

**JMS-Q1000GC Mk II Application Data****MS-62070 STRAP ヘッドスペースのループモードによる水道水中のカビ臭成分の分析**

水道法によるカビ臭分析は、2009 年度現在、3 種類の前処理法が採用されている。その一つであるヘッドスペース(以下 HS)- GC/MS 法は、他の 2 つの手法(パージ&トラップ法、固相抽出法)よりも操作等が簡便であり、安定した連続分析が可能な分析手法である。

今回、水道法で規定される条件を用いて、HS のループモードによるカビ臭分析を行い、水道法で定められる定量下限値の 1/10 である 1 ng/L (ppt)の感度確認と再現性、さらに直線性について検討したので紹介する。

<測定>

Table 1.に GC/MS 条件、Table 2.に HS 条件を示し、水道法に準じた手法で測定した。また、比較検討として、HS の加温温度を 80℃と 90℃の場合について S/N による感度確認を行った。

測定に用いた検量線添加用標準溶液は、2-メチルイソボルネオール(2-MIB)・ジェオスミン混合標準原液 1 mg/L(ppm) を段階的にメタノール溶媒で希釈し、100、10 μg/L (ppb)の標準溶液を作成した。

10 ppb の標準溶液を用いて、マイクロシリンジで 1、2、5 そして 10 μL をそれぞれ Blank 水 10 mL に添加し、1、2、5 そして 10 ppt の検量線用標準水溶液を作成した。同様に 100 ppb の標準溶液を用いて、20、100 ppt の検量線用標準水溶液を作成し、Blank 試料を含めて合計 7 濃度作成した。

Table 1. Measurement conditions of GC/MS

Column	InertCap 1 30 m (length), 0.25 mm (I.D.), 0.4 μm (d.f.)
Oven	40 °C ( 3 min)-5 °C/min-170 °C-30 °C/min-250 °C ( 5 min)
Column Flow (Mode)	1.5 mL/min ( Constant Flow )
Inlet mode	Pulsed Splitless
Injectoin Press.	344 kPa
Ionization Energy	70 eV
Ionization Current	100 μA
Ion Source Temp.	250 °C
GCITF Temp.	250 °C
SIM Channel	Group 1→ <i>m/z</i> 95, 107, 135 ( 150 ms each, for 2-MIB Group 2→ <i>m/z</i> 111, 112, 125 ( 150 ms each, for Geosmin

Table 2. Measurement condition of HS

Sampling Mode	Loop ( 5 mL )
Vial Volume	22 mL
Sampling Volume ( NaCl for salting out )	10 mL ( 4 g )
Sampling Temp. ( Sampling Time )	80 °C or 90 °C ( 30 min )

<結果と考察>

2-MIB、ジェオスミン 1 ppt の SIM クロマトグラムを Fig. 1.の上段に示す。また、参考データとして、HS によるサンプル加温温度を 90 °Cにした場合の結果を Fig. 1.の下段に示す。Table 3. には、それぞれの S/N を示した。Table 3.に示すように90 °Cの場合においては、80 °Cの場合よりも、Peak to Peak で2倍程度感度が良いことを確認した。

ヘッドスペース法は、揮発性物質の気相濃度と液相濃度との分配が一定になるというヘンリーの法則に基づいており、一定温度下に加温させることにより気液平衡状態にさせ、その気相の一定量を GC/MS 測定する手法である。今回、カビ臭 2 成分において、90 °Cの方が 80 °Cよりも S/N で 2 倍程度良好な感度であった理由としては、30 分間の加温時間の中で、より気相側へカビ臭成分の分配が進んだことが考えられる。

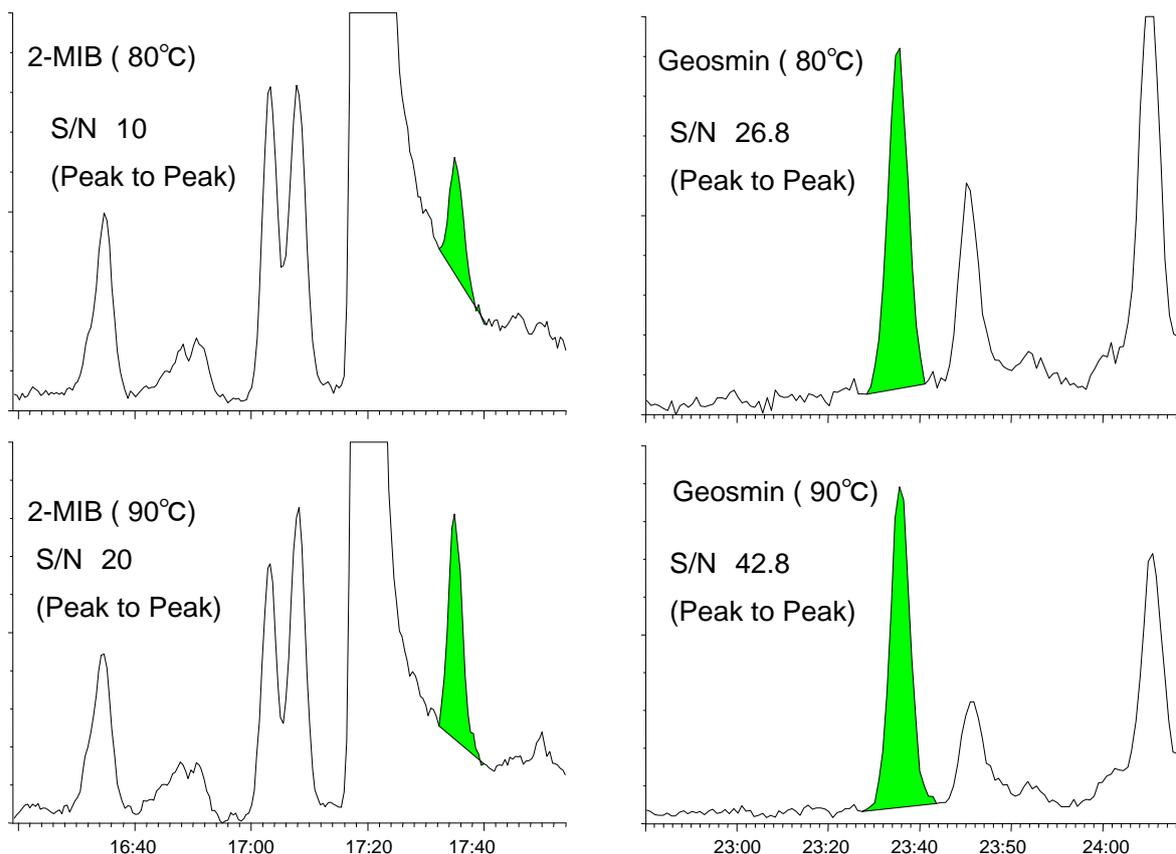


Fig. 1. SIM chromatograms of 2-MIB ( $m/z$  95) and Geosmin ( $m/z$  112) (1 ppt)

Table 3. S/N of 2-MIB and Geosmin

Compound	Temp.	Peak to Peak	R.M.S
2-MIB	80 °C	10.0	40.1
	90 °C	20.0	72.0
Geosmin	80 °C	26.8	91.3
	90 °C	42.8	148.4

次に、直線性の確認として、2-MIBとジェオスミンの検量線を Fig. 2. に示す。Fig. 2. に示すように2-MIB、ジェオスミン共に  $R > 0.9997$  以上と良好な直線性を確認した。

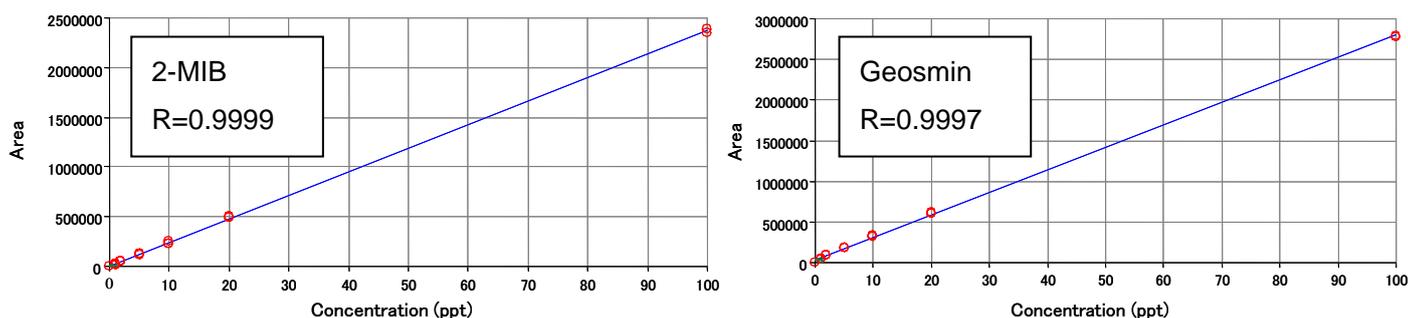


Fig.2. Calibration Curve of 2-MIB and Geosmin

次に、1 ppt 及び 2 ppt の 2-MIB とジェオスミンの 5 回連続測定による再現性を Table 4. に示す。2 成分共に CV% で 2.5 % 以内であり、水道法で定められる再現性 (20 % 以内) を十分満足する結果であった。

また、1ppt 標準試料の標準偏差結果から算出した検出下限値は、2-MIB で 0.07 ppt、ジェオスミンで 0.03 ppt で、定量下限値については、2-MIB で 0.24 ppt、ジェオスミンについては 0.1 ppt と共に良好であった。

Table 4. The coefficient of variation (C.V.) value of 2-MIB and Geosmin

		Concentration (ppt)					Average	S.D.	CV%	Detecton Limit (S.D. × 3, ppt)	Quantification Limit (S.D. × 10, ppt)
		#1	#2	#3	#4	#5					
2-MIB	1 ppt	0.94	0.91	0.93	0.96	0.97	0.94	0.02	2.5	0.07	0.24
	2 ppt	2.16	2.09	2.11	2.15	2.13	2.13	0.03	1.3	-	-
Geosmin	1 ppt	0.90	0.92	0.92	0.91	0.90	0.91	0.01	1.1	0.03	0.10
	2 ppt	2.24	2.21	2.22	2.26	2.24	2.23	0.02	0.9	-	-

以上のことから、MS-62070 STRAP ヘッドスペースのループモードを用いたカビ臭 2 成分の分析は、感度、直線性共に良好であり、1 ppt の再現性についても水道法で求められる 20% 以内を十分満足する結果が得られたことを確認した。よって、MS-62070 STRAP ヘッドスペースは高感度が必要なカビ臭測定においても、十分対応可能で、優れたヘッドスペースであることを確認した。