

ページ・トラップーシングル四重極 GC/MS による水中のかび臭原因物質 の分析

AQUATek LVA / Lumin – 8860GC / 5977B MSD
(エクストラクタイオン源) による微量分析



Lumin ページ・トラップ



AQUATek LVA オートサンブラ

Authors

大塚剛史

中村李

アジレント・テクノロジー
株式会社

要旨

最新のページ・トラップ装置とルーチン分析に適した 8860 GC / 5977B MSD を用いて、水中のかび臭原因物質の分析を検討しました。その結果、塩析不要、液体窒素を用いるクライオトラップ不要、さらに全量導入法を適用せずに、良好な精度にて 1 ng/L レベルのかび臭原因物質の測定が可能となりました。検量線の直線性および各濃度ポイントの真度などについて検討した結果を報告します。

Key word：かび臭原因物質、ページ・トラップ

1.はじめに

かび臭原因物質（2-メチルイソボルネオール(2-MIB)、ジェオスミン）は水質基準項目において、基準値が0.00001 mg/L（10 ng/L）以下と最も低く、微量分析に適した測定方法（測定装置）が必要です。実際、その1/10濃度である1 ng/Lレベルから測定する 경우가多く、水道法では、ダイナミックヘッドスペース（ページ・トラップ法）、スタティックヘッドスペース、固相抽出、固相マイクロ抽出と複数の濃縮手法が規定されており、いずれかとGC/MSを組み合わせた分析が行われています。

近年のページ・トラップ法は装置のサンプルパスの不活性化により、吸着や分解が抑制され、再現性の良い結果が得られやすくなりました。今回使用したLumin/ページトラップ装置は、MCS（Moisture Control System）が改良され、水分除去効率が効率が向上し、また、トラップ管へのアクセスおよび交換作業が容易となり、日常のメンテナンス性が向上しました。

ルーチン分析に適した8860GCにより、測定上問題のない安定した試料導入や保持時間を得ることができます。エクストラクタイオン源を搭載したGC/MSにより、塩析を行わずに、また、クライオトラップを用いなくても十分な感度で検出できます。

本アプリケーションノートでは、AQUATek LVA / Lumin - 8860GC / 5977B MSDシステムにより、かび臭原因物質分析を検討した結果を紹介します。

2. 測定条件

【GC】 Agilent 8860 GC

注 入 法 : パルスドスプリット (10 : 1), 35 psi
注入口温度 : 150°C
注入口ライナ: ストレート、ウルトラライナート
(p/n 5190-4047)
カ ラ ム : VF-5MS (25 m, 0.2 mm, 0.33 μ m)
(p/n CP8936)
カラム流量 : 1.0 mL/min (constant flow)
カラム温度 : 40°C (3 min) - 8°C/min - 170°C
- 20°C/min - 280°C (2 min)

【MS】 Agilent 5977B MSD

イオン源種類: エクストラクタイオン源
(6 mmレンズ: p/n G3870-20448)
イオン源温度: 280°C
四重極温度 : 150°C
取込みモード: SIM (m/z : 95, 107, 108, 111, 112, 125,
195, 213, 215)

8860GCはルーチン分析に適したGCです。タッチパネルから各パラメータの設定値および実測値を確認できます。



図1 8860GC / 5977B MSD

【Purge・Trap】 Teledyne Tekmar AQUATek LVA - Lumin

ト ラ ッ プ 管 : #1A
サンプルループ : 25 mL
パ ー ジ 流 量 : 100 mL/min (N₂)
パ ー ジ 時 間 : 15 min

かび臭原因物質は市販JCSS標準液を用いました。

3.分析結果

3-1 1 ng/Lレベルの感度（クロマトグラム）

図1にブランクと1 ng/L標準試料の定量イオンによるSIMクロマトグラムを示しました。ブランクとの比較から1 ng/Lレベルが干渉なく検出されていることを確認でき、塩析無し、スプリット注入の条件下であっても、いずれの化合物も水質基準の1/10濃度をS/N>20（peak to peakによる算出）の十分な感度で検出できました。

また、1 ng/L標準試料を連続測定した再現性(RSD%, n=8)はいずれも5%以下であり、1 ng/Lレベルを良好な精度で測定可能でした。

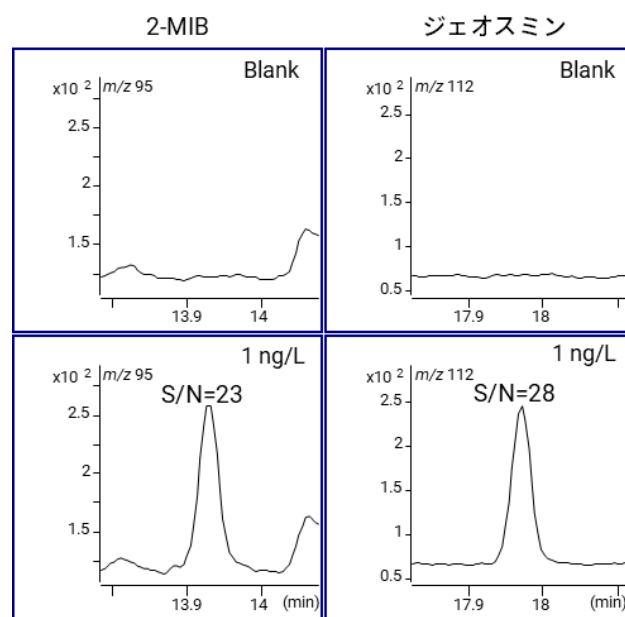


図2. ブランクおよび 1 ng/L 標準試料のSIMクロマトグラム

3-2 検量線

図3に2,4,6-トリクロロアニソール-d3を内部標準化合物として用いた検量線（直線、原点を含まない、重み付けなし）の一例を示しました。0.5, 1, 2, 5, 10 ng/Lの範囲で検量線を作成した結果、いずれも決定係数(R²)は0.999以上の良好な直線性を示しました。

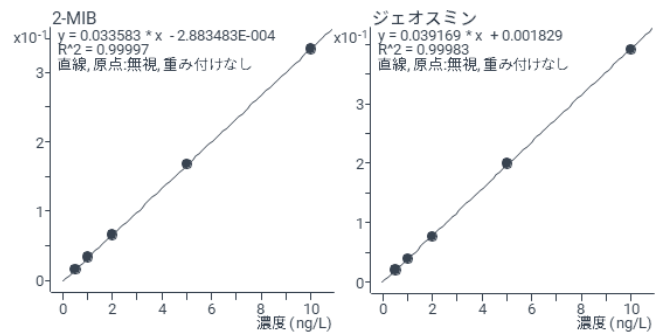


図3. 2-MIBおよびジェオスミンの検量線

3回作成した検量線の各濃度における真度を表1に示しました。いずれの濃度ポイントにおいて、88～104%以内の真度が得られました。また、平衡精度(n=3)は8%以内であり、0.5 ng/Lレベルからの測定が可能でした。

表1. 検量線各濃度の真度および精度

化合物	調製濃度	定量値 (ng/L)			平均値	真度	併行精度
	ng/L	1回目	2回目	3回目	ng/L	%	RSD%
2-MIB	0.5	0.44	0.48	0.51	0.48	88～102	7.2
	1	0.92	1.02	0.95	0.96	92～102	5.3
	2	2.06	1.99	1.94	2.00	92～102	2.9
	5	5.17	5.03	5.17	5.12	101～104	1.6
	10	9.91	9.99	9.93	9.94	99～100	0.39
	決定係数	0.999	1.000	0.999			
ジェオ スミン	0.5	0.45	0.50	0.46	0.47	90～99	5.0
	1	0.91	1.00	0.95	0.95	91～100	4.7
	2	2.08	1.95	1.99	2.01	98～104	3.1
	5	5.14	5.09	5.18	5.14	102～104	0.92
	10	9.93	9.97	9.92	9.94	99～100	0.26
	決定係数	0.999	1.000	0.999			

3-3 キャリーオーバー

100 ng/Lの標準試料測定後にブランクを測定したクロマトグラムを図4に示します。0.5 ng/Lとの比較から100 ng/Lレベル測定後であっても、キャリーオーバーが小さいことを確認できます。

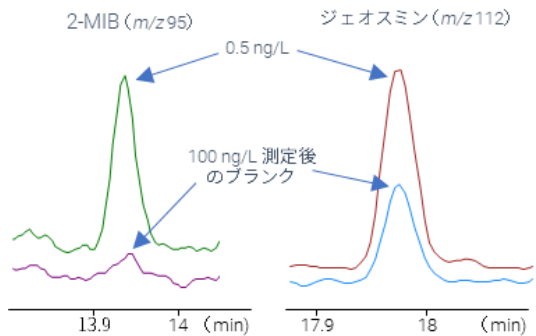


図4. 100 ng/L 試料測定後のSIMクロマトグラム

3-4 水道水の分析

弊社実験室の水道水を測定した結果、2-MIBは1 ng/L程度、ジェオスミンは0.5 ng/L未満の濃度レベルで検出されました。標準添加(1 ng/L)した水道水を5回測定した真度と併行精度を表2に示しました。真度(回収率)は96.6～111%であり、また、併行精度(RSD%, n=6)は5%以下の良好な結果が得られました。

表2.標準添加(1ng/L)した水道水の真度および併行精度

化合物	真度 % (n=6)						RSD%
2-MIB	111	103	103	100	100	96.6	4.82
ジェオ スミン	111	105	102	101	107	113	4.47

4.まとめ

AQUATek LVA / Lumin – 8860GC / 5977B MSD(エクストラクタイオン源)により、塩析なし、クライオトラップなし、スプリット注入であっても、1 ng/L以下の濃度レベルのかび臭原因物質を精度よく測定できました。また、検量線の直線性、各濃度ポイントの真度および併行精度は良好な結果であり、水道水の分析に問題なく適用可能であることが確認されました。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタマコンタクトセンタ

0120-477-111

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いません。
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。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2020

Printed in Japan, October 21, 2020

GC-MS-2020100T-001