

固相捕集-溶媒溶出法を用いたオンラインSPE-GC/MSシステムによるカビ臭原因物質の分析

はじめに

カビ臭の原因物質である2-メチルイソボルネオール及びジオスミンは、水道法に基づく水質基準値が10 pptに設定されており、その1/10の定量が求められています。そこでカビ臭の高感度分析を目的として、目的物質を固相に捕集しその溶出液をGCに全量導入するオンラインSPE-GC/MSシステムによる新しい固相捕集-溶媒溶出法を開発しました。

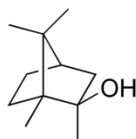
対象化合物

2-メチルイソボルネオール(2-MIB)

$C_{11}H_{20}O$

MW. 168.28

b.p. 208 °C

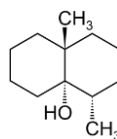


ジオスミン(Geosmin)

$C_{12}H_{22}O$

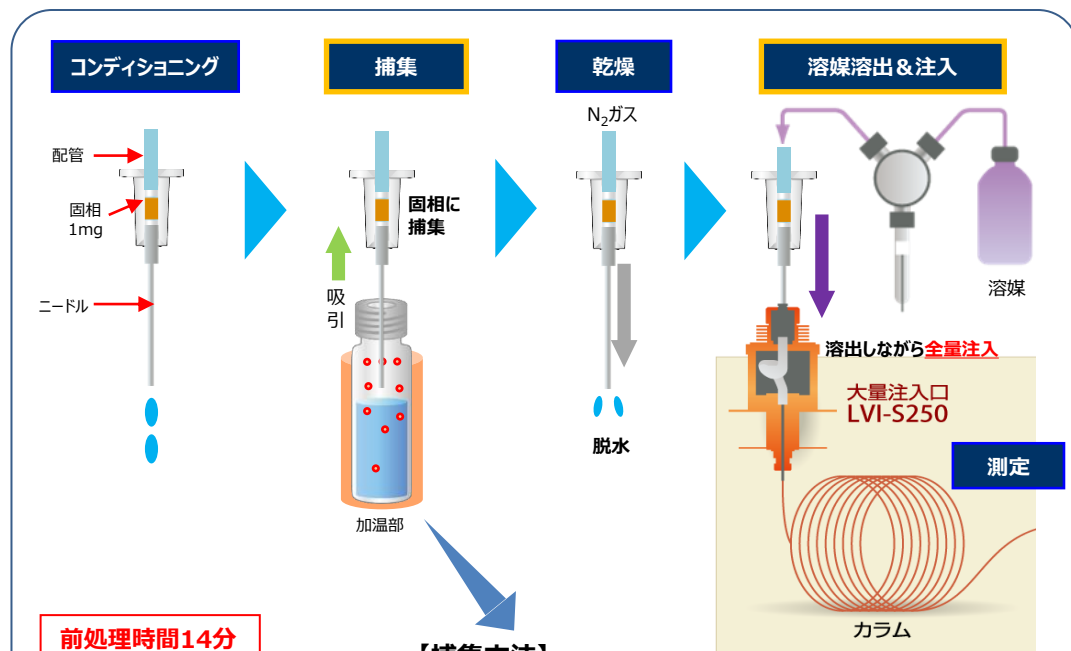
MW. 182.30

b.p. 270 °C



オンラインSPE-GC/MSシステムの固相捕集-溶媒溶出法の概要

試料の気相をシリンジで吸引し固相に捕集します。続いて窒素ガスで固相を乾燥し、溶媒で捕集した試料を溶出しながら全量GCに注入します。

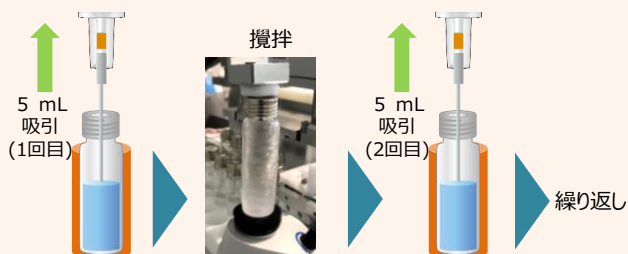


前処理時間14分

【捕集方法】

- ① 試料を一定時間加温 (50°C)
- ② 固相を溶媒でコンディショニング
- ③ 窒素ガスで固相を乾燥
- ④ 試料を一定時間攪拌
- ⑤ 試料の気相を固相に一定量吸引
- ⑥ 窒素ガスで固相を乾燥
- ⑦ 注入口へニードルを挿入
- ⑧ 目的物質を溶媒で固相から溶出させながらGCへ全量注入。

気相を5 mL吸引、攪拌し、再び5 mL吸引を繰り返し20 mL捕集します(5 mL×4回)。



SPL-P100FE
for SPE-GC system

Sample



Information

第29回 環境化学
討論会

「固相捕集-溶媒抽出法を用いたオンラインSPE-GC/MSシステムによるカビ臭原因物質の分析法の開発」

株式会社アイステイサイ
エンス
佐々野僚一、浅井智紀

Key Word

オンライン
固相捕集
におい分析

AiSTI SCIENCE

Product

SPL-P100FE
LVI-S250

株式会社アイステイサイエンス
www.aisti.co.jp
お問い合わせ先
TEL. 073-475-0033
E-Mail; as@aisti.co.jp

前処理条件

試料：精製水、河川水
 試料量：8 mL
 NaCl添加：3 g
 試料加熱温度：50 °C
 試料バイアル容量：20 mL
 固相：Flash-SPE Jr. BEP 1 mg(アイステイサイエンス)
 捕集量：20 mL(5 mL×4回)
 捕集流量：15 mL/min
 溶出溶媒：アセトン-ヘキサン(1/3), 20 µL

測定条件

【装置】
 SPL-P100FE (アイステイサイエンス)
 LVI-S250(アイステイサイエンス)
 GCMS-TQ8040(島津製作所)

【GC/MS条件】

GCカラム：VF-5ms, 0.25 mm i.d. x 30 m, df;0.25 µm
 オープン温度：50 °C(2 min)-10 °C/min-120 °C-20 °C/min-170 °C-40 °C/
 min-280 °C
 MSメソッド：SIM

捕集流量の検討

捕集流量が30、15、6、3 mL/minの場合のピーク面積値との関係を図1に示します。30 mL/minでは他に比べ面積値がやや小さい傾向がみられたもののいずれの流量でも大きな差はなく固相の保持が強いことがわかりました。そこで迅速に分析するため捕集速度の速い15 mL/minを選択しました。

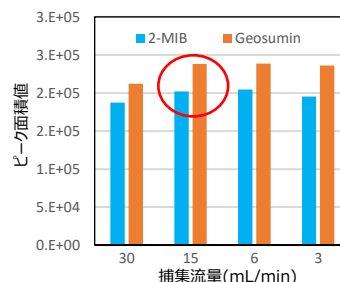


図1. 捕集流量とピーク面積値の関係

結果

(1) 検量線

精製水に標準溶液を添加し固相捕集をして得られたピーク面積値と試料中濃度の関係を図2に示します。2-MIB、ジェオスミンともに $R^2=0.996$ 以上の直線性が得られ、検量線として使用できることが示されました。

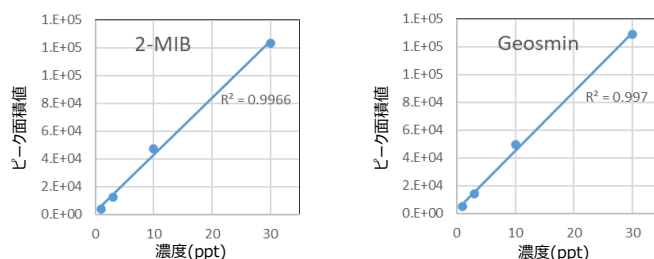


図2. 精製水に添加して得られた検量線

(2) ピーク面積値の再現性

精製水、河川水に2-MIBとジェオスミンを添加したときのピーク面積値の再現性(n=5)を表1に示します。試料中10 pptの添加では精製水、河川水ともに2-MIBとジェオスミンの再現性は4.0%以下の良好な結果が得られました。また精製水試料中1 pptの添加でも2-MIB7.5%、ジェオスミン5.4%と良好な再現性が得られており、基準値の1/10濃度を再現性よく分析できることが示されました。

河川水に試料中10 ppt、精製水中に1 pptになるように2-MIBとジェオスミンを添加した定量イオンクロマトグラム(n=5,重ね描き)を図3に示します。夾雑成分と分離し、良好なピーク形状が得られました。

表1. 本システムによる河川水と精製水へカビ臭を添加したときのピーク面積値の再現性

No.	精製水		河川水		河川水	
	10ppt添加		1ppt添加		10ppt添加	
	2-MIB	ジェオスミン	2-MIB	ジェオスミン	2-MIB	ジェオスミン
1	53,040	60,804	3,886	4,745	57,689	59,470
2	51,746	55,131	3,718	4,367	53,566	56,392
3	51,775	56,763	3,259	4,260	56,997	58,675
4	52,973	58,263	3,883	4,736	54,269	55,197
5	54,340	58,312	3,473	4,292	54,815	60,921
Ave.	52,775	57,855	3,644	4,480	55,467	58,131
RSD,%	2.0	3.6	7.5	5.4	3.2	4.0

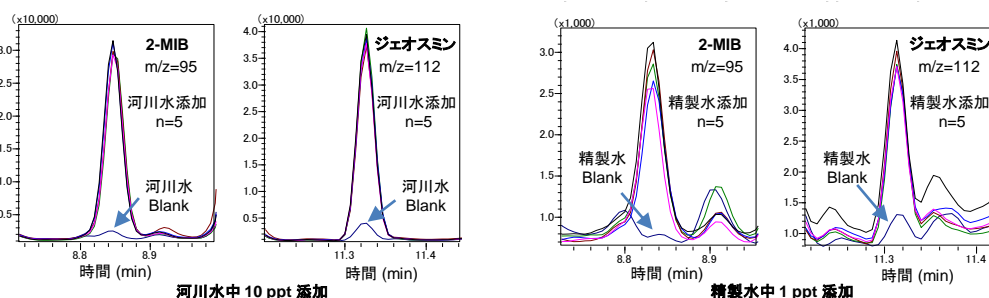


図3. 定量イオンクロマトグラムの重ね描き (n=5)

まとめ

今回開発したオンラインSPE-GC/MSシステムによる固相捕集-溶媒溶出法は固相に迅速に一定量の気相を捕集し、さらに固相に捕集した目的成分を溶媒で溶出しながらGC/MSに全量導入することで、カビ臭原因物質の高感度かつ迅速な分析が可能になりました。