

# HydroInert イオン源を組み合わせた Agilent イナートプラス GC/MS システムの 概要

## GC/MS 分析における水素キャリアガスの実用性

### はじめに

ヘリウム (He) 市場における価格上昇や需要の増大に伴い、GC/MS システムを使用するラボではヘリウムに代わる持続可能な代替ガスを使用する必要に迫られています。代替ガスの選択肢として水素 (H<sub>2</sub>) キャリアガスが検討されています。水素はラボ内で比較的費用対効果の高い方法で生成することができ、その性質を活かした分析の高速化を実現できるため、ガスクロマトグラフィー (GC) における水素の利点は広く受け入れられています。一方で水素は反応性ガスであるため、水素化反応および脱塩素化反応が質量分析計の電子イオン化 (EI) イオン源で起こることがあります。したがって水素キャリアガスをさまざまな用途に適用することは難しいと考えられてきました。Agilent 5977B イナートプラス GC/MSD および Agilent 7000D/E イナートプラストリプル四重極 GC/MS システム用に新たに設計された HydroInert イオン源により、これらの水素を起因とした問題に対処し、GC/MS および GC/MS/MS において水素キャリアガスを用いる場合のパフォーマンスを改善することができます。さらに一部の化合物で起きることが確認されている、水素キャリアガス使用時の MS スペクトルのパターンの変化が、Agilent HydroInert イオン源で改善され、ヘリウムで作成した既存のスペクトルライブラリを引き続き利用することができます。

## ヘリウムから水素への切替

水素ガスを GC/MS 分析に適用する際に考慮する必要がある事項については、既存の文献で議論されています<sup>1</sup>。これらの事項、特に分離を適切に保つために GC パラメータを最適化することは、イナートプラス質量分析システムの Hydrolnert イオン源においても依然として重要です。ヘリウムは GC/MS に最適なキャリアガスですが、ヘリウムが利用できない場合に最適な代替ガスである水素キャリアガスを用いて分析できるように Hydrolnert イオン源が開発されました。

水素キャリアガスを使用するにあたり考慮する必要がある事項の一部を次にリストします。

- 水素ガスにはステンレス製チューブを用いることを推奨します。銅製チューブを用いる場合は、新品を使用します。継手とチューブのステンレス製取り付けキットは、部品番号 19199S でご購入いただけます。
- 水素ガス発生装置を使用する場合には、常にガスフィルタを用いてください。水素ガス用の Agilent 大型ユニバーサルトラップ（水分用、酸素ガス用、炭化水素用）（部品番号 RSMH-2-SS）およびキャリアガス用の Agilent Gas Clean 清浄器（ベース付キットの部品番号 CP17976、ベースをすでにお持ちの場合は、交換用キャリアガスフィルタの部品番号 CP17973）を取り付けることを推奨します。
- 水素と反応しやすい化合物を分析する場合は、注入口温度を下げるか、可能な場合はマルチモード注入口（MMI）によりコールドスプリットレス注入をしてください。

- 水素の粘度はヘリウムよりも低いため、注入口圧力が低くなります。少なくとも次のように変更することが推奨されます。
  - カラム寸法の変更
  - キャリアガス流量の増加
- ポンプによる水素の排気量はヘリウムより低く、最適なキャリアガス流量はポンプに依存します。
  - 最適範囲：0.5 ~ 1.0 mL/min
  - ターボポンプの最大推奨流量：2.0 mL/min
- コンスタントフローモードを使用してください。
- 水素を流す GC/MS/MS システムでは、クエンチングガス（ヘリウム）は使いません。電子圧力制御モジュール（EPC）の背面からヘリウム配管を取り外し、GC/MS/MS メソッドでクエンチガスを 0.00 mL/min に設定してください。

水素キャリアガスを使用する多くの場合で分析メソッドの変更を伴うため、標準操作手順書（SOP）およびメソッドバリデーションを更新するための時間を確保することが必要です。

## Hydrolnert イオン源

図 1 に示す Hydrolnert イオン源は、Agilent エクストラクタイオン源設計に基づく新しいイオン源です。Hydrolnert イオン源は、シングル四重極（Agilent 5977B または 5977C GC/MSD）およびトリプル四重極（Agilent 7000D または 7000E トリプル四重極 GC/MS/MS）システムの両方で既存の EI エクストラクタまたは EI イナートプラスイオン源から容易に切り替えられます。Hydrolnert イオン源の部品とエクストラクタイオン源の部品を混同しないようにしてください。特に水素キャリアガスを用いる場合に、予期せぬ不具合を引き起こす可能性があります。



図 1. Agilent Hydrolnert イオン源

通常、GC/MS システムで水素ガスを用いる場合、特定の化合物における水素化または脱塩素化に関する注意が必要であり、同時に内部標準物質のライブラリを構築する必要性についての議論もあります。またNIST や他のヘリウムベースのライブラリとのライブラリマッチスコアが、水素をした場合には低下する可能性があることが知られています。しかし、HydroInert イオン源は水素に対してより優れた不活性さを実現しており、水素キャリアガスで得られるマススペクトルは、ヘリウムを使用した際に得られるスペクトル同じパターンを保持しています。

ここでは、ニトロベンゼンを用いた場合の HydroInert イオン源を用いた場合に得られる利点の主な例をニトロベンゼンで示します。3 mm のレンズを取り付けた従来のエクストラクタイオン源を用い、半揮発性有機化合物 (SVOC) の分析試験を水素キャリアガスで行いました。ニトロベンゼンは混合物 (部品番号SVM-122-1) 中の化合物の 1 つでした。ニトロ化合物は、水素存在下における金属表面での加熱で水素化されやすいことが知られており、これらのすべての要因がエクストラクタイオン源に存在しています。ニトロベンゼン (分子量  $m/z$  123) の水素化によりアニリン (分子量  $m/z$  93) が生成されます。エクストラクタイオン源で水素キャリアガスを用い得られたトータルイオンクロマトグラム (TIC) 上のピークでは、図 2A に示した MS スペクトルが得られました。 $m/z$  93 のアバンダンスが高く、 $m/z$  123 アバンダンスが低いことから、イオン源におけるニトロベンゼンのアニリンへの水素化が示唆されます。これはクロマトグラム上でアニリンとよく分離しているリテンションタイムに、ニトロベンゼンの質量に関連するイオンである  $m/z$  123 が確認されていることから分かります。

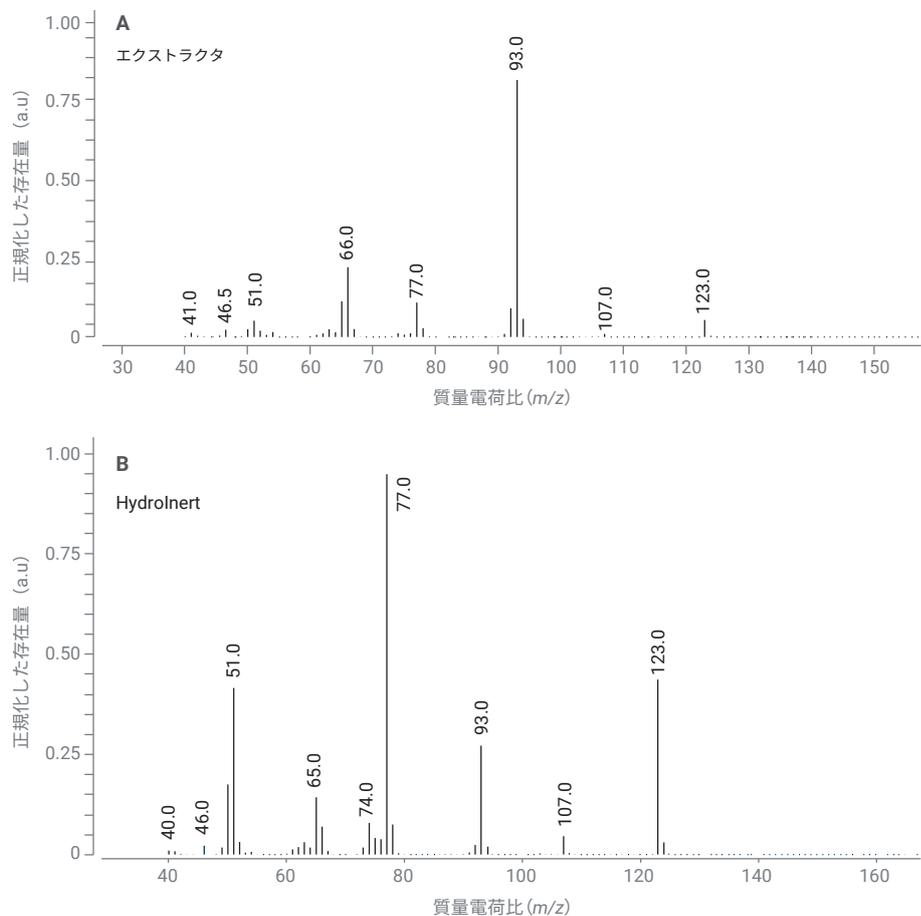


図 2. 水素キャリアガスを用いてニトロベンゼンのリテンションタイムで溶出したピークの質量スペクトルを示しており、(A) レンズ径 3 mm 付きのエクストラクタイオン源では  $m/z$  93 イオンが認められアニリンへの水素化を示したのに対し (B) Agilent HydroInert イオン源ではニトロベンゼンのスペクトルのパターンが改善された

比較のため、ニトロベンゼンを含む同じ混合物を HydroInert イオン源 (9 mm のエクストラクタレンズ付) で試験したところ、 $m/z$  123 および  $m/z$  93 のスペクトルが予想されたアバンダンス (ヘリウムキャリアガスで得られるスペクトルと同一) で確認され (図 2B)、ニトロベンゼンがイオン源においてアニリンに水素化されていないことが示されました。この対比図 3A (エクストラクタイオン源での水素化) および図 3B (HydroInert イオン源でのニト

ロベンゼンの非水素化) に示される抽出イオンクロマトグラム (EIC) においても確認することができ、HydroInert イオン源を用いると 123/93 比が改善されています。一方でエクストラクタイオン源で得られた EIC を重ね書きすることにより  $m/z$  93 への明確な水素化およびテーリングが確認されました。

## マススペクトルの同一性の確認

水素キャリアガスと HydroInert イオン源で得られるマススペクトルの同一性の一例としてニトロベンゼンを示しました。他のニトロ化合物も、その化合物が農業、SVOC、または他の化合物グループであっても、水素の存在下で水素化の問題を有する可能性があります。塩素化化合物も、水素キャリアガスおよび金属、またはその他の活性部位の存在下で脱塩素化する可能性があります。ジクロロジフェニルトリクロロエタン (DDT) は、GC の注入口における熱や金属を例とする活性部位で分解しやすい化合物のひとつですが、水素キャリア使用時にはイオン源における脱塩素化の影響を受けることもあります。DDT をヘリウムと水素、それぞれのキャリアガスを使用して分析しました。カラムのコンフィグレーションを変更し、それぞれで DDT のリテンションタイムが同じになるようにメソッドを作成し、エクストラクタイオン源を使用して分析を行いました。ヘリウムキャリアガスでは農業分析で使用されることがあるミドルカラムバックフラッシュのシステムで、2本の Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート GC カラム (15 m × 0.25 mm, 0.25 μm) を用いました。水素については、カラムを2本の Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート GC カラム (20 m × 0.18 mm, 0.18 μm) に変更しました。リテンションタイムをヘリウムと一致させ、数百種類の農業を含むメソッドのために多数のリテンションタイムをリセットする必要を回避しました。ヘリウムキャリアの結果では DDT は 13.04 分で溶出、ジクロロジフェニルジクロロエチレン (DDE) とジクロロジフェニルジクロロエタン (DDD) はそれぞれ 12.44 分と 12.88 分に溶出しました。表 1 に示すように、水素キャリアガスとエクストラクタイオン源の組み合わせで分析した結果では、13.04 分に溶出したピークのスペクトルを確認すると、DDT ではなく DDD が同定されています。一方で HydroInert イオン源と水素キャリアガスでは、13.04 分におけるスペクトル検索で DDT が正確に同定され、ライブラリマッチスコアは 85 でした (NIST17.L ライブラリと比較)。エクストラクタイオン源 (と水素キャリアガス) の 13.04 分における誤同定は、複数回の分析にわたって発生しており、イオン源に

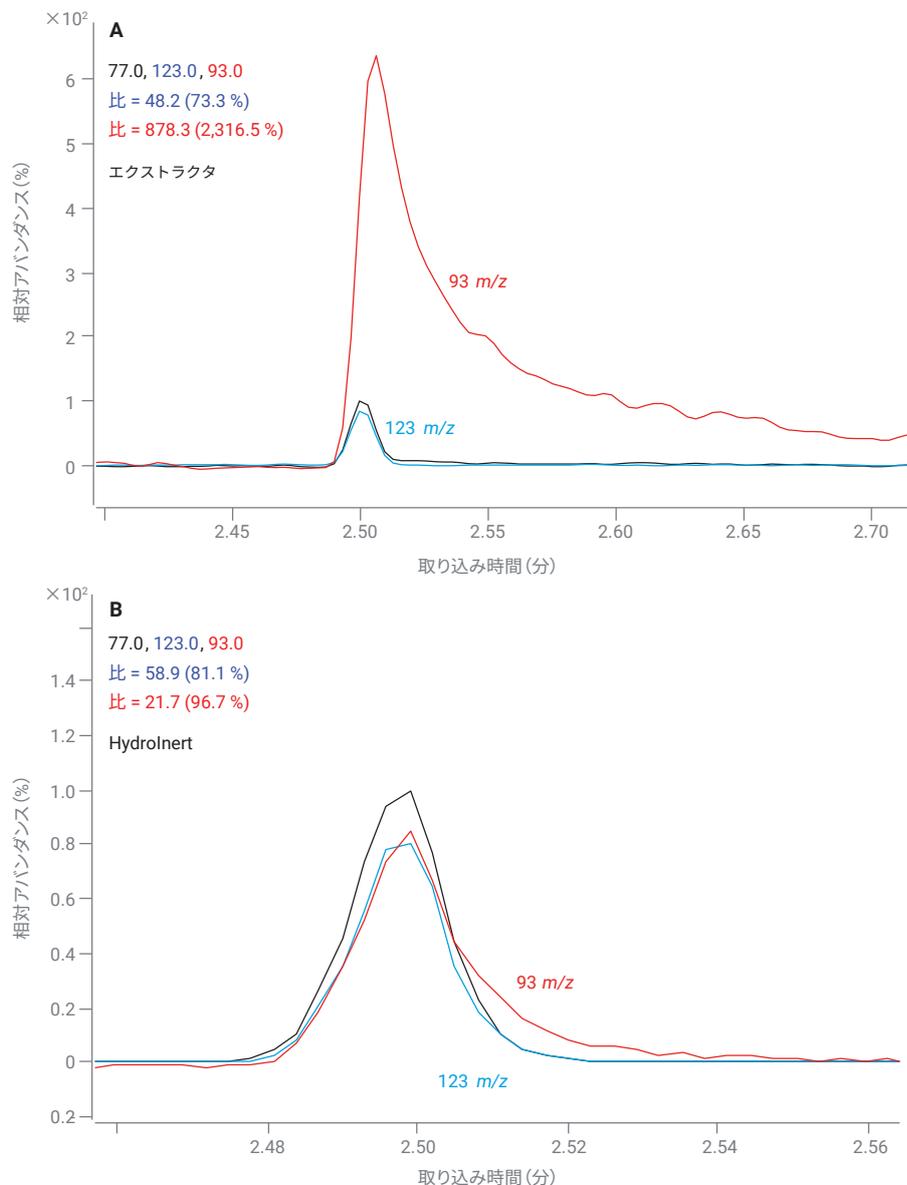


図 3. 水素キャリアガスを用いた場合のニトロベンゼンの EIC 比較 (A)  $m/z$  93 のイオンが認められアニリンへの水素化を示したレンズ径 3 mm のエクストラクタイオン源 (B)  $m/z$  123 と  $m/z$  93 のイオンの比比率が改善した Agilent HydroInert イオン源

表 1. DDT および DDT 分解物の同定における水素キャリアガスを用いた場合のエクストラクタイオン源と Agilent HydroInert イオン源の比較

水素キャリアガスを用いるイオン源	リテンションタイム (分)	同定された化合物	ライブラリ一致率
エクストラクタ	13.04	DDD	79
HydroInert	13.04	DDT	85

おいて DDT が DDD に脱塩素化されていることを示しています。HydroInert およびエクストラクタの両イオン源システムで、DDE と DDD がそれぞれのリテンションタイム（12.44 分と 12.88 分）で検出されており、注入口においても 10 % 未満の DDT の分解が発生していることが示されました。DDT の注入口での分解は一般に起きやすい現象で、今回の検証で着目する点ではありませんが、注入口の温度を下げたり、マルチモード注入口でコールドスプリットレス注入をしたりすることで、注入パラメータとライナを最適化し、DDT の分解を減少させることができました。

塩素化合物のもう 1 つの例として、ヘプタクロルが挙げられます。ニトロベンゼンと同じ項目の検討を行いました。水素キャリアガスを用いた GC/MS シングル四重極装置で 3 mm のレンズをつけたエクストラクタイオン源で分析しました。3 mm のレンズはヘリウムを用いた農業分析に推奨されます。ヘプタクロルを含む農業混合物（部品番号 PSM-105-A）を 10 ng/μL に希釈し、重水素化多環芳香族炭化水素（PAH）のセットを内部標準物質として添加しました。デコンボリューションで得られたヘプタクロルの質量スペクトルを図 4A に示し、ヘプタクロルの NIST17.L ライブラリのスペクトルを反転表示し比較しました。最もアバンダンスが高いイオンはライブラリのスペクトルから  $m/z$  272、274、270、100、および 65 であるはずですが、図 4A および EIC を重ね書きした図 5A では、 $m/z$  235 および 237 付近のイオンのアバンダンスが増加、アバンダンスが高いイオンのトップ 5 に入っている一方で、 $m/z$  272 および 274 のアバンダンスが低いことが確認できます。ライブラリのスペクトルから推測されるアバンダンスが高いイオンのトップ 5 に対して、図 5A で示した EIC の重ね書きでは  $m/z$  272 のみが予想通り確認されました。一方で  $m/z$  165 のピークが大きいことが確認できますが、これは通常ほとんど検出されないイオンです。またトップ 5 に含まれる  $m/z$  66 および  $m/z$  272 のイオンピークは、ピークトップのリテンションタイムが他の 3 つの EIC とは異なることが確認できます。アバンダンスが高いイオンが  $m/z$  272 付近から  $m/z$  235 付近へと入れ替わったこと、最もアバンダンスが高いイオンが変化したこと、ピークトップが一致しないことは、イオン源で脱塩素化反応が起こったことを示しています。

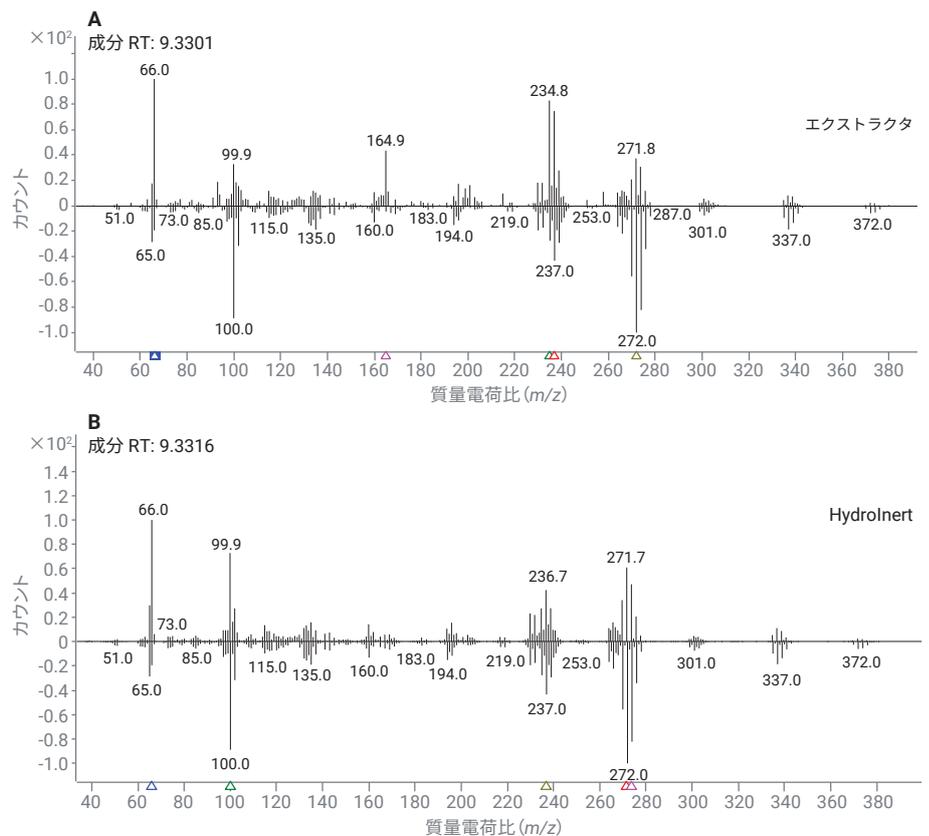


図 4. 水素キャリアガスで各イオン源を用いて得られたヘプタクロルのデコンボリューションしたマススペクトル (上部) と NIST17.L ライブラリマススペクトル (下部) の比較 (A) レンズ径 3 mm のエクストラクタイオン源 (B) レンズ径 9 mm の Agilent HydroInert イオン源

比較のため、水素キャリアガスと 9 mm エクストラクタレンズを取り付けた Hydrolnert イオン源の分析で得られたデコンボリューションスペクトルを図 4B に、図 5B にはアバンダンスが高いトップ 5 のイオンの EIC の重ね書きを示しています。図 4B では  $m/z$  272 付近のアバンダンスが  $m/z$  237 付近よりも高く、図 4A では著しくアバンダンスが低い  $m/z$  100 が高いまま確認できました。これらは図 4B に示した、反転表示したライブラリに登録されているスペクトルとパターンが一致しており塩素原子を保持していることを示しています。さらに、図 5B に示した Hydrolnert アバンダンスが高いトップ 5 の EIC でピークトップが一致しており、ライブラリから予測されるイオンのうちの 3 つ、 $m/z$  272、274、100 が含まれていました。 $m/z$  237 と 270 のアバンダンスは同程度で、 $m/z$  237 がわずかに高くトップ 5 に含まれましたが、これはライブラリのスペクトルと同等の結果といえます。

## ライブラリマッチスコアの評価

Hydrolnert イオン源は水素の存在下で化合物の分解、水素化、脱塩素化を防ぐため、ヘリウムキャリアガスで作成された一般的なスペクトルのライブラリを、水素キャリアガスで利用することができます。ここでは NIST ライブラリのような一般的に使用されているライブラリを使用した場合の、スペクトルの一致率を評価した例を紹介します。評価には 9 mm レンズを使用し、ヘリウムキャリアガスとエクストラクタイオン源、水素キャリアガスとエクストラクタイオン源、水素キャリアガスと Hydrolnert イオン源の 3 パターンで行いました。SVOC、農薬、および香料の成分を 6 種の重水素化 PAH と 10 ng/ $\mu$ L で混合した溶液を作成し、Agilent 8890 GC と 5977 イナートプラスシングル四重極質量分析計を使用しスキャンモードで測定しました。Agilent MassHunter Unknowns Analysis ソフトウェアで測定データを読み込み、NIST17.L ライブラリを用いてデコンボリューションによるピークの検出、ライブラリー一致率（マッチスコア、LMS）を評価しました。表 2 に得られたライブラリー一致率（LMS）を示しました。ヘリウムキャリアガスとエクストラクタイオン源を用いた場合の値を左、水素キャリアガスとエクストラクタイオン源を用いた場合を中央、水素キャリアガスと

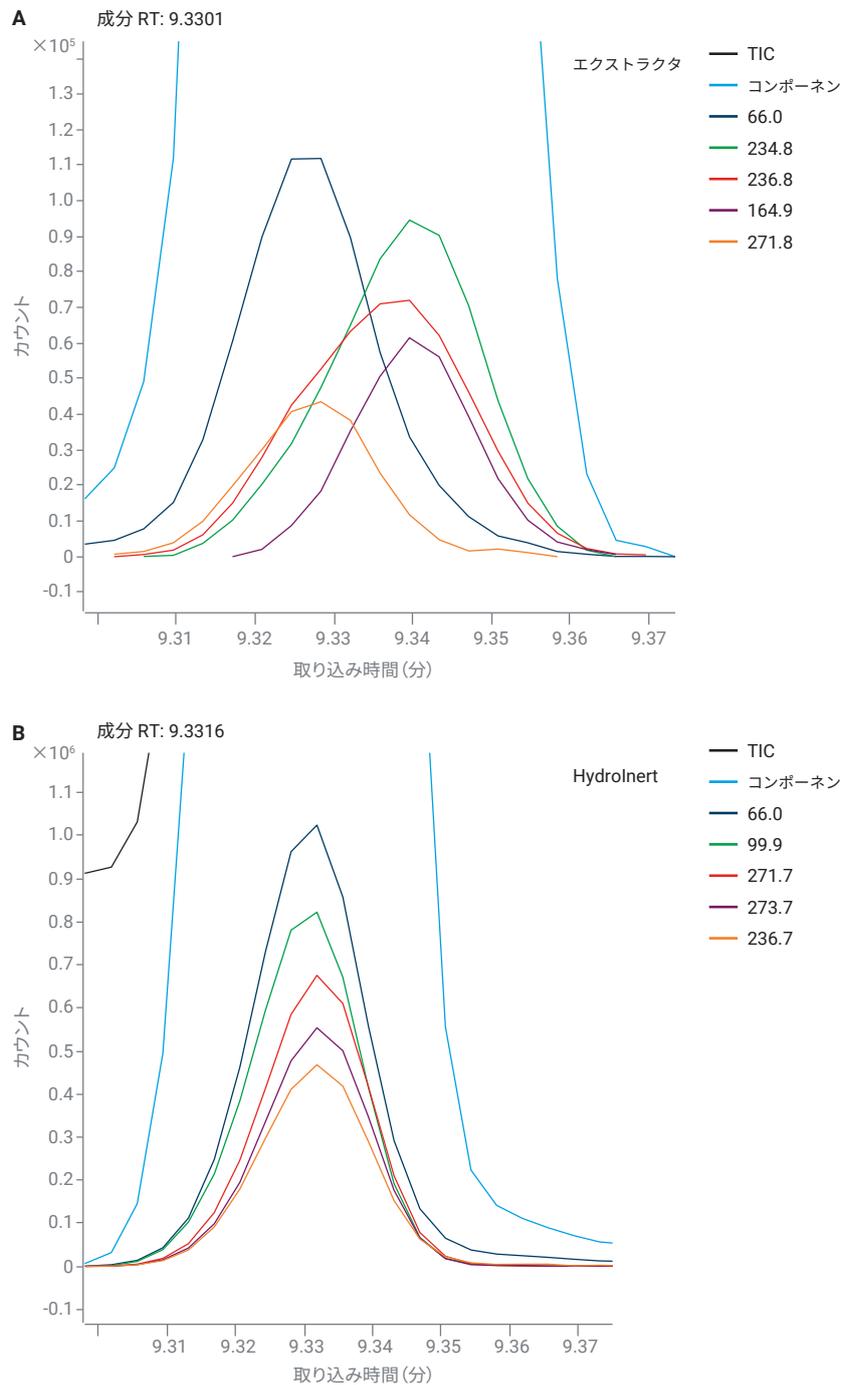


図 5. 水素キャリアガスを用いた場合に得られたヘプタクロルのアバンダンスが高いイオンのトップ 5 の比較 (A) レンズ径 3 mm のエクストラクタイオン源 (B) レンズ径 9 mm Agilent Hydrolnert イオン源

HydroInert イオン源を用いた場合を右の列に示しました。右列の HydroInert イオン源のすべての一致率は、左列のヘリウムと比較していずれも 5 パーセント以内でした。4-ニトロフェノールやベンジジンなど一部の化合物は HydroInert イオン源と水素キャリアガスを使用した方が、ヘリウムキャリアガスと比較して NIST ライブラリとの一致率が高い結果が得られました。今回の測定で得られた結果では、HydroInert イオン源を使用した場合の一致率のうち 15 成分はヘリウムと同等 (2 パーセント以内)、ムスクアンブレットやベンジジンなどの 5 成分はヘリウムの一致率より 3 パーセント以上高い値が得られました。水素キャリアガスと HydroInert イオン源により一致率が高く保持されることは、イオン源における官能基とスペクトルのパターンが維持されていることを示しています。一方で水素キャリアガスとエクストラクタイオン源を用いた場合 (中央列) には 10 成分の一致率が HydroInert イオン源を使用した場合と比較して 5 パーセント以上低くなりました。ベンジジンやベンゾ[b]フルオランテンなど、水素キャリアガスとエクストラクタイオン源の組み合わせでは一致率が 70 程度と低く、エクストラクタイオン源で水素化またはその他の変換が起こっていることが示されています。予想どおり、ニトロベンゼン (一致率 80.9)、4-ニトロフェノール (一致率 83.1)、ペンタクロロフェノール (一致率 85.4)、フェニトロチオン (一致率 88.3)、ムスクケトン (一致率 89.8) などの塩素化合物およびニトロ化合物は一致率が低くなりました。これらの一致率はいずれも 80 以上と値としては高いですが、濃度が低くなるにつれてイオン源での化合物のスペクトルの変化ははより重大となります。これらの結果から水素キャリアガスを使用する場合には HydroInert イオン源を組み合わせることで、イオン源におけるスペクトルの変化を抑制することが可能で、これまで一般的に使用されているヘリウムで作成されたスペクトルライブラリを引き続き利用することができます。

**表 2.** ヘリウムキャリアガスを用いたエクストラクタイオン源、水素キャリアガスを用いたエクストラクタイオン源、および水素キャリアガスを用いた Agilent HydroInert イオン源を用いた場合の SVOC、農薬、および香料化合物の混合物のライブラリー一致率の比較

分析対象物	エクストラクタ He ライブラリー一致率	エクストラクタ H <sub>2</sub> ライブラリー一致率	HydroInert H <sub>2</sub> ライブラリー一致率
アニリン	98.6	92.3	97.7
1,4-ジクロロベンゼン-d <sub>4</sub>	96.7	94.7	97.5
ニトロベンゼン	95.7	80.9	94.3
安息香酸	93.3	87.7	97.2
ナフタレン-d <sub>8</sub>	96.9	93.9	97.6
アセナフテン-d <sub>10</sub>	98.3	97.3	97.8
2,4-ジニトロフェノール	95.6	90.6	94.8
4-ニトロフェノール	89.5	83.1	94.8
4,6-ジニトロ-2-メチルフェノール	94.3	93.6	95.7
ペンタクロロフェノール	90.7	85.4	89.1
4-アミノビフェニル	96.9	95.8	97.9
フェナントレン-d <sub>10</sub>	97.7	93.3	97.2
ムスクアンブレット	86.6	86.3	89.5
フェニトロチオン	95.6	88.3	97.0
ムスクケトン	95.8	89.8	98.2
ベンジジン	92.6	70.1	97.5
3,3'-ジクロロベンジジン	97.3	89.8	95.3
クリセン-d <sub>12</sub>	96.0	84.8	93.5
ベンゾ[b]フルオランテン	97.8	70.1	98.4
ベンゾ[k]フルオランテン	97.8	96.8	98.4
ペリレン-d <sub>12</sub>	94.4	79.4	93.1

## イオン源クリーニング頻度の低減

水素キャリアガスを用いる利点の 1 つとして、EI イオン源のクリーニング頻度低減があげられます。この点は分析中 (オンライン) または分析後 (オフライン) に低流量の水素をイオン源に導入する Agilent JetClean セルフクリーニングイオン源を用いた際にすでに確認されています<sup>2</sup>。さらに HydroInert イオン源でもイオン源の洗浄頻度を減らせることを確認しました。GC と MS のメンテナンス頻度を評価するため、土壌マトリックスを試料とし、アメリカ環境保護庁 (EPA) メソッド 8270 の対象成分を分析、基準として示されているクオリティコントロールの結果をもとに、イオン源の耐久性を確認しました。水素キャリアガスと HydroInert イオン源の組み合わせと、比較対象としてヘリウムキャリアガスとエクストラクタイオン源の組み合わせで評価を行いました。

レンズ径はいずれも 9 mm を使用しました。ヘリウム キャリアガスの システムは、平均 365 回のマトリックス注入 (合計 581 回の注入) 後にイオン源の洗浄が必要でした。HydroInert イオン源については、クオリティロールの基準を逸脱するまでに 5200 回のマトリックスを注入できませんでした。HydroInert の 9 mm エクストラクタレンズとリペラを交換して再度チューニングを行うことで、クオリティコントロールにおけるシステム性能の基準を満たすまで回復しました。これまでの検討結果から HydroInert のエクストラクタレンズとリペラが汚れている場合には新品に交換することを推奨しています。さらにエクストラクタレンズの絶縁体 (部品番号 G3870-20445) も同時に交換できます。これは、セラミックの絶縁体が時間とともに汚れる可能性があるためです。

## 感度について

エクストラクタイオン源のような既存の MS のイオン源を用いる場合、水素キャリアガスをを使用する場合にはアプリケーションによって感度に影響があります。水素による相互作用でバックグラウンドが高くなるため、シグナル対ノイズ比 (S/N) が減少したり、検量線の直線範囲が狭くなったり、検出下限 (LOD) が高くなる可能性があります。一方で一部のアプリケーションにおいてはHydrolnert イオン源を用いることでエクストラクタイオン源と比較して、化合物の S/N やアバダンスが高くなることが確認されており、それらの例を紹介します。Agilent 7697A ヘッドスペースサンブラ、8890 GC および 5977 イナートプラス GC/MSD を用いて水試料中の揮発性有機化

合物 (VOC) を対象とし、水素キャリアガスでエクストラクタイオン源とHydrolnert イオン源を使用して分析を行い、感度および S/N 値を比較しました。2 つの化合物、プロモホルムと四塩化炭素の例として図 6 にクロマトグラムを示しましたが、ピークのアバダンスと S/N 増加が確認できました。同じ分析において、1,4-ジオキサンはHydrolnert イオン源でアバダンスが増加しましたが、S/N はエクストラクタイオン源の結果と同程度でした (図 7)。すべての化合物、マトリックス、または分析の結果が同一または改善されるわけではないため、水素キャリアガスに切り替える場合には事前に検証を行うことが必要と言えます。

Hydrolnert イオン源と水素キャリアガスの感度を調べるため、GC/MS/MS の感度試験用の 10 fg/μL のオクタフルオロナフタレン (OFN) (部品番号5190-0585) を分析した例を紹介します。Agilent GC/MS/MS システムの場合、装置検出下限 (IDL) は 4.0 fg 以下とされています。水素キャリアガスを用いた場合の 8890 GC および 7000E GC/MS/MS システムに設置した Hydrolnert イオン源の IDL を評価するために、1 セット 12 回連続測定 OFN 注入を、4 セット繰り返しました。4 セットの IDL はそれぞれ 2.1、4.0、2.0、および 3.5 fg、これらの平均値は 2.9 fg であり、すべて基準を満たしていました。

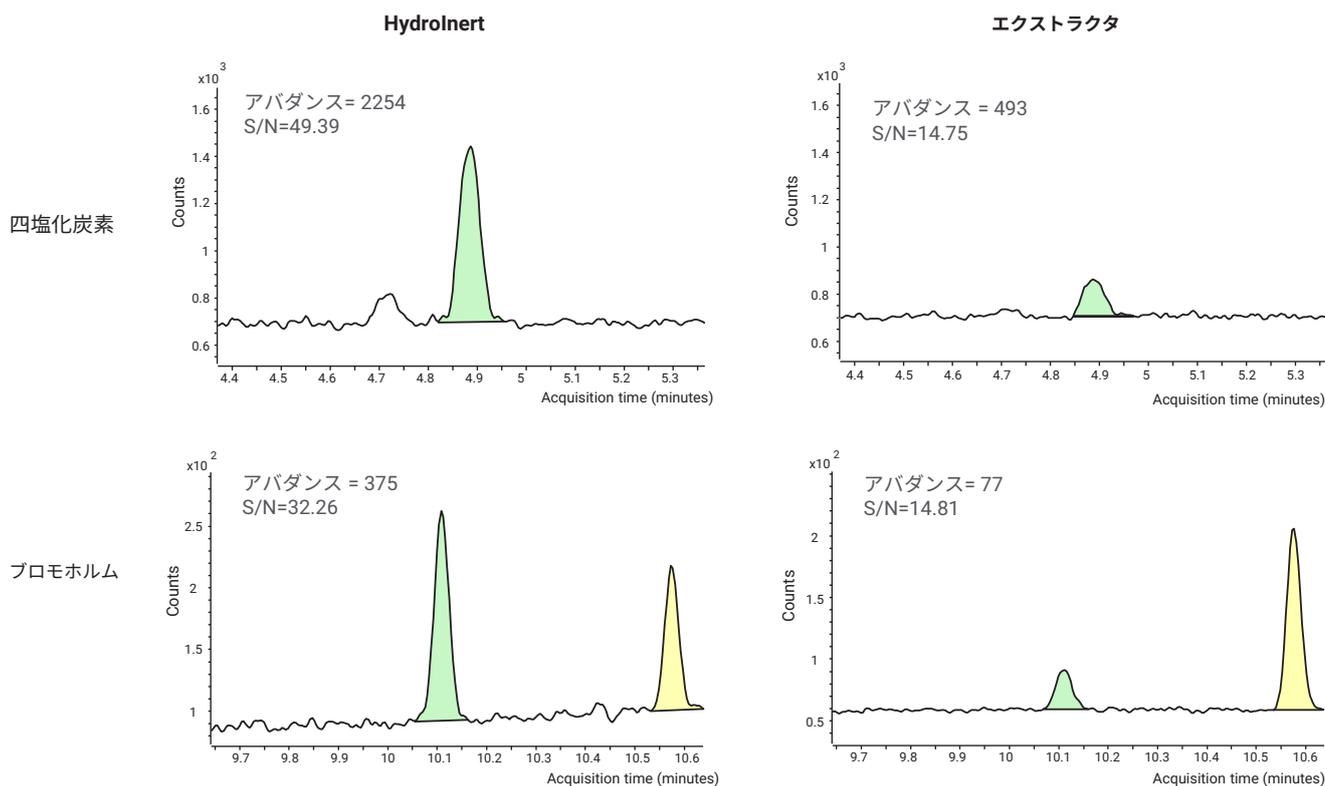


図 6. アバダンスと S/N に着目した水素キャリアガスを用いた場合のAgilent Hydrolnert イオン源とエクストラクタイオン源における四塩化炭素とプロモホルムの EIC 比較

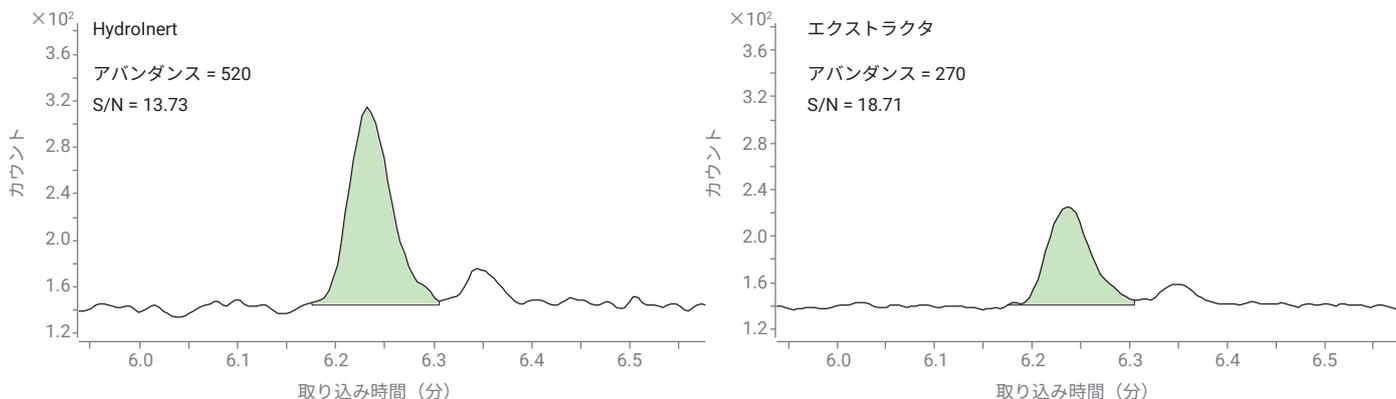


図 7. アブダンスと S/N に着目した水素キャリアガスを用いた場合のAgilent HydroInert イオン源とエクストラクタイオン源における 1,4-ジオキサンの EIC 比較

## 代表的なアプリケーションにおける確認

いくつかの代表的な GC/MS のアプリケーションについて、GC/MS および GC/MS/MS 分析で水素ガスを用いた場合の HydroInert イオン源を評価しました。以下のセクションでは、SVOC 分析、農薬分析、PAH などに水素キャリアガスと HydroInert イオン源を用いた場合の結果を紹介します。まず検討結果のハイ

ライトとして水素キャリアガスを用いた場合の HydroInert イナートプラスシステムのパフォーマンスと通常のエクストラクタイオン源を使用したイナートプラスシステムの比較を、検討結果に基づいて表 3 にまとめました。マススペクトルのパターンに変化があり、分解、水素化、脱塩素化による化合物のライブラリー一致率の低下が認められた場合、結果を「不適合」と示しました。炭化水素分析や PAH 分析のように、従来のエクストラクタイオン源と水素キャ

リアガスを用いた場合と、HydroInert イオン源と水素キャリアガスを用いた場合にマススペクトルの一致率が同等の結果が得られたアプリケーションについては「中立」のアプリケーションとしました。HydroInert イオン源による効果でマススペクトルの変化が抑制され、水素キャリアガスを使用してもライブラリーとの一致率が低下しないアプリケーションは「適合」としました。

表 3. 検討した化合物グループとその化合物例、および水素キャリアガスを用いた場合の一般的なエクストラクタイオン源または Agilent HydroInert イオン源の適合性

化合物グループ	化合物例	水素キャリアガス + エクストラクタイオン源	水素キャリアガス + HydroInert イオン源
ニトロ化合物	ニトロベンゼン、フェニトロチオン、エタルフルラリン	不適合	適合
塩素化合物	DDT、エンドリン、ヘプタクロル、BHC 化合物、ペンタクロロフェノール	不適合	適合
PAH	ベンゾ[b]フルオランテン、ベンゾ[g,h,i]ペリレン、フルオランテン	中立	中立
アルカン >C <sub>24</sub>	テトラコサン (C <sub>24</sub> )、オクタトリアコンタン (C <sub>39</sub> )	中立	中立
農薬	デルタメトリン、フィプロニル、ベルメトリン、キャプタン	不適合	適合
香料およびフレーバー化合物	ムスクeton、ムスクアンプレット、リナロール	不適合	適合
VOC	1,4-ジオキサン、トリクロロメタン、ブromoジクロロメタン	中立	適合

- マススペクトルの不一致または化合物の誤同定が認められた場合、「不適合」と判定しました。

- エクストラクタイオン源と HydroInert イオン源で水素キャリアガスを用いた時の結果が類似している場合、「中立」と判定しました。

- HydroInert イオン源がマススペクトルの変化を抑制し、化合物がヘリウムガスライブラリーを用いて正確に同定された場合、「適合」と判定しました。

## 炭化水素の分析について

n-デカン (C<sub>10</sub>) からn-オクタトリアコンタン (C<sub>38</sub>) の炭化水素の標準混合溶液を用いて、GC/MS システムにおけるコールドスポットと活性点を評価することができます。水素キャリアガスを用いた場合この傾向が顕著に出やすく、高沸点成分はピーク形状が悪く、テーリング (>2.0) を起こしやすくなります。ここでは既存のエクストラクタイオン源と HydroInert イオン源と比較するために、各炭化水素のピークのテーリングファクターを評価して、HydroInert イオン源のピーク形状が悪化しないことを確認しました。炭化水素の HydroInert のトータルイオンクロマトグラム (TIC) を図 8A に示し、既存のエクストラクタイオン源の TIC を図 8B に示しました。TIC の比較では、水素キャリアガスを用いたエクストラクタイオン源の結果 (図 8B) ではピークがテーリングしていることが確認できました。テーリングは、C<sub>22</sub> (テーリングファクター 1.27) から認められ、C<sub>26</sub> でテーリングファクター 2.1 まで増加し、C<sub>38</sub> (テーリングファクター 10.2) で極端にテーリングが悪化しています。一方、HydroInert イオン源の結果 (図 8A) では、ピーク形状が改善されテーリングファクターがいずれも 0.6 から 0.9 の範囲でした。なお一般的に理想的なテーリング係数は 1.0 です。HydroInert イオン源と水素キャリアガスを組み合わせた場合にピーク形状が改善されたことから、既存のエクストラクタイオン源と水素キャリアガスを用いた場合より熱安定性に優れ、イオン源によける活性度がより低く抑えられていることが示されました。

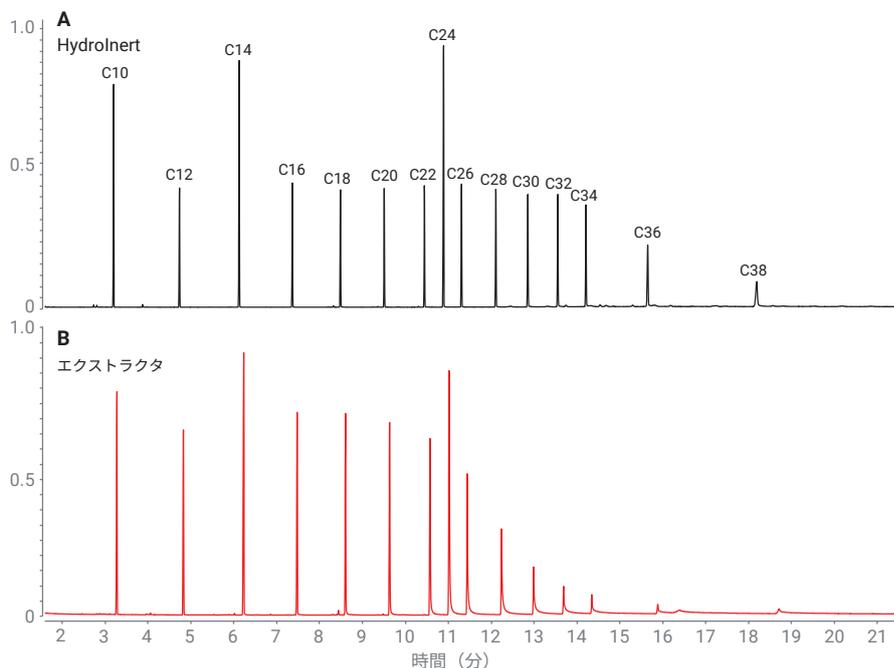


図 8. n-デカン (C<sub>10</sub>) から n-オクタトリアコンタン (C<sub>38</sub>) までの直鎖炭化水素化合物における水素キャリア使用時 TIC でのテーリング比較 (A) Agilent HydroInert イオン源 (B) 既存のエクストラクタイオン源

## 半揮発性化合物 (SVOC) の分析 : EPA 8270 および PAH

米国 EPA のメソッド 8270 (バージョン 8270D および 8270E) には、GC/MS による分析に適した固形廃棄物、土壌、空気、および水の抽出物中の 200 成分以上の化合物リストが掲載されています<sup>3,4</sup>。また、EPA 8270 には、酸性、塩基性、中性の化合物、および PAH を含む多種の SVOC が含まれています。一般に GC/MS を使用するラボにおいてはそのような広範な化合物が分析の対象になります。そこで HydroInert イオン源の適用範囲とその限界を把握するために、EPA 8270 の分析対象成分を分析し評価を行いました表 2 に示したスクリーニング用混合物は、EPA メソッド 8270 のリストに掲載されている多くの半揮発性化合物であり、NIST などのライブラリとスペクトルを比較した場合にもライブラリ一致率が高いことが確認できます。図 10 では水素キャリアガスを用いて 68 種の SVOC と PAH

の混合物を、エクストラクタイオン源 (上) と HydroInert イオン源 (下) で分析し得られたクロマトグラムを示しており、青枠で示したリテンションタイムの後半に溶出する化合物のピークで、HydroInert イオン源 (下) の方がピーク形状が良好であることが確認できました。

EPAメソッド 8270 における重要な部分は、デカフルオロトリフェニルホスフィン (DFTPP) チューニングにおけるイオン比率に関するクライテリアです。EPA メソッド 8270 は、GC/MS/MS システムで試験されており、Etune アルゴリズムが推奨チューンとして用いられています (これは既存のアプリケーションノートに記載されています)<sup>5</sup>。GC/MS シングル四重極システムでは、EPA メソッド 8270E および EPA メソッド 8270D に詳細がある DFTPP のイオン比の基準を用いて、水素キャリアガスを用いた HydroInert イオン源の検討を行いました。<sup>3,4</sup>。また EPA メソッド 8270D には、EPA メソッド 8270E よりも多くのイオン比の基準が記載されており、EPA

メソッド 525 の基準が反映されています。表 4 は、メソッドのクライテリアである 25 ng/μL で DFTPP のイオン比の相対アバンダンス、および 8270E および 8270D で示されている相対アバンダンスのイオン比の基準を満たすための値をまとめています。

ヘリウムキャリアガスから水素キャリアガスに分析を切り替える場合、GC/MS および GC/MS/MS システムの両方について、感度およびレスポンスファクター (RF) が同等であることが重要です。表 5 に、EPA メソッド 8270E に記された RF、ヘリウムキャリアガスを用いた GC/MS の分析で得られた RF、HydroInert イオン源と水素キャリアガスを用いた GC/MS の分析で得られた RF、HydroInert イオン源と水素キャリアガスを用いた GC/MS/MS の分析で得られた RF を示しています。いずれのシステムもイオン源のレンズ径は 9 mm を用いました。EPA メソッド 8270E の RF はガイダンス基準であり、メソッドが満たさなければならない要件ではありませんが、理想的には RF がこれらのガイダンスの値と同程度であることが望まれます。ヘリウムガスを用いた GC/MS の分析では、ヘキサクロロエタンと N-ニトロソ-ジ-n-プロピルアミンの 2 化合物の RF 値がガイダンス基準を下回っています。水素キャリアガスを用いた HydroInert イオン源 GC/MS 分析では、5 成分の追加化合物の RF 値がガイダンス基準を下回っており、4 成分は 0.1 ポイント以内です。例えば、ビス (2-クロロエチル) エーテルのガイダンス RF 基準は 0.7 であり、水素キャリアガスを用いた HydroInert イオン源の GC/MS 分析の RF は 0.6 でした。水素キャリアガスを用いた HydroInert イオン源の GC/MS/MS 分析では、ヘリウムガスを用いた GC/MS システムよりも RF 値が低い化合物がさらに 15 成分ありましたが、GC/MS/MS はキャリブレーション範囲が 100 pg/μL から 100 ng/μL である場合、20 pg/μL までの低濃度レベルを分析できる可能性もあります。感度に関しては、96 成分の化合物を GC/MS によりヘリウムキャリアガスを用いた EPA 8270 の既存のアプリケーションで分析しました<sup>6</sup>。これらの化合物を HydroInert イオン源と水素キャリアガスを用いて比較すると、ヘキサクロロブタジエン、2,6-ジニトロトルエン、フタル酸ジエチル、2,4-ジニトロトルエン、ペンタクロロフェノールの 5 つの化合物のみの直線範囲が小さくなり

表 4. DFTPP イオン、EPA メソッド 8270D および 8270E のアバンダンス基準 3,4 と相対アバンダンスの測定値および相対アバンダンスの合格/不合格の一覧

ターゲット質量 (m/z)	各イオンの相対アバンダンスの基準	相対アバンダンスの測定値	合格/不合格
51	* 198 m/z の 10 ~ 80 %	11.4%	合格
68	69 m/z の 2 % 未満	1.7%	合格
69	存在する	27.2%	合格
70	69 m/z の 2 % 未満	1.0%	合格
127	* 198 m/z の 10 ~ 80 %	31.1%	合格
197	198 m/z の 2 % 未満	0.1%	合格
198	ベースピークまたは存在する*or 442 m/z の 50 % 以上	73.7%	合格
199	198 m/z の 5 ~ 9 %	7.4%	合格
275	ベースピークの 10 ~ 60 %	29.2%	合格
365	ベースピークの 1 % 超	3.5%	合格
441	443 m/z の 150 % 未満*存在するが 442 m/z の 24 % 未満	86.4 %*16.7 %	合格
442	ベースピークまたは存在する*or 198 m/z の 50 % 以上	100 % (ベースピーク)	合格
443	442 m/z の 15 ~ 24 %	23.4%	合格

\*は EPA メソッド 8270E の要件と異なる EPA メソッド 8270D の要件を示しています。

表 5. EPA メソッド 8270E (EPAメソッドの表4) の各化合物のレスポンスファクタ (RF)<sup>4</sup>、ヘリウムキャリアガスを用いた GC/MS の RF、Agilent HydroInert イオン源および水素キャリアガスを用いた GC/MS の RF、および HydroInert イオン源および水素キャリアガスを用いた GC/MS/MS の RF

化合物	EPA メソッド 8270E のレスポンスファクタ (RF) <sup>4</sup>	He GC/MS の RF	H <sub>2</sub> HydroInert GC/MS の RF	H <sub>2</sub> HydroInert GC/MS/MS の RF
アセナフテン	0.9	1.3	1.1	0.2
アセナフチレン	0.9	1.9	1.4	0.1
アセトフェノン	0.01	1.2	0.4	1.0
アントラセン	0.7	1.1	1.0	0.9
ベンゾ[a]アントラセン	0.8	1.4	1.5	1.0
ベンゾ[a]ピレン	0.7	1.2	0.9	0.9
ベンゾ[b]フルオランテン	0.7	1.4	1.2	1.2
ベンゾ[g,h,i]ペリレン	0.5	1.1	1.0	1.3
ベンゾ[k]フルオランテン	0.7	1.2	1.2	1.3
ビス(2-クロロエトキシ)メタン	0.3	0.4	0.3	0.7
ビス(2-クロロエチル)エーテル	0.7	0.8	0.6	0.5
フタル酸ビス-(2-エチルヘキシル)	0.01	0.8	0.5	0.2
4-ブロモフェニルフェニルエーテル	0.1	0.3	0.2	0.2
フタル酸ブチルベンジル	0.01	0.6	0.3	0.1
4-クロロアニリン	0.01	0.4	0.4	0.6
4-クロロ-3-メチルフェノール	0.2	0.3	0.2	0.4
2-クロロナフタレン	0.8	2.4	1.0	0.8
2-クロロフェノール	0.8	0.8	0.7	0.5
4-クロロフェニルフェニルエーテル	0.4	0.7	0.5	0.3
クリセン	0.7	1.2	1.1	0.4
ジベンズ[a,h]アントラセン	0.4	1.1	1.0	0.2
ジベンゾフラン	0.8	1.7	1.5	1.4

ました。先の3成分の最も低い濃度レベルが100 pg/μLではなく200 pg/μL以上となり、水素キャリアガスと HydroInert イオン源を用いた2,4-ジニトロトルエンの分析のキャリブレーション範囲は0.1～75 ng/μLでした。ペンタクロロフェノールの濃度範囲は、水素キャリアガスと HydroInert イオン源を用いた GC/MS 分析では100 pg/μLではなく500 pg/μL以上でした。安息香酸については、水素キャリアガスと HydroInert イオン源では、ヘリウムキャリアガスと同じキャリブレーション範囲(0.8～100 ng/μL)を示しました。水素キャリアガスと HydroInert イオン源を用いた場合は感度を十分に保持しており、今回検討を行った大半の半揮発性化合物はヘリウムキャリアガスと同等であることが確認されています。

化合物	EPA メソッド 8270E のレスポンスファクタ (RF) <sup>4</sup>	He GC/MS の RF	H <sub>2</sub> HydroInert GC/ MS の RF	H <sub>2</sub> HydroInert GC/ MS/MS の RF
フタル酸ジ-n-ブチル	0.01	1.3	0.8	0.8
3,3'-ジクロロベンジジン	0.01	0.5	0.4	0.1
2,4-ジクロロフェノール	0.2	0.3	0.2	0.4
フタル酸ジエチル	0.01	1.4	1.0	0.6
フタル酸ジメチル	0.01	1.4	1.0	0.8
2,4-ジメチルフェノール	0.2	0.3	0.3	0.4
4,6-ジニトロ-2-メチルフェノール	0.01	0.2	0.1	0.01
2,4-ジニトロフェノール	0.01	0.2	0.1	0.02
2,4-ジニトロトルエン	0.2	0.4	0.2	0.03
2,6-ジニトロトルエン	0.2	0.3	0.2	0.03
フタル酸ジ-n-オクチル	0.01	1.3	0.8	0.4
フルオランテン	0.6	1.2	1.2	0.4
フルオレン	0.9	1.3	1.2	1.4
ヘキサクロロベンゼン	0.1	0.3	0.3	0.4
ヘキサクロロブタジエン	0.01	0.2	0.2	0.4
ヘキサクロロシクロペンタジエン	0.05	0.3	0.1	0.03
ヘキサクロロエタン	0.3	0.2	0.1	0.14
インデノ(1,2,3-cd)ピレン	0.5	1.2	1.2	1.0
イソホロン	0.4	0.6	0.4	0.3
2-メチルナフタレン	0.4	0.7	0.7	1.7
2-メチルフェノール	0.7	0.7	0.6	0.5
4-メチルフェノール	0.6	1.0	0.3	0.7
ナフタレン	0.7	1.1	1	0.9
2-ニトロアニリン	0.01	0.4	0.23	0.05
3-ニトロアニリン	0.01	0.3	0.18	0.03
4-ニトロアニリン	0.01	0.3	0.21	0.13
ニトロベンゼン	0.2	0.3	0.2	0.3
2-ニトロフェノール	0.1	0.2	0.11	0.1
4-ニトロフェノール	0.01	0.2	0.14	0.05
N-ニトロソジ-n-プロピルアミン	0.5	0.4	0.4	0.03
N-ニトロソジフェニルアミン	0.01	2.05	0.9	2.3
2,2'-オキシビス(1-クロロプロパン)	0.01	0.45	0.54	0.03
ペンタクロロフェノール	0.05	0.18	0.1	0.1
フェナントレン	0.7	1.2	1.1	1.1
フェノール	0.8	0.9	0.7	0.3
ピレン	0.6	1.3	1.2	0.4
1,2,4,5-テトラクロロベンゼン	0.01	0.38	0.31	0.23
2,3,4,6-テトラクロロフェノール	0.01	0.36	0.17	0.07
2,4,5-トリクロロフェノール	0.2	0.3	0.3	0.2
2,4,6-トリクロロフェノール	0.2	0.3	0.2	0.2

検量線の直線範囲を示す別の例として、図9にヘリウムキャリアガス（図9A、上）とHydrolnertイオン源と水素キャリアガス（図9B、下）を用いて得られたニトロベンゼンの検量線を示しています。ヘリウムキャリアガスの場合とHydrolnertイオン源と水素キャリアガスの場合それぞれの平均RFの%RSDはヘリウムキャリアガスで6.33%、水素キャリアガスとHydrolnertイオン源では6.59%と類似した値が得られました。

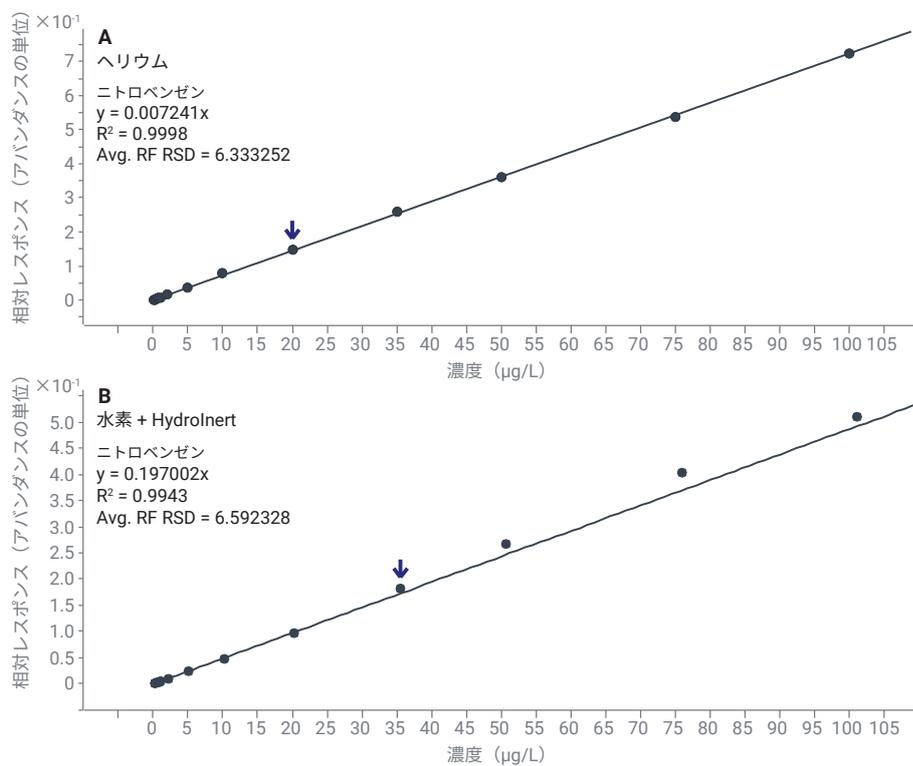


図9. GC/MSシステムで得られたニトロベンゼンの直線範囲（0.1～100 ng/μL）（A）ヘリウムキャリアガスとエクストラクタイオン源（B）水素キャリアガスでAgilent Hydrolnertイオン源

PAH は非常に安定した芳香族炭化水素であるため、GC/MS および GC/MS/MS による水素キャリアガスを用いた分析に切り替えがすでに行われている化合物です<sup>7</sup>。これらも同様に Hydrolnert イオン源で検討を行っています。図 10 および図 11 に示すように、Hydrolnert イオン源と水素キャリアガスを用いる場合、エクストラクタイオン源と水素キャリアガスを使用した場合と比較して、ピーク形状および分離度が改善することが確認されました。この傾向はクロマトグラム後半に溶出するベンゾ[b]フルオランテン、ベンゾ[k]フルオランテン、ベンゾ[g,h,i]ペリレンなどの PAH で非常に顕著でした (図 11)。

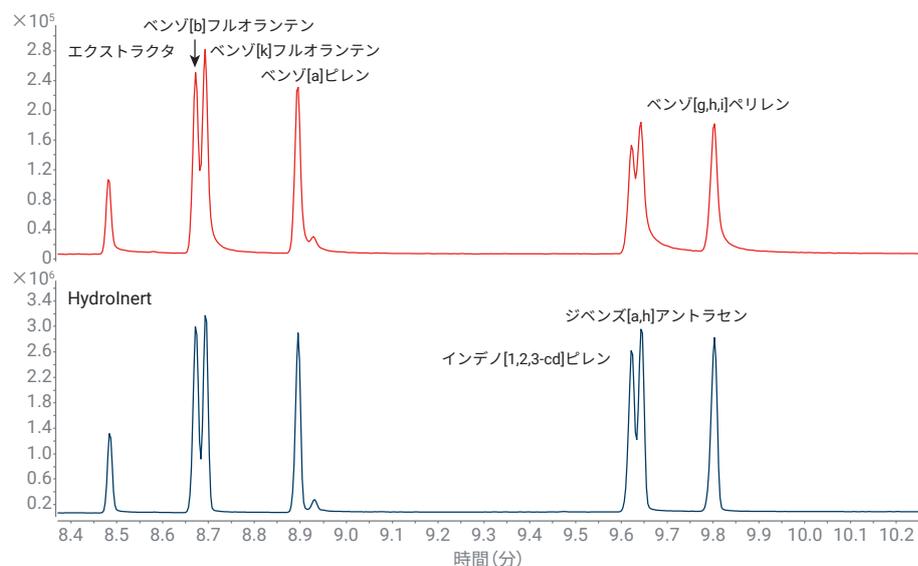


図 11. 水素キャリアガスを使用して分析した 68 成分 (50 ng/μL) について溶出時間が遅い PAH を拡大した、エクストラクタイオン源または Agilent Hydrolnert イオン源を用いた場合のピーク形状と分離度の比較

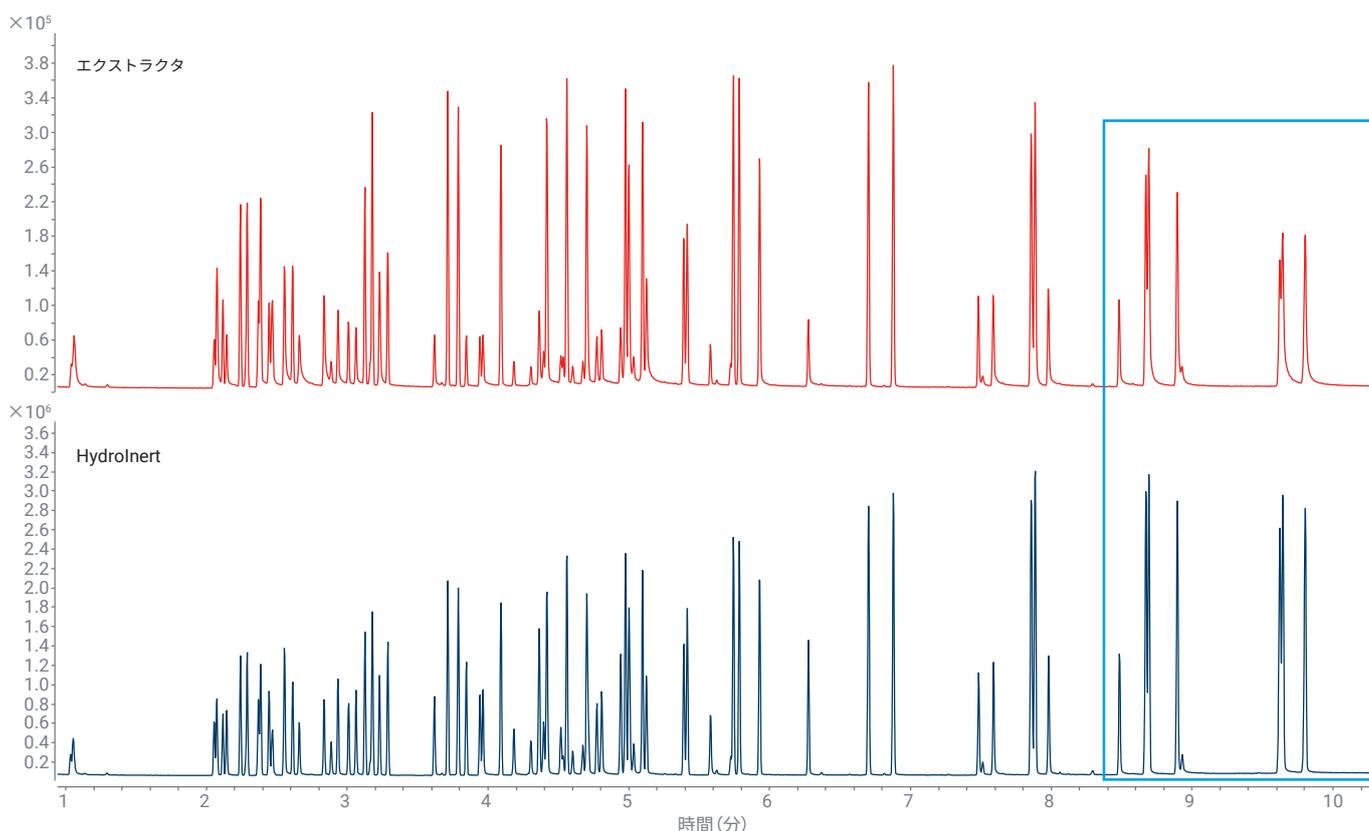


図 10. 水素キャリアガスで EPA メソッド 8270 における 68 成分 (50 ng/μL) をエクストラクタイオン源または Agilent Hydrolnert イオン源で分析した場合のピーク形状と分離度の比較

## 農薬分析

農薬分析のため、8890 GC および 7000E トリプル四重極 GC/MS/MS のミッドカラムバックフラッシュ設定を、Agilent パージ付き Ultimate ユニオン (PUU) を介して接続した 2 本の HP-5ms ウルトライナート GC カラム (20 m×0.18 mm、0.18 μm)、水素キャリアガス、および Hydrolnert イオン源で構成しました。水素キャリアガスを用いたこのシステム構成では、リテンションタイムおよび MRM トランジションの設定において、アジレントで提供している農薬および環境汚染物質 (P&EP) MRM データベースを用いることができるようになりました。このデータベースは、元々はヘリウムキャリアガスを用いた 15 × 15 m (0.25 mm × 0.25 μm) HP-5ms ウルトライナート GC カラムの設計で収集されたものです。今回の仕様である 20×20 m の設定ではリテンションタイムロック機能によりデータベースの活用が可能になりました。ニトロ化合物および高塩素化合物のような農薬分析で先にも紹介したようなマススペクトルの変化について評価するために、農薬の標準試料を複数セット分析を行い評価しました。これらの混合物に含まれる農薬の例としては、デルタメトリン、エタルフルラリン、フィプロニル、シフルトリン、ペルメトリン、キャプタン、パラチオン、エンドリン、ヘプタクロルなどがあります。農薬混合物を、ヘリウムキャリアガスでの微量分析に推奨されるレンズ径である 3 mm を付けたエクストラクタイオン源、およびレンズ径 9 mm を付けた Hydrolnert イオン源を用いて、水素キャリアガスで検討しました。第一段階の検討ではスキャンモードによる分析を行いました。水素キャリアガスを使用した場合に各農薬のスペクトルパターンが変化していないか、各フラグメントイオンのアバンダンス比に変化があるか、あるいはいずれのイオン源においてもこれまでに経験がない水素化されたイオンがあるか把握するためです。エタルフルラリンは 2 つのニトロ基を有しており、図 12 には各イオン源でアバンダンスが高いトップ 5 の EIC を重ね合わせた結果を示しており、最もアバンダンスが高いイオンが変化していることが確認できます。ヘリウムキャリアガスで得られる MS スペクトルでは、エタルフルラリンのうちアバンダンスが高い TOP 5 のイオンは、 $m/z$  55、276、56、316、292 でした。ニトロ基がイオン源で

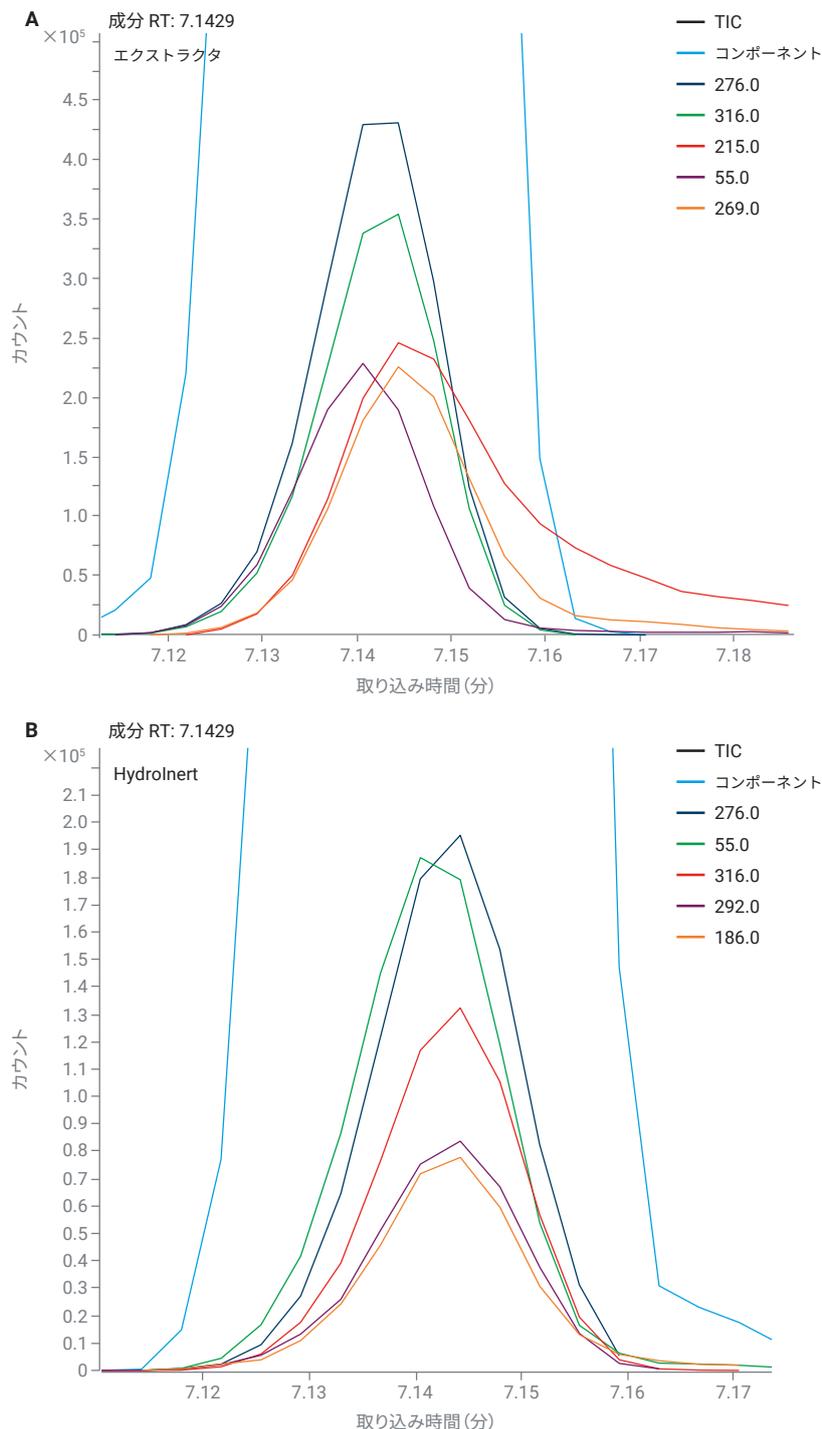


図 12. 水素キャリアガスで分析したエタルフルラリンのアバンダンスが高いトップ 5 の EIC 重ね書き (A) レンズ径 3 mm 付きエクストラクタイオン源 (B) レンズ径 9 mm 付き Agilent Hydrolnert イオン源

水素化される場合は、マススペクトルが  $m/z$  269において高くなると考えられます。これはリファレンスとなるヘリウムスペクトルでは主要なイオンではありません。図 12A には水素キャリアガスとエクストラクタイオン源で得られた結果について示しており、 $m/z$  269 および  $m/z$  215などのアバンダンスが高いイオンのトップ 5 を示しましたが、イオン源における水素化が確認できました。また最もアバンダンスが高いイオンも入れ替わり、通常最もアバンダンスが高い  $m/z$  55は 4 番目に、 $m/z$  316が 2 番目に高いイオンに、ヘリウムでのスペクトルにおいてはアバンダンスが小さい  $m/z$  215がトップ 5 に入っていました。図 12B は HydroInert イオン源を用いた同じ実験を示していますが、アバンダンスが高いイオンのトップ 5 つに  $m/z$  269が含まれず、水素化が起こっていないことが確認されました。このように HydroInert イオン源により水素キャリアガスを使用した場合でもイオン源におけるスペクトルの変化を抑制され、これまでと同様の

MRM トランジションや SIM のイオンを用いることができ、水素キャリアガスへの切替に要する時間を短縮することができます。

水素キャリアガスを用いた場合のエクストラクタイオン源と HydroInert イオン源の違いは、デルタメトリンでも確認できました。デルタメトリンは、シアノ (4-フェノキシフェニル) メチル-2,2-ジメチルシクロプロパンカルボキシラート構造をもつ農薬化合物の 1 つです。このクラスの化合物は、シクロプロパン構造の近傍に異なる官能基を有しています。また、これらの化合物はエステル基の C-O 結合における開裂点を共有しており、*m*-フェノキシフェニルアセトニトリル構造である  $m/z$  209に関連する主要なフラグメントを有しています。この  $m/z$  209 のフラグメントは通常デルタメトリンの質量スペクトルに現れますがそのアバンダンスは比較的小さい。スキャンモードによる取り込みにて得られたデルタメトリンの結果を MassHunter Unknowns Analysis ソフトウェア

で解析したところ、エクストラクタイオン源を用いた場合のメソッドで確認されるリテンションタイムである 18.17 分で、デルタメトリンが同定されなかったケースがありました。それに対し図 13A に示されるように、 $m/z$  209に高いイオンが認められ、 $m/z$  253 が認められず、*m*-フェノキシフェニルアセトニトリルが同定されました。エクストラクタイオン源を用いたその他のいくつかの分析において、デルタメトリンが同定されましたが (図 13B)、そのライブラリー一致率は 70 台であり、 $m/z$  209 アバンダンスが高いことが確認されました。図 13C には HydroInert イオン源を使用して得られたデータから、デコンボリューションで検出されたマススペクトルを示しました。反転表示した NIST ライブラリーのデルタメトリンと非常に似ていることが確認でき、一致率は 90 以上でした。

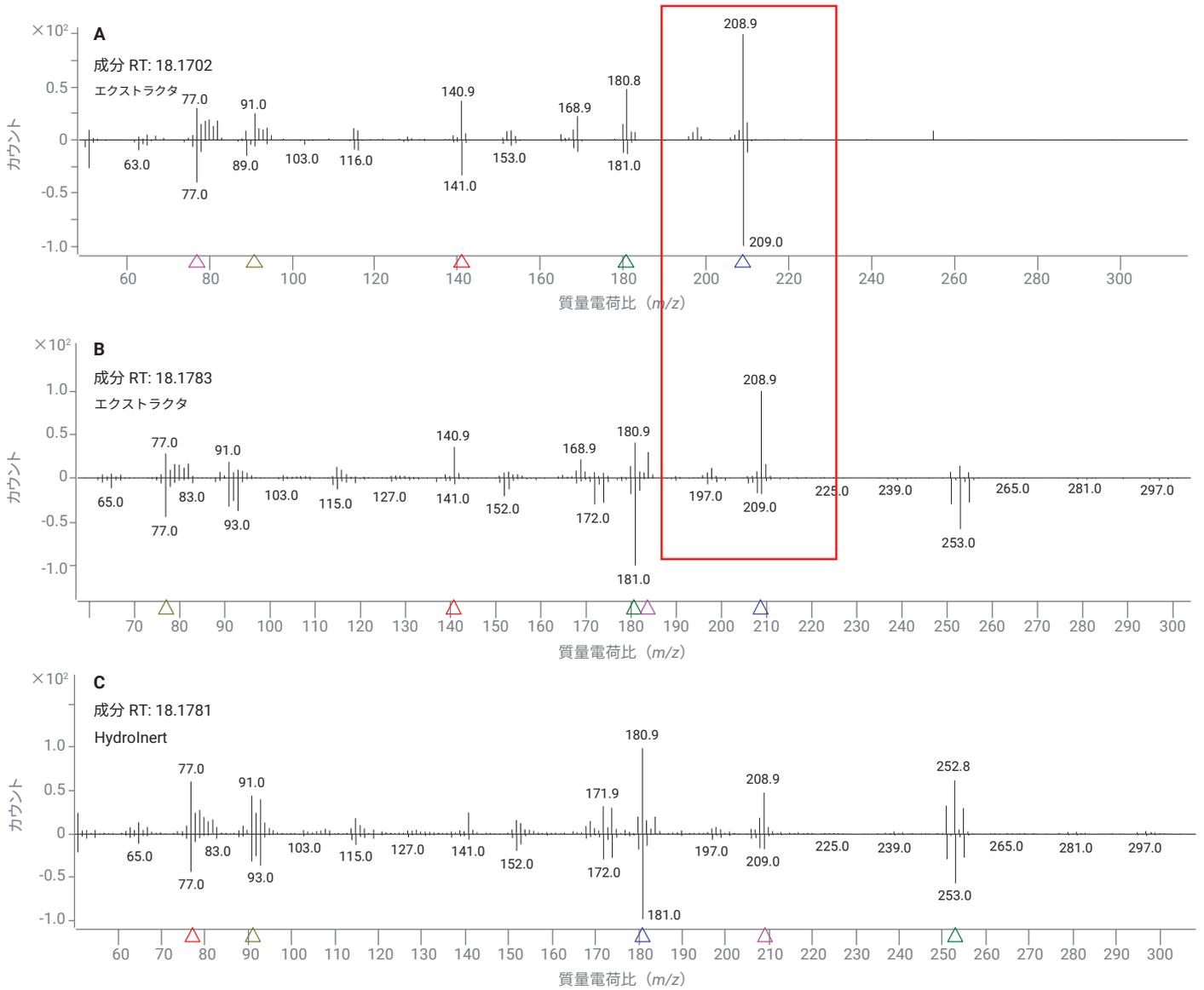


図 13. 水素キャリアガスで測定した場合のデルタメトリンのデコンボリューションしたマススペクトル (各図上部) と NIST17.L ライブラリマススペクトル (各図下部) 比較 (A) レンズ径 3 mm 付きエクストラクタイオン源 (B) レンズ径 3 mm 付きエクストラクタイオン源 (C) レンズ径 9 mm 付き Agilent HydroInert イオン源

## 揮発性有機化合物 (VOC)

VOC には、6 mm の Hydrolnert エクストラクタレンズが推奨されますが、9 mm の Hydrolnert エクストラクタレンズも選択肢となり得ます。水素キャリアガスとHydrolnertイオン源を用いる場合、Agilent 8697 ヘッドスペースサンブラ、8890 GC、および 5977C GC/MSD の組み合わせで、水中の多くの揮発性物質を迅速に同定し定量することができます。ヘッドスペース法は国や地域における規制で許可されている場合、パージ & トラップ法に代わるより

簡単な手法になる場合があります。図 14 のデータはスペクトルの確認を行うためにスキャンモードで測定したデータを示しています。特定の対象成分について高感度な分析が必要な場合には SIM モードを用いることもできます。4 種類のトリハロメタンが、予想される最もアバンダンスが高いイオンで同定されていることから Hydrolnert イオン源によって水素キャリアガスを使用した場合にイオン源における脱ハロゲン化を抑制されていることが確認できました。表 6 にはデコンボリューションしたスペクトルを NIST ライブラリと比較し、

一致率をまとめています。80 以上の一致率は、Hydrolnert イオン源を用いることで、水素キャリアガスを用いた場合でもイオン源におけるスペクトルの変化が抑制されていることを示しています。

表 6. 水素キャリアガスと Agilent Hydrolnert イオン源で分析したトリハロメタンの NIST ライブラリとのスペクトル一致率

	リテンションタイム (分)	NIST スペクトル一致率
トリクロロメタン	2.107	93
プロモジクロロメタン	2.792	86
ジブロモクロロメタン	3.526	88
トリブロモメタン	4.267	80

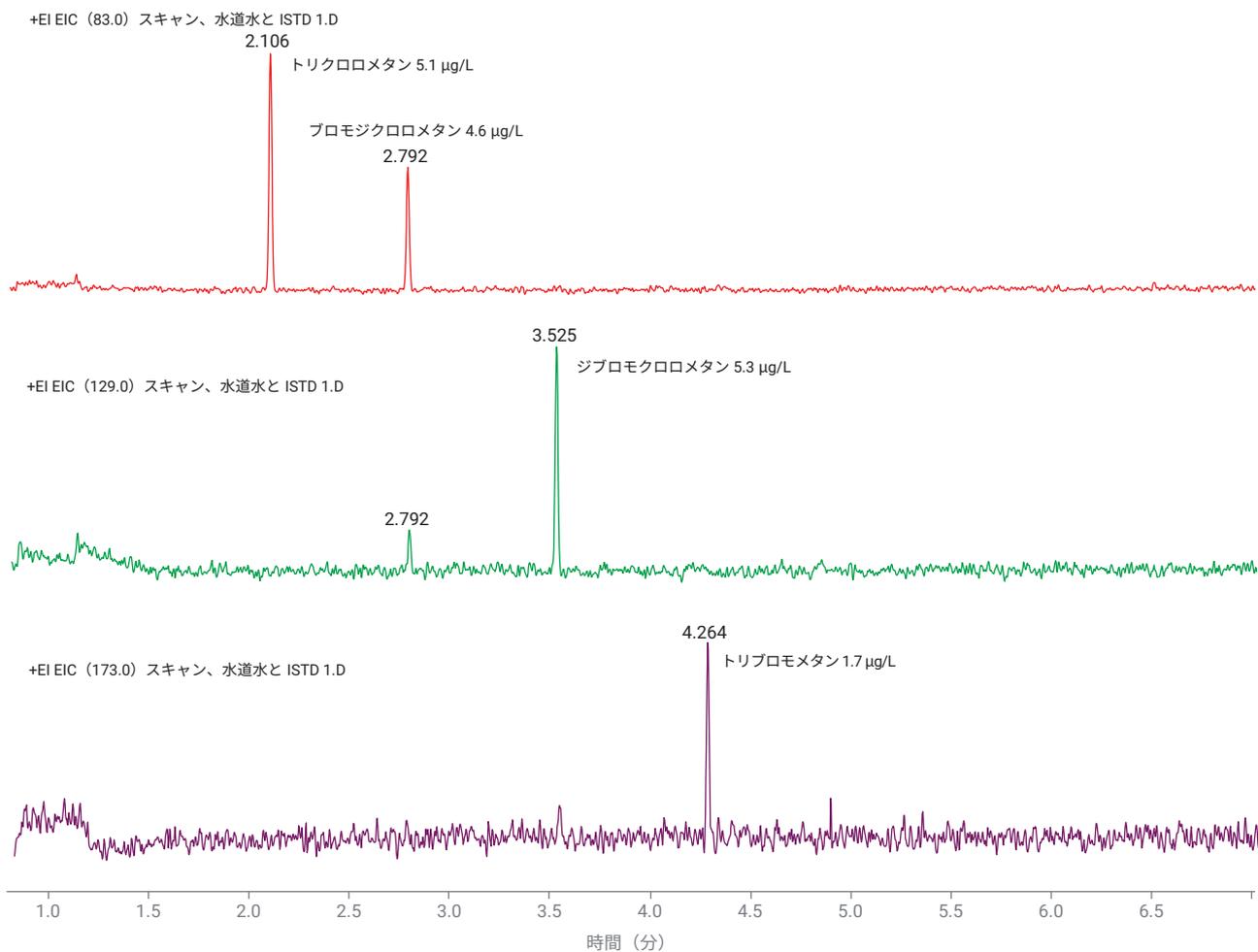


図 14. 水素キャリアガスと Agilent Hydrolnert イオン源を用いてヘッドスペース GC/MS システムを使用した場合の 4 種のトリハロメタン EIC ( $m/z$  83、129、173)

## Hydrolnert アップグレード キットとイオン源アセンブリ

図 15 は、Hydrolnert イオン源の分解図で、Hydrolnert 専用の部品が紫色で強調表示されています（図の左から右に見た場合、部品17、12、3、4、10、9）。アイテム番号 16 のイオン源ヒータブロックアセンブリはHydrolnert イオン源に特化しており水素キャリアガスに適合する部品であることを示すために、表面に「H<sub>2</sub>」と刻まれています。図中のその他のすべての部品はエクストラクタ（またはイナートプラス）イオン源の構成部品と同じです。表 7 に、図 15 の各番号で示されている部品を掲載しています。部品 11、13、14、15 はヒータブロックの前面に挿入されており、この図において個別には示していません。

既存の Agilent 5977A エクストラクタ GC/MSD および Agilent 5977B イナートプラス GC/MSD 対応 Hydrolnert イオン源アセンブリー式（部品番号 G7078-67930）および Hydrolnert GC/MSD アップグレードキット（部品番号 5505-0083）が利用可能です。イオン源アセンブリでは、質量分析器にすぐに設置できるようになっており、Hydrolnert GC/MSD アップグレードキットが必要とされる既存のイオン源部品を変更する必要はありません。表 8 に掲載されているすべての部品は、Hydrolnert GC/MSD アップグレードキットに含まれています。Hydrolnert イオン源は、Agilent 5975 シリーズ GC/MSD のような旧モデルの質量分析器と互換性がなく、ステンレスイオン源または不活性イオン源とも互換性がありません。

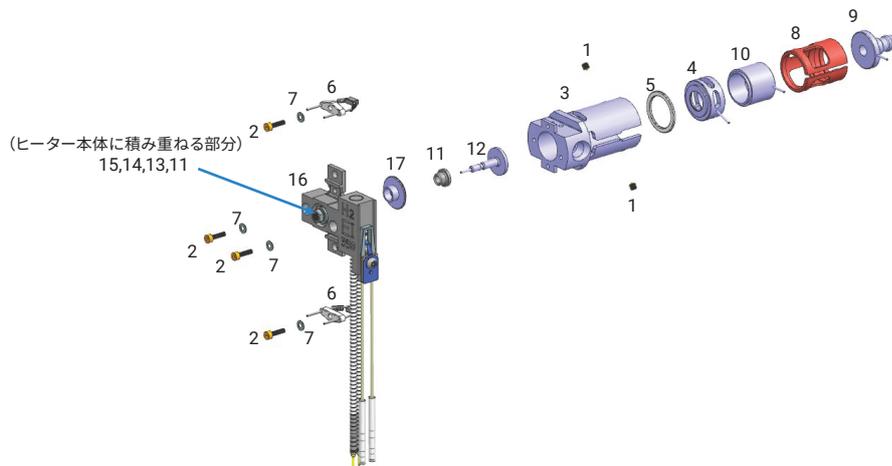


図 15. Agilent Hydrolnert イオン源アセンブリの分解部品。

表 7. Agilent イナートプラス GC/MS システムのAgilent Hydrolnert イオン源アセンブリの部品リスト

アイテム番号 (図 15)	部品名	部品番号
1	止めねじ	G3870-20446
2	ねじ	G3870-20021
3	エクストラクタイオン源本体*	G7078-20903
4	エクストラクタレンズ - 9 mm*	G7078-20909
5	エクストラクタレンズインシュレータ	G3870-20445
6	フィラメント	G7005-60061
7	スプリングワッシャ フラットワッシャ	3050-1301 3050-0982
8	レンズインシュレータ	G3870-20530
9	エントランスレンズ*	G7078-20904
10	イオンフォーカスレンズ*	G7078-20905
11	リペラインシュレータ	G1099-20133
12	リペラ*	G7078-20902
13	フラットワッシャ	3050-0891
14	スプリングワッシャ	3050-1301
15	リペラナット	0535-0071
16	水素 EI ヒーター / センサーアセンブリ*	G7078-60910
17	インサート*	G7078-20901

\* Hydrolnert 専用の部品。

既存の Agilent 7000C/D トリプル四重極 GC/MS/MS システム対応 HydroInert イオン源アセンブリー式 (部品番号 G7006-67930) および HydroInert トリプル四重極 GC/MS/MS アップグレードキット (部品番号 5505-0084) が利用可能です。表 9 に掲載されているすべての部品は、HydroInert トリプル四重極 GC/MS/MS アップグレードキットに含まれています。すでに 7000C または 7000D イナートプラストリプル四重極 GC/MS を所有している場合は、HydroInert トリプル四重極 GC/MS/MS アップグレードキットを購入することができます。このキットには、図 15 に示す HydroInert 質量分析器の部品が含まれています。ただし、エントランスレンズは、特にタンデム四重極システム用に設計された拡張型エントランスレンズです。

ラボ内に複数のイオン源を保管する場合、HydroInert の部品は他のイオン源とは別に保管し、水素ヒーター / センサーアセンブリとともに保管して、水素ガス対応 (HydroInert) のイオン源が MS システムに設置されていることが容易に識別できる必要があります。さらに、トリプル四重極の部品はエントランスレンズがシングル四重極用のレンズと異なるため取り違えないようにする必要があります。

**表 8.** Agilent 5977A エクストラクタ GC/MSD、Agilent 5977B イナートプラス GC/MSD または Agilent 5977C GC/MSD 対応 Agilent HydroInert GC/MSD アップグレードキット。図 15 に部品番号およびアイテム番号を示しています。

アイテム番号 (図 15)	部品名	部品番号
該当なし	HydroInert GC/MSD アップグレード	5505-0083
17	インサート *	G7078-20901
12	リペラ *	G7078-20902
3	エクストラクタイオン源本体 *	G7078-20903
9	エントランスレンズ *	G7078-20904
10	イオンフォーカスレンズ *	G7078-20905
4	エクストラクタレンズ - 9 mm *	G7078-20909
16	水素 EI ヒーター / センサーアセンブリ *	G7078-60910
該当なし	ワイヤー、エクストラクタレンズ	G7000-60827
11	リペラインシュレータ (×2)	G1099-20133

\* HydroInert 専用の部品。

**表 9.** Agilent 7000C/D/E トリプル四重極 GC/MS/MS 対応 Agilent HydroInert トリプル四重極 GC/MS/MS アップグレードキット。図 15 に部品番号とアイテム番号を示しています。

アイテム番号 (図 15)	部品名	部品番号
該当なし	HydroInert GC/MS/MS アップグレード	5505-0084
17	インサート *	G7078-20901
12	リペラ *	G7078-20902
3	エクストラクタイオン源本体 *	G7078-20903
9**	エントランスレンズ - 拡張型 ***	G7006-60926
10	イオンフォーカスレンズ *	G7078-20905
4	エクストラクタレンズ - 9 mm *	G7078-20909
16	水素 EI ヒーター / センサーアセンブリ *	G7078-60910
該当なし	ワイヤー、エクストラクタレンズ	G7000-60827
11	リペラインシュレータ (×2)	G1099-20133

\* HydroInert 専用の部品。

\*\*HydroInert MS/MS システムの拡張型エントランスレンズは、シングル四重極 MS システムのエントランスレンズよりも長く、部品番号が異なります。

## 結論

Agilent Hydrolnert イオン源と水素キャリアガスのシステムはヘリウムキャリアガスの代替として持続可能性をラボにもたらし、GC/MS および GC/MS/MS で水素キャリアガスを使用した分析のパフォーマンスを改善します。この新しいイオン源は、事前に組み立てられたアセンブリもしくは既存の GC/MS および GC/MS/MS システムに対応したアップグレードキット部品として入手可能です。パフォーマンスに関してHydrolnert イオン源はイオン源におけるスペクトルの変化を大幅に抑制しているため、ヘリウムで作成した既存の質量スペクトルライブラリを引き続き利用することができます。

## 参考文献

1. Agilent EI GC/MS Instrument Helium to Hydrogen Carrier Gas Conversion, Agilent Technologies user guide, publication number 5994-2312EN, **2020**.
2. Quimby, B. et al. In-Situ Conditioning in Mass Spectrometer Systems, US Patent 8,378,293, February 19, **2013**.
3. Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS); Method 8270D. United States Environmental Protection Agency, Revision 4, February **2007**.
4. Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS); Method 8270E. United States Environmental Protection Agency, Revision 4, June **2018**.
5. Churley, M.; Quimby, B.; Andrianova, A. 7000 シリーズトリプル四重極 GC/MS による MRM モードでの EPA 8270D/E 用高速メソッド, Agilent Technologies application note, publication number 5994-0691JAJ, **2019**.
6. Smith Henry, A. Agilent 焼結ガラスフリットライナを用いたガスクロマトグラフィー / 質量分析法による半揮発性有機化合物の分析, Agilent Technologies application note, publication number 5994-0953JAJ, **2019**.
7. Andrianova, A.; Quimby, B. Optimized PAH Analysis Using Triple Quadrupole GC/MS with Hydrogen Carrier, Agilent Technologies application note, publication number 5994-2192EN, **2020**.

ホームページ

[www.agilent.com/chem/jp](http://www.agilent.com/chem/jp)

カスタムコンタクトセンター

**0120-477-111**

[email\\_japan@agilent.com](mailto:email_japan@agilent.com)

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

DE97431848

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2022

Printed in Japan, June 21, 2022

5994-4889JAJ