

窒素フローを用いた試料の濃縮法

1. はじめに

本記事の目的は、利用者の皆様に利用しやすいよう、分析の参考例を提供することである。また、本手法の目的は、試料中の溶媒を蒸発させることによる試料の濃縮である。必要以上に高濃度にする必要はないので、分析方法に応じて濃縮を行うとよい。

2. 実験装置

窒素ポンペ

シリコンチューブ

パスツールピペット

アングルなどの固定器具

濃縮する液体試料

およそ 6mL 以下のバイアル

ドライヤー

※作業はドラフト内で実施すること。

3. 実験手法

バイアル（6 mL）に液体試料（最大でもバイアル容量の半分程度）を加える。

窒素ガスポンペにシリコンチューブ、パスツールピペットをセットする。

アングルで写真のように固定する。



窒素ポンペからゆっくり窒素を流して、試料液面にさざ波が立つ程度とする。



加熱で容器が冷却され、水滴が付着する。冷えてくると揮発が緩やかになるので、必要に応じてドライヤーで加熱する。

希望の液量になったら、窒素フローを止めてすぐにバイアルのふたをして、室温に戻す。

※最大限まで濃縮する場合、溶媒が見えなくなる程度まで濃縮し、必要最低限の溶媒を加える。ここから、1 μ L を採取し、GCMS などの分析に供する。

4. 熱分解ガスクロマトグラフの分析条件

ライナー スプリットレスライナーでスプリットを 5 に設定。分析開始 1min 後よりスプリット 10.

カラム UltraALLOY-5(MS/HT) (内径 0.25 mm, 膜厚 0.25 μ m, 長さ 30 m)

Vent-free GC/MS Adaptor-N50 (ver. 2.30)

カラム流量 1.0 mL/min

イオン源電圧 チューニング値+0.1V