

オンライン SPE-GC/MS/MS システムを用いたジェオスミンおよび 2-メチルイソボルネオール分析法の検討

○浅井 智紀, 佐々野 僚一

(株式会社アイスティサイエンス)

【はじめに】

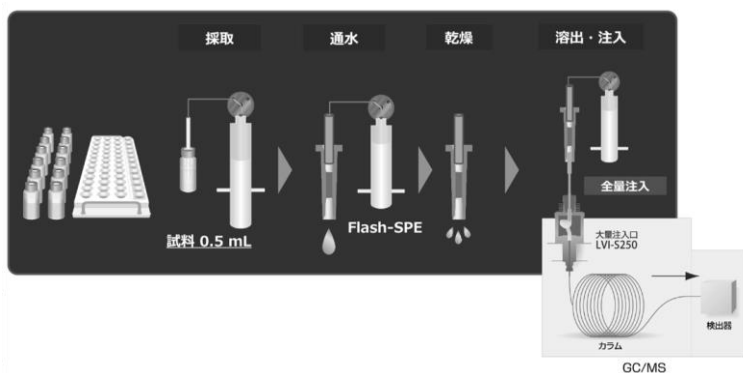
ジェオスミンおよび 2-メチルイソボルネオール(2-MIB)は、カビ臭の原因物質として厚労省の定める水道法において基準値が設けられている。水質基準項目として 0.01 $\mu\text{g/L}$ (ppb)という低い基準値が設定されており、また、定量下限値としてはさらにその 1/10 の 0.001 $\mu\text{g/L}$ (ppb)という極めて低い値が求められている。演者らはこれまでに、GC 大量注入法と固相抽出法を用いた分析手法の検討を行い、その結果を本学会において報告した。今回、オンライン SPE-GC システムを用いた分析法の検討を行ったので報告する。

従来法によるジェオスミンおよび 2-MIB の測定法では、多量の試料が必要であり、さらに濃縮操作に時間を必要とするなど測定までの前処理操作に様々なコストを要する。演者らが開発した自動前処理装置は、測定に必要な試料量を低減し、濃縮操作に要する時間や溶媒量の削減などの低コスト化を実現し、さらに前処理操作から分析までの全自動化を実現した。本演題では、開発した自動前処理 SPE-GC/MS/MS システムによるジェオスミンおよび 2-MIB の分析方法とその結果について報告する。

【方法】

(システム概要)

本研究に用いた自動前処理オンライン SPE-GC システムの概要を図 1 に示した。



バイアルに入れた試料 0.5 mL を採取し、専用固相カートリッジカラム (Flash-SPE) に保持させた。固相カートリッジを窒素パージにより乾燥後、固相溶出液を直接 GC に大量注入した。

図 1 オンライン SPE-GC システム[SIGI-P100 (アイスティサイエンス)]による操作概要

(試料調製および前処理方法)

アセトンに溶解した 2-MIB 標準液(和光純薬)およびジェオスミン標準液(和光純薬)を超純水に添加し、各濃度に調製した試料を試験液として使用した。HLB を 3mg 充填した Flash-SPE をコンディシ

A study of method for analysis of geosmin and 2-methylisoborneol by online SPE-GC/MS/MS system

○Tomonori Asai, Ryoichi Sasano

AiSTI SCIENCE Co., Ltd.

ヨニングした後、試験液 0.5 mL を通水して目的成分を保持させた。次に固相カートリッジカラムに窒素ガスを吹き付け、十分に乾燥させた。溶出にはアセトン/ヘキサン=1/3 の混合溶媒を用い、固相溶出液 40 μ L を大量注入口装置 [LVI-S250 (アイスティサイエンス)] に注入し、胃袋型インサート内で濃縮した目的成分を GC/MS/MS 分析に供した。分析装置には Agilent 7890B/7000C GC/MS/MS (アジレントテクノロジー) を用いた。

【結果と考察】

(添加回収試験および再現性試験)

2-MIB およびジェオスミンをアセトン/ヘキサン=1/3 に溶解して 0.125 μ g/L (ppb) に調製した標準液 40 μ L を直接 GC に注入してピーク面積値(絶対量: 5 pg)を積算した。次に、0.01 μ g/L (ppb) に調製した試験液をオンライン SPE-GC システムに供して得られたピーク面積値 (絶対量: 5 pg) から回収率を算出した。結果として、回収率はいずれも 80% 以上となった(表 1)。また、0.01 ppb に調製した試験液をオンライン SPE-GC システムで 5 回連続測定して再現性の評価を行った。結果として、RSD はいずれも 10% 以下となった(表 1)。

表 1 本システムによる回収率および再現性評価 (n=5)

	STD	1	2	3	4	5	Average	RSD (%)	Recovery (%)
2-MIB	1,741	1,642	1,682	1,699	1,673	1,342	1,608	9.3	92
Geosmin	11,366	9,291	10,244	9,384	9,120	8,672	9,342	6.1	82

表内には面積値を示し、結果の算出は内標補正を使用せず行った。

(検量線)

試料水中濃度が 0.005, 0.01, 0.05, 0.1 ppb になるように試験液を調製し、SPE-GC システムにより検量線を作成した(図 2)。2-MIB の相関係数が 0.9967 となり、ジェオスミンの相関係数は 0.9958 となった。

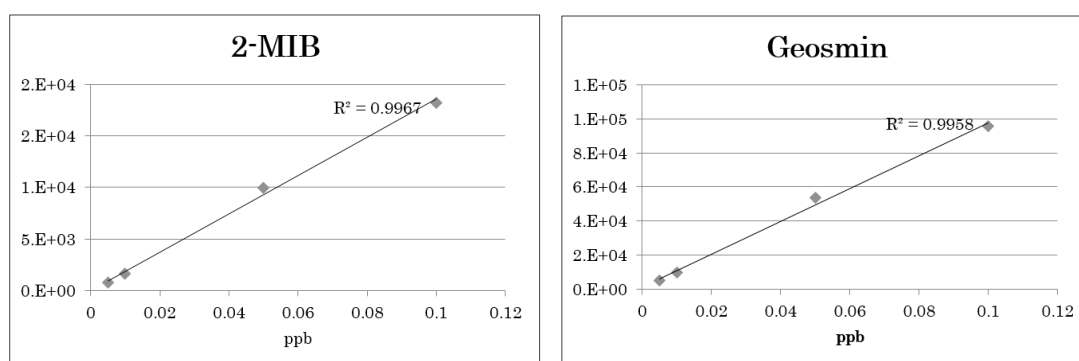


図 2 本システムによる検量線

【結論】

今回、開発したオンライン SPE-GC システムを用いることで、カビ臭 (ジェオスミンおよび 2-MIB) の前処理工程から測定までを全自動化することができた。また、前処理に要する時間を 10 分以内にまで大幅に短縮することができ、本システムを GC/MS/MS と組み合わせることにより低濃度試料での分析が可能となった。今後、Fast GC を取り入れた SPE-GC システムの検討を行い、1 試料の前処理から分析終了までに要するトータル時間のさらなる短縮を目指していく。