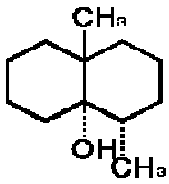


GC/MS大量注入法を用いたカビ臭物質 (ジェオスミン&2-MIB) の分析

はじめに

ジェオスミンおよび2-メチルイソボルネオール (2MIB) は、水道水中のカビ臭原因物質として知られていますが、平成16年4月の水道法改定により、水質基準項目として0.01 $\mu\text{g/L}$ (10ppt) という低い基準値が設定され、定量下限値としてはさらにその1/10の0.001 $\mu\text{g/L}$ (1ppt) という極めて低い値が求められます。今回は、GC大量注入法を用い、これらのカビ臭物質の安定した高感度分析を検討しましたので、報告いたします。

構造式&物性

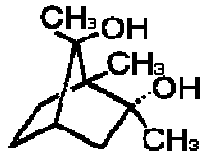


ジェオスミン

M.f. $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}$

Mol.wt. 182

水質基準値 0.01 $\mu\text{g/L}$



2-メチルイソボルネオール

M.f. $\text{C}_{11}\text{H}_{20}\text{O}$

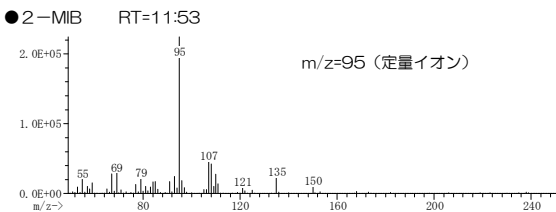
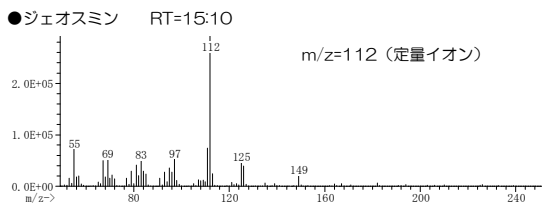
Mol.wt. 168

水質基準値 0.01 $\mu\text{g/L}$

分析条件

PTV Injector	LVI-S200 (AiSTI Science) ; Stomach Insert
Injector Temp.	70°C-120°C/min-240°C-50°C/min-260°C (20min)
Solvent Purge Time	0.3 min
Auto Sampler	Agilent 7683; 50 μL Syringe
Injection Volume	25 μL
GC	Agilent 6890N
Pre-column	Deactivated silica capillary tube, 0.25mm \times 0.3m
Column	ENV-5MS, 0.25mm i.d. \times 30m, df; 0.25mm
Column Oven Temp.	50°C (3min) -10°C/min-180°C-25°C/min-310°C (5min)
Inlet Mode	Solvent Vent Mode
Vent Flow	150 mL/min
Vent Press	70 kPa
Vent End Time	0.3min
Purge Flow	50 mL/min
Purge Time	3 min
Gas Saver Flow	20 mL/min
Gas Saver Time	5 min
MS	JMS-Q1000GC (JEOL)
Detector Temp.	280°C
MS Method	SCAN; 50 - 250 m/z SIM; m/z=112,125,182(ジェオスミン) m/z=95,135,150(2-MIB)

MSスペクトル



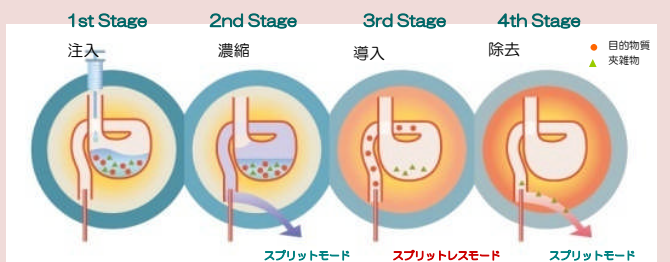
標準品

- ジェオスミン標準原液
- 2-メチルイソボルネオール標準原液

(関東化学株式会社製)

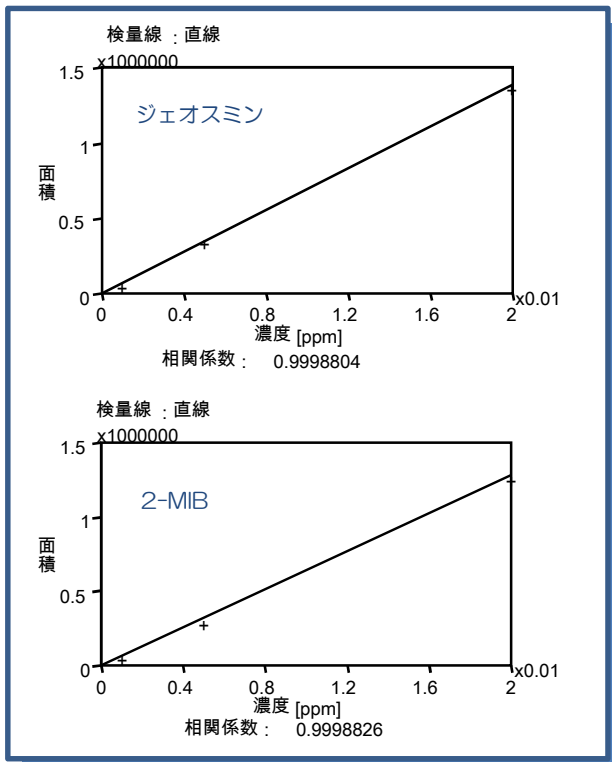
胃袋型インサートを用いた大量注入工程

GC大量注入装置LVI-S200 (ラピストマ) は、胃袋型のインサートを搭載したAiSTI Science社製の注入装置です。試料を胃袋型のインサート内に注入後、溶媒のみを排出しインサート内で試料を濃縮後、注入口の温度を上げ目的物質をカラム内へ導入します。



- 1st 注入口温度を溶媒沸点よりも低めに設定した状態で試料を注入し、液体状態でインサート内に保持。
- 2nd スプリットモードで揮発してくる溶媒蒸気を排出し、インサート内で試料を濃縮する。
- 3rd スプリットレスモードで注入口温度を上げ、目的物質を分離カラムに導入し、分析を行う。
- 4th スプリットモードにし、インサート内に残存している高沸点夾雑物を除去。

□検量線（直線性）



□再現性

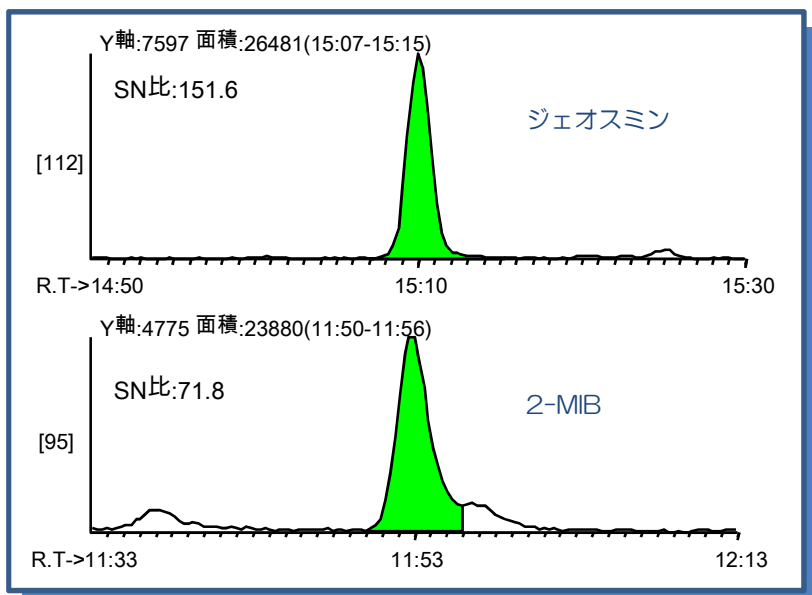
●ジェオスミン

	SIM 0.5 μ g/L	SCAN 1 μ g/L	SCAN 5 μ g/L	SCAN 20 μ g/L
1	26365	64258	296960	1260012
2	24559	62264	304071	1380260
3	23974	63357	300503	1358227
4	25370	55443	322077	1296126
5	24900	56573	282314	1319781
平均	25034	60379	301185	1322881
RSD(%)	3.6	6.7	4.8	3.6

●2-MIB

	SIM 0.5 μ g/L	SCAN 1 μ g/L	SCAN 5 μ g/L	SCAN 20 μ g/L
1	25938	63715	261398	1141821
2	24123	60723	270701	1293298
3	22953	59345	257992	1234195
4	25070	53761	284170	1172558
5	24423	53341	237202	1171306
平均	24501	58177	262293	1202636
RSD(%)	4.5	7.8	6.6	5.1

□SIMクロマトグラム（バイアル中濃度 0.5 μ g/L=試料中濃度 0.5ppt）



前処理フロー

検水500mL
↓
固相C18（または同等品）
├ 遠心分離により固相を乾燥
├ 溶出 ジクロロメタン
濃縮
↓
定容（0.5mL）：1000倍濃縮
↓
GC/MS

まとめ

今回、大量注入法を用いてカビ臭物質（ジェオスミン&2-MIB）の分析を行ったところ、検量線（直線性）は共に相関係数0.9998以上と良好であり、また再現性もバイアル中濃度0.5 μ g/Lの低濃度でジェオスミン：3.6%、2-MIB：4.6%と良好な結果が得られました。

バイアル中濃度0.5 μ g/LのSIMクロマトグラムも非常に良好な感度を得られ、通常の前処理法（右図参照）を用いて試料調製を行った場合（1000濃縮）、試料中濃度で0.5pptのクロマトグラムを表しており、十分な感度を得られていることがわかりました。大量注入を用いることで高感度分析が可能になり、前処理で1000倍濃縮をする必要がなくなり、500mL必要であった検水が100mLに少量化できるなど前処理のスケールダウンが図れ、迅速および簡便化につながると考えられます。

技術に関するお問い合わせは弊社までご連絡ください。

(株) アイスティサイエンス

TEL：073-475-0033

FAX：073-474-0862

www.aisti.co.jp

as@aisti.co.jp