

## SPME Arrow-シングル四重極 GC/MS によるかび臭原因物質の分析



### Authors

中村 李  
大塚 剛史  
中村 貞夫

アジレント・テクノロジー  
株式会社

### 要旨

SPME Arrow ファイバは、従来の SPME ファイバよりもファイバコーティング量が多く、より多くのサンプルを吸着できるため、高感度な分析が可能です。また、軸の太さや先端の形状を改良することで、折れにくく丈夫なファイバとなりました。

本アプリケーションノートでは、SPME Arrow を搭載した多機能オートサンプラ (PAL3) およびルーチン分析に適したシングル四重極 GC/MS (8860 GC / 5977B MSD) を用いて、水中のかび臭原因物質の分析を行いました。

Key word : かび臭原因物質、SPME Arrow、PAL3、8860GC、5977B MSD、エクストラクタイオン源

## はじめに

かび臭原因物質である2-MIB（2-メチルイソボルネオール）およびジェオスミンは、水質基準値が0.00001 mg/L（10 ng/L）と最も低い上、実際はその1/10濃度である1 ng/Lレベルから測定をします。水道法では、パージ・トラップ法やヘッドスペース法などの濃縮法が定められていますが、中でもSPME法は操作が単純であり、簡便な方法として認められています。しかしながら、従来のSPMEファイバは、ファイバコーティング量が少なく十分にサンプルを吸着できないことがある、ファイバ軸が細くて折れやすいなどの難点がありました。SPME Arrowファイバはこれらの難点を改善したファイバであり、優れた感度と堅牢性を兼ね備えています。ルーチン分析に適した最新の8860ガスクロマトグラフ（GC）は、安定した試料導入や保持時間を得ることができます。エクストラクタイオン源を搭載した5977B 質量選択検出器（MSD）との組み合わせにより、微量成分も高感度に検出できます。本アプリケーションノートでは、SPME Arrow - 8860GC / 5977B MSDシステムにより、かび臭原因物質分析を検討した結果を紹介します。

### 【5977B MSD】

イオン源温度：280°C  
四重極温度：150°C  
イオン化法：EI（エクストラクタイオン源）  
測定モード：SIM（ $m/z$ ：95, 107, 108, 111, 112, 125, 195, 213, 215）



図1 8860GC / 5977B MSD



図2. SPME Arrowファイバの模式図

## 分析条件

### 【試料】

サンプル量：10 mL（20 mLバイアル）  
塩析：3 g NaCl  
検量線：0.5, 1, 2, 5, 10, 20, 50 ng/L  
かび臭原因物質は市販JCSS標準液を用いました。

### 【多機能オートサンプラ PAL3 RTC】

SPME Arrow：DVB/PDMS（P/N 5191-5860）  
加熱温度：80°C  
予備加熱時間：10 min  
抽出時間：20 min  
撈拌：250 rpm

### 【8860GC】

キャリアガス：ヘリウム  
分離カラム：DB-5ms UI（20 m, 0.18 mm, 0.36  $\mu$ m）  
（P/N 121-5523UI）  
カラム流量：0.7 mL/min（定流量モード）  
注入モード：パルスドスプリットレス（35 psi, 2 min）  
注入口ライナ：ウルトラライナート、ストレート、2 mm  
（P/N 5190-6168）  
注入口温度：200°C  
オープン温度：40°C（1 min保持）- 4°C/min → 120°C  
- 10°C/min → 170°C- 20°C/min → 260°C（2 min保持）  
MSDインターフェース温度：280°C

## 分析結果

### 1. 0.5 ng/Lレベルの感度

図3にブランク試料および0.5 ng/L標準試料の定量イオンによるSIMクロマトグラムを示しました。ブランク試料と比較し、0.5 ng/Lの試料ではいずれの成分も問題なく検出できていることが確認できました。

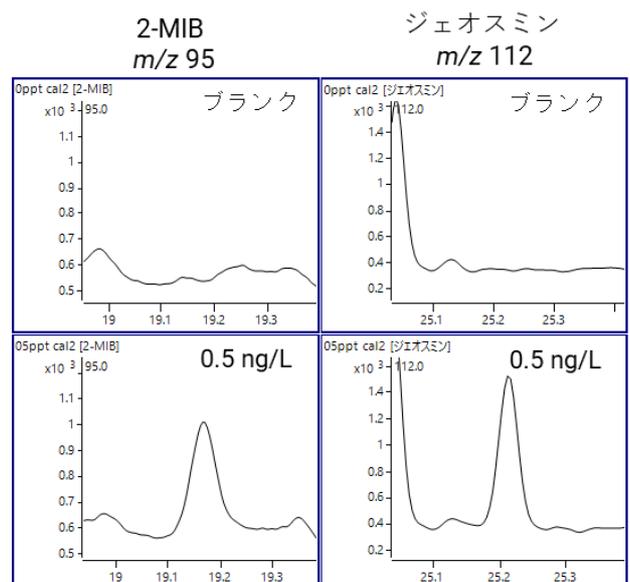


図3. ブランクおよび0.5 ng/L標準試料のSIMクロマトグラム

## 2. 検量線

図4に2,4,6-トリクロロアニソール-d3を内部標準化合物として用いた検量線（直線、原点を含まない、重み付け1/x）を示しました。0.5, 1, 2, 5, 10, 20, 50 ng/Lの範囲で検量線を作成した結果、いずれも決定係数(R<sup>2</sup>)は0.999以上の良好な直線性を示しました。

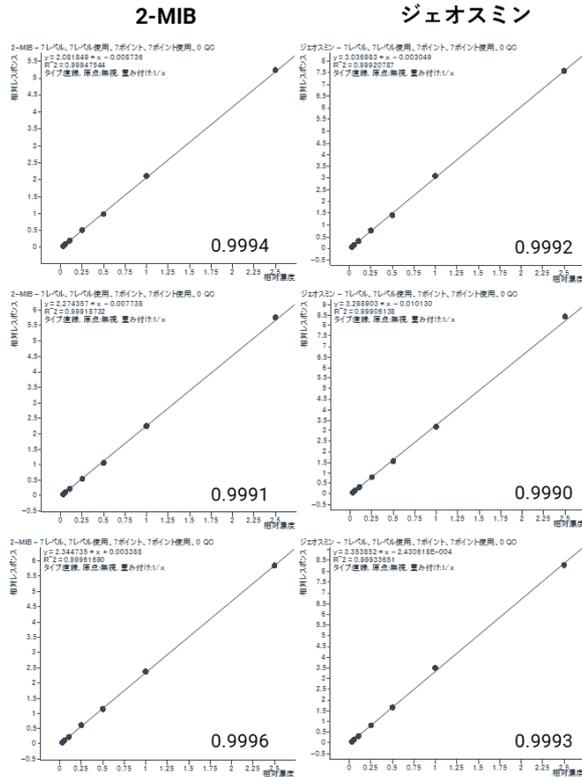


図4. 2-MIBおよびジェオスミンの検量線

3回作成した検量線の各濃度における真度を表1に示しました。いずれの濃度ポイントにおいて、93.6~107%以内の真度が得られました。また、併行精度 (N=3) は、5%以内でした。

	調製濃度 ng/L	定量値 ng/L			平均値 ng/L	真度 %	併行精度 RSD%
		1回目	2回目	3回目			
2-MIB	0.5	0.53	0.54	0.50	0.52	99.7~107	3.9
	1	0.97	1.03	1.04	1.01	96.9~105	4.0
	2	2.04	1.96	1.88	1.96	94.2~102	3.8
	5	4.94	4.84	5.19	4.99	96.9~104	3.6
	10	9.45	9.39	9.67	9.51	93.9~96.7	1.5
	20	20.28	19.86	20.21	20.1	101~102	1.1
	50	50.29	50.87	50.00	50.4	99.3~101	0.88
	決定係数	0.9994	0.9991	0.9996			
ジェオスミン	0.5	0.52	0.53	0.52	0.52	104~106	0.91
	1	0.94	1.03	0.98	0.98	94.4~103	4.1
	2	2.07	2.00	1.98	2.02	98.9~103	2.3
	5	5.09	4.86	4.86	4.94	97.2~102	2.7
	10	9.36	9.43	9.89	9.56	93.6~98.9	3.0
	20	20.47	19.56	20.86	20.3	102~104	3.3
	50	50.04	51.08	49.41	50.2	97.8~100	1.7
	決定係数	0.9992	0.9990	0.9993			

表1. 検量線各濃度の真度および精度

## 3. 1 ng/L標準試料の再現性

1 ng/Lの標準試料の連続分析を行った結果を表2に示しました。併行精度 (RSD%, N=6) は、4%以下と良好な結果が得られました。

	定量値 ng/L (N=6)						RSD%
2-MIB	0.99	0.96	0.96	0.95	0.90	0.93	3.0
ジェオスミン	0.98	0.93	0.98	1.00	0.91	0.96	3.7

表2. 1 ng/L標準試料の定量値および併行精度

## 4. 水道水の分析

表3に、標準添加 (1 ng/L) した水道水の連続分析の結果を示しました。併行精度 (RSD%, N=6) 4%以下の良好な結果が得られました。

	真度% (N=6)						RSD%
2-MIB	94.9	102	96.0	102	93.0	97.2	3.8
ジェオスミン	97.1	92.2	93.5	98.3	98.9	100	3.3

表3. 1 ng/L標準添加した水道水の真度および併行精度

## まとめ

PAL3 SPME Arrow - 8860GC / 5977B MSD (エクストラクタイオン源) により、1 ng/L以下の濃度レベルのかび臭原因物質を精度よく測定できました。また、検量線の直線性、各濃度ポイントの真度および併行精度は良好な結果であり、水道水の分析に問題なく適用可能であることが確認されました。

ホームページ

**[www.agilent.com/chem/jp](http://www.agilent.com/chem/jp)**

カスタマコンタクトセンタ

**0120-477-111**

**[email\\_japan@agilent.com](mailto:email_japan@agilent.com)**

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、  
医薬品医療機器等法に基づく登録を行っていません。  
本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに  
変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2020

Printed in Japan, December 8, 2020

GC-MS-202012NS-001

DE44159.4009375