第26回環境化学討論会
2017年6月7-9日、静岡コンベンションアーツセンター

1B-15

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

株式会社アイスティサイエンス
○浅井　智紀、佐々野　僚一

Beyond your Imagination

AiSTI SCIENCE

オンラインSPE-GCシステムについて

SGI-P100

Flash-SPE

※写真はアジレントテクノロジー株式会社の許可の許可を得て使用しております。

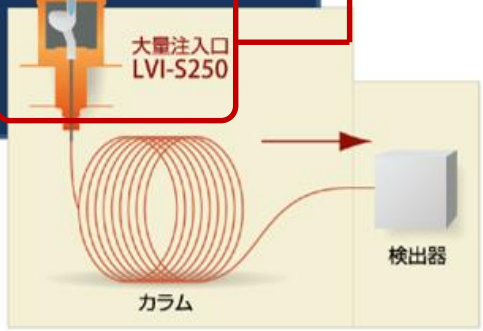
オンラインSPE-GCシステムについて

検水を入れたバイアルをセット

胃袋型インサート

全自動処理

前処理時間は約8分



AiSTI SCIENCE

目的

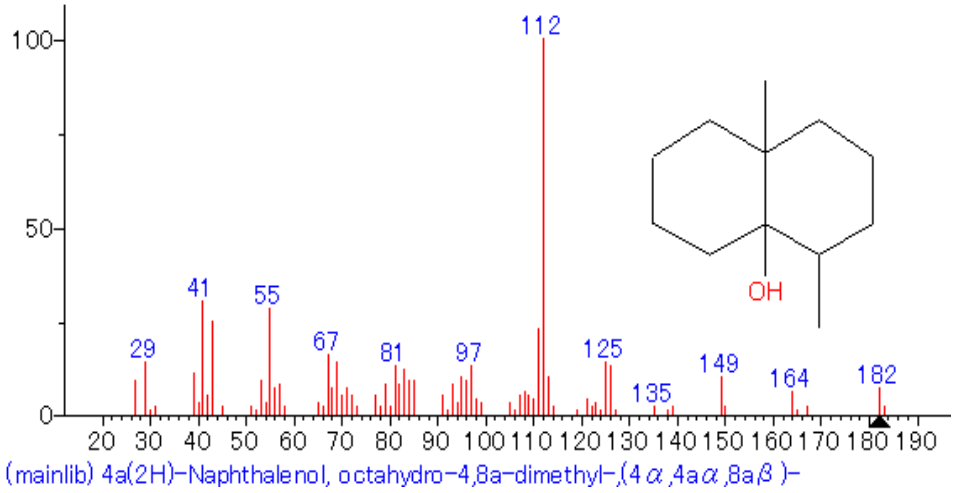
- カビ臭成分であるジェオスミンおよび2-メチルイソボルネオール(2-MIB)の自動前処理化
- ジクロロメタンを使用しない抽出法
- 前処理時間の短縮および試料の少量化による効率化

評価方法

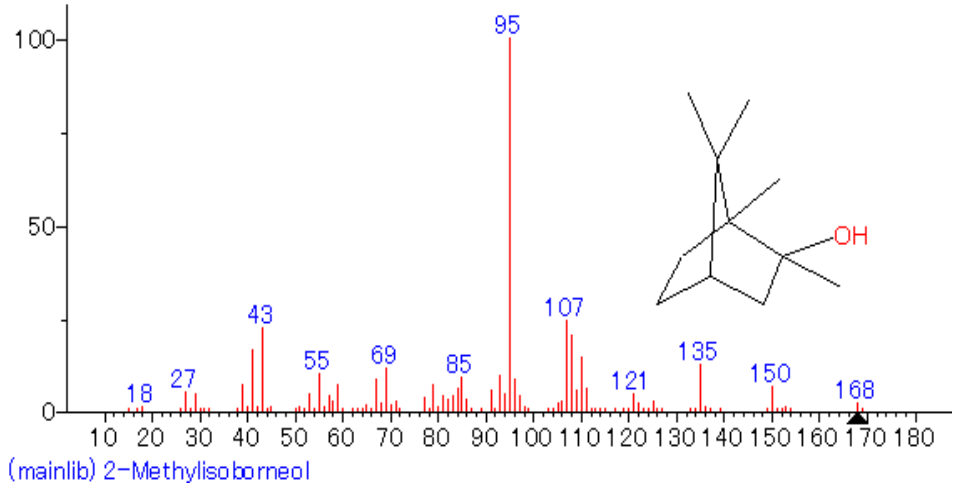
- 繰り返し再現性および検量線の直線性評価
- 添加回収試験による評価

カビ臭成分-ジェオスミン、2-MIB

ジェオスミン
($C_{12}H_{22}O$)
MW. 182.30



2-MIB
($C_{11}H_{20}O$)
MW. 168.28



水道法において

検出基準値

→ **0.01 μg/L**

(定量下限値は1/10)

分析条件

分析装置： オンラインSPE-GC SGI-P100、大量注入口装置 LVI-S250
(株式会社アイスティサイエンス)

7000C トリプル四重極GC/MS (アジレント・テクノロジー株式会社)

LVI条件

注入モード： 大量注入

昇温条件： 70°C(0.43 min)–150°C/min–160°C(1.97 min)–50°C/min –250°C(10 min)

GC条件

カラム： VF-5ms [0.25 mm x 30 m (0.25 µm)]

昇温条件： 50°C(3min)–7.5°C/min–125°C–35°C/min–300°C

スプリットモード： 溶媒ベント[70 kPa, 150ml/min(0.43 min), 50ml/min(3 min)]

MS条件

イオン源温度： 260°C

トランスファライン温度： 260°C

測定モード： MRM

ｼﾞｪｵｽﾐﾝ 112 → 97 (112 → 83)

2-MIB 108 → 93 (108 → 77)

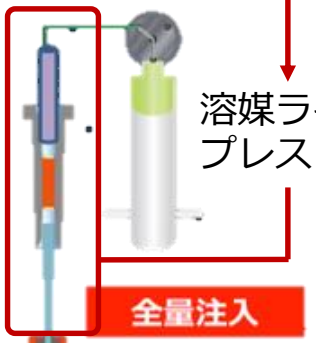
SGI-P100-前処理操作フロー

検水: 1 mL

Flash-SPE HLB 3 mg ― コンディショニング

- アセトン/ヘキサン=1/1: 500 µL
- アセトン: 200 µL
- 超純水: 200 µL

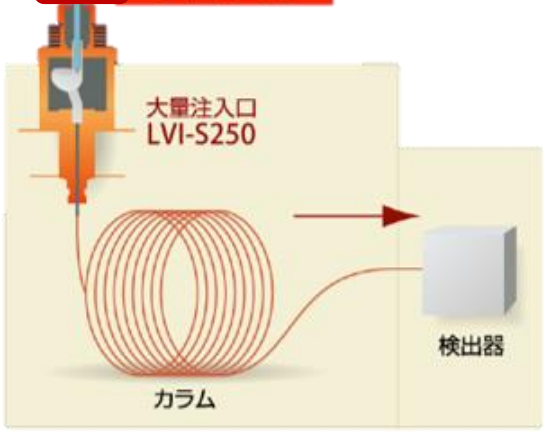
洗浄: 超純水 100 µL



溶媒ラインとニードルに
プレスフィット

N_2パージ 1 min

全量注入



溶出・注入 ― **アセトン/ヘキサン=1/1: 40 µL**

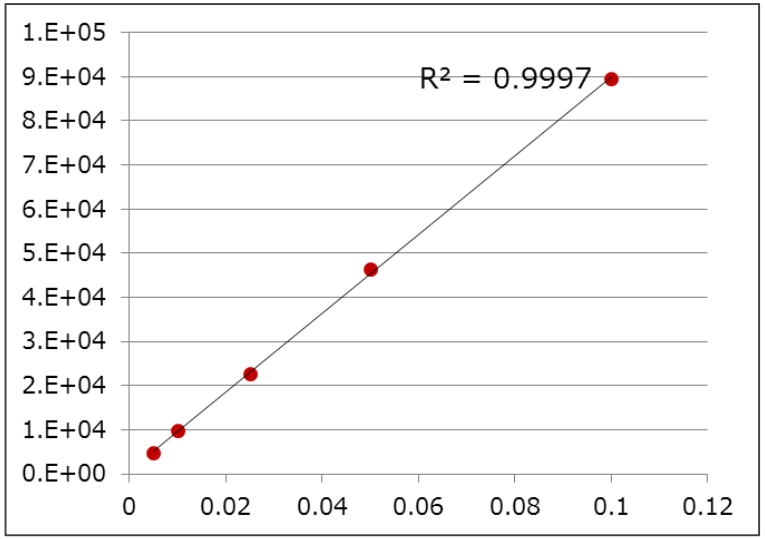
→ ジクロロメタンを使用せず溶出

GC-MS/MS分析

再現性および絶対検量線

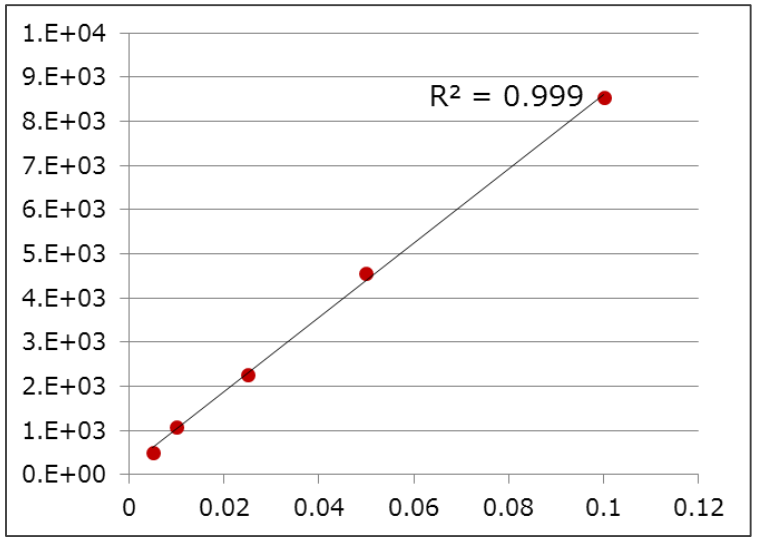
ジェオスミン

	バイアル中濃度 (μg/L)				
	0.005	0.01	0.025	0.05	0.1
測定回数	Peak area				
1	5,021	10,561	22,867	47,595	92,210
2	4,894	10,501	22,948	44,334	88,620
3	4,609	10,246	22,619	48,929	92,235
4	5,151	9,822	21,862	44,733	89,684
5	4,778	8,884	22,952	45,978	87,449
6	4,391	9,677	22,989	46,161	86,925
Average	4,807	9,949	22,706	46,288	89,521
RSD (%)	5.8	6.3	1.9	3.7	2.6



2-MIB

	バイアル中濃度 (μg/L)				
	0.005	0.01	0.025	0.05	0.1
測定回数	Peak area				
1	531	1,048	2,194	4,716	8,800
2	563	1,183	2,402	4,481	8,337
3	476	1,129	2,222	4,731	8,916
4	557	1,121	2,239	4,265	8,541
5	490	954	2,408	4,471	8,383
6	450	1,041	2,174	4,703	8,268
Average	511	1,079	2,273	4,561	8,541
RSD (%)	9.0	7.5	4.6	4.1	3.1



添加回収試験

試験方法

- 水道水および河川水に標準試薬を0.01 μg/Lになるように添加
- 検水1 mLを自動採取してSPE-GCにより測定 (注入絶対量 0.01 ng)
- 標準液(0.25 μg/L) 40 μLを直接GCに注入 (注入絶対量 0.01 ng)

結果

水道水

	Peak area													
	STD	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	average	RSD (%)	Recovery (%)
ジェオスミン	11,654	9,629	9,564	9,722	9,171	8,959	10,080	9,862	9,915	8,982	9,496	9,538	4.1	82
2-MIB	881	930	974	1,027	963	848	907	979	964	898	865	936	6.0	106

河川水：紀ノ川 (和歌山市)

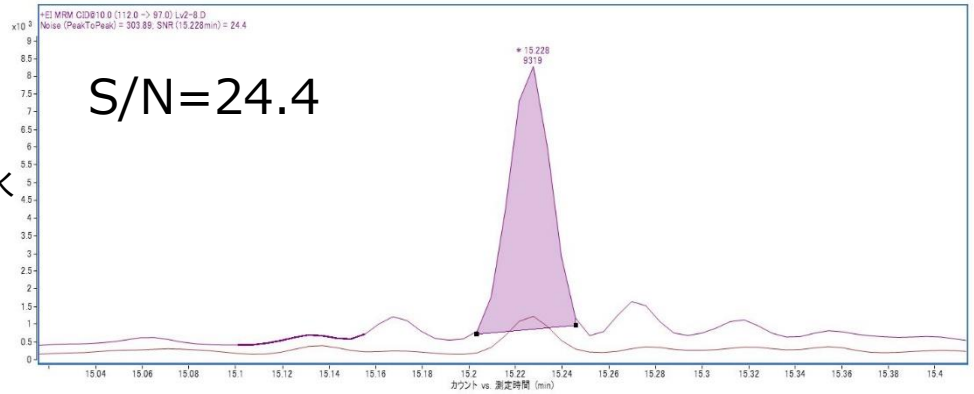
	Peak area													
	STD	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	average	RSD (%)	Recovery (%)
ジェオスミン	12,167	11,858	9,382	10,416	10,355	9,808	9,638	9,612	9,522	8,937	10,201	9,973	8.1	82
2-MIB	877	1,000	977	1,039	968	1,030	846	1,032	787	890	986	956	9.0	109

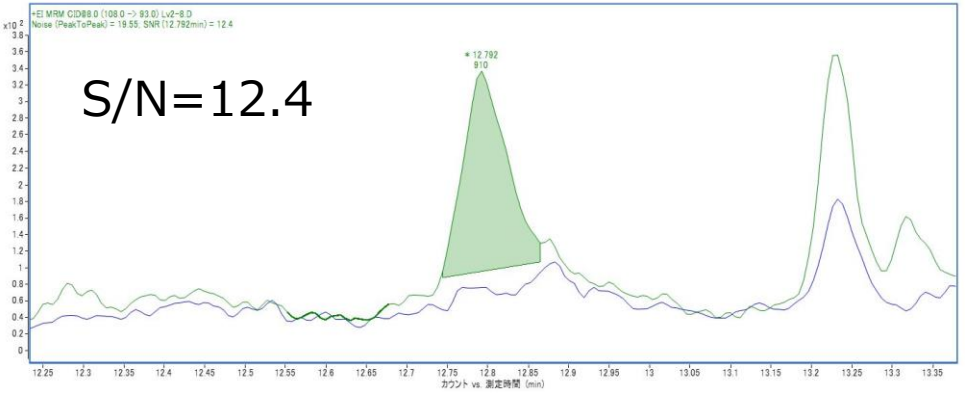
基準値(0.01 µg/L)のクロマトグラム

ジェオスミン

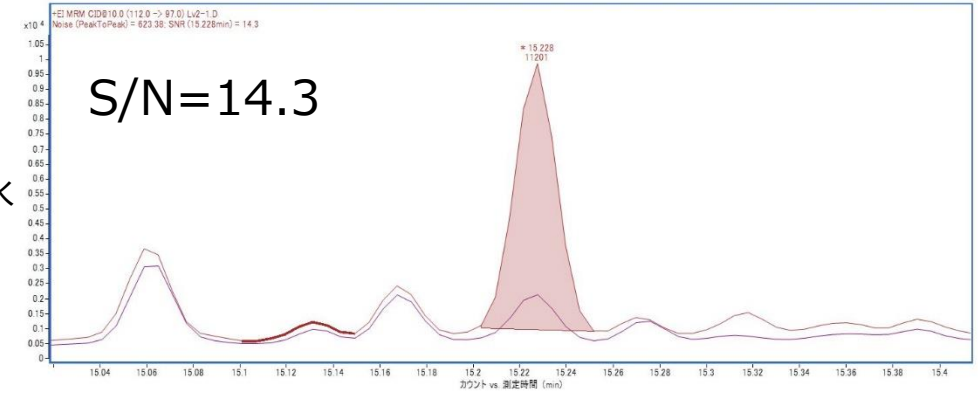
2-MIB

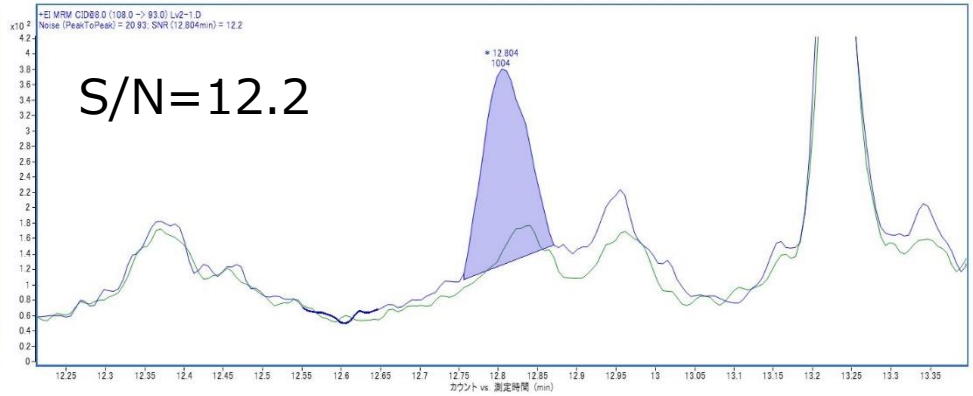
水道水



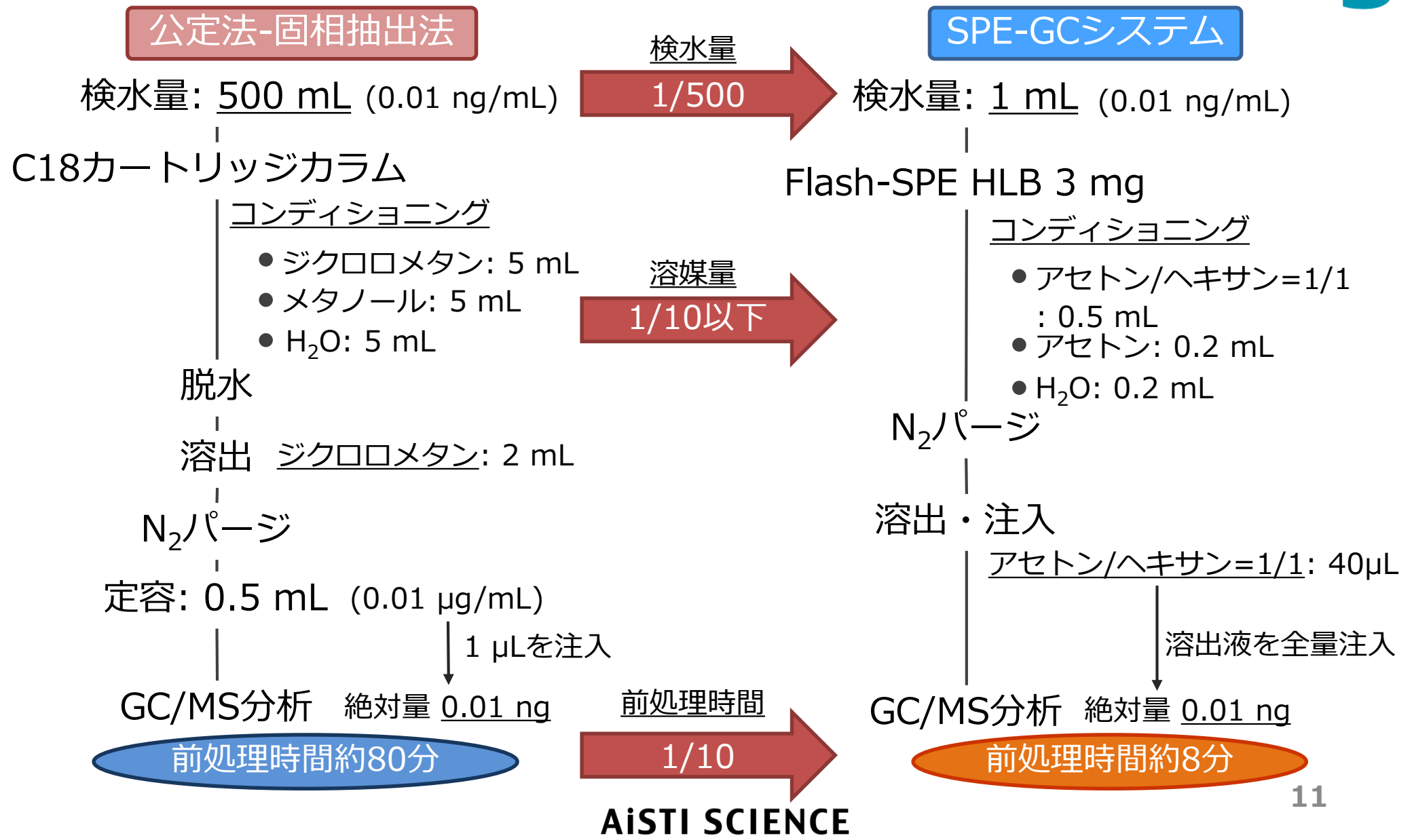


河川水





効率性評価



AiSTI SCIENCE

まとめ

- オンラインSPE-GC/MS/MSシステムを用い、カビ臭成分分析の前処理操作の全自動化が可能となった。

- 本システムの評価において、繰り返し再現性(RSD=10%以下)および直線性(r^2=0.999以上)のある結果が得られ、添加回収試験においても回収率が82%–109%となる結果が得られた。

- 公定法との比較において、ジクロロメタン使用せずに溶出が可能であり、検水量・溶媒量の削減と前処理時間の大幅短縮が可能となった。