



## 内部標準物質を用いたカビ臭原因物質の 分析方法、及び、システム安定性



### <要旨>

カビ原因物質分析の精度向上のため採用された、2,4,6-トリクロロアニソール-d3 及び、ジェオスミン-d3 を用いて連続分析における定量値の安定性、システムの安定性を評価しました。この結果、100本の連続分析における内部標準物質の面積値の再現性は9%以内、1pptの定量値の再現性は6%以内の結果となりました。この結果よりアジレントの P&T-GC/MS システムが極めて安定した性能であることが確認されました。

**Key Words:** Aquatek100、Stratum、7890A/5975CTAD、2-MIB、ジェオスミン、2,4,6-トリクロロアニソール-d3、ジェオスミン-d3

\* \* \* \* \*

### 1. はじめに

平成 24 年 2 月 28 日に交付された「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の一部を改正する件(平成 24 年厚生労働省告示第 66 号)」により、2-メチルイソボルネオール(2-MIB)、ジェオスミンの分析に内部標準法が採用されました。内部標準物質の候補物質として 2,4,6-トリクロロアニソール-d3、ジェオスミン-d3 が採用されています。本アプリケーションノートでは、これらを内部標準物質として用いる際の注意点、及び安定性について評価を行いました。

### 2. 測定条件

装置 : Agilent 7890 GC/5975C TAD  
カラム : VF-Xms(30m, 0.25mm, 0.25 $\mu$ m)  
注入法 : パルスドスプリット 10:1  
パルス圧力 : 25psi, 3min  
注入口温度 : 220 $^{\circ}$ C  
オープン温度 : 40 $^{\circ}$ C(1min)-10 $^{\circ}$ C/min-170 $^{\circ}$ C  
                  -30 $^{\circ}$ C/min-260 $^{\circ}$ C(3min)  
カラム流量 : 1.2 ml/min  
インターフェース温度: 240 $^{\circ}$ C  
イオン源温度 : 300 $^{\circ}$ C  
四重極温度 : 180 $^{\circ}$ C  
ドローアウトプレート: 6mm  
SIM(m/z): 2-MIB(95, 107,108,135)、ジェオスミン  
(112, 111, 125, 126)、2,4,6-トリクロロアニソール  
-d3(195, 197, 213, 215)、ジェオスミン-d3(115,  
128, 129, 149)

サンプル量 :25ml

塩析 :なし

パージガス :窒素

### 3. 実験方法

まずはじめに 2-MIB、及びジェオスミンの標準溶液 0.5、1、5、10、20 ppt を作成し、検量線を作成しました。この後、10本の水道水を分析後、1 ppt の標準試料を分析するという手順で、計 100 検体の水道水及び、10 検体の 1 ppt 標準試料を分析しました。

一連の分析において内部標準物質の 2,4,6-トリクロロアニソール-d3 は 10 ppt、ジェオスミン-d3 は 5 ppt になるよう添加しました。図 1 に SIM の積算イオンクロマトグラムを示しました。

ジェオスミン-d3 のマススペクトルにはジェオスミンのターゲットイオンとなる m/z: 112 が含まれるため、干渉をうけます。このため添加するジェオスミン-d3 の濃度は、できる限り低くする必要があります。ジェオスミン-d3 を 5 ppt にすると、約 0.25 ppt 相当のジェオスミン (m/z:112) の干渉となります。図 2 にジェオスミン-d3 (5ppt) 及び、ジェオスミン(1ppt)の SIM クロマトグラムを示しました。

### 4. 分析結果

図 3 には 100 回の水道水分析における、2,4,6-トリクロロアニソール-d3、ジェオスミン-d3 の面積値の変動を示しました(図では 5 検体毎にプロット)。



各面積値の再現性(%RSD, n=100)は6.0%、8.8%と良好な値が得られました。これは P&T-GC/MS システムが極めて安定的であることを示しています。

また表1には2,4,6-トリクロロアニソール-d3を内部標準物質として用いた場合、表2にはジェオスミン-d3を用いた場合の定量値の再現性を示しました。なお2-MIBの定量イオンにはm/z:107、ジェオスミンはm/z:112を使用しました。いずれの定量値においても再現性(%RSD, n=10)は6%以内と良好な値が得られました。この結果より、100検体の連続分析においても定量値が非常に安定している事が示されました。

表1, 2を見ると、2,4,6-トリクロロアニソール-d3を内部標準物質として用いたほうが、2-MIBの定量値の再現性が向上し、ジェオスミン-d3を使用したほうがジェオスミンの定量値の再現性が向上することが分ります。この結果から両物質を内部標準物質として使用することが最善と考えられます。しかし、その差は1pptの定量値で20%以内であることから、どちらか一方の内部標準物質の使用でも厚生労働省の求める十分な分析精度が得られることが分りました。

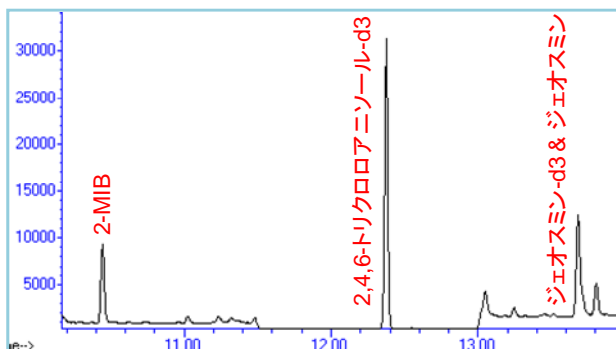


図1. SIMの積算イオンクロマトグラム  
(2-MIB, ジェオスミン:1ppt, 2,4,6-トリクロロアニソール-d3: 10 ppt, ジェオスミン-d3:5 ppt)

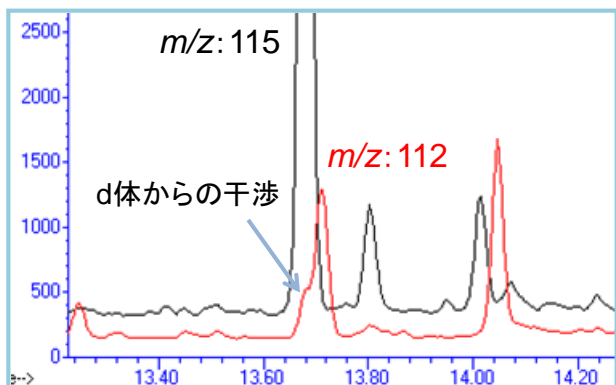


図2. SIMのクロマトグラム  
(ジェオスミン 1ppt, ジェオスミン-d3 5ppt)

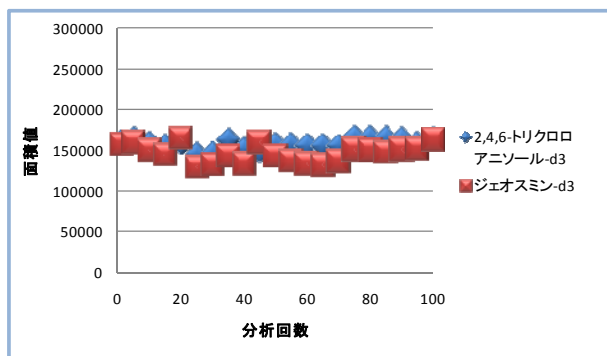


図3. 内部標準物質の面積値の変動(5回毎にプロット)

表1. 2,4,6-トリクロロアニソール-d3を用いた、1pptの定量値の再現性

分析順番	2-MIB	ジェオスミン
1	0.95	0.93
21	1.01	0.93
31	0.92	0.83
41	0.96	0.95
51	0.96	0.87
61	1.06	0.82
71	0.99	0.85
81	1.00	0.87
91	1.02	0.87
101	0.93	0.89
平均値	0.98	0.88
SD	0.04	0.04
%RSD	4.5	5.0

表2. ジェオスミン-d3を用いた、1pptの定量値の再現性

分析順番	2-MIB	ジェオスミン
1	1.12	1.1
21	1.18	1.09
31	1.08	1.04
41	1.13	1.07
51	1.13	1.07
61	1.33	1.06
71	1.12	1.05
81	1.16	1.04
91	1.15	1.03
101	1.14	1.06
平均値	1.15	1.06
SD	0.07	0.02
%RSD	5.8	2.1

【GCMS-201204AZ-001】

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1

www.agilent.com/chem/jp



Agilent Technologies