

微量ガス分析法

加熱発生ガス・燃焼ガスおよび大気中の微量有機物の分析

東レリサーチセンター 滋賀
有機分析化学研究部 小沢勝利

1. はじめに

材料から発生する微量ガス分析を行なう時、その分析対象は固体、液体、気体と極めて広範囲である。同定や定量したいガスは有機ガス、イオン成分、無機ガスとさまざまである。これらのガスは、より高感度な分析が望まれ、また、試料量が少なくても感度良く分析したいなど、分析に対する要求はより厳しいものとなってきている。

感度を上げるためには、さまざまな前処理と濃縮方法の組み合わせが必要となる。我々も感度を上げる方法として、サンプリングを工夫する。分析ガス成分を濃縮する。感度の良い検出器や選択検出器を使い分ける。等を検討して実際の分析に適用してきた。

本稿では、当研究部で採用しているそれらの分析方法と分析例の一部を紹介する。

微量ガス分析を行なう場合、サンプリング方法・濃縮技術およびその検出方法は分析の重要なポイントとなる。

サンプリング・濃縮については、ダイナミックヘッドスペース法（以下パーミアンドトラップ法とする）^{1)~5)}とスタティックヘッドスペース法（以下ヘッドスペース法）^{6)~9)}の例を述べる。また、特殊な分析例として、液体に含まれている溶存ガスのサンプリング・測定を紹介する。

検出方法について GC/MS、GC（検出器 FPD,FTD,FID,TCD,AED）イオンクロマトグラフィー、FT-IR 等を用いる。このうち、GC/MS および GC（検出器 FID、FTD、TCD）イオンクロマトグラフィーを用いて行なった例を紹介する。

2. 分析方法

2.1 サンプリング方法

発生ガス・燃焼ガスのサンプリング方法はガスをサンプリングするので、基本的に大気中の成分分析と同様な操作となる。これらの詳細は 3 項の分析例で紹介する。

大気中の成分を調査する場合は、現場で直接大気をサンプリングして分析することになる。

大気中のガス濃度は低い場合が多いので、分析感度を上げるため、濃縮しながらサンプリングを

する。サンプリングには、固体吸着剤捕集法、溶液吸収法、バック捕集法など分析対象に応じた方

法を選択する。有機ガスの場合、サンプリング量は濃度により変える。目安として、有機ガスの場合、濃度が 0.01 ~ 1ppm (V/V) であれば 50 ~ 100L を、1 ~ 10ppm であれば、1 ~ 50L を、10 ~ 100ppm であれば 0.1 ~ 1.0L をサンプリングする。有機ガスの濃度が高い場合は、直接分析が可能である。

図 1 にサンプリングの模式図を示す。大気中の有機ガスを分析する場合、吸着管などの捕集器具を設置し、ポンプを用いて捕集器具に分析したいガスを通気する。分析対象物を濃縮し、各種分析装置にて、成分の同定・定量を行う。

分析対象物により、サンプリング方法は異なってくるので、分析対象物質を決めたら、その目的に合った方法を準備する。

クリーンルーム等では機材をルームに持ち込んでサンプリングする。また、環境測定において、煙突などサンプリング現場が高温であり、捕集器具の設置が困難な場合には、石英管を通じて遠隔操作してガスを採取する。サンプリング機材は運搬・設置を考慮した設計にしておき、様々な現場に対応が可能である。

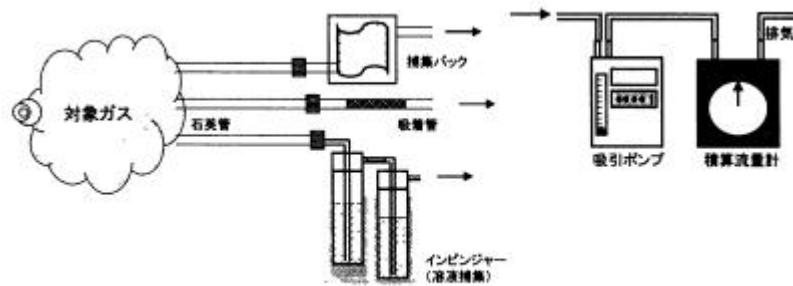


図1 発生ガスのガスサンプリング

2.2 分析方法の概要

測定方法の概要を図2に示す。

分析目的、対象に応じたサンプリング方法と検出方法を選択して組み合わせることは、測定の重要なポイントの一つとなる。(10⁻¹³)

一般的な有機物の定性 GC/MS、定量は GC が最も有効な手法である。窒素化合物は GC-FTD、有機リンや硫黄化合物および有機スズ化合物は GC-FPD、有機ハロゲン化合物は GC-ECD が選択性もあり、かつ感度も高い。また、GC-AED は有機物の GC による元素が得られるので、元素組成の有効な情報となる。GC/MS とこれらの選択検出器を組み合わせることにより、極微量の窒素化合物、および有機リン、硫黄化合物、および有機ハロゲン化合物の同定・定量が可能となる。定量すべき物質が決まっている場合、高感度分析手法の一つに GC/MS-SIM 法があるが、ここでは省略する。

GC 分析のできないハロゲンイオンおよび SO_x、NO_x はイオンクロマトグラフィーを用い、GC カラムを通過しない物質は赤外線吸収スペクトル法を用いることもある。

低沸点有機物

捕集剤は TENAX GC、TENAX GR、TENAX TA あるいは Cabopack シリーズ、Carboxen1000 等を用いる。これらは組み合わせたり、分析対象により使い分ける。また、低分子のハロゲン化炭化水素には活性炭を、比較的沸点の高い物質には、表面処理した石英ウールを用いることもある。

これらは、260 ~ 290 で 10 時間以上エージングしてバックグラウンドがないことを確かめてから使用する。サンプリングした試料は熱脱着した後、通常 -20 ~ -100 に冷却して再濃縮(クライオフオーカス)し、再度加熱して分析する。アミン類はイオンクロマトグラフィー法を用いるか、又は珪酸をコーティングしたガラスビーズに吸収させ、アルカリ溶液を加えて脱着して分析する。

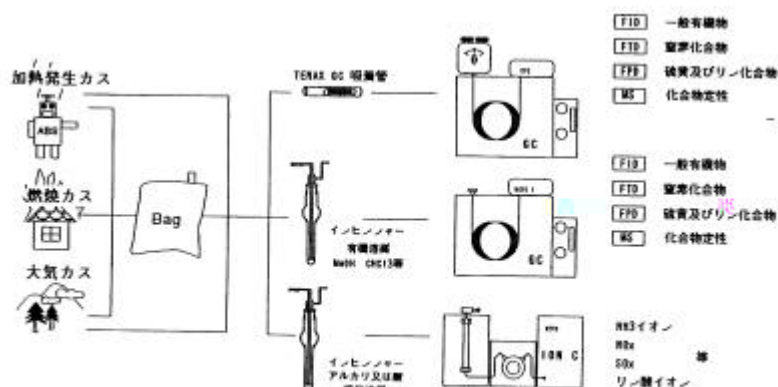


図2 分析方法の概要

高沸点有機物

高沸点有機ミストや高級脂肪酸などの高沸点有機物には冷却した有機溶媒例えばクロロホルム/メタノール混合液)でトラップする。または、活性炭に吸着させ、溶媒脱離した後、分析する。脂肪酸やアルコールおよびアミン類は、必要により誘導体にした後、分析する。

イオン性無機化合物

ハロゲン (Cl^- 、 Br^- 、 F^-) や SO_x 、 NO_x 、等のイオン性化合物は溶液に吸収させた後、イオンクロマトグラフィーで測定する。

3. 分析例

ここでは微量ガスを分析する時のサンプリング方法の特徴と、具体的な分析例を加熱発生ガス、燃焼ガス、および大気中の微量有機ガスについて述べる。また、応用例として、溶液中の溶存酸素分析およびシリコンウェーハの表面汚染物質を解析した例を紹介する。

3.1 加熱発生ガス

3.1.1 サンプリング方法の特徴

すでに述べてきたように、パーミアントラップ法、ヘッドスペース法、熱分解装置を用いる方法などを使い分ける。

パーミアントラップ法は感度が高いことと広範囲の成分に対して、対応出来ることから、最も多く用いている濃縮方法である。

ヘッドスペース法は常温で気体の化合物や沸点の低い物質には有効な方法である。しかし、濃縮が難しく、沸点の高い物質には感度が低くなる。感度を上げる方法として、ヘッドスペース法で処理して、気相部を濃縮する方法を用いることもある。

熱分解装置を用いると温度の設定が高温まで、容易に設定できるので、高温での発生ガスの分析には優れているが、試料量を多くすることは困難である。

分析条件を設定する上で、留意すべき点としては、温度、雰囲気、空気中または不活性ガス中および湿度、試料の形態などが挙げられる。この中で、加熱温度、雰囲気は任意に設定できる。

加熱温度が高くなると有機酸や高沸点物質が発生する。これらの成分を感度良く測定するには誘導体化して揮発性の高い化合物にしたり、測定条件に工夫を加えたりすることが大切である。

雰囲気は発生ガスの種類や発生量に大きく影響する。空気中での加熱は不活性ガス中での加熱と比べると、酸素の影響を受け、ケトン、アルデヒド、酸などの酸化物やイオン性物質などの発生量が多くなる。

試料の形態も定量値に大きく影響する。樹脂の場合、表面積の大きいペレットは成形品に対して、ガス発生量は多くなる。従って、両者を比較して評価する場合、粒状・形状が同じになるように粉碎し、同じ条件で分析する必要がある。

分析方法の原理と特徴および当研究部での使用装置をまとめ、表 1 に示す。

表1 発生ガスのサンプリング 分析方法とその特徴

項目	サンプリング方法		
	パーナントラップ法	ヘトスヘース法	熱分解装置を用いた方法
原理	キャリアガスを流しながら加熱し、発生ガスを一旦トラップした後、分析	密封容器に入れて加熱し、試料と気相間を平衡状態にした後、気相部を分析	熱分解装置を用いて分析
特徴	1) 試料量を多くできる 2) 高感度 3) 広範囲の成分分析が可能 4) トラップした後、誘導体化でき、極性物質の分析が可能	1) 低沸点成分の感度が良い 2) 操作が比較的簡単 3) 特別な装置を必要とせずに分析できる	1) 熱分解装置を用いて分析 2) 試料の量が制限される 3) 高温まで加熱できる
加熱温度	室温～950℃	室温～250℃	室温～950℃
分析試料量	数mg～数100g	数mg～数10g	～数mg
当研究部での使用装置	1) 日本分析工業キューリーザイントヘトスヘースサンプラーJHS100A 2) クロムパックPTI/TCT CP4010 3) サーマルチューブディノナーモデル890 4) ケステルTDS 5) 三菱化成炉装置CP02 6) 自作装置 7) 日本分析工業液体サンプラーAQ200T	1) アーレント 7695 ヘトスヘースサンプラー 2) 自作装置	1) 日本分析工業キューリーザイントバイロライザーJHS-3S 2) ODSバイロプローブ2000 3) フロンティアラザダブルノットバイロライザーPY2010D 4) フロンティアラザダブルノットバイロライザーPY2020D

3.1.2 加熱発生ガスの分析例

(1) 樹脂溶融時の発生ガス

樹脂の成形を想定して、溶融時に生成するガス状物質の評価方法と分析例を紹介する。

樹脂をリサイクルする場合、溶融成形工程を経て再使用される。成形時にポリマーは融点以上で加熱され、この時に、ポリマーの分解物、残留溶媒、モノマー、イオン性物質（水に溶解してイオンとなるもの）、酸化物など多種多様なガスが発生する。これらのガス状物質を感度良く検出して定量することは、成形工程の解析、環境負荷物質の有無など確認するために重要であり、安全上も欠かせない情報となる。¹³⁾

図3の装置を用いて、市販されている樹脂を融点以上で溶融させ、このときに生成するガスを分析した。

分析にはGC/MS、イオンクロマトグラフィを用いた。有機ガスの定量値はトルエン換算で求め、イオン性物質はそれぞれの物質の検量線を作成して定量値を求めた。なお、装置は石英製で自作したものである。

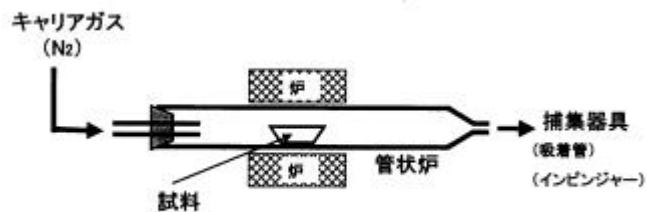


図3 溶融時の発生ガスサンプリ

(A) ナイロン 6

図 4 に発生ガスのクロマトグラムを示す。

原料であるカプロラクタムが主な成分である。その他、分解生成物と考えられる C4 ~ C5 炭化水素、酢酸、ピリジンが微量検出されている。

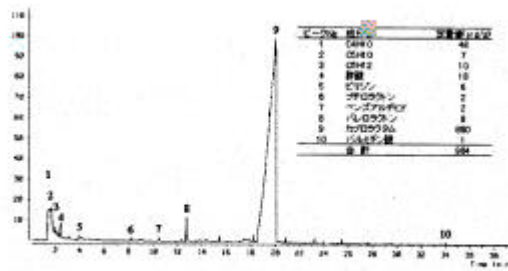


図4 ナイロン6溶融時発生ガス

加熱条件120°C,10min

(B) ナイロン 66

図 5 に発生ガスのクロマトグラムを示す。

添加剤（難燃剤と推定される芳香族臭素化合物が多く検出されている。

その他、分解生成物と考えられる C4 ~ C6 炭化水素、酢酸、添加剤由来と推定される、脂肪酸、BHT 類似化合物、さらに、原料のアジピン酸とヘキサメチレンジアミンの縮合物 (AA・HD) が認められる。

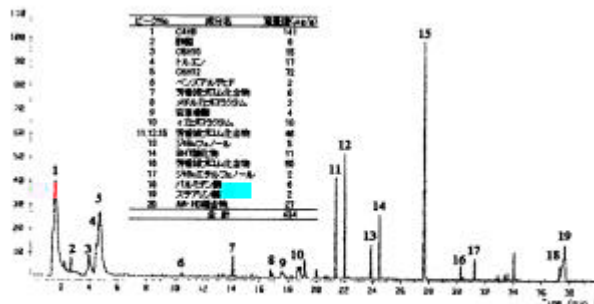


図5 ナイロン66溶融時発生ガス

加熱条件200°C,10min

(C) ポリプロピレン (PP)

図 6 に発生ガスのクロマトグラムを示す。

PP のオリゴマー成分である C9、C12、C15 の炭化水素が発生ガスの主な成分である。他に、トルエンが検出されているが、これは残量溶媒である。BHT 類似化合物は添加剤と推定される。

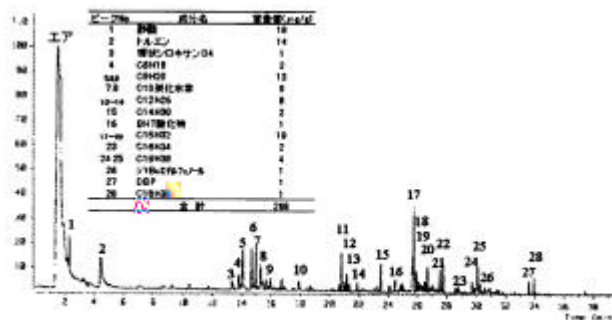


図6 PP溶融時発生ガス

加熱条件180°C,10min

(D) アクリロニトリルブタジエンスチレン (ABS)

図 7 に発生ガスのクロマトグラムを示す。

スチレン、アクリロニトリル、ピニルシクロヘキセン (ブタジエン 2 量体) など原料のモノマーまたは分解物が主な成分である。

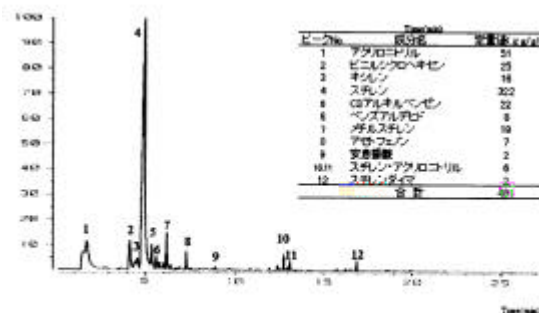


図7 ABS溶融時発生ガス

加熱条件200°C,10min

(E) ポリスチレン (PS)

図 8 に発生ガスのクロマトグラムを示す。

スチレンモノマー、ダイマ、およびトリマーが大部分を占めている。PS 樹脂は熱分解してモノマーになり易いことが知られているが、溶融時の発生ガスも同様の傾向である。

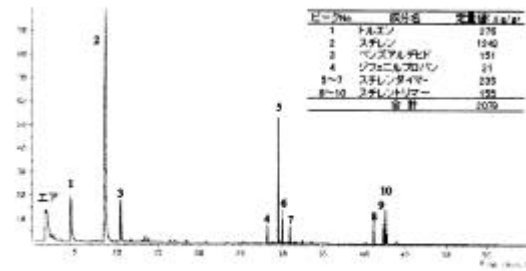


図8 PS溶融時発生ガス
加熱条件290°C,10min

(F) エチレン系ゴム

図 9 に発生ガスのクロマトグラムを示す。

主鎖が分解して、C4~C19 鎖状炭化水素が発生ガスとして多量に検出されている。

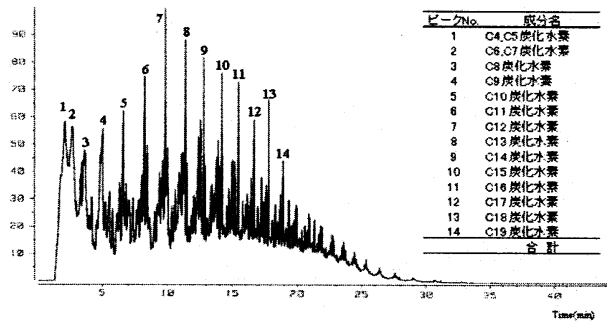


図9 エチレンゴム溶融時発生ガス
加熱条件290°C,10min

(G) PBT

図 10 に発生ガスのクロマトグラムを示す。

テトラヒドロフラン (THF) および C4H8 が主な成分である。添加剤の分解物 (BHT 酸化物、酢酸なども微量検出されている

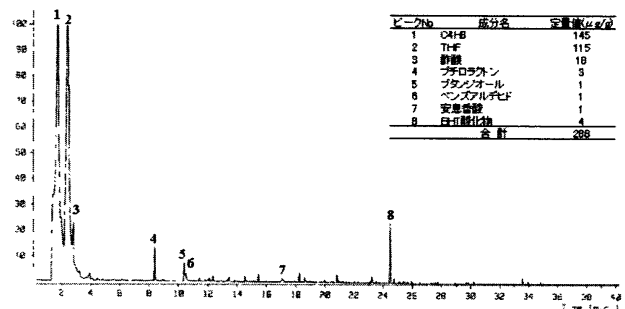


図10 PBT溶融時発生ガス
加熱条件290°C,10min

(H) イオン性物質

各樹脂から発生したイオン性物質を測定した結果を表 2 に示す。

表 2 溶融時に発生するアンモニア、塩素、臭素分析結果

ND:0.3未満

	分析値 (単位: μg/g)		
	NH ₃	Cl	Br
ナイロン6	5.1	ND	ND
ナイロン66	41	ND	0.3
PBT	ND	ND	ND
PP	0.3	ND	ND
PS	0.9	ND	ND
ABS	0.8	ND	ND
エチレン系ゴム	ND	ND	ND

イオンクロマトグラフ法による陰イオン標準溶液のクロマトグラムを例として図 11 に示す。保持時間から成分名が、ピークの面積から液中のイオン濃度（発生量）が分かる。ナイロン樹脂からはアミド結合が分解して、生成したアンモニアが多く検出されている。PPS、PP、PS、ABS樹脂からアンモニアが微量検出されているが、生成由来は明らかではない。

ナイロン 66 では臭素（Br）が検出されているが、これは、ポリマー中の臭素系難燃剤の分解によるものと考えられる。

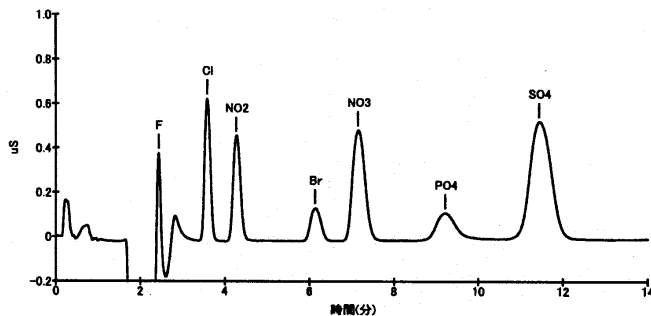


図 11 陰イオン標準溶液のクロマトグラム

装置: Dionex DX-500
 カラム: IonPac AG12A/AS12A
 溶離液: 2.7mM-Na2CO3/0.3mM-NaHCO3
 カラム温度: 35°C
 検出器: 電気伝導度
 サプレッサー: AMMS-II
 注入量: 25 μL (ループ法)
 F⁻ 5, Cl⁻ 10, NO₂⁻ 15, Br⁻ 10, NO₃⁻ 30,
 PO₄³⁻ 30, SO₄²⁻ 1 μg/mL

(2) 電子部品用樹脂

プロピレン(PP)製とポリエステル(PBT)製のウェハーケース用樹脂を 80 で加熱した。この発生ガスの GC/MS トータルイオンクロマトグラムを図 12 に示す。ガスのサンプリング方法はヘッドスペース法とパージアンドトラップ法の両者で行い比較した。加熱方法の違いにより高沸点の検出感度が異なることが分かる。発生ガスの総量は PP が 5.6ppm PBT が 1.5ppm であった。

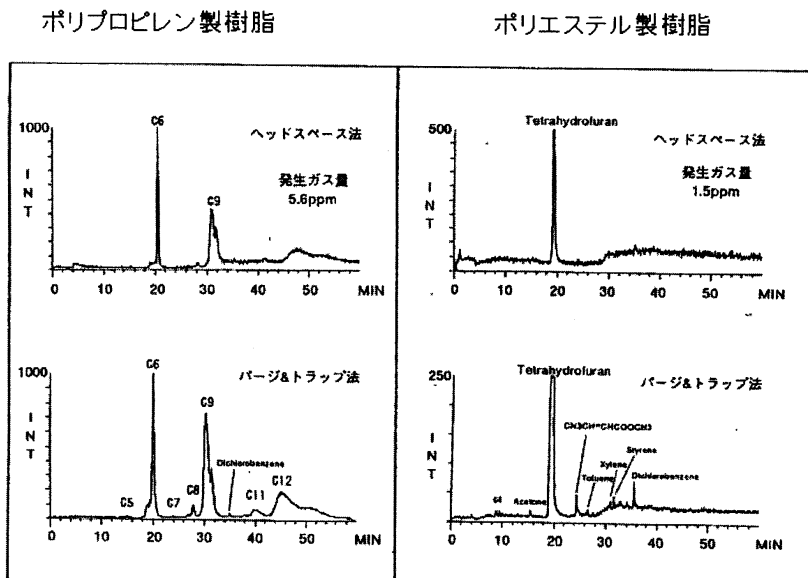


図12 ヘッドスペース法とパージアンドトラップ法の比較

加熱発生ガス GC/MSトータルイオンクロマトグラム
 加熱条件: 80°C、2時間 濃縮装置: キューリーポイントヘッドスペースサンブラー-JHS100

3 アルコール飲料の揮発性分

蒸留酒系アルコール飲料 炭酸入り の揮発成分を液体サンプラー(AQ-200T)を用いてパーミアンドトラップ法により濃縮した後、

図 13 に直接液を分析した場合と比較し、GC/MS トータルイオンクロマトグラムを示した。

パーミアンドトラップ法は揮発成分が濃縮され、感度は格段によくなっている。GC/MS 分析により定性した。

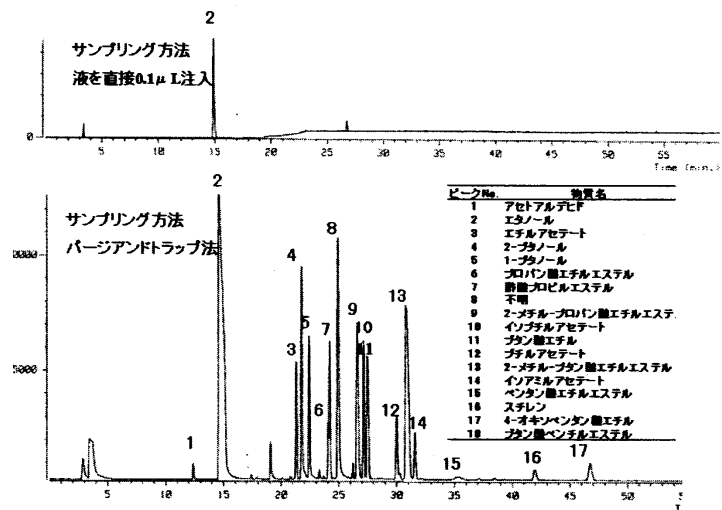


図 13 蒸留酒系飲料の揮発成分 直接分析とパーミアンドトラップ法の比較

パーミアンドトラップ法の条件

サンプル量:1.0mL、パーミアン温度:80℃、30分、パーミアンガス:N₂(50mL/min)、
捕集剤:TENAX GR

3.2 燃焼ガス

3.2.1 燃焼装置と燃焼方法

樹脂の燃焼ガスを分析する場合、JISK7217 にプラスチックの燃焼装置が規定されており、試料量、支燃空気量は定められている。通常、固体の試料はこの条件で燃焼させてガスをサンプリングして分析する。

燃焼ガスのサンプリング方法には ガス捕集用袋法、水溶性ガス捕集法、フィルター捕集法、がある。濃度の高い CO、CO₂ などは直接分析できるが、微量の有害物質を含む有機物は濃縮した後、分析する。当研究部での燃焼装置を表 2 に、測定可能な物質と分析方法を表 3 に示す。

表2 燃焼装置

装置	プラスチック燃焼装置 JIS K7217	燃焼装置(1) M社製	燃焼装置(2) 自家製
燃焼温度	~750℃	~1000℃	~1000℃
試料量	100mg	1~500mg	1~500mg
雰囲気	支燃ガス可変	支燃ガス可変	支燃ガス可変
対象物	固体、液体	気体、固体、液体	気体、固体、液体

表3 測定可能な物質と分析方法

測定可能な物質	分析方法
HCN NH ₃ アミン系化合物	GC-AED GC-FTD
CO CO ₂ NO NO ₂ N ₂ O ₂ ハロゲン系化合物	GC-メタナイザー GC-TCD IR
H ₂ S PH ₃ 硫黄系化合物	GC-FPD GC-AED
Cl ⁻ F ⁻ Br ⁻ SO _x NO _x PO ₄ ⁻	イオンクロマトグラム
アルデヒド類 低級脂肪酸 一般有機物	GC/MS GC-FID

3.2.2 燃焼ガスの分析例

ここでは、難燃化したポリエステル樹脂の燃焼ガスの分析例と気体（排ガス）を燃焼させて、燃焼生成物を分析した例を紹介する。

(1) 難燃性と非難燃性ポリエステル樹脂

市販されている難燃性および非難燃性のポリエステル樹脂を比較・分析した。両者を比較すると非難燃性はCO₂、C1~C5成分やベンゼン多環芳香族の生成量が多く、分解・燃焼が進みやすいことが分かる。

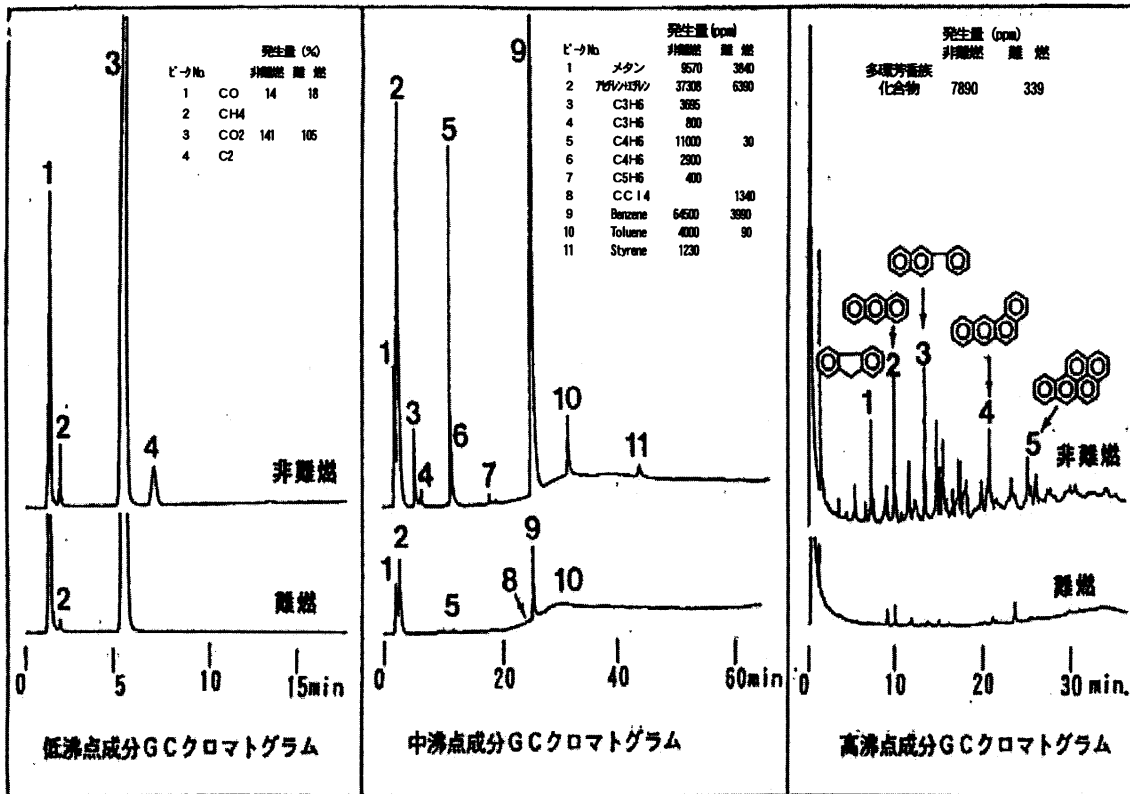


図14 難燃性と非難燃性のポリエステル樹脂燃焼ガスの比較

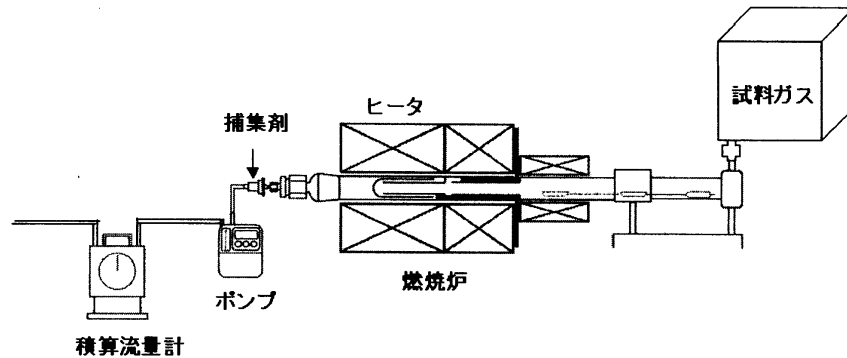
低沸点成分測定条件: 装置島津GC-7A カラム PoraPack 2 1m×3.2mmid カラム温度50℃ 検出器メタナイザー-FID

中沸点成分測定条件: 装置島津GC-14A カラム GS-Q 30m×0.53mmid カラム温度70-210℃ (6℃/min) 検出器ID

高沸点成分測定条件: 装置島津GC-14A カラム NB-1 15m×0.53mmid カラム温度70-270℃ (5℃/min) 検出器ID

(2) プロセス排ガスの燃焼

プロセスの排ガスを燃焼させて燃焼後の生成物を測定した。装置は次に示す、M社製燃焼装置を用い、加熱温度は 600、700、800 で、燃焼炉での滞留時間は 2 秒間とした。



燃焼後の排ガスの分析結果を図 15 に示す。

排ガスの臭気成分として知られているアセトアルデヒド、アクロレインおよび VOC 成分であるベンゼン、トルエン、スチレン、メチルスチレンなどの量は加熱温度により変化していることが分かる。元の排ガス中の有機成分を 100%とした場合、600 では 42%に減少しており、同様に 700 では 2.1%、800 では僅か 0.2%まで減少した。

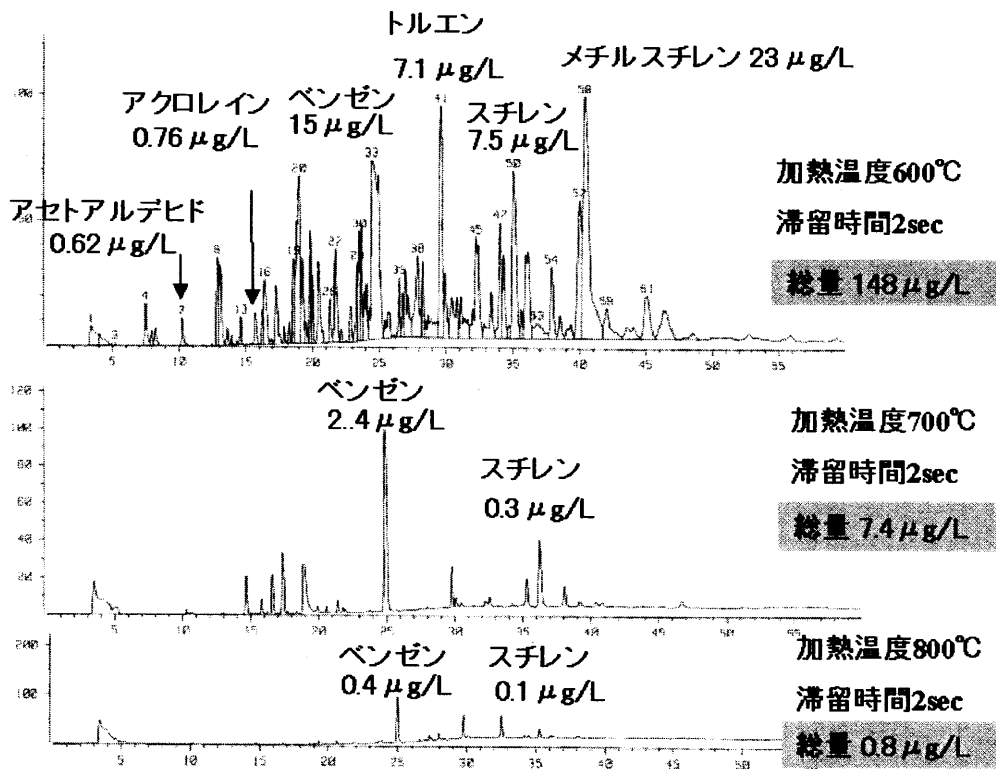


図 15 プロセス排ガスの加熱温度 600、700、800 における生成ガスの温度プロフィール
 捕集剤：TENAX GR、濃縮装置：JHS100A、測定装置：GC/MS、GC カラム：PoraProtQ25m×0.32mid

3.3 エア中の微量有機物

(1) フィルター通過後のエア中の有機物

ケミカルフィルターを装着したクリーンブースのエアを分析した。フィルター前(外気)とフィルター通過後のエア中の有機物を測定した。

エアは約 50L 濃縮サンプリングした。
フィルター前後の分析結果を図 16 に示す。
有機物の除去効果が明らかである。

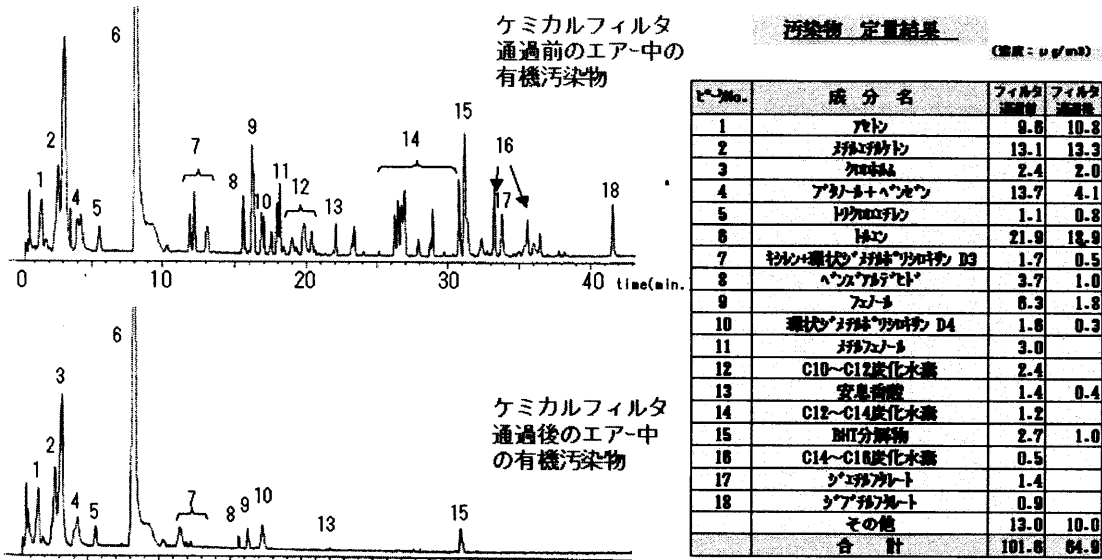
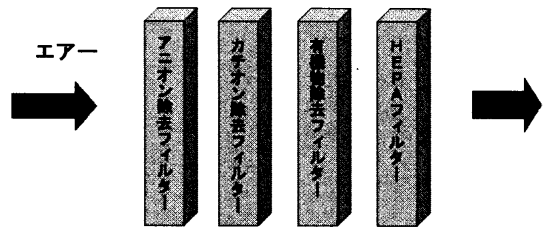


図 16 ケミカルフィルター通過前後のエア中の有機物
捕集剤: TENAX GR、濃縮装置: JHS100A、測定装置: GC/MS、GC カラム: DB-5MS 30m×0.53mmid

(2) 乗用車(新車)車内の臭気分析

乗用車(新車)の車内のエア 1L を濃縮して分析した。
測定は低沸成分用、高沸成分用、窒素化合物用の 3 条件で行なった。

低沸点成分の GC/MS 分析の結果を図 17 に示す。

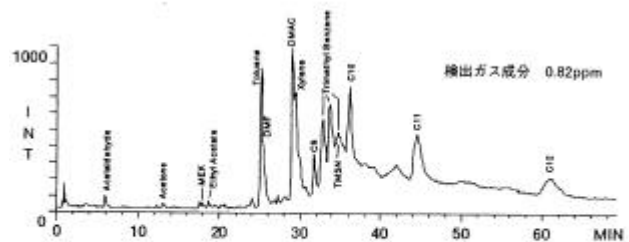


図 17 乗用車(新車)の車内の微量有機物(低沸点成分)
GC/MS トータルイオンクロマトグラム
GC カラム: GS-Q 30m×0.53mmid
濃縮装置: JHS100

高沸点成分の GC/MS 分析の結果を 図 18 に示す。

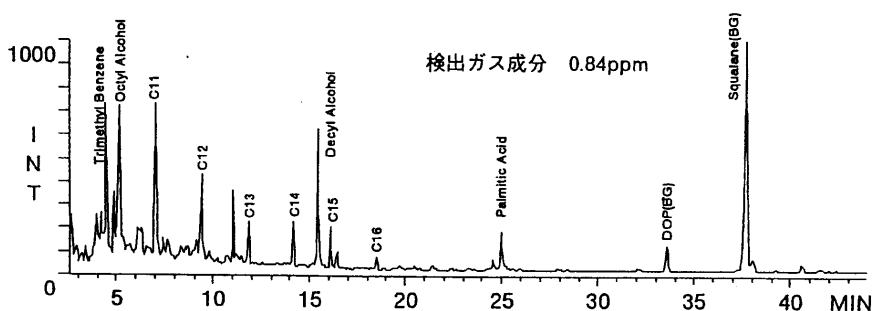


図 18 乗用車(新車)の車内の微量有機物(高沸点成分)
GC/MS トータルイオンクロマトグラム
GC カラム:NB-1 15m×0.53mmid

窒素化合物を GC 検出器(FID)で選択的に検出した。

GC クロマトグラムを 図 19 に示す。

臭気成分であるアセトアルデヒド、トルエン、キシレン、トリメチルベンゼン、オクチルアルコール、ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミドが検出されている。

新車の臭気はこれらの物質が複雑に混合したものである。

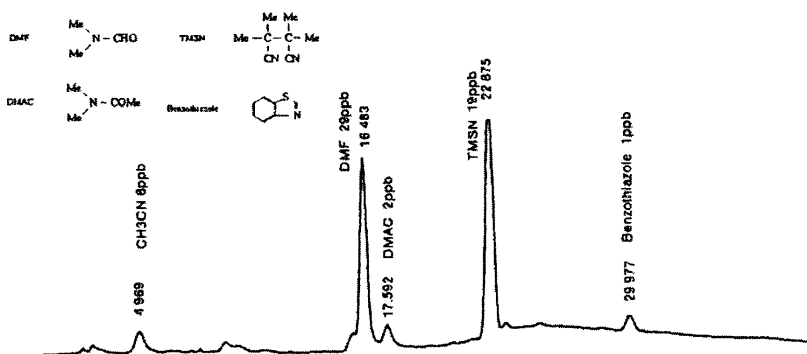


図 19 乗用車(新車)の車内の微量有機物(窒素化合物)
GC クロマトグラム
検出器 FTD GC カラム:NB-1 15m×0.53mmid

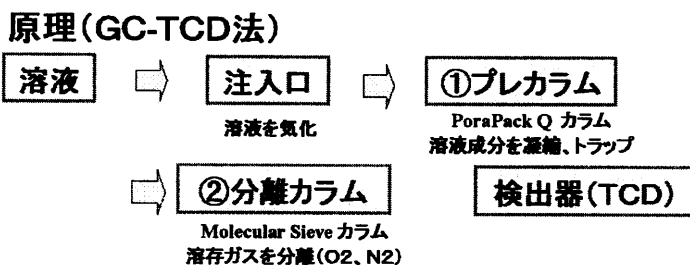
3.4 液体の溶存ガス測定

特殊な分析として、溶存ガスの測定例を示す。

溶存ガスを測定する場合、定量結果の検証が難しい場合が多い。これは、標準サンプルの調製が困難なため、データの確かさを試料から確認することが難しいためである。このため、我々は、次の 2 点を事前に確かめた後、実際の試料を分析している。

分析試料量を増やし直線性を確かめる。標準となる純水を分析して、理論値と比較する。

測定方法の概要を次に示した。



具体的な分析例を図 16A,B に、直線性を確認した結果を図 17 に示した。

また、この方法で測定した結果と純水溶存ガスの理論値との比較を表 4 に示した。

理論値¹⁴⁾に対して、ややばらつきは認められるものの、分析結果は理論値に近い値を示した。

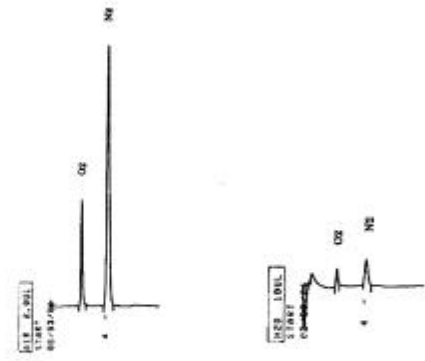


図 16-A エア GCクロマトグラム

図 16-B インク中の溶存酸素、窒素 GCクロマトグラム

測定回数	注入量 (μL)	酸素ピークの面積 (mg/L)
1	0.01	4019
2	0.02	8498
3	0.05	20464

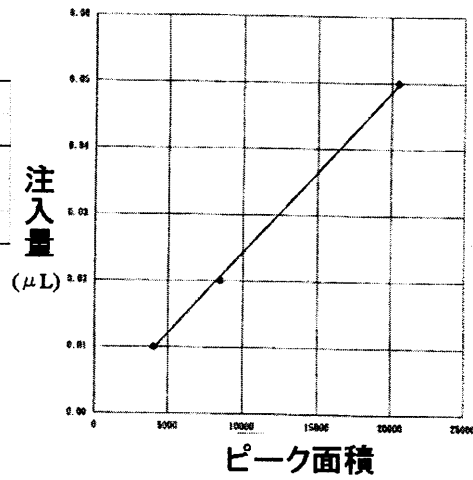


図 17 溶存酸素ピークの直線性の確認

表 4 純水中の溶存酸素の測定結果と理論値

測定回数	注入量 (μL)	溶存酸素量 (mg/L)	文献による理論値 20℃、1気圧(ppm)
1	0.01	7.8	9
2	0.01	7.3	
3	0.01	9.1	
平均	0.01	8.1	

3.5 樹脂の発生ガスとウエハ吸着量

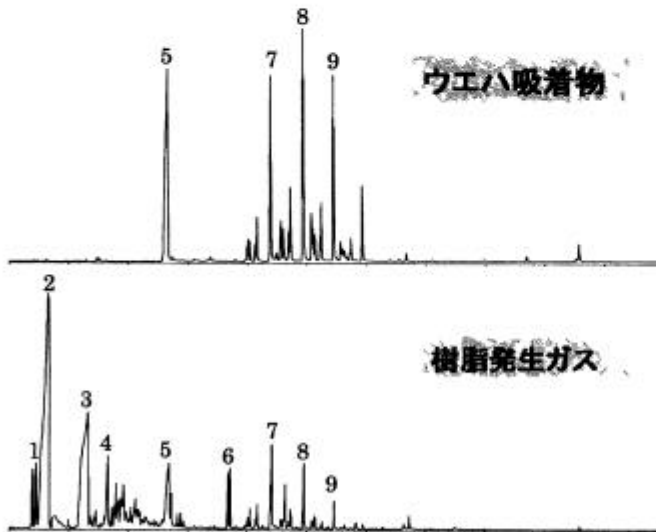
クリーンルーム内で使用される部材・部品からの発生ガスを想定して、樹脂とウエハを密封容器(チャンバー)に入れる。この中で樹脂からの発生ガスをウエハに吸着させ、吸着した有機物を測定した。別に、樹脂からの発生ガスはヘッドスペース法(HS法)により測定した。

この方法を用いると樹脂からの発生ガスのうち、ウエハに吸着しやすい有機物が選択的かつ高感度で分析することができる。

方法の概要を次に示す。



表5 ウエハ吸着物と発生ガスの定量結果



PNo	成分	基準法	
		ウエハ付着量 pg/cm ²	HS法 ガス発生量 μg/m ³ 検出
1	芳香族炭化水素	<10	65 29
2	環状炭化水素	<10	830 370
3	フェノール	<10	500 220
4	C8アルコール	<10	70 31
5	含酸素化合物	5000	130 58
6	脂肪炭化水素	<10	410 180
7	高級アルコール-1	3200	55 24
8	高級アルコール-2	4100	25 11
9	高級アルコール-3	2900	13 6
10	リン系添加剤	81	<2 <1
11	DOP	310	2 1
トータル有機物量		27000	1800 820

図18 樹脂発生ガスとウエハ吸着物のGC/MS トータルイオンクロマトグラム

4. まとめ

微量ガス分析に関して、当研究部で採用している方法と最近の分析例について概要を紹介した。加熱発生ガス、燃焼ガスおよび大気中の微量有機物の分析方法については、対象が多岐にわたり、スタンダードといえるものは多くはない。標準化に関しては、シックハウスに関連して、大気中の特定 VOC の標準化が厚生労働省で進められており、対象物によっては、測定方法もほぼ確立されてきている。しかし、分析すべき物質の種類が多く、目的物質が絞り込めない場合には測定方法を簡略化するのは難しい場合が多い。

一方、微量分析の要求が強まり、対象物質の検出感度を上げることが重要になってきた。このためには装置の感度を上扶選択検出器を使うことも重要であるが、同時に分析時のバックグラウンドを少なくすることが必要となってくる。ところが、濃縮に用いる捕集管や捕集バックのバックグラウンドや分析装置の GC や GC/MS の排出ガスが汚染源になり、バックグラウンドになることがある。従って、よりクリーンな環境での処理や測定が必要となってきている。このような実験器具、装置由来の汚染をいかに減らしていくかが、今後のテーマのひとつと考えられる。

参考文献

- 1) A.P.Altshuller, I.R. Cohen., *Anal. Chem.*, **32**, 802 (1960)
- 2) P.P.K.Kuo., E. Skchian., J.Hkim., *Anal. chem.*, **49**, 1023 (1977)
- 3) 加藤龍夫, 荒木俊, *分析化学*, **12**, 1027 (1963)
- 4) W.Bertsch., R.C.Chang., A.Zlatkis., *J.Chromatogr., Sci.*, **12**, 175 (1974)
- 5) 加藤ら, "悪臭の機器測定" 講談社 (1984)
- 6) B.Kolb., *J.Chromatography* **122**, 553 (1976)
- 7) B.Kolb., P.Pospisil., *Chromatographia* **10**, 705 (1977)
- 8) B.Kolb., P.Pospisil., M.Auer., *J.Chromatography* **204** 372 (1981)
- 9) R.J.Steichen., *Anal. Chemistry*, **48**, (9) 1398 (1976)
- 10) 小沢勝利 : *The TRC News*, **37**, (1991 Vol 10-4)
- 11) 長沢佳克 : *The TRC News*, **49** (1994 Vol 13-4)
- 12) 小沢勝利 : *The TRC News*, **54**, (1996 Vol15-1)
- 12) 田辺健二 : *The TRC News*, **67**, 13 (1999)
- 13) 東レリサーチセンター : *プラスチックリサイクル技術の最前線* (2002)
- 14) 共立出版'化学大辞典' P458 (1964)