

# GC/MS/ECD/FPD と 731 化合物 DRS データベースによる国土安全保障関連および環境関連サンプルに含まれる有害化学物質のスクリーニングアプリケーション

国土安全保障、環境

## 著者

Bruce Quimby  
Mike Szelewski  
Agilent Technologies, Inc.  
2850 Centerville Road  
Wilmington, DE 19808  
UASA

## 要旨

有害化学物質が関与した国土安全保障上および環境上の事件に対処するには、まず第 1 に含まれている化学物質を迅速かつ正確に同定することが必要で、第 2 に多数のサンプルでその物質を定量的に測定し、事件の対処に役立てることが必要です。調査する対象化合物の性質が不明で、マトリックスが複雑である場合には、その分析のメソッドを開発することは非常に困難です。本実験における方法では、ガスクロマトグラフ/質量分析法 (GC/MS) システムで、カラム終端にマイクロ流体スプリッタを接続して使用しました。このスプリッタによってカラムからの溶出を分岐し、MS と、デュアル波長蛍光光度検出器 (DFPD) の組合せ、または MS とマイクロ電子捕獲型検出器 ( $\mu$ ECD) と単一波長 FPD の組合せにより検出しました。この方法では 1 回の注入から、MS と、2 チャンネルの選択的 GC 検出器データを同時収集することができます。このマルチシグナルコンフィグレーションによって、ライブラリ検索用のフルスキャン MS データ、微量分析用の選択イオンモニタリング (SIM) データ、複雑なマトリックス試料で優れた選択性と感度が得られる  $\mu$ ECD データと FPD データが得られました。本システムはリテンションタイムロッキング (RTL) を使用して、有

害化学物質の 731 化合物データベースにあるリテンションタイム (RT) と正確に一致する RT を生成します。デコンボリューションレポートソフトウェア (DRS) を使用することにより、迅速で正確な MS データの解釈が、特に高マトリックス汚染物のあるサンプルで行うことができました。選択性 GC 検出器、SIM/Scan、およびデコンボリューションを組み合わせると、高い目標に向けて著しい進歩の認められる、非常に強力な有害化学物質分析システムができます

## はじめに

近年、偶発的な事故または意図的な活動による有害化学物質の放出に対する懸念が高まっています。こうした事件に迅速に対処できる分析ラボの必要性は、国土安全保障の機関および環境関連の機関ともに認識しています。毒性工業化学物質/毒性工業物質 (TIC/TIM) という用語は、安全保障用語としては有毒化学物質を表すために使用され、環境用語としては環境に有害な物質など別の用語として使用されます。どちらの場合でも、事件に関与している有害化学物質を同定する機能を備えたラボメソッドを開発して、収集したサンプルに含まれる化学物質の濃度を測定可能にすることは重要な課題です。

この分析のメソッドを開発する際にはいくつかの困難な課題に直面します。メソッドは、次の条件を満たす必要があります。

- 関与する特定の毒物を迅速かつ正確に同定できる。
- 発生源での高濃度物質で濃度を正確に測定できる (高いダイナミックレンジ)。
- 発生源周辺と除染作業中での低濃度物質で濃度を正確に測定できる (低い検出限界)。



Agilent Technologies

- マトリックス干渉(木の煙、燃料、燃焼しているタイヤなど)を克服する高い選択性により、誤検出と見逃しをともに最小化できる。
- 可能な限り多種類の毒物を同定できる。
- より多数のサンプルを処理できる。

考えられるすべての有害化学物質を検出できる単一の分析手法が存在しないことは明白です。しかしながら GC/MS は、広範な種類の有害化学物質を同定、測定するために広く利用されている方法です。GC/MS は、数千種類の化学物質を分析するために世界中のラボで広く使用されています。

GC/MS メソッドは一般的に、10~100 種類の化学物質を分析するために開発されます。ターゲットイオンと 2~3 種類のクォリファイアイオンが特定のアバンドンス比で存在し、所定の RT ウィンドウ内に出現すれば、ターゲット化合物が存在するものと見なされます。ターゲットの同定はピークの頂点におけるスキャンをライブラリリファレンススペクトルと比較して詳細に確認できます。

マトリックス干渉は多くの場合、サンプル調製パラメータ、GC パラメータ、および MS パラメータの組み合わせを最適化することによって最小化することができます。大部分のメソッドで取り扱うマトリックスは多くても 2~3 種類であるため、同定確認に選ばれるイオンは、そのマトリックス内で干渉が最小になるものを選ぶことができます。そのメソッドで分析するターゲットの数が限られている場合は、僅かなキャリブレーション標準ミックスを注入するだけで、レスポンスファクタ、RT、およびクォリファイアイオンのアバンドンス比をリキャリブレーションすることができます。

多種にわたる複雑なマトリックスに含まれている非常に多数のターゲットを一斉に分析する包括的なスクリーニングメソッドの開発が、メソッドの開発者にとって新たな課題となっています。数百のターゲットをスクリーニングする場合には、以下の複数のファクタを考慮する必要があります。

- サンプル調製によりマトリックス干渉を抑える方法は、大幅に制限されます。これは、徹底的なクリーンアップ手順によってターゲットも不用意に除去される可能性があるためです。このようにクリーンアップの程度を下げることで、マトリックス干渉の問題も著しく大きくなる可能性があります。
- レスポンスファクタ、RT、およびクォリファイアアバンドンス比をリキャリブレーションすることは、ターゲットの数が多いため困難もしくは不可能となっています。
- メソッドは、すべてのターゲットに対応するキャリブレーション標準がなくてもラボに配備することができます。

- 複雑なマトリックスに含まれる数百のターゲットのデータをレビューするには、膨大な時間が必要となる可能性があります。
- ターゲットのデータベースが非常に大規模であっても、そのターゲットリストにない有害化学物質がサンプル内に存在する可能性があります。

近年では、上記の諸課題に対処するための方法がいくつか使用できるようになりました。RTL によって、異なる機器であっても、データベースの RT と正確に一致する RT を生成できるようになりました [1]。これにより、個々の機器で RT とタイムイベントをリキャリブレーションする必要がなくなります。高信頼性の不活性マイクロ流体スプリッタの導入によって、マススペクトルデータと、リンや硫黄、電子捕獲型検出器などによるデータを同時に収集できます [2]。選択性検出器のクロマトグラムによって、MS ターゲットリストにない化合物の場合も、疑わしい化合物を強調表示することができます。また、ターゲット化合物の定量に代替手段として使用することもできます。

同時 SIM/Scan 機能の導入によって、1 回の注入からフルスキャンデータと SIM データを同時に取り込むことができます [2, 3]。スキャンデータは、データベース内のターゲット全リスト化合物をスクリーニングするのに使用できます。SIM データでは、優先度の高いサブセットの化合物を非常に低い濃度まで検出します。

複雑なマトリックスを取り扱うために開発された最も重要なツールの 1 つに、Agilent のデコンボリューションレポートソフトウェア (DRS) があります [4]。このツールで使用される高度計算技術によって、重なり合っている干渉ピークのスペクトルから、ターゲットのスペクトルが抽出されます。抽出されたスペクトルはライブラリのスペクトルと比較して、そのターゲットが存在しているかどうか決定されます。どのヒットも、メインの NIST MS リファレンスライブラリで検索することにより確認されます。この処理は自動化されているため、データの解釈に費やす時間を大幅に削減できます。DRS では 4 つのイオンのみではなくスペクトル全体で比較するため、これまでの一般的な方法ではうまく行かなかった、干渉が存在している場合でのターゲットの同定をかなりの確率で正確に行うことができます。DRS の使用により、誤検出および見逃しの数をともに減らすことができます。

このアプリケーションノートでは、前記の技術と、731 の有害化学物質のデータベースである Agilent 有害化学物質データベースライブラリ (HCD) とを組み合わせ、有害物質のスクリーニングに使用する方法について説明します。対象の化合物は、環境や食品安全性での重要性を考慮して選択しました。実際のところ、大量製造された毒性物質は、環境関連のメソッドでよく検出されます。ここで言及する農薬物質は、その多くが毒性を示します。

リストには、以下の物質が含まれています。

- 塩化ダイオキシシと塩化フラン (EPA 8280A) 10 種類
- ポリ塩化ビフェニル (EPA 8082) 19 種類
- 揮発性化合物 (EPA 502/524) 60 種類
- 半揮発性化合物 (EPA 8270C Appendix IX) 140 種類
- 農薬物質 (Agilent RTL 農薬物質データベース (改編) 567 種類)
- 合計 796 種類 (2 グループに 65 種類、または独立した 731 種類)

データベース内のすべての化合物名は、本ノートの末尾にある (Appendix A) に示しております。

検出される有害化学物質のすべてが、前記のリストに入っているとはかぎりません。しかしながら、このリストにより既知の有害物質の多くをスクリーニングすることができ、選択性検出器を付加することで、関心のある非ターゲット化合物を強調表示させることができます。

このデータベース開発に選択されたクロマトグラフ条件は全く汎用的なもので、これらのテーブルに含まれていない他のタイプの化合物の分析にも応用できます。例えば、化学兵器物質 (CWA) 用のキャリブレーション標準を準備できるラボでは、テーブルに CWA のデータを追加して、それらも同様にスクリーニングできます。

データベースに記録された化合物の RT は、マイクロ流体スプリッターを使用して 3.8 psig のカラム出口圧力で収集されたものです。この収集により、サンプル分析中に測定された RT は、マイクロ流体スプリッターや Quick-Swap を使用した場合でも、データベースでの RT に非常によく一致することが確かめられました。

このデータベースを利用するクロマトグラフ条件は、メソッドトランスレーション技術と互換性があるようにします。GC 注入口では定圧力モードを使用して、メソッドトランスレーションにより、高速分析のメソッドで正確なタイムスケールが得られます [5]。Agilent 有害化学物質データベースライブラリと共に、プライマリデータベース (1X) の正確に 3 倍速 (3X) と 7 倍速 (7X) で分析を行うためのファイルが提供されています。また、この 3 種類の速度のそれぞれで、731 種類の化合物全部について分析するか、36 種類の芳香族炭化水素を除外して分析するかの 2 とおりの形式のデータベースが用意されています。後者の形式は、燃料が含有されていることが分かっているサンプルで、燃料成分を分析対象としない場合に使用します。下に示す例では、燃料をベースのマトリックスとして使用しているため、炭化水素を除外したデータベースを使用しています。

## システムの構成

図 1A と図 1B は、使用したシステムの構成です。

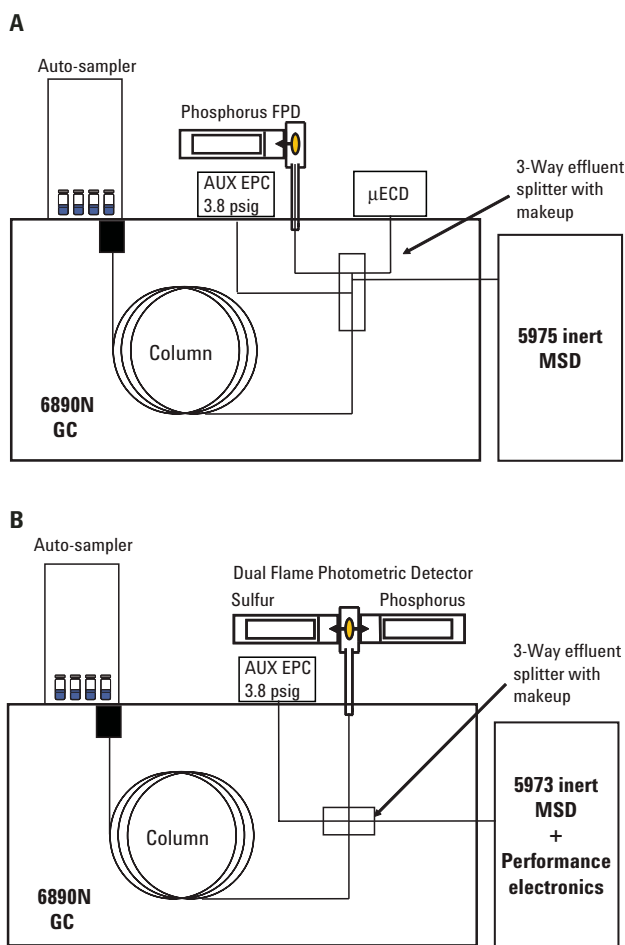


図 1 システムの構成。A) 等倍および 3 倍速のスクリーニング分析に使用する GC/MS/ECD/FPD システム。B) 7 倍速のスクリーニング分析に使用する GC/MS/DFPD システム。

以下は、主要コンポーネントについて説明します。

### 高速オープン

プライマリ 1X メソッドのみ、120V オープンで使用できます。6890N 240V オープン (日本では 200V 高速オープンが標準装備) では、15 m の HP-5MS カラムを使用して正確に 3 倍速 (14.33 分) でスクリーニング分析メソッドを実行できます。さらに 240V GC に SP1 2310-0236 (バック側注入口の下にあるオープン背面に MSD インタフェースを装着) を取り付けてオープンインサートアクセサリ G2646-60500 を使用すると、5 m の HP-5MS カラムを使用して 7 倍速 (6.14 分) のスクリーニング分析を実行できます。オープンインサートアクセサリを使用すると、フロント側の注入口と検出器が使用できなくなることに注意してください。スプリットして使用できる検出器は 1 基のみです。この構成には、1 基の検出器で 2 つのシグナルを生成する DFPD が適しています。

## μECD

6890N のオプション 231 は、μECD です（日本ではアクセサリでのみ提供。表示付認証機器と一般用が選択できます）。電子捕獲検出器 (ECD) からのシグナルは、MS ChemStation によって MS データと同時に収集、保存、処理されます。ECD には本質的に選択性があり、ハロゲン化合物に対して高感度のレスポンスを持っています。ポリ塩化化合物では 1 pg 未満の検出限界を示します。また、ニトロ化合物など他のいくつかの官能基に対しても応答します。しかし、フタル酸エステルなど一部の測定対象でない化合物に対しても応答してしまいます。ECD データには、いくつかの使い方があります。非ターゲットであるハロゲン化合物やニトロ化合物が強調表示されます。ターゲット化合物の RT に出現した電子捕獲化合物は、同定の確認に役立てることができます。ECD のレスポンスは定量分析に使用できますが、レスポンスファクタは個々の化合物に依存しており化合物のクラスによって著しく異なるため、ECD のレスポンスは標準によるキャリブレーション後でしか定量に使用できません。

## シングル FPD

6890N のオプション 240 は、シングル FPD です。硫黄またはリンのどちらかを選択的に検出する際に使用します。検出器は多くの場合リンモードで動作し、有機リン系農薬や神経毒などのリン系化合物を強調表示するために使用されます。リンモードでは、リンに対して非常に低い検出限界 (~0.050 pg) で高い選択性 (>10<sup>6</sup>) を示します。新しい農薬やデザイナー神経毒などの新規で非ターゲットである有機リン系化合物を発見できる FPD 機能は、特に有用です。ターゲット化合物の RT に出現したリン化合物は、同定の確認に利用することができます。リンの単位重量あたりのレスポンスは化合物間で比較的整合性があるため、ターゲット化合物のキャリブレーション標準がない状況での半定量分析に、FPD を使用することができます。

## デュアル FPD

6890N のオプション 241 はデュアル FPD (DFPD) です。DFPD には、硫黄とリンを同時に測定する検出チャンネルがオプションで付いています。DFPD の硫黄レスポンスもリンほどではないですが、高い選択性 (>10<sup>4</sup>) と感度 (検出限界 <10 pg) を持っています。硫黄シグナルも、注入された硫黄アmountに対する 2 次曲線を示します。硫黄シグナルは、硫黄マスタード類の検出や、含硫黄農薬の同定確認にしばしば用いられます。硫黄の単位重量あたりのレスポンスは化合物間で比較的整合性がありますが、リンシグナルの場合よりも変動します。

## マイクロ流体スプリッタ

6890N のオプション 890 (3 ウェイスプリッタ) またはオプション 889 (2 ウェイスプリッタ) は、拡散接合メッキ技術と金属製カラムフェラルを組み合わせ使用した、不活性で、使いやすく、リークのない、高温で使用できるカラム溶出スプリッタです。このスプリッタでは、定圧力のメークアップに Aux EPC を使用します (6890N オプション 301)。Aux EPC によるメークアップは、分析終了時に高圧になるように圧力プログラムされ、同時に注入口圧力を大気圧付近にまで下げます。これにより、カラム内の流量が逆方向になり、高沸点成分を注入口のスプリットベントへとバックフラッシュします。バックフラッシュによって、高沸点のマトリックス成分を含有するサンプルの分析時間を大幅に減らすことができます [6]。Aux EPC を使用すると、MSD のベントを行わずにカラムの交換とメンテナンスを行うこともできます。カラムフィッティングがスプリッタから取り外されると、メークアップ供給ガスからのヘリウムによってそのカラムフィッティングがパーズされ、空気が MSD に入るのを防止できます。カラムがスプリッタに取り付けられているが注入口から外れている場合には、ヘリウムがカラムの逆方向に流れて、カラムの注入口側に抜けます。注入口のメンテナンスやカラムヘッドのトリミングは、空気が加熱状態のイオン源に吸引されるのを防ぐため、MSD の冷却およびベントを行なうことなく実施できます。

## MSD システム

5975 inert MSD パフォーマンスターボ付 (G3172A) または 5973N inert MSD パフォーマンスエレクトロニクスとパフォーマンスターボ付 (G2579A)、EI (電子衝撃イオン化モード) MSD を使用します。これらの構成によって、感度を維持しながらフルスキャンレートを高めることができます。このスキャンレートは、高速クロマトグラフィーでのより狭いピーク幅に対応しています。パフォーマンスターボポンプは、より高い流量でスクリーニングメソッドを実施する場合に必要です。

## 同時 SIM/Scan

使用する Agilent MSD ChemStation のリビジョンは、D.02.00 (またはそれ以降) で、このリビジョンには、同時 SIM/Scan 機能が付いています。SIM/Scan の動作は、1 つおきのサイクルで SIM データを収集し、もう一方のサイクルでスキャンデータを収集することで、このようなデータをクロマトグラム全体にわたって収集します。この動作で収集された SIM データとスキャンデータの S/N 比は、SIM メソッドのみやスキャンメソッドのみで収集されたデータとほぼ同じです。従来の SIM メソッドと同様、収集に必要な時間が SIM グループ間で異なるため、1 回の分析で 731 種類すべてのターゲットをモニタリングできるわけではありません。SIM データ取込の設

定は一般的に、非常に低い濃度で優先度が高いターゲットを収集するように行います。このようなターゲットの例としては、塩化ダイオキシンや CWA があります。

## DRS ソフトウェア (G1716AA)

MS データのスペクトルデコンボリューションによって、対象化合物のピークにマトリックスのピークが重なり合っている場合にも、対象化合物の同定を行うことができます [4]。これによりクロマトグラフィーの分離能要件が大幅に減少するため、より高いレベルのマトリックスと重なっているターゲットを検出したり、高速クロマトグラフィーの使用で分析時間を短縮することができます。DRS では NIST からの AMDIS デコンボリューションプログラムを使用します。このプログラムは元々、複雑なサンプルに含まれている微量の化学兵器を検出するために開発されたものです。DRS には、次の 3 とおりの化合物同定レベルがあります。

- RT と 4 種類のイオンの決まりに基づいた ChemStation ソフトウェア
- “純粋なスペクトル” のフルイオン一致およびロックされた RT に基づいた AMDIS プログラム
- 163000 種類の化合物ライブラリを使用する NIST05 検索

## 有害化学物質データベースライブラリ (G1671AA)

このライブラリによって、731 種類の化合物スクリーニングメソッド用のマススペクトルライブラリ、メソッド、および DRS のファイルが提供されます。

## 機器操作パラメータ

使用する機器操作パラメータを表 1 に示します (別記による記載を除く)。これらのパラメータは最初に試みる条件であり、試料と目的により最適化する必要があります。

ここで記載するすべての実験ではスプリット/スプリットレス注入口を使用しています。クリーンなサンプルにはスプリットレス注入、汚れたまたは高濃度のサンプルにはスプリット注入というように柔軟な選択が可能です。また、カラムのバックフラッシュにも対応しています。室温ヘッドスペースを除くすべての事例で、注入口ライナとして内径が 4 mm の Cyclosplitter (Restek、パーツ番号 20706-214.1) を使用しています。この注入口ライナは、ガラスウールを含まないため活性度が低いことが明らかとなっています。内部のライナ構造によって、スプリット注入で適切な混合が行われます。特に記載がない限り、スプリット注入はスプリット比 10:1 で行いました。高マトリックスのサンプルでは、マトリックスの注入量がカラム保持量とほぼ一致します。マトリックスの注入量が過剰である場合には、ターゲットの RT が変

化する可能性があります。スプリット注入は、ガスから高分子の多環芳香族炭化水素 (PAH) に至るまでの揮発性の範囲にある化合物について、サンプルをスクリーニングするには最も簡単で信頼性の高い方法でもあります。スプリットレス注入は多くの場合、溶媒の問題により、最も沸点が低い揮発性化合物には対応していません。半揮発性物質が目的である低マトリックスのサンプルでは、スプリットレス注入を使用できます。

室温ヘッドスペース分析 [7] の条件を、表 1 の下部に示しました。室温ヘッドスペースに使用したライナは、内径が 1 mm の直管型 (ガラスウールなし) の Siltek コーティング (Restek、パーツ番号 20973-214.5) です。表 1 に示したオートインジェクタパラメータは、室温ヘッドスペースで非常に重要です。室温ヘッドスペースによって分析された揮発性化合物サンプルは、参考文献 7 に記載の方法で調製しました。

テーブル内のターゲットの沸点は非常に広範囲ですが、1 回の分析でそれらターゲットのすべてについてスクリーニングを行うことは実際的ではありません。これは、半揮発性化合物の分析を溶媒と共に分析すると、テーブル内で沸点が最も低い揮発性化合物は溶媒に阻まれてピークとして溶出しません。逆に、沸点が最も低い化合物を注入するメソッドでは多くの場合、高沸点物質には適しません。表 1 で示される MSD 溶媒ディレイは、半揮発性化合物の分析で使用する溶媒のイソオクタンに基づいています。使用する溶媒の沸点が低くなると、それに従ってこのディレイを短くすることができます。

一部のターゲット化合物では、沸点が高いために注入口と検出器の温度を高くすることが必要になります。これらの化合物とは、PAH、ポリ塩化ダイオキシン、およびポリ塩化フランという分子量が高い化合物です。これらの化合物では、注入口温度、MS イオン源、およびトランスファーラインも 300°C にまで上げました。こうした高温を用いないと、これらの化合物はテーリングを起し、場合によってはシグナルも低下します。逆に温度とのトレードオフにより、熱に不安定な一部の化合物のパフォーマンスは、温度が高くなると分解することもあります。

表 1 に示す MSD データ取込サンプリング速度は、スキャンモードのみに対応しています。揮発性化合物の分析では、スキャンレートを 1 段階上げます。また、SIM/Scan モードを使用する場合もスキャンレートを 1 段階上げます。SIM/Scan モードでの SIM ドウエルタイムは、モニタリングするイオンごとに 40 ミリ秒に設定しました。

マイクロ流体スプリッタのパラメータの選択は、検出器間で希望する流量比が得られるようにし、かつ使用する検出器で必要な流量が得られるように調整します。第 1 に考慮すべき事項とは、測定データを収集している間に MSD への流量が ~4 mL/min を超えないようにするこ

表 1 ガスクロマトグラフおよび質量分析計の分析条件

	1X メソッド (オリジナル)	3X メソッド	7X メソッド
<b>GC</b>			
Agilent Technologies 6890N			
7683 オートインジェクタとトレイ			
注入口	EPCスプリット/スプリットレス	EPCスプリット/スプリットレス	EPCスプリット/スプリットレス
モード	定圧力	定圧力	定圧力
注入タイプ	スプリット	スプリット	スプリット
注入量 (µL)	1.0	1.0	1.0
注入口温度 (°C)	250	250	250
標準圧力 (psig)	31.17	23.96	8.84
RT ロッキング化合物	リン酸トリプロピル	リン酸トリプロピル	リン酸トリプロピル
RT ロッキングタイム (min)	12.874	4.291	1.839
スプリット比	10:1	10:1	10:1
ガスセーバ	オフ	オフ	オフ
ガスのタイプ	ヘリウム	ヘリウム	ヘリウム
<b>オープン</b>			
電圧 (VAC)	120 または 240	240	240 (ピロー装着)
オープン初期温度 (°C)	40	40	40
オープン初期持続時間 (min)	2	0.667	0.286
昇温速度 (°C/min)	10	30	70
最終温度 (°C)	300	300	300
最終持続時間 (min)	15	5	2.143
合計分析時間 (min)	43.00	14.33	6.14
平衡化時間 (min)	0.5	0.5	0.5
<b>カラム</b>			
タイプ	HP 5-MS inert	HP 5-MS	HP 5-MS
Agilent パーツ番号	19091S-433i	19091S-431	カスタム
長さ (m)	30	15	5
直径 (mm)	0.25	0.25	0.25
膜厚 (µm)	0.25	0.25	0.25
出口圧力 (AUX EPC、psig)	3.8	3.8	3.8
<b>FPD または DFPD</b>			
タイプ	シングル (リン)	シングル (リン)	デュアル (硫黄とリン)
温度 (°C)	250	250	250
水素流量 (mL/min)	75	75	75
空気流量 (mL/min)	100	100	100
モード:定メークアップ流量			
N2 メークアップ流量 (mL/min)	60	60	60
取込速度 (Hz)	5	10	10
<b>µECD</b>			
温度 (°C)	300	300	N/A
N2 メークアップ流量 (mL/min)	60	60	N/A
モード:定メークアップ流量			
取込速度 (Hz)	5	10	N/A
<b>AUX EPC 圧力</b>			
圧力 (psig)	3.8	3.8	3.8
ガスのタイプ	ヘリウム	ヘリウム	ヘリウム

表1 ガスクロマトグラフおよび質量分析計の分析条件 (続き)

<b>MSD</b>			
Agilent Technologies	5975 inert MSD	5975 inert MSD	5973 inert
			パフォーマンスエレクトロニクス
チューニングファイル	Atune.U	Atune.U	Atune.U
モード	スキャン	スキャン	スキャン
溶媒ディレイ (min)	2.20	0.82	0.40
EM 電圧	Atune 電圧	Atune 電圧	Atune 電圧
低マス (amu)	35	35	35
高マス (amu)	565	565	565
スレッシュホールド	0	0	0
サンプリング	1	1	0
1 秒あたりスキャン回数	5.23	5.23	9.46
四重極温度 (°C)	150	150	150
イオンソース温度 (°C)	230	230	230
トランスファーライン温度 (°C)	280	280	280
<b>スプリッター</b>			
タイプ	3 ウェイ	3 ウェイ	2 ウェイ
6890N オプション番号	890	890	889
流量比	MSD:FPD:ECD = 1:1:0.1	MSD:FPD:ECD = 1:1:0.1	MSD:DFPD = 1:1
(非活性型ヒューズドシリカチューブ)			
MSD リストリクタ長 (m)	1.44	1.44	1.44
MSD リストリクタ内径 (mm)	0.18	0.18	0.18
FPD/DFPD リストリクタ長 (m)	0.53	0.53	0.53
FPD/DFPD リストリクタ内径 (m)	0.18	0.18	0.18
ECD リストリクタ長 (m)	0.51	0.51	N/A
ECD リストリクタ内径 (mm)	0.10	0.10	N/A
<b>室温ヘッドスペース</b>			
注入口	EPC スプリット/スプリットレス		
モード	定圧力		
注入タイプ	スプリット		
注入口温度 (°C)	200		
標準圧力 (psig)	31.17		
RT ロッキング化合物	リン酸トリプロピル		
RT ロッキングタイム (min)	12.874		
スプリット比	1:1		
ガスセーバ	オフ		
ガスのタイプ	ヘリウム		
<b>オートインジェクタ</b>			
サンプル洗浄	0		
サンプルポンプ	3		
注入量 (µL)	50		
シリンジサイズ (µL)	100		
注入前溶媒 A 洗浄	0		
注入前溶媒 B 洗浄	0		
注入後溶媒 A 洗浄	1		
注入後溶媒 B 洗浄	3		
粘性ディレイ (s)	5		
ブランジャ速度	高速		
注入前ドウェル (min)	0		
注入後ドウェル (min)	0		
サンプリング深さ (mm) (重要!)	20		

とです。また、2 ウェイスプリット構成においては、溶出を DFPD と MSD とに均等に分割することが求められます。3 ウェイ構成では、検出器の感度が極度に高いため、 $\mu$ ECD への分割は MSD と FPD への分割の 1/10 に減少しました。検出器リストリクタの長さや直径は、スプリッタに付属のスプレッドシート計算器によって計算しました。

Agilent ChemStation で使用したピーク認識ウィンドウは  $\pm 0.2$  min に設定し、AMDIS では 12 秒に設定しました。これらの値は、ある程度の RT ドリフトを補正できる程度に広く、しかも誤検出の数を最小化できるほど狭いことが明らかとなっています。AMDIS での一致ファクタの最小設定値は 45 にしました。この値により、誤検出と見逃しの数を最小になるものと思われる。

## 結果

### 揮発性化合物

揮発性化合物の分析に使用する HCD メソッドを評価するため、ヘッドスペース注入を選択しました。ヘッドスペース注入は通常、その目的で特別に設計されたサンプル自動加熱の専用サンプラで行います。室温ヘッドスペース [7] とは、ヘッドスペース技法の1つで、汎用の液体オートサンプラにガスタイトシリンジを装着して 2 mL バイアルからそのヘッドスペースを注入する方法です。室温ヘッドスペースは加熱されていないため、室温で揮

発性のある化合物に限られます。室温ヘッドスペースは、水中で比較的非極性である揮発性化合物の分析において有用です。ラボにとって揮発性化合物についてサンプルをスクリーニングする必要があり、専用のヘッドスペースサンプラを持っていない場合には、この室温ヘッドスペースが便利です。液体サンプリングから室温ヘッドスペースに変更するのに必要なことは、注入口ライナとオートサンプラシリンジを別のものに交換することのみです。

図 2 に、図 1A のシステムを使用した分析のクロマトグラムを示します。14 種類のハロゲン化揮発性化合物の混合物を 2 ppm で水中にスパイクしました。バイアル内のヘッドスペース約 1 mL のうち 50  $\mu$ L の気体を注入しました。

共溶出している ピーク 3 とピーク 4 を除き、化合物は適切に分離されています。

フルスキャンデータから得られた MS の全イオンクロマトグラムと比較するため、ECD のクロマトグラムは反転されています。すべての揮発性化合物は ECD でレスポンスを示しましたが、化合物 1、2、8 のレスポンスはその他残りの化合物よりも著しく低くなりました。ECD では全般的に、化合物とのレスポンスは分子内のハロゲン数に対して劇的に上昇します。リン含有の化合物はなかったため、FPD でのレスポンスはありませんでした。

図 3 は、サンプルの DRS レポートです。同定されたそれぞれの化合物での RT、CA 化合物番号 (CAS#)、およ

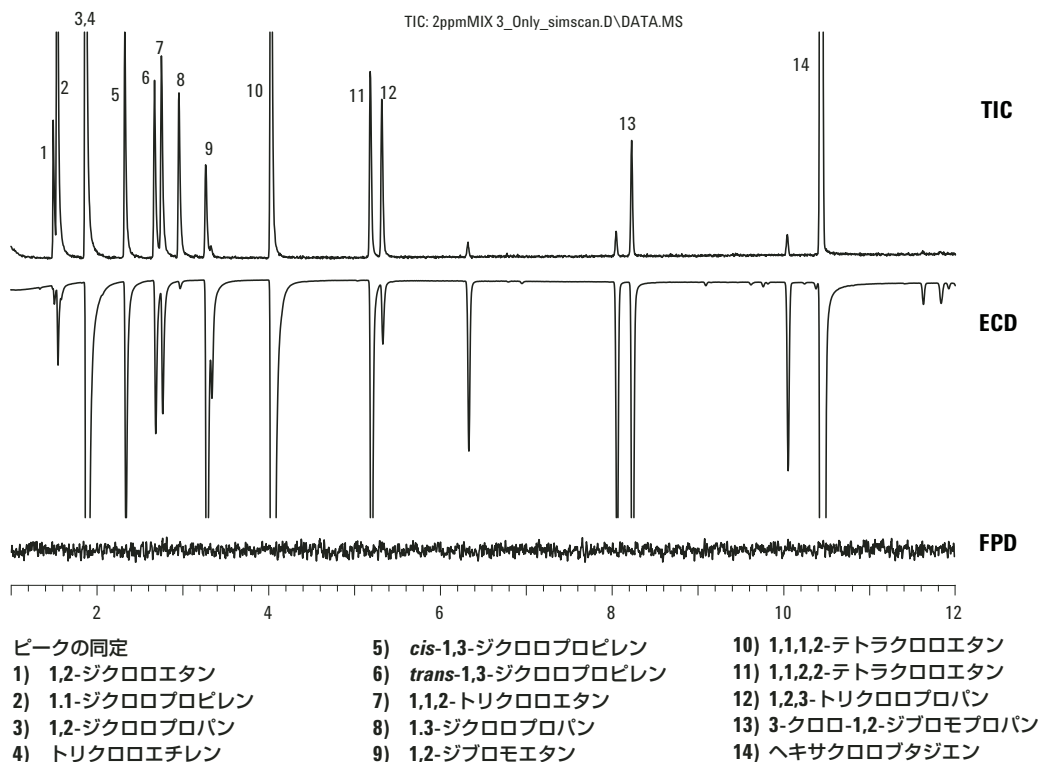


図 2 水に含まれる揮発性有機化合物の室温ヘッドスペース分析 (1 成分あたり 2 ppm でスパイク)

## MSD Deconvolution Report

Sample Name: 2 ppmVOA MIX 3 Only

Data File: C:\msdchem\1\DATA\042205AMHS\_SimScan\2ppmMIX 3\_Only\_simscan.D

Date/Time: 05:13:03 PM Friday, Dec 9 2005

The NIST library was searched for the components that were found in the AMDIS target library.

R.T.	Cas #	Compound Name	Agilent	AMDIS		NIST	
			ChemStation Amount (ng)	Match	R.T. Diff sec.	Reverse Match	Hit Num.
1.497	107062	1,2-Dichloroethane	2.27	97	0.6	94	1
1.540	563586	1,1-Dichloropropylene	7.6	100	0.5	96	1
1.867	78875	1,2-Dichloropropane	4.92	95	0.7	90	1
1.871	79016	Trichloroethylene	7.58	99	0.6	91	1
2.330	10061015	cis-1,3-Dichloropropylene	4.39	98	1.0	92	2
2.677	10061026	trans-1,3-Dichloropropylene	3.3	97	1.5	94	1
2.758	79005	1,1,2-Trichloroethane	2.82	99	1.7	92	1
2.961	142289	1,3-Dichloropropane	3.39	98	1.5	92	1
3.273	106934	1,2-Dibromoethane	2.6	91	1.5	76	4
4.032	630206	1,1,1,2-Tetrachloroethane	5.15	100	1.9	94	1
5.187	79345	1,1,2,2-Tetrachloroethane	2.38	99	2.3	89	1
5.322	96184	1,2,3-Trichloropropane	1.89	98	2.5	94	1
6.323	76017	pentachloroethane	0.08	63	2.0	76	1
8.232	96128	3-Chloro-1,2-dibromopropane	1.62	93	1.6	87	1
10.439	87683	hexachlorobutadiene	16.46	94	0.9	95	1

図3 図2の分析のDRSレポート

び化合物名がリストされています。

Agilent ChemStation、AMDIS、またはその両方によって化合物が検出されるごとに、レポート内に行が生成されます。

このレポートでは、[Agilent]の[ChemStation アマウント]列に値が表示された場合に Agilent ChemStation の表示として化合物が測定されたことが示されます。つまり、メソッドの[データ解析]セクションにある同定基準が満足されています。この基準とは通常、ターゲットイオンが存在しており、3種類のすべてのクオリファイアイオンがその化合物の不確かさの値の範囲内に収まっている比率で存在しているということです。

示される[Agilent]の[ChemStation アマウント]は、MSに到達した化合物の非常におおまかな近似値であるナノグラム単位の化合物アマウントです。これは、HCDテーブルデータを収集したとき最初に測定されていたレスポンスファクタに基づいています。有効な定量を行うには、実際に分析に使用する機器のレスポンスファクタを最新の状態でリキャリブレーションすることが必要であるため、この列の数値は、同定された対象化合物の濃度のレポートには使用しないでください。これらの値の誤差は、10倍以上になる可能性があります。表示された値の目的は、おおよそのアマウントを示して、その化合物の定量キャリブレーションに使う標準試料調製の目安にすることです。

[AMDIS]列に示される“Match:一致値”とは、そのRTにおけるピークで抽出された(デコンボリューションされた)スペクトルがHCD AMDIS ターゲットライブラリ内のスペクトルと一致する割合です。この値が高くなるほど、スペクトルがよく一致しています。“R.T. 差(秒)”列には、測定されたRTと、AMDIS ターゲットライブラリ内のRTとの差が秒単位で示されます。この値が低くなるほど、RTがよく一致しています。

[NIST]列には、抽出されたスペクトルをNIST05メインライブラリ内の同じCAS#のスペクトルと比較した場合での前者のリバース検索の一致の割合“Reverse Match:一致値”が示されています。“Hit Num.:ヒット数”エントリは、同定された化合物と同じCAS#であるNIST検索結果のヒット数です。Reverse Matchの一致値が高くなってヒット数が低くなるほど、抽出されたスペクトルがNIST05と一致していることになります。[NIST]列は、抽出されたスペクトルの同一性についての第二の候補としての役割があります。

図2での分析は、むしろ容易な分析ですが、システムがどのように働いているかを説明しています。スパイクされた14種類の化合物すべてが、Agilent ChemStationとAMDISの両方によって検出されています。同定の確率は非常に高いものです。その理由は以下のとおりです。

- Agilent ChemStation ではターゲットイオンと3種類のクオリファイアイオンが適切な比率で存在し、か

つ適切な時間に測定されています。

- ・ デコンボリューションされたスペクトルと、ピークの出現した RT が、AMDIS ターゲットライブラリ内のデータと非常に一致します。
- ・ 同定された化合物の抽出スペクトルは、NIST05 ライブラリ内の同じ CAS# のスペクトルにも一致します。
- ・ 化合物はすべて、ECD で顕著なレスポンスを示し、それらがハロゲンを含んでいる化合物であると推測されます。

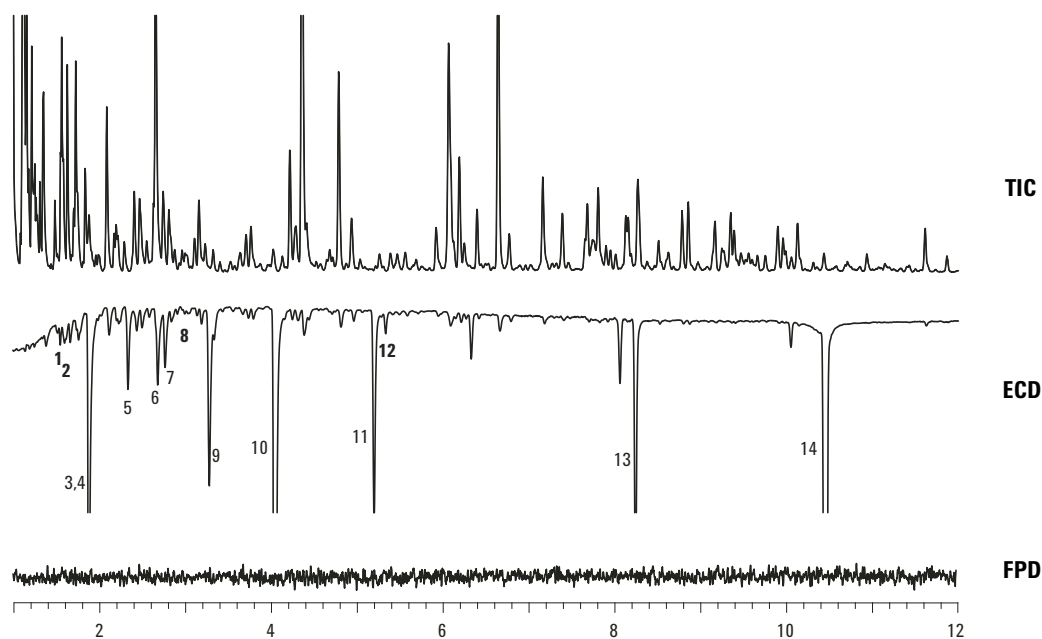
もっとリアルなやり方でシステムの性能を検討するため、マトリックスの影響と対象化合物の希釈について検討しました。そこで、さらに追加のサンプルを調製しました。対象化合物 2 ppm に市販ガソリン 100 ppm を添加、対象化合物 100 ppb のみ、対象化合物 100 ppb に市販ガソリン 100 ppm を添加、の 3 種類です。

図 4 に、対象化合物 100 ppb にガソリン 100 ppm を添加したサンプルから得られたクロマトグラムを示します。TIC のクロマトグラムが複雑であることから、ガソリンの濃度が 1000 倍高いためにマトリックスの激しい干渉があることが分かります。ECD のクロマトグラムでも、干渉ピークの存在は明白です。しかし、ピーク 1、2、

8、12 を除いたすべての対象化合物のピークはそれでもマトリックス干渉に埋もれないで高く表示されています。

表 2 は、マトリックスと希釈実験から得られた結果のまとめです。対象化合物 2 ppm にガソリン 100 ppm を添加したサンプルでは、Agilent ChemStation (Quant 表示の列) によって、2 種類の化合物を除きすべての化合物が検出されました。この 2 種類の化合物には、マトリックスからの干渉を原因として、クオリファイイオンが範囲外となりました。AMDIS では、14 種類の化合物がすべて検出できました。また、化合物 8 を除いたすべての対象化合物は、ECD クロマトグラムでマトリックスレスポンスに埋もれないで高く表示されています。

対象化合物 100 ppb でガソリンが添加されていないサンプルでは、Quant によって 14 種類中 7 種類の化合物が検出されました。フルスキャンデータを使用すると、100 ppb でのほとんどの対象化合物の S/N 比が非常に低くなります。そのため、Quant キャリブレーションテーブル内の指定の不確かさの範囲内に収まる比率でクオリファイイオンを検出することが困難です。AMDIS では、14 種類中 10 種類の化合物が検出されました。ピーク 3 は検出されませんでした。これは、共溶出したピ



ピークの同定		
1) 1,2-ジクロロエタン	5) <i>cis</i> -1,3-ジクロロプロピレン	10) 1,1,1,2-テトラクロロエタン
2) 1,1-ジクロロプロピレン	6) <i>trans</i> -1,3-ジクロロプロピレン	11) 1,1,2,2-テトラクロロエタン
3) 1,2-ジクロロプロパン	7) 1,1,2-トリクロロエタン	12) 1,2,3-トリクロロプロパン
4) トリクロロエチレン	8) 1,3-ジクロロプロパン	13) 3-クロロ-1,2-ジプロモプロパン
	9) 1,2-ジプロモエタン	14) ヘキサクロロブタジエン

図 4 水に含まれる揮発性有機化合物の室温ヘッドスペース分析 (対象化合物 100 ppb に市販ガソリン 100 ppm を加えたサンプル)

表 2 マトリックスと濃度の DRS の結果への影響

RT (min)	化合物	ピーク 番号	STD 2 ppm のみ		STD 2 ppm と ガソリン 100 ppm		STD 100 ppb のみ		STD 100 ppb と ガソリン 100 ppm	
			Quant (ng)	AMDIS (一致数)	Quant (ng)	AMDIS (一致数)	Quant (ng)	AMDIS (一致数)	Quant (ng)	AMDIS (一致数)
1.491	1,2-ジクロロエタン	1	2.27	97	2.47	93		73		65
1.536	1,1-ジクロロプロピレン	2	7.60	100	7.34	98	0.37	89		85
1.793	1,2-ジクロロプロパン	3	4.92	95	5.59	64	0.21	オーバーラップ		オーバーラップ
1.863	トリクロロエチレン	4	7.58	99	7.71	97	0.40	90	0.30	82
2.317	cis-1,3-ジクロロプロピレン	5	4.39	98	4.81	98	0.21	88	0.23	74
2.658	trans-1,3-ジクロロプロピレン	6	3.30	97		84		53		オーバーラップ
2.735	1,1,2-トリクロロエタン	7	2.82	99	3.05	96	0.12	72		オーバーラップ
2.938	1,3-ジクロロプロパン	8	3.39	98	3.50	97		66	0.22	46
3.250	1,2-ジブromoエタン	9	2.60	91		95		S/N		66
4.003	1,1,1,2-テトラクロロエタン	10	5.15	100	5.32	99		89	0.31	88
5.151	1,1,2,2-テトラクロロエタン	11	2.38	99	2.41	98		48	0.19	53
5.283	1,2,3-トリクロロプロパン	12	1.89	98	1.85	98	0.07	79	0.14	75
8.208	3-クロロ-1,2-ジブromoプロパン	13	1.62	93	2.40	90		S/N		59
10.435	ヘキサクロロブタジエン	14	16.46	94	3.54	89	0.65	75	0.36	52
	合計検出数		14	14	12	14	7	10	7	11

ーク番号 4 とかなりの程度重なり合っているためです。ピーク 9 とピーク 13 は S/N 比が低すぎたために AMDIS でも検出されませんでした。

対象化合物 100 ppb にガソリン 100 ppm を添加したサンプルでは、Quant では 14 種類中 7 種類の化合物が、AMDIS では 14 種類中 11 種類の化合物が検出されました。興味深いことに両方の場合とも、マトリックスが存在しなくても検出されなかったいくつかの化合物が、この場合は検出されています。マトリックスの存在によって、ヘッドスペース内の一部の対象化合物の濃度が高まる可能性があります。Quant で検出されなかった化合物はこの場合でも、S/N 比が低い干渉のためでした。AMDIS では 3 つのピークが検出されませんでした。これはガソリンからの大きな干渉によるものでした。前述したとおり、ECD レスポンスでは 14 種類中 10 種類の化合物はそれでもなお、干渉に埋もれないで高く表示されています。

#### SIM/Scan

表 2 の Quant データは、フルスキャンモードを使用して生成されました。Quant ではピーク 13 が低い S/N 比のために検出されませんでした。SIM/Scan モードでは、SIM データをスキャンデータと同時に収集できます。対象化合物 100 ppb に 100 ppm のガソリンを加えたサンプルを、14 種類の対象化合物それぞれについての SIM グループを作り、SIM/Scan モードの分析を行いました。図 5 はピーク 13 について、両方のモードで抽出されたターゲットイオンとクオリファイアイオンのクロマトグラムを、ECD レスポンスと比較した図です。

ターゲットイオンの S/N 比 (peak to peak) は、フルスキャンモードの 34 から、SIM モードの 433 に増加しています。低い S/N 比のために Quant で検出されなかったピークは、SIM モードではすべて検出されました。この例によって、低い濃度で優先度が高いターゲットを検索する場合での SIM/Scan の能力が示されました。ECD は必要に応じて、定量にも使用することができます。ECD では S/N 比が高く、干渉を受けないためです。

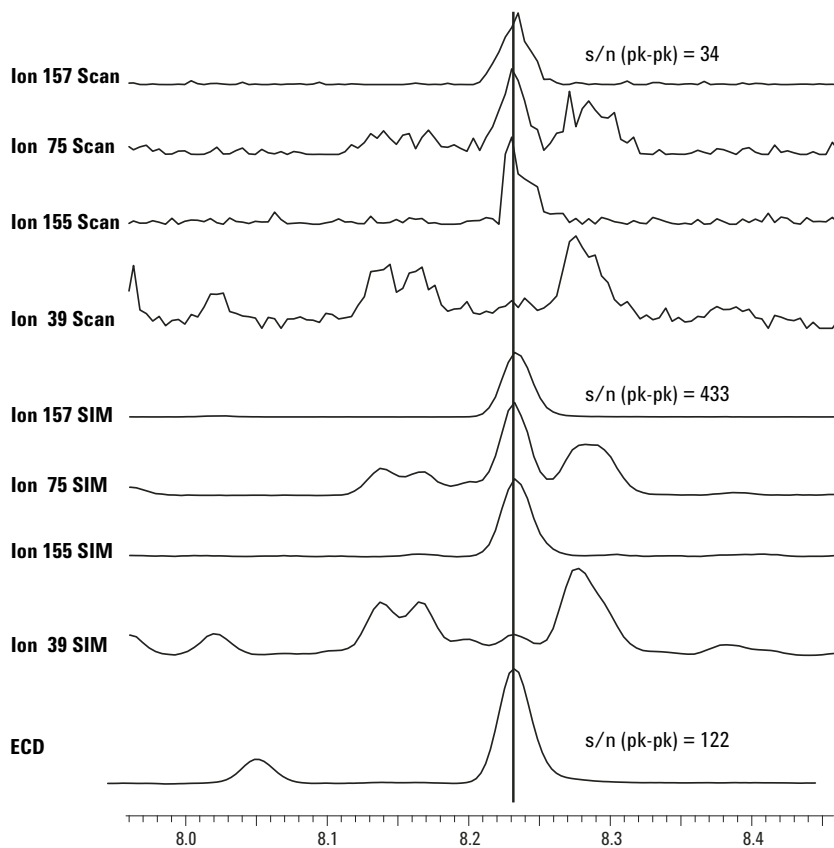


図5 図4のピーク13(3-クロロ-1,2-ジブロモプロパン)についてのターゲットイオンとクロロファイアイオンの抽出イオンクロマトグラム。SIMデータ、スキャンデータ、ECDデータを同時に収集。

## AMDIS

図6では、対象化合物のスペクトルから干渉イオンを除去するAMDISの機能を示しています。図6の上にある生スペクトルは、対象化合物100 ppbに100 ppmのガソリンを加えたサンプルのピーク13の頂点から得ました。NIST検索プログラムを使用してNIST05ライブラリを検索すると、実際の化合物(3-クロロ-1,2-ジブロモプロパン)が検索一致結果の70番目に表示されます。Agilent ChemStationデータ解析プログラムでピーク付近のスペクトルをマニュアル減算するとスペクトルの質が向上し、NIST検索で2番目に一致するようになりました。しかしこれは、対象化合物の数が多い場合には面倒な作業です。図6には、AMDISによってデコンボリューションされたスペクトルをNIST05ライブラリス

ベクトルの上に表示しています。このスペクトルが検索されると、そのスペクトルが検索結果で1番目に一致します。AMDISによるデコンボリューションは自動化されているため、データレビュープロセスでの時間を大幅に節約できます。

## 高速メソッド

リテンションタイムがロックされたデータベースを作成する場合には、そのアプリケーションで可能な最も高い分離能が得られる分析条件でRT収集してください。定圧力モードでデータベースを収集した場合には、メソッドトランスレーションを使用してメソッドの速度を調整し、さまざまな状況でのニーズに対応することができます。

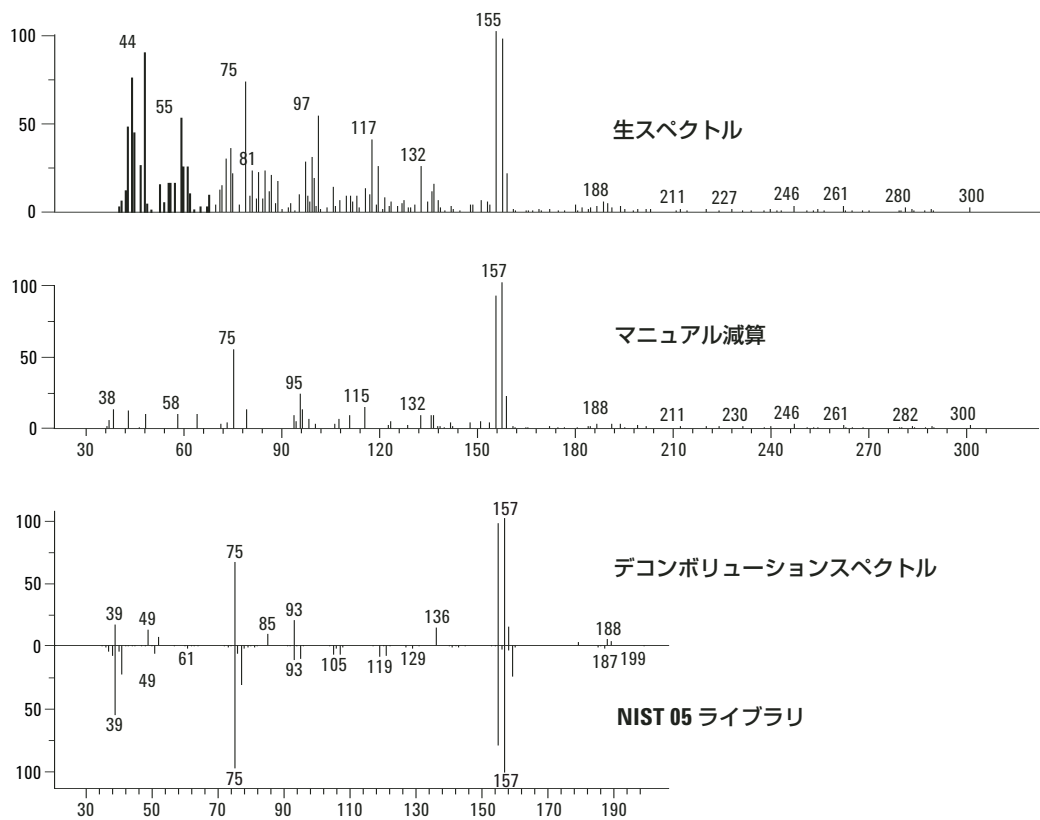


図6 図4のピーク13(3-クロロ-1,2-ジブロモプロパン)についての生スペクトル、マニュアル減算スペクトル、AMDISでデコンボリューションしたスペクトル、NIST05のリファレンススペクトルとの比較

3X メソッドがそのデータベースで使用する RT は、1 X メソッドの RT のちょうど 1/3 です。同様に、7X メソッドで使用する RT は、1 X メソッドのデータベース内の RT の 1/7 です。図7には、2つの高速メソッドでの実測値と、データベースの RT を除算した計算値との間での RT 一致の度合を示しています。13種類の塩化炭化水素と36種類の農薬物質が含有された3とおりの混合物を、2種類のメソッドで分析しました。実測の RT を、データベースから計算した RT と比較しました。図7の上のグラフは、x軸上にはデータベースの RT、y軸上には RT 実測値とデータベース計算値との差を表したプロットです。

仮に RT の一致が完全であった場合には、プロットは y 軸の高さ 0 での水平の直線となります。3X メソッドで計算値からの偏差の最大は -0.047 min でした。このプ

ロットから、ピーク認識ウィンドウが ±0.1 min で十分であることが分かります。図8の下段に示す 7X プロットでは、偏差の最大が +0.032 min でした。この場合も、同じ値のピーク認識ウィンドウで十分なことが分かります。全体的に、速度スケールを変更したメソッドでの RT は、RT の予測値と非常によく一致しました。

2つの高速メソッドの条件は、同じカラム保持量を維持しながら速度を上げるように選択しました。カラム保持量は、定量的測定ダイナミックレンジにおいても、高レベルマトリックスサンプルでの対象化合物 RT シフトの最小化においても重要です。ガスクロマトグラフィーでは、よく知られている速度、分離能、保持量の3角関係により、保持量を維持して速度を上げると、分離能が下がります。

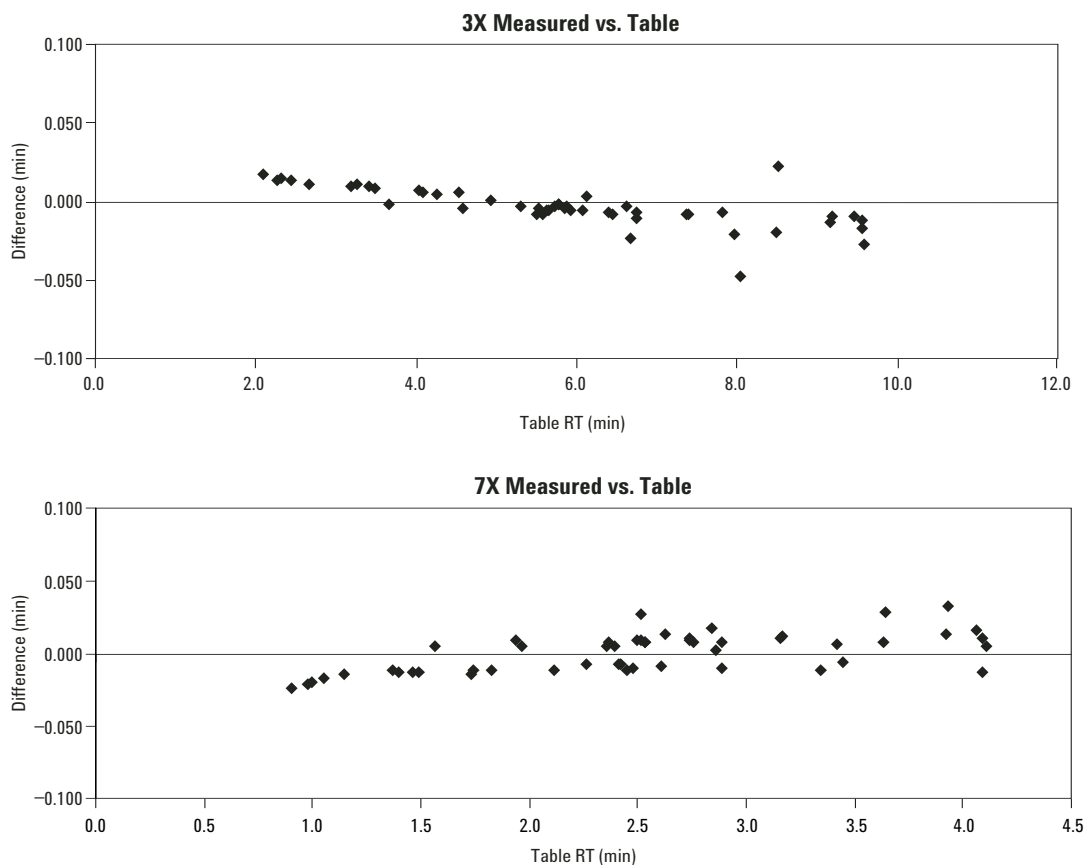
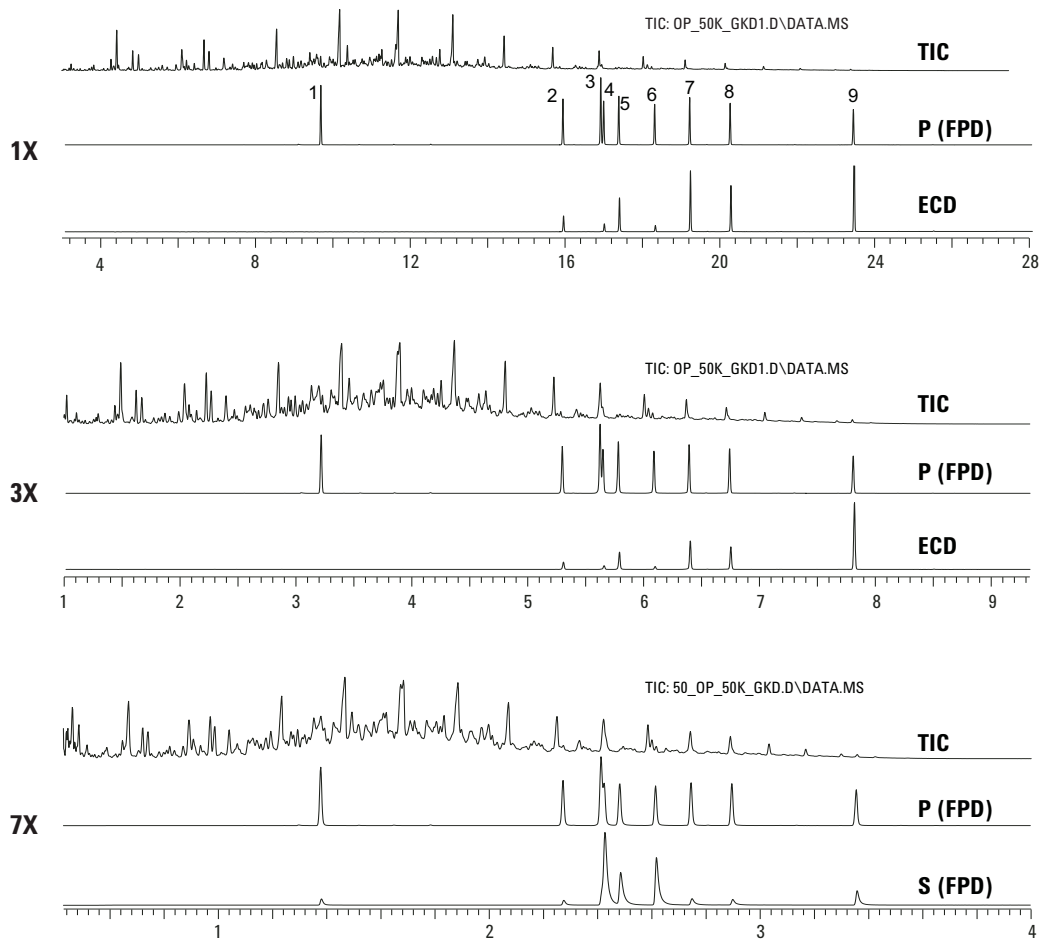


図7 速度スケールを変更したHCD テーブル計算値と実測値の RT の偏差。50 化合物テスト試料の分析による。Y 軸はテーブル計算値と実測値の偏差、X 軸はテーブルの RT。上が 3X、下が 7X のプロット。

図8に、HCD データベースを使用した3組のクロマトグラムを3とおりの速度で示します。サンプルは、各50 ppmの9種類の有機リン系農薬物質(図8のキャプションを参照)を含み、マトリックスとして等量のガソリン、ケロシン、およびディーゼル燃料混合物を合計50,000 ppmスパイク添加しています。1Xデータおよび3Xデータは、3ウェイスプリッタ付きの装置で収集し、7XデータはDFPD付きの装置で収集しました。9種類の化合物はすべてに含硫黄化合物で、それは図8最下段にあるDFPDの硫黄クロマトグラムで見ることができます。硫黄はリンと比較して、ややテーリングしていることにご注目ください。



ピークの同定

- 1) 0,0,0-チオリン酸トリエチル
- 2) チオナジン
- 3) スルホテップ
- 4) ホレート

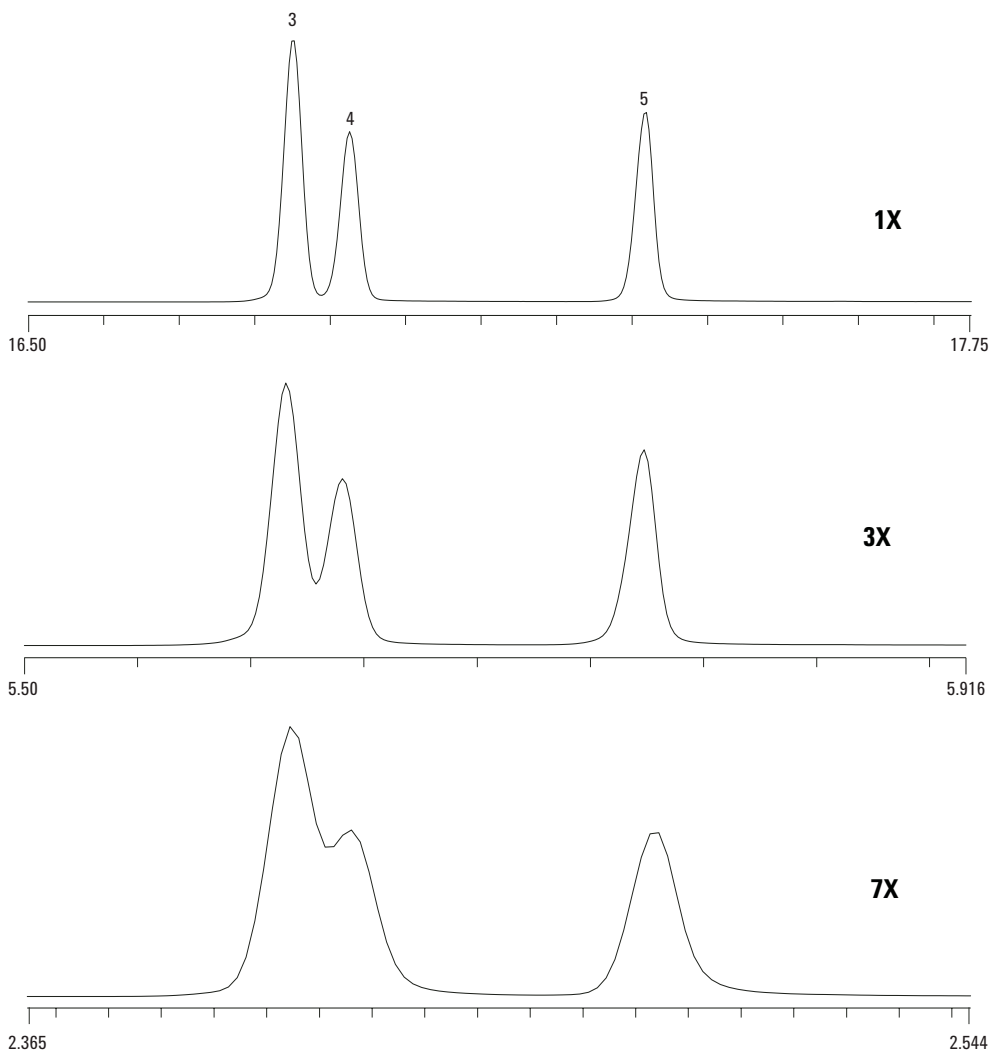
- 5) ジメトエート
- 6) ジスルホトン
- 7) メチルパラチオン
- 8) パラチオン
- 9) ファムフル

図 8 1X、3X、7X クロマトグラムの比較。1X と 3X は GC/MS/ECD/FPD システムで、7X は GC/MS/DFPD システムで分析。

図9は、図8のリンのクロマトグラムのピーク3、4、5を含むRT領域の拡大図です。速度が上がるほど分離能が下がることは明らかです。

標準ターゲットと3種類のクォリファイアイオンのみを使用して分析した場合には、分離能の損失によって重大な問題が発生します。1Xメソッドでは、9種類の対象化合物がすべて同定され、8例の誤検出が報告されました。3Xメソッドでもすべての対象化合物が検出されましたが、25例の誤検出が報告されました。7Xメソッドでは分離能が大幅に低下したため、9種類中7種類の対象化合物しか同定されず、48例の誤検出が報告されました。

ここで示したアプローチを使うと、状況はもっと異なったものになります。最も悪い状況である7Xメソッドでも、AMDISでは9種類の対象化合物が高い一致ですべて検出され、誤検出は3つのみです。表3に、7X分析でのDRSレポートを示します。この表は簡略化のため、[Quant]列でのみ表示される48例の誤検出は省略しました。対象化合物の成分は太字で示してあります。すべての対象化合物で、RTと高品質スペクトルがAMDISターゲットライブラリとNIST05ライブラリの両方に対してよく一致していることが示されます。



ピークの化合物  
3) スルホテップ  
4) ホレート  
5) ジメトエート

図9 図8で分析した FPD リンクロマトグラムの 1X、3X、7X 速度と分離能を比較

表 3 50,000 ppm のガソリン/ケロシン/ディーゼルのマトリックスに含まれる農薬物質 50 ppm の 7x 分析についての DRS レポート

RT	Cas #	化合物名	Agilent			NIST	
			ChemStation アmount (ng)	AMDIS 一致	RT 差 (sec.)	リバース 一致	一致 数
0.973	98862	アセトフェノン		71	-9.5	74	50
<b>1.380</b>	<b>126681</b>	<b>0,0,0-チオリン酸トリエチル</b>	<b>13.92</b>	<b>69</b>	<b>0.7</b>	<b>71</b>	<b>1</b>
1.520	94597	サフロール		46	-7.6		
1.520	52417502	1,2,5-トリメチルベンゼンアセトアルデヒド				74	1
2.113	132649	ジベンゾフラン	0.35	64	0.6	80	3
2.138	90437	o-フェニルフェノール		55	2.3		
2.138	2131411	1,4,5-トリメチルナフタレン				85	1
<b>2.275</b>	<b>297972</b>	<b>チオナジン</b>	<b>89.2</b>	<b>91</b>	<b>0.5</b>	<b>85</b>	<b>1</b>
<b>2.417</b>	<b>3689245</b>	<b>スフホテップ</b>		<b>88</b>	<b>0.5</b>	<b>83</b>	<b>1</b>
<b>2.427</b>	<b>298022</b>	<b>ホレート</b>	<b>23.31</b>	<b>90</b>	<b>0.6</b>	<b>85</b>	<b>1</b>
<b>2.485</b>	<b>60515</b>	<b>ジメトエート</b>	<b>27.34</b>	<b>84</b>	<b>0.7</b>	<b>85</b>	<b>1</b>
<b>2.619</b>	<b>298044</b>	<b>ジスルホトン</b>	<b>22.7</b>	<b>92</b>	<b>0.6</b>	<b>88</b>	<b>1</b>
<b>2.748</b>	<b>298000</b>	<b>メチルパラチオン</b>	<b>25.12</b>	<b>92</b>	<b>0.6</b>	<b>82</b>	<b>1</b>
<b>2.901</b>	<b>56382</b>	<b>エチルパラチオン</b>		<b>91</b>	<b>0.7</b>	<b>85</b>	<b>1</b>
<b>3.360</b>	<b>52857</b>	<b>ファミール</b>		<b>93</b>	<b>0.8</b>	<b>85</b>	<b>1</b>

(Quant のみで示された 48 種類は省略)

0.973 min でのピークはアセトフェノンとのスペクトル一致としては妥当ですが、RT の差が大きく NIST 検索の結果では 50 番目の一致であったことから、これはアセトフェノンではないことが示唆されます。1.520 min でのピークは、スペクトル一致が悪く、RT の差も大きくなっています。NIST のリバース検索および一致エントリがありませんでした。つまり、この化合物は NIST 検索一致の上位 100 件には入っていませんでした。1.520 min で次にリストされた化合物は、NIST 検索の最上位エントリとなっています。つまりサフロールは、存在していないことが明白です。

ピークが 2.113 min にあるジベンゾフランは、サンプルに添加された対象化合物ではありません。しかしジベンゾフランは、ディーゼル燃料マトリックスに存在している可能性が高いです。その理由としては、スペクトルとの一致性が妥当で、かつデータベースとの時間がよく一致しているためです。

最後の誤検出例として、2.138 min にあるピークもその化合物であるかどうかは疑問です。時間一致がやや悪く、NIST リバース検索から、同定に信頼性のないことが示唆されます。

FPD によるリンおよび硫黄クロマトグラムの両方で、9 種類の対象化合物がすべて検出されました。ECD でも、ピーク 1 を除くすべての対象化合物が選択的に検出されました。

こうした結果より、7X での分離能の損失は、従来のスクリーニング方法のみを用いる場合には許容し難いですが、本報で説明したメソッドを使用すれば検討に値するオプションであることが示唆されます。DRS レポートを選択性検出器のデータと併用することにより、誤検出および見逃しの数を大幅に減らすことができます。国土安全保障関連の事件に対処するなどのスピードが重要なファクターである状況では、最も速く分析できるメソッドが選択肢の 1 つとなります。

多くのラボでは、3X メソッドが有望な選択肢です。3X メソッドは分離能が 7X よりも高く、スピードが 1X よりも速く、MSD と併用して 2 基の GC 検出器を使用できます。また、240 V のオープンのみが必要で、MSD を GC の背面に再配置する必要はありません。

## 結論

本ノートに記載のシステムでは、有害化学物質の存在についてサンプルをスクリーニングする場合に複数の利点を得られます。これらの利点は、スクリーニング結果の獲得が速くかつ正確となる以下の方法を組み合わせることによります。

- ・ MS によるスクリーニング用の、リテンションタイムがロックされた 731 種類の有害化学物質のターゲットデータベース。
- ・ 追加確認用に MS データと同時にを行う選択性検出、非ターゲットの目的化合物の検出、および代替の定量法に使用するマイクロ流体スプリッター。
- ・ スキャンデータと同時に高優先度のターゲットに関する SIM データを取り込む SIM/Scan。両方のモードでサンプルを分析する必要がなくなるため、時間が節約されます。
- ・ 非常に複雑なマトリックスにおいても、ターゲット同定の正確度が劇的に向上する DRS の自動化デコンボリューション。データの解釈が数時間単位から分単位にまで減少し、有害化学物質関連の事件への対処に特に有用です。
- ・ 短くなったカラム、高速となったオープン、およびバックフラッシュによって分析時間が大幅に削減された高速クロマトグラフィー。

以上の方法を組み合わせることによって、有害化学物質の問題を有効に解決できます。

## 参考文献

1. Retention time locking (RTL), Vince Giarrocco, Bruce Quimby, and Matthew Klee, “Retention Time Locking: Concepts and Applications”, Agilent Technologies, publication 5966-2469E [www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)
2. Chin Kai-Meng and Bruce Quimby, 「1 回の注入からの、フルスキャン、SIM、 $\mu$  ECD、FPD 同時検出による農薬の同定」, Agilent Technologies, publication 5989-3299JAJP [www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)

3. Chin-Kai Meng, 「同時SIM/Scan を利用した生産性の向上」, Agilent Technologies, publication 5989-3108JAJP [www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)
4. Philip Wylie, Michael Szelewski, Chin-Kai Meng, Christopher Sandy, 「デコンボリューションレポートティングソフトウェア(DRS)を使用したGC/MSDによる包括的な農薬スクリーニング」, Agilent Technologies, publication 5989-1157JAJP [www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)
5. B. D. Quimby, L. M. Blumberg, M. S. Klee, and P. L. Wylie, “Precise Time-Scaling of Gas Chromatographic Methods Using Method Translation and Retention Time Locking”, Agilent Technologies, publication 5967-5820E [www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)
6. Michael J. Szelewski and Bruce Quimby, 「高マトリックス試料の残留農薬を高速分析するための新しいツール」, Agilent Technologies, publication 5989-1716JAJP [www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)
7. Michael J. Szelewski and Bruce D. Quimby, “Ambient Headspace GC and GC-MSD Analysis of Nonpolar Volatiles in Water”, Agilent Technologies, publication 5968-9455E [www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)

## 詳細について

弊社の製品およびサービスに関する詳細については、ウェブサイト [www.agilent.com/chem/jp](http://www.agilent.com/chem/jp) をご覧ください。

お問い合わせは:0120-477-111  
アジレント・テクノロジー株式会社  
〒192-0033 東京都八王子市高倉町9-1

## データベースに含まれる化合物のリスト

揮発性化合物  
(EPA 502/524) 60 種類

1,1,1,2-テトラクロロエタン  
 1,1,1-トリクロロエタン  
 1,1,2,2-テトラクロロエタン  
 1,1,2-トリクロロエタン  
 1,1-ジクロロエタン  
 1,1-ジクロロエチレン  
 1,1-ジクロロプロピレン  
 1,2,3-トリクロロベンゼン  
 1,2,3-トリクロロプロパン  
 1,2,4-トリクロロベンゼン  
 1,2,4-トリメチルベンゼン  
 1,2-ジブromoエタン  
 1,2-ジクロロベンゼン  
 1,2-ジクロロエタン  
 1,2-ジクロロプロパン  
 1,3,5-トリメチルベンゼン  
 1,3-ジクロロベンゼン  
 1,3-ジクロロプロパン  
 1,4-ジクロロベンゼン  
 2,2-ジクロロプロパン  
 2-クロロトルエン  
 3-クロロ-1,2-ジブromoプロパン  
 4-クロロトルエン  
 ベンゼン  
 ブロモベンゼン  
 ブロモクロロメタン  
 ブロモジクロロメタン  
 ブロモホルム  
 ブロモメタン  
 四塩化炭素  
 クロロベンゼン  
 クロロジブromoメタン  
 クロロエタン  
 クロロホルム  
 クロロメタン  
*cis*-1,2-ジクロロエチレン  
*cis*-1,3-ジクロロプロピレン  
 ジブromoメタン  
 ジクロロジフルオロメタン  
 エチルベンゼン  
 ヘキサクロロブタジエン  
 イソプロピルベンゼン  
 塩化メチレン  
 m-キシレン  
 ナフタレン  
 n-ブチルベンゼン  
 n-プロピルベンゼン

o-キシレン  
 p-イソプロピルトルエン  
 p-キシレン  
 スチレン  
*tert*-ブチルベンゼン  
 テトラクロロエチレン  
 トルエン  
*trans*-1,2-ジクロロエチレン  
*trans*-1,3-ジクロロプロピレン  
 トリクロロエチレン  
 トリクロロフルオロメタン  
 塩化ビニル

半揮発性化合物  
(EPA 8270C Appendix IX) ・140 種類

1,2,4,5-テトラクロロベンゼン  
 1,2,4-トリクロロベンゼン  
 1,2-ジクロロベンゼン  
 1,3,5-トリニトロベンゼン  
 1,3-ジクロロベンゼン  
 1,4-ジクロロベンゼン  
 1,4-ナフトキノン  
 1-ナフチルアミン  
 2,3,4,6-テトラクロロフェノール  
 2,4,5-トリクロロフェノール  
 2,4,6-トリクロロフェノール  
 2,4-ジクロロフェノール  
 2,4-ジメチルフェノール  
 2,4-ジニトロフェノール  
 2,4-ジニトロトルエン  
 2,6-ジクロロフェノール  
 2,6-ジニトロトルエン  
 2-アセチルアミノフルオレン  
 2-クロロナフタレン  
 2-クロロフェノール  
 2-メチル-4,6-ジニトロフェノール  
 2-メチルナフタレン  
 2-ナフチルアミン  
 2-ニトロアニリン  
 2-ニトロフェノール  
 2-ピコリン  
 3,3'-ジクロロベンジジン  
 3,3'-ジメチルベンジジン  
 3-メチルコラントレン  
 3-ニトロアニリン  
 4,4'-DDD

4,4'-DDE  
 4,4'-DDT  
 4-アミノビフェニル  
 4-ブromoフェニルフェニルエーテル  
 4-クロロ-3-メチルフェノール  
 4-メチルフェノール  
 4-クロロフェニルフェニルエーテル  
 4-ニトロアニリン  
 4-ニトロフェノール  
 4-ニトロキノリン-1-オキサイド  
 5-ニトロ-o-トルイジン  
 7,12-ジメチルベンゼン[a]アントラセン  
 a,a-ジメチルフェネチルアミン  
 アセナフテン  
 アセナフチレン  
 アセトン  
 アセトフェノン  
 アルドリン  
 $\alpha$ -BHC ( $\alpha$ -HCH)  
 アニリン  
 アントラセン  
 アラマイト (すべて)  
 ベンズ[a]アントラセン  
 ベンゼン  
 ベンゾ[a]ピレン  
 ベンゾ[b]フルオランテン  
 ベンゾ[ghi]ペリレン  
 ベンゾ[k]フルオランテン  
 ベンジルアルコール  
 $\beta$ -BHC ( $\beta$ -HCH)  
 ビス(2-クロロエトキシ)メタン  
 ビス(2-クロロエチル)エーテル  
 ビス(2-クロロイソプロピル)エーテル  
 フタル酸ビス(2-エチルヘキシル)  
 フタル酸ブチルベンジル  
 クロロベンジレート  
 クリセン  
 $\delta$ -BHC ( $\delta$ -HCH)  
 ダイアレート (すべて)  
 ジベンス[a,h]アントラセン  
 ジベンゾフラン  
 ディルドリン  
 フタル酸ジエチル  
 ジメトエート  
 フタル酸ジメチル  
 フタル酸ジ-n-ブチル  
 フタル酸-n-ジオクチル

ジノセブ  
 ジフェニルアミン  
 ジスルホトン  
 エンドスルファンⅠ  
 エンドスルファンⅡ  
 硫酸エンドスルファン  
 エンドリン  
 エンドリンアルデヒド  
 メタンスルホン酸エチル  
 ファムフル  
 フルオランテン  
 フルオレン  
 γ-BHC (リンデン)  
 ヘプタクロル  
 ヘプタクロルエポキシド (異性体 B)  
 ヘキサクロロベンゼン  
 ヘキサクロロブタジエン  
 ヘキサクロロシクロペンタジエン  
 ヘキサクロロエタン  
 ヘキサクロロフェン  
 ヘキサクロロプロペン  
 インデノ[1,2,3-cd]ピレン  
 イソドリン  
 イソホロン  
 イソサフロール  
 ケボン  
 m-クレゾール (3-メチルフェノール)  
 m-ジニトロベンゼン  
 メタピリレン  
 メトキシクロル  
 メタンスルホン酸メチル  
 メチルパラチオン  
 ナフタレン  
 ニトロベンゼン  
 N-ニトロソジエチルアミン  
 N-ニトロソジメチルアミン  
 N-ニトロソジ-n-ブチルアミン  
 N-ニトロソジ-n-プロピルアミン  
 N-ニトロソジフェニルアミン  
 N-ニトロソメチルエチルアミン  
 N-ニトロソモルホリン  
 (4-ニトロソモルホリン)  
 N-ニトロソピペリジン  
 (1-ニトロソピペリジン)  
 N-ニトロソピロリジン (1-ニトロソピロリジン)  
 )  
 0,0,0-チオリン酸トリエチル  
 o-クレゾール (2-メチルフェノール)  
 o-トルイジン  
 p-(ジメチルアミノ)アゾベンゼン  
 パラチオン (エチル)  
 p-クレゾール (4-メチルフェノール)  
 ベンタクロロベンゼン  
 ベンタクロロエタン  
 ベンタクロロニトロベンゼン  
 ベンタクロロフェノール  
 フェナセチン

フェナントレン  
 フェノール  
 ホレート  
 p-フェニレンジアミン  
 プロナミド  
 ピレン  
 ピリジン  
 サフロール  
 スルホテップ  
 チオナジン

### 塩化ダイオキシシと塩化フラン (EPA 8282) 19 種類

2,3,7,8-テトラクロロジベンゾ-p-ダイオキシシ  
 1,2,3,7,8-ペンタクロロジベンゾ-p-ダイオキシシ  
 1,2,3,4,7,8-ヘキサクロロジベンゾ-p-ダイオキシシ  
 1,2,3,4,6,7,8-ヘプタクロロジベンゾ-p-ダイオキシシ  
 オクタクロロジベンゾ-p-ダイオキシシ  
 2,3,7,8-テトラクロロジベンゾフラン  
 1,2,3,7,8-ペンタクロロジベンゾフラン  
 1,2,3,4,7,8-ヘキサクロロジベンゾフラン  
 1,2,3,4,6,7,8-ヘプタクロロジベンゾフラン  
 オクタクロロジベンゾフラン

### ポリ塩化ビフェニル (EPA 8082) 19 種類

2-クロロビフェニル  
 2,3-ジクロロビフェニル  
 2,2',5'-トリクロロビフェニル  
 2,4',5'-トリクロロビフェニル  
 2,2',5,5'-テトラクロロビフェニル  
 2,2',3,5'-テトラクロロビフェニル  
 2,3',4,4'-テトラクロロビフェニル  
 2,2',4,5,5'-ペンタクロロビフェニル  
 2,2',3,4,5'-ペンタクロロビフェニル  
 2,3,3',4',6'-ペンタクロロビフェニル  
 2,2',3,5,5',6'-ヘキサクロロビフェニル  
 2,2',4,4',5,5'-ヘキサクロロビフェニル  
 2,2',3,4,5,5'-ヘキサクロロビフェニル  
 2,2',3,4,4',5'-ヘキサクロロビフェニル  
 2,2',3,4',5,5',6'-ヘキサクロロビフェニル  
 2,2',3,4,4',5'-ヘプタクロロビフェニル  
 2,2',3,3',4,4',5'-ヘプタクロロビフェニル  
 2,2',3,3',4,4',5,5',6'-ノナクロロビフェニル

### 農薬物質

#### Agilent RTL 農薬物質データベース (改編) 567 種類

@Table 1:1,2,4-トリクロロベンゼン  
 1,2-ジプロモ-3-クロロプロパン  
 17a-エチルエストラジオール  
 2-(1-ナフチル)アセトアミド  
 2-(2-プトキシエトキシ)チオシアン酸エチル  
 2-(オクチルチオ)エタノール

2,3,4,5-テトラクロロフェノール  
 2,3,4,6-テトラクロロフェノール  
 2,3,5,6-テトラクロロフェノール  
 2,3,5-トリクロロフェノール  
 2,3,5-トリメタカルブ  
 2,3,5-トリメチルフェニルカルバミド酸メチル  
 (トリメタカルブ)  
 2,3,7,8-テトラクロロジベンゾフラン  
 2,3,7,8-テトラクロロジベンゾ-p-ダイオキシシ  
 2,4,5-T メチルエステル  
 2,4,5-トリクロロフェノール  
 2,4,6-トリクロロフェノール  
 2,4-D メチルエステル  
 2,4-ジ-s-ブチルエステル  
 2,4-DB メチルエステル  
 2,4-ジクロロフェノール  
 2,4-ジクロロフェニルベンゼンスルホン酸  
 2,4-ジメチルアニリン  
 2,6-ジクロロベンゾニトリル  
 2,6-ジメチルアニリン  
 2-[3-クロロフェノキシ]プロピオンアミド  
 2-エチル-1,3-ヘキサジオール  
 2-ヒドロキシエストラジオール  
 2-メチルフェノール  
 2-フェノキシプロピオン酸  
 3,4,5-トリメタカルブ  
 3,4-ジクロロアニリン  
 3,5-ジクロロアニリン  
 3-クロロアニリン  
 3-ヒドロキシカルボフラン  
 4,4'-ジクロロベンゾフェノン  
 4,6-ジニトロ-o-クレゾール (DNOC)  
 4-クロロアニリン  
 4-メチルフェノール  
 5,7-ジヒドロキシ-4'-メトキシイソフラボン  
 9,10-アントラキノン  
 アセフェート  
 アセトクロール  
 アシフルオルフェンメチルエステル  
 アラクロール  
 アルドリン  
 アリドクロール  
 アメトリン  
 アミジチオン  
 アミノカルブ  
 アミトラズ  
 アンシミドール  
 アニラジン  
 アニリン  
 アトラトン  
 アトラジン  
 アザコナゾール  
 アザメチホス  
 アジンホスエチル  
 アジンホスメチル アジプロトリン  
 アゾベンゼン  
 バルバン

ベナラキシル	クロルブファム	デメトン-S
ベナゾリンエチル	クロルデコン	デメトン-S-メチルスルホン
ベンダイオカルブ	クロルジメホルム	デスプロモプロモブチド
ベンフルラリン	クロルフェネトール	デスメディファム
ベンフレセート	クロルフェンプロップメチル	デスメトリン
ベノダニル	クロルフェンソン	ジアリホス
ベнтаゾン	クロルフェンビンホス	ジアレートI
ベнтаゾンメチル誘導体	クロルフルレコールメチルエステル	ジアレートII
ベンチオカルブ	クロルメホス	フタル酸ジアミル
ベンゾ(a)ピレン	クロルニトロフェン	ダイアジノン
ベンゾフェノン	クロロベンジレート	ジプロム(ナレド)
ベンゾイルプロップエチル	クロロネブ	ジカンバ
b-エストラジオール	クロロプロピレート	ジカンバメチルエステル
BHC $\alpha$ -異性体	クロロタロニル	ジカブトン
BHC $\beta$ -異性体	クロロトルロン	ジクロフェンチオン
BHC $\delta$ -異性体	クロルプロファム	ジクロフルアニド
ピフェノックス	クロルピリホス	ジクロン
ピフェントリン	クロルピリホスメチル	ジクロルミド
ピナバクリル	クロルタールジメチル	ジクロロフェン
ピオアレトリン	クロルチアミド	ジクロルプロップ
ピオアレスリン S-シクロペンテニル異性体	クロルチオン	ジクロルプロップメチルエステル
ピオレスメトリン	クロルチオホス	ジクロルボス
ピフェニル	クロルチオホススルホン	ジクロブトラゾール
フタル酸ビス(2-エチルヘキシル)	クロルチオホススルホキシド	ジクロホップメチル
ビスフェノール A	クロゾリネート	ジクロラン
ピテルタノールI	cis-クロルデン	ジクロトホス
ピテルタノールII	クロマゾン	フタル酸ジシクロヘキシル
プロマシル	クマホス	ジシクロペンタジエン
プロモブチド	クリミジン	ジエルドリン
プロモシクレン	クロトキシホス	ジエタチルエチル
プロモホス	クルホメート	ジエトフェンカルブ
プロモホスエチル	シアナジン	ジエチルジチオビス(チオノギ酸) (EXD)
プロモプロピレート	シアノフェンホス	フタル酸ジエチル
プロモキシニル	シアノホス	ジエチレングリコール
オクタン酸プロモキシニルエステル	シクロエート	ジエチルスチルベストロール
プロプロフェジン	シクルロン	ジフェノコナゾールI
ブタクロール	シフルトリンI	ジフェノコナゾールII
ブタミホス	シフルトリンII	ジフルフェニカン
ブトキシカルボキシム	シフルトリンIII	ジメフォックス
ブトラリン	シフルトリンIV	ジメタクロール
フタル酸ブチルベンジル	シハロトリンI(λ)	ジメタメトリン
ブチル酸	シモキサニル	ジメチピン
ブチルヒドロキシアニソール	シベルメトリンI	ジメトエート
カプタホール	シベルメトリンII	フタル酸ジメチル
カプタン	シベルメトリンIII	ジメチルビンホス(ジメチルビンホス)
カルバリル	シベルメトリンIV	ジメチラン
カルベタミド	シブラジン	フタル酸ジ-n-ブチル
カルボフラン	シプロフラム	トリアゾール
カルボフラン-3-ケト	シロマジン	ジニトラミン
カルボフェノチオン	d-(cis-trans)-フェノトリン-I	ジノブトン
カルボスルファン	d-(cis-trans)-フェノトリン-II	ジノカップI
カルボキシシ	ダゾメット	ジノカップII
チノメチオナート	デカクロロピフェニル	ジノカップIII
クロランベンメチルエステル	デルタメトリン	ジノカップIV
クロラノクリル	デメフィオン	
クロルベンシド		
クロルプロムロン		

ジノセブ	フェンプロパトリン	イソフェンホス
酢酸ジノセブ	フェンソン	イソメチオジン
ジノセブメチルエステル	フェンスルホチオン	イソプロカルブ
ジノテルブ	フェンチオン	イソプロパリン
酢酸ジノテルブ	フェンチオンスルホキシド	イソプロチオラン
フタル酸ジ-n-プロピル	フェヌロン	イソプロツロン
ジオキサカルブ	フェンバレレートI	イソキサベン
ジオキサチオン	フェンバレレートII	イソキサチオン
ジオキシデメトン-S-メチル	フェンプロビモルフ	ヨードフェンホス
ジファシノン	フラムプロップイソプロピル	キノブレン
ジフェナミド	フラムプロップメチル	レナシル
ジフェニルアミン	フルアジホップ-p-ブチル	レプトホス
ジプロベトリン	フルベンジミン	レプトホスオキシソ
ジスルホトン	フルクロラリン	リンデン
ジタリムホス	フルシトリネートI	リニユロン
ジチオビル	フルシトリネートII	マラチオン
ジウロン	フルメトラリン	マラチオン-o-類似体
ドデモルフI	フルオメツロン	MCPA メチルエステル
ドデモルフII	フルオロジフェン	MCPB メチルエステル
ドラゾキシソロン	フルオトリマゾール	m-クレゾール
エジフェンホス	フルレノールブチルエステル	メカルバム
エンドスルファン( $\alpha$ -異性体)	フルレノールメチルエステル	メコプロップメチルエステル
エンドスルファン( $\beta$ -異性体)	フルリドン	メフェナセット
エンドスルファンエーテル	フルロクロリドンI	メフルイジド
エンドスルファンラクトン	フルロクロリドンII	メナゾン
硫酸エンドスルファン	フルロキシビル-1-メチルヘブチルエステル	メホスホラン
エンドリン	フルシラゾール	メプロニル
エンドリンアルデヒド	フルトラニル	メタラキシル
エンドリンケトン	フルトリアホール	メタミトロン
EPN	フルバリネート- $\tau$ -I	メタシストックスチオール
エポキシコナゾール	フルバリネート- $\tau$ -II	メタザクロー
EPTC	フォルベット	メタクリホス
エルボン	ホノホス	メタアミドホス
エスフェンバレレート	ホルモチオン	メトフロキサム
エスプロカルブ	フベリダゾール	メチダチオン
エタコナゾール	フララキシル	メチオカルブ
エタルフルラリン	フラチオカルブ	メチオカルブスルホン
エチオフェンカルブ	フルメシクロックス	メチオカルブスルホキシド
エチオレート	ヘブタクロル	メトミル
エチオン	ヘブタクロルエポキシド	メトブレンI
エトフメセート	ヘブタクロルエキソエポキシド異性体B	メトブレンII
エトプロホス	ヘプテノホス	メトプロトリン
エトキシキン	ヘキサプロモベンゼン	メトキシクロール
エチレンチオ尿素	ヘキサクロロベンゼン	メチルバラオキシソ
エトリジアゾール	ヘキサクロロフェン	メチルバラチオン
エトリムホス	ヘキサコナゾール	1-ナフタレン酢酸メチル
ファミール	ヘキサジノン	メチルダイムロン
フェナリモル	ヘキセストロール	メトプロムロン
フェナザフロール	イマザリル	メトラクロー
フェンブコナゾール	イオキシニル	メトルカルブ
フェンクロルホス	イプロベンホス	メトリブジン
フェンフラム	イプロジオン	メビンホス
フェントロチオン	イサゾホス	マイレックス
フェノブカルブ	イソベンザン	モリネート
フェノプロップ	チオシアノ酢酸イソボルニル	モナライド
フェノプロップメチルエステル	イソカルバミド	モノクロトホス
フェノキシカルブ	イソドリン	モノリニユロン

ミクロブタニル	ホスファミドンII	硫黄 (S8)
N,N-ジエチル-m-トルアミド	フタリド	スルプロホス
N-1-ナフチルアセトアミド	ピクロラムメチルエステル	スウェップ
ナフタル酸無水物	ピンドン	タモキシフェン
ナプロバミド	ピベラリン	TCMTB
ニコチン	ピベロニルプトキシド	テブコナゾール
ニトラリン	ピベロホス	テブタム
ニトラピリン	ピリミカルブ	テクナゼン
ニトロフェン	ピリミホスエチル	テメホス
ニトロタールイソプロピル	ピリミホスメチル	テルバシル
N-メチル-N-1-ナフチルアセトアミド	プリフェナト	テルブカルブ
ノルフルラゾン	p-ニトロトルエン	テルブホス
ヌアリモル	プレチラクロール	テルブメトン
o,p'-DDD	プロベナゾール	テルブチラジン
o,p'-DDE	プロクロラズ	テルブトリン
o,p'-DDT	プロシミドン	テトラクロルビンホス
オクタクロロスチレン	プロフェノホス	テトラジホン
o-ジクロロベンゼン	プロフルラリン	ピロリン酸テトラエチル (TEPP)
オメトエート	プロメカルブ	テトラメトリンI
o-フェニルフェノール	プロメトン	テトラメトリンII
オリザリン	プロメトリン	チオニリン酸テトラプロピル
オキサベトリニル	プロバクロール	テトラサル
オキサジアゾン	プロバモカルブ	テニルクロール
オキサジキシル	プロバニル	チアベンダゾール
オキサミル	プロバルギット	チオファノックス
オキシカルボキシ	プロバジン	チオメトン
オキシクオルデン	プロベタンホス	チオナジン
オキシデメトンメチル	プロファム	チオカルバジリI
オキシフルオルフェン	プロピコナゾールI	チオカルバジリII
p,p'-DDD	プロピコナゾールII	トルクロホスメチル
p,p'-DDE	プロボクスール	トリルフルアニド
p,p'-DDT	プロビザミド	trans-クオルデン
バクロブトラゾール	プロチオホス	トリアジメホン
パラオキソン	プロトエート	トリアジメノール
パラチオン	ピラカルボリド	トリアレート
p-ジクロロベンゼン	ピラゾン	トリアミホス
ペブレート	ピラゾホス	トリアゾホス
ベンコナゾール	ピラゾキシフェン	酢酸トリブチル
ベンディメタリン	ピリブチカルブ	ホスホロトリ亜チオ酸トリブチル
ベンタクロロアニリン	ピリダベン	トリクロルホン
ベンタクロロアニソール	ピリダフェンチオン	トリクロロネート
ベンタクロロベンゼン	ピリデート	トリクロルメチルエステル
ベンタクロロニトロベンゼン	ピリジニトリル	トリシクラゾール
ベンタクロロフェノール	ピリフェノックスI	トリジファン
ベンタノクロール	ピリフェノックスII	トリエタジン
ベルメトリンI	ピリメタニル	トリフルミゾール
ベルメトリンII	ピロキロン	トリフルラリン
ベルセン	キナルホス	トリクロルブトキシエチル
フェナミホス	キノクラミン	チコール (SMY 1500)
フェンカプトン	キザロホップエチル	ユニコニゾール-P
フェノキシ酢酸	レスメトリン	バミドチオン
フェントエート	S,S,S-トリブチルホスホロトリチオエート	ベルノレート
ホレート	セブチルアジン	ピンクロゾリン
ホサロン	セクブメトン	
ホスホラン	シマジン	
ホスメット	シメトリン	
ホスファミドンI	スルホテップ	

Agilent は、万一この資料に誤りが発見されたとしても、また、本資料の使用により付随的または間接的に損害が発生する事態が発生したとしても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

© Agilent Technologies, Inc. 2006

アジレント・テクノロジー株式会社  
コールセンター： 0120-477-111

Printed in Japan  
November 1, 2006  
5989-4834JAJP