0.974	0.026	0.081	1.0
n-ブチルベンゼン	0.250	0.231	0.229	0.231	0.242	0.267	0.270	0.244	0.245	0.979	0.017	0.054	1.0
n-プロピルベンゼン	0.250	0.253	0.243	0.277	0.257	0.282	0.264	0.256	0.262	1.047	0.014	0.043	1.0
p-イソプロピルトルエン	0.250	0.262	0.248	0.257	0.241	0.272	0.259	0.249	0.255	1.021	0.011	0.033	1.0
sec-ブチルベンゼン	0.250	0.268	0.243	0.254	0.245	0.270	0.270	0.248	0.257	1.027	0.012	0.038	1.0
スチレン	0.250	0.247	0.255	0.245	0.264	0.247	0.249	0.223	0.247	0.989	0.012	0.039	1.0
t-ブタノール	6.250	6.041	6.209	6.315	5.583	6.312	6.667	6.212	6.191	0.329	1.039	1.033	50.0
t-ブチルベンゼン	0.250	0.248	0.255	0.245	0.248	0.267	0.290	0.257	0.258	1.034	0.016	0.050	1.0
テトラクロロエテン	0.250	0.253	0.258	0.248	0.250	0.259	0.289	0.254	0.259	1.034	0.014	0.044	1.0
トルエン	0.250	0.253	0.289	0.260	0.268	0.262	0.267	0.243	0.263	1.053	0.014	0.045	1.0
trans-1,2-ジクロロエテン	0.250	0.285	0.262	0.290	0.266	0.268	0.278	0.269	0.274	1.096	0.011	0.033	1.0
trans-1,3-ジクロロプロペン	0.250	0.235	0.239	0.269	0.229	0.237	0.212	0.228	0.235	0.942	0.017	0.054	1.0
トリクロロエテン	0.250	0.254	0.266	0.257	0.281	0.257	0.271	0.215	0.257	1.029	0.021	0.066	1.0
トリクロロフルオロメタン	0.250	0.228	0.225	0.236	0.211	0.259	0.277	0.218	0.236	0.945	0.024	0.074	1.0
トリクロロトリフルオロエタン	0.250	0.204	0.222	0.221	0.231	0.124	0.046	0.250	0.185	0.741	0.073	0.230	2.0
酢酸ビニル	0.250	0.246	0.232	0.264	0.267	0.234	0.266	0.227	0.248	0.992	0.018	0.055	2.0
塩化ビニル	0.250	0.215	0.218	0.263	0.276	0.296	0.326	0.263	0.205	1.061	0.040	0.125	1.0
キシレン (o)	0.250	0.240	0.246	0.284	0.240	0.280	0.262	0.279	0.262	1.046	0.020	0.062	1.0
キシレン (m, p)	0.500	0.492	0.494	0.523	0.528	0.543	0.524	0.489	0.513	1.026	0.021	0.067	2.0

付録 I

Method 8260B – ICV

化合物	RRF/量	RF20	CCAL RRF20	最小 RRF	%D/ % ドリフト	最大%D/ % ドリフト	曲線タイプ
\$ 4. ジブromofルオロメタン	0.36203	0.31146	0.31146	0.010	-13.96831	40.00000	平均
\$ 5. 1,2-ジクロロエタン-d4	0.37896	0.32994	0.32994	0.010	-12.93545	40.00000	平均
\$ 6. トルエン-d8	1.33288	1.14283	1.14283	0.010	-14.25917	40.00000	平均
\$ 7. 4-ブromofルオロベンゼン	0.47509	0.47790	0.47790	0.010	0.59161	40.00000	平均
\$ 136 トリフルオロトルエン	0.65302	0.59608	0.59608	0.010	-8.72073	40.00000	平均
8. ジクロロジフルオロメタン	0.37624	0.39228	0.39228	0.010	4.26154	40.00000	平均
9. クロロメタン (**)	0.41232	0.38716	0.38716	0.100	-6.10304	40.00000	平均
10. 塩化ビニル (*)	0.37819	0.41265	0.41265	0.010	9.11202	20.00000	平均
11. プロモメタン	0.22562	0.23083	0.23083	0.010	2.30808	40.00000	平均
12. クロロエタン	0.21985	0.22480	0.22480	0.010	2.25157	40.00000	平均
13. トリクロロフルオロメタン	0.53894	0.52253	0.52253	0.010	-3.04429	40.00000	平均
15. トリクロロトリフルオロエタン	0.30153	0.31627	0.31627	0.010	4.88828	40.00000	平均
17. 1,1-ジクロロエテン (*)	0.32357	0.32182	0.32182	0.010	-0.54020	20.00000	平均
18. アセトン	0.19525	0.19889	0.19889	0.010	1.86219	40.00000	平均
21. 二硫化炭素	1.00047	1.00882	1.00882	0.010	0.83467	40.00000	平均
31. 酢酸ビニル	0.75420	0.59999	0.59999	0.010	-20.44608	40.00000	平均
22. 塩化メチレン	0.34503	0.35196	0.35196	0.010	2.00644	40.00000	平均
23. t-ブタノール	0.12548	0.10968	0.10968	0.001	-12.58837	40.00000	平均
25. メチル-t-ブチルエーテル	0.96684	0.95800	0.95800	0.010	-0.91396	40.00000	平均
26. trans-1,2-ジクロロエテン	0.35888	0.36820	0.36820	0.010	2.59783	40.00000	平均
27. アクリロニトリル	0.23506	0.22755	0.22755	0.010	-3.19806	40.00000	平均
30. 1,1-ジクロロエタン (**)	0.67020	0.64941	0.64941	0.100	-3.10245	40.00000	平均
33. 2,2-ジクロロプロパン	0.52308	0.47549	0.47549	0.010	-9.09677	40.00000	平均
35. cis-1,2-ジクロロエテン	0.42979	0.38896	0.38896	0.010	-9.50003	40.00000	平均
38. 2-ブタノン	0.34753	0.32082	0.32082	0.010	-7.68757	40.00000	平均
40. プロモクロロメタン	0.19217	0.18758	0.18758	0.010	-2.39117	40.00000	平均
41. クロロホルム (*)	0.62925	0.62438	0.62438	0.010	-0.77408	20.00000	平均
42. 1,1,1-トリクロロエタン	0.57471	0.56931	0.56931	0.010	-0.93907	40.00000	平均
43. 四塩化炭素	0.52968	0.51289	0.51289	0.010	-3.16859	40.00000	平均
44. 1,1-ジクロロプロペン	0.54167	0.52360	0.52360	0.010	-3.33563	40.00000	平均
47. ベンゼン	1.44144	1.43003	1.43003	0.010	-0.79210	40.00000	平均
48. 1,2-ジクロロエタン	0.45716	0.43019	0.43019	0.010	-5.90039	40.00000	平均
49. トリクロロエテン	0.39905	0.40022	0.40022	0.010	0.29331	40.00000	平均
51. 1,2-ジクロロプロパン (*)	0.35472	0.34473	0.34473	0.010	-2.81753	20.00000	平均
52. ジブromomeタン	0.23970	0.22263	0.22263	0.010	-7.12274	40.00000	平均
53. 1,4-ジオキサン	0.00634	0.00461	0.00461	0.000	-27.26887	40.00000	平均
54. プロモジクロロメタン	0.46274	0.44347	0.44347	0.010	-4.16635	40.00000	平均
55. 2-クロロエチルビニルエーテル	0.23855	0.23628	0.23628	0.010	-0.95187	40.00000	平均
56. cis-1,3-ジクロロプロペン (xt)	0.54372	0.53208	0.53208	0.010	-2.14022	40.00000	平均
57. 4-メチル-2-ペンタノン	0.59436	0.56758	0.56758	0.010	-4.50512	40.00000	平均
58. トルエン (*)	0.88330	0.85362	0.85362	0.010	-3.36029	20.00000	平均
60. trans-1,3-ジクロロプロペン (x)	0.48155	0.47230	0.47230	0.010	-1.92272	40.00000	平均

化合物	RRF/量	RF20	CCAL RRF20	最小 RRF	%D/ %ドリフト	最大 %D/ %ドリフト	曲線タイプ
61. 1,1,2-トリクロロエタン	0.29117	0.29250	0.29250	0.010	0.45508	40.00000	平均
62. テトラクロロエテン	0.43237	0.40519	0.40519	0.010	-6.28733	40.00000	平均
63. 1,3-ジクロロプロパン	0.53209	0.49650	0.49650	0.010	-6.68691	40.00000	平均
64. 2-ヘキサノン	0.48610	0.44823	0.44823	0.010	-7.79089	40.00000	平均
65. ジブromokロロメタン	0.36707	0.35325	0.35325	0.010	-3.76495	40.00000	平均
66. 1,2-ジブromoeタン	0.35029	0.33132	0.33132	0.010	-5.41790	40.00000	平均
67. 1-クロロヘキサン	0.52539	0.48746	0.48746	0.010	-7.21841	40.00000	平均
68. クロロベンゼン (**)	0.98165	0.94114	0.94114	0.300	-4.12685	40.00000	平均
69. エチルベンゼン (*)	0.55007	0.52974	0.52974	0.010	-3.69605	20.00000	平均
70. 1,1,1,2-テトラクロロエタン	0.36378	0.34747	0.34747	0.010	-4.48263	40.00000	平均
71. キシレン (m, p)	0.67749	0.65347	0.65347	0.010	-3.54641	40.00000	平均
72. キシレン (o)	0.64146	0.62527	0.62527	0.010	-2.52332	40.00000	平均
73. スチレン	1.05170	1.02909	1.02909	0.010	-2.14974	40.00000	平均
74. プロモホルム (**)	0.31021	0.28663	0.28663	0.010	-7.60009	40.00000	平均
75. イソブromilベンゼン	1.77659	1.72665	1.72665	0.010	-2.81090	40.00000	平均
77. ブromobenゼン	0.74579	0.72435	0.72435	0.010	-2.87530	40.00000	平均
78. 1,1,2,2-テトラクロロエタン (*)	0.93892	0.88917	0.88917	0.300	-5.29862	40.00000	平均
79. n-ブromilベンゼン	3.81859	3.75426	3.75426	0.010	-1.68474	40.00000	平均
80. 1,2,3-トリクロロプロパン	0.32454	0.29340	0.29340	0.010	-9.59680	40.00000	平均
81. 2-クロロトルエン	2.11588	2.09275	2.09275	0.010	-1.09318	40.00000	平均
82. 1,3,5-トリメチルベンゼン	2.62692	2.53695	2.53695	0.010	-3.42492	40.00000	平均
83. 4-クロロトルエン	2.43252	2.36035	2.36035	0.010	-2.96675	40.00000	平均
84. t-ブチルベンゼン	2.29632	2.27240	2.27240	0.010	-1.04174	40.00000	平均
85. 1,2,4-トリメチルベンゼン	2.53873	2.52059	2.52059	0.010	-0.71440	40.00000	平均
86. sec-ブチルベンゼン	3.43305	3.41617	3.41617	0.010	-0.49163	40.00000	平均
87. 1,3-ジクロロベンゼン	1.40547	1.38582	1.38582	0.010	-1.39822	40.00000	平均
88. p-イソブromiltolエン	2.87153	2.80363	2.80363	0.010	-2.36437	40.00000	平均
89. 1,4-ジクロロベンゼン	1.43088	1.38580	1.38580	0.010	-3.15027	40.00000	平均
90. n-ブチルベンゼン	2.62902	2.58521	2.58521	0.010	-1.66640	40.00000	平均
91. 1,2-ジクロロベンゼン	1.31531	1.29441	1.29441	0.010	-1.58919	40.00000	平均
92. 1,2-ジブromo-3-クロロプロパン	0.27280	0.24717	0.24717	0.010	-9.39397	40.00000	平均
93. 1,2,4-トリクロロベンゼン	0.84841	0.77579	0.77579	0.010	-8.55990	40.00000	平均
94. ヘキサクロロブタジエン	0.49194	0.45576	0.45576	0.010	-7.35499	40.00000	平均
95. ナフタレン	2.71843	2.51048	2.51048	0.010	-7.64987	40.00000	平均
96. 1,2,3-トリクロロベンゼン	0.78005	0.69988	0.69988	0.010	-10.27695	40.00000	平均
M 97. 1,2-ジクロロエタン (合計)	0.39434	0.37858	0.37858	0.010	-3.99575	40.00000	平均
M 98. キシレン (合計)	0.66548	0.64407	0.64407	0.010	-3.21804	40.00000	平均

平均 %D/ドリフト結果

平均 %D/ドリフト計算値 = 4.64924

平均 %D/ドリフト最大値 = 15.00000

* 平均 %D/ドリフトテスト合格

付録 J

Method 8260B - CCV

化合物	RRF/量	RF20	CCAL RRF20	最小 RRF	%D/% ドリフト	最大 %D/\$ ドリフト	曲線タイプ
\$ 4. ジブromofルオロメタン	0.36203	0.30793	0.30793	0.010	-14.94400	40.00000	平均
\$ 5. 1,2-ジクロロエタン-d4	0.37896	0.33032	0.33032	0.010	-12.83532	40.00000	平均
\$ 6. トルエン-d8	1.33288	1.14804	1.14804	0.010	-13.86768	40.00000	平均
\$ 7. 4-ブromofルオロベンゼン	0.47509	0.50135	0.50135	0.010	5.52653	40.00000	平均
\$ 136 トリフルオロトルエン	0.65302	0.56932	0.56932	0.010	-12.81811	40.00000	平均
8. ジクロロジフルオロメタン	0.37624	0.36928	0.36928	0.010	-1.85114	40.00000	平均
9. クロロメタン (**)	0.41232	0.40187	0.40187	0.100	-2.53470	40.00000	平均
10. 塩化ビニル (*)	0.37819	0.40335	0.40335	0.010	6.65290	20.00000	平均
11. ブロモメタン	0.22562	0.21861	0.21861	0.010	-3.10544	40.00000	平均
12. クロロエタン	0.21985	0.21516	0.21516	0.010	-2.13141	40.00000	平均
13. トリクロロフルオロメタン	0.53894	0.50758	0.50758	0.010	-5.81909	40.00000	平均
15. トリクロロトリフルオロエタン	0.30153	0.30394	0.30394	0.010	0.79949	40.00000	平均
17. 1,1-ジクロロエテン (*)	0.32357	0.29751	0.29751	0.010	-8.05290	20.00000	平均
18. アセトン	0.19525	0.19197	0.19197	0.010	-1.67941	40.00000	平均
21. 二硫化炭素	1.00047	1.09580	1.09580	0.010	9.52828	40.00000	平均
31. 酢酸ビニル	0.75420	0.73831	0.73831	0.010	-2.10624	40.00000	平均
22. 塩化メチレン	0.34503	0.32268	0.32268	0.010	-6.47865	40.00000	平均
23. t-ブタノール	0.12548	0.11780	0.11780	0.001	-6.12193	40.00000	平均
25. メチル-t-ブチルエーテル	0.96684	0.95180	0.95180	0.010	-1.55603	40.00000	平均
26. trans-1,2-ジクロロエテン	0.35888	0.33219	0.33219	0.010	-7.43626	40.00000	平均
27. アクリロニトリル	0.23506	0.23304	0.23304	0.010	-0.85920	40.00000	平均
30. 1,1-ジクロロエタン (**)	0.67020	0.60576	0.60576	0.100	-9.61609	40.00000	平均
33. 2,2-ジクロロプロパン	0.52308	0.45812	0.45812	0.010	-12.41860	40.00000	平均
35. cis-1,2-ジクロロエテン	0.42979	0.37067	0.37067	0.010	-13.75593	40.00000	平均
38. 2-ブタノン	0.34753	0.33514	0.33514	0.010	-3.56773	40.00000	平均
40. ブロモクロロメタン	0.19217	0.17708	0.17708	0.010	-7.85416	40.00000	平均
41. クロロホルム (*)	0.62925	0.58323	0.58323	0.010	-7.31386	20.00000	平均
42. 1,1,1-トリクロロエタン	0.57471	0.50924	0.50924	0.010	-11.39145	40.00000	平均
43. 四塩化炭素	0.52968	0.47581	0.47581	0.010	-10.17013	40.00000	平均
44. 1,1-ジクロロプロペン	0.54167	0.48439	0.48439	0.010	-10.57539	40.00000	平均
47. ベンゼン	1.44144	1.33789	1.33789	0.010	-7.18415	40.00000	平均
48. 1,2-ジクロロエタン	0.45716	0.40972	0.40972	0.010	-10.37868	40.00000	平均
49. トリクロロエテン	0.39905	0.36261	0.36261	0.010	-9.13196	40.00000	平均
51. 1,2-ジクロロプロパン (*)	0.35472	0.32903	0.32903	0.010	-7.24287	20.00000	平均
52. ジブromomeタン	0.23970	0.21247	0.21247	0.010	-11.35898	40.00000	平均
53. 1,4-ジオキサン	0.00634	0.00653	0.00653	0.000	2.95924	40.00000	平均
54. ブロモジクロロメタン	0.46274	0.41117	0.41117	0.010	-11.14472	40.00000	平均
55. 2-クロロエチルビニルエーテル	0.23855	0.23045	0.23045	0.010	-3.39685	40.00000	平均
56. cis-1,3-ジクロロプロペン (xt)	0.54372	0.48707	0.48707	0.010	-10.41955	40.00000	平均
57. 4-メチル-2-ペンタノン	0.59436	0.55308	0.55308	0.010	-6.94548	40.00000	平均
58. トルエン (*)	0.88330	0.81971	0.81971	0.010	-7.19920	20.00000	平均
60. trans-1,3-ジクロロプロペン (x)	0.48155	0.44470	0.44470	0.010	-7.65230	40.00000	平均

化合物	RRF/量	RF20	CCAL RRF20	最小 RRF	%D/% ドリフト	最大 %D/\$ ドリフト	曲線タイプ
61. 1,1,2-トリクロロエタン	0.29117	0.27479	0.27479	0.010	-5.62833	40.00000	平均
62. テトラクロロエテン	0.43237	0.42795	0.42795	0.010	-1.02370	40.00000	平均
63. 1,3-ジクロロプロパン	0.53209	0.52244	0.52244	0.010	-1.81311	40.00000	平均
64. 2-ヘキサノン	0.48610	0.48886	0.48886	0.010	0.56779	40.00000	平均
65. ジブロモクロロメタン	0.36707	0.35835	0.35835	0.010	-2.37560	40.00000	平均
66. 1,2-ジブromoエタン	0.35029	0.34097	0.34097	0.010	-2.66247	40.00000	平均
67. 1-クロロヘキサン	0.52539	0.52604	0.52604	0.010	0.12412	40.00000	平均
68. クロロベンゼン (**)	0.98165	0.97600	0.97600	0.300	-0.57501	40.00000	平均
69. エチルベンゼン (*)	0.55007	0.54904	0.54904	0.010	-0.18763	20.00000	平均
70. 1,1,1,2-テトラクロロエタン	0.36378	0.34529	0.34529	0.010	-5.08217	40.00000	平均
71. キシレン (m, p)	0.67749	0.67448	0.67448	0.010	-0.44459	40.00000	平均
72. キシレン (o)	0.64146	0.64343	0.64343	0.010	0.30744	40.00000	平均
73. スチレン	1.05170	1.01640	1.01640	0.010	-3.35604	40.00000	平均
74. ブロモホルム (**)	0.31021	0.29775	0.29775	0.010	-4.01697	40.00000	平均
75. イソプロピルベンゼン	1.77659	1.75886	1.75886	0.010	-0.99792	40.00000	平均
77. ブロモベンゼン	0.74579	0.75576	0.75576	0.010	1.33683	40.00000	平均
78. 1,1,2,2-テトラクロロエタン (*)	0.93892	0.97358	0.97358	0.300	3.69186	40.00000	平均
79. n-プロピルベンゼン	3.81859	3.89748	3.89748	0.010	2.06583	40.00000	平均
80. 1,2,3-トリクロロプロパン	0.32454	0.31495	0.31495	0.010	-2.95645	40.00000	平均
81. 2-クロロトルエン	2.11588	2.17685	2.17685	0.010	2.88168	40.00000	平均
82. 1,3,5-トリメチルベンゼン	2.62692	2.60407	2.60407	0.010	-0.86973	40.00000	平均
83. 4-クロロトルエン	2.43252	2.47865	2.47865	0.010	1.89658	40.00000	平均
84. t-ブチルベンゼン	2.29632	2.38196	2.38196	0.010	3.72921	40.00000	平均
85. 1,2,4-トリメチルベンゼン	2.53873	2.59629	2.59629	0.010	2.26723	40.00000	平均
86. sec-ブチルベンゼン	3.43305	3.46989	3.46989	0.010	1.07319	40.00000	平均
87. 1,3-ジクロロベンゼン	1.40547	1.45803	1.45803	0.010	3.73953	40.00000	平均
88. p-イソプロピルトルエン	2.87153	2.89984	2.89984	0.010	0.98605	40.00000	平均
89. 1,4-ジクロロベンゼン	1.43088	1.43038	1.43038	0.010	-0.03493	40.00000	平均
90. N-ブチルベンゼン	2.62902	2.67808	2.67808	0.010	1.86624	40.00000	平均
91. 1,2-ジクロロベンゼン	1.31531	1.30647	1.30647	0.010	-0.67216	40.00000	平均
92. 1,2-ジブromo-3-クロロプロパン	0.27280	0.25308	0.25308	0.010	-7.22822	40.00000	平均
93. 1,2,4-トリクロロベンゼン	0.84841	0.80204	0.80204	0.010	-5.46552	40.00000	平均
94. ヘキサクロロブタジエン	0.49194	0.45181	0.45181	0.010	-8.15651	40.00000	平均
95. ナフタレン	2.71843	2.54349	2.54349	0.010	-6.43538	40.00000	平均
96. 1,2,3-トリクロロベンゼン	0.78005	0.72478	0.72478	0.010	-7.08498	40.00000	平均
97. 1,2-ジクロロエテン (合計)	0.39434	0.35143	0.35143	0.010	-10.88090	40.00000	平均
98. キシレン (合計)	0.66548	0.66413	0.66413	0.010	-0.20330	40.00000	平均

平均 %D/ドリフト結果

平均 %D/ドリフト計算値 = 4.76143

平均 %D/ドリフト最大値 = 15.00000

* 平均 %D/ドリフトテスト合格

詳細情報

これらのデータは標準的な結果を表しています。アジレントの製品とサービスについての詳細な情報は、アジレントのウェブサイト www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

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. 2012

Printed in Japan

June 11, 2012

5991-0029JAJP



Agilent Technologies