

固相マイクロ抽出 (SPME) -GC/MS法を用いたカビ臭分析

Analysis of Musty Odors using SPME-GC/MS

日本の水道水の安全性は定評があります。しかし、ダム、湖沼や河川等の表流水を水源とする水道では夏場などにカビ臭が問題となり、その対策として活性炭投入が行われています。カビ臭の原因物質は藍藻類または放線菌によって産出される2-メチルイソボルネオール (2-MIB) とジェオスミン (Geosmin) です。これらの臭気閾値は数ng/Lレベルと非常に低い濃度であるため、前処理での濃縮が重要です。上水試験方法では固相抽出-GC/MS法とパージ&トラップ-GC/MSが測定方法として採用されていました。また、平成13年には新たにヘッドスペース-GC/MS法が追加されました (アプリケーションニュースM204)。しかし、固相抽出-GC/MS法は抽出操作が煩雑で処理時間も長く、多量の有機溶媒を使用しなければならないとい

た問題があります。また、パージ&トラップ-GC/MS法はシステムが高価であり、機器メンテナンスも困難であるといった問題があります。

固相マイクロ抽出法 (SPME) は、液体や固体試料のヘッドスペースから有機化合物を抽出・濃縮し、ガスクロマトグラフの気化室で熱脱離し、カラムに導入することができる試料前処理法です。従来の固相抽出で必要な有機溶媒を使用することもなく、また操作も容易かつ自動化も可能であることから、注目されている前処理方法です。

今回のアプリケーションニュースでは、カビ臭測定にSPME-GC/MS法を適用しその有効性について検討しましたのでその結果について報告します。

K. Tanaka

分析方法

Analytical Conditions

オートサンプラー : AOC-5000
 SPMEファイバー : PDMS/DVB 65 μ m (SUPELCO)
 装置 : GCMS-QP2010
 GCカラム : DB-5 (30m \times 0.25mm I.D. df=0.25 μ m)

AOC-5000

Sample Amount : 10mL + NaCl3g
 Incubat Temp. : 80
 Desorb Time : 3min
 Pre Inc Time : 5min
 Extract Time : 30min (ヘッドスペース部)

GC

Injection Temp. : 230
 Column Temp. : 40 (3min)-15 /min-250 (3.0min)
 Carrier Gas : 100kPa
 Injection Method : Splitless (Sampling Time : 3min)

MS

Interface Temp. : 250
 Ion source Temp. : 200
 Monitor Ion : 2-MIB : 95, 107 Geosmin : 112, 182

感度

Sensitivity

Fig.1に各成分の0.001 μ g/Lと0.010 μ g/LのSIMクロマトグラムを示します。0.001 μ g/Lでも十分に検出可能あり、固相抽出法やパージ&トラップ法相当の感度が得られることが確認できました。

検量線

Calibration Curves

Fig.2に0.001 μ g/L ~ 0.050 μ g/Lの範囲における検量線を示します。両成分とも相関係数が0.9995 (2-MIB)、0.9997 (Geosmin) を示しており良好な直線性が得られることが確認できました。

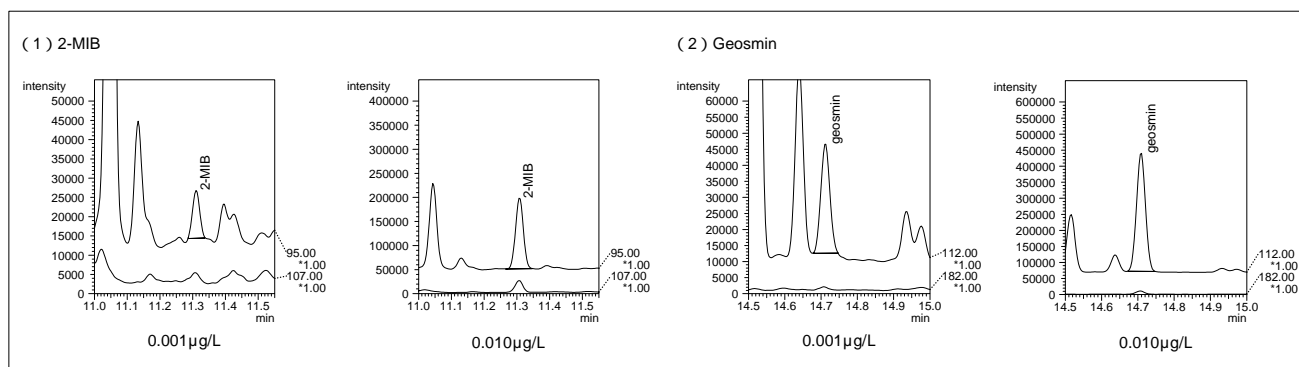


Fig.1 SIMクロマトグラム
SIM Chromatograms

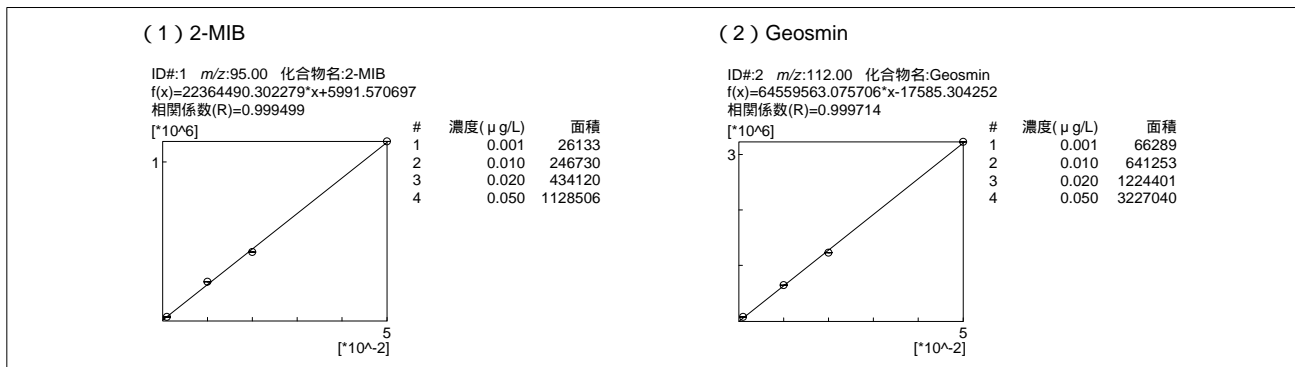


Fig.2 検量線 (0.001 ~ 0.050 μg/L)
Calibration Curves

繰り返し分析精度

Repeatability

繰り返し分析精度を確認するために、低濃度サンプル(0.001 μg/L)を5回連続で測定しました。その結果をTable1に示します。前処理でのサンプル加熱温度および時間等が一定となるようオートサンプラーで制御しているため、CV値は7%と良好な繰り返し分析精度が得られました。

Table 1 繰り返し再現性
Repeatability

	データ1	データ2	データ3	データ4	データ5	CV値(%)
2-MIB	23993	24463	25919	21435	26133	7.7
Geosmin	69827	67942	68361	58156	66289	7.0

キャリーオーバー

Carry Over

サンプルのキャリーオーバーを確認するため、高濃度サンプル(0.050 μg/L)注入後のブランク水を測定しました。ブランク水と低濃度(0.001 μg/L)データを比較した結果をFig.3に示します。キャリーオーバーは検出下限以下であることが確認できました。

まとめ

Conclusion

今回のアプリケーションニュースではSPME-GC/MS法を用い、水中カビ臭の分析を行いました。その結果、良好な感度および定量性が得られました。上水試験方法においては、測定方法としてSPME-GC/MS法は採用されていませんが、SPME-GC/MS法が水中カビ臭の分析法として有用であることが確認できました。

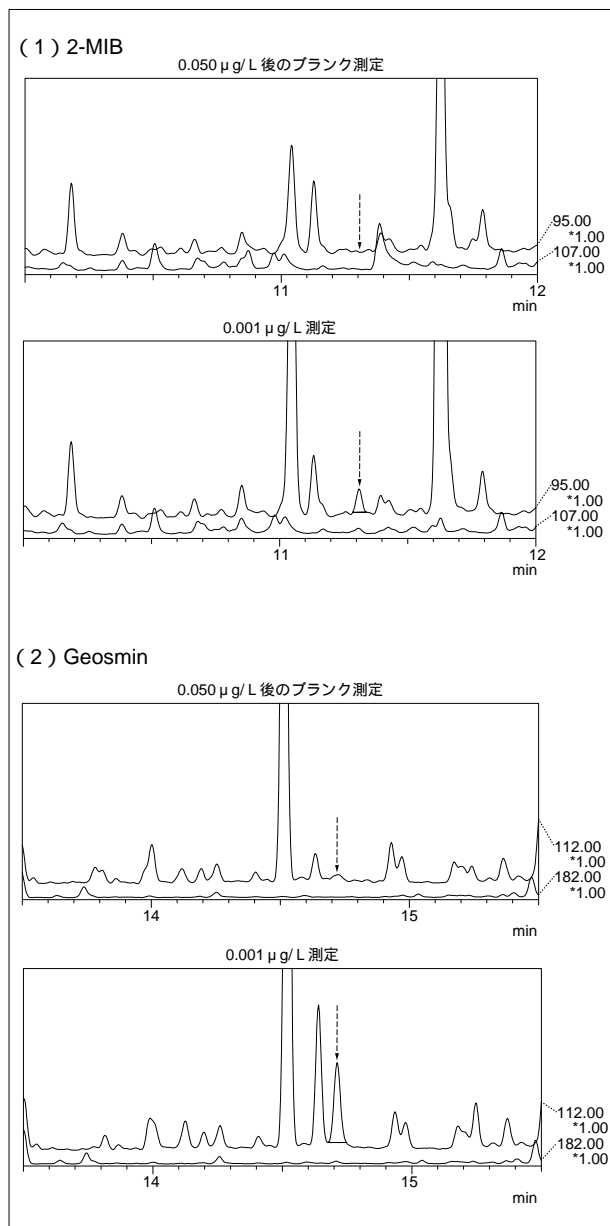


Fig.3 データ比較
Data Comparison

初版発行：2002年6月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号(075)813-1691