

# 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GCによるHS分析法

使用可能な分析項目：第一種有害物質6項目

- ・1,1-ジクロロエチレン
- ・シス-1,2-ジクロロエチレン
- ・ジクロロメタン
- ・テトラクロロエチレン
- ・トリクロロエチレン
- ・ベンゼン

実証試験者：株式会社CTIサイエンスシステム

\*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。

## 1. 装置及び器具類

- 1) 分析器 JEOL ポータブルガスクロマトグラフ GC-310 (検出器:PID,DELCD) 以後 GC と表記
- 2) PC (解析ソフト Peak Simple)
- 3) 電源安定装置
- 4) キャリアガス用ヘリウムガスボンベ (純度 99.999vol% 以上)
- 5) ガスタイトシリンジ (容量 1.0ml)
- 6) 恒温水槽
- 7) 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)
- 8) マイクロシリンジ
- 9) 250ml ねじ口デュランビン (蓋にセプトムを埋設加工したもの)
- 10) 電子天秤
- 11) 葉さじ
- 12) メスシリンダー
- 13) 葉包紙
- 14) 純水 (VOC 汚染がないのを確認したもの)
- 15) 電源 (100V 15A)

## 2. 分析装置の起動

### 2-1. 設置場所

- 1) 電源は室内電源又は発電機等の出力が安定している電源を使用する。
- 2) GC に付属している取扱説明書に従って GC・PC (PeakSimple) を起動させる。
- 3) GC は電源を入れた後、検出器が安定するまで 30 分以上予備運転させる。30 分経過後、ブランク測定等を行い安定している事を確認する。

## 3. 検量線作成

### 3-1. 標準溶液の作成

- 1) 250ml ねじ口デュランビンに純水 100ml を入れる。
- 2) 混合試薬をマイクロシリンジにて 5  $\mu$ l を分取し、純水 100ml 入ったねじ口デュランビンに注入する。  
水中濃度は各物質 0.05mg/L となる。

### 3-2. 検量線の作成

- 1) 3-1 で作成した標準溶液を 1 分間振とうし、その後 30 に設定された恒温水槽で 20 分間以上静置させ、デュランビン内を気液平衡状態にする。
- 2) デュランビンの気相 (ヘッドスペース) から測定対象となるガスをガスタイトシリンジで 0.05 ~ 0.5ml 計り取り、分析器へ注入し、測定をスタートさせる。

#### 検量線の濃度

1 点目	0.05ml 注入	0.005mg/l
2 点目	0.1ml 注入	0.01mg/l
3 点目	0.5ml 注入	0.05mg/l

測定する検体の対象物質濃度等の状況によって濃度を変更させる。

### 3-3.分析項目

対象物質	DELCD	PID
1,1-ジクロロエチレン		
シス-1,2-ジクロロエチレン		
ジクロロメタン		×
テトラクロロエチレン		
ベンゼン	×	

:測定可能

×:測定不可能

検出器の調子・妨害物質等を考慮して、定量する検出器を選択する。

### 3-4.分析条件

#### 基本設定

#### 1) オープン昇温設定

40 3分保持 15 /分 4分昇温 100 測定終了 (測定時間7分)

#### 2) キャリアガス流量

GC 本体のキャリアガス圧力設定を 12PSI にする。

分析項目や妨害物質等を考慮して、分析条件を変更する。

## 4. 検体の作成

- 1) 250ml ねじ口デュランビンに純水 100ml を入れる。
- 2) 土壌試料を電子天秤にて 10g を計り、純水 100ml 入ったねじ口デュランビンに投入する。
- 3) 1分間振とうし、その後 30 に設定された恒温水槽で 20 分間以上静置させ、デュランビン内を気液平衡状態にする。

分析対象物質は揮発性が高い為、土壌試料はなるべく外気に触れていない所から速やかに採取を行う。

## 5. 分析

- 1) 作成した検体のデュランビンの気相(ヘッドスペース)から測定対象となるガスをガスタイトシリンジで、0.5ml 計り取り、GC へ注入し測定をスタートさせる。
- 2) 測定が終了したら、作成した検量線に基づき定量を行う。検出された濃度が検量線の範囲を超えていた場合、GC へのガス注入量を変更し希釈を行う。