

作成：2020年10月6日

Rev.1：2020年12月4日

高濃度水素ゼリーの水素分子の定量方法

(ヘッドスペースGC-TCD法)

標準作業手順書

株式会社新菱

ヘルスケア事業推進室

1、標準ガス調製およびガスクロマトグラフ（以下、GCと略す）注入手順

表.1に記載の割合にて、以下の手順に沿って水素ガス及び窒素ガスをテドラーバック内で混合し、各濃度の標準ガスを調製し、GC-TCD測定を繰り返す。得られた面積と濃度の関係より検量線を作成する。

- 1) アスピレーターでテドラーバックの中の空気を抜く。
- 2) ガラス注射器で窒素ガスを200mL採取し、テドラーバッグに注入する。
- 3) 水素ガスを1mL採取し、手順2) のテドラーバックに水素ガスを添加し混合する。
これを標準ガス0.50 [v/v%] とする。
- 4) 標準ガス0.50 [v/v%] を1mL採取後、GC-TCDに注入し測定する。
- 5) 以降、手順3) の水素ガスを2mL、4mLで繰り返す。それぞれ標準ガス0.99 [v/v%]、標準ガス1.96 [v/v%] を調製する。（表. 1 参照）
GC-TCD測定を繰り返し、得られた面積と濃度の関係より検量線を作成する。

※ 水素標準ガス：理研計器（株） 水素ガス99.999%

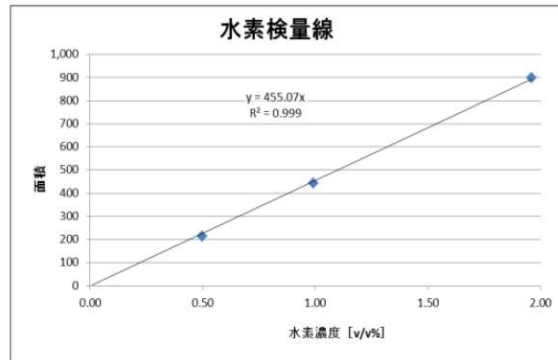
RT 1.27付近に検出するピークは水素分子

RT 2.07付近に検出するピークは酸素分子

表.1

窒素ガス採取量 [ml]	水素ガス採取量 [ml]	標準ガス濃度 [v/v%]
200	1	0.50
200	2	0.99
200	4	1.96

検量線(例)



2、試料調製およびGC注入手順

高濃度水素ゼリー（以下、試験品と称する）について、以下の手順に従って試料を調製し、GC-TCDに注入する。得られたピーク面積と標準ガス分析で得られた検量線から水素濃度 [ppm(w/w)] を測定し、水素分子の質量 [mg] に変換する。

- 1) 100mLヘッドスペースバイアルとセプタムとフタを事前に精秤しておく。
- 2) 100mLヘッドスペースバイアル瓶に試験品および水を投入し速やかに密栓し化学天秤にて精秤する。
- 3) 70°Cに設定したウォーターバスに浸漬して加熱し、水素ガスを気液分離させる（基材が完全に溶解し、水素気泡が基材中に含有されていない事を目視で確認する）。
- 4) 1mLガスタイトシリンジにてセプタムより針を突刺し、その状態のまま2回ポンピング後、気相部のガスを1mL採取する。
- 5) GC-TCDに試料ガス1mL全量を注入し測定する。得られたピーク面積と標準ガス分析で得られた検量線から①式より、水素分子濃度 [ppm(w/w)] を計算する。
- 6) ②式より水素分子の質量 [mg] に変換する。

$$Ca = \frac{s}{a} [v/v\%] \quad Cb = \frac{Ca \times V}{W} [v/w\%]$$

$$Cb \times \frac{2}{24.8 \times 1,000} \times 10,000 [ppm(w/w)] \quad \dots \textcircled{1}$$

$$Cb \times W \times \frac{1,000}{1,000,000} [mg] \quad \dots \textcircled{2}$$

検量線： $y = ax$

a ：検量線の傾き

ピーク面積： s

C_a : バイアル瓶中の水素分子濃度 [$v/v\%$]

C_b : ゼリー重量あたりの水素分子濃度 [$ppm(w/w)$]

W : ゼリー重量 [g]

V : バイアル内気相部の体積 [ml]

※ 水素の分子量は2とする。

※ 1 mol の理想気体の体積は24.8 Lとする。

引用文献：バーロー物理化学（上）第5版1990年4月2日発行p12

3、GC-TCD測定条件

装置：ガスクロマトグラフG-3900 日立製作所製

カラム：PorapakQ ジーエルサイエンス製

キャリアガス：窒素、1 0 0 k Pa

カラムオープン：4 0 °C

注入口温度：7 0 °C

検出器温度：2 5 0 °C

電流値：5 0 mA