

Application News

No. G292

ガスクロマトグラフィー

Nexis GC-2030 を用いた 低級脂肪族アルデヒドの分析

アセトアルデヒドやプロピオンアルデヒドに代表される低級脂肪族アルデヒド類はシックハウス症候群の原因物質や悪臭成分として知られており、悪臭防止法で工場敷地境界線などで測定するように義務づけられる等、様々な規制において濃度管理が要求されています。低級脂肪族アルデヒドは 2,4-Dinitrophenylhydrazine (DNPH) 誘導体化を用いて分析する手法が一般的であり、フレイムサーミオニック検出器 (FTD) により高感度分析が可能です。

このアプリケーションニュースでは、大気中のアルデヒド類の捕集方法ならびにカートリッジからの溶出および FTD-2030 を搭載した新型ガスクロマトグラフ Nexis GC-2030 を用いた低級脂肪族アルデヒド (DNPH 誘導体化物) の分析例をご紹介します。

K. Gregory, K. Kawamoto



図1 Nexis GC-2030

試料の捕集方法

2,4-ジニトロヒドラジンをシリカに含浸させた市販のカートリッジを2連に接続して使用します。ポンプの流量を毎分 0.1 L 程度に設定し、24 時間の連続捕集を行います。採気量は積算流量計により計測します。大気中のオゾンによるアルデヒド-DNPHs の分解を防ぐため、捕集用カートリッジの前にオゾンスクラバーカートリッジを取付けます (図2)。

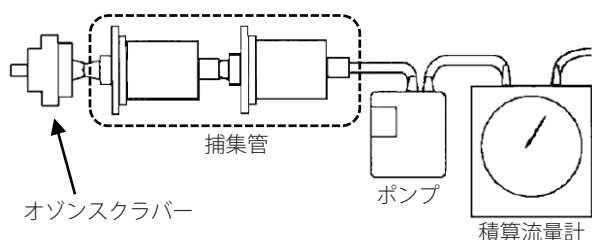


図2 試料捕集の部品接続図

カートリッジの溶出方法

アルデヒド類はカートリッジの中で反応しアルデヒド-DNPHs に変化しており、アセトニトリルで溶出させます。このとき分析の妨害となる未反応の DNPH も溶出されるため、陽イオン交換樹脂にて除去します。溶出溶媒のアセトニトリルは FTD に対して感度があるため、酢酸エチルに転溶して試験液とします (図3)。

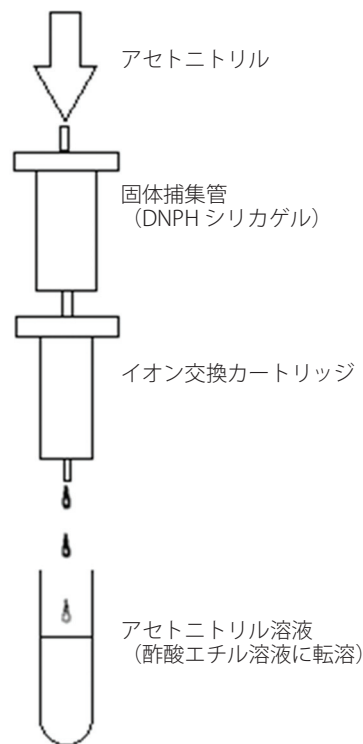


図3 カートリッジの溶出方法

注意

アルデヒド類は容器やカートリッジ、試薬の中にも含まれているため、あらかじめブランク量を調べておく必要があります。処理を行う場所によっては汚染が進むこともあり注意が必要です。

■分析結果

アセトアルデヒドや悪臭防止法対象成分のプロピオンアルデヒド、ブチルアルデヒドとバレルアルデヒドの分析例を示します。

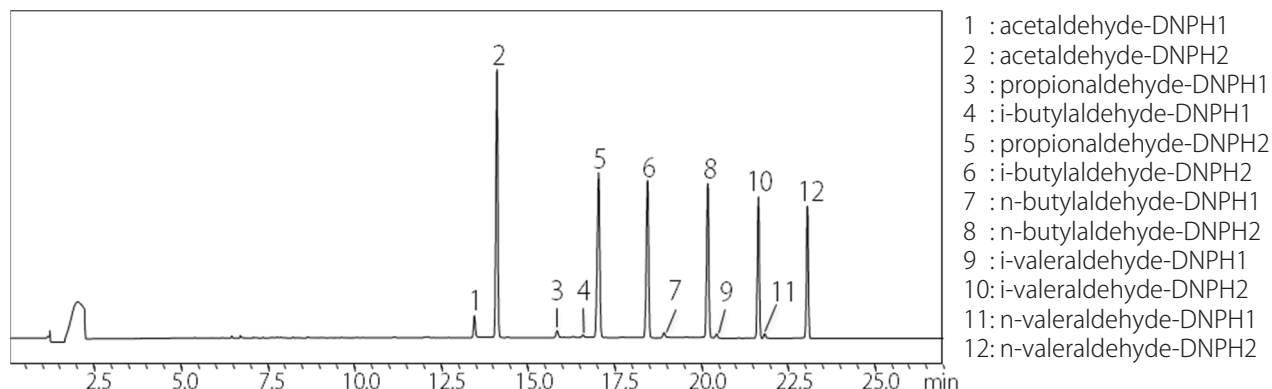


図4 DNPH誘導体化 低級脂肪族アルデヒド (1 μg/mL酢酸エチル溶液) のクロマトグラム

※C2以降のアルデヒド類-DNPHには立体異性体が存在します。

■使用装置と分析条件

ガスクロマトグラフ	: Nexis GC-2030
フレームサーミオニック検出器	: FTD-2030
オートサンプラ	: AOC-20i
ソフトウェア	: LabSolutions GC
気化室温度	: 200 °C
キャリアガス	: He (99.999%)
キャリアガス制御	: 線速度一定 (41.7 cm/sec, パージ流量 3 mL/min)
注入モード	: Splitless (サンプリング時間 1 min, 経過後 Split 1:30)
試料注入量	: 1 μL
カラム	: SH-Rtx®-5 (0.25 mm I.D. × 30 m, d.f. 0.25 μm)
カラム温度	: 80 °C (1 min) – 20 °C/min – 200 °C (10 min) – 5 °C/min – 250 °C (0 min) Total 27 min
検出器温度	: 280 °C
バックグラウンド電流	: 1.00 pA
検出器ガス流量	: H ₂ : 1.5 mL/min, Air: 145 mL/min
メイクアップガス流量	: 27.5 mL/min (He)