

アルデヒドパッシブサンプラー（DSD-DNPH）の 迅速な前処理法の試み

山崎 誠

福岡市保健環境研究所環境科学部門

A Trial of Quick Pretreatment Method for Passive Aldehyde Sampler (DSD-DNPH)

Makoto YAMASAKI

Environmental Science Division, Fukuoka City Institute for Hygiene and the Environment

Key Word : アルデヒド Aldehyde, DSD-DNPH, 抽出法 Extracting method

I はじめに

室内空気質調査でアルデヒド類のパッシブサンプリングに使用している、シグマアルドリッジ社製の捕集管 DSD-DNPH からの HPLC 用試料溶液作成は、メーカー指定ではアセトニトリル 1mL/min 程度の流量で溶出し、5mL にメスアップするようになっている。これは検体数が少ない時には簡便な方法である。しかし多数の検体の処理に際しては規定された使用器具が制限要素となっている。本市では平成 15 年度から夏期の短期間に多数の検体が集中することとなった。従来使用していた抽出装置は 8 検体まで処理できるものの、数十検体を連日処理するとメスフラスコの洗浄が追いつかなくなると共に、抽出時間も予想外に長くかかっていた。

そこで、捕集材を別容器に移し、アセトニトリルを定量加えて抽出する方法について検討した。

II 実験方法

1. メーカー指定の方法（指定法）

捕集管を上下逆にして机に数回タッピングし捕集材を溶出部に落下させる。アセトニトリル 1mL/min 程度の流量で 5mL メスフラスコに溶出し、メスアップする。当所では 4 連のペリスタポンプを 2 台使用し、同時に 8 本抽出可能であるが、1 人 1 時間の作業で約 30 検体の処理が限界であった。

2. 今回検討した方法

1) 捕集剤を、DSD-DNPH が入っていたポリエチレン試験管に移し、アセトニトリル 5mL を正確に加えて数

回振とうし溶出する。アセトニトリルの添加はホールピペットでは煩雑になるため、マクロピペットを用いた。マクロピペットでの添加量はメスフラスコにとり、正確に 5mL 分注できることを確認した。

この方法の利点は、抽出用の容器を別に準備する必要がないことである。（A法）

2) 捕集剤を、5mL のガラス製ねじ口瓶に移し、1)と同様に操作して溶出する。この方法の利点は、メスフラスコでなく安価なねじ口バイアルびんを使用することで器具洗浄の手間を省くことができる。（B法）

A法、B法とも 1 人 1 時間の作業で約 60 検体の処理が可能である。

3. 比較実験

指定法と A 法、B 法を比較するため、約 30m² の密閉した部屋に同一ロットの捕集管を各 5 本ずつ直径 30cm の円周上に配置し、24 時間暴露後、交互に抽出方法を換えて処理した。暴露の間引き出し、戸棚は全て開放し家具からのアルデヒドの放散を促した。

実験は 2 回行った。まず Run1 として、指定法と A 法を比較した。次に Run2 として指定法と B 法を比較した。Run2 では 5m 離れた地点に扇風機を置き微風で緩やかに室内空気を攪拌した。

4. 保存実験

A 法では抽出液をポリエチレン試験管に保存することになるため、すぐに分析できない場合や再分析の必要性を考慮し、長期保存性を検討した。ホルムアルデヒド-DNPH の 1ppm アセトアルデヒド溶液をポリエチレン試

験管に入れ、1 時間後、14 日後、21 日後、32 日後に再測定した。

III 結果および考察

1. 抽出法の比較

Run1 と Run2 の結果を図 1 および図 2、表 1 に示す。A 法では指定法より 5 % 低く、ばらつきが大きかったが、B 法では差がなく、ばらつきも小さかった。ばらつきに差が出たのは、Run1 では室内が密閉状態で気流がなかったのに対し、Run2 では空気を攪拌したためと考えられる。このことは、実サンプルでも完全な密閉状態では部屋の中の位置による差が大きくなるものと思われる。

2. 保存実験の結果

保存実験の結果を図 3 に示す。試験管に入れた直後から 0.93mg/L に濃度が低下し、Run1 と同じ結果になった。その後の濃度変化は少なく 0.9mg/L で安定している。このことから、ホルムアルデヒド-DNPH が一定量ポリ試験管壁へ吸着しその後平衡状態になったものと考えられた。

IV 抽出方法のまとめ

以上の結果から、DSD-DNPH の迅速前処理法として B 法を採用することとした。

1. DSD-DNPH を上下逆にして軽くタッピングし、捕集剤を抽出部に落とす。
2. DSD-DNPH のテフロン捕集部を取り外し、5mL のガラス製ねじ口バイアル瓶に捕集剤を移す。
3. アセトニトリル 5mL をマクロピペットで正確に入れる。
4. キャップをして数回転倒混和する。
5. 5 分以上静置しシリカゲルを十分沈殿させ、パスツールピペットで上澄を分析用バイアルに分取する。

抽出方法

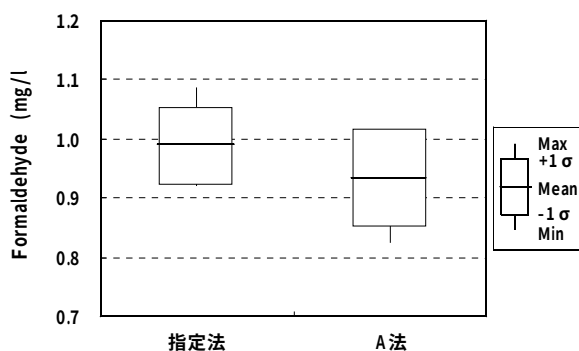


図 1 Run1-指定法とA法による抽出の差

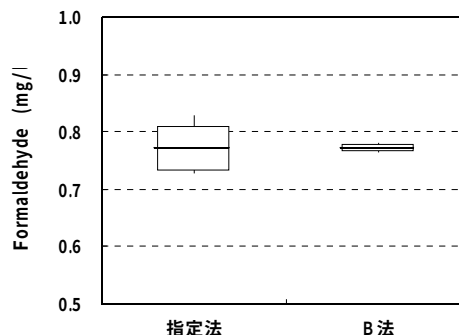


図 2 Run2-指定法とB法による抽出の差

	抽出法の比較			
	Run1		Run2	
	指定法	A法	指定法	B法
1	1.02	0.98	0.73	0.77
2	0.94	0.82	0.83	0.78
3	0.95	0.98	0.78	0.78
4	0.94	0.86	0.76	0.76
5	1.09	1.02	0.75	0.77
平均	0.99	0.93	0.77	0.77
標準偏差	0.067	0.084	0.038	0.008

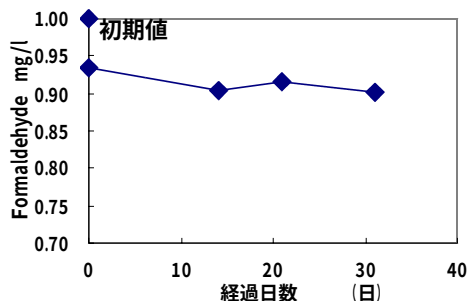


図 3 ホルムアルデヒド標準液の経時変化

