

新型 P&T システム Stratum を用いた カビ臭原因物質の高感度分析と高速分析



<要旨> Stratum P&T システムは従来の P&T システムと比較し、低デットボリュームが極めて少なく、かつ不活性な仕様となっており、微量分析の高感度化、キャリーオーバーの低減に非常に有効な装置です。さらに Agilent の 7890A/5975CTAD システム、キャピラリ・フロー・テクノロジー (CFT) と組み合わせることにより、効率的な分析が可能となります。

Key Words: Stratum、7890A/5975CTAD、キャピラリ・フロー・テクノロジー(CFT)、2-MIB、ジェオスミン

1. はじめに

カビ臭原因である 2-メチルイソボルネオール (MIB)、ジェオスミンは規制値が 10ppt と非常に低いうえに、実際には規制値の 1/10 である 1ppt までの検出が分析装置に求められます。

P&T による分析法はヘッドスペース法による分析と比較し、濃縮が可能、水分除去ができる点など、高感度分析において様々な利点があります。

一方で装置構成が複雑となり、カラム交換に時間を要する事や、サンプルパスが長くなる事による目的成分の吸着、キャリーオーバーが問題となるケースが見受けられます。新型の P&T システム Stratum ではこれらの問題を解決できるような仕様となっているのに加えて Agilent GC/MS システムと組み合わせることにより効率的な分析が可能となります。

2. 測定条件

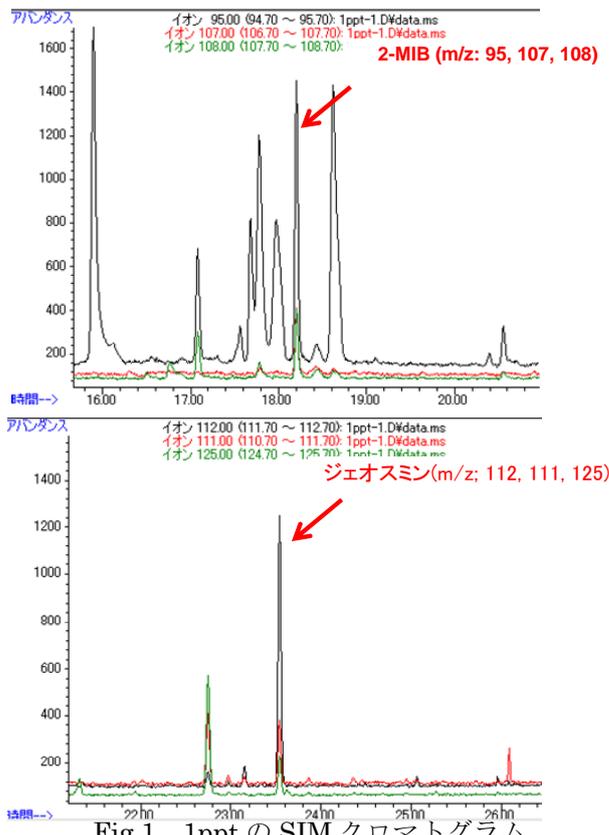
装置 : Agilent 7890 GC/5975C TAD
カラム : DB-5MS ウルトライナート
30m, 0.25mm, 0.25 μ m
注入法 : パルスドスプリット 3:1
パルス圧 : 28psi 4min
注入口温度 : 220 $^{\circ}$ C
オープン : 40 $^{\circ}$ C(5min)-6 $^{\circ}$ C/min-155 $^{\circ}$ C
-25 $^{\circ}$ C/min-260 $^{\circ}$ C(3min)
カラム流量 : 1.2 ml/min
インターフェース温度: 240 $^{\circ}$ C
イオン源温度 : 230 $^{\circ}$ C
四重極温度 : 150 $^{\circ}$ C
ドローアウトプレート: 6mm
サンプル量 : 20ml
塩析 : あり

3. 結果

2-MIB、ジェオスミン各 1ppt の SIM クロマトグ

ラムを Fig.1 に示しました。両化合物ともに、S/N 比が 50 以上と非常に高感度な結果が得られてました。

また、1, 5, 10, 50, 100 ppt での検量線の決定係数は $r^2=0.999$ と良好な直線性が得られました。100ppt を分析した後、ブランク水を分析し、システムのキャリーオーバーを確認すると、1ppt 以下とキャリーオーバーが極めて少ないことが確認できました。これらの結果は、P&T-GC/MS システム全体が、非常に低デットボリュームであり、不活性度に優れていることを示しています。



4. 高速分析

Stratum-7890A/5975CTAD システムでは上記のように高感度分析が安定して達成できます。しかし、従来のメソッドでは分析時間が 30 分程度、システムでのサイクルタイムは 40 分程度と時間がかかってしまいます。そこで Stratum メソッドの最適化と、Agilent の CFT を組み合わせることにより、サイクル時間が 20 分、1 時間に 3 検体の処理が可能なメソッドを提供することが可能になりました。

CFT のデバイスには一番シンプルなページ付きユニオンを使用することにより、

- ・バックフラッシュによる時間の短縮
 - ・ベントなしでの分析カラムの交換
- が実現されます。

5. 高速分析条件

カラム : DB-5MS ウルトライナート

20m, 0.18mm, 0.18 μ m(分析カラム)

0.85m, 0.15mm, 0.15 μ m(リストリクタ)

注入法 : パルスドスプリット 8:1

注入口温度 : 200 $^{\circ}$ C

オープン : 40 $^{\circ}$ C(3min)-12 $^{\circ}$ C/min-160 $^{\circ}$ C

180 $^{\circ}$ Cで 5 分間バックフラッシュ

サンプル量 : 20ml

塩析 : なし

その他の条件は上記 2.測定条件と同一。

6. 高速分析結果

高速分析メソッドによる標準溶液、1ppt の SIM クロマトグラムを Fig.2 に示しました。1ppt においても Q-ion (確認イオン) で十分な感度が得られているため、実サンプルにおいてもピークの同定に心配がありません。また、検量線の結果も 1-100ppt において、決定係数 0.999 以上の良好な直線性、% RSD が 3% 程度の非常に良好な繰り返し再現性が得られました(1ppt, $n=6$)。

このメソッドで河川水の分析を行いました。SIM クロマトグラムを Fig.3 に示しました。実サンプルにおいては $m/z=95$ がマトリックスによる干渉を受けやすい例が多いですが、本メソッドでは十分な感度が得られるため、他の SIM で設定したイオンを使用して再解析することが可能です。

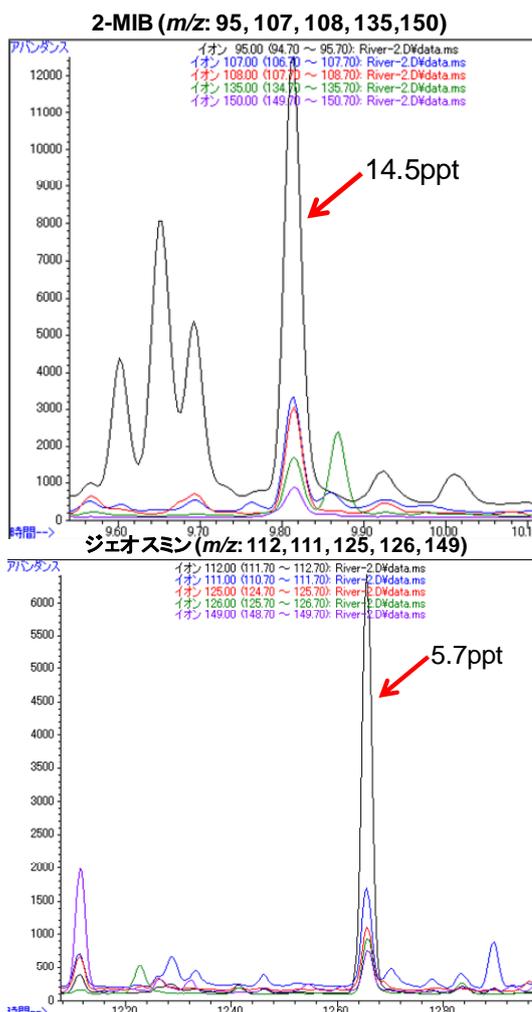


Fig.3 高速メソッドによる河川水の分析

Part 1

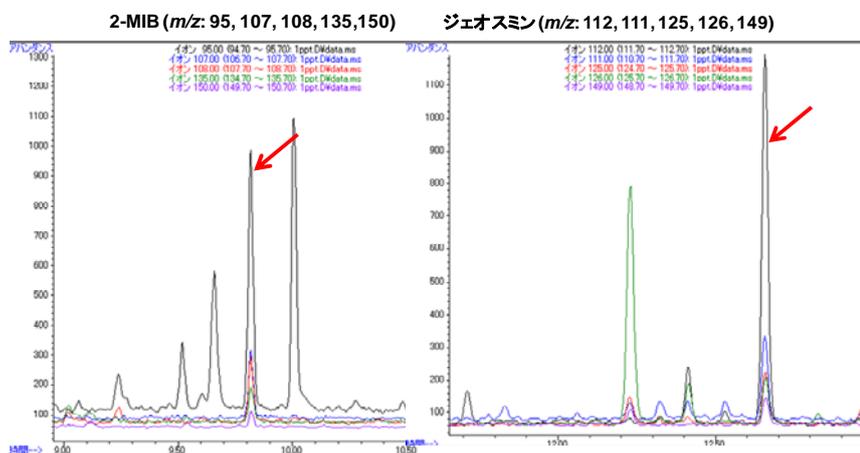


Fig.2 高速メソッドによる 1ppt の SIM クロマトグラム

【GCMS-201009AZ-002】

本資料に記載の情報、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