

水素キャリアガスを用いた加熱脱着 GC/MS による室内環境 VOC・SVOC 分析の評価

著者

関口 桂

アジレント・テクノロジー
株式会社

概要

ヘリウム代替キャリアガスとして水素を用いた加熱脱着 GC/MS 分析について評価しました。VOC, SVOC 類 17 成分を対象として、HydroInert イオン源および Extractor イオン源を用いて比較評価を行いました。その結果、いずれのイオン源でも良好な質量スペクトルと定量性能が得られ、水素キャリアガスによる室内環境分析への適用可能性が確認されました。

はじめに

GC/MS 分析では一般にヘリウムがキャリアガスとして使用されています。しかしながら、近年はヘリウム供給不足のリスクや価格高騰を背景に、代替キャリアガスを用いた分析法への関心が高まっています。水素をキャリアガスとして使用した場合、一部の化合物における感度低下やスペクトル変化が懸念される一方で、いくつかの利点があります。例えば、水素はガス発生装置による供給が可能であり、また分析時間の短縮による高スループット化が期待できます。さらに、再生可能エネルギーを利用して製造されたグリーン水素を使用することで、環境負荷の低減にも貢献できると考えられます。

一方、水素は可燃性ガスであるため取り扱いに注意が必要です。また、固体捕集法において溶出溶媒として広く使用されている二硫化炭素との併用を避ける必要があることから、室内空気質分析への適用例は多くありません。さらに、一部の化合物については、イオン源を含む装置内部での反応によりマススペクトルが変化することも報告されています¹⁾。

本実験では、水素キャリアガスの使用に対応した Markes 社製加熱脱着装置を用い、厚生労働省室内空気指針値設定物質に指針値候補物質を加えた VOC, SVOC 類 17 成分を分析対象とし、水素キャリアガス適用時の分析条件について評価・検討を行いました。

実験方法

試薬

分析サンプルは揮発性有機化合物混合標準液 JSAE cabin VOC 13 Mix Standard（ジーエルサイエンス Cat.No. 1021-10168）、ノナナール、2-エチル-1-ヘキサノール、2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタンジオールモノイソブチレート（TMPD-MIB）、2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタンジオールジイソブチレート（TMPD-DIB）を混合して 17 成分の標準溶液としました。また内部標準物質としてトルエン-d8 のメタノール溶液を用いました。

検量線の評価は 10 ～ 1,000 ng の範囲で実施しました。

装置構成および分析条件

[加熱脱着]

装置	Markes TD100-xr Multi Gas
捕集管	ガラス製 Tenax TA または SS 製*1Material Emissions
脱着条件	300 ℃、10 min
コールドトラップ	Material Emissions (p/n MKI-U-T12ME)
コールドトラップ温度	10 ℃ → 290 ℃ (5 min)
スプリット比	50:1
フローパス温度	180 ℃ または 200 ℃

*1: SS 製は UltiMetal など不活性化処理した捕集管を推奨します。(例) p/n 5190-1134

[GC/MSD]

装置	Agilent 8890GC / 5977C MSD
キャリアガス	水素
カラム	DB-1ms UI (60 m, 0.25 mm i.d., 0.25 μm, p/n 122-0162UI)
カラム流量	1.0 mL/min コンスタントフローモード
オープン温度	40 ℃ (3 min) →10 ℃/min→100 ℃ (0 min) →15 ℃/min→290 ℃ (5 min)
トランスファーライン温度	290 ℃
イオン化法	EI (70eV)
測定モード	Scan (m/z 33-350)
イオン源温度	280 ℃
四重極温度	150 ℃

結果と考察

イオン源によるマススペクトルの比較

水素キャリアガスを用いて Extractor イオン源と Hydrolnert イオン源で分析を行ったところ、いずれの化合物も NIST ライブラリと高い一致率が得られました。クロマトグラムの例を図 1 に示します。

TMPD-MIB 2 のマススペクトルを図 2 に示します。NIST ライブラリとの一致率は Extractor イオン源で 97.7, Hydrolnert イオン源で 96.4 であり、両イオン源で良好なスペクトルが得られました。

主な化合物のスペクトルの一致率を表 1 に示します。本法で評価した VOC・SVOC 類については両イオン源で良好なマススペクトルが得られ、水素キャリアガスを用いた分析においてイオン源の違いによる顕著な影響は認められませんでした。

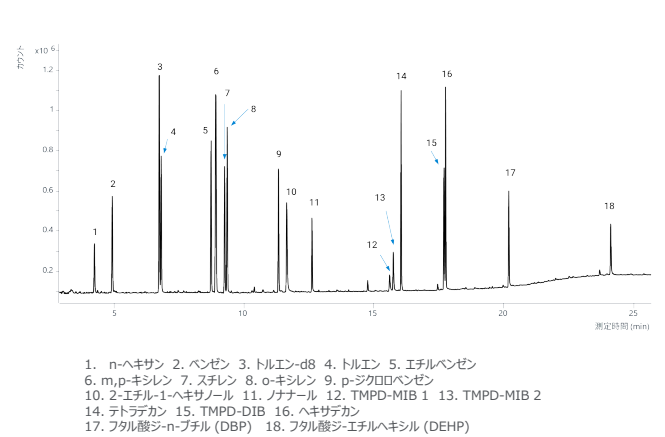


図 1. 水素キャリアガスと Hydrolnert イオン源で分析した標準溶液の TD-GC/MS クロマトグラム

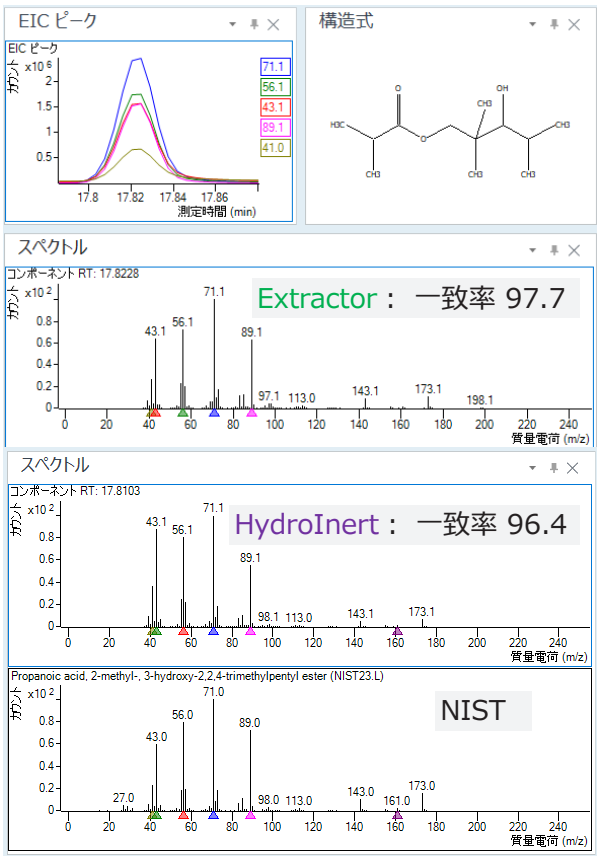


図 2. 水素キャリアガスと Extractor イオン源、Hydrolnert イオン源で分析した TMPD-MIB 2 の抽出イオンクロマトグラムと EI スペクトル

表 1. 水素キャリアガスと Extractor イオン源、Hydrolnert イオン源での各化合物の NIST に対する一致率

化合物名	スペクトル一致率	
	Extractor イオン源	Hydrolnert イオン源
トルエン	99.7	99.7
エチルベンゼン	98.8	99.2
スチレン	99.0	99.6
o-キシレン	99.3	99.6
2-エチル-1-ヘキサノール	97.7	98.8
TMPD-MIB 2	97.7	96.4
TMPD-DIB	96.9	95.3

捕集管の材質と充填剤の種類による違い

ガラス製の Tenax TA と、ステンレス製の Material Emissions (Tenax TA + Carbograph 5TD) で直線性を調べたところどちらでも同様に良好な結果が得られました。TMPD-MIB についても決定係数 $R^2 = 0.995$ 以上が得られました。各化合物の検量線の R^2 値と、ガラス製 Tenax 捕集管での繰り返し再現性の結果を表 2 に示します。アルカン、芳香族、アルデヒド、アルコール、フタル酸エステルいずれの化合物も良好な結果が得られました。

室内空気の実測

実験室内の空気 3 L を 100 mL/min で 30 分間、Material Emissions の捕集管にサンプリングして測定を行いました。実験室内で使用されているヘキサンやトルエンの他、TMPD-MIB は計 $10.4 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、TMPD-DIB は $3.0 \mu\text{g}/\text{m}^3$ であり、いずれも厚生労働省の指針値案を大きく下回りました。

表 2. 水素キャリアガスと HydroInert イオン源での直線性、繰り返し再現性および室内空気の実測結果

Peak #	RT (min)	化合物名	検量線 R^2 (10-1000ng)		ターゲットイオンレスポンス平均	ターゲットイオンレスポンス RSD% (40ng, n=5)	室内空気3 L中の定量値 (ng)	室内濃度 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
			ガラス製 Tenax TA	SS 製 Material Emissions				
1	4.243	n-ヘキサン	0.99975	0.99908	42,289	8.9	20.91	7.0
2	4.929	ベンゼン	0.99999	0.99968	160,221	3.0	0.0	0.0
3	6.738	トルエン-d8						
4	6.815	トルエン	0.99998	0.99985	196,374	2.8	24.2	8.6
5	8.740	エチルベンゼン	0.99995	0.99986	223,023	1.7	3.3	1.2
6	8.927	m,p-キシレン	0.99994	0.99986	366,402	1.2	8.7	2.2
7	9.264	スチレン	0.99994	0.99993	125,464	2.0	5.2	1.3
8	9.365	o-キシレン	0.99996	0.99979	186,360	1.4	0.0	0.0
9	11.339	p-ジクロロベンゼン	0.99954	0.99977	102,195	1.0	8.7	1.9
10	11.639	2-エチル-1-ヘキサノール	0.99995	0.99952	92,138	4.7	0.0	0.6
11	12.625	ノナナール	0.99994	0.99968	34,008	2.6	13.4	3.3
12	15.569	TMPD-MIB 1	0.99539	0.99892	18,213	8.7	26.8	5.9
13	15.723	TMPD-MIB 2	0.99968	0.99961	34,650	3.9	20.9	4.5
14	16.061	テトラデカン	0.99998	0.99977	118,615	1.8	0.0	0.0
15	17.698	TMPD-DIB	0.99944	0.99987	132,944	3.3	13.0	3.0
16	17.776	ヘキサデカン	0.99995	0.99985	114,801	2.7	3.1	0.9
17	20.203	DBP	0.99659	0.99705	165,352	1.7	13.20	4.4
18	24.143	DEHP	0.98705	0.98796	56,424	5.9	13.24	4.4

まとめ

Markes 社製の水素対応加熱脱着装置と Agilent GC/MS システムを組み合わせることで、水素キャリアガスをを用いた VOC・SVOC 類 17 成分の分析が可能であることを確認しました。HydroInert イオン源および Extractor イオン源のいずれにおいても高いライブラリー致率と良好な定量性能が得られました。また、良好な直線性が得られ、室内空気試料への適用も可能でした。本結果は、ヘリウム代替キャリアガスとしての水素の有効性を示すものです。

本アプリケーションノートは 2024 年室内環境学会学術大会で発表した内容を含みます。

参考

1. HydroInert イオン源を組み合わせた Agilent イナートプラス GC/MS システムの概要, アジレント・テクノロジー, 技術概要, 資料番号 5994-4889JAJP, 2022

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おりません。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。

DE39442797

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2026
Printed in Japan, August 1, 2026
5994-9378JAJP