

これがPCB測定の極意！
ガスクロマトグラフ分析①
PCBおよびダイオキシン簡易分析法
高速化、自動化、省力化のノウハウ

アジレント・テクノロジー
アプリケーションセンター
中村 貞夫

内容

1. 環境省
絶縁油中の微量PCBに関する簡易測定法マニュアル
(第2版)のトピックス
2. 第2版 追加測定法の紹介(一部)
3. 最新技術を用いた負イオン化学イオン化(negative ion
chemical ionization, NICI)法の紹介
4. GC/MS/MSによるダイオキシン簡易分析法の紹介

絶縁油中の微量PCB測定法

(1) 精密分析法・・・高コスト、長時間

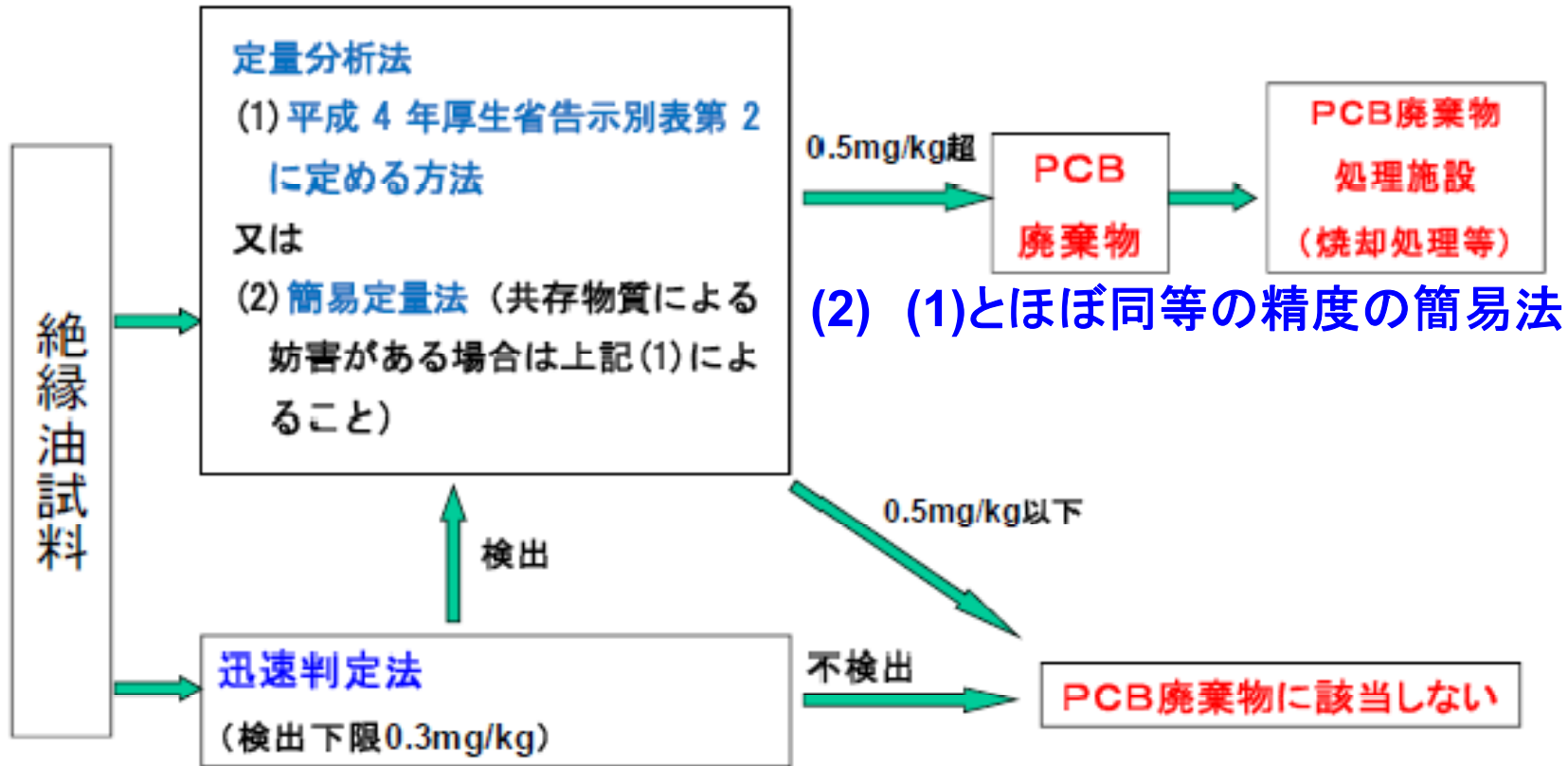


図 1.3.1 廃電気機器等に封入された絶縁油中の微量 PCB 測定法活用の考え方

迅速判定法： 下限値以下を迅速に判定

出典：絶縁油中の微量PCBに関する簡易測定法マニュアル(第1版)
(環境省廃棄物・リサイクル対策部産業廃棄物課)

迅速判定法の活用

- ・分析対象となる機器等の数が多い
微量PCB汚染は、約120万台
微量PCB混入の可能性は、約650万台
- ・迅速判定法による短時間での選別
不検出→PCB廃棄物に該当せず
検出→簡易定量法でPCB廃棄物(0.5mg/kg超)に該当するか否かを判定
- ・大幅な工数、費用の削減

簡易定量法

1. ガスクロマトグラフ/電子捕獲型検出器 (GC/ECD)
2. ガスクロマトグラフ/高分解能質量分析計 (GC/HRMS)
3. トリプルステージ型ガスクロマトグラフ質量分析計 (GC/MS/MS)
4. ガスクロマトグラフ/四重極型質量分析計 (GC/QMS)
5. 負イオン化学イオン化質量分析計 (GC/NICI-MS)
6. PCB の一部の化合物濃度から全PCB 濃度を計算する簡易定量法
7. 生物学的方法

環境省サイト:

http://www.env.go.jp/press/file_view.php?serial=15923&hou_id=12664

迅速判定法

1. ガスクロマトグラフ/電子捕獲型検出器 (GC/ECD)
2. ガスクロマトグラフ/負イオン化学イオン化質量分析計 (GC/NICI-MS)
3. 生物学的方法

環境省サイト:

http://www.env.go.jp/press/file_view.php?serial=15923&hou_id=12664

検出器の選択性およびクリーンアップ

1. 検出器選択性

HRMS > ECD > LRMS

2. クリーンアップ

LRMS > ECD > HRMS

の順に多段の組み合わせが必要。

測定機器に応じたクリーンアップの選択が重要。

PCBと油成分の性状が類似

- ・DMSO/ヘキサン分配(PCBはDMSO側へ移行)
- ・濃硫酸処理(油成分を分解)
- ・シリカゲルカラムクロマトグラフ(僅かに油成分の炭化水素類が早く溶出)
- ・GPC
- ・固相への吸着剤

簡易定量法の前処理

1. GC/ECD

- ・高濃度硫酸処理/シリカゲルカラム分画→ 油種により測定フローが3つ
- ・加熱多層シリカゲルカラム/アルミナカラム→ 測定フローは1つ
- ・硫酸処理/ジビニルベンゼン-メタクリレートポリマーカラム分画→ 測定フローは1つ
- ・ゲルパーミエーションクロマトグラフ/多層シリカゲルカラム→トランス油(JIS1種及び7種)限定

2. GC/HRMS

- ・溶媒希釈→硫酸シリカゲルカラムの追加精製が必要な場合あり

3. GC/MS/MS

- ・加熱多層シリカゲルカラム/アルミナカラム

4. GC/QMS

- ・加熱多層シリカゲルカラム/アルミナカラム

5. GC/NICI-MS

- ・スルホキシドカートリッジ

6. 生物学的方法

- ・加熱多層シリカゲルカラム/アルミナカラム

迅速判定法の前処理

1. GC/ECD

- ・SO₃添加濃硫酸多層シリカゲル処理
→代表的な14ピークから全PCB濃度を算出

2. GC/NICI-MS

- ・ヘキサン希釈

3. 生物学的方法

- ・高濃度硫酸シリカゲルカラム→油種により測定フローが3つ
- ・硫酸処理/DMSO抽出/硝酸銀カラム精製→油種により測定フローが2つ
- ・加熱多層シリカゲルカラム/アルミナカラム

内容

1. 環境省
絶縁油中の微量PCBに関する簡易測定法マニュアル
(第2版)のトピックス
2. 第2版 追加測定法の紹介(一部)
3. 最新技術を用いた負イオン化学イオン化(negative ion
chemical ionization, NICI)法の紹介
4. GC/MS/MSによるダイオキシン簡易分析法の紹介

第2版 追加測定法の紹介(一部)

1. 迅速判定法

1-1 GC/NICI-MS(ヘキサン希釈)

2. 簡易定量法

2-1 GC/NICI-MS(スルホキシドカートリッジ)

2-2 GC/ECD(硫酸処理/ジビニルベンゼン-メタクリレートポリマーカラム分画)

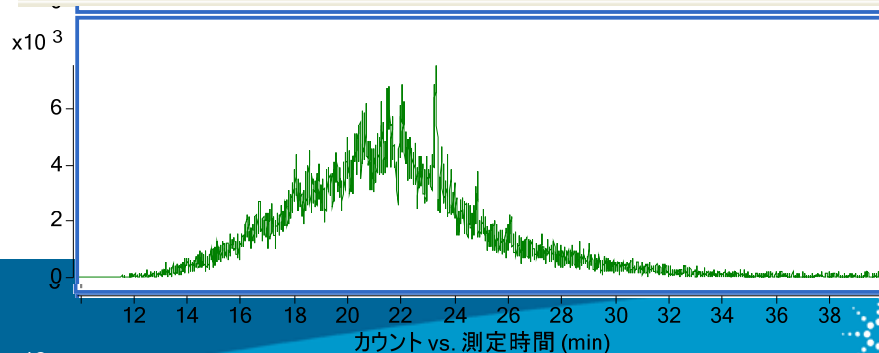
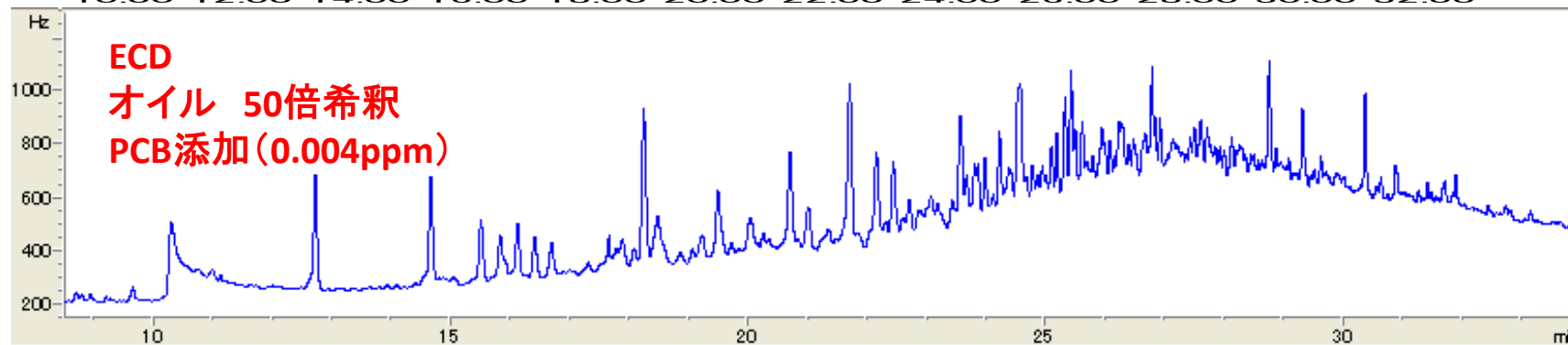
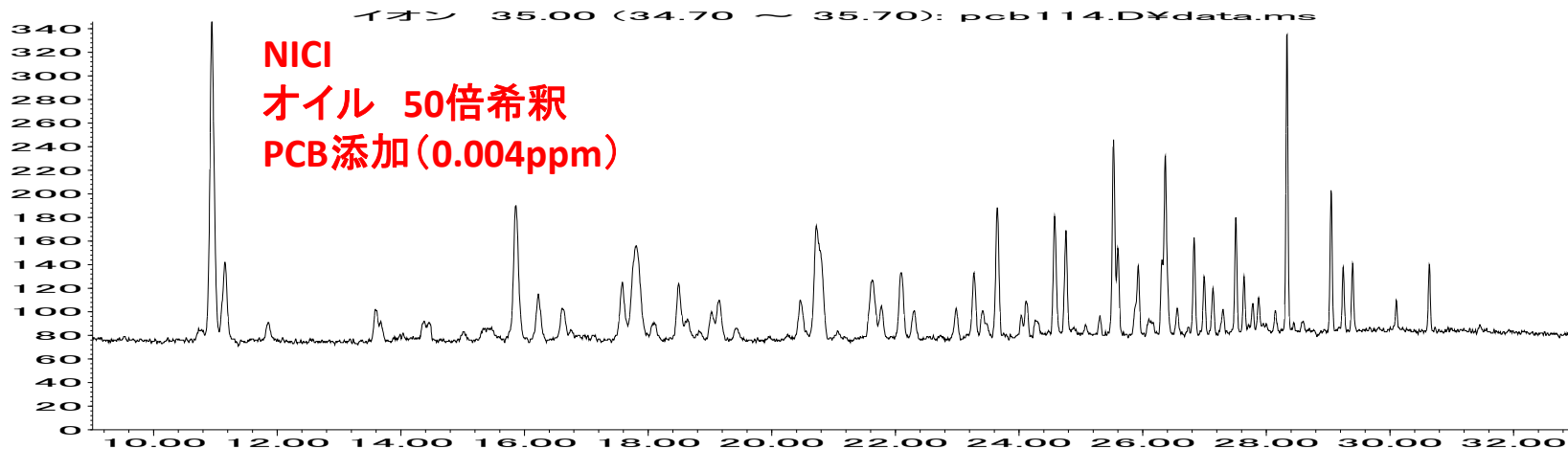
環境省サイト:

http://www.env.go.jp/press/file_view.php?serial=15923&hou_id=12664

選択性 NICI vs. ECD, MS/MS (EI)

トランスオイル中PCB

前処理:ヘキサン希釈のみ



Agilent Technologies

JAIMA2010 新技術説明会

GC/NICI-MS (迅速判定法)

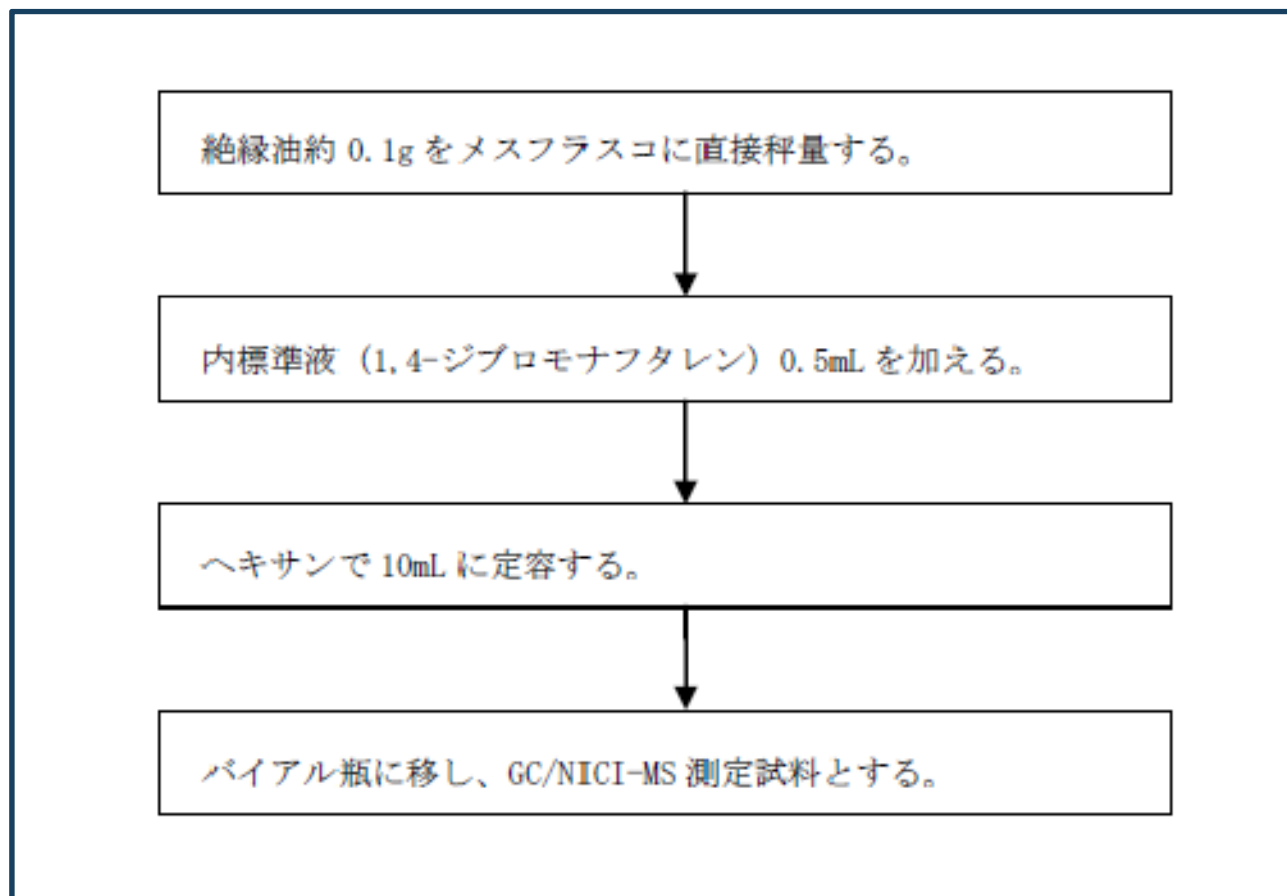
1. クリーンアップ
ヘキサンによる100倍希釈
2. 内標準物質
1,4-ジブロモナフタレン
3. 標準物質
カネクロール等量混合
4. PCB標準溶液
PCBを含まない未使用の電気絶縁油1%を含む
5. 検出感度
 - ・KC混合標準溶液0.003mg/L ピーク番号60番 S/N 3以上
81本のピークを確認できる
 - ・絶縁油中PCB濃度0.5mg/kg 5回以上測定 10 σ 0.3mg/kg以下

GC/NICI-MS (迅速判定法)

6. 定量法

検量線 0.3, 0.5, 1.0, 5.0, 10, 50mg/kg (一例)
81ピークのCB%を用いる

GC/NICI-MS法のフロー図



出典: 絶縁油中の微量PCBに関する簡易測定法マニュアル(第2版)
(環境省廃棄物・リサイクル対策部産業廃棄物課)

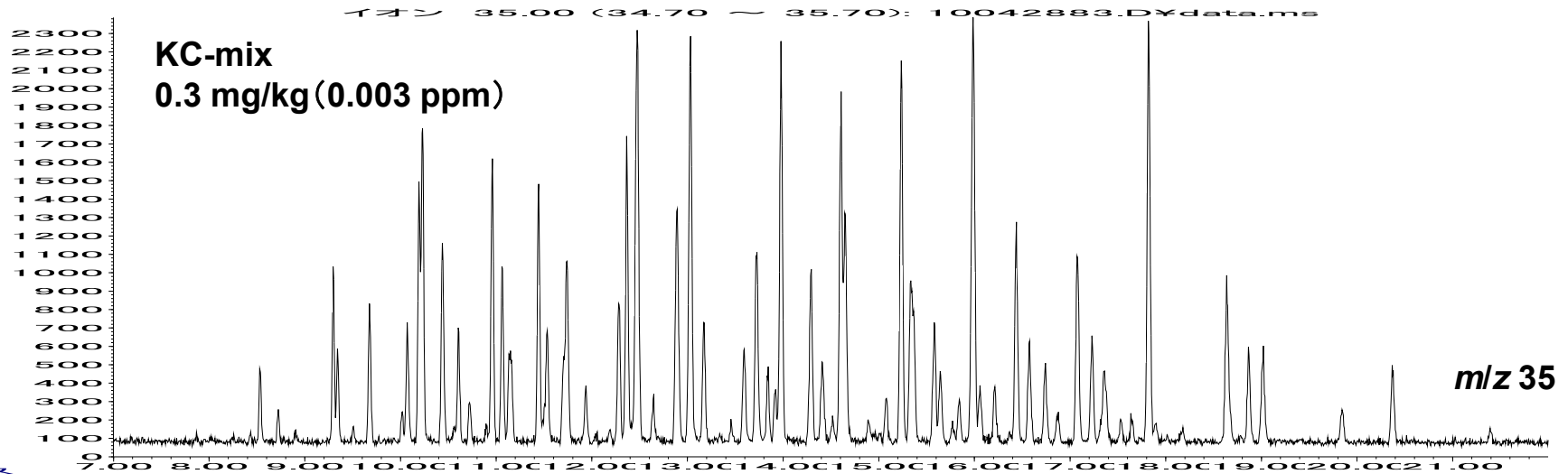
GC/NICI-MS(迅速判定法) 例

カラム	: HP-5MS 30m, 0.25mm, 0.25 μ m
注入量	: 1~3 μ l
注入法	: パルスドスプリットレス(25psi, 2min)
注入口温度	: 300 $^{\circ}$ C
オーブン	: 70 $^{\circ}$ C(2min)-30 $^{\circ}$ C/min-185 $^{\circ}$ C(0min)-6 $^{\circ}$ C/min-300 $^{\circ}$ C(0min)
カラム流量	: 1.0ml/min(定流量モード)
インターフェイス温度	: 280 $^{\circ}$ C
溶媒待ち時間	: 5min
イオン源温度	: 250 $^{\circ}$ C
イオン化モード	: NICI(試薬ガス:メタン)
SIMイオン	: <i>m/z</i> 35(塩素), 81(臭素)

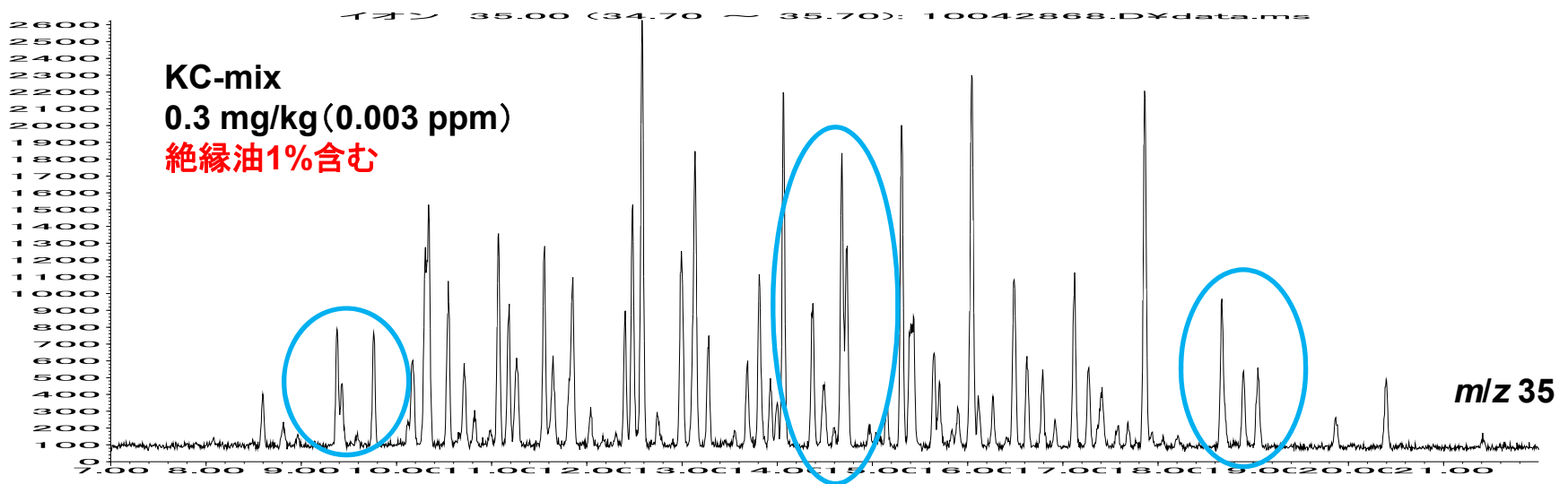
GC/NICI-MS

標準溶液 (KC-mix 0.003ppm)

ス



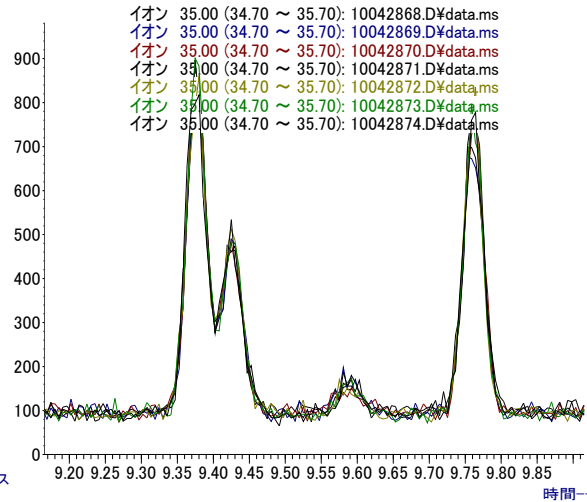
ス



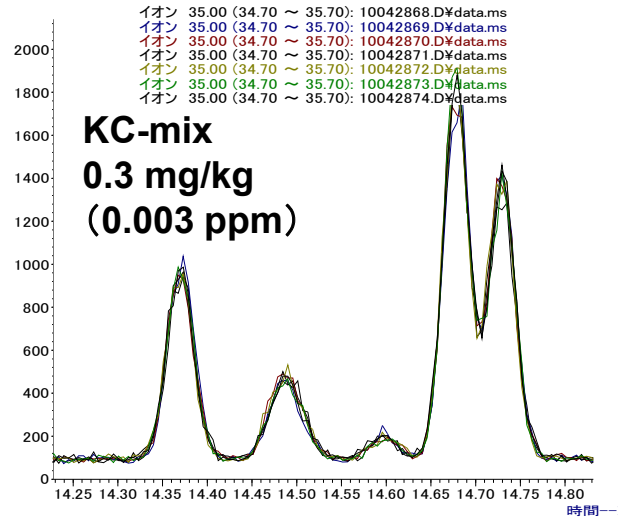
GC/NICI-MS 繰り返し再現性 (n=7)

標準溶液 絶縁油1%含む (KC-mix 0.3mg/kg)

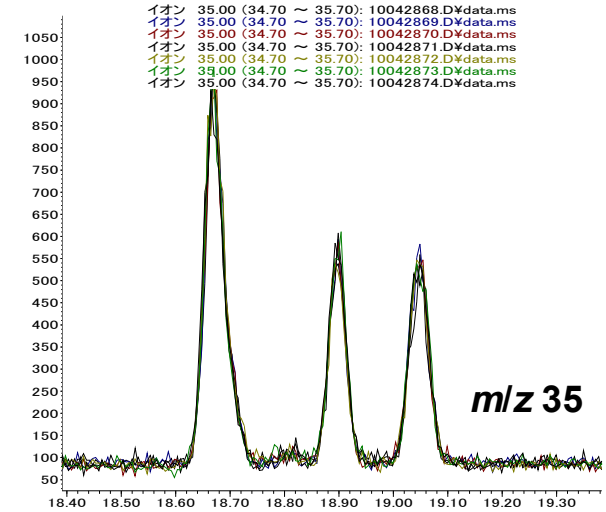
アバダンス



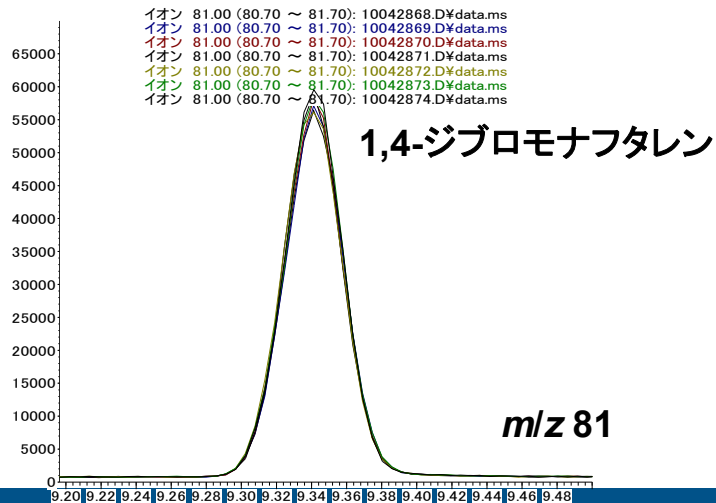
アバダンス



アバダンス



アバダンス
時間-->

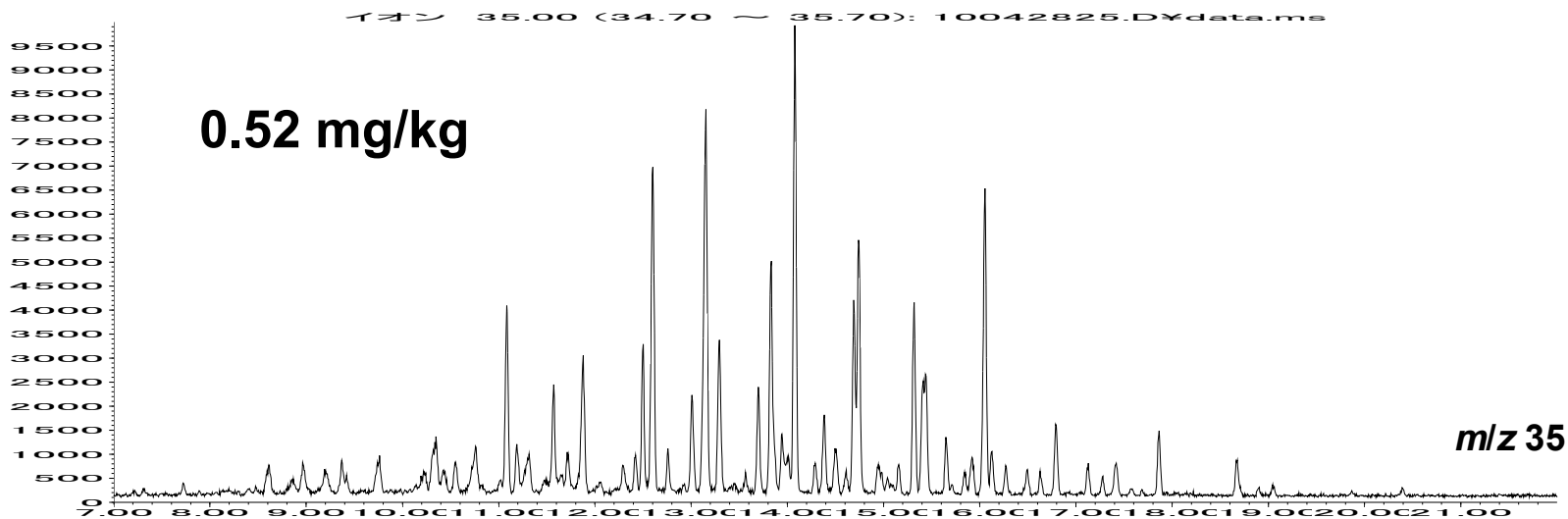


PCB濃度 【mg/kg】	平均	標準偏差 σ	RSD 【%】	検出下限 3σ	定量下限 10σ
0.343	0.331	0.007350	2.2	0.02	0.07
0.325					
0.332					
0.326					
0.337					
0.323					
0.334					

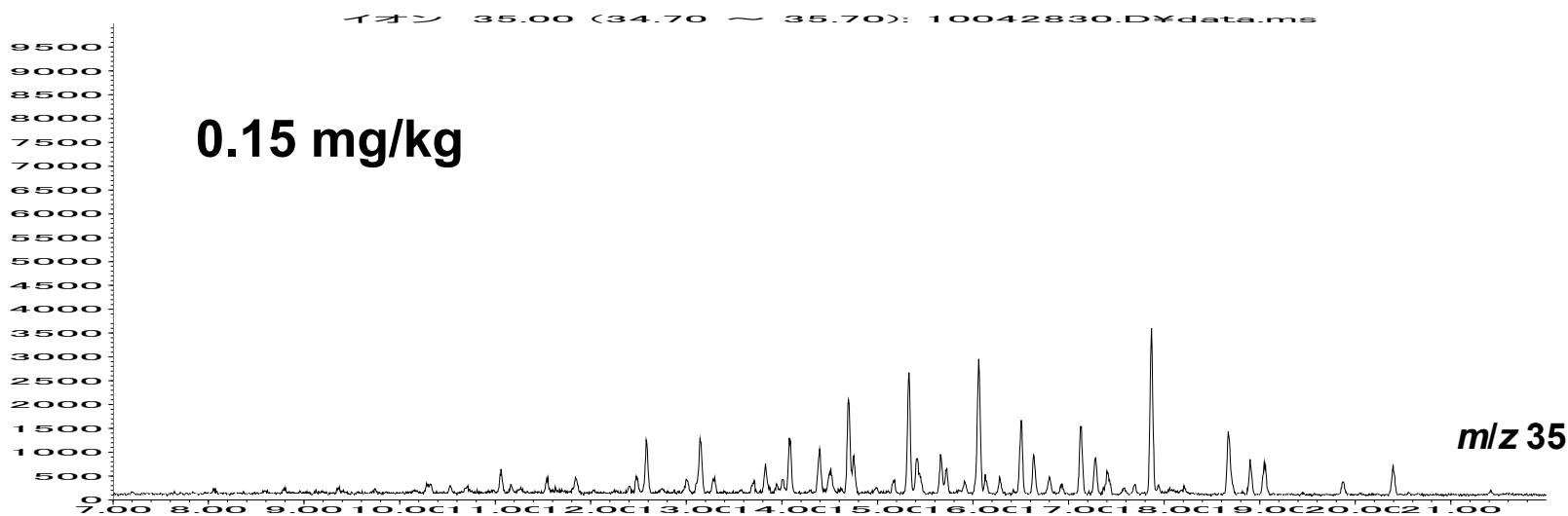
時間-->

GC/NICI-MS サンプル測定例

アバダンス



アバダンス



時間-->

GC/NICI-MS(簡易定量法)

1. クリーンアップ
硫酸処理(1%発煙硫酸含有)
スルホキシドカラムカートリッジ
ヘキサンによる100倍希釈
2. クリーンアップスパイク標準物質
2,3,5-トリクロロビフェニル(IUPAC No.23)
2,4,6-トリクロロビフェニル(IUPAC No.30)
2,3,3',4-テトラクロロビフェニル(IUPAC No.55)
2,2',3,3',4,4',5,6,6'-ノナクロロビフェニル(IUPAC No.207)

GC/NICI-MS(簡易定量法)

3. シリンジスパイク標準物質
 - 2-モノブロモビフェニル
 - 2,4-ジブロモビフェニル
 - 2,4,6-トリブロモビフェニル
 - 3,3',5,5'-テトラブロモビフェニル
 - 2,2',4,4',6,6'-ヘキサブロモビフェニル
4. 標準物質
 - カネクロール等量混合
5. 検出感度
 - 絶縁油中総PCB濃度0.15mg/kg以下
6. 定量法
 - 検量線 0.5, 1.0, 5.0, 10mg/kg(一例)
 - CB%を用いる

GC/NICI-MS(簡易定量法)

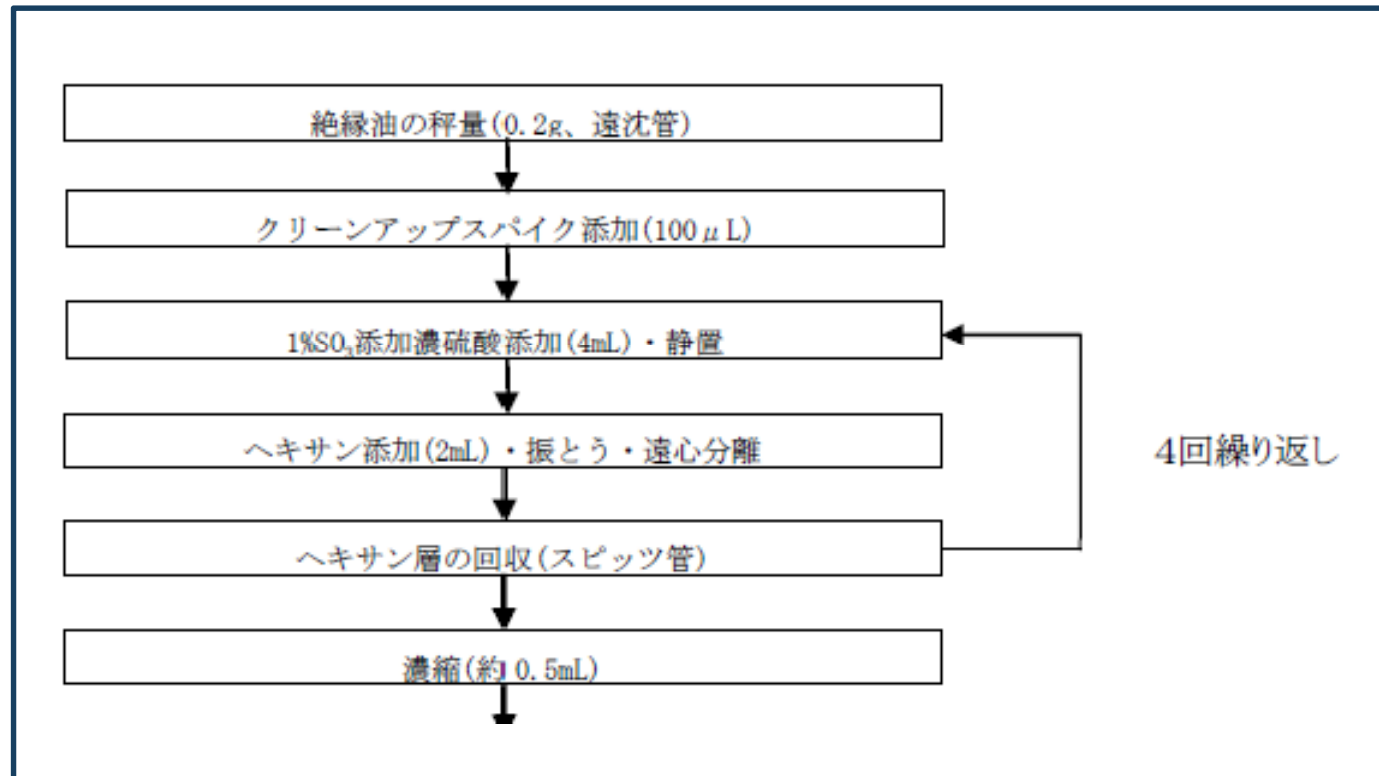
硫酸処理の省略

以下の現象がない場合

- ・1臭素化ビフェニルのピーク形状の変化
(高さ比1/3以下のブロード化)
- ・2臭素化ビフェニルのピーク形状の変化
(高さ比1/5以下のブロード化)
- ・ m/z 35のクロマトグラムの異常
(ベースラインの上昇、ピーク分離の変化、ピークのブロード化)
- ・特定の時間帯でのピーク感度低下

GC/NICI-MS(簡易定量法)

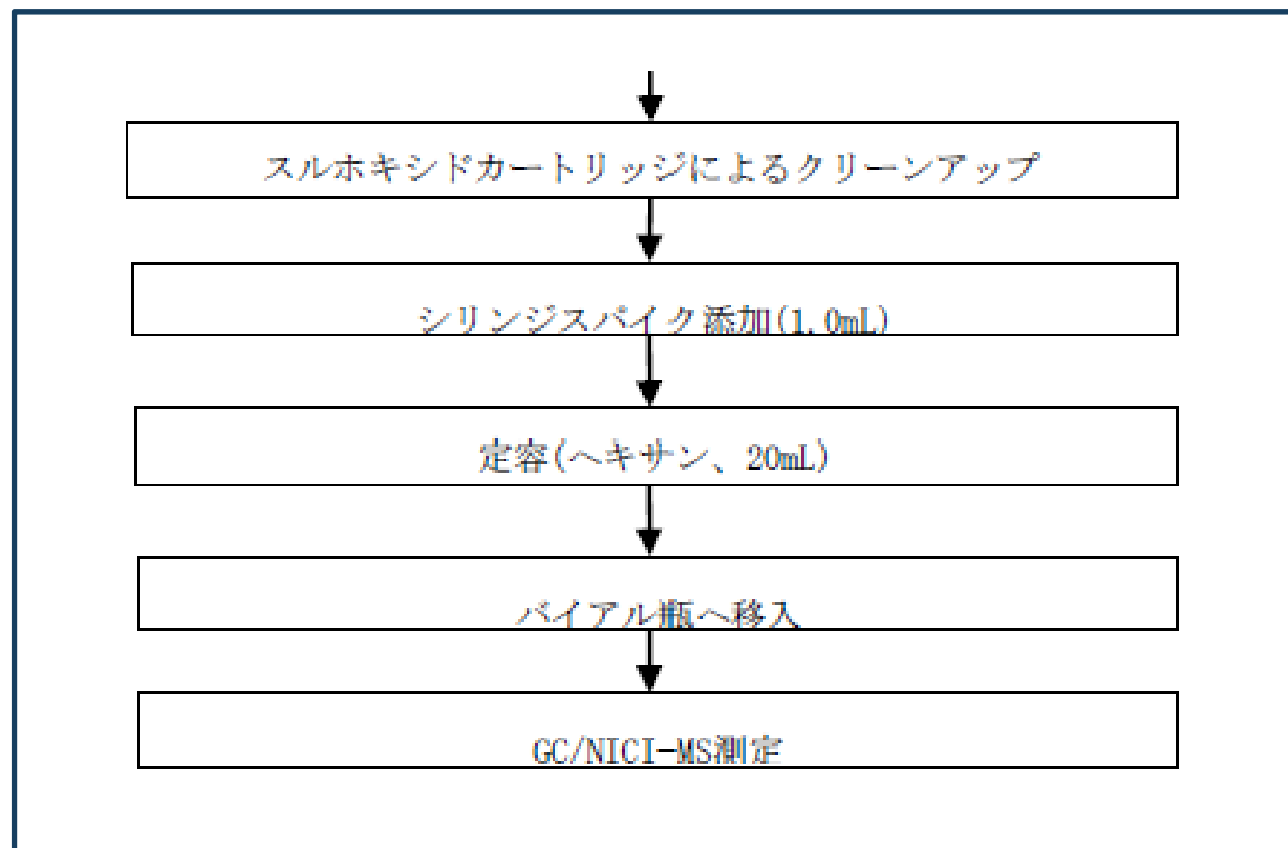
前処理フロー 1



出典: 絶縁油中の微量PCBに関する簡易測定法マニュアル(第2版)
(環境省廃棄物・リサイクル対策部産業廃棄物課)

GC/NICI-MS(簡易定量法)

前処理フロー 2



出典: 絶縁油中の微量PCBに関する簡易測定法マニュアル(第2版)
(環境省廃棄物・リサイクル対策部産業廃棄物課)

GC/NICI-MS(簡易定量法) 例

カラム	: HP-5MS 30m, 0.25mm, 0.25 μ m
注入量	: 1~3 μ l
注入法	: パルスドスプリットレス(25psi, 2min)
注入口温度	: 300 $^{\circ}$ C
オーブン	: 70 $^{\circ}$ C(1.5min)-30 $^{\circ}$ C/min-185 $^{\circ}$ C(0min)-6 $^{\circ}$ C/min-300 $^{\circ}$ C(0min)
カラム流量	: 1.0ml/min(定流量モード)
インターフェイス温度	: 280 $^{\circ}$ C
溶媒待ち時間	: 5min
イオン源温度	: 250 $^{\circ}$ C
イオン化モード	: NICI(試薬ガス:メタン)
SIMイオン	: <i>m/z</i> 35(塩素), 81(臭素)

硫酸処理/ジビニルベンゼン-メタクリレートポリマーカラム分画 /GC/ECD(簡易定量法)

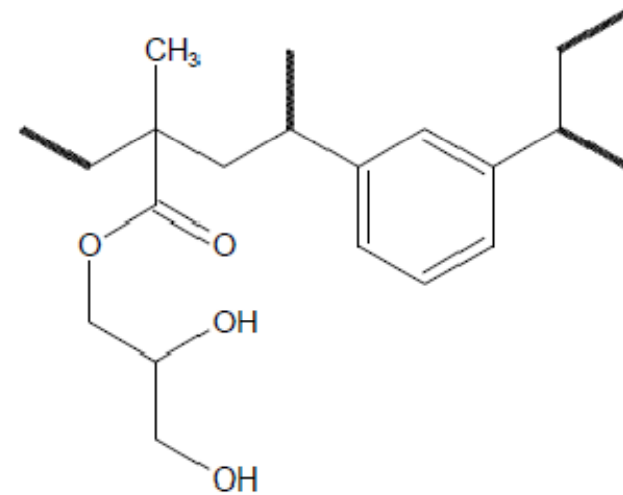
1. クリーンアップ
硫酸処理2回
固相抽出(ジビニルベンゼン/メタクリレートポリマー 3g)
硫酸処理1回
硫酸処理の追加が必要な場合あり
ヘキサンで10倍希釈
2. クリーンアップスパイク標準物質
2,3,3',4,4',5,5'-H7CB (IUPAC No.189)

硫酸処理/ジビニルベンゼン-メタクリレートポリマーカラム分画 /GC/ECD(簡易定量法)

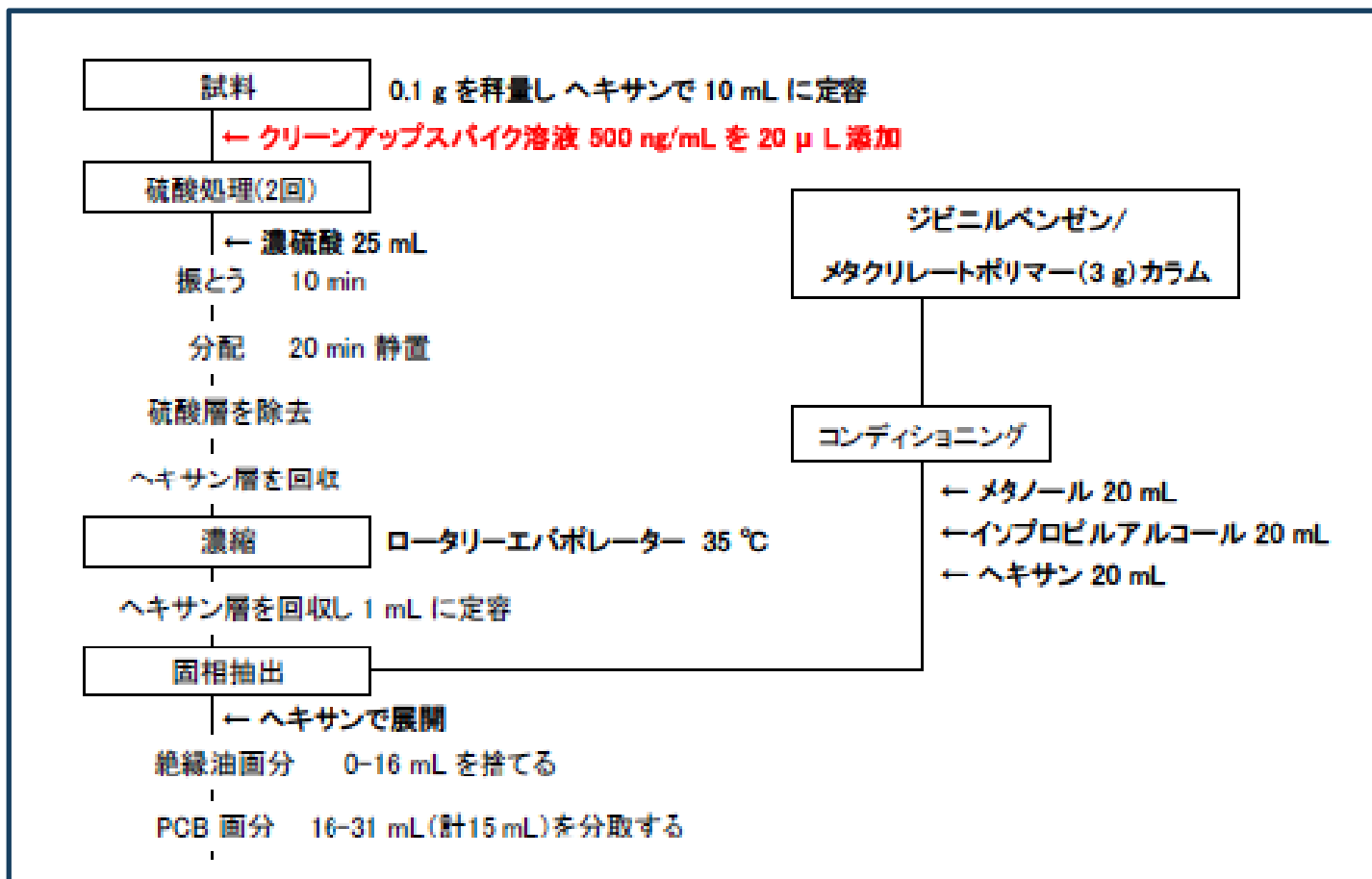
3. シリンジスパイク標準物質
D10CB(IUPAC No.209)
4. 標準物質
カネクロール等量混合
5. 検出感度
PCB標準溶液5ng/mLが検出できる
ピーク番号43のピーク S/N 3以上
(総PCB濃度 80%の境目)
6. 定量法
CB%を用いる

硫酸処理/ジビニルベンゼン-メタクリレートポリマーカラム分画 /GC/ECD(簡易定量法)

- ・ジビニルベンゼン/メタクリレート共重合体
(メタクリレートにジオール基を導入)
- ・3gをガラス製オープンカラムに湿式充填
- ・低廉な前処理
- ・0-16ml画分:絶縁油
16-31ml画分:PCB

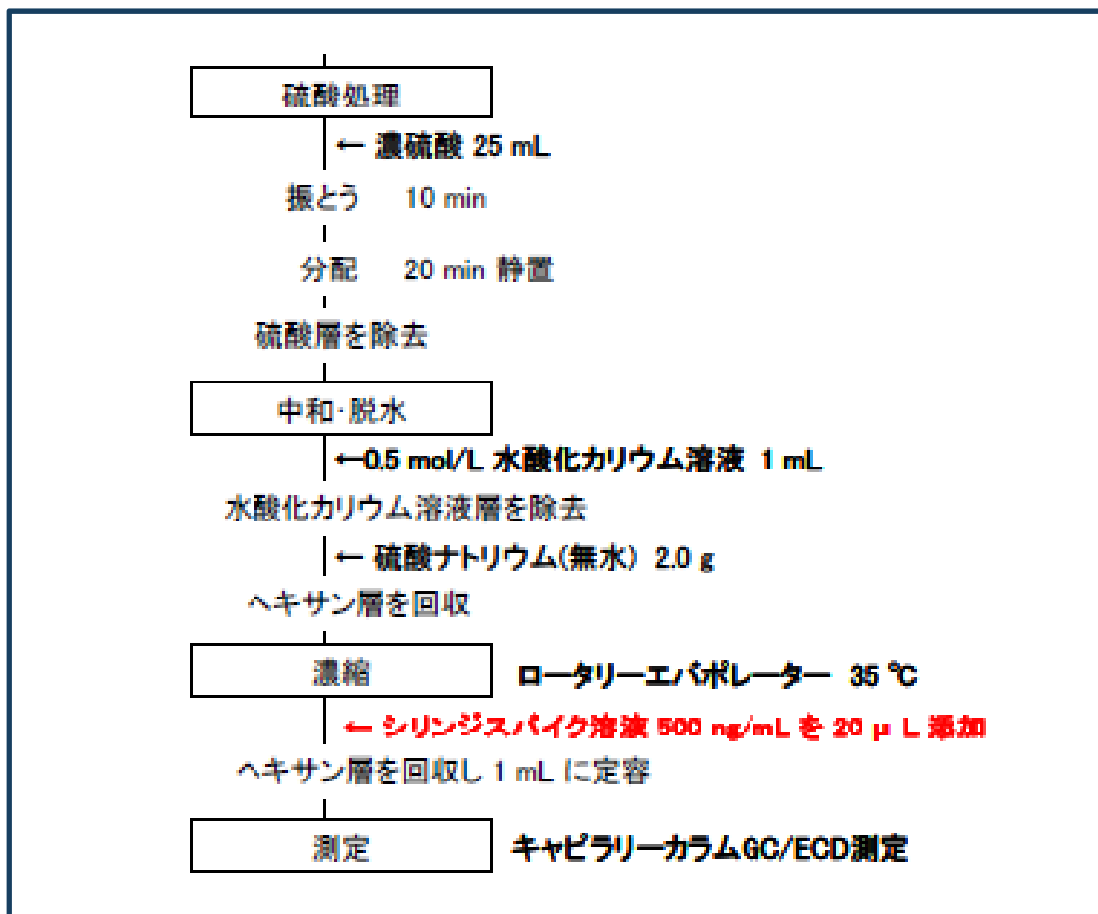


硫酸処理/ジビニルベンゼン-メタクリレートポリマーカラム分画 /GC/ECD(簡易定量法) 前処理フロー 1



出典: 絶縁油中の微量PCBに関する簡易測定法マニュアル(第2版)
(環境省廃棄物・リサイクル対策部産業廃棄物課)

硫酸処理/ジビニルベンゼン-メタクリレートポリマーカラム分画 /GC/ECD(簡易定量法) 前処理フロー 2



出典: 絶縁油中の微量PCBに関する簡易測定法マニュアル(第2版)
(環境省廃棄物・リサイクル対策部産業廃棄物課)

内容

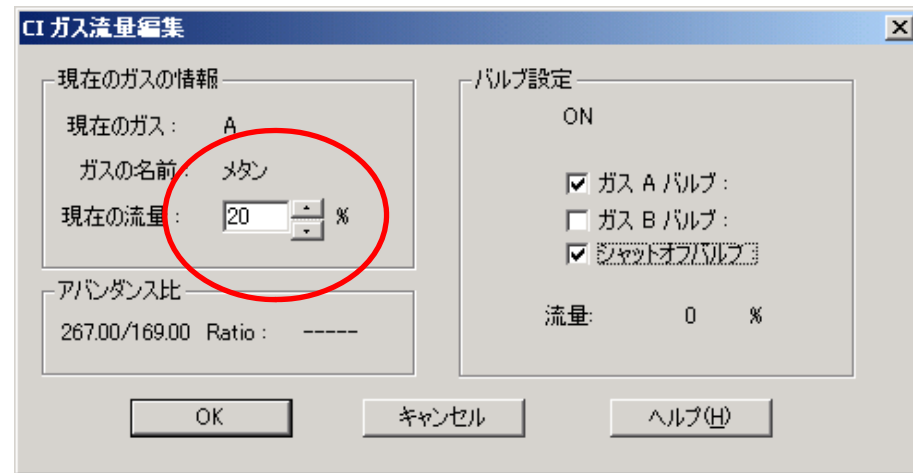
1. 環境省
絶縁油中の微量PCBに関する簡易測定法マニュアル
(第2版)のトピックス
2. 第2版 追加測定法の紹介(一部)
3. 最新技術を用いた負イオン化学イオン化(negative ion
chemical ionization, NICI)法の紹介
4. GC/MS/MSによるダイオキシン簡易分析法の紹介

Agilent 負イオン化学イオン化 (NICI) の特長

* **AutoCI機能** (2種類の試薬ガス接続口/ガス流量制御システム)

- ・化学イオン化(CI)の複雑なセットアップ、試薬ガスの調節、イオンソースのチューニングを **自動化** → **省力化**
- ・試薬ガス流量などすべてのパラメーターを保存可能
→ 測定条件の再現が可能

試薬ガス流量



Agilent 負イオン化学イオン化 (NICI) の特長

* EI-CI

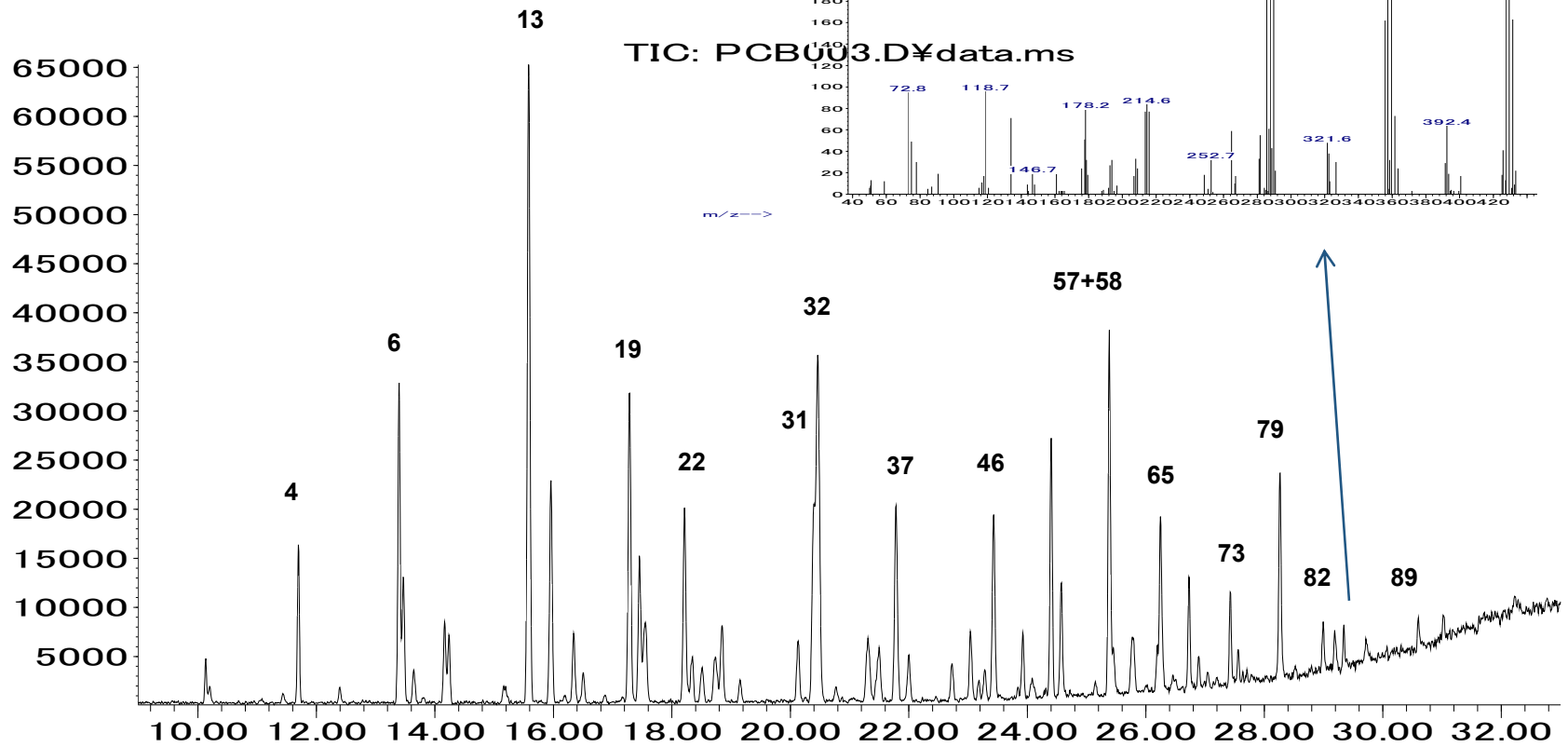
- ・CIイオン源によるEI測定が可能
 - エアリークのチェックに利用可能
 - 省力化**



簡易測定法マニュアル(第2版)
p.116, 181
装置の調整
EIでの水と空気のチェック

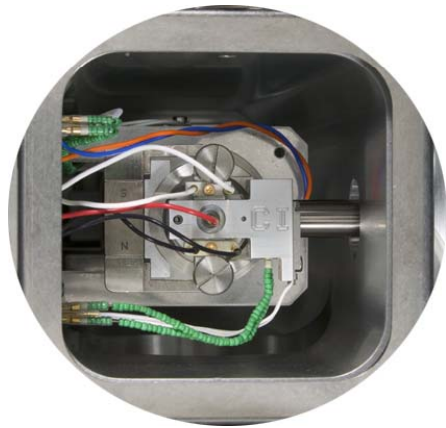
CIイオン源によるEI測定 PCB標準溶液 8ppm

アバダンス

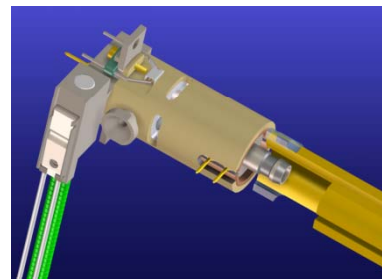


時間-->

Agilent 負イオン化学イオン化 (NICI) の特長



イオン源タイプの判別が容易
イオン源を350°Cに上げ、クリーニング、
メンテナンス頻度を低減



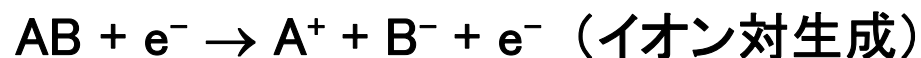
レンズ系の後端は、四重極の中に挿入
端電場による影響が抑えられる
余分なプリロッドが不要

クォーツ製
熱による伸縮が小さく、
200°Cまで四重極の加熱が可能

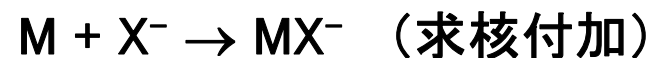
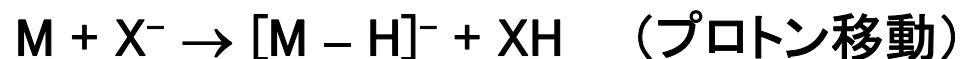


NICI

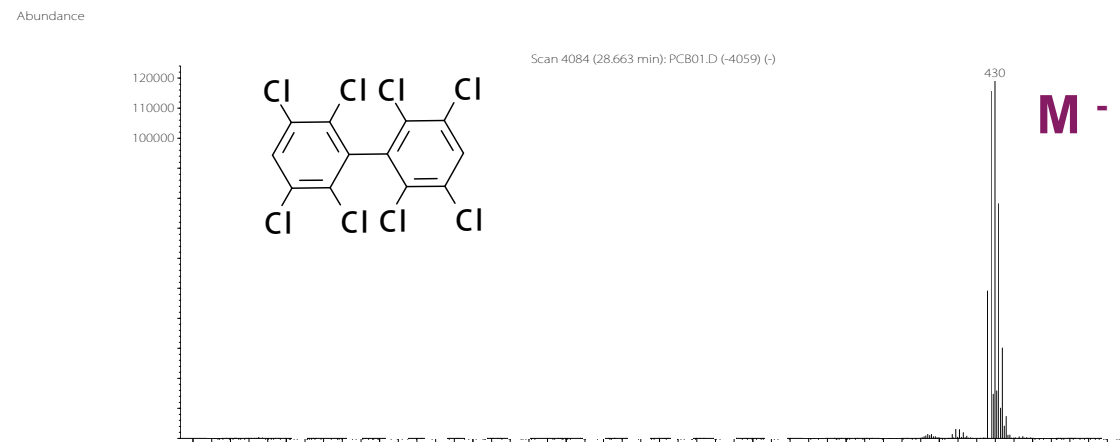
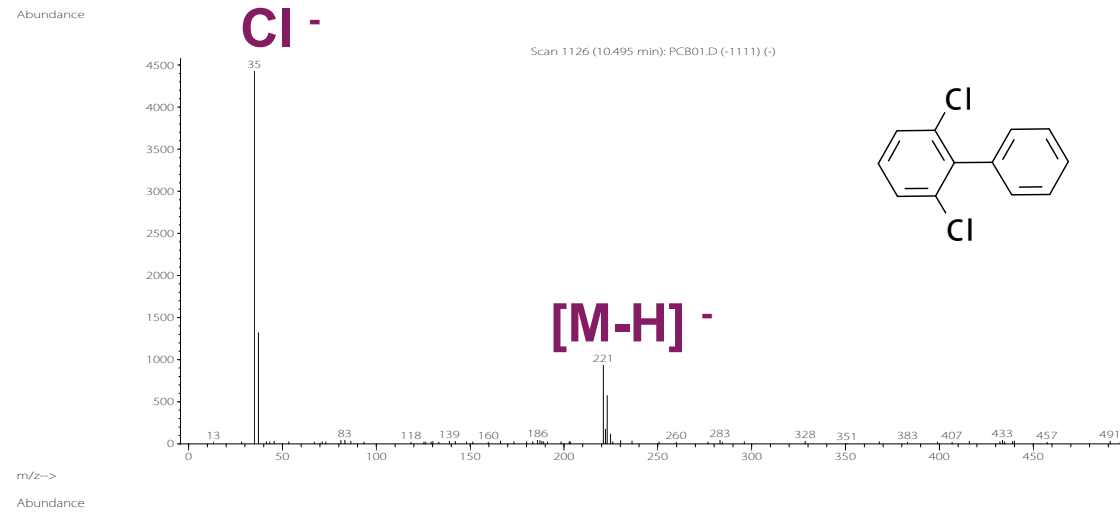
1. 電子捕獲



2. イオン-分子反応



PCBのNICIマススペクトル



NICI パラメータの最適化

- ・絶縁油中PCB測定では、解離共鳴捕獲反応から生じる m/z 35、Cl⁻ をモニター
- ・エミッション電流、イオン源温度、メタン流量(圧力)の最適化が重要

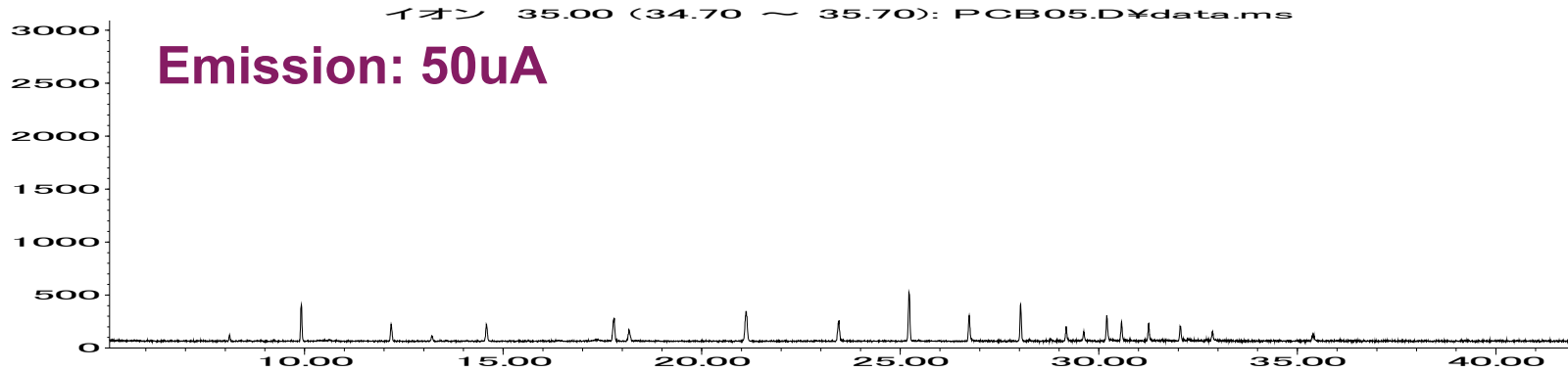
参考文献

[1] 待井泰人, 熊崎脩, 水野賢二, 永野貢, 早坂孝雄, 長谷良悦, 近藤博信, 出口武志, 環境化学, 13, 959 (2003)

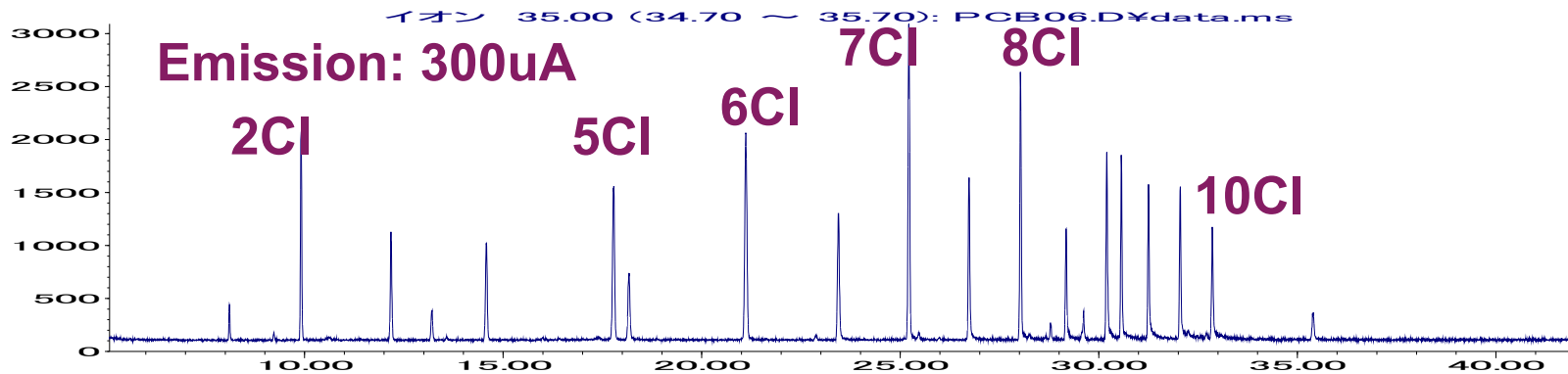
NICI エミッション電流の影響

PCB window definers 100 pg each, m/z 35

アバダンス



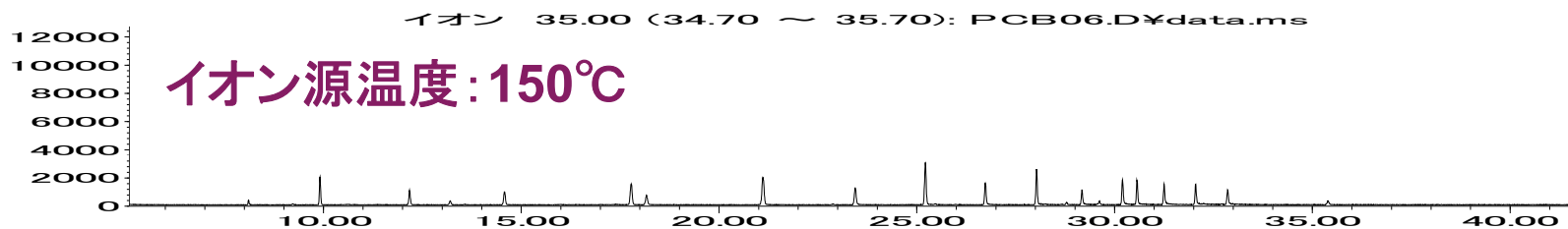
時間-->
アバダンス



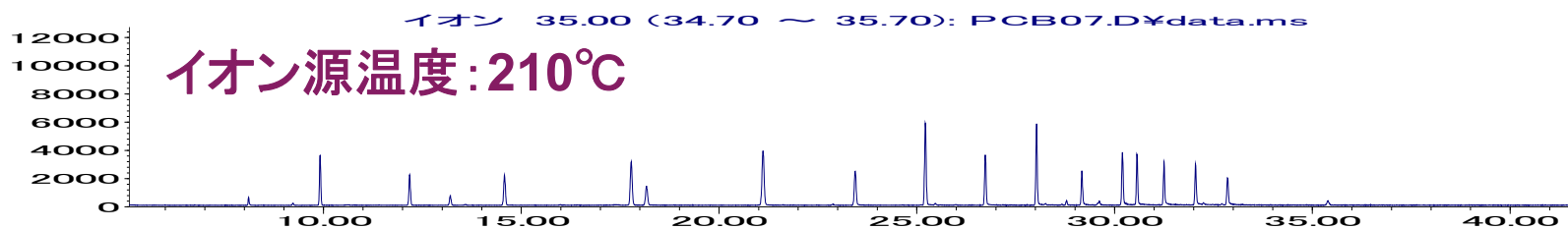
NICI イオン源温度の影響

PCB window definers 100 pg each, m/z 35

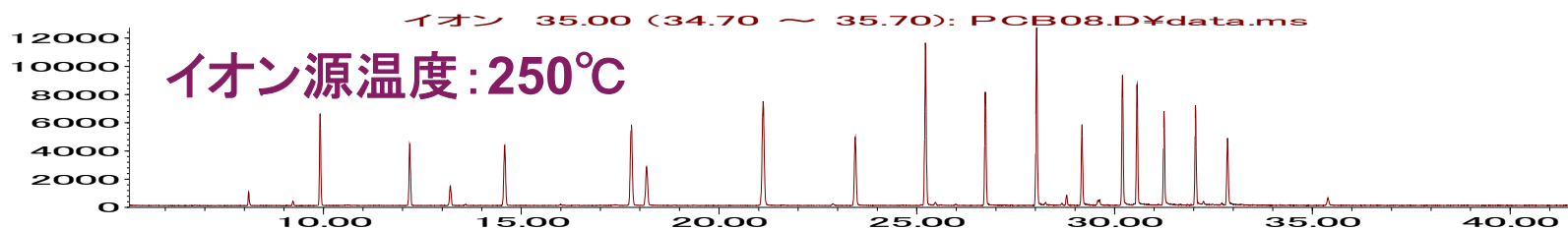
アバダンス



アバダンス



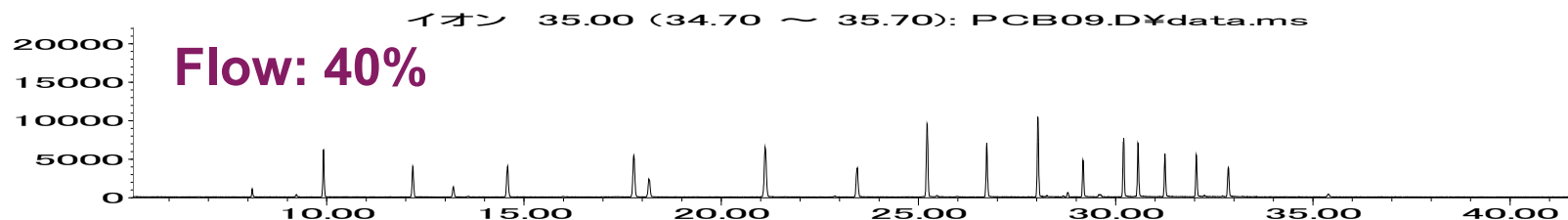
アバダンス



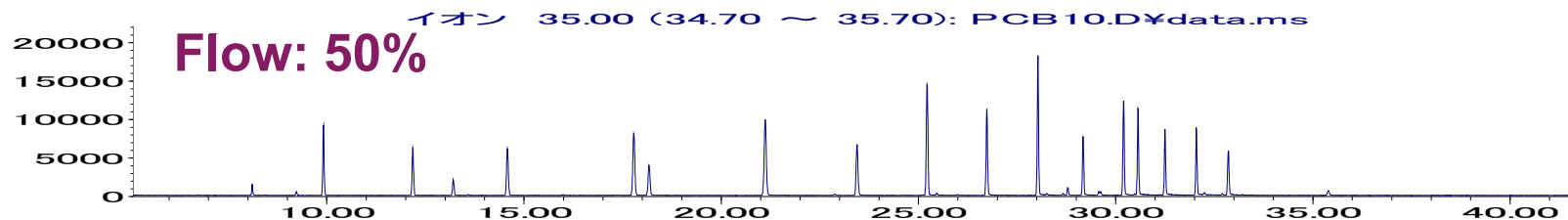
NICI メタン流量の影響

PCB window definers 100 pg each, m/z 35

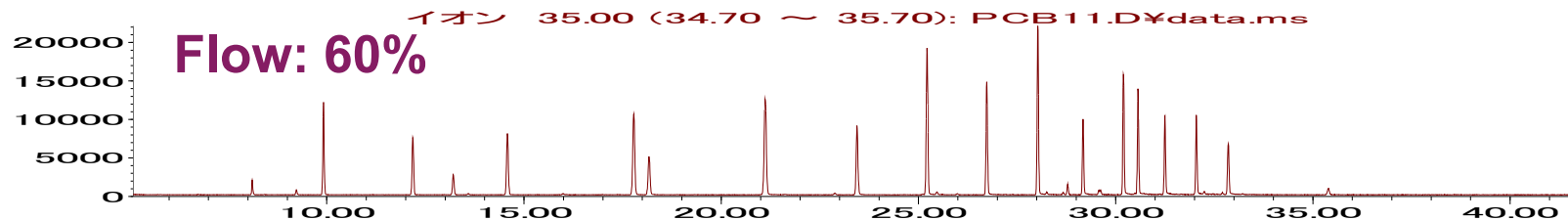
アバダンス



時間-->
アバダンス



時間-->
アバダンス

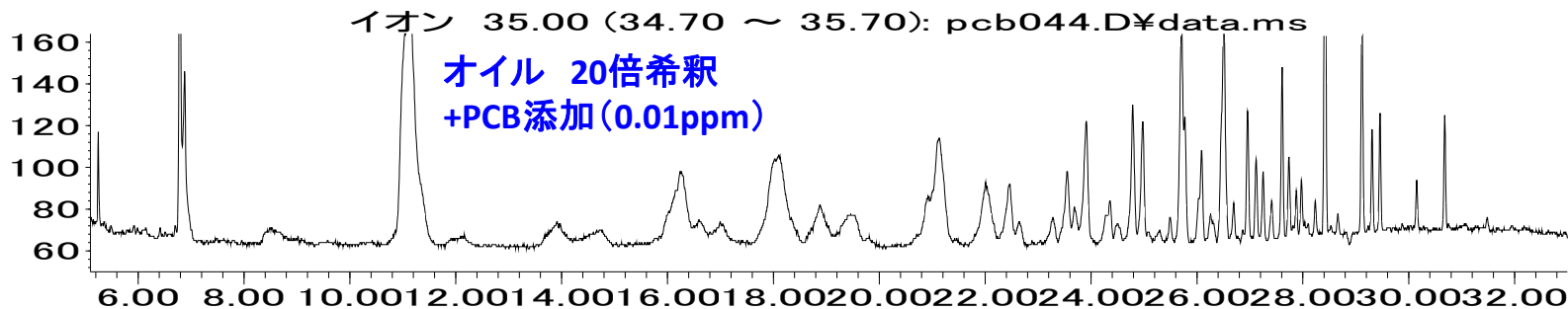


時間-->

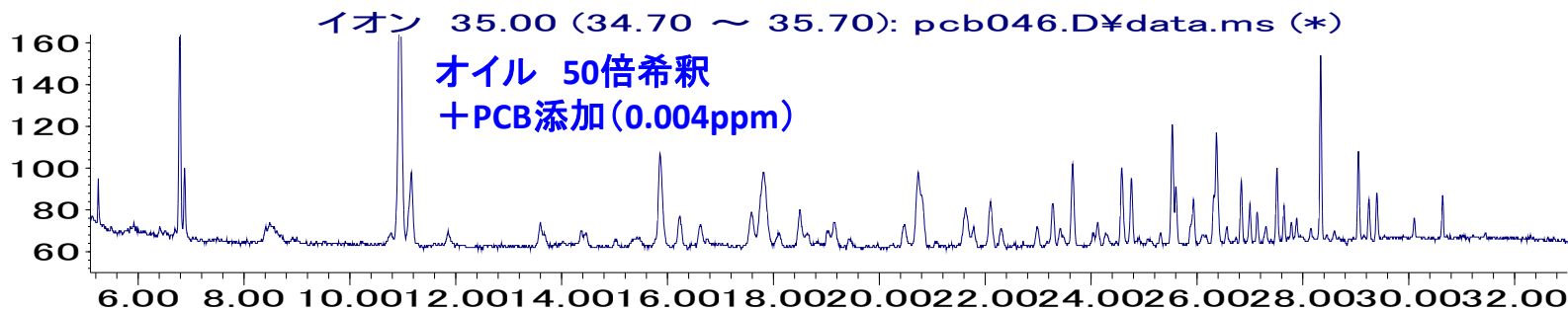
GC/NICI-MS 希釈倍率の比較

いずれもトランスオイル中では
0.2ppmに相当。
注入量は2 μ l

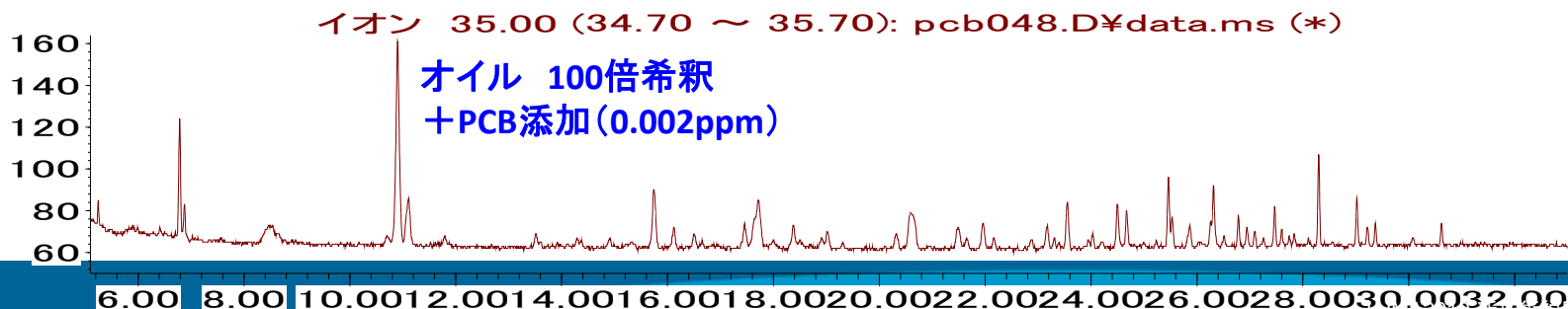
アバダンス



時間-->
アバダンス



時間-->
アバダンス



時間-->

簡易定量法(GC) 比較1

装置	ECD			
感度	◎			
選択性	○			
コスト(導入時)	◎			
標準試薬	◎ (KC-mix、IUPAC 189、IUPAC 209)			
データ解析	◎(PCB Analyst)			
前処理	硫酸処理/シカゲル	加熱固相	硫酸処理/ポリマー	GPC/シカゲル
硫酸処理	有(1%発煙硫酸)	無	有	無
油種の判別	要 (フローが3つ)	不要	要 (硫酸処理の追加)	不要 (1種、7種に限定)
固相	多層	多層	単層	多層

煩雑

精製効果高い

廉価

簡易定量法(GC) 比較2

装置	HRMS	MS/MS	QMS	NICI*
感度	◎	○	○	◎
選択性	◎	○	△	◎
コスト(導入時)	×	△	○	○
標準試薬	○ (主要PCB及び ¹³ C ₁₂ ラベル化PCB)			○(KC-mix、 主要PCB及びプロモビフェニル)
データ解析	◎(主要13異性体)			◎(MS Powered)
前処理	溶媒希釈	加熱固相	加熱固相	スルホキシド固相
硫酸処理	無	無	無	有(1%発煙硫酸) (省略可能な場合あり)
油種の判別	要 (硫酸シリカゲルの追加)	不要	不要	不要
固相	無	多層	多層	単層

*NICI法は中部電力の特許あり

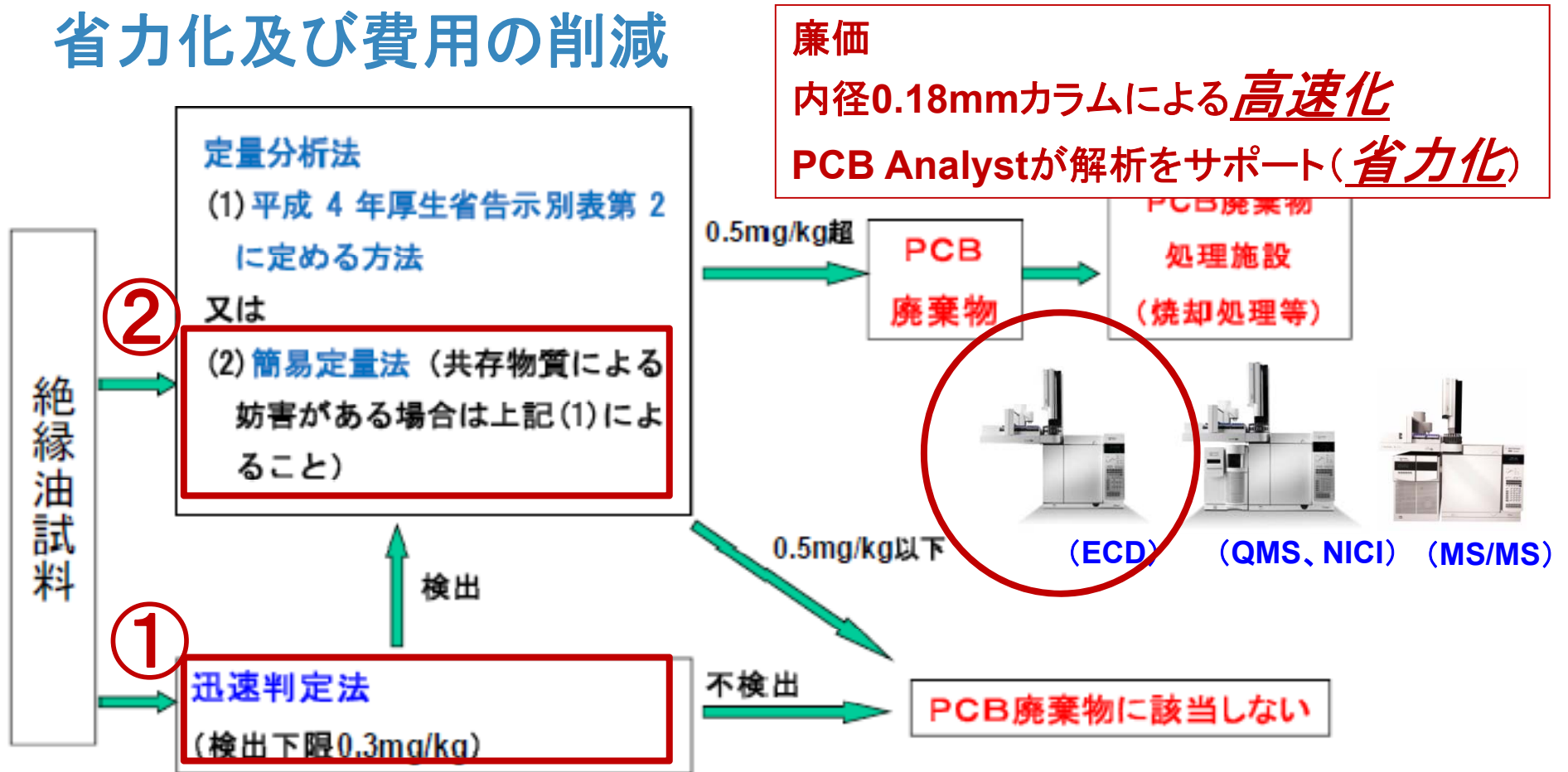
迅速判定法(GC) 比較

装置	ECD	NICI*
感度	◎	◎
選択性	○	◎
コスト(導入時)	◎	○
標準試薬	◎ (KC-mix、IUPAC 189、IUPAC 207)	◎(KC-mix、 1,4-ジブロモナフタレン)
データ解析	◎(代表ピーク14本)	◎(MS Powered)
前処理	SO ₃ 添加濃硫酸多層シリカゲル	ヘキサン希釈
硫酸処理	無	無
油種の判別	不要	不要
固相	多層	無

*NICI法は中部電力の特許あり

最も簡便な前処理
(**省力化**)

省力化及び費用の削減



廉価
内径0.18mmカラムによる**高速化**
PCB Analystが解析をサポート(**省力化**)

図 1.3.1 廃電気機器等I

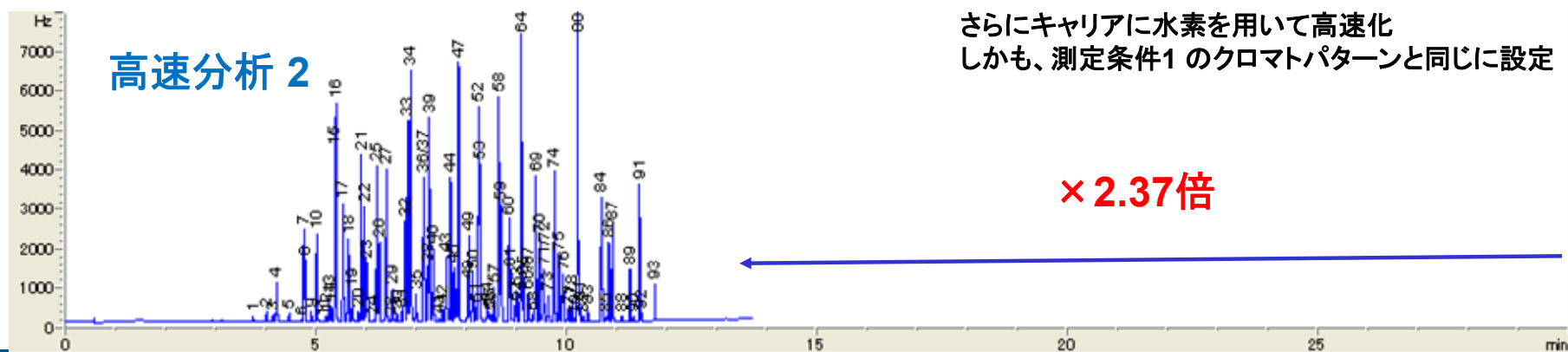
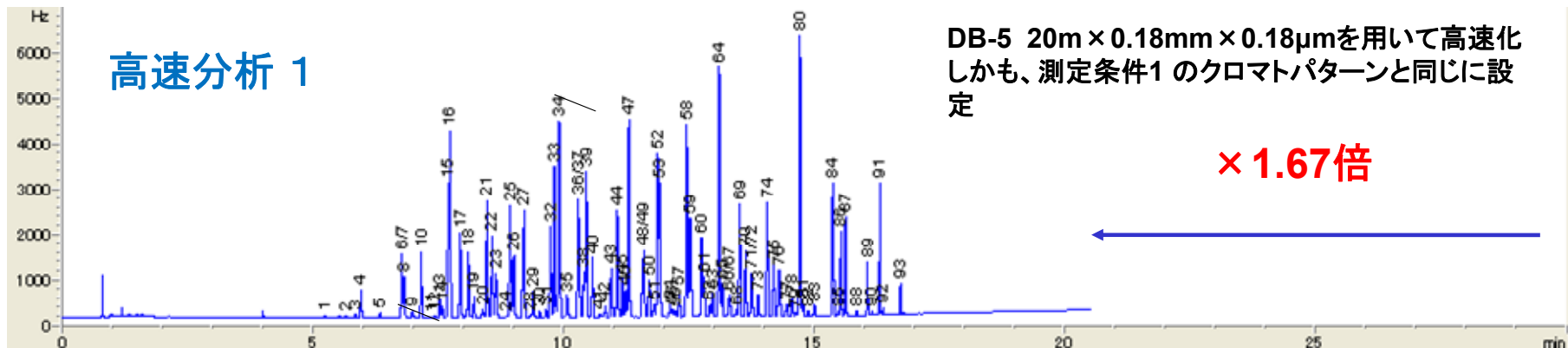
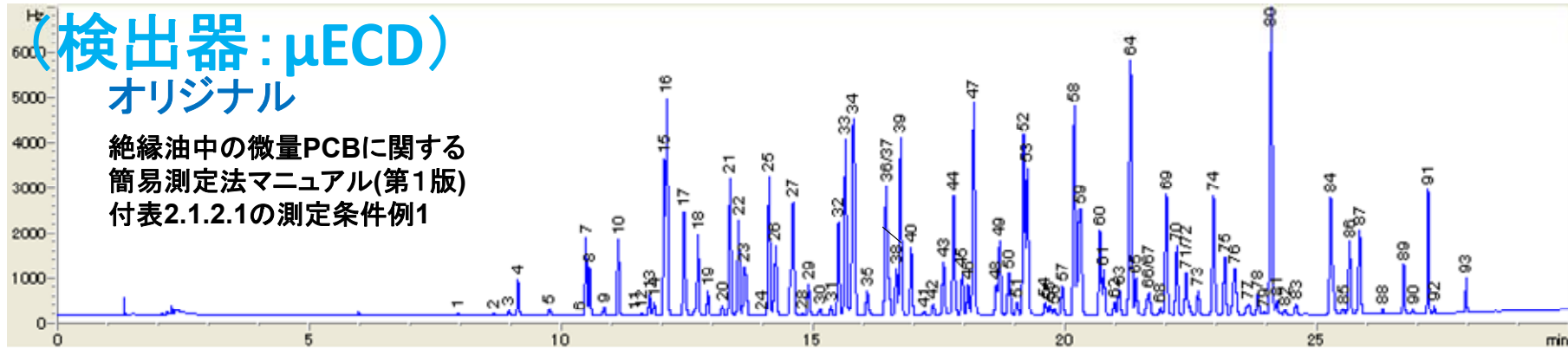


分析法活用の考え方

希釈のみの前処理(**省力化**)
NICIチューニングの**自動化**

KC-mix 0.8ppm クロマトグラム1

1.67倍さらに2.37倍の高速化

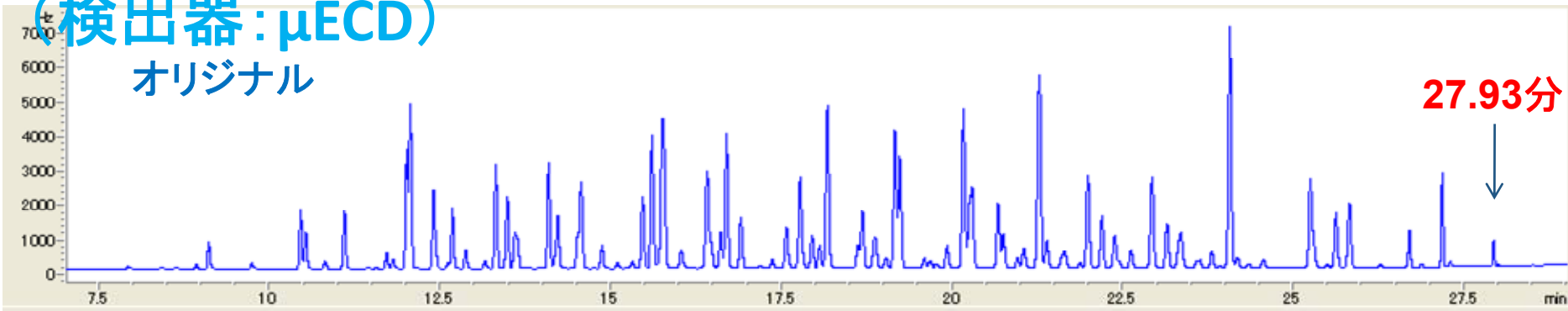


KC-mix 0.8ppm クロマトグラム2

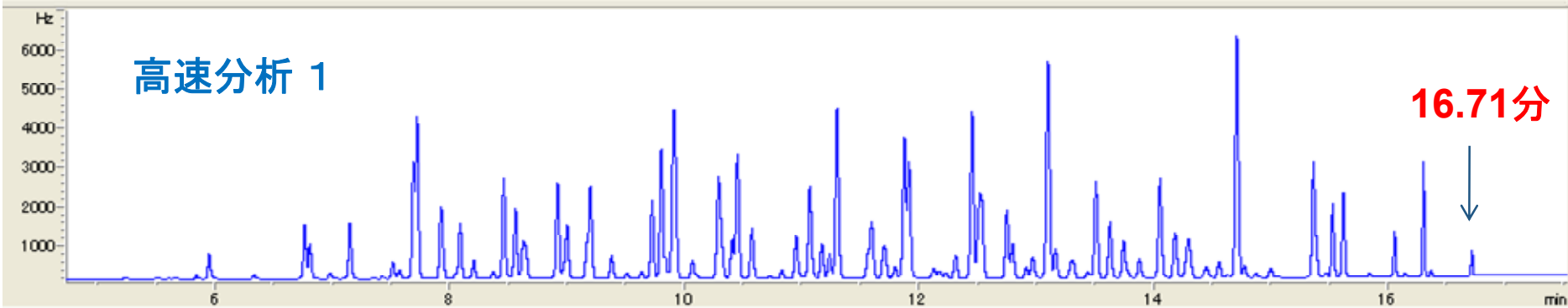
クロマトパターンは同じ

(検出器: μ ECD)

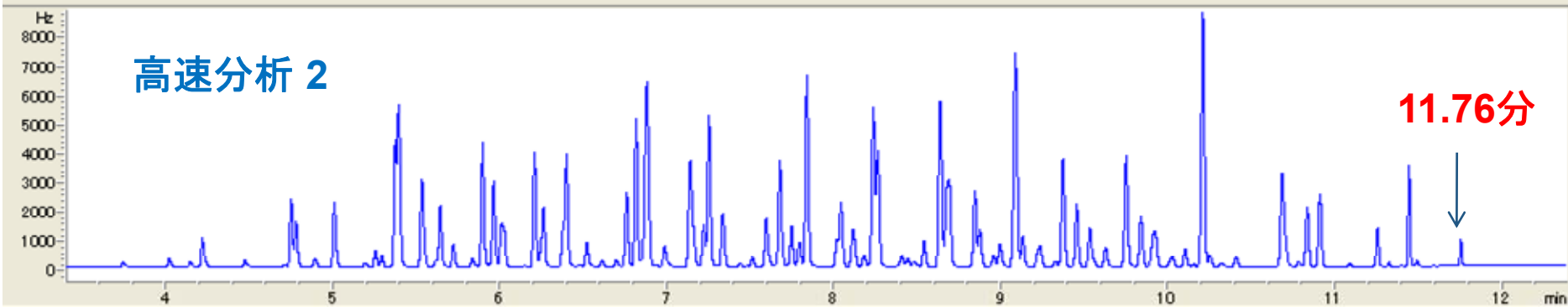
オリジナル



高速分析 1



高速分析 2



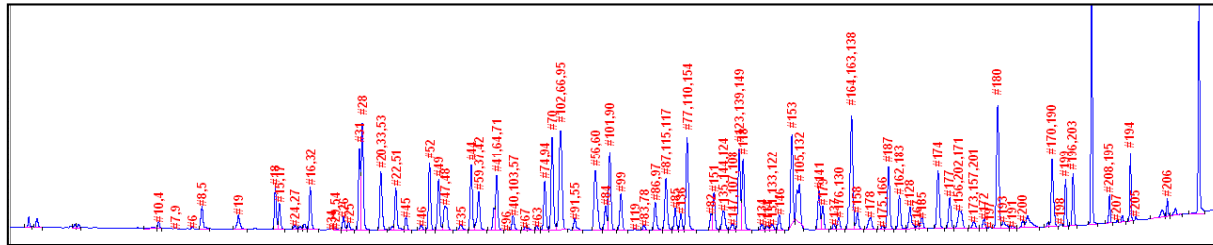
PCB Analyst Ver.2.01 (ECD用)

Agilent GCケミステーションに、PCB Analystを追加

The screenshot displays the PCB Analyst software interface. The main window shows two chromatograms: 'EOD1 A フロントシグナル (PCB.DEMO4SAMPLE001.D)' and 'スタンダードデータ EOD1 A フロントシグナル (PCB.DEMO4PCB.STD.005.D)'. A red box highlights the 'PCB Analyst' menu, which includes options like 'サンプルデータ選択', '積分パラメータ設定', and 'バージョン情報'. The right-hand panel shows a 'PCB 同定結果' table with columns for ID, R.T., RT差, レスポンス, and ピークNo.

ID	R.T.	RT差	レスポンス	ピークNo
53	20.771	-0.003	32.32	#114
54	20.861	-0.012	31.73	#131,133,12
55	21.009	-0.004	81.92	#146
56	21.261	-0.001	427.97	#153
57	21.402	-0.007	313.64	#105,132
58	21.784	-0.005	174.79	#141
59	21.863	-0.002	41.22	#179
60	22.076	-0.002	77.48	#137
61	22.179	0.004	69.34	#176,130
62	22.408	0.000	713.33	#164,163,13
63	22.518	-0.003	127.25	#158
64	22.741	-0.035	58.77	#178
65	23.014	0.003	12.99	#175,166
66	23.126	-0.003	118.37	#187
67	23.338	-0.002	76.05	#162,183
68	23.540	-0.006	195.13	#128
69				#167
70	23.777	-0.002	21.56	#185
71	24.093	0.000	125.23	#174
72	24.319	-0.004	70.00	#177
73	24.546	0.037	142.79	#156,202,17
74	24.777	-0.018	33.60	#173,157,20

KC-MIXから係数テーブルを作成



KC-MIXのクロマトグラムから、
係数テーブルを作る。

- R.T.、レスポンスは自動取り込み
- 初回のみCB0%を設定
- テーブルは名前を付けて保存可能
- 2回目からはRTとレスポンスを自動更新
- RRFは計算値を取込

20m x 0.18mm (H2)

CB#DB5_30m_He_0.05.kv

57:23

注入口

フロント 濃度 0.05 mg/L RRF 1.22 取込

バック 注入量 2 ul CB0%合計 99.181

ピークNo	R.T.	レスポンス	CB0%	K値
#10,4	8.786	5.84	0.928	0.158904
#7,9	9.231	5.11	0.131	0.025636
#6	9.565	8.20	0.371	0.045244
#8,5	9.756	67.58	2.145	0.031740
#198	26.491	5.52	0.032	0.005797
#199	26.582	140.33	0.656	0.004675
#196,203	26.727	156.71	0.790	0.005041
#208,195	27.439	84.62	0.276	0.003262
#207	27.586	4.32	0.020	0.004630
#194	27.847	205.57	0.546	0.002656
#205	27.954	11.70	0.024	0.002051
#206	28.566	54.49	0.111	0.002037

読込 保存 更新 適用 削除 描画 計算 閉じる

PCBピークを確実に同定

標準データと比較でき、確実にPCBピークを同定
 マニュアル積分/マニュアル再同定もマウス操作で可能

ブラウザ
 PCBのピークリストを表示

Manual identification dialog box: 同定ピークのIDを選択して下さい。 ID: 68 適用

Chromatogram labels: サンプル (Sample), 標準 (Standard)

ID	RT	RT差	レスポンス	ピークNo
53	20.771	-0.003	32.32	#114
54	20.861	-0.012	31.73	#131,133,12
55	21.009	-0.004	81.92	#146
56	21.261	-0.001	427.97	#153
57	21.402	-0.007	313.64	#105,132
58	21.784	-0.005	174.79	#141
59	21.863	-0.002	41.22	#179
60	22.076	-0.002	77.48	#137
61	22.179	0.004	69.34	#176,130
62	22.408	0.000	713.33	#164,163,13
63	22.518	-0.003	127.25	#158
64	22.741	-0.035	58.77	#178
65	23.014	0.003	12.99	#175,166
66	23.126	-0.003	118.37	#187
67	23.338	-0.002	76.05	#162,183
68	23.540	-0.006	195.13	#128
69	23.777	-0.002	21.56	#167
70	23.777	-0.002	21.56	#185
71	24.093	0.000	125.23	#174
72	24.319	-0.004	70.00	#177
73	24.546	0.037	142.79	#156,202,17
74	24.777	-0.018	33.60	#173,157,20

STD情報: 濃度 0.05 mg/L, CB2% 99.181, RRF 1.23, 注入量 2

PCB濃度: 油種 不明, MDL 0.15, 試料量 0.1 g, CB2% 126.419, 濃縮量 0.3 ml, 回収率 91%, 注入量 2, 濃度 0.210104 me/kg

Buttons: 更新, 濃度計算, 保存, 閉じる

CB2%、油種選択
 回収率、PCB濃度を計算

内容

1. 環境省
絶縁油中の微量PCBに関する簡易測定法マニュアル
(第2版)のトピックス
2. 第2版 追加測定法の紹介(一部)
3. 最新技術を用いた負イオン化学イオン化(negative ion
chemical ionization, NICI)法の紹介
4. GC/MS/MSによるダイオキシン簡易分析法の紹介

測定条件

PCDD(ポリクロロジベンゾ-p-ジオキシン)&PCDF(ポリクロロジベンゾフラン)

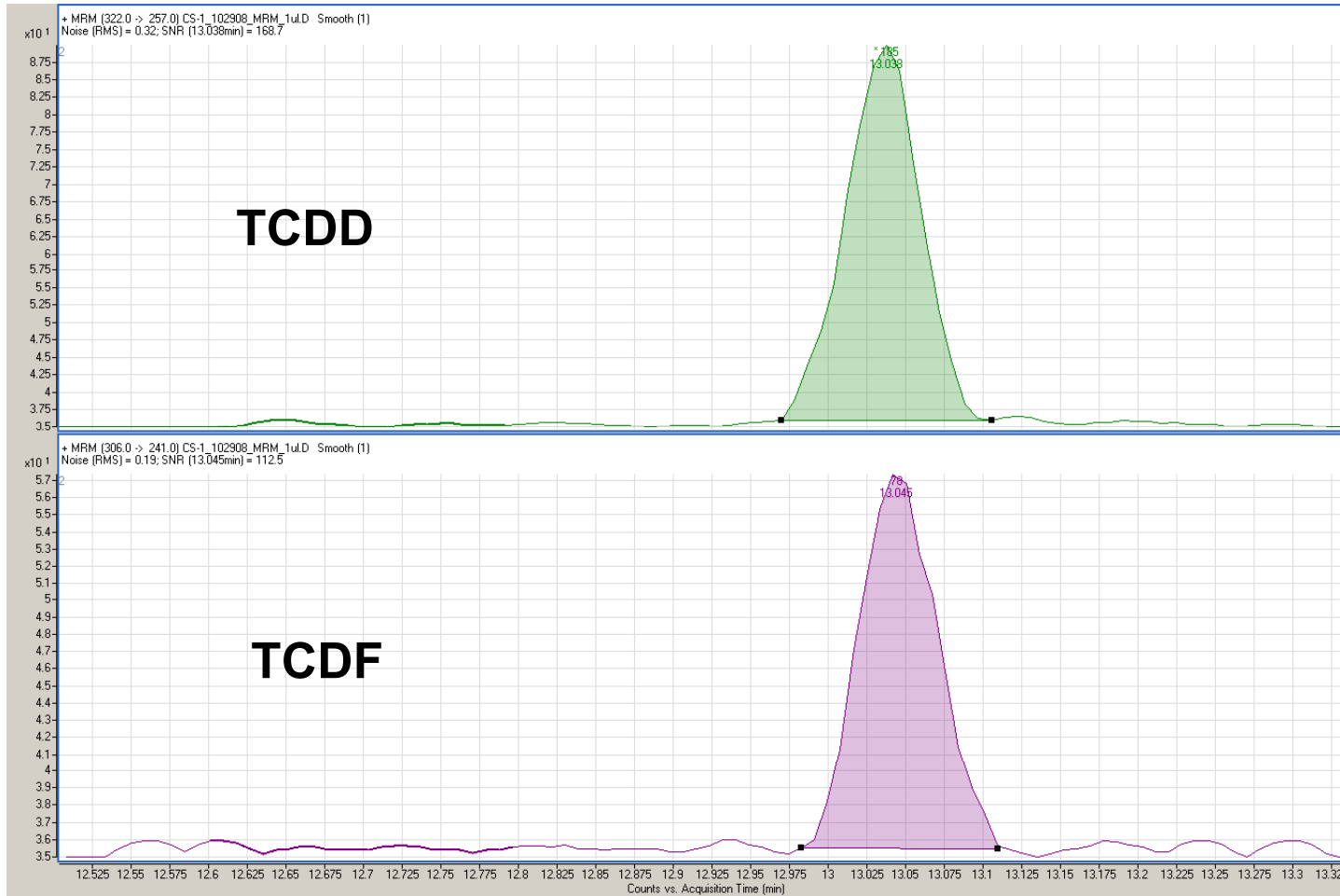
Column:	HP-5MS UI 30m, 0.25mm-id, 0.25 film		
Carrier:	He - 1.0 ml/min constant flow		
Oven Table:	Ramp °C / min	T _f °C	Hold (min)
	0	100	0.4
	100	200	6
	7.5	235	4
	20	310	3
Inject:	1 µl, pulsed splitless: 25 ml / min for 0.5 min		
Inject T:	300 °C		
Aux 2:	310 °C		
Source T:	300 °C		
eV:	70		
Q1 = Q2:	150 °C		

MRM (multiple reaction monitoring) 条件

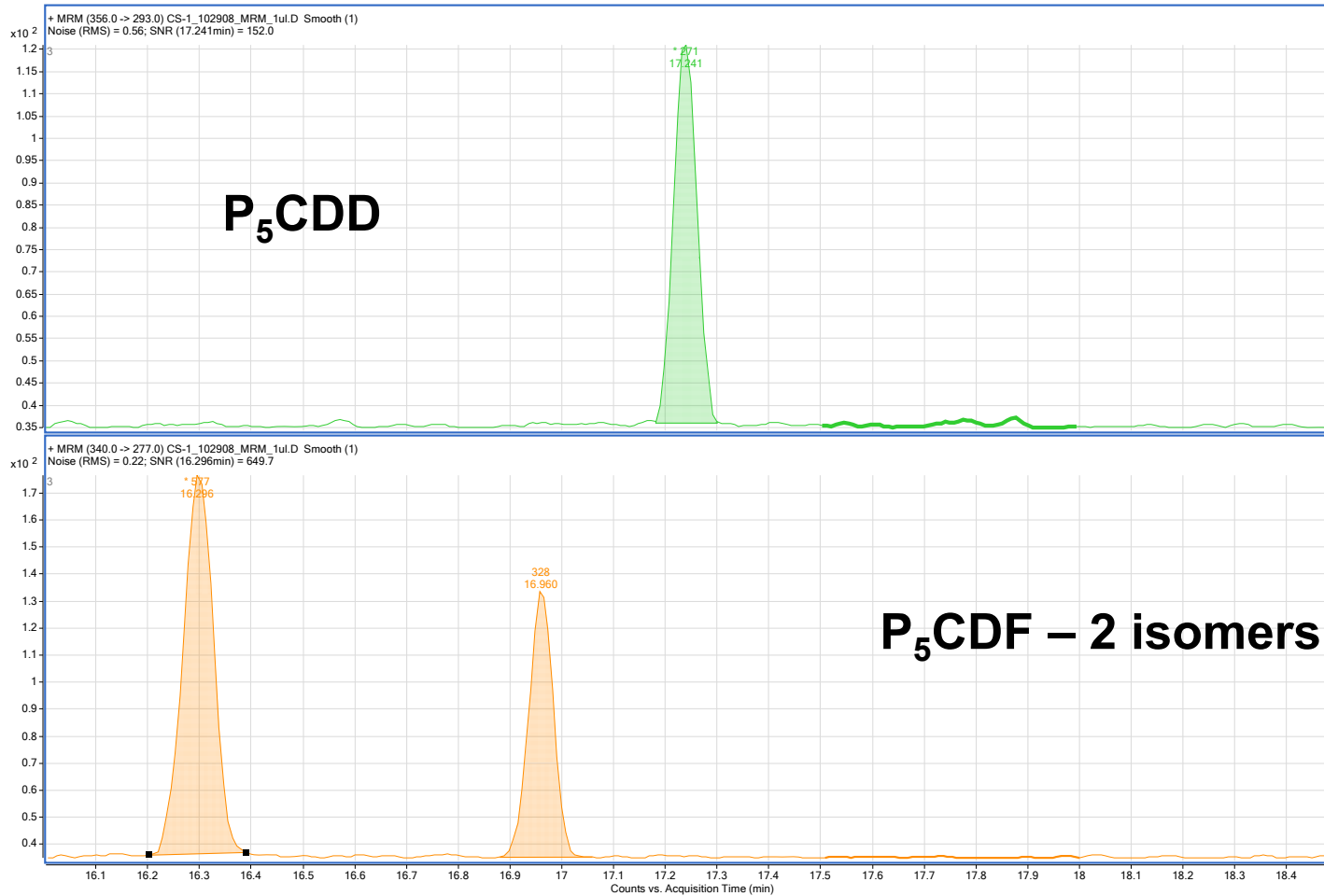
Compound	Window	Transition	Fragment 1	Ion type	Ion Ratio	Parent
TCDF	1	306 > 241	-65	M/M+2	< 1	M+2
TCDD	1	322 > 257	-65	M/M+2	< 1	M+2
P ₅ CDF	2	340 > 277	-63	M+2/M+4	> 1	M+2
P ₅ CDD	2	356 > 293	-63	M+2/M+4	> 1	M+2
H ₆ CDF	3	374 > 311	-63	M+2/M+4	> 1	M+2
H ₆ CDD	3	390 > 327	-63	M+2/M+4	> 1	M+2
H ₇ CDD*	4	426 > 361	-65	M+2/M+4	~ 1	M+4
H ₇ CDF*	5	410 > 345	-65	M+2/M+4	~ 1	M+4
OCDF*	5	444 > 379	-65	M+2/M+4	< 1	M+4
OCDD	5	460 > 395	-65	M+2/M+4	< 1	M+4

*Predicted values based on table trends

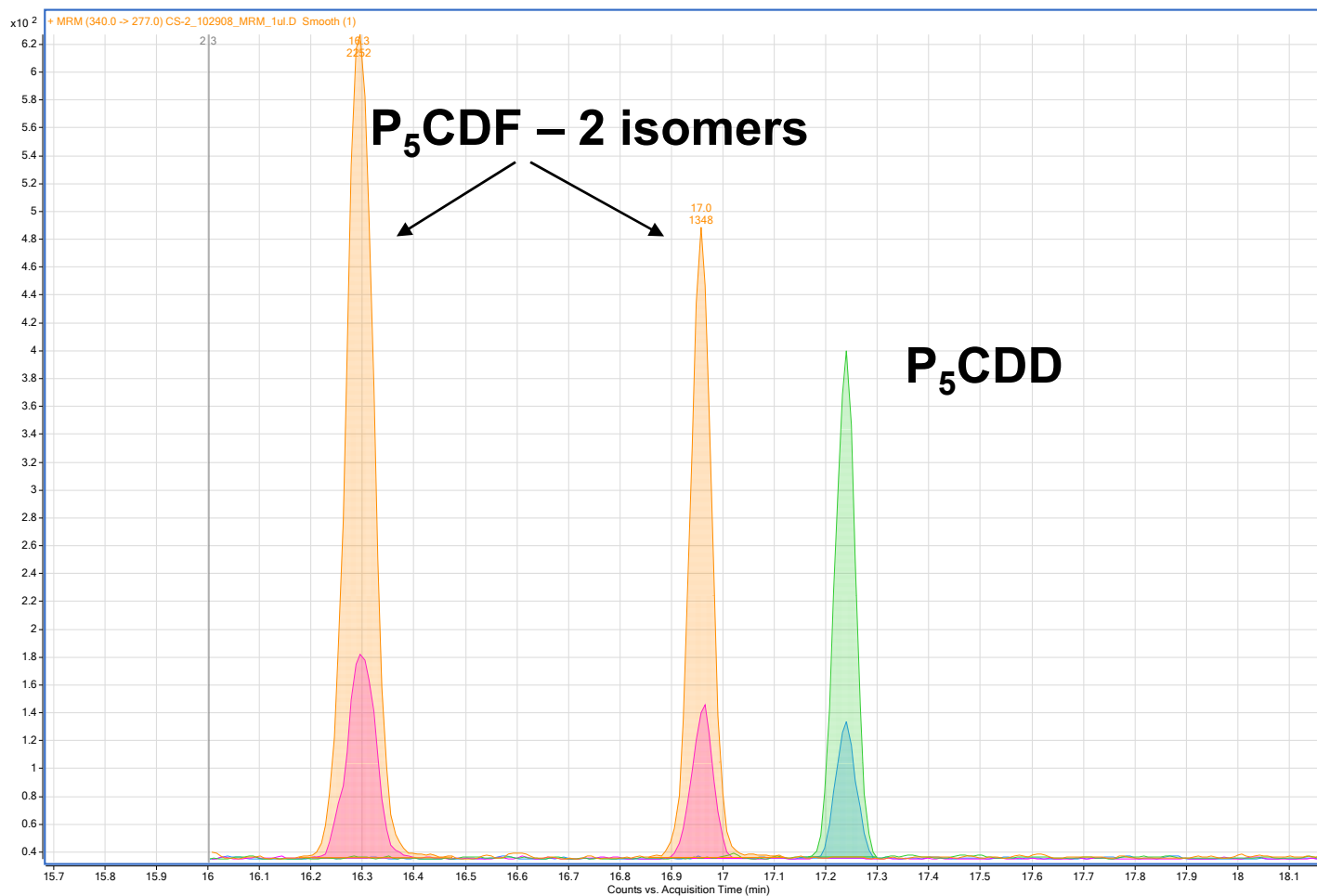
TCDD & TCDF: 250 fg/ μ l each



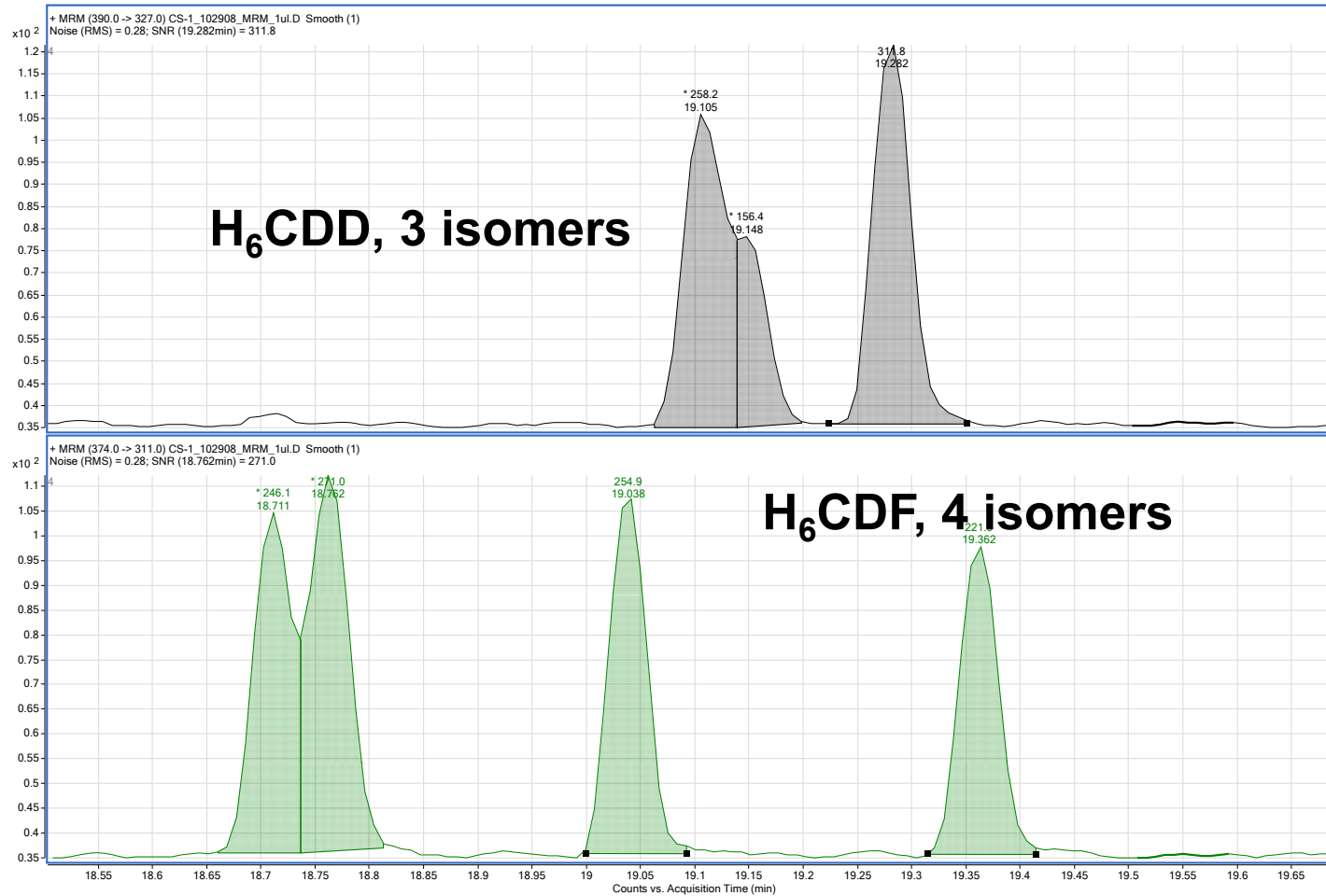
P₅CDD & P₅CDF: 500 fg/μl each



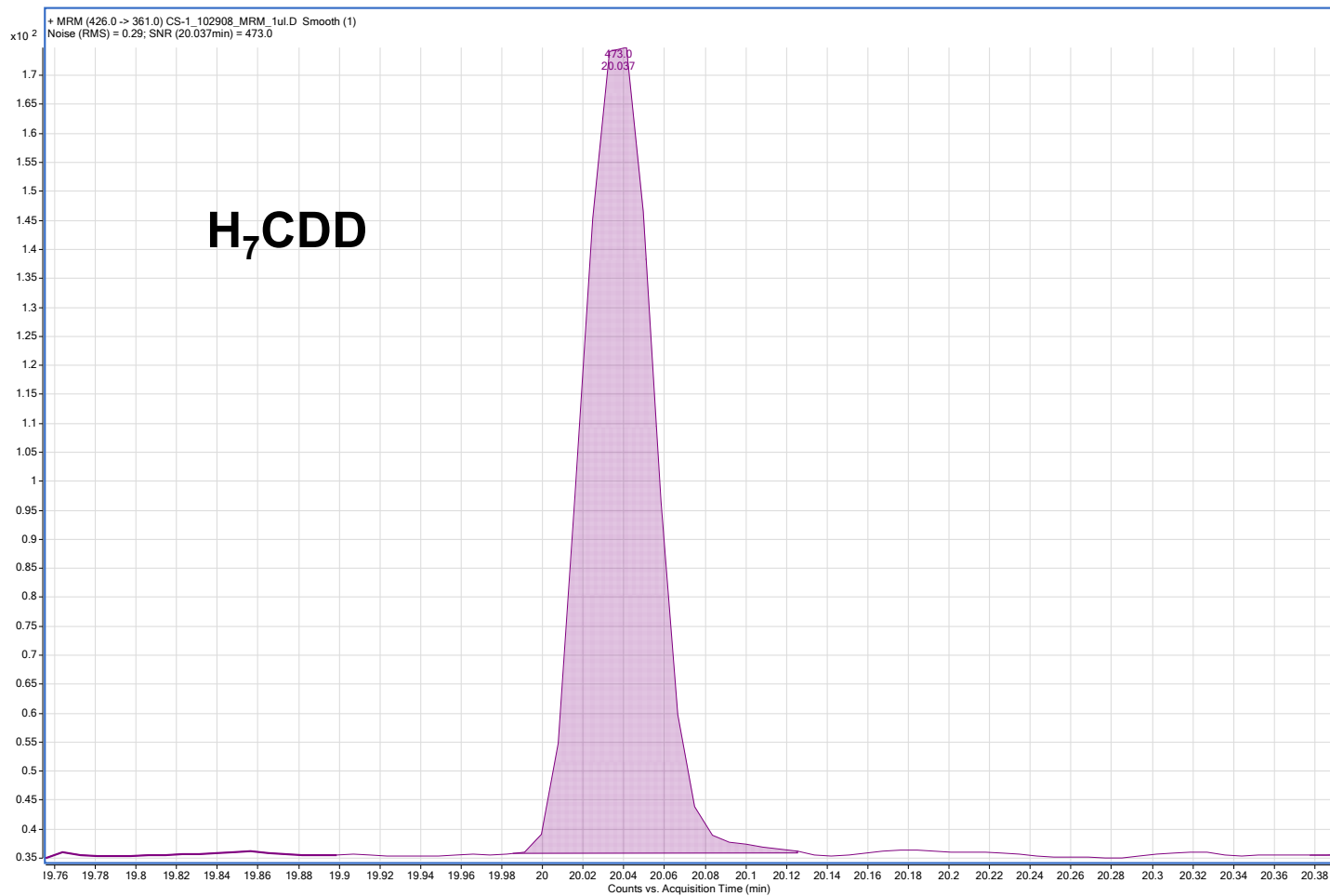
P5CDD & P5CDF: 1000 fg & 250 fg



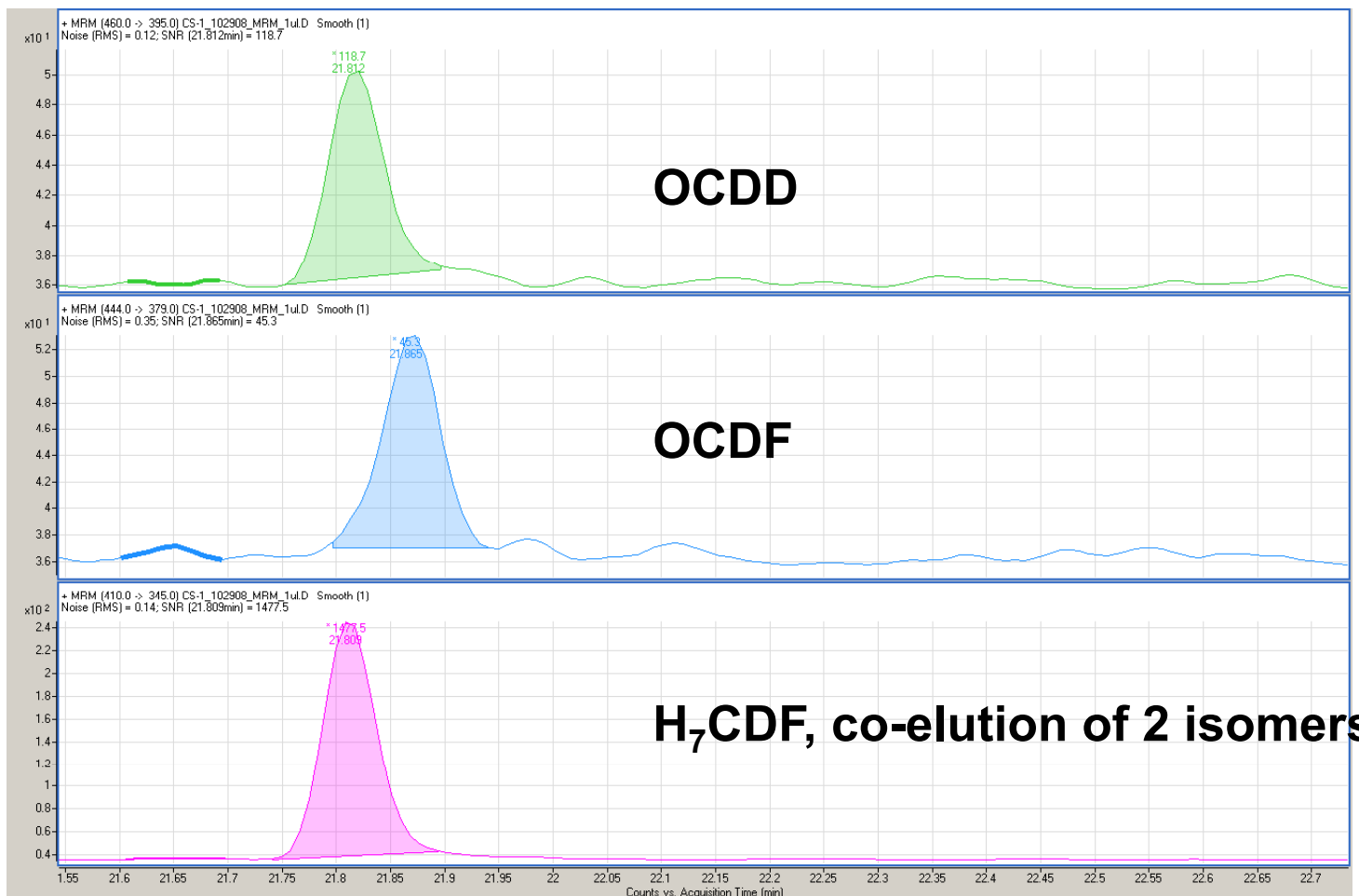
H₆CDD & H₆CDF: 500 fg/μl each



H7CDD, 500 fg/ μ l



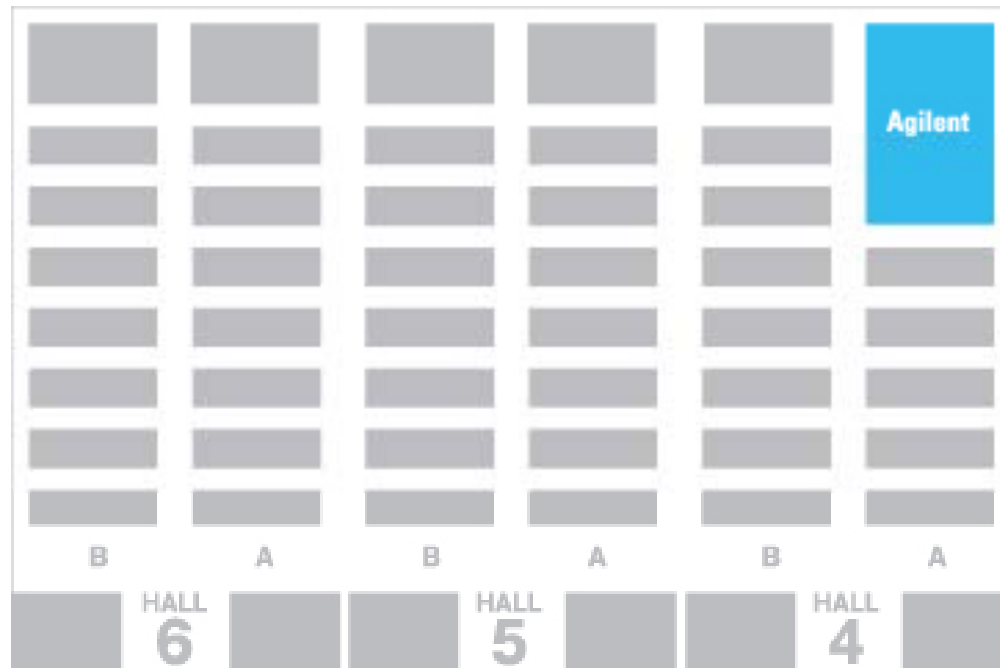
OCDD, OCDF & H₇CDF: 1000 fg/μl & 1000 fg/μl & 500 fg/μl, respectively



感度

Compound	Window	Transition	Injection V (μl)	Conc. (fg/μl)	r.t. (min)	S/N
TCDD	1	322 > 257	1	250	13.038	169
TCDF	1	306 > 241	1	250	13.045	112
P ₅ CDF	2	340 > 277	1	500	16.296	650
P ₅ CDF	2	340 > 277	1	500	16.960	457
P ₅ CDD	2	356 > 293	1	500	17.241	152
H ₆ CDF	3	374 > 311	1	500	18.711	246
H ₆ CDF	3	374 > 311	1	500	18.762	271
H ₆ CDF	3	374 > 311	1	500	19.038	245
H ₆ CDF	3	374 > 311	1	500	19.362	222
H ₆ CDD	3	390 > 327	1	500	19.105	258
H ₆ CDD	3	390 > 327	1	500	19.148	156
H ₆ CDD	3	390 > 327	1	500	19.282	312
H ₇ CDD	4	426 > 361	1	500	20.037	473
H ₇ CDF	5	410 > 345	1	500	21.809	1478
H ₇ CDF	5	410 > 345	1	500	21.809	1478
OCDF	5	444 > 379	1	1000	21.865	45
OCDD	5	460 > 395	1	1000	21.812	119

ぜひアジレント・テクノロジーのブースへ お立ち寄りください



アジレント、バリアンのブースは

4ホール 4A-601 です

- ご清聴ありがとうございました