

水素をキャリアガスに使用したHS-GC-MS法によるカビ臭物質の分析

関連製品: 質量分析計(MS)

はじめに

カビ臭原因物質のHS-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、その代替キャリアガスとして水素や窒素を用いた検討が進んでいる。今回、水素をキャリアガスに用いてHS-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。

実験

測定はトラップ型ヘッドスペース装置MS-62071STRAP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。サンプルは、4.5gの塩化ナトリウムと精製水10mLを量り入れたヘッドスペース用バイアルに、2-MIBとジオスミンを1, 2, 5, 10ng/Lとなるよう添加し調製した。内部標準物質は、2,4,6-トリクロロアニソール-d3を20ng/Lの濃度になるよう添加した。サンプルの測定条件をTable1に示す。



JMS-Q1600GC UltraQuad™ SQ-Zeta w/ MS-62071STRAP

Table 1 Measurement Condition

HS : MS-62071STRAP		GC : Agilent 8890	
Sample Block temperature	80°C	Column	DB-5MS UI(Agilent Technologies, Inc), 60m x 0.25mm id, 0.25µm film thickness
Sampling mode	Trap	Column oven temperature	40°C(3min)→5°C/min→200°C(0min)→10°C/min→250°C(0min) Total 40min
Number of samplings	3	Injection mode	Direct connect column to the transfer line
Heating and shaking time	30min	Carrier gas	Hydrogen, 1.5mL/min, Constant flow
Pressurized gas	Nitrogen		
Trap tube(GL Sciences Inc.)	AQUATRAP1		
MS : JMS-Q1600GC UltraQuad™ SQ-Zeta			
Ion source temperature	250°C		
Interface temperature	250°C		
Ionization	EI(70eV, 50µA)		
Acquisition mode	SIM		
Monitor ion	2-MIB(<i>m/z</i> 95, 107, 135), Geosmin(<i>m/z</i> 112, 125, 149), 2,4,6-Trichloroanisole(<i>m/z</i> 195, 197, 213, 215)		

測定結果

SCANモード(*m/z* 50-250)で取得した100ng/L標準液のマススペクトル(上段)とNISTライブラリー(下段)との比較をFigure 1に示す。一部のイオン(2-MIB: *m/z* 135, 150、ジオスミン: *m/z* 149, 164)強度比に変化が見られたが、メインピークとなるイオン(2-MIB: *m/z* 95, 107、ジオスミン: *m/z* 112, 125)強度比に大きな変化は見られなかった。

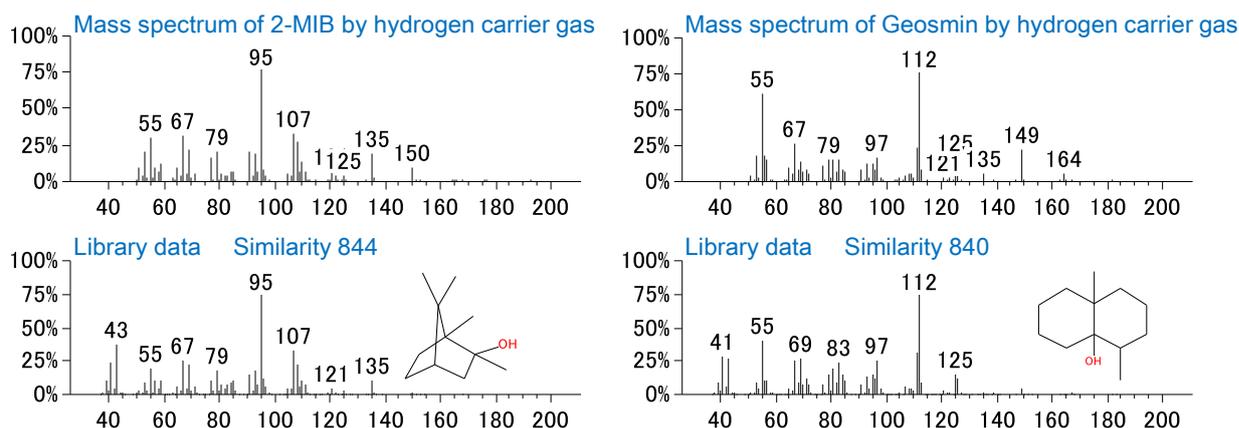


Figure 1 Mass spectra of 2-MIB and Geosmin (100ng/L) by hydrogen carrier gas(upper), and NIST Library data(lower)

2-MIB、ジオスミンの検量線をFigure 2に示す。検量線の相関係数は2-MIB、ジオスミンともに0.9999以上で良好な直線性が得られた。次に、基準値の1/10の濃度である1ng/Lのサンプルを試行回数n=5で連続測定した際の定量値における変動係数(Coefficient of Variation, C.V.と省略)と、その1回目のSIMクロマトグラムをTable 2、Figure 3にそれぞれ示した。C.V.の値は2-MIB、ジオスミンともに10%以下であり、水質検査において要求される20%以下を満たす結果が得られた。また、2-MIB、ジオスミンの各クロマトグラムにおいても十分な強度と分離でピークを検出することができた。

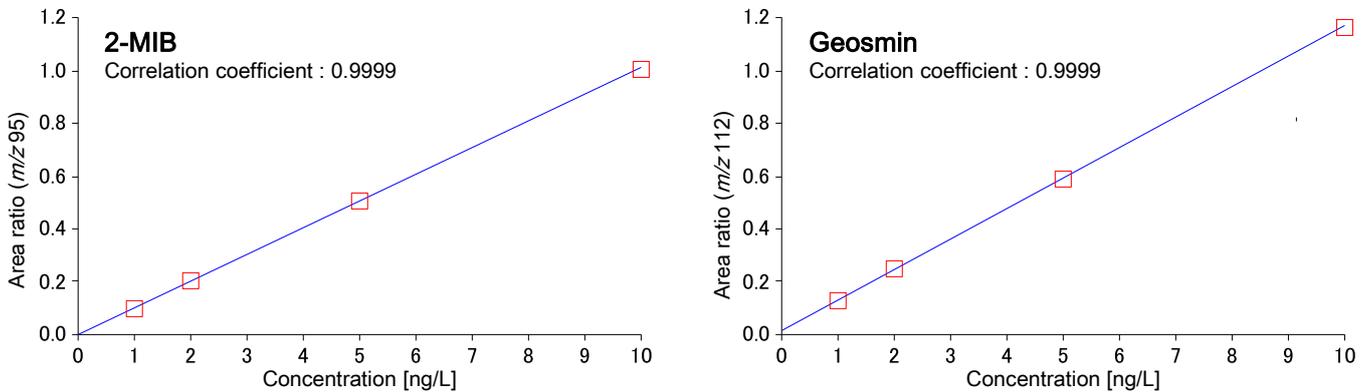


Figure 2 Calibration curve of 2-MIB and Geosmin (1, 2, 5, 10 ng/L)

Table 2 Quantitative value and C.V. in 1ng/L(n=5)

	2-MIB					Geosmin				
	#1	#2	#3	#4	#5	#1	#2	#3	#4	#5
Quantitative value (ng/L)	0.98	1.06	1.03	1.09	1.10	0.90	0.96	0.89	1.02	0.92
C.V. (%)	4.6					5.7				

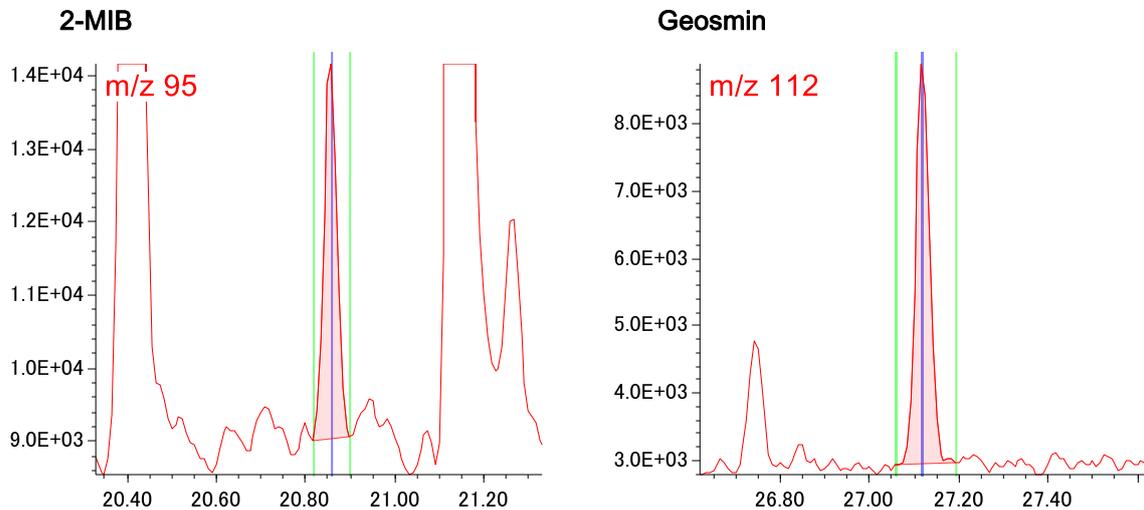


Figure 3 SIM chromatogram of 2-MIB and Geosmin at 1ng/L concentration

まとめ

水素キャリアガスを使用してトラップ型ヘッドスペース装置MS-62071STRAPと、ガスクロマトグラフ質量分析計JMS-Q1600GC UltraQuad™ SQ-Zetaでカビ臭測定を試みた。その結果、水質検査基準値の1/10の濃度である1ng/Lが十分な感度で検出でき、変動係数10%以下を確認することができた。

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 © 2023 JEOL Ltd.

