

窒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

GCのキャリアガスとして広く使われているヘリウム(He)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。代替ガスとして主に水素と窒素が検討されており、水素は最適な分離を行える線速度域が広く、GCのキャリアガスとして適しているが、可燃・爆発の恐れから扱いに注意を要する。このため安全性を重視した場合、窒素ガスの方がGC-MSへの導入が比較的容易である。今回、窒素をキャリアガスに使用して水道法第4条に基づく「水質基準に関する省令」で規定されるカビ臭物質(以後、カビ臭と省略)である2-メチルイソボルネオール(以後、2-MIBと省略)とジオスミンを測定したので報告する。



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

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。

Table 1 Measurement Condition

Parameter		Value
HS	Sample Block temperature	80°C
	Sampling mode	Trap (Number of samplings = 3)
	Heating and shaking time	30min
	Pressurized gas	Nitrogen
	Trap tube	AQUATRAP1(GL Sciences Inc.)
GC	Column	DB-5ms(Agilent Technologies, Inc), 60m x 0.25mm id, 0.25µm film thickness
	Column oven temperature	40°C(3min)→5°C/min→180°C(0min)→20°C/min→250°C(5min)
	Injection mode	Direct connect column to the transfer line
	Carrier gas	Nitrogen, Ramped Pressure, 147.41kPa(3min)→1.63kPa/min→101.77kPa(15min)
MS	Ion source temperature	250°C
	Interface temperature	250°C
	Ionization	EI(20eV, 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

2-MIB、ジオスミンの検量線をFigure 1に示す。検量線の相関係数は2-MIB、ジオスミンともに0.999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 2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でピークを検出することができた。

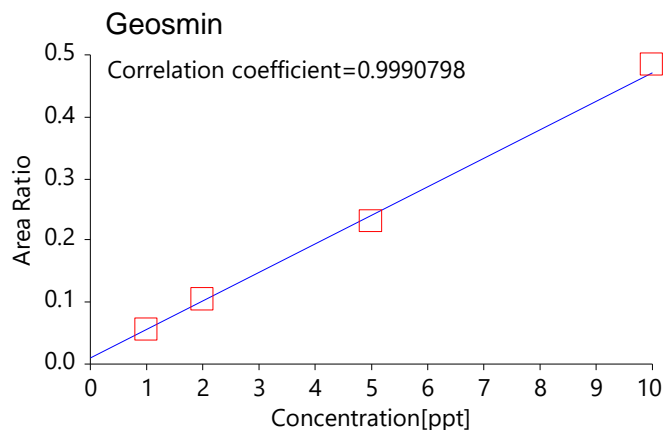
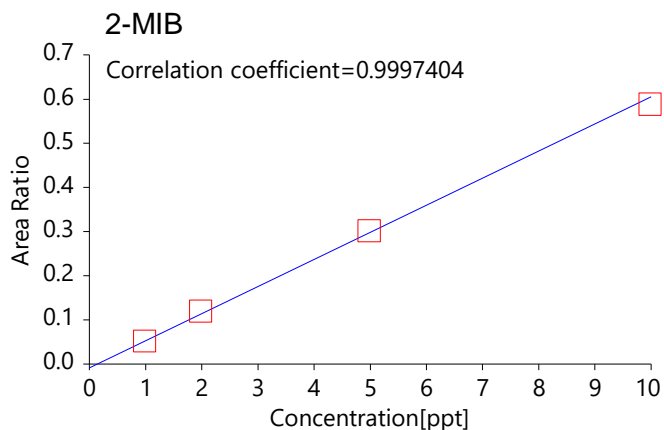


Figure 1 Calibration curve of 2-MIB and Geosmin

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)	1.08	0.98	0.98	1.07	1.05	0.99	0.96	0.93	0.92	1.05
C.V. (%)	4.8 %					5.2 %				

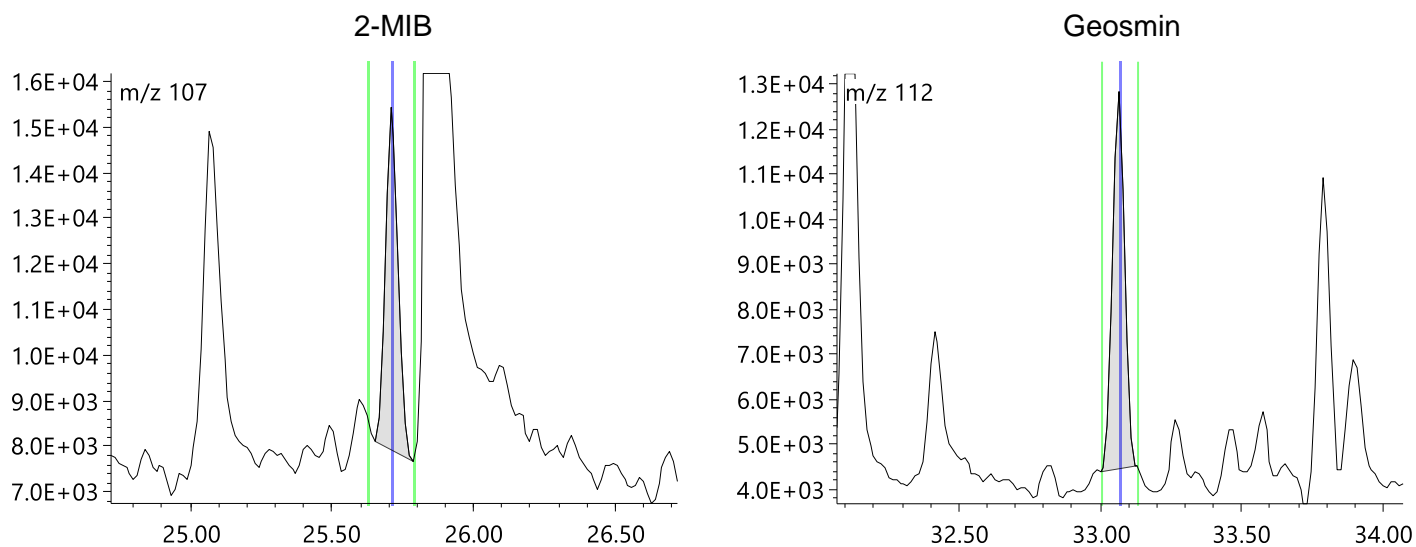


Figure 2 SIM chromatogram of 2-MIB and Geosmin at 1ng/L concentration

まとめ

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を使用し窒素キャリアガスでカビ臭を測定した結果、基準値の1/10である1ng/L濃度において水質検査で必要とされる十分な感度を得ることができた。

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.

