

土壤中の揮発性有機化合物の 簡易・迅速分析法

標準作業手順書

技術名：ポータブルガスクロマトグラフ

使用可能な分析項目：第一種有害物質 3 項目

- ・ 1,1-ジクロロエチレン
- ・ シス-1,2-ジクロロエチレン
- ・ 1,1,1-トリクロロエタン

実証試験者：日本電子株式会社

本手順書は実証試験者が作成したものである。
なお、使用可能な技術及び分析項目等の記載部分を抜粋して掲載した。

[目 次]

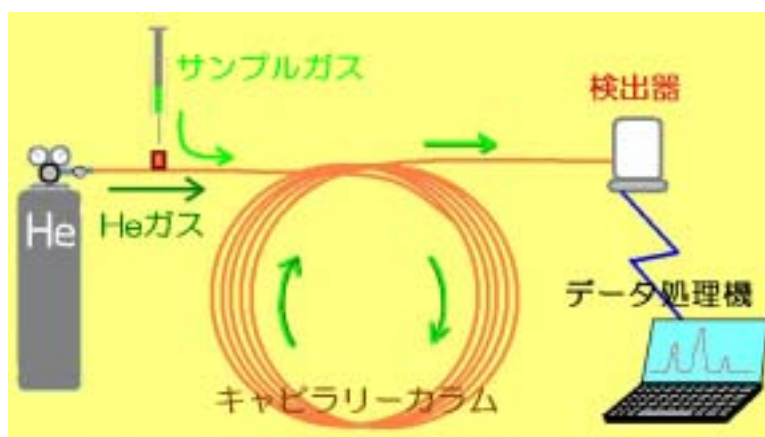
1. ポータブルガスクロについて
2. ポータブルガスクロを使用するにあたっての注意事項
3. 分析のフローチャート
4. 使用器具、試薬及び装置
5. ポータブルガスクロの使用環境
6. ポータブルガスクロの準備
7. ポータブルガスクロ用の標準試料作製
8. ポータブルガスクロの校正(キャリブレーション)
9. 土壌試料の採取、及び前処理
10. 分析方法
11. 分析結果の見方
12. メンテナンス

1. ポータブルガスクロについて

ガスクロとは

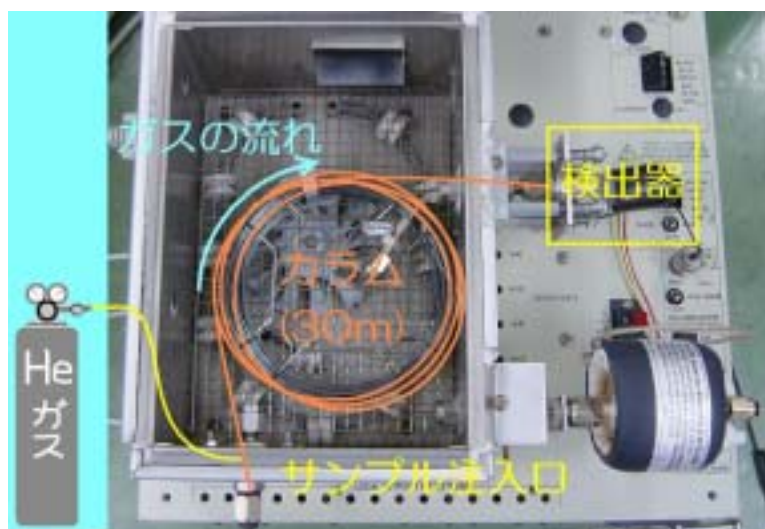
ガスクロとはガスクロマトグラフの略で、ガス中に含まれる成分を個々に分離し、定性/定量を行う装置です。汚染現場に持ち運びできるガスクロをポータブルガスクロと称しています。

ガスクロの原理



キャピラリーカラムという毛細管（内径 0.53mm × 長さ 30m）内に高純度ヘリウムガス（キャリアーガス）を常に流しておき、カラムの入り口から分析をするサンプルガスを注入します。サンプルガスはキャリアーガスに押されるようにしてカラム内を流れ、カラム内のコーティング剤（液相）にサンプルガス内の各成分が吸脱着を繰り返す、成分毎に分離します。その後、それぞれの成分を検出器によって検出し、データ処理機（ノートPC）により解析し、各成分の定性、及び定量を行います。本成分の検出には、PIDとDELCDの検出器をシリーズ接続させて測定します。

実写版フロー図



写真は実際のGC - 310型ポータブルガスクロ上部から撮影し、フロー図に当てはめたものです。

2. ポータブルガスクロを使用するにあたっての注意事項

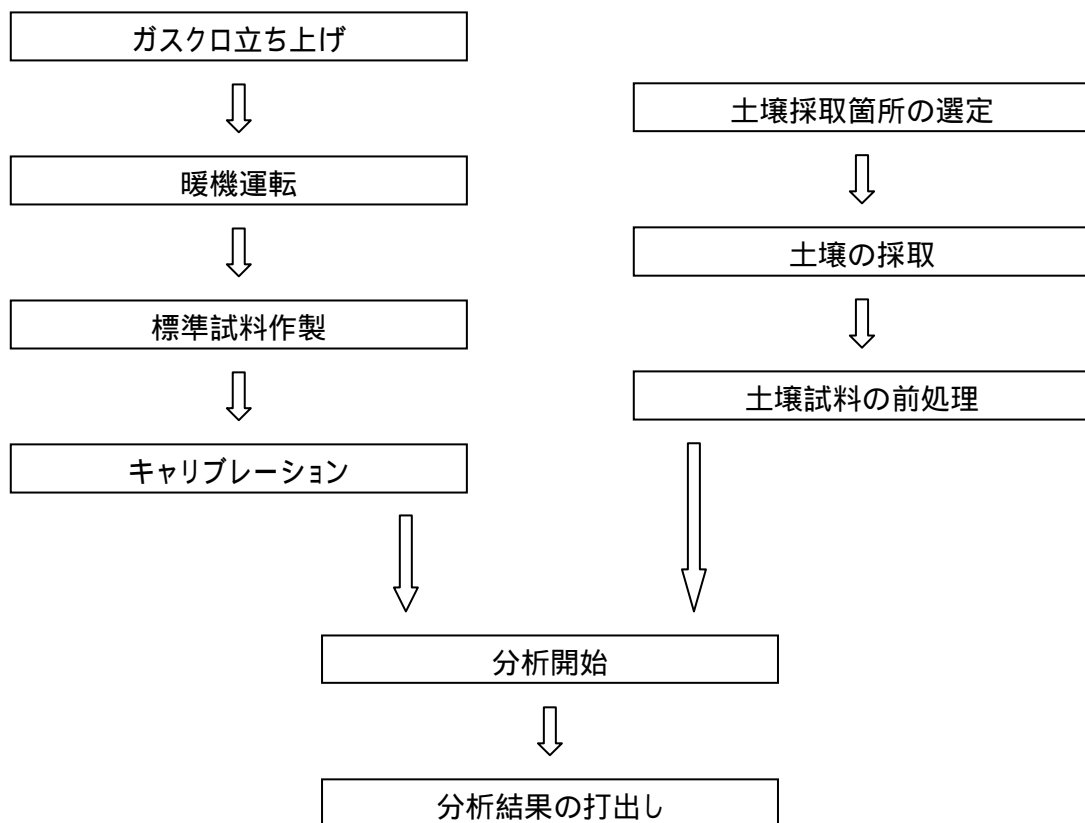
標準試料、及び土壌試料の取り扱い

標準試料、及び土壌試料内には高濃度の有害物質が含まれています。取扱う際には手袋、ガスマスク、防護メガネを使用し、換気を行いながら人体に影響が無いように注意し、作業してください。

装置の取り扱い

持ち運び型ガスクロといっても精密機器になりますので、運搬時や設置時は振動に注意してください。又、100V電源、及び高圧ガスを使用しますので取り扱いには十分注意し、作業を行ってください。

3. 分析のフローチャート



4. 使用器具、試薬及び装置

使用器具

- ・ メジュームビン (テフロンライナー付き茶色遮光タイプ500 ml) 別名ねじ口耐熱ビン
- ・ メスシリンダー (200 mlが量れるもの)
- ・ デジタル天秤/電子天秤
- ・ 薬包紙
- ・ 薬さじ
- ・ ストップウォッチ
- ・ ウォーターバス (恒温槽)
- ・ キムワイプ
- ・ 液体用シリンジ (50 μ l、又は100 μ l)
- ・ ガスタイトシリンジ (250 μ l、又は500 μ l)

使用試薬

- ・ イオン交換水 (精製水)
- ・ メタノール (特級)
- ・ 標準試薬 (排水環境水分析用揮発性有機化合物11成分混合試料 各1 mg/ml in メタノール)

使用装置類

- ・ JEOLポータブルガスクロGC - 310C
- ・ 安定化電源 (GC - 310専用機)
- ・ コードリール (アース付き)
- ・ Heガスボンベ (高純度99.9999%以上)
- ・ ノートパソコン (対応機種: PC/AT 互換機 シリアルインターフェース実装機種)
(対応 OS: Windows 98/Me/2000/XP)
(アプリケーションソフト: 専用ソフト Peaksimple Ver.3.28 以降)
- ・ パソコン用プリンター
- ・ 発電機 (12A以上高安定タイプ)

5. ポータブルガスクロの使用環境

設置場所

室内、及びバンタイプの車内にポータブルガスクロを設置してください。テーブルを置き、その上にポータブルガスクロを設置すると作業し易くなります。

室内環境

ポータブルガスクロは低濃度の分析が可能のため、設置している室内環境（空気汚染）の影響を受け易くなります。そのため、部屋を借りる場合は室内に薬品類（揮発性試薬）を置かないようにして、しかも換気に気を付けてください。又、ポータブルガスクロを安定して動作させるため、電源（AC100V）が安定しており、アースが取れているコンセントに電源ケーブルを繋ぎ、室内温度は10～25℃に設定してください。車内で分析を行う場合は車の排気ガスの影響を受けますので、エンジンを切るか排気ガスの影響を受けない工夫を行なってください。発電機を使用する場合も排気ガスの影響を受けないようにコードリールを使い車から離れたところに設置してください。又、室内での分析と同じで車内を10～25℃に設定し、換気に気を付けてください。

6. ポータブルガスクロの準備

設置

5項にあるポータブルガスクロの使用環境の条件を満たす場所にポータブルガスクロ、Heガスボンベ、安定化電源、ノートパソコン、及びプリンターを設置してください。



通電

ポータブルガスクロに付属している取り扱い説明書に従って立ち上げを行い、又ノートパソコンにインストールしてある専用解析ソフトPeak simpleを立ち上げて分析条件の設定、及び初期入力を行ってください。分析条件の代表例は以下を参照ください。標準試料を測定する場合は問題ありませんが、実際の汚染土壤の場合、測定対象外の揮発性有機化合物が含まれていたり、濃度の濃淡も様々です。個々の現場により汚染状況は違いますので、必要に応じて分析条件を変更してください。分析条件設定後、30分以上の暖機運転を行います。空分析（ブランク測定）を行い、装置の安定状況を確認しておいてください。

- ・ 使用検出器 : PID 及び DELCD
- ・ 検出器温度 : 150
- ・ 使用カラム : NBW - 310SS30 (30m×0.53mm I.D.×3.0µm)
- ・ キャリアーガス : 高純度Heガス (純度99.9999%以上)
- ・ オープン温度 : 40 (9min hold) to 100 at 15 /min, hold 3min

7. ポータブルガスクロ用の標準試料作製

標準試料、及び検体内の揮発性有機化合物は揮発性が高く、非常に不安定です。以下に述べます標準資料の作製、検体の前処理等は必ず迅速に作業することが絶対条件です。特に標準試料作製は分析の基準となりますので、以下の通り毎日分析前に作製してください。

- ・ 液体用シリンジをメタノールで洗浄しておく。
- ・ 洗浄したメジュームピンを用意する。
- ・ メジュームピンにイオン交換水を200ml (メスシリンダーにて計量) 入れる。
- ・ 標準試薬 (排水環境水分析用揮発性有機化合物11成分混合試料 各1mg/ml in メタノール) を液体用シリンジで20µl採取し、メジュームピンに添加する。
- ・ 蓋を閉めて1分間強振、2分間静置する。(その後、すぐに事項のキャリブレーション作業に入る。)
- ・ 必要に応じてウォーターバスで保温しておく。(揮発性有機化合物は気温による影響を受けやすいため、分析現場の気温によりウォーターバスを使用する場合がある。通常の設定温度は37)
- ・ 使用した液体用シリンジは必ずメタノールで洗浄しておくこと。
- ・ 作製した標準試料の水中濃度は0.1mg/lになる。

8. ポータブルガスクロの校正 (キャリブレーション)

7項で述べました通り、標準試料、及び検体内の揮発性有機化合物は不安定であり、又ポータブルガスクロを動作させる環境も日々変化しております。精度の高い分析を行うため、以下の校正 (キャリブレーション) 作業は毎日必ず行ってください。

- ・ ポータブルガスクロが安定していることを確認する。
- ・ 7項で作製した標準試料のヘッドスペースガスをガスタイトシリンジにて0.2ml採取する。



- ・ 採取したガスを取り扱い説明書に従い、ポータブルガスクロに注入し分析する。



- ・ 分析終了後、ノートパソコン上でキャリブレーション作業を行い、校正しておく。

9. 土壌試料の採取、及び前処理

土壌試料の採取場所設定や採取方法は様々な方法があります。その土地の地質、天候、近隣の環境、分析場所等々、その場に合ったやり方で採取してください。どのような方法をとる場合でも分析する成分は揮発性の高く不安定であることを念頭に置き、迅速な作業を必要とします。採取からポータブルガスクロにて分析を行うまでの時間を極力短くして以下の方法を行ってください。

- ・ 分析する成分は揮発性なので、以下の採取方法時は必ず迅速に行うこと。
- ・ あらかじめ決めておいた採取場所から土壌を採取する。1回の分析に必要な土壌は20gなので、それ以上の量を採取しておくこと。

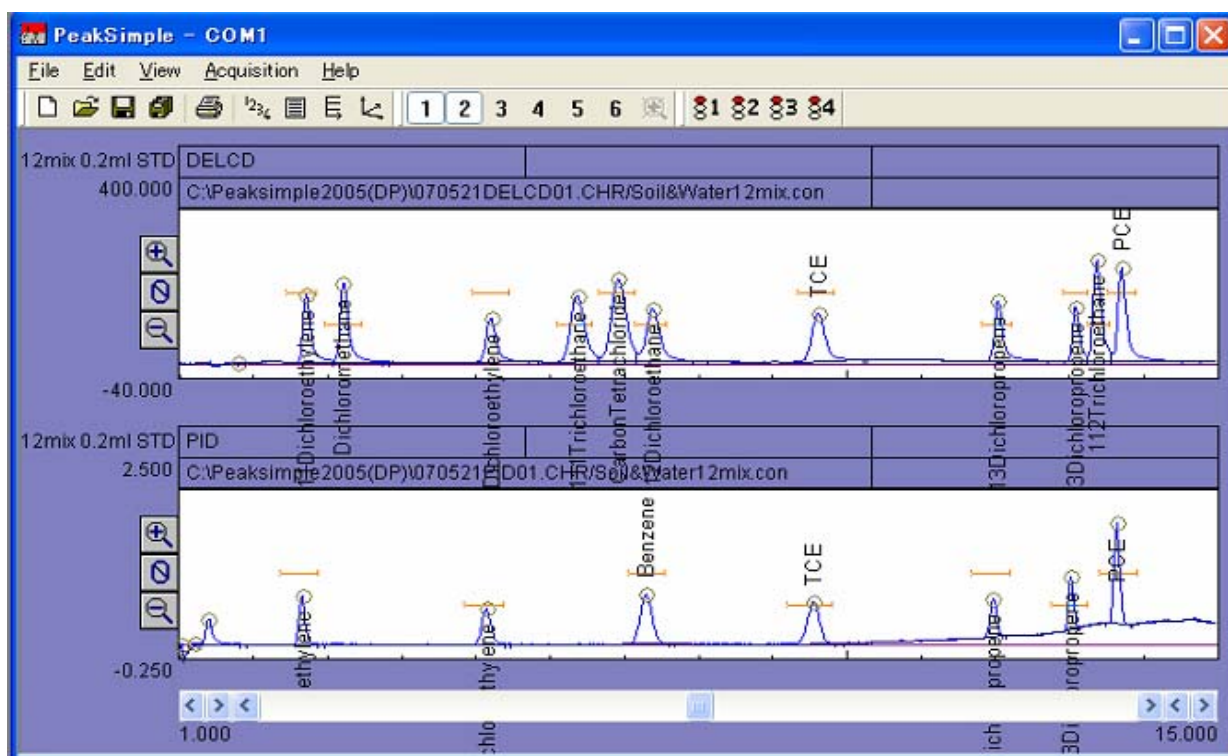


- ・ 薬包紙をデジタル天秤に載せてゼロ合わせをしておき、採取した土壌を20g量り取る。この時、小石は避けること。
- ・ 量り取った土壌20gを洗浄したメジュームビンに入れる。
- ・ イオン交換水をメスシリンダーで200ml取り分けておき、土壌を入れたメジュームビンに添加する。
- ・ 蓋を閉めて1分間強振し、2分間静置する。
- ・ 必要に応じてウォーターバスにて保温しておく。(揮発性有機化合物は気温による影響を受けやすいため、分析現場の気温によりウォーターバスを使用する場合がある。通常の設定温度は37℃)

10. 分析方法

分析項目、汚染濃度、及び設置環境等によりますが、ポータブルガスクロで1回の分析時間は8～16分です。ノートパソコンにある程度設定を行っておき、以下の通り作業すると分析中ポータブルガスクロに触ることはほとんどありません。その間の時間を有効に利用し、9項土壌の採取、及び前処理を行うようにスケジュールを組んで作業してください。

- ・ ポータブルガスクロが安定していることを確認する。
- ・ 9項で作製した検体のヘッドスペースガスをガスタイトシリンジにて0.2ml採取する。
- ・ 8項と同じ要領で取り扱い説明書に従い、ポータブルガスクロに注入し分析を開始する。
- ・ 画面上、下図のようになったら分析終了。



- ・ 分析結果はノートパソコン画面上でも確認できるが、必ず解析ソフト上でプリントアウトすること。
- ・ 上図では12成分の分析結果になるが、実際に使用可能な分析3項目と対応検出器は以下の通り。

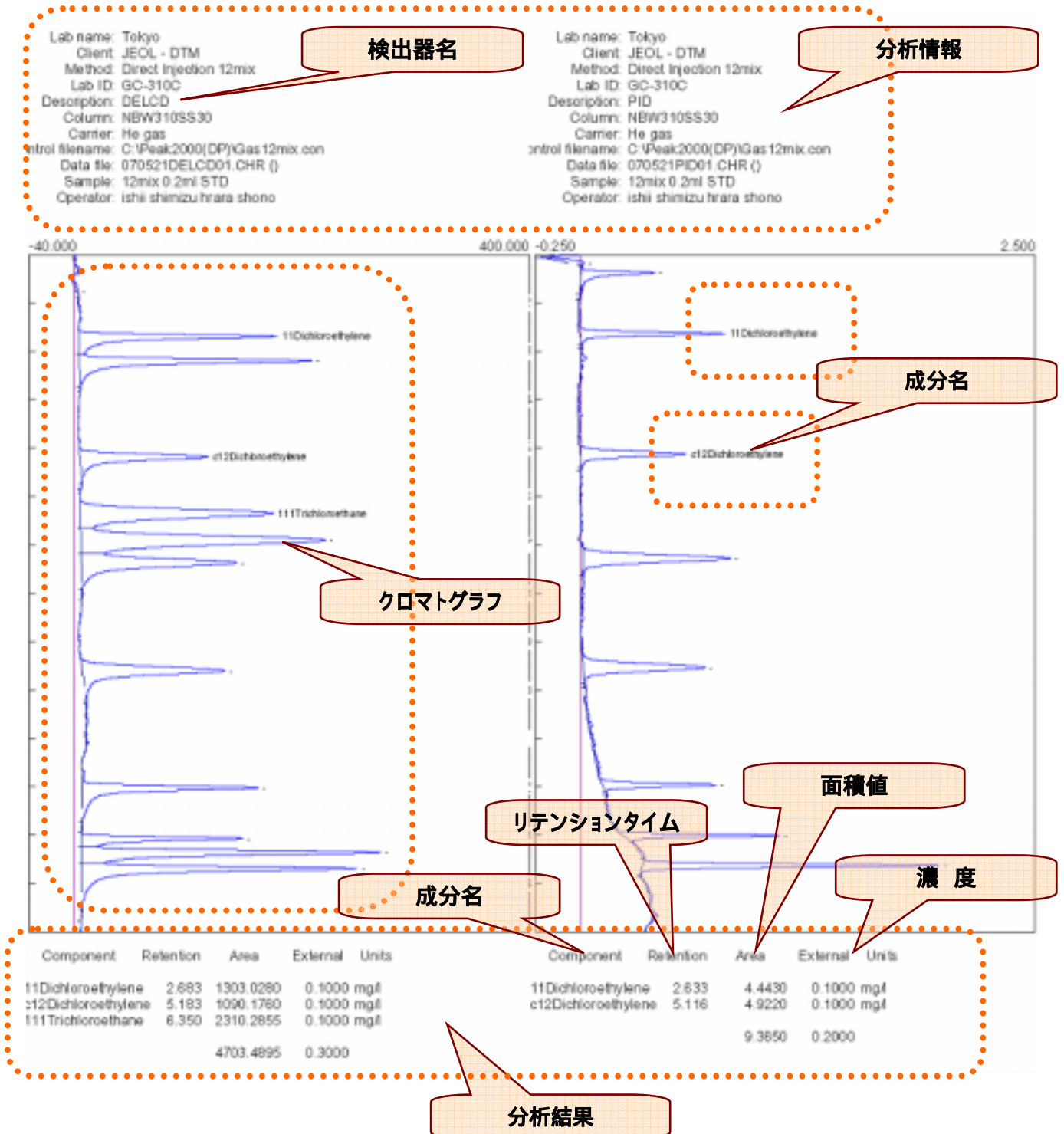
1,1 -ジクロロエチレン (PID及びDELCD検出器)

シス - 1,2 - ジクロロエチレン (PID及びDELCD検出器)

1,1,1 - トリクロロエタン (DELCD検出器)

11. 分析結果の見方

分析終了時点でノートパソコン上に分析結果が電子ファイルとして保存されますが、分析中は過去の結果を見ることが出来ません。電子ファイルが紛失することもありますので必ずプリントアウトして保存してください。又、通常のプリントアウトをする方法以外に、測定後PDF化する方法もあります。（別途ソフトが必要）ここではプリントアウトした分析結果の見方を説明します。



12. メンテナンス

ポータブルガスクロは、その性能を維持するために定期的なメンテナンスが必要です。付属の取扱説明書通り、キャピラリーカラムの焼き出し（エージング）、PIDランプのクリーニング、セプタムの定期的な交換等々行ってください。