

JMS-K9 Application Data

新水道法に基づくジェオスミン及び 2-メチルイソボルネオールの測定
～パージ&トラップ-GC/MS 法～

ジェオスミン及び2-メチルイソボルネオール(以後2-MIB と略す)の2物質は、水道水中のカビ臭物質として従来から測定されてきているが、平成16年4月より施行される新しい水道水質基準では、新規の水質基準物質として規制されている物質である。そしてその測定方法は、固相抽出-GC/MS 法、パージ・トラップ-GC/MS 法、そしてヘッドスペース-GC/MS 法の3種類が採用されている。また基準値としては、0.00001 mg/L(10ppt)が設けられており、定量下限値としては、さらにその10分の1、即ち0.000001mg/L(10 ppt)という極低濃度の測定が必要であるため、非常に高感度の安定した分析が必要である。今回はパージ&トラップに Tekmar5000J、そして GC/MS に”JMS-K9”をそれぞれ使用したシステムを用いて、ジェオスミンと2-MIB の測定感度及び連続測定の再現性について検討した。

検量線の作成法は以下のとおりである。ジェオスミン及び2-MIB 混合標準液(0.2 µg/mL)を段階的にメスフラスコに採り、それぞれにメチルアルコールを加えて 10mL とした。次いで市販のミネラル水にマイクロシリンジを用いて上記のメチルアルコール溶液をミネラル水 10 mL に対して 5 µL の割合で注入し、濃度 1、3、10、30、そして 100ng/L(ppt)の標準水溶液を調製した。

測定に用いたパージ・トラップ-GC/MS 法の条件を表1に示す。はじめにスキャン測定を実施し、各化合物のリテンションタイムとマススペクトルの確認を行った。図1にその際のマススペクトルを示す。この結果、リテンションタイムは、2-MIB が 16:30、そしてジェオスミンが 20:05 にそれぞれ溶出することが確認され、また図1より、マススペクトルも正常なパターンを確認した。

次に SIM モードによる測定を行った。定量イオン及び確認イオンは、ジェオスミンが m/z 111 および m/z 125、2-MIB が m/z 95 および m/z 107 をそれぞれ使用した。尚、内部標準物質は使用していないため、絶対検量線法による定量解析となる。図2に両物質の検量線を示した。得られた検量線の相関係数は、ジェオスミンが 0.9998、2-MIB が 0.9997 であり、両物質とも良好な直線性であった。さらに濃度 1ng/L(ppt)を測定した際の各定量イオンのマスクロマトグラムを図3に示した。基準濃度の1/10以下の濃度にも関わらずその S/N(Peak to Peak)の値は、ジェオスミン、2-MIB が 0 あり、非常に高感度な検出が可能であった。

表1 パージ・トラップ-GC/MS 条件

< PTI >			
試料量	: 25mL	塩析	: なし
パージ&トラップ温度	: 200℃	マウント温度	: 60℃
パージ時間	: 15分	パージ温度	: 60℃
パージ流量	: 45mL/分	ドライパージ時間	: 3分
デソープ時間	: 6分	デソープ温度	: 220℃
ベーク時間	: 15分	ベーク温度	: 230℃
< GC-MS >			
分離カラム	: SPB-5 (内径0.32mm、長さ60m、膜厚0.25 µm)		
	: 40℃ (6分保持) → 200℃ (0分保持)、10℃/分		
オープン温度	: 300℃ (9分保持)、30℃/分		
He流量	: 3mL/分 (Desorb Inlet Pres: 120 kPa)		
インターフェイス温度	: 250℃		
イオン源温度	: 250℃		
イオン化電圧/電流	: 70eV / 300 µA		
SIMチャネル / 時間	: 1stグループ: m/z95, 107, 135, 150(2-MIB), / 各100m秒		
	: 2ndグループ: m/z111, 112, 125, 149(ジェオスミン), / 各100m秒		
検出器電圧	: -2100V		

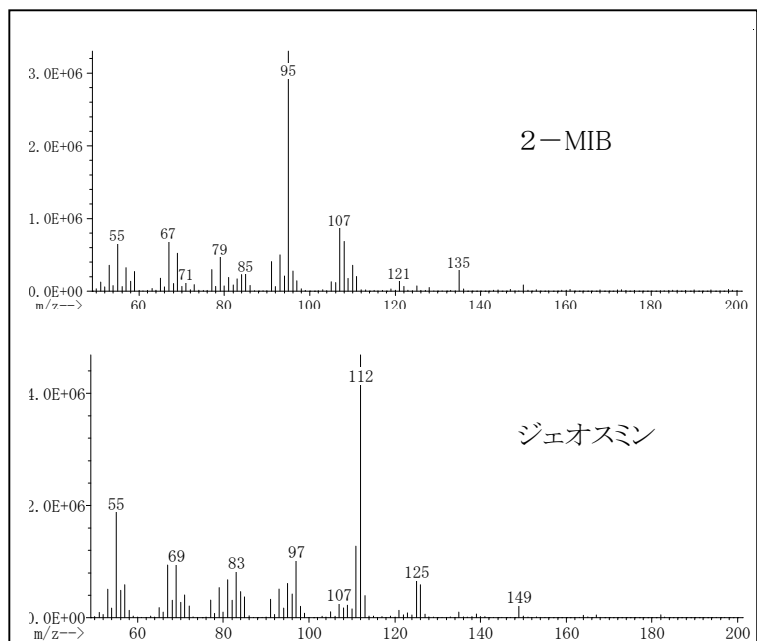


図1 ジェオスミンと2-MIB のマススペクトル

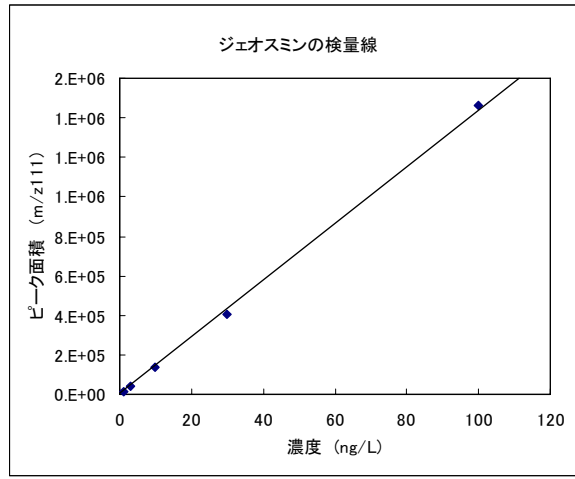
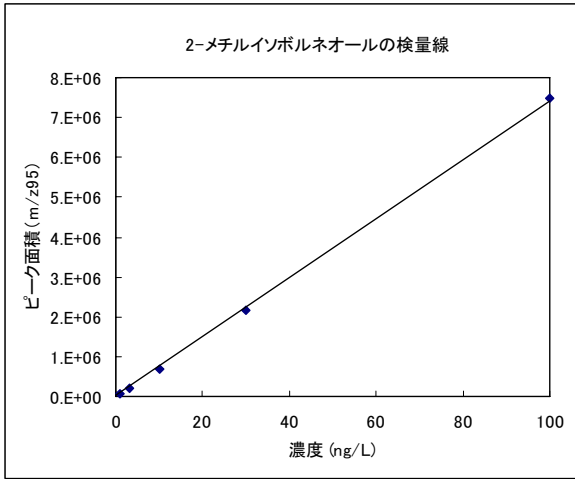


図2 ジェオスミン及び2-MIBの検量線

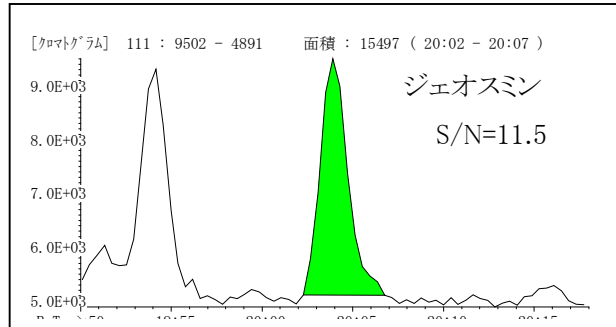
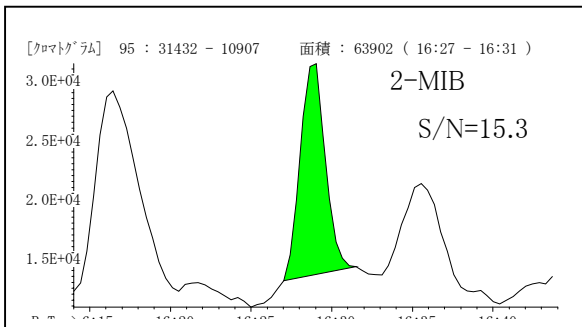


図3 2-MIB(m/z95)及びジェオスミン(m/z111)標準水溶液(1ng/L)のSIMクロマトグラム

各濃度の7回連続測定の結果から計算した変動係数(C.V.値)を表2に示した。水道法では、有機物の項目について基準値の1/10付近の定量値の変動係数(C.V.)が20%以内であることが求められている。今回の測定結果は、濃度100ng/Lから1ng/LまでC.V. 20%以下の測定が可能であった。

以上のように、“JMS-K9”を用いるジェオスミン及び2-MIBの測定について検討した結果、水道法で要求されている感度と精度を十分に満たす結果が得られた。

さらに、水道水と水道水に両物質が1ng/Lとなるよう添加した試料を測定した。そのSIMクロマトグラムと定量解析結果を図4に示した。水道水の結果では、両化合物共に検出されなかった。一方1pptのカビ臭を添加した試料の結果では、両化合物共に検量線の1pptの結果と良い一致を示し、3回の再現性もCV%でジェオスミンが2.94%、2-MIBが1.65%と良好であった。よって実試料中の1pptレベルという極低濃度においても十分な定量性が確認された。

表2 連続分析の再現性

試料濃度	CV% (n=7)	
	2-MIB	ジェオスミン
1ppt	6.74	5.9
3ppt	2.29	2.82
10ppt	1.58	1.75
30ppt	2.14	1.71
100ppt	1.18	0.72

表3 標準添加試料(1ng/L)の定量値の再現性

回数	定量値(ng/L)	
	2-MIB	ジェオスミン
1	1.415	1.581
2	1.415	1.471
3	1.366	1.524
CV%	1.65	2.94

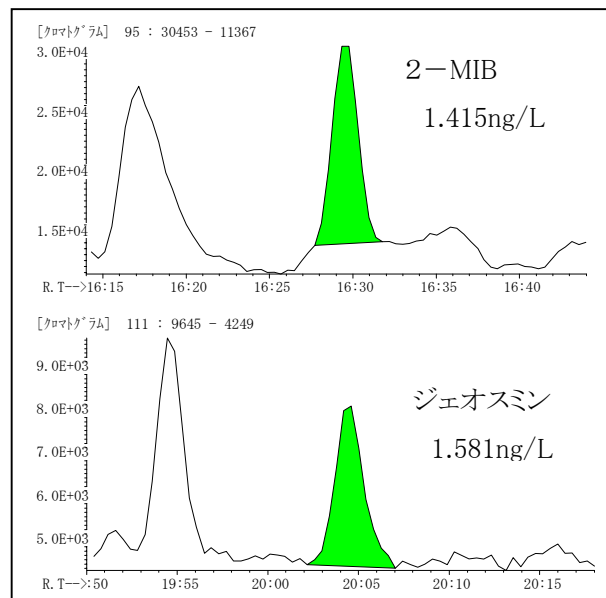


図4 標準添加試料(1ng/L)のSIMクロマトグラム