

## 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  
～ 固相抽出-ガスクロマトグラフ質量分析法 ～

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、従来の水道法では要監視項目として測定・検討されてきたが、2004年4月より施行された新しい水道水質基準では、検出状況等による知見の集積の結果、水質環境基準健康項目へ移行された物質である。その測定方法は、固相抽出-GC/MS法、ページ・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。

既にページ・トラップ-GC/MS法(5mL及び25mLの各フリット管条件下)による結果は、MSTips No.18及び20において報告しており、検出感度及び定量性共に十分な精度が確認されている。そこで今回は、”JMS-K9”をGC/MS装置として用いた固相抽出-GC/MS法によるジェオスミンと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。

## &lt; 実験 &gt;

検量線用試料の調整は、ジェオスミンと2-MIBの混合標準液を段階的に希釈調整した。調整された試料の濃度は、0.1, 0.2, 0.5, 1, 10, そして100  $\mu$ g/L(ppb)の6種類であり、同時に標準混合試料を加えないブランク試料も作成した。

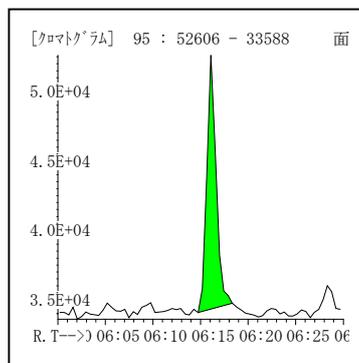
測定に用いたGC/MS法の条件を表1に示す。分離カラムには、DB-5msを用い、MSはSIMモードによる測定を行った。その際の定量イオン及び確認イオンは、ジェオスミンがm/z 112及びm/z149、2-MIBがm/z 95及びm/z107をそれぞれ使用した。また各試料は再現性による定量精度の確認のために7回連続で測定を行った。尚、内部標準物質は未使用である為、絶対検量線法による定量解析となる。

## &lt; 結果と考察 &gt;

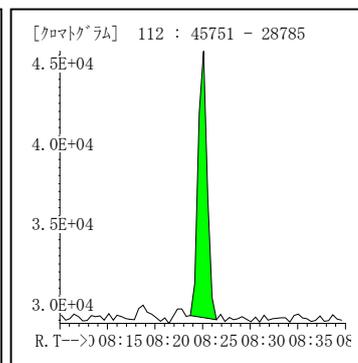
濃度0.5  $\mu$ g/L(ppb)を測定した際の各定量イオンのSIMクロマトグラムを図1に示した。その結果、リテンションタイムは、2-MIBが6:15、そしてジェオスミンが8:24にそれぞれ溶出することが確認された。また、夾雑ピークの悪影響のない良好なクロマトグラムが得られ、S/N

表1 GC/MS 測定条件

使用装置	: JMS-K9
使用カラム	: DB-5ms 30m×0.25mm (膜厚: 0.1 $\mu$ m)
昇温条件	: 50°C(2min) ----- 15°C/min ----- 170°C(0min) ----- 30°C/min ----- 260°C(0min)
注入量	: 1 $\mu$ L (Pulsed Splitless)
キャリアーガス制御	: Constant Flow, 1.8mL/min (He)
インジェクター温度	: 200°C
インターフェース温度	: 220°C
イオン源温度	: 250°C
測定モード	: SIM
測定イオン/リテンションタイム	: m/z95, 107, 135(2-MIB)/150m秒 m/z111, 112, 149(ジェオスミン)/150m秒
イオン化電流	: 300 $\mu$ A
イオン化エネルギー	: 70eV



2-メチルイソボルネオール(m/z95)



ジェオスミン(m/z112)

図1 2-MIB及びジェオスミン標準水溶液(0.5  $\mu$ g/L)のSIMクロマトグラム

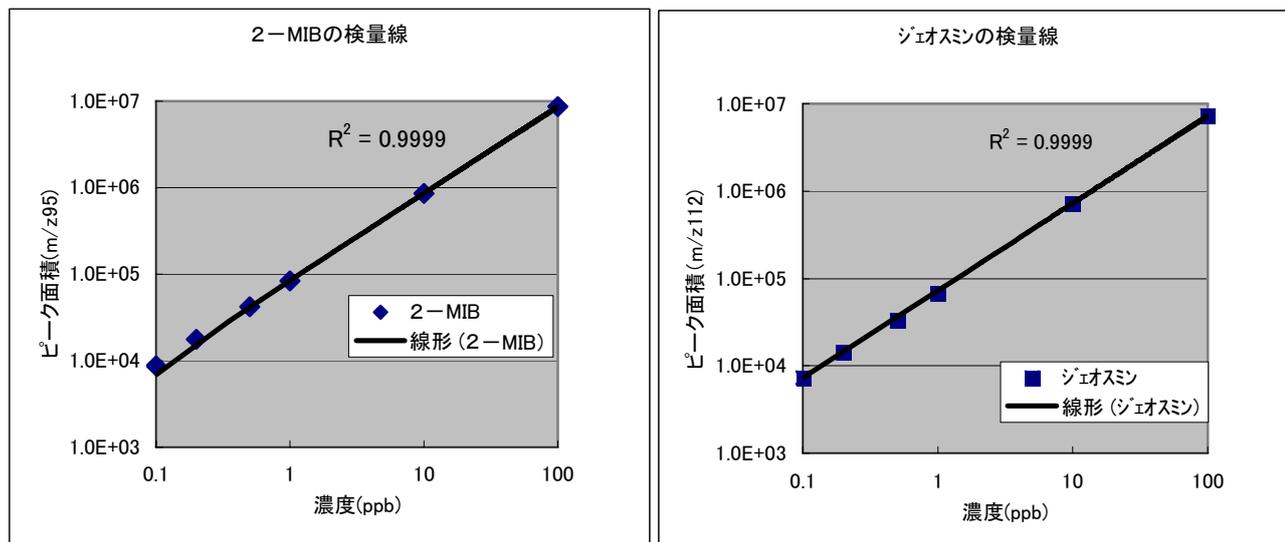


図2 2-MIB 及びジェオスミンの検量線

(Peak to Peak)感度では、2-MIB が25、ジェオスミンが34と非常に高感度な検出が可能であった。

次に図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、両化合物共に0.9999、と良好な直線性であった。

さらに各濃度の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。今回の測定では、全ての濃度において、C.V. 20%以下を十分に満たし、最低濃度の0.1ppbでも、ジェオスミンが3.0%、2-MIBが3.5%と非常に高感度且つ高精度な測定が可能であった。

以上ように、固相抽出-GC/MS法において“JMS-K9”をGC/MSとして用いることによって、ジェオスミン及び2-MIBの測定が、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。よって固相抽出における濃縮倍率を低減することが可能となり、定量性と作業効率の両面において向上が期待できる。

表2 標準試料の連続分析の再現性結果

2-メチルイソボルネオール(m/z95)

濃度 (ppb)	#1	#2	#3	#4	#5	#6	#7	変動係数 (C.V.)
0.1	0.1036	0.1046	0.1010	0.1042	0.0996	0.0961	0.1013	3.0
0.2	0.2136	0.2034	0.2037	0.2057	0.2040	0.2047	0.2008	2.0
0.5	0.5021	0.4887	0.4987	0.4730	0.4745	0.4899	0.4833	2.3
1	1.0125	0.9532	0.9684	0.9929	0.9659	0.9709	0.9614	2.1
10	9.8830	10.2613	9.9954	10.0738	9.9518	9.8802	10.0015	1.3
100	101.0086	101.3215	101.4089	101.2309	101.8401	100.3838	101.0398	0.4

ジェオスミン(m/z112)

濃度 (ppb)	#1	#2	#3	#4	#5	#6	#7	変動係数 (C.V.)
0.1	0.1068	0.1069	0.1091	0.1068	0.1013	0.1004	0.1003	3.5
0.2	0.2076	0.1929	0.2134	0.2107	0.2067	0.2044	0.2027	3.2
0.5	0.4878	0.4599	0.4888	0.4607	0.4831	0.4560	0.4680	3.0
1	0.9825	0.9829	0.9501	0.9522	0.9762	0.9545	0.9510	1.6
10	10.3728	10.2410	10.1070	10.0957	9.7428	9.8705	9.8445	2.3
100	103.4943	103.6629	101.8618	101.0490	101.6022	100.8174	102.0801	1.1