

SHINWA

FRESH FLASH

INFORMATION

VOL.13, JUN.1994

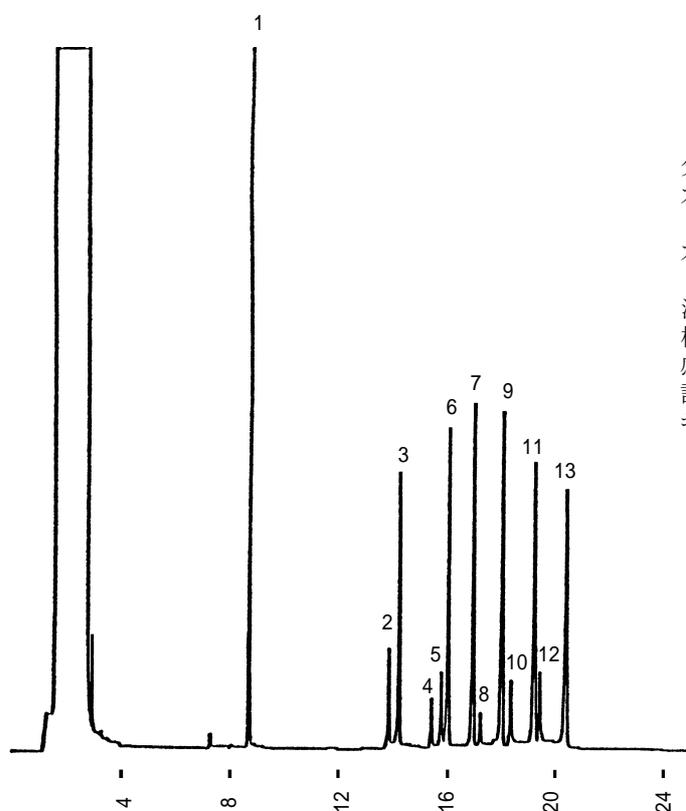
キャピラリーカラムによるアルデヒド類の分析 (No. 1)

悪臭防止法に定められた悪臭物質の中のアセトアルデヒド、プロピオンアルデヒド、イソブチルアルデヒド、ノルマルブチルアルデヒド、イソバレールアルデヒド及びノルマルバレールアルデヒドの6種類の測定方法は、各アルデヒドを2,4-ジニトロフェニルヒドラゾン誘導体としてミドルボアキャピラリーカラムで分析する方法と、遊離状態のままワイドボアキャピラリーカラムで分析する方法があります。

弊社のキャピラリーカラムULBON HR-1による分析例をご紹介します。

アルデヒド類2,4-ジニトロフェニルヒドラゾンの分析例

アルデヒドを2,4-ジニトロフェニルヒドラゾン誘導体にするとき、syn anti異性体が生成します。定量に際しては、それぞれのピーク面積を加えます。



分析条件
カラム : ULBON HR-1
 0.25mm×25m(0.25 μm)
カラム温度 : 50°C(1min)→200°C(25°C/min)
 200°C→250°C(3°C/min)
注入口温度 : 250°C
検出器温度 : 260°C(FID)
感度 : 10¹×2³
試料注入量 : 1 μl(スプリットレス)
キャリアーガス : He 2ml/min

- 1. ジフェニルアミン
(内部標準物質)
- 2 3. アセトアルデヒド
- 4 6. プロピオンアルデヒド
- 5 7. イソブチルアルデヒド
- 8 9. ノルマルブチルアルデヒド
- 10 11. イソバレールアルデヒド
- 12 13. ノルマルバレールアルデヒド
(各 10 ppm 酢酸エチル溶液)

Chromato Packings Center は信和化工株式会社の登録商標です。



Chromato Packings Center
信和化工株式会社

〒612-8307 京都市伏見区景勝町50番地
電話 075-621-2360
FAX 075-602-2660
e-mail: info@shinwa-cpc.co.jp

試料捕集の方法

先に揚げたクロマトグラムは、アルデヒド類 2、4-ジニトロフェニルヒドラゾン標準溶液を分析したものです。実際の試料を分析する場合は、次のような捕集操作を行います。

- (1) 試料の採取
試料空気をテフロン又はポリエステル製の内容積 50 L の試料採取袋に採取する。
- (2) 試料捕集管
2、4-ジニトロフェニルヒドラジン 1 mg 及びりん酸 5 mg を含浸させた 35 ~ 105 μm の粒状オクタデシルシリル化シリカゲル 0.5 を内径 10 mm 長さ 45 mm の樹脂製捕集管に充填し、両端にシリカウールをつめる。保存時には両端を密栓して遮光する。
- (3) 試料の捕集
試料採取袋に試料捕集管を接続し吸引ポンプで 30 L 吸引し試料を捕集する。
- (4) 試料の抽出
試料捕集管に強カチオン交換樹脂管 (40 ~ 100 μm の多孔性親水性ビニールポリマーを充填した内径 10 mm 長さ 60 mm の樹脂管) に接続し、試料捕集管側からアセトニトリル 6 ml を流し、試料捕集管内に生成したアルデヒド類の 2、4-ジニトロフェニルヒドラゾンを溶出させる。
- (5) ガスクロマトグラフ分析
溶出液に少量の無水硫酸ナトリウムを加え脱水した後、窒素ガスを吹きつけて 50 μl 程度まで濃縮する。これに酢酸エチル 1 ml と内部標準液 (ジフェニルアミン 10 mg / 100 ml 酢酸エチル溶液) 80 μl を加え、この液をガスクロマトグラフの分析に供する。
- (6) 検量線作成用アルデヒド 2、4-ジニトロフェニルヒドラゾンの合成
2、4-ジニトロフェニルヒドラゾン 1 g 及び濃硫酸 2 ml を 5 ml のエタノールに溶かした液に、それぞれのアルデヒド 200 ~ 400 mg を溶かしエタノール 5 ml を加えて攪拌する。すぐに黄色の沈殿が生じるので吸引を過する。これを十分な水と少量のエタノールで洗浄した後、エタノール中で再結晶させる。乾燥後遮光して保存する。

以上は環境庁告示第 7 2 号別表第 4 に掲げる方法の中の 2、4-ジニトロフェニルヒドラゾン誘導体として分析する方法を要約したものです。

詳細は平成 5 年 9 月 8 日発行の官報を参照して下さい。

仕様及び価格は改良のため予告なく変更させていただくことがございます。予めご了承下さい。

発売元

取扱店



〒101-0047 東京都千代田区内神田1-16-10 島津神田司ビル3F
TEL 03-3233-0321 FAX 03-3233-0325

〒530-0012 大阪市北区芝田1-1-4 阪急ターミナルビル14F
TEL 06-6371-5278 FAX 06-6372-2600

