

災害時の安全安心のために

～災害時等の緊急調査を想定したGC/MSによる化学物質の網羅的簡易迅速測定法の開発～

大気・化学物質研究室 吉田彩美

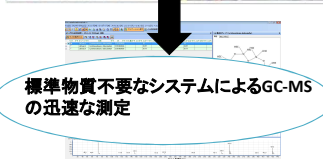
【はじめに】

自然災害や事故等(火災、工場・事業場の事故、貨物輸送時事故等)の緊急時に、環境中に化学物質が暴露された際、周辺環境や健康への影響を最小限にとどめるためには、その化学物質の同定・定量を早急に実施する必要があります。分析に使用されるガスクロマトグラフ質量分析装置(以下GC-MS装置)は、同定・定量のために標準物質の測定が必要です。しかし、暴露された化学物質は自然災害や事故の種類により多種多様です。多種多様な標準物質を確保することは、予算面・管理面から困難なため、緊急時に迅速に測定を実施することは難しいのが現状です。

そこで、国立環境研究所と地方環境研究所とで本共同研究を実施し、GC-MS用自動同定・定量データベースシステム(以下、AIQS-GC)を構築し、その技術を使うことで、化学物質の迅速な同定・定量を行うことを目指します。



発災

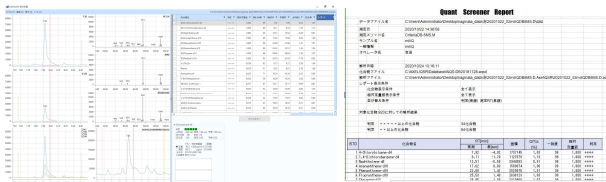


標準物質不要なシステムによるGC-MSの迅速な測定

研究の概要

GC-MS用自動同定・定量データベースシステム(AIQS-GC)とは？

- ・北九州市立大学の門上教授らによって、開発が進められています。
- ・約1000種の半揮発性物質の保持時間、マススペクトルおよび検量線情報が登録されたデータベースです。
- ・ソフトウェアとして市販され、日本工業規格(JIS)のJIS K 0123ガスクロマトグラフ質量分析通則に掲載されています。
- ・AIQS-GCは、試料測定時のGC-MS装置をデータベース作成時と同等にして、標準品測定の代替とする手法で、試料測定時の検量線作成が不要となります。
- ・よって、データベースに登録されていれば、標準物質を保有していなくても、登録されている約1000物質の同定や定量が可能になります。



AIQS解析画面

AIQS結果レポート

使用装置・測定条件



- 1 使用GC-MS**
Agilent社製GC 7890B/MSD5977A
- 2 使用カラム**
・J&W DB-5MS(5%フェニルメチルシリコン系キャピラリーカラム)
- 3 ターゲットチューニング**
・デカフルオロトリフェニルホスフィン(DFTFP)チューン

4 試薬

- ・内部標準溶液
AIQS 内部標準: Mix 各10μg/ml 溶液
- ・システム評価サンプル
AIQSクライテリアサンプル Mix III ジクロロメタン溶液

5 測定条件

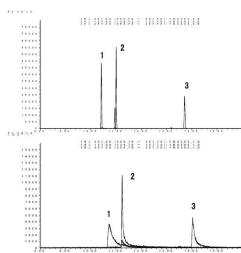
温度プログラム : 40°C(2分間保持)→8°C/分で昇温→310°C(5分間保持)、
注入口温度 250°C、インターフェース温度 280°C、イオン源温度 230°C、
四重極温度 150°C、制御モード コンスタントフロー 1.2mL/min、注入力 1μl

AIQS-GCの測定の流れ

測定の流れ

- ①GC-MS装置のターゲットチューニング
- ②装置性能評価物質を含有するシステム評価サンプルを測定
- ③装置の状態を評価(右図)
- ④評価が合格
- ⑤実サンプルを前処理
- ⑥前処理完了した実サンプルに内部標準を添加
- ⑦GC-MS装置による測定
- ⑧データをAIQS-GCで自動解析(定性・定量)
- ⑨自動解析(定性・定量)した結果を確認、人の手で解析

装置性能評価物質のクロマトグラムの違い (上:合格、下:不合格)

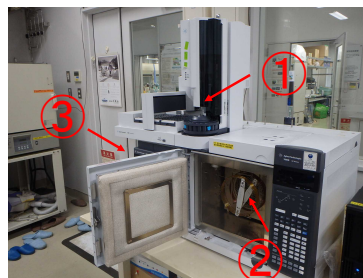


カラム(注入口側)の評価シマジン等のクロマトグラム

参考 西川計測HP(微量分析におけるGC/MSシステムチェック用試料の作成(nskw.co.jp))

装置の調整

装置性能評価物質を含有するシステム評価サンプルを測定します。システム評価の結果、不合格の場合、合格するよう装置の調整を行います。以下、調整の例を示します。



①注入口

セプタム、ライナー、ゴールドシールを新品に交換

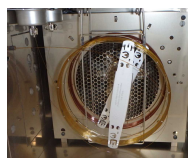


②カラム

カラムの切断、カラム内の残存物質の焼きだし

③イオン源

イオン源の分解洗浄、フィラメントの交換



実施例(ブランクの測定)

1 試料の前処理方法

・水質試料、1L ⇒ジクロロメタン100 mLで液々抽出(2回×10分)⇒脱水(適量の無水硫酸ナトリウム)⇒ロータリーエバポレーターで5mL程度まで濃縮⇒窒素ガス気流で1mLまで濃縮⇒内部標準溶液 10 μg/mL、100 μL添加⇒GC/MS測定

2 結果

・nC9H20、nC13H28、nC16H34、nC17H36、nC31H64等のアルカン類が0.01から0.1μg/ml検出されました。

・他にBis(2-ethylhexyl)phthalate 1.975μg/ml検出されました。

3 対応

GC-MS装置内や実験室に検出物質の存在を考え、以下の対応を行いました。

- ①測定試料を吸引するシリンジを新品に交換
- ②測定試料を吸引する前と、装置に導入した後のシリンジの洗浄回数の増加
- ③分析前にドラフトをつけて、室内を換気する等、コンタミ対策

今後の実施内容



2020年12月納入GC-MS

Agilent社製GC 8890/MSD5977B

- ・新しい装置で当該研究の測定ができるよう機器の調整を行います。
- ・来年度、送付されるテストサンプルを測定し測定精度を確認します。
- ・緊急水質事業で測定を行い、AIQS-GCの改良に寄与します。
- ・大気版AIQS-GCの開発を行います。

茨城県環境対策課のホームページQRコードはこちらです→
<http://www.pref.ibaraki.jp/seikatsukankyo/kantai/data/index.html#taiki>

