

## P&T-GC/MS法によるダゾメット、メタム及びメチルイソチオシアネートの分析

関連製品：質量分析計(MS)

### 1.はじめに

ダゾメット、メタム及びメチルイソチオシアネートはジチオカルバメート系化合物に属する土壌くん蒸剤で、野菜、果樹用の殺線虫・殺菌・除草剤として広く利用されており、水道水質基準を補完している水質管理目標設定項目の対象成分となっている。目標値は、メチルイソチオシアネートとして0.01mg/Lの値となっており、これは水の存在下で容易にメチルイソチオシアネートに分解されるダゾメットとメタムの性状に依るものである。分析方法は、「水質基準に関する省令の制定及び水道法施行規則の一部改正等並びに水道水質管理における留意事項について、別添4、別添方法23」において、パージ&トラップ(P&T)-GC/MS法が採用されている。



JMS-Q1500GC with Lumin P&TC / AQUATek LVA

P&T-GC/MS法は、水質基準項目の揮発性有機化合物(→以後、VOCと省略)あるいはカビ臭気原因物質である2-メチルイソボルネオール(2-MIB)・ジェオスミンの検査方法としても利用されており、機器を運用する上でカラム等の構成はそれらの検査方法と同一であることが望ましいと考えられる。本報では、VOCと2-MIB・ジェオスミンのそれぞれの検査と同一の機器条件で測定し、各条件における検量線を作成し、「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン(→以後、ガイドラインと省略)」に基づき真度と精度について評価したので結果を報告する。

### 2.測定方法

サンプルは、濃度が0.02, 0.05, 0.2, 0.5, 1ppbとなるよう調整した。内部標準物質は、フルオロベンゼンを使用し、P&T装置の自動添加機能により、5ppbの濃度になるよう自動添加した。サンプルの測定条件をTable1に示した。測定条件は、VOCの測定と同一の機器条件(→以後、条件Aと記述)と2-MIB・ジェオスミンの測定と同一の機器条件(→以後、条件B)の2通りあり、それぞれにおいて同一のサンプルを測定した。調整したサンプルは、低濃度から高濃度の順に測定を行い、各濃度につき3回分の測定データを取得した。

Table 1. Measurement condition

Parameter		Value	
		Method A (Configuration for VOCs)	Method B (Configuration for 2-MIB・Geosmin)
P&T	Purge time	4min	10min
	Purge temp.	40°C	40°C
	Sample volume	25mL	25mL
GC	Column	Rtx-VMS (Restek Corporation), 30m × 0.25mm id, 1.4µm film thickness	ZB-SemiVolatiles (Phenomenex Inc.), 20m × 0.18mm id, 0.18µm film thickness
	Oven temp.	40°C for 2min, to 70°C at 7°C/min, to 240°C at 20°C/min, and hold for 1min	40°C for 2min, to 160°C at 10°C/min, to 220°C at 25°C/min, and hold for 1.6min
	Injector temp.	230°C	230°C
	Injection mode	Split(1:40)	Split(1:10)
	Column flow	1.5mL/min	1mL/min
MS	Interface temp.	250°C	230°C
	Ion source temp.	250°C	230°C
	Acquisition mode	SIM	
	Monitor ion	Fluorobenzene ( <i>m/z</i> 96, 70), Methyl isothiocyanate ( <i>m/z</i> 73, 72)	

### 3.測定結果

サンプルの測定結果より、n=1における各濃度点の測定データを使用して作成した検量線をFigure 1に示した。また、検量線の下限濃度におけるメチルイソチオシアネートの定量イオンのEICをFigure 3に示した。

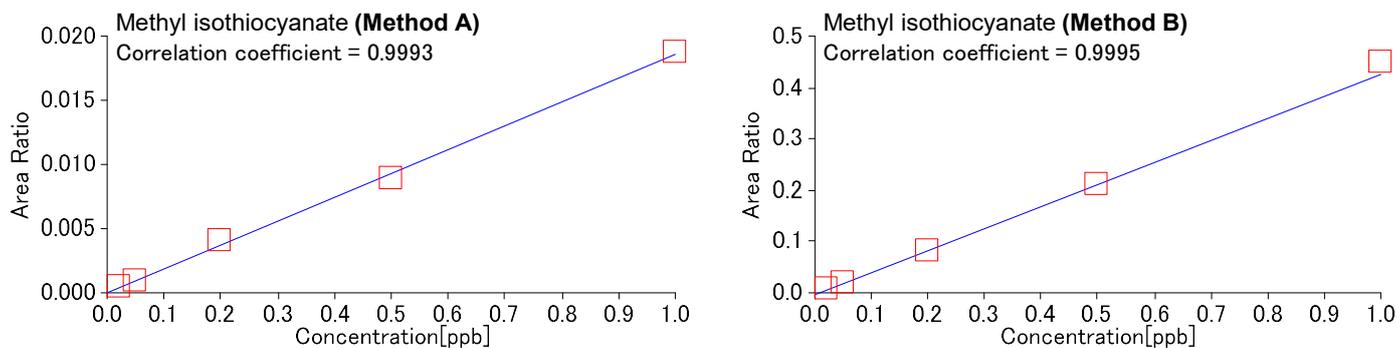


Figure 1. Calibration curve of Methyl isothiocyanate with Method A and B

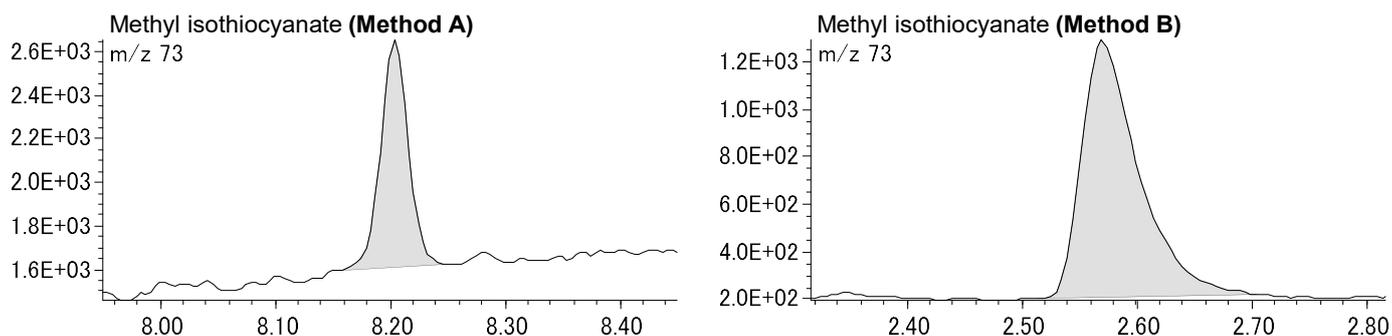


Figure 2. EIC of Methyl isothiocyanate (0.02ppb) with Method A and B

検量線を使用して全ての測定データについて、調整濃度に対する定量値の比率から真度を、各濃度における相対標準偏差(RSD)から精度をそれぞれ算出した。算出した値をTable 2にそれぞれ示した。ガイドラインにおいては、真度は調整濃度に対して80~120%の範囲、精度は20%以下であることが要求されている。今回、算出された真度と精度は、各メソッドで測定したいずれの濃度点においてもガイドラインの基準を満たす良好な結果が得られている。

Table 2. Accuracy & reproducibility of calibration curve with Method A and B

Sample Conc. (ppb)	Injection	Method A			Method B		
		Value (ppb)	Recovery rate	C.V.	Value (ppb)	Recovery rate	C.V.
0.02	#1	0.020	100%	2.9%	0.020	100%	2.8%
	#2	0.019	115%		0.021	105%	
	#3	0.020	105%		0.020	100%	
0.05	#1	0.047	94%	2.4%	0.047	94%	1.2%
	#2	0.049	98%		0.047	94%	
	#3	0.049	98%		0.048	96%	
0.2	#1	0.215	108%	2.5%	0.199	100%	3.4%
	#2	0.226	113%		0.187	94%	
	#3	0.221	111%		0.189	95%	
0.5	#1	0.479	96%	3.5%	0.495	99%	2.3%
	#2	0.508	102%		0.481	96%	
	#3	0.510	102%		0.504	101%	
1	#1	1.015	102%	0.3%	1.055	106%	2.3%
	#2	1.010	101%		1.014	101%	
	#3	1.015	102%		1.015	102%	

Copyright © 2021 JEOL Ltd.

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入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。

