

オンラインSPE-GC/MSを用いた 2-メチルイソボルネオールおよびジオスミンの全自動分析

はじめに

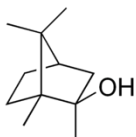
2-メチルイソボルネオールおよびジオスミンは貯水池中の藍藻類から生産されるカビ臭の原因物質であり、非常に低い嗅覚閾値を示すことから水道法に基づき水質基準値が設定されています。

本アプリケーションでは、固相抽出からGC注入までを全自動で行うことができるオンラインSPE-GCインターフェースSPL-P150と大量注入装置LVI-S250を組み合わせたシステムによる上記化合物の分析法を紹介します。

対象化合物

2-メチルイソボルネオール (2-MIB)

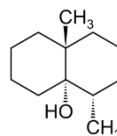
分子式 $C_{11}H_{20}O$
分子量 168.28
沸点 208℃



水質基準値 0.00001mg/L以下

ジオスミン (Geosmin)

分子式 $C_{12}H_{22}O$
分子量 182.30
沸点 270℃

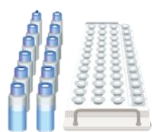


水質基準値 0.00001mg/L以下

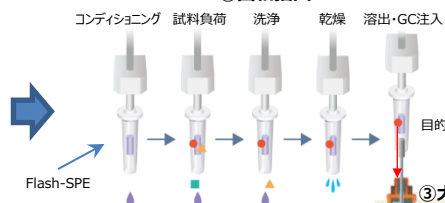
オンラインSPE-GC/MSシステムの概要

前処理から測定まで全自動

①試料をバイアルに分注



②固相抽出



前処理時間：約10分

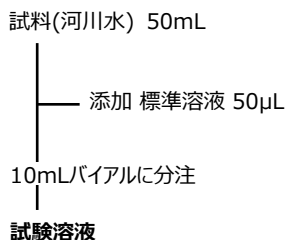
【Flash-SPE】



- ①試料をバイアルに入れSPL-P150にセットします。手作業はこれのみです。
- ②オンラインシステム専用固相カートリッジFlash-SPEを用いて固相抽出をします。
- ③固相からの溶出液を大量注入装置LVI-S250を用いて全量GCに注入します。

※2検体目以降は固相抽出と測定はオーバーラップするため実質GCの測定時間で1検体を処理することができます。

実験方法



SPL-P150
for SPE-GC system

Sample



Information

【水道水質基準値】
2-メチルイソボルネオール
0.00001mg/L以下

ジオスミン
0.00001mg/L以下

Key Word

カビ臭
固相抽出
オンラインSPE-GC/MS

AiSTI SCIENCE

Product

SPL-P150
LVI-S250
Flash-SPE C18



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

装置構成及び測定条件

オンラインSPE-GCシステム SPL-P150, LVI-S250
(アイステイサイエンス)



測定条件

注入口昇温条件: 70°C(0.42 min)–150°C/min–290°C(19 min)
 大量注入バント条件: Split(150 mL/min, 0.42 min)–splitless(2.5 min)
 GCカラム: Agilent VF-5ms (30 m x 0.25 mm(0.25 μm))
 GC昇温条件: 60°C(4min)–10°C/min–130°C–5°C/min–160°C–
 25°C/min–310°C(3min) [Total 24 min]
 キャリアガス, 流量: He, 1.2 mL/min
 測定モード: SIM
 2-MIB: m/z 95 (108,107)
 Geosmin: m/z 112 (126,111)

結果

精製水に標準液を添加し、本システムを用いて測定した検量線の結果を示しました。濃度点は0.5, 1.0, 2.5, 5.0, 10.0 ng/Lの5点を3回繰り返し測定して作成しました。2-MIBとジオスミンいずれの検量線においても $R^2=0.99$ 以上となる良好な直線性が確認できました。

河川水に標準液を添加し、基準値の1/10濃度である 1 ng/Lになるように調製した試料を用いて添加回収試験を行った結果、両成分において良好な回収率と再現性が得られました。

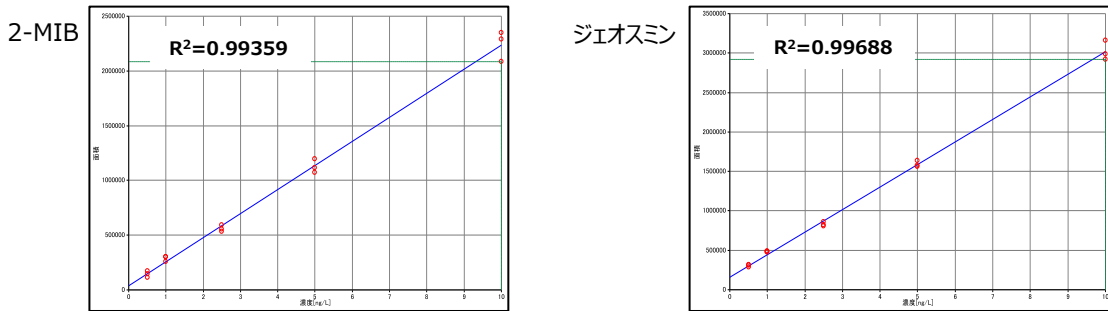


図1 精製水添加の検量線 (濃度点: 5点)

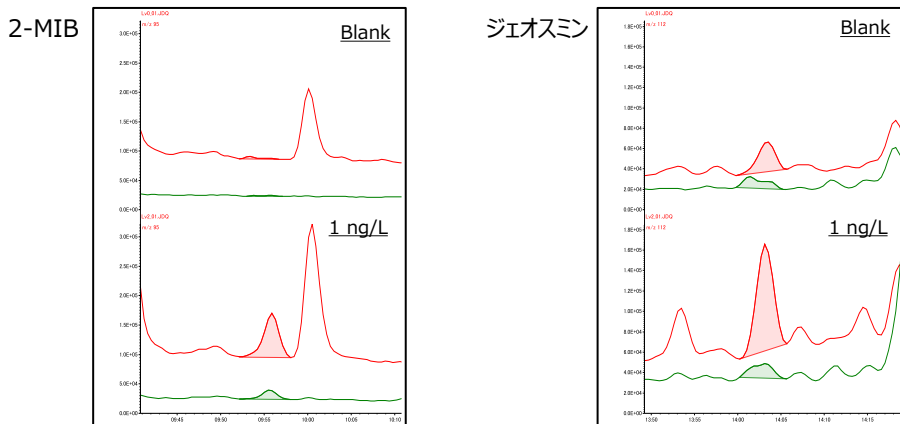


図2 精製水添加試料のクロマトグラム (添加濃度: 1ng/L)

表1 添加回収試験結果 (n=7) における回収率および分析再現性

試料: 河川水 (紀ノ川、和歌山市)

化合物名	添加濃度 (ng/L)	回収率 (%)	RSD (%)
2-メチルイソボルネオール	1	99	4.2
ジオスミン	1	85	3.5

まとめ

オンラインSPE-GC/MSシステムを使用することでカビ臭(2-メチルイソボルネオールおよびジオスミン)の自動分析が可能であり、試料の負荷量を従来よりも増やすことでより高感度の分析が可能となりました。