

ポリアーク付きGC-FIDによる検量線を使用しない 定量方法の精度について

目的

ポリアークはGC-FID用のユニバーサルメタナイザーです。
ポリアークはカラムから溶出してきた含炭素化合物をメタンに変換します。
そのため、FIDは含炭素化合物をメタンとして検出します。
ポリアークを使用する事で得られる大きな利点は2つあります。
①FIDだけでは感度のない、または感度が小さい化合物の感度の上昇
②検量線を使用しないで内部標準物質から各化合物を定量

今回は検量線を使用しないで内部標準物質のピーク面積と濃度から
種々の化合物の濃度を算出します。
ポリアークから得られた計算値と既知値のズレについて紹介します。

分析条件

Sample	: アセトニトリル、酢酸エチル、アニリン、1-オクタノール ドデカン、1-ドデカノール トルエンベース
GC-FID	: アジレント社製7890A
Column	: DB-5, 30m, 0.32mm ID, 0.25um
Carrier Gas	: ヘリウム 2.6mL/min (コンスタントフロー)
Injection	: 0.1 μ L split (5:1), 250°C injection temperature Agilent 5190-2295 inlet liner
Oven	: 40°C (6分) \rightarrow (10°C/min) \rightarrow 125°C \rightarrow (25°C/min) \rightarrow 250°C (2分)
ポリアーク ガス	: 水素 35mL/min , エアー 2.5mL/min
ポリアーク 温度	: 450°C
FID条件	: 水素 1.5mL/min , エアー 350mL/min メイクアップ 20mL/min, 315°C

結果

ドデカンの内標準物質としてドデカンの炭素モル濃度とピーク面積から各化合物の濃度を算出しました。
既知濃度と算出した濃度、誤差をまとめた表を示します。

表1. 濃度算出(ポリーク有の場合)

化合物名	ピーク面積	既知濃度 (mmol/L)	算出濃度 (mmol/L)	誤差 (%)
アセトニトリル	153.78	18.96	18.43	-2.8
酢酸エチル	164.33	10.17	9.83	-3.3
アニリン	273.72	10.92	10.93	0.1
1-オクタノール	211.95	6.28	6.35	1.1
ドデカン	220.18	4.39		
1-ドデカノール	232.22	4.46	4.63	3.7

5%以内の誤差で各化合物の定量を行うことができました。
得られたクロマトグラムを示します。

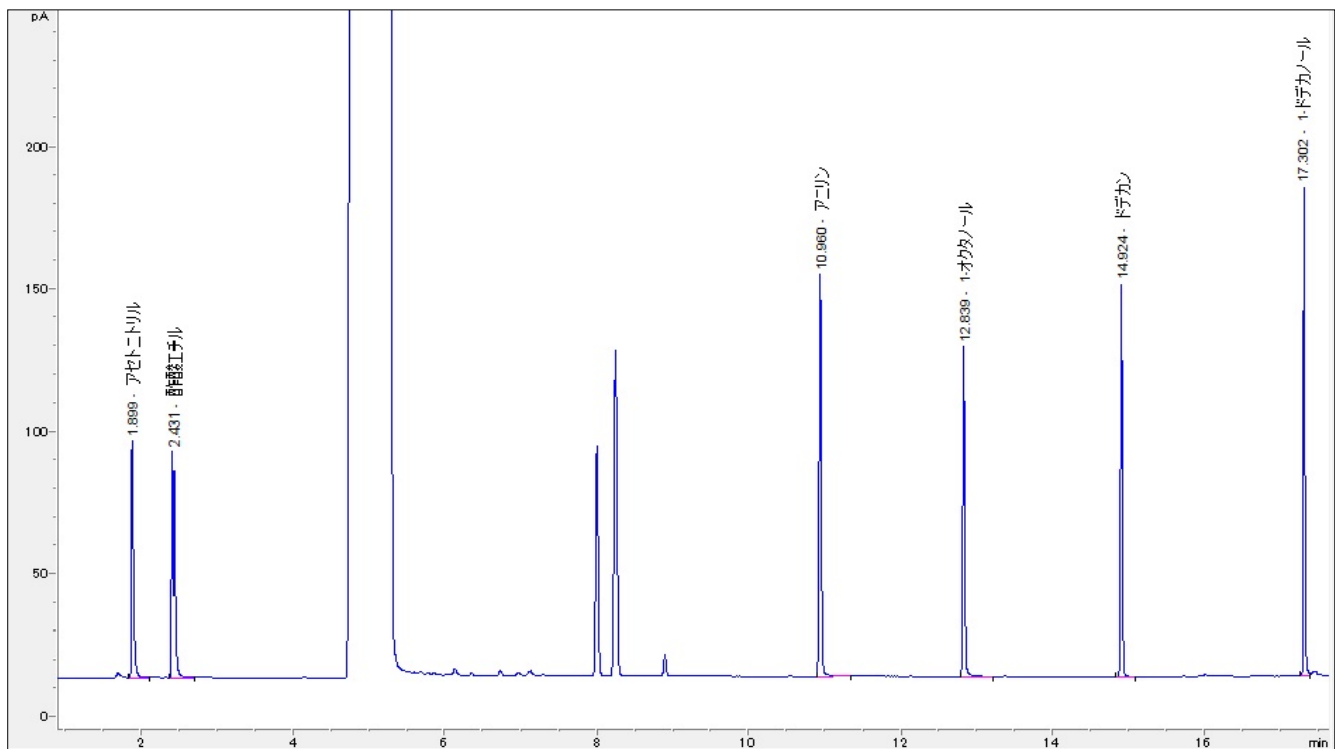


図1. クロマトグラム

各化合物の繰り返し性N=3を示します。

表2. アセトニトリルの繰り返し性(N=3)

濃度 (mmol/L)	ピーク面積	平均	RSD (%)
18.96	161.98082	153.78	5.2
	153.51917		
	145.84712		

表3. 酢酸エチルの繰り返し性(N=3)

濃度 (mmol/L)	ピーク面積	平均	RSD (%)
10.17	166.52011	164.33	1.3
	164.06026		
	162.41853		

表4. アニリンの繰り返し性(N=3)

濃度 (mmol/L)	ピーク面積	平均	RSD (%)
10.92	275.95642	273.72	0.9
	274.08023		
	271.13324		

表5. 1-オクタノールの繰り返し性(N=3)

濃度 (mmol/L)	ピーク面積	平均	RSD (%)
6.28	213.69603	211.95	0.9
	212.17014		
	209.99704		

表6. ドデカンの繰り返し性(N=3)

濃度 (mmol/L)	ピーク面積	平均	RSD (%)
4.39	220.92702	220.18	0.5
	220.73906		
	218.87415		

表7. ドデカノールの繰り返し性(N=3)

濃度 (mmol/L)	ピーク面積	平均	RSD (%)
4.46	230.50447	232.22	0.7
	233.95091		
	232.21065		

ポリアークを外したGC-FIDで測定しました。
 既知濃度と算出した濃度、誤差をまとめた表を示します。
 ドデカンを実験標準物質としています。

表8. 濃度算出(ポリアークなしの場合)

化合物名	ピーク面積	既知濃度 (mmol/L)	算出濃度 (mmol/L)	誤差(%)
アセトニトリル	110.47	18.96	12.75	-32.7
酢酸エチル	101.56	10.17	5.86	-42.4
アニリン	259.26	10.92	9.98	-8.6
1-オクタノール	197.06	6.28	5.69	-9.5
ドデカン	228.30	4.39		
1-ドデカノール	254.12	4.46	4.89	9.6

アセトニトリルと酢酸エチルはピークが小さいため誤差が大きくなりました。
 得られたクロマトグラムを示します。

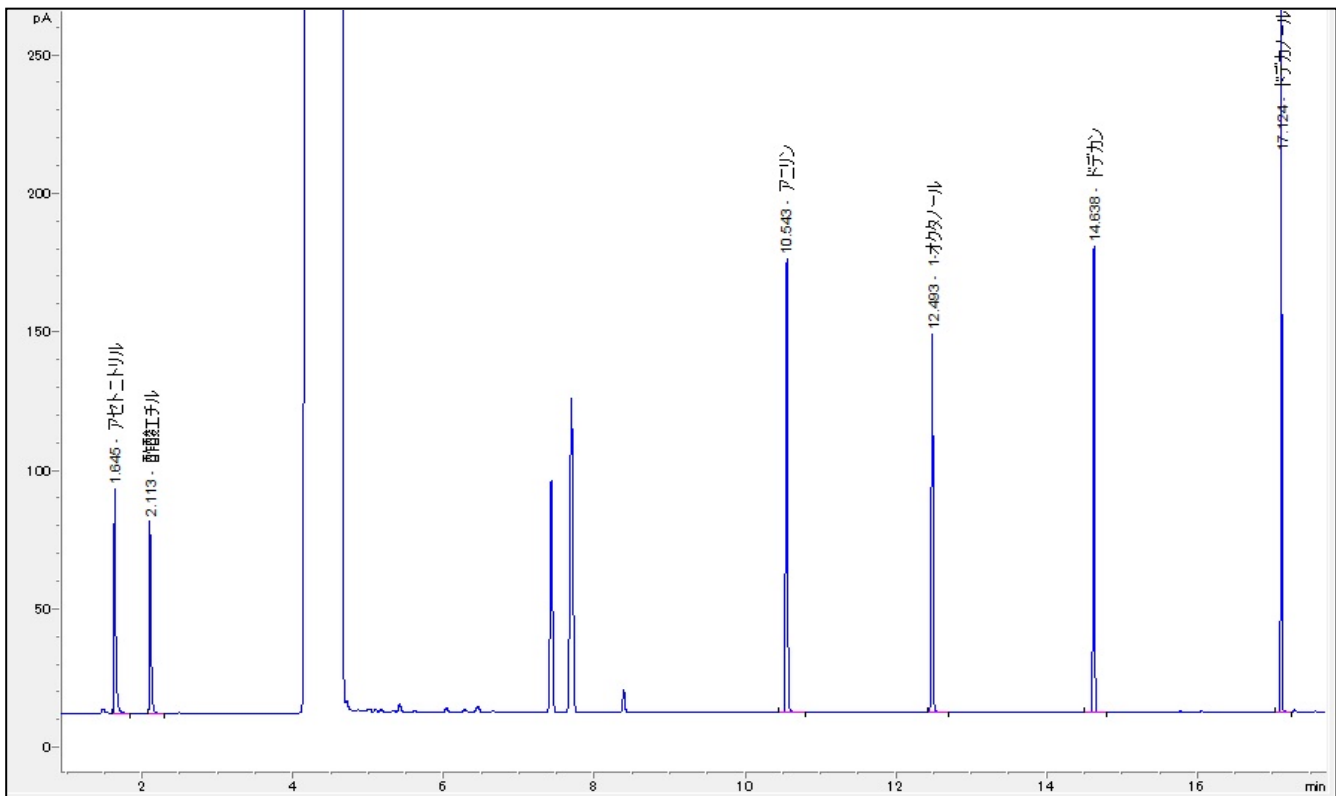


図2. クロマトグラム(ポリアークなし)

まとめ

ポリアークをGC-FIDに接続する事でトルエン中のアセトニトリル、酢酸エチル、アニリン、1-オクタノール、ドデカン、ドデカノールを測定しました。

ドデカンを内部標準物質として各化合物の濃度を理論的に算出した結果、既知濃度との誤差は最大3.7%でした。

ポリアークをGC-FIDに接続しないで濃度を算出すると誤差は最大42.4%でした。

ポリアークをGC-FIDに接続することでFIDのみよりも、より正確に濃度を算出出来ることが出来ます。

問い合わせ先

アステック (株)

応用化学事業部

東京都新宿区高田馬場 4-39-7

[TEL:03-3366-0811](tel:03-3366-0811)

E-mail: unichem@astechcorp.co.jp