

ガスクロマトグラフィー No. G179

GAS CHROMATOGRAPHY

大気中アルデヒド類の分析

Determination of Aldehydes in Environmental Air

現代に生きる私たちは、多くの汚染物質に囲まれて生活しているといっても過言ではありません。中でも、生命活動の維持には欠くことのできない環境大気が汚染されている問題は、深刻に受け止められています。屋外では排ガスや粉塵等を含んだ大気による暴露、室内では、建材から発生する揮発性有機化学物質や、ハウスダスト等を含んだ大気による暴露が問題となっています。

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アルデヒド類は、悪臭防止法により工場の敷地境界線などで測定するよう義務づけられています。一方、中央公害審議会は昨年大気汚染防止法の大幅な改正を受けて、アセトアルデヒドとホルムアルデヒドを優先的に取り組むべき物質として選定しました。

ガスクロマトグラフ(GC)分析においては、大気中のアルデヒド類を濃縮捕集時に2,4-ジニトロヒドラジンによりアルデヒド-2,4-ジニトロヒドラゾン(アルデヒドDNPH)誘導体に変え、窒素化合物に対して高感度選択性のあるFTD(熱イオン化検出器)により検出を行います。このため環境大気等に存在する微量のアルデヒド類も高感度で測定することができます。大気中のアルデヒド類の濃縮捕集には、カートリッジを利用した固体捕集と直接溶液に捕集する溶液捕集とがあります。GCではカートリッジ法が標準方法として示されています。

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GC-FTDによる分析例について紹介します。

試料の捕集方法

Sampling Method

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0.1ℓ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-DNPH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カートリッジを取り付けます(Fig.1)。

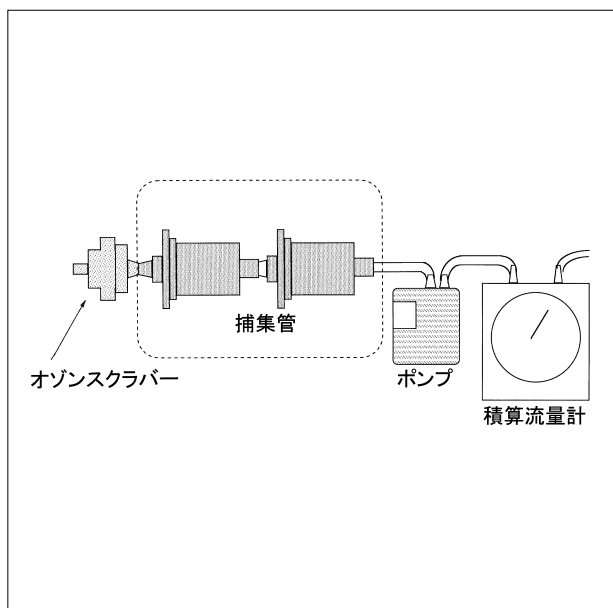


Fig.1 Schematic Diagram of Sampling Method

カートリッジの溶出方法

Elution Method for Aldehyde-DNPHs Cartridge

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(Fig.2)。

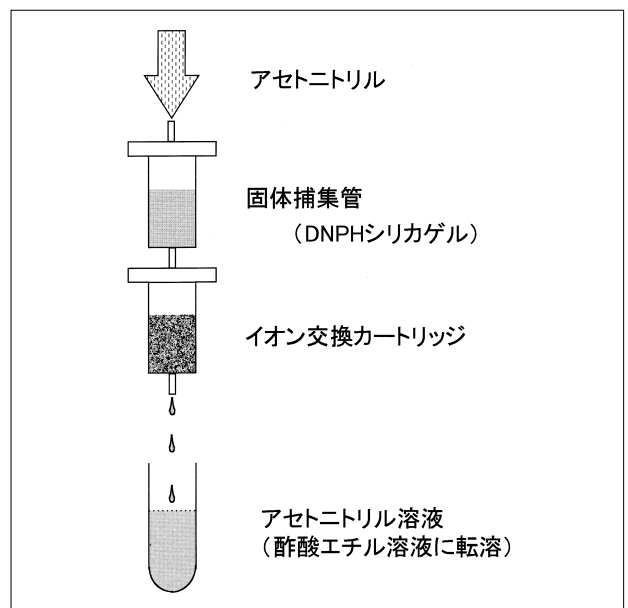


Fig.2 Schematic Diagram of Elution Method for Aldehyde-DNPHs Cartridge

アルデヒドDNPH類の分析例

Analysis for Aldehyde-DNPHs

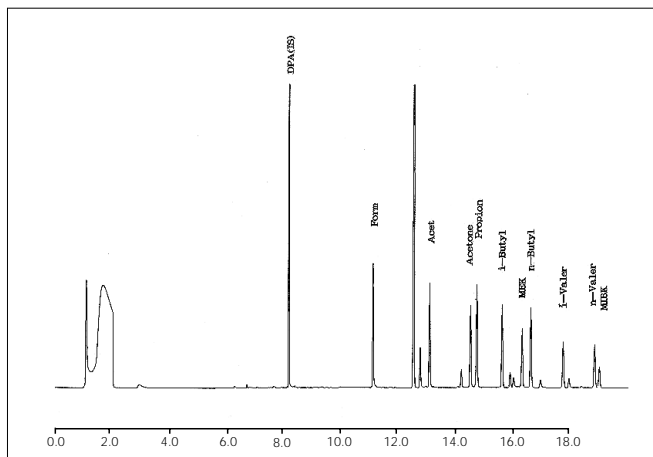


Fig.3 Chromatogram of Aldehyde-DNPHs

ホルムアルデヒドとアセトアルデヒドならびに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、さらにDNPHと反応するケトン類の分析例を示します。内部標準物質としてジフェニルアミン(DPA)を使用しました(Fig.3)。

環境中のアルデヒド類の分析例

Analysis for Aldehyde-DNPHs in Environmental Air

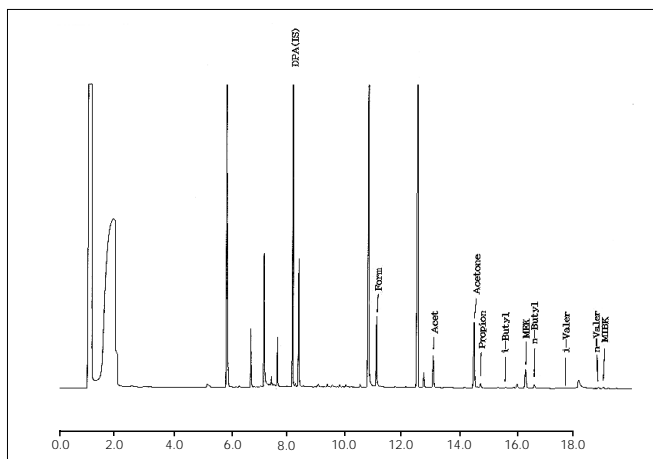


Fig.4 Chromatogram of Aldehyde-DNPHs in Environmental Air

実際に環境大気を採取し、分析した例を示します(Fig.4)。

操作ブランクの分析例

Analysis for Operation Blank

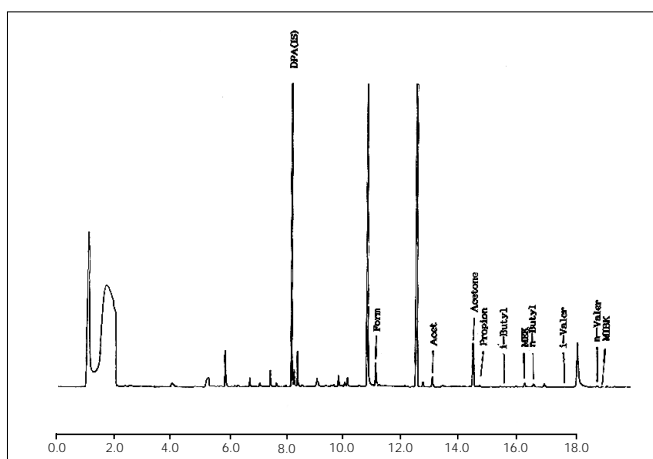


Fig.5 Chromatogram of Operation Blank

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かなければなりません。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。今回使用したカートリッジ、試薬での操作ブランクを示します(Fig.5)。

分析条件

Table 1 Analytical Conditions

Model	: GC-17AAFwFt ver. 3
Column	: DB1 30m x 0.25mm I.D. df = 0.25 μm
Column Temp.	: 80 (2min) - 20 /min - 90 - 3 /min - 230
Carrier Gas	: He, 200kPa (2.9mL/min)
Inj. Temp.	: 250 Det. : w-FTD Det. Temp. : 280
Injection Method	: Splitless (1min)

参考資料：第19, 20回日本環境化学会講演要旨集