

環境中アルデヒドの分析条件の検討

Examination of Analytical Conditions of Aldehyde in Environmental Air

大気汚染防止法にて優先取組物質に挙げられているホルムアルデヒド、アセトアルデヒドの2成分のみを分析する場合は、グラジエントを行わなくとも分析可能ですが、アルデヒド類を一斉分析する場合は、通常、グラジエント分析を使用します。しかし、複数の移動相種を組み合わせることによる調製の煩雑さや、ベースライン変動などの問題がしばしばあり、最適な分析条件が望まれています。

また、近年ではフォトダイオードアレイ型検出器が、

通常検出器として用いられるに伴い、アルデヒド類の分析でも、フォトダイオードアレイ型検出器が利用されつつあります。

ここでは、アルデヒド・ケトン13成分をグラジエント分析した例を紹介するとともに、フォトダイオードアレイ検出器による高感度分析についても報告します。また、室内環境のアルデヒドを分析した例についてもあわせて報告します。
(M.Takahashi)

標準試料によるグラジエント分析

Analysis of Standard Sample by Gradient Elution Method

環境中のアルデヒドは、ジニトロフェニルヒドラジン (DNPH) で誘導体化後、分析を行います。ホルムアルデヒド、アセトアルデヒドの2成分の場合は、特にグラジエントでなくとも、分析することが可能ですが、それ以外のアルデヒド類を同時分析するには、グラジエント分析を行います。グラジエントには、一般的に移動相として、水、THF、アセトニトリルの組み合わせが用いられ、さらにメタノールを加えることもあります。移動相作成の手間や、溶媒組成あるいはグラジエントプログラムが複雑になり、ベースライン変動を招くことがあります。

そこで、移動相として、A液に水とTHF、B液にアセトニトリルのみを使用したグラジエントにより、アルデヒド、ケトン-DNPHz (ジニトロフェニルヒドラゾン) 体13成分を分析したところ、良好な分離が得られました。(Fig.1)

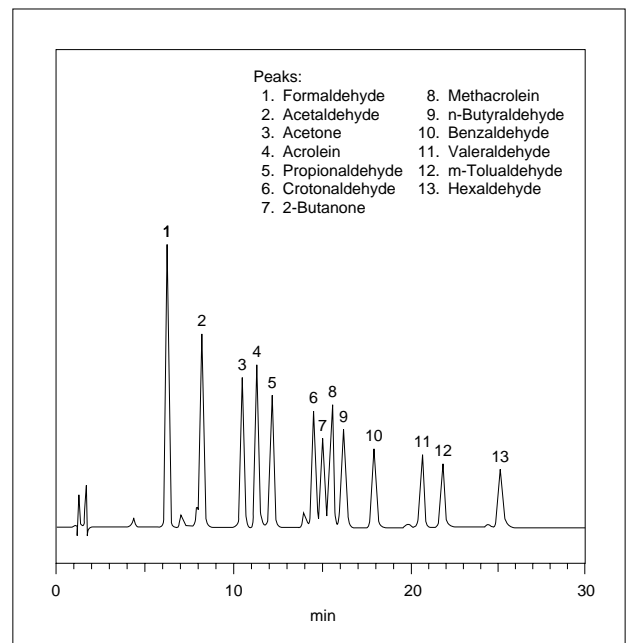


Fig.3 アルデヒド/ケトン類標準試料の分析
Analysis of Standard Sample (each 0.6ppm 10 μ L).

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack VP-ODS (4.6mm I.D. \times 150mm L.)
Mobile phase	: A B Gradient Elution Method A : Water / THF = 8 / 2 (v/v) B : Acetonitrile
Flow Rate	: 1.5 mL / min
Temperature	: 40
Detection	: SPD-10AV _{VP} at 365nm

吸光度検出器およびフォトダイオードアレイ検出器による標準試料の高感度分析

Trace Analysis of Standard Solution with the UV-VIS Detector and Photodiode Array Detector

また、アルデヒド・ケトン13成分の分析について、吸光度検出器 (SPD-10AV_{VP}) と、フォトダイオードアレイ検出器 (SPD-M10AV_{VP}) を使用したときの高感度分析のデータが Fig.2 です。標準品の注入量は600pgです。

両者のノイズレベルにおいて、ほとんど差がなく、ノイズから算出した本条件での検出限界 (S/N=3) は、吸光度検出 (SPD-10AV_{VP}) で、ホルムアルデヒド21pg, ブチルアルデヒド67pg, フォトダイオードアレイ検出器 (SPD-M10AV_{VP}) で、ホルムアルデヒド35pg, ブチルアルデヒド100pgとなり、フォトダイオードアレイ検出器でも高感度分析に利用できることがわかります。

室内大気中のアルデヒド・ケトン類の分析

Analysis of Aldehydes and Ketones in House Ambient Air

次に、室内大気中のアルデヒドを測定した例を Fig.4 に示します。大気捕集は、Fig.3に示した装置で行いました。室内中の大気は、捕集用ポンプで0.4L/minで50分間吸引し、市販の捕集カートリッジで捕集・DNPH誘導化を行ったものを試料とし、その後、HPLCに注入しました。分析条件はTable 1と同じです。

尚、排ガスのような夾雑物が多い試料の場合は、ホルムアルデヒドのピーク付近に夾雑物ピークが重なることがあり、分離をよくするには、移動相A液にメタノールを加えると効果的です。

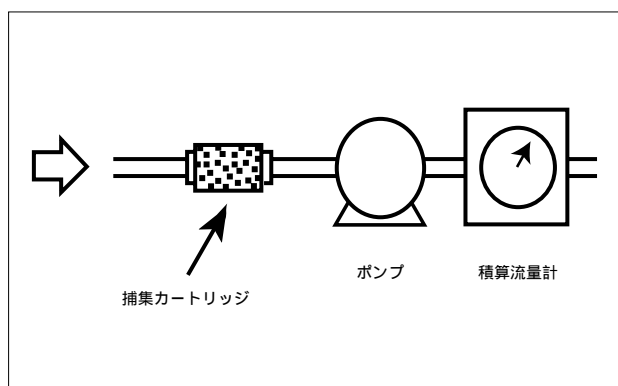


Fig.3 大気捕集用装置
System for Collection of Air

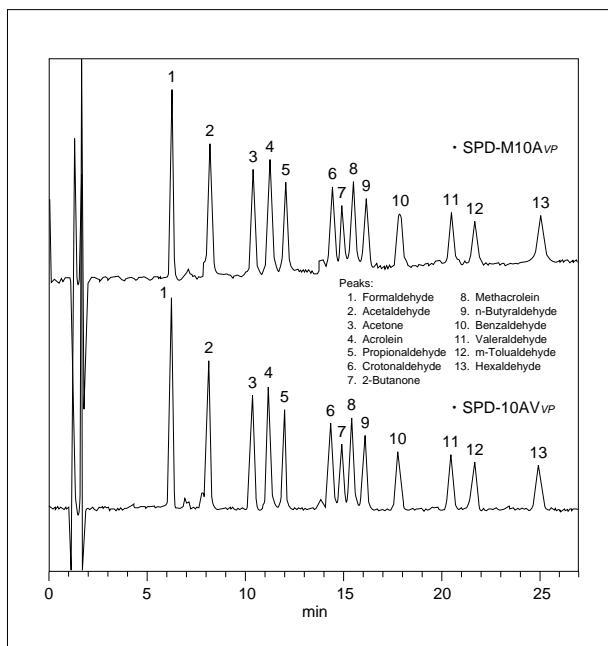


Fig.2 吸光度検出器 (SPD-10AV_{VP}) 及びフォトダイオードアレイ検出器 (SPD-M10AV_{VP}) によるアルデヒド/ケトン類標準試料の高感度分析

Trace Analysis of Standard Sample with the UV-VIS Detector (SPD-10AV_{VP}) and Photodiode Array Detector (SPD-M10AV_{VP}) (each 60ppb 10μL).

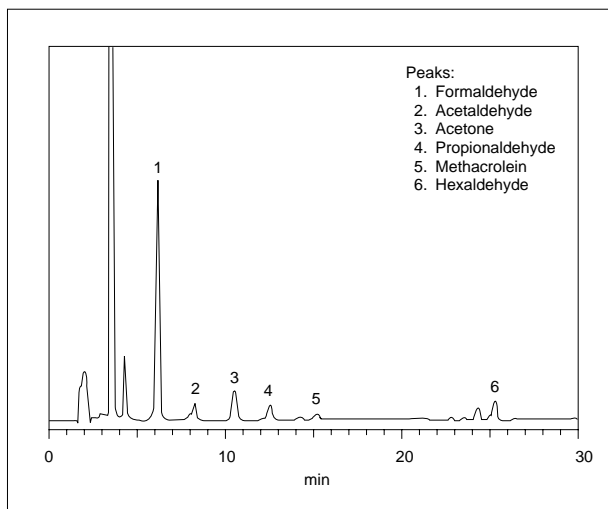


Fig.4 室内環境中のアルデヒド/ケトン類の分析
Analysis of House Ambient.

初版発行：1999年6月
A改訂版発行：2008年3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

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。