

半揮発性有機化合物 | 微量分析・感度改善

高不活性度GCカラムRMX-5Sil MSによるGC-MS/MS感度向上

By Erica Pack, Chris English, Ramkumar Dhandapani, Colton Myers

Key Highlights

- TriMax不活性化処理が、酸性・塩基性・中性を含む幅広い化合物とカラム表面との相互作用を大幅に抑制
- 極めて高い不活性度により、分析の難しい多様な半揮発性有機化合物(SVOC)の定量下限・検出限界を改善
- RMX-5Sil MSカラムは競合プレミアムカラムとの比較試験において、52化合物中MDLで60%、LLOQで63%の化合物で優れた性能を達成



Abstract | 半揮発性有機化合物の検出限界とTriMax不活性化処理の影響

本研究では、GCカラムの不活性化処理がGC-MS/MSによる半揮発性有機化合物分析の検出限界にどのような影響を与えるかを評価しました。RMX-5Sil MSカラムと競合するプレミアムカラムを比較したところ、RMX-5Sil MSカラムは評価した化合物のおよそ3分の2で、より優れたMDLおよびLLOQを示しました。これは、TriMax不活性化処理により表面の活性部位が効果的に抑制され、広範な半揮発性有機化合物(SVOC)で高い応答と安定したピーク形状が得られたためです。本試験では溶媒ベースの標準溶液を用いており、前処理や抽出の影響を排除したうえでカラム本来の性能差を明確に評価しています。

Introduction | SVOCのGC-MS/MS分析と検出感度(MDL・LLOQ)

環境中に微量で存在する半揮発性有機化合物(SVOC)の正確な定量は、汚染の把握や規制遵守、さらには人と生態系のリスク評価において重要です。GC-MS/MSは高い選択性と感度を備えており、SVOC分析のメソッド検出限界(MDL)および定量下限(LLOQ)を改善するための主要な分析技術として広く用いられています。高感度なメソッドにより、試験室は抽出量を縮小したサンプル前処理法を採用し、ジクロロメタンなど塩素系溶媒の使用量削減を図ることができます。

抽出量を減らす低容量抽出法は、操作が簡便で溶媒使用量を抑えられる一方、処理する試料量が小さいため、抽出液に含まれる分析対象物質の総量が従来法より少なくなることがあります。その結果、抽出液中のターゲット濃度は低くなり、分析側にはより高い感度が求められます。この背景から、GC-MS/MSによる高感度検出の需要が高まっています。

半揮発性有機化合物は酸性・塩基性・中性など多様な化学特性を持ち、その一部は分析中にカラム表面の活性部位(例:シラノール)と相互作用し、ピークテーリングや応答低下を引き起こします。こうした課題を克服するためには、サンプルの流路(sample flow path)全体で高い不活性度が確保されていることが不可欠です。GCカラムメーカー各社は、カラム表面を中性化してピーク形状悪化や感度低下の原因となる相互作用を抑制するため、さまざまな不活性化処理を採用していますが、従来の処理では特定の化合物クラスにのみ十分な効果が得られたとしても、幅広い化合物に対して万遍なく効果を得ることは極めて難しい課題として残っていました。

RestekはRMXカラムシリーズに次世代TriMax不活性化処理を採用し、酸性・塩基性・中性のいずれの化合物に対しても広く有効な不活性表面を実現しました。本研究では、RMX-5Sil MSカラムと競合プレミアムカラムについて、MDLおよびLLOQを評価し、達成できる検出限界および定量下限の差を比較しました。サンプルマトリクスの影響を排除してカラム性能そのものを評価するため、実験には溶媒ベースの標準溶液を用いています。

Related Products

- RMX-5Sil MS column 30 m, 0.25 mm ID, 0.25 µm (cat.# [17323](#))
- Topaz 4 mm Precision inlet liner with wool (cat.# [23267](#))
- Restek electronic leak detector (cat.# [28500](#))
- 8270 Calibration Mix #1 (cat.# [31618](#))
- 8270 Calibration Mix #2 (cat.# [31619](#))
- 8270 Calibration Mix #5 (cat.# [31995](#))
- Acid Surrogate Mix (4/89 SOW) (cat.# [31025](#))
- Base Neutral Surrogate Mix (4/89 SOW) (cat.# [31024](#))
- Revised SV Internal Standard Mix (cat.# [31886](#))
- GC-MS Tuning Mix (cat.# [31615](#))

Experimental | RMX-5Sil MSカラムを用いたGC-MS/MS分析条件

Standard and Sample Preparation | 標準溶液およびサンプル調製

検量線標準溶液はメチレン塩化物中で0.5、1、2、5、10、20、50、100、200、500、1000、2000、5000 ppbの濃度で調製しました。両カラムについてDay1に検量線を作成し、0.5~100 ppbの標準溶液を各濃度3回ずつ注入しました。これにより、各半揮発性有機化合物における直線的な検量範囲を応答から決定しました。Day2およびDay3には、新たに0.5~100 ppbの標準溶液を調製し、同様に各濃度3回の注入を行い、各カラム・各化合物のMDLおよびLLOQの算出に用いました。

Instrument Conditions | GC-MS/MS測定条件

分析は、RMX-5Sil MSカラムおよび競合プレミアムカラム(いずれもカラムサイズは 30 m × 0.25 mm ID × 0.25 μm)を用いて実施しました。半揮発性有機化合物の測定にはThermo TRACE 1310 GCとTSQ 8000質量分析計を用い、下記条件でGC-MS/MS分析を行いました。

注入量: 1 μL

Liner: Topaz 4 mm Precision inlet linerワール入り (cat.# [23267](#))

注入口: 280 °C; 10:1 split; 1.2 mL/min

キャリヤーガス: ヘリウム

オーブン: 40 °C (1 min) - 280 °C (12 °C/min) - 310 °C (3 °C/min)

検出器: MS/MS (SRMモード)、トランスファーライン 280 °C、イオン源 330 °C (SRMトランジションはクロマトグラムを参照)

Data Analysis | 検出限界および定量下限の算出方法

MDLは、各化合物について、最も低い検量濃度における「再計算された濃度値(back-calculated concentration)」の標準偏差に、自由度8に対応するt値(t = 2.896, n = 9)を乗じて算出しました。これは、検量線下限濃度付近での測定ばらつきを統計的に評価する標準的手法です。LLOQは同じデータセットから求め、各半揮発性有機化合物について回収率が80~120% (またはそれに最も近い値)となる、最も低い検量点として定義しました。

Results and Discussion | RMX-5Sil MS カラムによる検出限界改善効果

RMX-5Sil MSカラムでは、評価した52化合物のうちMDLにおいて60% (52成分中31成分)、LLOQにおいて63% (52成分中33成分)の化合物で競合プレミアムカラムより低い値が得られました (**Table I**, **Figure 1**, **Figure 2**)。これは、TriMax不活性化処理によりカラム表面の活性部位が効果的に抑制され、ピーク形状と応答性が改善した結果として、より高い感度が得られたことを示しています。

特に、酸性・塩基性・中性といった化学特性の異なる幅広い半揮発性有機化合物クラスで検出限界および定量下限の改善が確認されました。従来の不活性化処理では性能が不十分であった難分析性化合物を含め、多くの幅広いターゲット化合物で RMX-5Sil MSカラムが検出感度において優位な結果を示しました。

Table I: 不活性度の高いRMX-5Sil MSカラムは、競合プレミアムカラムよりも多くの化合物でLLOQおよびMDLが改善しており、半揮発性有機化合物分析の検出限界において優位な結果を示した。

カラム	LLOQ (ppb)				MDL (ppb)			
	平均	Min	Max	RMX-5Silで下限値が優れていた化合物の割合	平均	Min	Max	RMX-5Silで下限値が優れていた化合物の割合
RMX-5Sil MS	14	1	100	52成分中33成分 (63%)	1	0.1	14	52成分中31成分 (60%)
競合プレミアムカラム	19	1	100		2	0.1	51	

アプリケーションや製品選定でお困りですか?

テクニカルサービスまでお問い合わせください!



Table II: 各半揮発性有機化合物におけるLODおよびMDLの結果(濃度単位:ppb) (黄色ハイライトはRMX-5Sil MSの性能が優れることを示している)

	RMX-5Sil MS		Premium Competitor Column	
Compound	LLOQ	MDL	LLOQ	MDL
Acenaphthylene	5	0.42	100	0.60
Phenol	2	0.45	20	0.27
4-Nitroaniline	2	0.22	20	0.43
2,4-Dimethylphenol	5	0.33	20	0.30
2-Nitrophenol	5	0.84	20	0.51
2-Methylphenol	5	0.84	20	2.37
Aniline	5	0.67	20	0.43
Diphenylamine	5	0.74	20	0.85
Benz[a]anthracene	5	0.29	20	0.49
2-Fluorobiphenyl	5	0.20	20	0.30
2-Methylnaphthalene	5	0.15	20	0.32
Benzo[ghi]perylene	5	0.39	20	0.08
Phenanthrene	5	0.19	20	0.15
4-Nitrophenol	10	1.38	20	1.31
3-Nitroaniline	10	1.40	20	1.33
3,3'-Dichlorobenzidine	10	1.37	20	1.76
N-Nitrosodimethylamine	10	0.63	20	0.53
Nitrobenzene-d5	10	0.13	20	0.74
Acenaphthene	10	0.93	20	1.53
Benzo[b]fluoranthene	10	0.71	20	1.31
Benzo[k]fluoranthene	10	0.67	20	2.65
Benzo[a]pyrene	10	1.08	20	2.63
Fluorene	10	0.48	20	1.54
2,4,6-Trichlorophenol	1	0.40	10	0.16
2,6-Dichlorophenol	2	0.30	10	0.21
p-Terphenyl-d14	2	0.30	10	0.36
2,4,5-Trichlorophenol	5	0.92	10	0.33

	RMX-5Sil MS		Premium Competitor Column	
Compound	LLOQ	MDL	LLOQ	MDL
2,3,4,6-Tetrachlorophenol	5	1.52	10	1.48
4-Chloro-3-methylphenol	5	0.06	10	0.21
Pentachlorophenol	5	0.18	10	0.93
4-Chloroaniline	5	0.55	10	0.32
o-Nitroaniline	5	0.49	10	0.36
1-Methylnaphthalene	1	0.13	2	0.05
2-Chlorophenol	1	0.55	1	0.47
2,4,6-Tribromophenol	20	1.79	20	3.79
2,4-Dichlorophenol	1	0.32	1	0.41
2,4-Dinitrophenol	20	1.94	20	2.34
2-Fluorophenol	1	0.20	1	0.20
3- and 4-Methylphenol	20	0.59	20	0.69
Benzoic acid	100	14.47	100	50.54
Phenol-d6	1	0.29	1	0.32
Benzidine	100	0.89	100	0.97
Chrysene	5	0.30	5	0.23
Pyrene	5	1.03	5	0.10
Dibenz[a,h]anthracene	20	1.06	20	2.58
Indeno[1,2,3-cd]pyrene	20	0.59	20	1.81
Naphthalene	1	0.18	1	0.35
Fluoranthene	20	0.16	20	0.80
Anthracene	5	0.86	1	0.45
4,6-Dinitro-2-methyl-phenol	50	1.59	10	1.80
Dinoseb	50	2.23	10	3.39
Pyridine	100	7.73	20	11.33

Figure 1: RMX-5Sil MSカラムと競合プレミアムカラムにおける半揮発性有機化合物のMDL比較(酸性・塩基性・中性化合物にグループ分け)

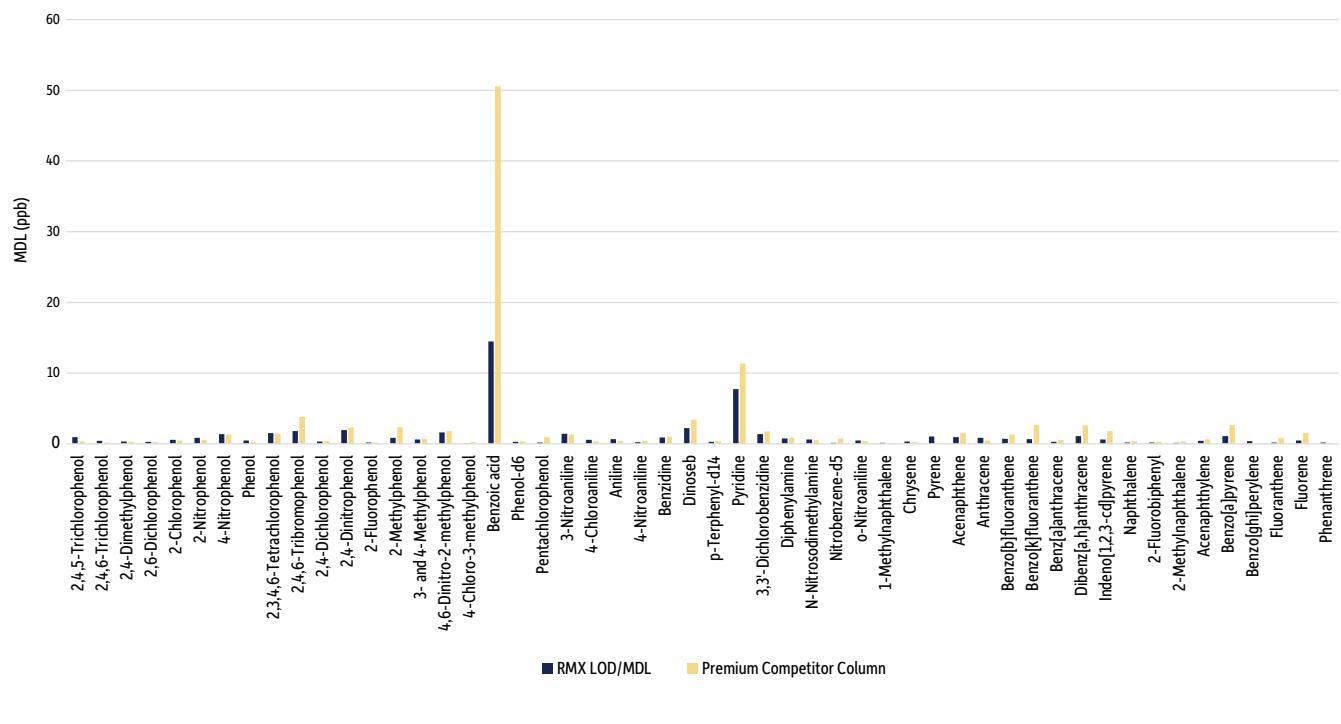
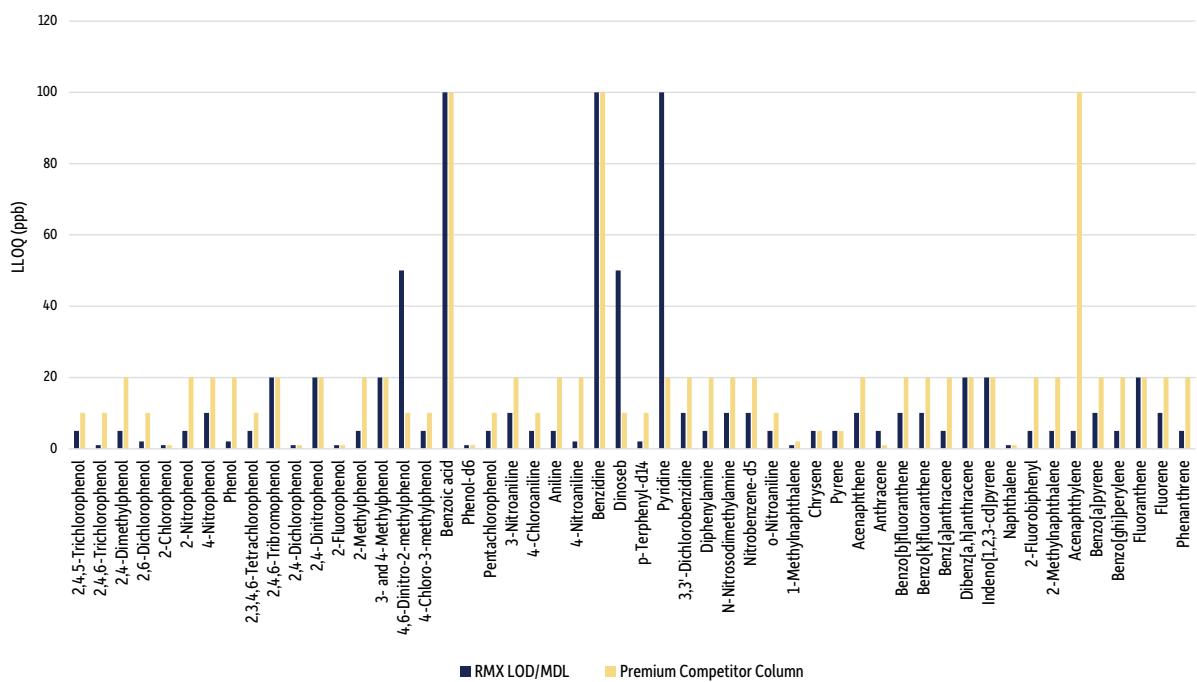


Figure 2: RMX-5Sil MSカラムと競合プレミアムカラムにおける半揮発性有機化合物のLLOQ比較(酸性・塩基性・中性化合物にグループ分け)



Conclusion | RMX-5Sil MSカラムによる半揮発性有機化合物分析のまとめ

不活性なサンプル流路は、半揮発性有機化合物の検出感度を改善し、微量分析を可能とします。また、GC-MS/MSが本来持つ高感度性能を最大限に引き出すために極めて重要な要素となります。本検討結果から、非常に高い不活性度を持つRMX-5Sil MSカラムは、競合プレミアムカラムと比較して優れた感度を提供するだけでなく、MDLおよびLLOQの双方において、幅広い化合物クラスにおいて検出限界値・定量下限値を改善することが示されました。

注目製品

RMX-5Sil MS GCキャピラリーカラム

カタログ番号	製品名	入数単位
17323	RMX-5Sil MS GCキャピラリーカラム, 30 m, 0.25 mm ID, 0.25 µm	1



Topaz Precision注入口ライナー

カタログ番号	製品名	入数単位
23267	Topaz, Precision Inlet Liner, 4.0 mm x 6.3 x 78.5, for Thermo TRACE 1300/1310, 1600/1610 GCs w/SSL Inlets, w/Quartz Wool, Premium Deactivation	5-pk.



Restek Electronicリークディテクタ

カタログ番号	製品名	入数単位
28500	Restek Electronic Leak Detector (持ち運び用ケース、ユニバーサル充電器セット[日本、米国、ヨーロッパ、英語、オーストリア]、6-ftのUSBケーブルを含む)	1



メソッドのカスタマイズが必要ですか？

EZGC Chromatogram modelerに目的化合物を入力するだけで、最適化されたメソッド条件をすぐに作成できます。

Try it now!





8270 Calibration Mix #1

2000 µg/mL, Methylene Chloride, 1 mL/ampul

カタログ番号	内容	入数単位
31618	Benzoic acid (65-85-0)	2-Methylphenol (o-cresol) (95-48-7)
	4-Chloro-3-methylphenol (59-50-7)	3-Methylphenol (m-cresol) (108-39-4)
	2-Chlorophenol (95-57-8)	4-Methylphenol (p-cresol) (106-44-5)
	2,4-Dichlorophenol (120-83-2)	2-Nitrophenol (88-75-5)
	2,6-Dichlorophenol (87-65-0)	4-Nitrophenol (100-02-7)
	2,4-Dimethylphenol (105-67-9)	Pentachlorophenol (87-86-5)
	4,6-Dinitro-2-methylphenol (Dinitro-o-cresol) (534-52-1)	Phenol (108-95-2)
	2,4-Dinitrophenol (51-28-5)	2,3,4,6-Tetrachlorophenol (58-90-2)
	Dinoseb (88-85-7)	2,4,5-Trichlorophenol (95-95-4)
		2,4,6-Trichlorophenol (88-06-2)

8270 Calibration Mix #2

2000 µg/mL, Methylene Chloride:Methanol (85:15), 1 mL/ampul

カタログ番号	内容	入数単位
31619	Aniline (62-53-3)	3-Nitroaniline (99-09-2)
	Benzidine (92-87-5)	4-Nitroaniline (100-01-6)
	4-Chloroaniline (106-47-8)	N-Nitrosodimethylamine (62-75-9)
	3,3'-Dichlorobenzidine (91-94-1)	N-Nitroso-di-n-propylamine (621-64-7)
	Diphenylamine (122-39-4)*	Pyridine (110-86-1)
	2-Nitroaniline (88-74-4)	

*N-ニトロジフェニルアミンは反応性が高く、混合物中の他成分の早期分解を誘発する可能性があります。そのため、本混合物の調整にはジフェニルアミンが使用されています。

8270 Calibration Mix #5

2000 µg/mL, Methylene Chloride, 1 mL/ampul

カタログ番号	内容	入数単位
31995	Acenaphthene (83-32-9)	Dibenz[a,h]anthracene (53-70-3)
	Acenaphthylene (208-96-8)	Fluoranthene (206-44-0)
	Anthracene (120-12-7)	Fluorene (86-73-7)
	Benz[a]anthracene (56-55-3)	Indeno[1,2,3-cd]pyrene (193-39-5)
	Benzo[a]pyrene (50-32-8)	1-Methylnaphthalene (90-12-0)
	Benzo[b]fluoranthene (205-99-2)	2-Methylnaphthalene (91-57-6)
	Benzo[g,h,i]perylene (191-24-2)	Naphthalene (91-20-3)
	Benzo[k]fluoranthene (207-08-9)	Phenanthrene (85-01-8)
	Chrysene (218-01-9)	Pyrene (129-00-0)

お見積りやご購入などのご相談は…

こちらからお問い合わせ下さい!



Acid Surrogate Mix (4/89 SOW)

2000 µg/mL, Methanol, 1 mL/ampul

カタログ番号	内容	入数単位
31025	2-Fluorophenol (367-12-4) Phenol-d6 (13127-88-3) 2,4,6-Tribromophenol (118-79-6)	1



Base Neutral Surrogate Mix (4/89 SOW)

1000 µg/mL, Methylene Chloride, 1 mL/ampul

カタログ番号	内容	入数単位
31024	2-Fluorobiphenyl (321-60-8) Nitrobenzene-d5 (4165-60-0) p-Terphenyl-d14 (1718-51-0)	1

Revised SV Internal Standard Mix

4000 µg/mL, Methylene Chloride, 1 mL/ampul

カタログ番号	内容	入数単位
31886	Acenaphthene-d10 (15067-26-2) Chrysene-d12 (1719-03-5) 1,4-Dichlorobenzene-d4 (3855-82-1) 1,4-Dioxane-d8 (17647-74-4) Naphthalene-d8 (1146-65-2) Perylene-d12 (1520-96-3) Phenanthrene-d10 (1517-22-2)	1

GC-MS Tuning Mix

1000 µg/mL, Methylene Chloride, 1 mL/ampul

カタログ番号	内容	入数単位
31615	Benzidine (92-87-5) 4,4'-DDT (50-29-3) DFTPP (decafluorotriphenylphosphine) (5074-71-5) Pentachlorophenol (87-86-5)	1

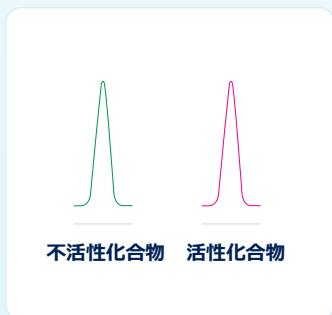
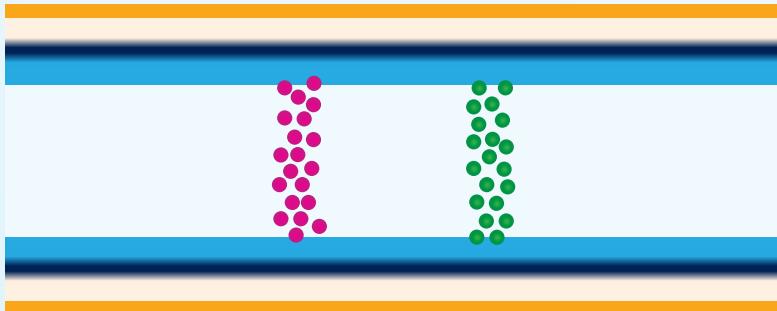


RMX が優れている理由とは？

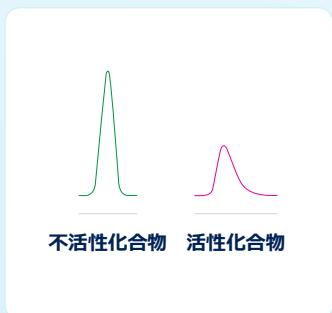
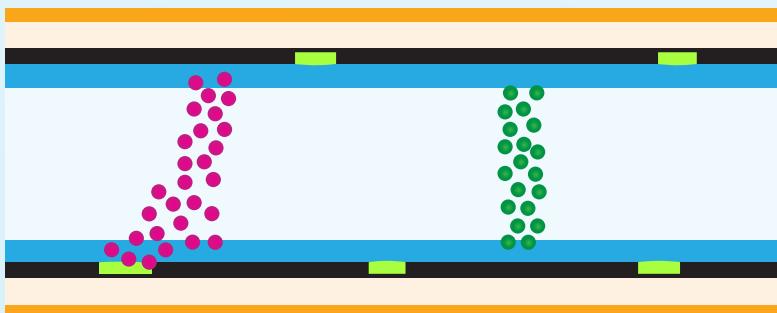
高い効果を発揮するTriMax不活性化処理が、不要な表面相互作用から化合物を保護し、幅広い化合物に対してピーク形状と感度を大きく向上させます。



TriMax 不活性化処理あり



TriMax 不活性化処理なし



- 不活性化合物：
アルカン, アルケン, アルキンなど
- 活性化合物：
酸, 塩基, アルコール, エステル, エーテルなど
- 残存活性点

RMXカラムに関する
最新情報はこちらから！



Restekの特許および商標に関する情報については、www.restek.com/patents-trademarksをご覧下さい。Restekからの情報配信や停止設定について変更をご希望の場合は、www.restek.com/subscribeより手続きが可能です。販売に関するお問合せやその他のご質問は、直接弊社までお気軽にご連絡ください。

© 2026 Restek Corporation. All rights reserved.

www.restek.com

Lit. Cat.# EVAN5255-JA

