

窒素キャリアガスを用いた 固相マイクロ抽出 (SPME)-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

GCのキャリアガスとして広く使われているヘリウムは、様々な事情により、一時的な価格の上昇やその供給状態の不安定化等の問題を抱えることがあり、供給の遅滞等が発生した場合には代替ガスとして別種のキャリアガスの使用検討が必要になる。今回、「水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法」別表27の2、固相マイクロ抽出 (SPME)-GC-MS法について、ヘリウムの代替ガスとして窒素をキャリアガスに使用し、カビ臭原因物質である2-Methylisoborneol (→2-MIB) および Geosmin について測定した。結果について「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン」に基づく、検量線のキャリーオーバー・真度・精度を確認したので報告する。



HT2850T



JMS-Q1600GC
UltraQuad™ SQ-Zeta

実験

測定はHTA社製のGC用オートサンプラーHT2850T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。HT2850Tは、分析用途に応じてHSモード、液体注入モード、固相マイクロ抽出 (SPME) モードに対応可能な、オールインワンGC用オートサンプラーで、今回はSPMEモードを使用して測定を実施した。サンプルは、塩化ナトリウム4.0g とミネラルウォーター10mLを量り入れたヘッドスペース用バイアルに、2-MIBとGeosminを1, 2, 5, 10pptとなるよう添加し調製した。内部標準物質は2,4,6-Trichloroanisole-d3 (→TCA-d3)を20ppt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。

Table 1. Measurement condition

Parameter	Value	
SPME	SPME Fiber	65 um PDMS/DVB 1cm (Merck Inc.)
	Sample Temp.	80°C
	Incubation Time	5min
	Extraction Time	20min
	Desorb time	2min
GC	Column	DB-5ms (Agilent Technologies, Inc), 60 m x 0.25 mm id, 0.25 μm film thickness
	Oven	40°C(2min) → 5°C/min → 180°C(0min) → 20°C/min → 280°C(10min)
	Carrier gas	N ₂ , Constant Pressure, 13.79kPa
	Inlet temp.	250°C
	Injection mode	Pulsed Splitless, (101.76kPa, 2min)
MS	Interface temp.	250°C
	Ion source temp.	250°C
	Ionization energy	30eV
	Acquisition mode	SIM
	Monitor ion※	2-MIB(m/z 95, <u>107</u>), Geosmin(m/z <u>112</u> , 125), TCA-d3(m/z 195, 197, <u>213</u> , 215)

※... Bold and underlined numbers are quantitation ions.

結果

2-MIBおよびGeosminの各濃度のサンプルを試行回数n=3で測定した際の各繰り返しにおける検量線をFigure 1およびFigure 2に示した。また、繰り返し1回目の検量線をもとに算出した各濃度点における真度・精度及び最高濃度点測定後のキャリーオーバーの値をTable2に示した。検量線の直線性は、2-MIB・Geosminともに何れの繰り返しにおいても相関係数(r)が0.999以上と良好な直線性が得られた。検量線の真度については、何れの濃度点においても調製濃度の80%~120%であることが確認され、精度についても各濃度点の相対標準偏差が20%以下であることが確認された。キャリーオーバーについては、各繰り返しにおける最高濃度点測定後の定量値について検量線の下限濃度である1pptを下回ることを確認された。

繰り返し1回目における検量線の下限濃度に相当するSIMクロマトグラムをFigure3に示した。水質基準値の1/10の濃度である検量線の下限濃度(=1ppt)においても、2-MIBとGeosminが周辺のピークと十分に分離されて問題無く検出可能できていることがわかる。

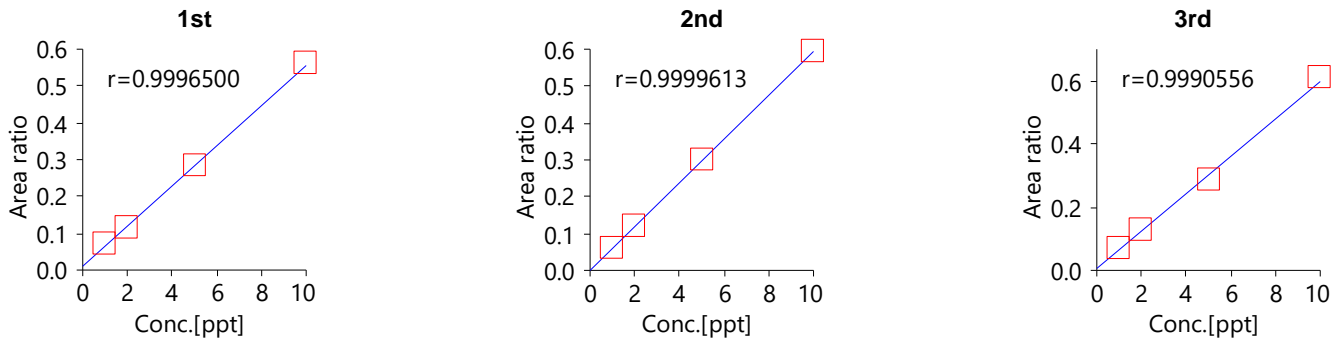


Figure 1. Calibration curves for each repetition of 2-MIB

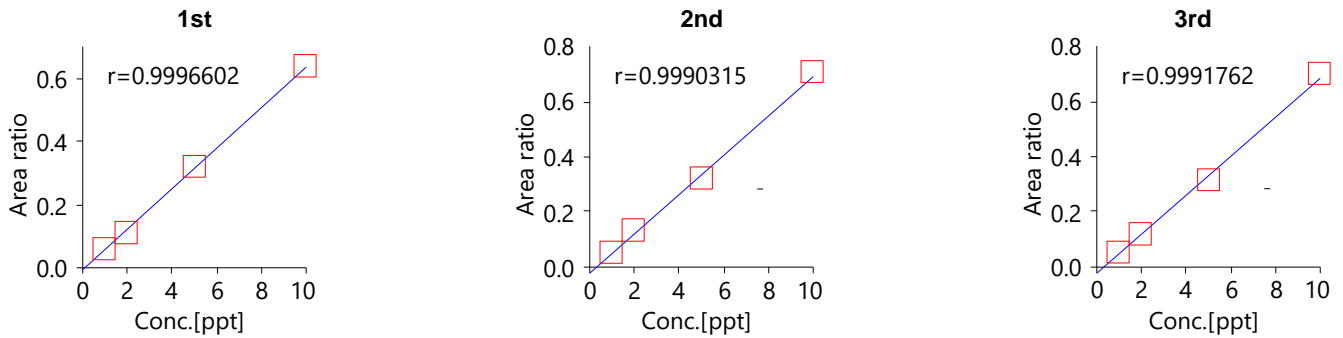


Figure 2. Calibration curves for each repetition of Geosmin

Table 2. 2-MIB and Geosmin accuracy, precision, and carryover

Compound		2-MIB					Geosmin				
Prep. Conc. (ppt)※		1.00	2.00	5.00	10.00	0.00	1.00	2.00	5.00	10.00	0.00
Quantitation Value (ppt)	1st	1.08	1.83	5.00	10.10	0.00	1.06	1.85	5.09	10.00	0.14
	2nd	0.91	1.94	5.29	10.66	0.00	0.93	2.11	5.06	11.07	0.17
	3rd	1.00	2.14	5.06	10.98	0.00	0.92	1.97	5.02	11.01	0.16
Accuracy	1st	108%	91%	100%	101%		106%	92%	102%	100%	
	2nd	91%	97%	106%	107%		93%	105%	101%	111%	
	3rd	100%	107%	101%	110%		92%	98%	100%	110%	
Precision		8%	8%	3%	4%		8%	7%	1%	6%	

※... The quantitative value at Prep. Conc. (ppt) = 0 is the carryover value.

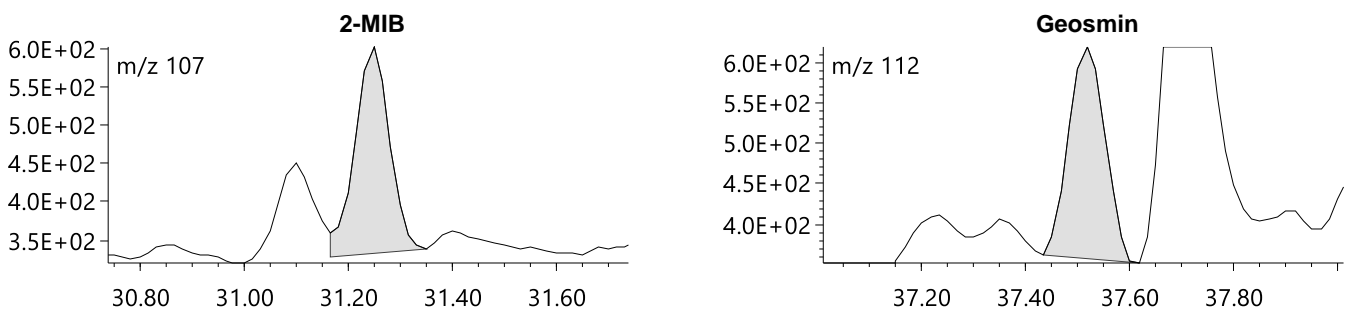


Figure 3. SIM chromatograms of 2-MIB and Geosmin at 1ppt

結論

窒素キャリアガスを用いたSPME-GC-MS法を用いてカビ臭原因物質である2-MIBおよびGeosminを分析した結果、検量線のキャリーオーバー・真度・精度について「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン」が要求する基準を満たす結果が得られた。

Copyright © 2023 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。

