



Atomx P&T- 7890B GC/ 5977A MSD を使用した、かび臭原因物質の 高感度分析

<要旨>

Atomx P&T-7890B/ 5977A MSD (エクストラクタイオン源)という最新の装置構成における、かび臭原因物質の2-メチルイソボルネオール(2-MIB)、ジェオスミンの高感度分析の検討を行いましたので、その結果を報告します。

また、塩析の省略化、妨害成分が検出された際に他のイオンを使用するといった、実用的手法及び、コスト削減につながるシステム構成についても紹介します。

Key Words: Atomx, 7890B GC, 5977A MSD, エクストラクタイオン源, 2-MIB, ジェオスミン, キャリアガス切り替えスイッチモジュール

* * * * *



1. はじめに

2013年2月にリリースされた5977A シリーズ MSDには新しいイオン源としてエクストラクタイオン源が加わりました。このイオン源を使用することにより、四重極に導入され、検出器に到達するイオン量が増加し、より高感度の分析が可能となりました。

また、Atomx パージ&トラップ(P&T)は最新の不活性化処理、U 字管トラップの採用により、安定的な分析が可能な装置です。さらに自動希釈機能、内部標準物質(IS)の可変ボリューム添加機能といった高機能を兼ね備えた最新の装置です。

本アプリケーションノートでは、Atomx P&T-7890B/5977A を使用したかび臭原因物質の分析例を紹介します。この中では塩析の省略、ターゲットイオンの変更、キャリアガスの節約といった手法を用いる方法も解説します。

2. 分析条件

7890B/5977A

キャリアガス: ヘリウム

注入口温度: 150°C

ライナー: Ultra inert direct liner(P/N: 5190-4047)

注入: スプリット 20:1

カラム: VF-5ms (25m, 0.2mm, 0.33µm, P/N: CP8936)

キャリアガス: ヘリウム 1mL/min

オープン:

40°C(1min)-10°C/min-180°C-20°C/min-280°C

イオン源温度: 250°C, 四重極温度: 180°C

チューニング: オートチューニング(Etune)

測定モード: SIM

溶媒待ち時間: 7min

Atomx P&T

キャリアガス(パージガス): 窒素(高純度窒素発生装置より供給)

サンプル量: 20mL

塩析: なし

パージ温度、時間: 40°C, 12min

トラップ管: Trap1A (P/N: 5188-1447)

3. サンプル調製、および分析

メスフラスコを使用し、100 ppt の標準溶液を作成しました。この溶液を、P&T 用の 40mL バイアル瓶を満水にしてサンプルとしました。なお、塩析は行っていません。100 ppt 標準溶液を自動希釈機能を使用し、1, 2, 4, 10, 20, 50, 100 ppt の検量線を作成しました。また、内部標準物質の 2,4,6-トリクロロアニソール(TCA)-d3 はメタノールで希釈し Atomx の内部標準自動添加用のボトルに入れ、自動添加しました。

標準試薬には 2-MIB、ジェオスミン混合標準液および、2,4,6-TAC-d3(和光純薬工業)を使用しました。

また 1 ppt の感度及び再現性を評価するため、自動希釈機能を用いて 1 ppt 溶液の繰り返し再現性を算出しました。このため、繰り返し再現性の評価結果から、GC/MS システムの再現性に加え、Atomx の自動希釈機能の再現性を評価することが可能です。

下記には Atomx に搭載されており、今回使用した主な機能を挙げました。

A. サンプルの自動希釈

100:1, 50:1, 25:1, 10:1, 5:1, 2:1, 1:1(希釈なし)から選択可能。

B. 自動ブランク水サンプリング



Agilent Technologies

希釈水から自動サンプリングを行い、システムブランクの評価が可能。

C. 自動内部標準物質(IS)添加

1, 2, 5, 10, 20 μ L から選択可能。3つのボトルそれぞれで異なる量を選択可能。

また、図2には1-100 pptの検量線を示しました。システム性能(主に自動希釈性能)を確認するため外部標準法で示しました。両化合物ともに1-100 pptの直線性は $r^2=0.999$ 以上であり、非常に良好な直線性が得られました。

4. 分析結果

クロマトグラムおよび、直線性

図1には、1 pptのSIM 積算クロマトグラムを示しました。モニターしたイオンは下記の通りです。
内部標準物質の2,4,6-TCA-d3は20pptです。

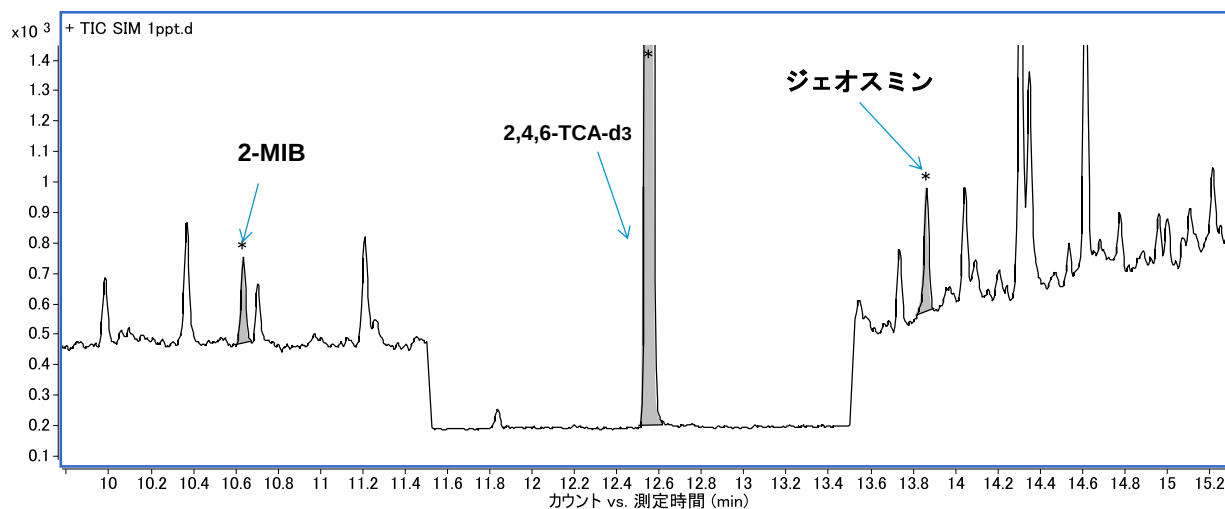


図1. 1pptのSIM 積算クロマトグラム。(2,4,6-TCA-d3は20ppt)

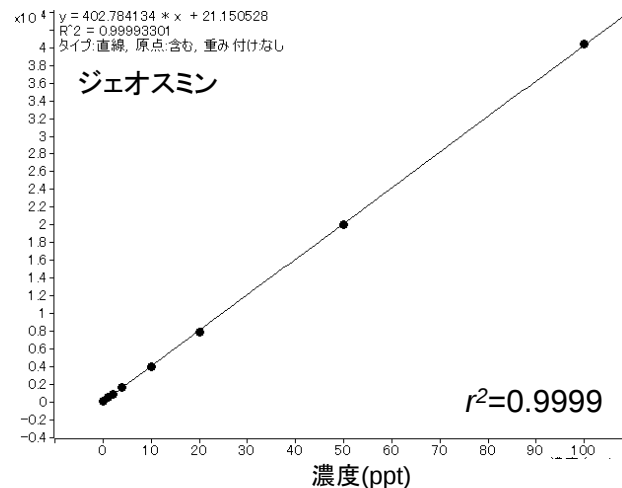
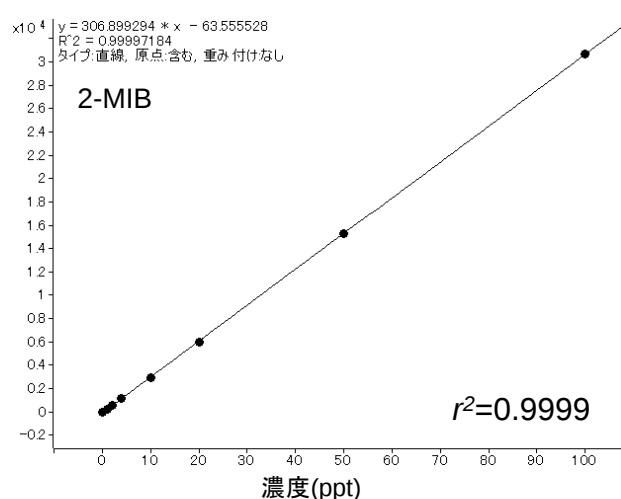


図2. 2-MIB (m/z: 95)及び、ジェオスミン(m/z:112)の検量線

分析回数	2-MIB	ジェオスミン	2,4,6-TCA-d3
1	257	383	8663
2	250	386	8754
3	257	384	8572
4	272	369	7778
5	257	370	7974
6	256	392	8032
平均値	258	381	8296
標準偏差	7.3	9.2	415
%RSD	2.8	2.4	5.0

表1. 2-MIB、ジェオスミン及び、2,4,6-TCA-d3の繰り返し再現性(n=6, %RSD)
2-MIB 及び、ジェオスミンは 1ppt
2,4,6-TCA-d3 は 20ppt



繰り返し再現性および、感度

表 1 には 2-MIB 及ジェオスミンの繰り返し再現性 ($n=6$, %RSD)を示しました。両化合物ともに繰り返し再現性は 3%以内の良好な再現性が得られました。この結果より、GC/MS システム及び Atomx の自動希釈性能が非常に安定していることが確認できました。

図 3 には 2-MIB(m/z : 95, 107, 108, 135)、ジェオスミン(m/z : 112, 111, 125, 126)、1 ppt の SIM クロマトグラムを示しました。両化合物ともに、1 ppt において、選択したイオンのすべてで検出ができています。このため、特に 2-MIB のターゲットイオン m/z :95 は妨害成分による干渉が問題になるケースが多いことが知られていますが、他のイオンをターゲットに変更することで、再分析を行う必要がなくなり、分析効率の向上が期待されます。

このため、本システムにおけるターゲットイオンが他の成分から妨害を受けた場合の対処方法は以下の通りです。

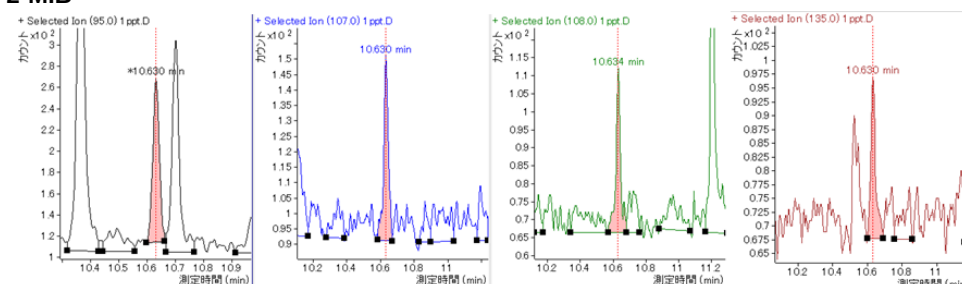
- ① ターゲットイオンの変更(下記参照)
- ② GC オープンプログラムの変更
- ③ 分離カラムの変更(VF-5ms から HP-5ms など)

ターゲットイオンの変更

MassHunter 定量ソフトウェアでは非常に簡単にターゲットイオン、クオリファイアイオンの変更等を行う事が可能です。MassHunter 定量→メソッド→編集→化合物の設定で下記テーブルより選択するイオンを決定するという非常に簡単な手順でターゲットイオンを変更した再解析を行う事が可能です。

定量対象化合物					
化合物名	TS	スキャン	タイプ	m/z	RT
2-MIB	1	SIM	ターゲット	95.0	10.630
2,4,6-TCA-d3	2	SIM	ターゲット	95.0	12.550
ジェオスミン	3	SIM	ターゲット	107.0	13.860
				108.0	
				111.0	
				112.0	
				125.0	
				126.0	
				135.0	

2-MIB



ジェオスミン

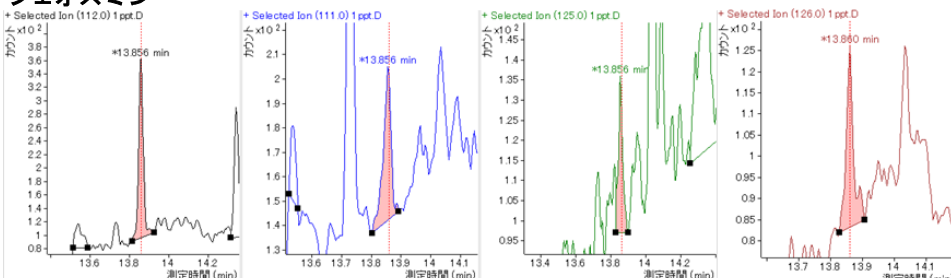


図 3. 2-MIB 及び、ジェオスミンの SIM クロマトグラム
2-MIB: 左から m/z : 95, 107, 108, 135
ジェオスミン: 左から m/z : 112, 111, 125, 126

5. ヘリウムガスの節約

ヘリウムガスの供給不足、価格の高騰に備え、常にヘリウムガスの使用量を減らす必要があります。Atomx P&T は標準で窒素ガスでのパージに対応しているため、ヘリウムガスの消費量を大幅に削減することができます。さらに 7890B GC はガスセーバー機能を搭載しているため、待機時、および分析開始、数分後から 15mL/min までヘリウムガス流量を減らすことが可能です。

更にヘリウムガスを節約する方法として、分析時のみヘリウムを使用し、待機時には他のガス(窒素ガス)を流す、**キャリアガス切り替えスイッチモジュール**を使用する事が有効です。

このモジュールにはキャリアガスとして使用するヘリウムと窒素ガスを配管します。シーケンス分析が終了したら直ちに、7890B/ 5977AMSD をスリープモードに設定することで、待機時にキャリアガスを窒素ガスに自動で切り替えることが可能です。

シーケンスステップ						
名前	バイアル	メソッドファイル	データファイル	タイプ	キーワード	コメント
96 Water		96 7697... H2.M	Water 96	サンプル		
97 Water		97 7697... H2.M	Water 97	サンプル		
98 Water		98 7697... H2.M	Water 98	サンプル		
99 Water		99 7697... H2.M	Water 99	サンプル		
100 0.5ppb		100 7697... H2.M	0.5ppb-97	サンプル		
101					キーワード	GC Sleep Helium→N2

7. まとめ

5977A エクストラクタイオン源により従来の P&T 条件(塩析なし)において高感度な分析が可能でした。このため、ターゲットイオン及び、クオリファイアイオンについて比較的十分な強度を得られるため、必要に応じてターゲットイオンの変更を行った再解析を MassHunter 定量ソフトウェアで簡単に行う事が可能です。

また、Atomx による自動希釈によるサンプル調製時間の削減、キャリアガス切り替えスイッチによるヘリウムガスのコスト削減など、非常に効率的な分析を行えるシステムの構築が可能です。

【GC-MS-201307AZ-002】

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる障害について一切免責とさせていただきます。また、本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1
www.agilent.com/chem/jp



Agilent Technologies