



パルス放電ヘリウムイオン化検出器(PDHID)による ホルムアルデヒドの高感度分析(1) 環境大気中ホルムアルデヒド



＜要旨＞ パルス放電イオン化検出器 (PDHID) を搭載したガスクロマトグラフにより、環境大気中ホルムアルデヒドを誘導体化、濃縮を伴わずにガスサンプリングバルブを用いて GC へ直接導入し、分析する手法の検討を行いました。厚生労働省が定める室内濃度指針値、もしくはそれ以下のレベルを検出することができました。

Key Words: サンプリングバルブ、ホルムアルデヒド、PDHID、アルゴン、シックハウス症候群、室内濃度指針値

1. はじめに

環境大気中、特に室内大気中のホルムアルデヒドはその急毒性、発がん性から人体に与える影響が非常に大きく、またシックハウス症候群の原因となる化合物の一つでもあります。室内濃度指針値は厚生労働省により $100 \mu\text{g}/\text{m}^3$ (25°C において 80 ppb) と定められており、その濃度を管理することは安全衛生管理上必要となります。

環境大気中のホルムアルデヒドの分析は誘導体化、濃縮を行い高速液体クロマトグラフィー (HPLC) またはガスクロマトグラフィー (GC) で分析し、定量を行うのが最も一般的です。これらの手順は誘導体化、濃縮を伴うため、煩雑であり、慎重に行う必要があります。また、ある程度のサンプリング時間が必要となるため測定の間解能が低くなります。

ガスサンプリングバルブにより、サンプルを一定量 GC へ直接導入することにより、オンラインでガス中のホルムアルデヒドの分析を直ちに行うことが可能になります。また、バッグに採取したガスを GC へ導入することも可能です。

本アプリケーションノートでは室内濃度指針値レベルのホルムアルデヒドを分析する手法をガスサンプリングバルブ、パルス放電ヘリウムイオン化検出器 (以下、PDHID) を搭載したガスクロマトグラフにより検討を行った結果を示します。

2. 分析条件

以下に分析条件を示します。

試料導入：ガスサンプリングバルブ

サンプル量：0.25 mL

バルブ温度： 60°C

注入法：スプリット 2:1

注入口温度： 80°C

ライナー：ウルトラライナートストレートライナー
(p/n 5190-4047)

オープン温度：

35°C (6 min) - $20^\circ\text{C}/\text{min}$ - 120°C (5min)

カラム：CP-Sil 5 CB for Formaldehyde
(60 m, 0.32 mm, 8 μm)

キャリアガス：He (2.5 mL/min)

検出器：パルス放電ヘリウムイオン化検出器 (PDHID)

検出器温度： 150°C

検出器ガス：2% Ar/He

検出器ガス流量：30 mL/min

本分析では検出器ガスとして 2% Ar/He を使用しました。PDHID による無機ガスの高感度分析を行う際には検出器ガスとして通常は高純度ヘリウムガスを使用しますが、2%のアルゴンガスをヘリウムガスに混合することで励起エネルギーを低くなるようにし、イオン化エネルギーの大きい無機ガス、水の検出感度を大幅に下げ、選択性を高めることでホルムアルデヒドを高感度に検出することが可能になります。

図 1 に本分析で用いたシステムの模式図を示しました。

分析サンプルはホルムアルデヒド標準液

(1 mg/mL メタノール溶液、和光純薬工業製) をメタノールで希釈し、積算流量計により内容量を計測し、窒素を充填した 1L テドラーバッグにマイクロシリンジを用いて加え、最終濃度値が $67\sim 335 \mu\text{g}/\text{m}^3$ となるように調製を行いました。



Agilent Technologies

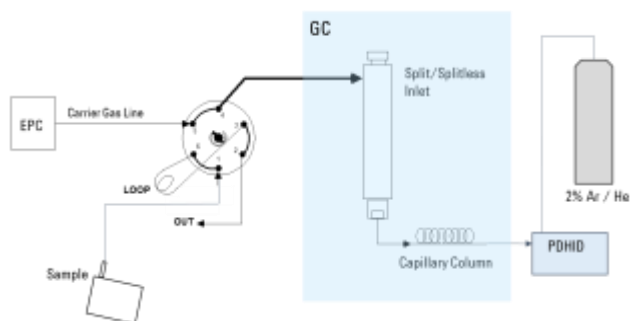


図1 システムの模式図

3. 結果

図2に $67 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ホルムアルデヒド標準ガスのクロマトグラムを示します。拡大箇所に見られるピークのSN比（ノイズ範囲4.5-4.8 min）は8.6と算出され、室内濃度指針値レベルである $100 \mu\text{g}/\text{m}^3$ を十分に検出可能であることが示されました。

また、図3には0, 67, 134, 335 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ の標準ガスの検量線、表1には各標準ガスの3回連続分析による面積値の繰り返し再現性を示します。直線性、再現性ともに非常に良好な結果が得られました。

図4には室内大気を分析したクロマトグラムを示します。図3の検量線から $21 \mu\text{g}/\text{m}^3$ と算出されました。

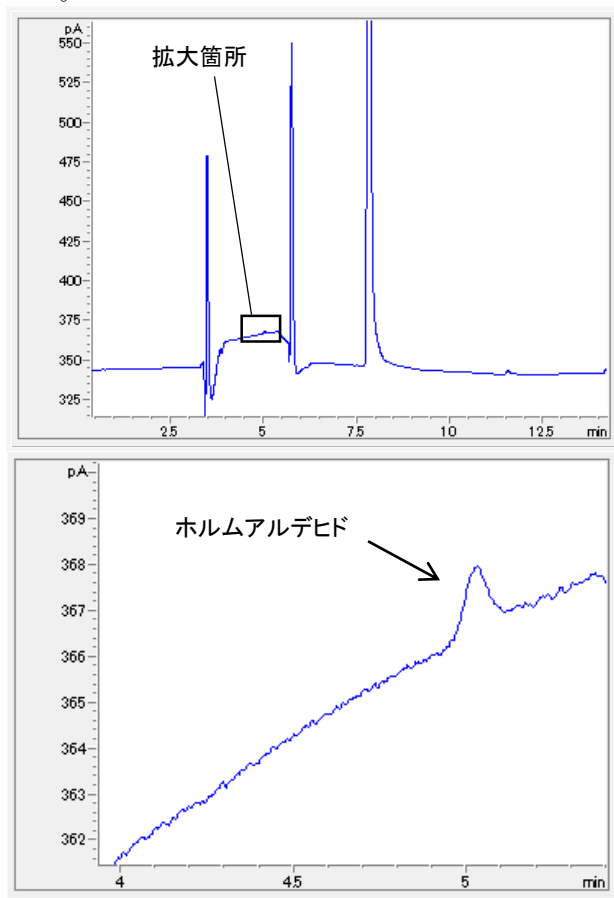


図2

$67 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ホルムアルデヒド標準ガスのクロマトグラム

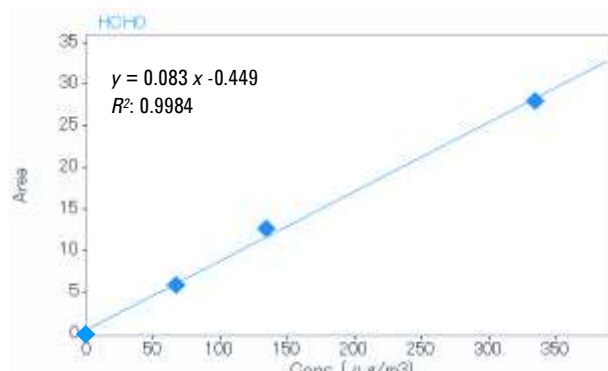


図3 ホルムアルデヒド標準ガスの検量線

表1 各標準ガスの繰り返し再現性

サンプル	繰り返し再現性 (RSD%, n=3)
$67 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 標準ガス	5.9
$134 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 標準ガス	0.3
$335 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 標準ガス	1.0

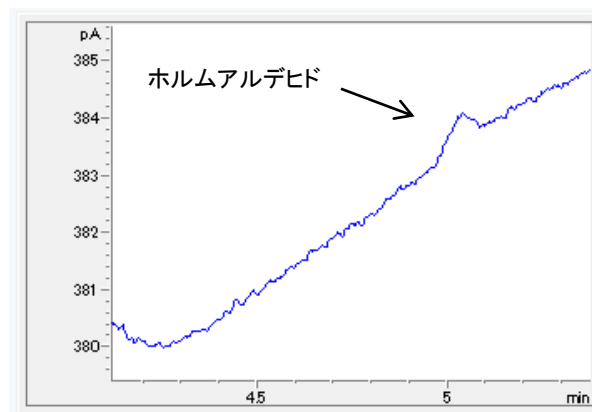


図4 室内大気の結果

4. 結論

PDHIDを搭載したGCにより、厚生労働省が定める室内濃度指針値、もしくはそれ以下の濃度のホルムアルデヒドを誘導体化、濃縮なして直接ガスサンプルとして分析可能であることが確認できました。本アプリケーションは室内大気をはじめとした環境大気中ホルムアルデヒドの分析に十分適用可能です。

【GC-2016050S-001】

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる障害について一切免責とさせていただきます。また、本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社
〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1
www.agilent.com/chem/jp



Agilent Technologies