

GCMS™を用いた人工光合成における 反応生成物（ギ酸、ホルムアルデヒド）の分析

人工光合成分野の研究では反応生成物の測定に様々な分析手法が用いられ、既に GC や GCMS の分析例* を紹介しております。今回、リン酸処理したインサートを使用して、人工光合成分野で重要成分である、ホルムアルデヒドとギ酸を GCMS で分析した例を紹介いたします。

Y. Takemori

- * 人工光合成分野の反応生成物の GC、GCMS 分析例
 ・ GC アプリケーションニュース：G279A、G280C
 ・ GCMS アプリケーションデータシート：81

■ インサートのリン酸処理

GC、GCMS で低濃度ホルムアルデヒド、ギ酸を測定するためには、各部への吸着に注意が必要です。注入部への吸着を防ぐため、試料気化室のガラスインサートにはリン酸処理を行いました。0.3%リン酸/アセトン溶液にウール充填済みガラスインサート (RESTEK 社 Topaz ライナー P/N: 23319) を 1 分間浸し、取り出して乾燥させた後に分析に用いました。詳細な処理方法等は、アプリケーションニュース G279A をご参照ください。

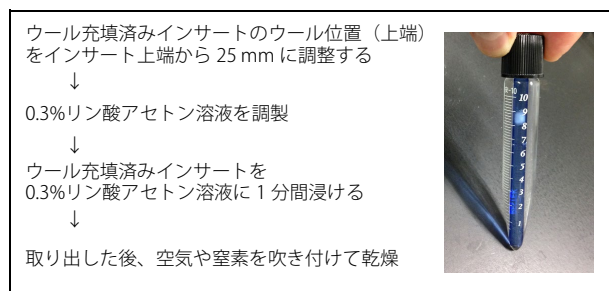


図1 ガラスインサートのリン酸処理手順

■ 試料調製

ギ酸を 20%メタノール水溶液で 0.1%に調製しました。調製したギ酸 100 μ L と 0.1%ホルムアルデヒド標準液 (富士フイルム和光純薬: 製品コード 066-06561) 100 μ L を混合し、20%メタノール水溶液により 10 mL にメスアップしました。それを段階希釈し、ギ酸、ホルムアルデヒド濃度が、0.1 ppm、0.5 ppm、1 ppm になるように調製いたしました。

■ 分析条件

GCMS 装置構成および分析条件を表 1 に示します。

水試料を分析する場合、試料導入量を通常より少なくすることで、再現性および分離を改善できる場合があります。(今回は 0.5 μ L)

また、AOC 用標準シリンジで分析すると、使用中にプランジヤ動作が重くなり、再現性が悪化する場合があります。チタン製プランジヤを使用したエラストリックシリンジ AOC (P/N: 221-49548) を用いることで、安定して試料を導入できます。

表 1 GCMS 装置構成および分析条件

Model	: GCMS-QP™2020 NX
オートサンプラー (AOC-20i)	
Syringe	: エラストリックシリンジ
Injection Volume	: 0.5 μ L
GC	
Injection	: SPL
Injection Temp.	: 240 °C
Injection Mode	: スプリット
Split Ratio	: 1 : 10
Carrier Gas	: He
Carrier Gas Control	: 線速度一定 (45 cm/sec)
Column	: SH-1 (60 m \times 0.32 mm, 5.0 μ m)*1
Column Temp.	: 40 °C (2 分) - 20 °C/min - 150 °C - 40 °C/min - 200 °C - 25 °C/min - 220 °C (10 分)
Purge Flow	: 3 mL/min
MS (EI 法)	
Ion Source Temp.	: 200 °C
Interface Temp.	: 200 °C
Ionization Mode	: EI
Measurement Mode	: SIM
Event Time	: 0.3 秒
モニターイオン (m/z)	: 30, 29 (2.00 min - 4.33 min) 46, 45 (4.33 min - 8.00 min)

*1 P/N: 221-75728-60

■ リン酸処理したインサートの効果

1 ppm の標準溶液を分析した場合の SIM クロマトグラムを示しました。リン酸処理したインサートにより、各ピークの検出を確認しました。

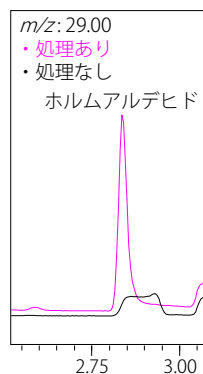


図2 ホルムアルデヒドの SIM クロマトグラム

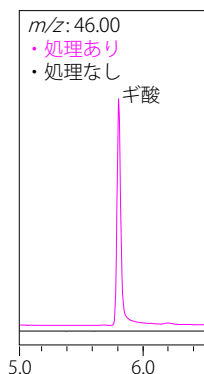


図3 ギ酸の SIM クロマトグラム

■分析結果

0.1 ppm の標準溶液を分析した場合の SIM クロマトグラムを図 4、5 に、検量線を図 6、7 に、標準試料 0.1 ppm の分析における繰り返し分析再現性 (n=3) を表 2 に示しました。感度、直線性、再現性ともに良好な結果を得ることが出来ました。

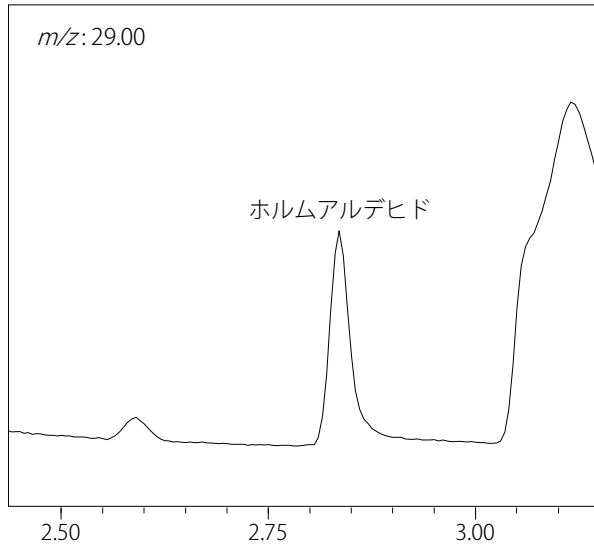


図4 0.1 ppm ホルムアルデヒドの SIM クロマトグラム

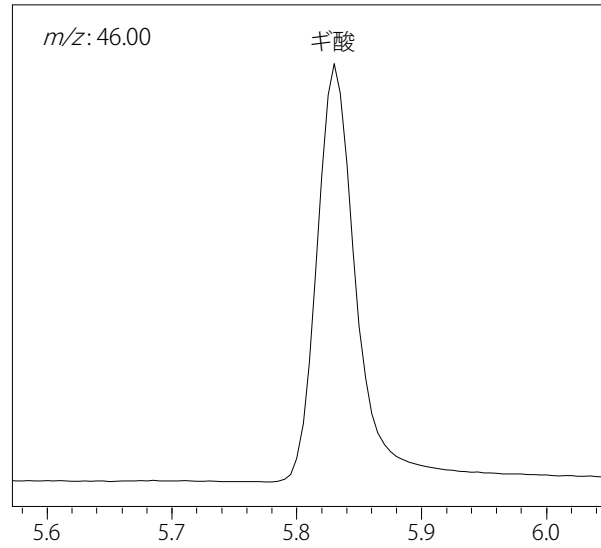


図5 0.1 ppm ギ酸の SIM クロマトグラム

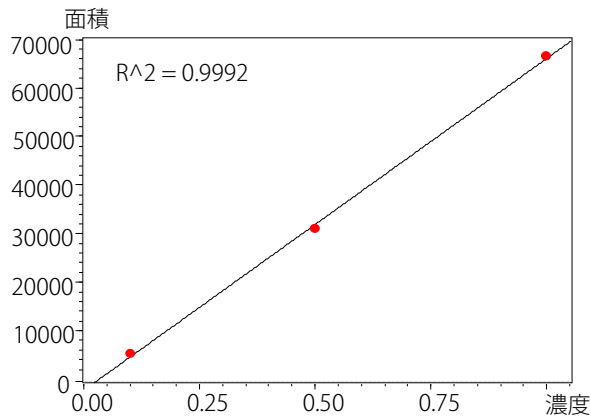


図6 ホルムアルデヒドの検量線

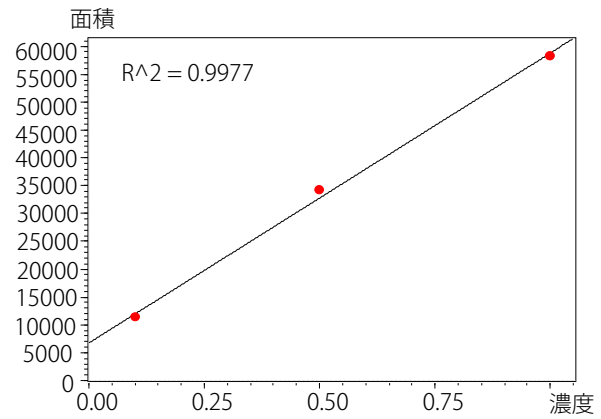


図7 ギ酸の検量線

表2 繰り返し分析再現性

化合物名	データ 1	データ 2	データ 3	面積平均	%RSD
ホルムアルデヒド	7148	7192	7322	7221	1.3
ギ酸	13635	15303	15372	14770	6.7

■まとめ

人工光合成分野で重要成分である、ホルムアルデヒドとギ酸を GCMS で 0.1 ppm まで分析を行いました。また、直線性、再現性ともに良好な結果を得ることができました。

GCMS および GCMS-QP は、株式会社島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。
Topaz は、Restek Corporation の米国およびその他の国における商標または登録商標です。