

HS-GC によるアクロレイン、 アクリロニトリル、 アセトニトリルの分析



Agilent 7890 GC を用いた
HJ メソッドのデモンストレーション

はじめに

HJ メソッド 679-2013 は、ヘッドスペースガスクロマトグラフィーを用いた、土壌および堆積物からのアクロレイン、アクリロニトリル、アセトニトリルの分析について記載しています。このメソッドは、EPA メソッド 8015C (非ハロゲン化有機物)、8030A (ガスクロマトグラフィーによるアクロレインとアクリロニトリル)、8031 (ガスクロマトグラフィーによるアクリロニトリル) と類似しています。この 3 種類の分析対象物は、合成プロセスの副産物またはそれまでに使用された農薬に起因するものとして土壌から検出されますが、短時間で劣化し空气中に蒸発します。

分析方法

HJ-679 メソッドは内径が 530 μm のカラムの使用を指定しています。これは、Agilent 7697 ヘッドスペースサンプラと FID を搭載した Agilent 7890 GC に適しています。可能な限り厳密に HJ メソッドに従いました。各キャリブレーションレベルで 5 個のヘッドスペースバイアルを調整しました。各バイアルに約 2 g のけい砂を入れ、10 mL のマトリックス調整剤 (500 mL の H_2O 中に 180 g の NaCl) を追加し、必要なレベルになるように次の 2,000 ppm 標準をさまざまな量でスパイクしました。アクロレイン、アクリロニトリル、アセトニトリルは、2 μg 、5 μg 、20 μg 、40 μg 、80 μg をスパイクしました。

詳細については、以下をご覧ください。

www.agilent.com/chem/jp



Agilent Technologies

機器条件

パラメータ	設定値
Agilent 7890 GC	
注入口	150 °C、スプリット比 5:1
カラム	Agilent J&W DB-WAX UI, 30 m × 0.53 mm, 1.00 µm, 125-7032UI
カラム流量	4.5 mL/min
オープン	40 °C (5 分間)、 5 °C/min で 60 °C まで昇温、 30 °C/min で 150 °C まで昇温 (5 分間)
FID	250 °C
Agilent 7697 ヘッドスペースサンプラ	
オープン	75 °C
ループ	105 °C
トランスファーライン	150 °C
バイアルの平衡化時間	30 分
注入時間	0.1 分
バイアル	20 mL
振とう	オン、レベル 1
バイアル充填流量	50 mL/min
バイアル充填圧力	8 psi
バイアル圧力平衡化時間	2 分
ループ充填昇圧速度	20 psi/min
最終ループ圧力	1.2 psi
ループの平衡化	0.2 分

結果と考察

アクロレイン、アクリロニトリル、アセトニトリルを分析して得た検量線は、メソッドの要件を満たしていました (相関係数が ≥ 0.995)。検量線の範囲に対してレスポンス係数を算出し、分析対象物それぞれについて RSD を算出しました。アクロレインは高い揮発性のために、レスポンス係数の RSD が 10 % で最大でした。アクリロニトリルとアセトニトリルのレスポンス係数 RSD はいずれも 5.3 % でした。

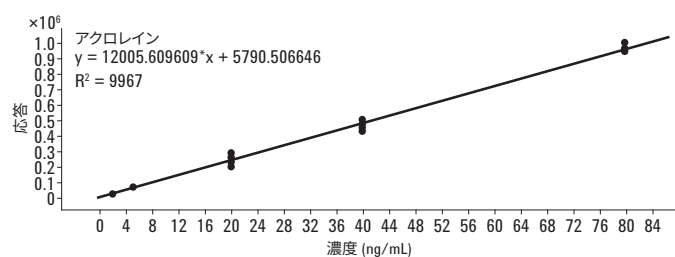


図 1. アクロレインの検量線で 2 µg ～ 80 µg の範囲では相関係数は 0.997 でした。

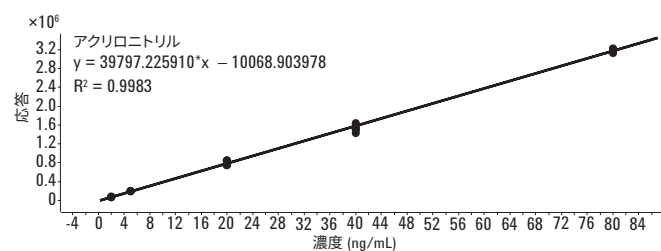


図 2. アクリロニトリルの検量線で 2 µg ～ 80 µg の範囲の 5 種類のレベルについて相関係数は 0.998 でした。

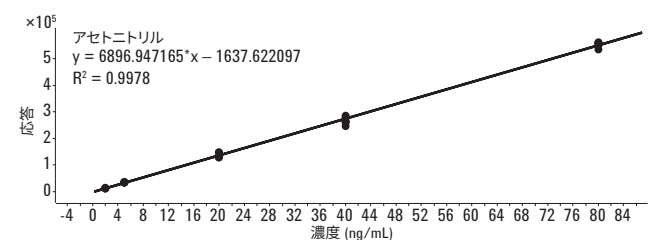


図 3. アセトニトリルの検量線で 2 µg ～ 80 µg の範囲の 5 つのキャリブレーションレベルについて相関係数は 0.998 でした。

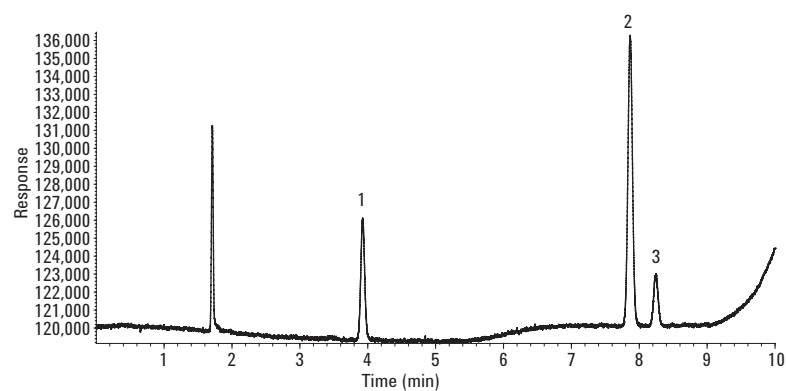


図 4. 1 mg/kg のアクロレイン (1)、アクリロニトリル (2)、アセトニトリル (3) は、10 分以内に溶出しました。

結論

Agilent 7697 ヘッドスペースサンプラを搭載した Agilent 7890 GC は、HJ679-2013 の性能仕様を満たしています。レスポンス係数の RSD はメソッドでは指定されていないものの、0.995 以上の相関係数が得られました。アクロレイン、アクリロニトリル、アセトニトリルの RSD は、5 回の繰り返し分析で 10 % 未満でした。10 分という分析時間は HJ679-2013 では代表的ですが、内径がより小さなカラムを使用すれば容易に短縮することができます。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタマコンタクトセンタ

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、
医薬品医療機器等法に基づく登録を行っていません。
本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は
予告なしに変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2017

Printed in November 1, 2017

5991-8096JAJP



Agilent Technologies