

## 水素キャリアガスを使用したP&T-GC/MS法によるカビ臭原因物質の分析

関連製品：質量分析計(MS)

### はじめに

カビ臭原因物質のGC/MS分析では一般的にキャリアガスとしてヘリウムが使用される。近年ヘリウムの供給不足や価格の高騰によりヘリウムガスの確保が問題となっており、その代替ガスとして水素や窒素をキャリアガスに用いた検討が進んでいる。今回代替ガスとして水素をキャリアガスを用い、P&T-GC/MS法によるカビ臭原因物質の分析を試みたのでその結果を報告する。

### 分析条件

測定はP&T装置Atomx XYZ (Teledyne Tekmar社製)と、ガスクロマトグラフ質量分析計JMS-Q1600GC UltraQuad™ SQ-Zetaを使用した。内部標準液はAtomx XYZの自動添加機能を用いて2,4,6-Trichloroanisole- $d_3$ を10  $\mu$ Lを添加した。

Table 1 Measurement condition

GC : Agilent 8890		P&T : Atomx XYZ (Teledyne Tekmar社製)	
Column	ZB-SemiVolatiles (0.18mm ID×20m df=0.18 $\mu$ m)	Trap Tube	# 1A
Inlet temperature	230 $^{\circ}$ C	Purge Gas	Nitrogen
Column oven temperature	40 $^{\circ}$ C (3min) $\rightarrow$ 10 $^{\circ}$ C/min $\rightarrow$ 160 $^{\circ}$ C $\rightarrow$ 30 $^{\circ}$ C/min $\rightarrow$ 280 $^{\circ}$ C (2min)	Sample Volume	20mL
Injection mode	Split 5:1	Purge Time	15 min
Carrier gas	Hydrogen, 0.7mL/min, Constant flow	Spurge Vessel Temperature	60 $^{\circ}$ C
MS : JMS-Q1600GC UltraQuad™ SQ-Zeta		Purge Flow	100mL/min
Ion source temperature	200 $^{\circ}$ C		
Interface temperature	200 $^{\circ}$ C		
Acquisition mode	SIM 2-MIB(m/z 95, 107, 108) Geosmin(m/z 112, 111, 125) 2,4,6-Trichloroanisole- $d_3$ (m/z 213, 215, 195)		

### 測定結果

100ng/Lの標準液をSCANモードにて測定し、マススペクトルをNISTライブラリーと比較を行った。一部のイオン(2-MIB:m/z 150、Geosmin:m/z 149, 135)の強度比に変化が見られたが、メインピークとなるイオンの強度比に大きな変化は見られなかった。

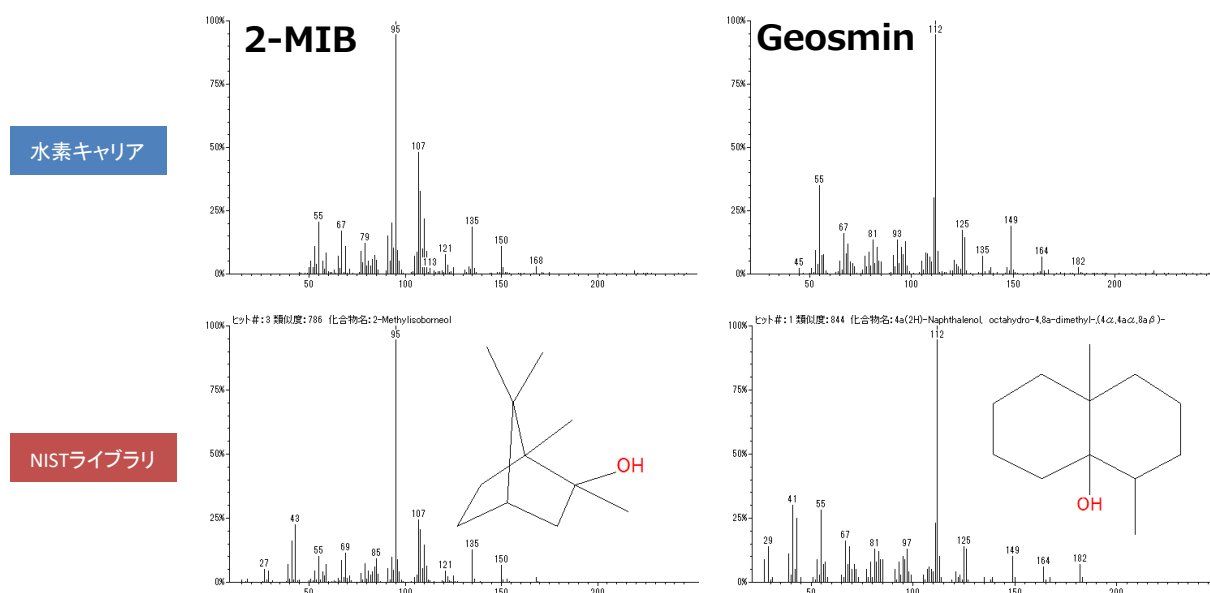


Fig.1 4 Mass spectra of 2-MIB and Geosmin (100ng/L).

Fig.2に基準値の1/10の濃度である1ng/LのEICを示し(2,4,6-Trichloroanisole-*d*<sub>3</sub> 20ng/L)、Table.2 に1ng/Lをn=5で連続測定を行った併行精度(%RSD)と定量下限値及び検出下限値を算出した結果を示した。2-MIB、Geosminともに%RSDが10%以下となり良好な結果が得られた。Fig.3 に各検量線(1, 2, 5, 10 ng/L)を示した。検量線の直線性は決定係数(*r*<sup>2</sup>)がいずれも0.999以上となり、良好な直線性が得られた。

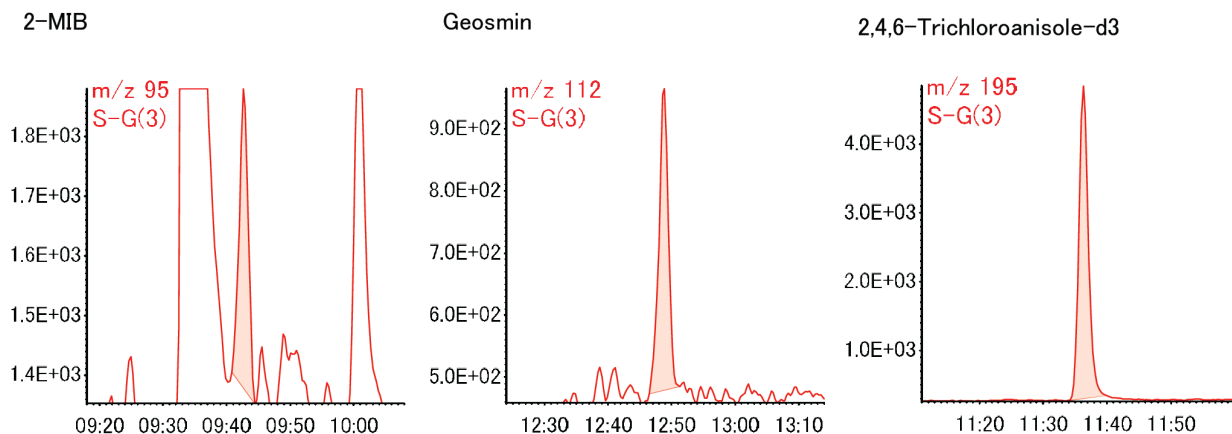


Fig.2 SIM chromatogram of 2-MIB and Geosmin (1ng/L)

Table2. %RSD. of 2-MIB and Geosmin

Compound Name	1ng/L					Average	%RSD	LOQ (10σ)	LOD (3σ)
	1	2	3	4	5				
2-MIB	0.916	1.034	1.087	0.956	0.976	0.994	6.8	0.673	0.202
Geosmin	0.901	0.946	0.998	0.988	0.902	0.947	4.8	0.459	0.138

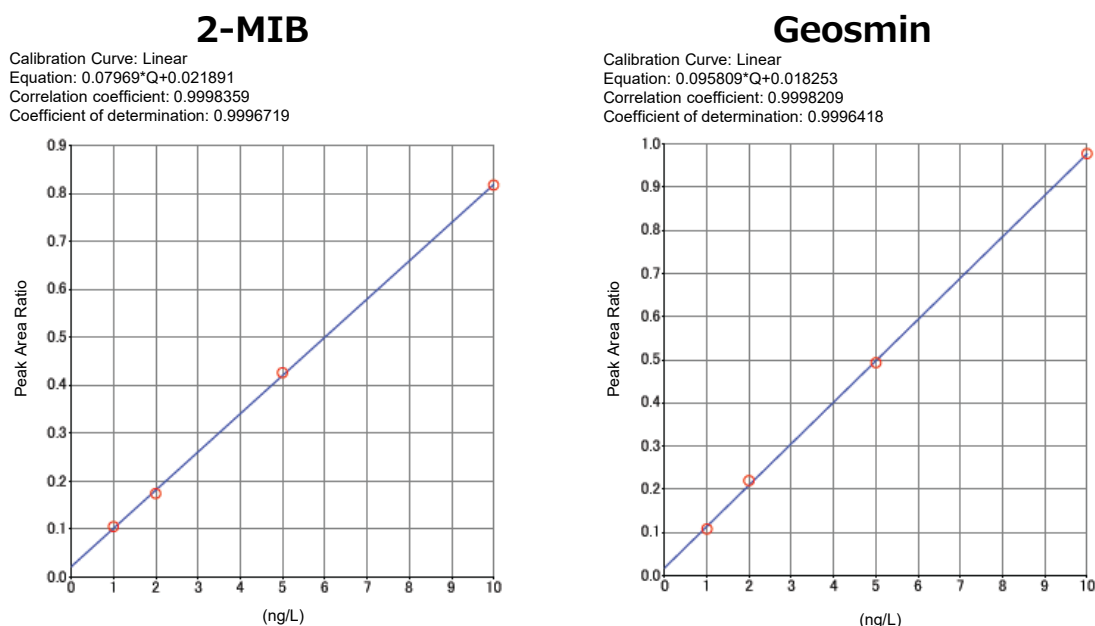


Fig.3 Calibration curve of 2-MIB and Geosmin (1, 2, 5, 10 ng/L)

### まとめ

水素をキャリアガスに用いてP&T-GC/MSのカビ臭測定を試みた。基準値の1/10の濃度である1ng/Lが十分検出できることが確認でき、検量線、併行精度に関しても良好な結果が得られた。

システムの状態によっては、水素キャリアの影響によりマススペクトルに変化が見られることがあるため、キャリアガスを変更した際は、SCAN測定で十分にスペクトルパターンの確認を行うことが必要である。

このカタログに掲載した商品は、外国為替及び外国貿易法の安全輸出管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出するとき、または日本国外に持ち出すときは当社までお問い合わせください。 Copyright © 2022 JEOL Ltd.

