

# 水素キャリアガス専用の Hydrolnert イオン源を用いたパージ・トラップ -GC/MS によるカビ臭原因物質の分析

## 著者

中村李  
大塚剛史

アジレント・テクノロジー株式会社

## 要旨

昨今のヘリウムガス供給不足を受け、代替キャリアガスによる分析の需要が高まっています。

Hydrolnert イオン源は、水素キャリアガスに伴う感度の低下やマススペクトルの変化を低減するように設計された水素キャリアガス専用イオン源です。

本アプリケーションノートでは、Hydrolnert イオン源を用い、パージ・トラップ-GC/MS システムによるカビ臭原因物質の分析を行いました。検量線の直線性、各濃度ポイントの真度、併行精度について良好な結果が得られ、水道水質分析に水素キャリアガスを問題なく適用できることが確認できました。

## 1. はじめに

ヘリウムガスは、世界的な需給の逼迫により価格が高騰しており、入手困難な状況が続いています。カビ臭原因物質は、水道水において日常的にモニターしなければならない項目で、LC/MS 法への代替が困難なページ・トラップ-GC/MS 法やヘッドスペース-GC/MS 法が採用されています。このような水道水質分析においてもヘリウムガスの消費量をなるべく抑えたいというニーズが高まっており、これに対して、キャリアガスに水素、窒素などの代替ガスを使用するアプローチがあります。一般に、代替キャリアガスによる GC/MS 分析はヘリウムキャリアガスの時と比較すると検出感度が低下する傾向が見られますが、測定条件を最適化することにより、感度低下を小さくすることが可能です。

水素キャリアガスは、窒素キャリアガスと比較して減感の度合いが小さく、微量分析における代替キャリアガスの第一候補となります。しかし、水素ガスは還元性のガスであるため、対象成分によってはマススペクトルが変化し、ライブラリー一致率が低下することがあります。HydroInert イオン源は、特殊な表面処理により、感度の低下やスペクトルの変化を低減することができます。

本アプリケーションノートでは、HydroInert イオン源を用いたページ・トラップ-GC/MS によるカビ臭原因物質の分析結果を紹介します。

## 2. 測定条件

### 【GC】 Agilent 8860 GC

注入法 : パルスドスプリット (5 : 1)、35 psi  
 注入口温度 : 150 °C  
 注入口ライナ : ストレート、ウルトライナート (p/n 5190-4047)  
 カラム : VF-5ms (25 m、0.2 mm、0.33 μm) (p/n CP8936)  
 カラム流量 : 0.7 mL/min (constant flow)  
 カラム温度 : 40 °C (3 min) - 8 °C/min - 170 °C - 20 °C/min - 280 °C (3 min)

### 【MS】 Agilent 5977B MSD

イオン源種類 : HydroInert イオン源 (9 mm レンズ : p/n G7078-20909)  
 イオン源温度 : 280 °C  
 四重極温度 : 150 °C  
 取込みモード : SIM

### 【Purge・Trap】 Teledyne Tekmar AQUATEk LVA - Lumin

トラップ管 : #1A  
 サンプルループ : 25 mL  
 ページ流量 : 100 mL/min (N<sub>2</sub>)  
 ページ時間 : 15 min

## 3. 分析結果

### 3-1. マススペクトル

図 1 には、Scan モードで測定した際の従来のイオン源、HydroInert イオン源のマススペクトルを示しました。従来のイオン源ではスペクトルのパターンが変化する場合がありますが、HydroInert イオン源を使用することで、スペクトルパターンが変化し難くなります。

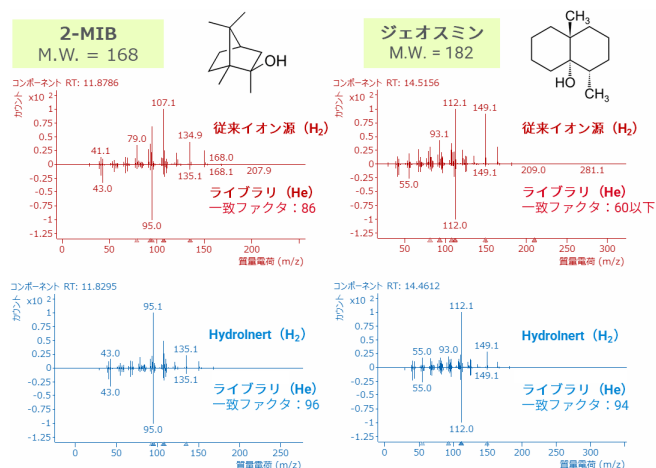


図 1. 従来のイオン源 (上段) と HydroInert イオン源 (下段) のマススペクトル

### 3-2. 1 ng/L 標準試料の感度 (クロマトグラム)

図 2 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、いずれの化合物も水質基準の 1/10 濃度を S/N > 10 (peak to peak による算出) の十分な感度で検出できました。

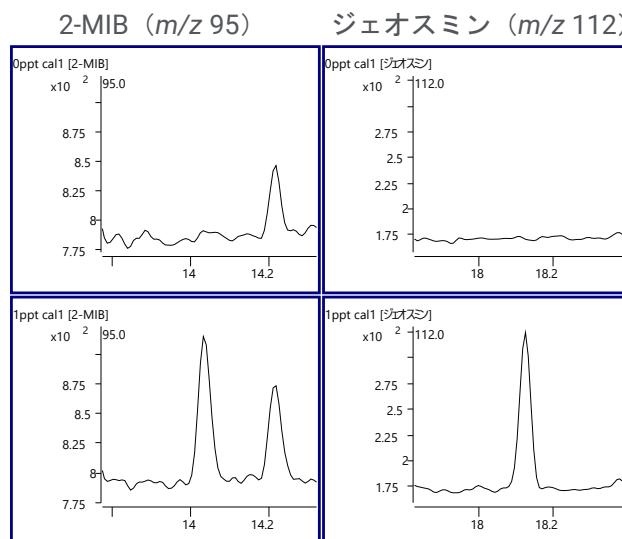


図 2. ブランクおよび 1 ng/L 標準試料の SIM クロマトグラム

### 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。1、2、5、10、20 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。

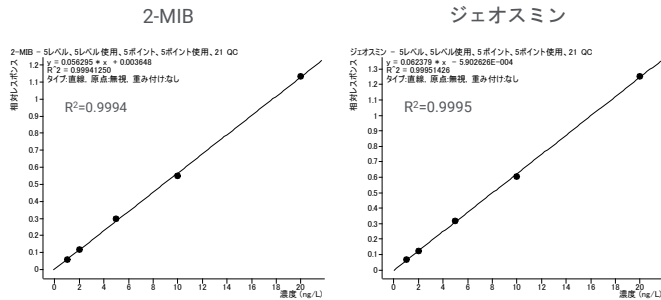


図 3. 2-MIB およびジェオスミンの検量線

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も、93.7～106.2% の範囲で真度が得られました。また、平衡精度（n=3）は 5.09% 以下でした。

表 1. 検量線各濃度の真度および精度

	調製濃度 ng/L	定量値 ng/L			平均値 ng/L	精度 RSD%	真度 %	
		1 回目	2 回目	3 回目			最小値	最大値
2-MIB2	1	0.95	0.99	0.94	0.96	2.69	93.7	98.7
	2	2.04	1.89	1.90	1.94	4.22	94.7	101.9
	5	5.21	5.03	4.98	5.07	2.40	99.5	104.2
	10	9.71	10.17	10.33	10.07	3.24	97.1	103.3
	20	20.09	19.92	19.85	19.95	0.62	99.3	100.5
	決定係数	0.9994	0.9998	0.9994				
ジェオスミン	1	1.06	0.96	1.00	1.01	5.09	95.9	106.2
	2	2.01	1.91	1.95	1.96	2.44	95.7	100.4
	5	5.11	5.06	4.78	4.98	3.52	95.6	102.2
	10	9.70	10.15	10.41	10.09	3.52	97.0	104.1
	20	20.12	19.92	19.86	19.97	0.68	99.3	100.6
	決定係数	0.9995	0.9998	0.9990				

### 3-3. 1 ng/L 標準試料の繰り返し測定の実験的再現性

1 ng/L の標準試料の連続分析を行った結果を表 2 に示しました。併行精度（RSD%, N=5）は、4.32% 以下と良好な結果が得られました。

表 2. 検量線各濃度の真度および精度

	定量値 ng/L					RSD%	真度 % の 平均値
	1 回目	2 回目	3 回目	4 回目	5 回目		
2-MIB	0.94	0.99	0.92	0.95	1.02	4.32	96.3
ジェオスミン	1.03	1.00	1.02	1.00	1.01	1.34	101.0

### 3-4. キャリーオーバー

50 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。1 ng/L との比較から 50 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。

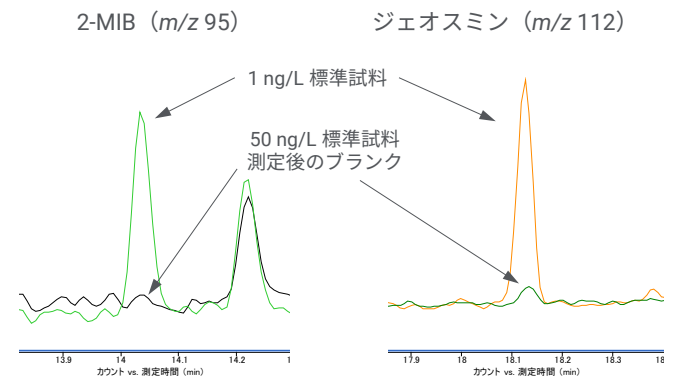


図 4. 50 ng/L 標準試料測定後のブランクの SIM クロマトグラム

## 4. まとめ

HydroInert イオン源を使用することで、水素キャリアガスによるスペクトルパターンの変化を低減することができました。また、検量線の各濃度ポイントの真度および併行精度において、妥当性評価ガイドラインを満たす結果が得られました。本検討により、水素キャリアガスを使用しても、水道水の分析に問題なく適用可能であることが確認できました。

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。

DE28385818

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2022

Printed in Japan, July 28, 2022

5994-5215JAJP