

大気中アルデヒド類の捕集管のブランク値の比較

船木大輔・高木智史・小林優太・藤原 誠

1. はじめに

大気汚染防止法第 2 条に定める有害大気汚染物質とは、継続的に摂取される場合には人の健康を損なうおそれがある物質で大気汚染の原因となるものとされており、現在は、2010 年の中央環境審議会の第 9 次答申において、有害大気汚染物質に該当する可能性のある物質として 248 物質、そのうち特に優先的に対策に取り組むべき物質（優先取組物質）として 23 物質が示されている。

島根県では、1997 年 10 月から大気中濃度のモニタリング調査を開始し、現在は上述の優先取組物質のうち 21 物質を対象として測定を行っている。調査物質であるホルムアルデヒド及びアセトアルデヒドの測定は、2,4-ジニトロフェニルヒドラジン含浸シリカゲルを充填した捕集管（以下「捕集管」）を用いる固相捕集—高速液体クロマトグラフ法（以下「HPLC」）で行っている。しかし、操作ブランク試験において、ブランク値が目標定量下限値（表 1）を超えたり、同一ロット間でブランク値にばらつきが生じ、ブランク値から算出した定量下限値が目標定量下限値を満たさないことがある。そのため、試薬や捕集管、分析装置、分析環境等の見直しを行っているところである。本報では、同一ロット間でのブランク値のばらつきや捕集管によるブランク値の比較をするため、市販されている 3 種類の捕集管について操作ブランク試験を行ったので、その結果を報告する。

表 1. 目標定量下限値

物質名	目標定量下限値 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
ホルムアルデヒド	0.08 (暫定値 0.8)
アセトアルデヒド	0.5

2. 材料及び方法

2.1 検体

市販されている 3 種類（捕集管 A、捕集管 B、捕集管 C）の捕集管を用意し、それぞれ同一ロットの捕集管 5 個以上で操作ブランク試験を行い（捕集管 A については 2 つのロットで実施）、操作ブランク値（大気

濃度への換算値）を求めた。また、得られた操作ブランク値から標準偏差（s）を求め、各捕集管の定量下限値（10 s）を算出した¹⁾。

2.2 試薬

アセトニトリルは和光純薬工業製（高速液体クロマトグラフ用 1 L）を用いた。水は日本ミリポア製の“Milli-Q Integral”により精製したものをを用いた。

2.3 抽出

アセトニトリル 5 ml を入れた液体用シリンジ（10 ml）を捕集管に接続し、各捕集管の最適流速（捕集管 A：1～2 ml/min 捕集管 B：3 ml/min 捕集管 C：1 ml/min）でホルムアルデヒド及びアセトアルデヒドのヒドラゾン誘導体を全量フラスコ（5 ml）に溶出させ、アセトニトリルを加えて 5 ml にメスアップし、密栓してよく振り混ぜたものを試験溶液とした。試験溶液はバイアルに取り分け、分析を行うまで遮光し冷凍庫（-20℃）内で保存した。

2.4 分析条件

HPLC による分析条件は以下のとおり。

【分析条件】

カラム：Inert Sustain C18 4.6mm ϕ × 150mm

移動相：アセトニトリル/水 70/30

流速：1.0 ml/min

注入量：20 μ l

カラム温度：40℃

検出器：UV 360nm

3. 比較結果及びまとめ

各捕集管のホルムアルデヒド及びアセトアルデヒドの操作ブランク値、その平均値、標準偏差及び操作ブランク値から求めた検出下限値を表 2、3 に、操作ブランク値から求めた定量下限値を表 4 に示す。なお、今回の分析条件でピークを検出しなかった検体は“不検出”として表記し、不検出であった検体は 0 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ として平均値及び標準偏差を算出した。また、操作ブランク値から求めた検出下限値（3 s）未満の検体には測定値に“*”を付記した。

3.1 ホルムアルデヒド

操作ブランク値は表2に示すとおり、捕集管 A 及び捕集管 C においては全ての検体で不検出、捕集管 B においては全ての検体でピークを検出した。操作ブランク値から求めた定量下限値は、捕集管 A 及び捕集管 C において目標定量下限値（表1）を満たしていた。

3.2 アセトアルデヒド

操作ブランク値は表3に示すとおり、全ての検体でピークを検出した。平均値は捕集管 A が捕集管 B 及び捕集管 C と比べてより低い値であった。操作ブランク値から求めた定量下限値は、いずれの捕集管において

も目標定量下限値（表1）を満たしていた。

ブランク値は捕集剤の充てん量に起因するとされ、今回の調査で用いた捕集剤の充てん量は捕集管 C > 捕集管 B > 捕集管 A の順であった。また、同一ロット間の操作ブランク値の標準偏差の比較から、ブランク値のばらつきは捕集管 A が捕集管 B 及び捕集管 C より小さいことを示していた。

参考文献

- 1) 環境省「有害大気汚染物質測定方法マニュアル」（平成23年3月）

表2. ホルムアルデヒド ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)

捕集管の種類	検体1	検体2	検体3	検体4	検体5	検体6	検体7	平均値	標準偏差	検出下限値
捕集管 A ロット1	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	0	0	0
捕集管 A ロット2	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	—	0	0	0
捕集管 B	0.013*	0.017*	0.084*	0.021*	0.12	0.038*	0.057*	0.05*	0.04	0.12
捕集管 C	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	—	0	0	0

表3. アセトアルデヒド ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)

捕集管の種類	検体1	検体2	検体3	検体4	検体5	検体6	検体7	平均値	標準偏差	検出下限値
捕集管 A ロット1	0.048	0.067	0.039	0.049	0.048	0.043	0.044	0.048	0.0089	0.027
捕集管 A ロット2	0.038	0.038	0.035	0.031	0.03	0.033	—	0.033	0.0028	0.0084
捕集管 B	0.13	0.089*	0.17	0.16	0.11*	0.052*	0.13	0.12	0.04	0.12
捕集管 C	0.27	0.27	0.28	0.31	0.3	0.27	—	0.29	0.016	0.048

表4. 各捕集管の操作ブランク値から求めた定量下限値 (10 s)

捕集管の種類	ホルムアルデヒド ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	アセトアルデヒド ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
捕集管 A ロット1	0	0.089
捕集管 A ロット2	0	0.028
捕集管 B	0.4	0.4
捕集管 C	0	0.16