

KNT. R2111HD Application Data

## 高感度ヘッドスペースサンプラ “MS-62070 STRAP”の紹介 ③ — 長期安定性と耐久性の確認 —

【はじめに】

平成 16 年の水道法改正を受けて、カビ臭原因物質である 2-メチルイソボルネオール (2-MIB) 及びジエオスミンの分析法が水質基準項目に追加されたのは周知のことであるが、新水道法ではカビ臭原因物質分析手法として、従来の固相抽出-GC/MS 法及びパージ&トラップ-GC/MS 法に加えて、ヘッドスペース (HS)-GC/MS 法が新たに追加された。

HS-GC/MS 法に関しては、他 2 手法に比べて操作が簡単という特長があるが、一方で従来の HS 法では濃縮機構が無いために、カビ臭原因物質の定量下限値として求められる 0.000001 mg/L (1 ppt) という極低濃度の測定が困難であった。

そこで弊社では ① カビ臭原因物質の感度保証 (S/N ≥ 10 @ 1 ppt)、② トラップモード (濃縮) とループモード (従来の HS) の簡便な切り替え、③ 使い易い専用ソフトウェア、を備えた高感度ヘッドスペースサンプラ “MS-62070 STRAP” を開発し、発表した。

MSTips No. 118 では “MS-62070 STRAP” の本体概要と、カビ臭原因物質及び VOC のトラップモードにおける感度、再現性、相関性について報告し、No. 119 では VOC のループモードにおける感度、再現性、相関性について報告した。今回は “MS-62070 STRAP” の長期安定性と耐久性について報告する。

【耐久性確認測定】

Fig.1 に装置写真を、Table 1 に測定条件を示す。



Fig.1 “JMS-Q1000GC”+ “MS-62070 STRAP” picture

測定試料は多摩川河川水を採取し、1200 検体まで測定、50 検体毎にカビ臭原因物質標準試料 (1ppt) を測定した。

測定は全 1200 回を連続で行い、50 測定毎に上記カビ臭原因物質 1 ppt の S/N 及びマスロマトグラム面積値の再現性確認を行った。

Table 1 Operating conditions

HS条件		攪拌	
装置	MS-62070 STRAP	強度	強
対象化合物	カビ臭原因物質 (塩析有り)	時間	30 分
装置状態		攪拌後安定時間	5 分
サンプルループ	1 mL	加圧/サンプリング	
トラップ管	GL TRAP1	設定方法	圧力による設定
GCカラム	InertCap 0.25 mm × 30 m, 0.4 μm	加圧圧力	40 kPa
測定モード		加圧時間	10 秒
サンプリングモード	トラップ	トラップ/サンプルループ流量	20 SCCM
抽出回数	3	サンプリング終了時圧力	2 kPa
スタンバイ		ドライパージ時間	4 分 30 秒
トラップ/サンプルループ流量	20 SCCM	サンプリング後平衡時間	3 秒
サンプルロック温度	90 °C	GCインジェクション	
トランスファ温度	200 °C	トラップ管温度	220 °C
バルブロック温度	200 °C	時間	3 分
トラップ管温度	23 °C	トラップベイク	
サンプル加熱		トラップ管温度	230 °C
温度	90 °C	トラップ管流量	20 SCCM
時間	0 秒	時間	10 分
GC/MS条件			
装置	JMS-Q1000GC		
イオン源温度	280 °C		
GC-ITF温度	280 °C		
測定方法	SIM		
GCオープン条件	40 °C(3 min)→5 °C/min→150 °C(0 min)→30 °C/min→280 °C(5 min)		
キャリアーガス設定	定圧制御(15 psi)		

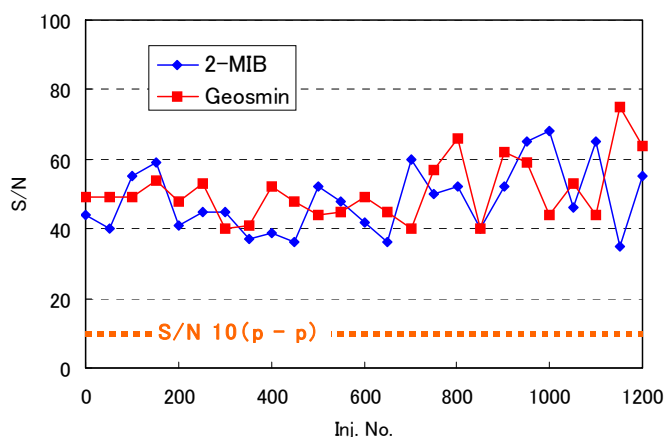


Fig.2 S/N (p – p) verification for 1200 continuous measurements

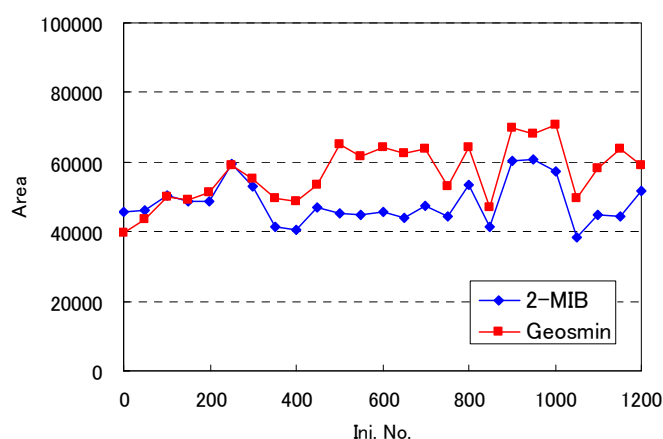


Fig.3 Mass chromatogram area verification for 1200 continuous measurements

Fig. 2 に S/N を検証した結果を示す。1200 回連続測定において 50 検体毎に標準試料 1 ppt の S/N を確認したところ、全ての測定で感度保証値 (S/N $\geq$ 10 @ 1 ppt) を大きく上回る値が得られた。

Fig.3 にマスキロマトグラム面積値の値と、Table 2 には再現性確認 (n=25) 結果を示す。全 1200 回測定のうち、25 回の 1 ppt 標準試料再現性 (C.V.(%)) は 2-MIB で 12.9 %、ジェオスミンで 14.9 % という値が得られた。1 回の測定時間はおおよそ 40 分程度であり、総測定時間は 800 時間程度と、1 月以上を要する測定であった。それにも関わらず、標準試料の再現性は 15 % を下回る結果が得られており、このことから MS-62070 STRAP の長期安定性が確認出来た。

耐久性については、587 検体目、1171 検体目でサンプリングに使用するニードル詰まりが発生した。これは塩析に使用した塩化ナトリウムのニードル内部での析出がその原因であったが、ニードルを純水、エタノール、アセトンで超音波洗浄することで即座に復帰した。その他の部品の交換、洗浄などは行っておらず、このことから“MS-62070 STRAP”の耐久性を確認することが出来た。

### 【まとめ】

高感度ヘッドスペースサンブラ “MS-62070 STRAP” の紹介を MSTips No. 118~120 で行ったが、“MS-62070 STRAP” は、HS の簡便さと、安定した高感度測定を同時に実現出来る耐久性の高い前処理装置である。その為、“MS-62070 STRAP” は新水道法で分析対象項目となったカビ臭原因物質の測定は勿論のこと、その他の HS が必要な分析に対しても有効なツールとなることが期待できる。(F、U)

Table 2 The coefficient of variation (C. V.) value for 2-MIB ( $m/z$  95) and Geosmin ( $m/z$  112)

Inj. No.	Mass chromatogram area	
	2-MIB	Geosmin
1	45729	39852
50	45922	43668
100	50528	50051
150	48527	49245
200	48894	51232
250	59327	59202
300	53191	55045
350	41564	49528
400	40646	48808
450	46775	53426
500	45166	64906
550	44830	61527
600	45493	64237
650	44000	62353
700	47372	63972
750	44188	52931
800	53376	64420
850	41167	47110
900	60329	69878
950	60621	68080
1000	57380	70870
1050	38316	49480
1100	44809	58371
1150	44578	63852
1200	51812	59174
Ave.	48182	56849
C.V.(%)	12.9	14.9