

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：ポータブルヘッドスペースGC/MS

使用可能な分析項目：第一種有害物質 8 項目

- ・ 四塩化炭素
- ・ 1,2-ジクロロエタン
- ・ 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：インフィコン株式会社

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。

ポータブルヘッドスペース GC/MS を用いたオンサイトにおける 土壌中揮発性化合物の迅速分析法

標準作業手順書

インフィコン株式会社

1. 適用範囲

本分析法は JIS K0125 5.2 ヘッドスペース・ガスクロマトグラフ質量分析法に準拠したもので、前処理としての土壌溶出方法を迅速化したものである。

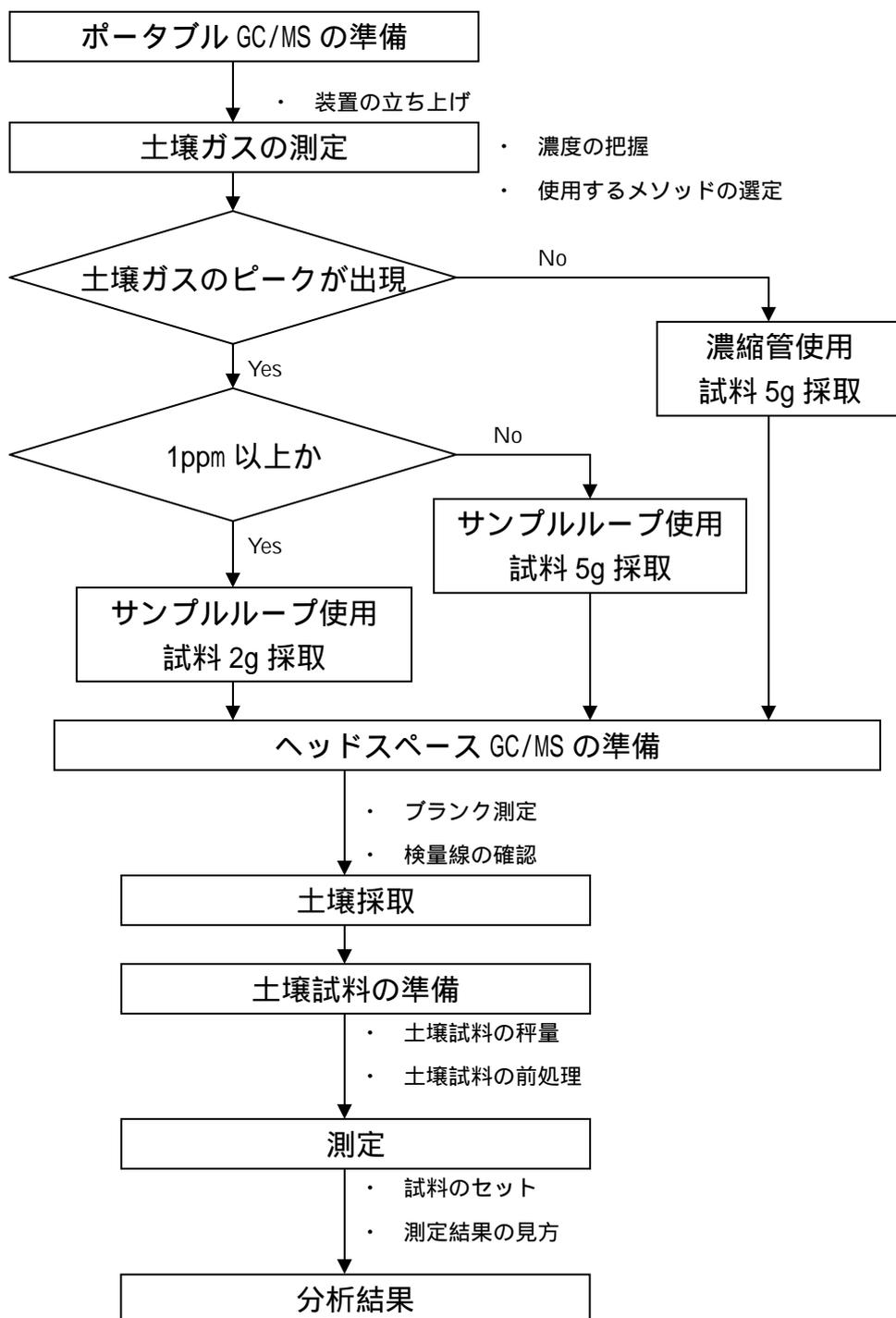
2. 試薬

- (1) 内部標準化合物
250ppm のフルオロベンゼン、クロロベンゼン-d5、1,4-ジクロロベンゼン-d4
および 500ppm のプロモペンタフルオロベンゼンのメタノール混合溶液
- (2) 標準化合物
和光純薬社製 12 種揮発性有機化合物混合標準液 (1mg/ml メタノール溶液)
- (3) メタノール
- (4) 水 (ミネラルウォーター等、VOC フリーのもの)

3. 器具および装置

- (1) 電子天秤
- (2) シリンジ (内部標準化合物用)
- (3) シリンジ (標準化合物用)
- (4) ヘッドスペースサンプラー (P/N 930-205-G1)
- (5) ポータブル GC/MS (HAPSITE Smart)
- (6) キャリアガス (P/N 930-432-Px)
- (7) 内部標準ガス (P/N 930-433-Px)
- (8) ノートパソコン (対応 OS: Windows 2000/XP)
- (9) タイマー
- (10) VOC 用 40ml クリーンバイアル (29mm 外径 × 81mm 高さ)
Supelco 社製 P/N 2-7180
- (11) 12V シガーライター用 100V インバーター、または発動発電機

4. 測定フロー



5. 土壌ガス測定

- 5-1. 土壌試料採取位置で、GC/MS 測定を行う。
- 5-2. コア抜き等で土壌を採取する場合は、土壌試料から直接ガスを測定する。
- 5-3. 予め検量線を作成しておくことが望ましいが、内部標準化合物（ブロモペンタフルオロベンゼン、RT=約 8 分、5ppmv）のピークとの比較からおよその濃度を推定することもできる。

6. 溶出量試験操作

6-1. 土壌の迅速溶出

- (1) 土壌 5g（土壌ガス測定結果によっては 2g）を薬包紙に秤量する。
- (2) 秤量した土壌をバイアルに移し、20ml の水を添加し、キャップをし、保冷バッグに保存する。

6-2. ヘッドスペース GC/MS による測定

ヘッドスペース GC/MS の装置および基本的な機器取り扱い方法については、装置に添付された操作マニュアルを参照すること。

- (1) 装置の立ち上げ、安定および検量線の確認に約 1 時間かかるので、試料採取前にこれらを完了させておく。
- (2) 内部標準化合物をシリンジで 1 μ l、セプタムを通して液層に添加し、バイアルを手に持ち、激しく 1 分間振とうした後、ヘッドスペースサンプラーのバイアル穴に挿入し、20 分静置する。
- (3) ヘッドスペースサンプラーのニードルをセプタムに挿し、RUN ボタンを押し測定を開始する。

7. 測定条件

7-1. ヘッドスペース温度条件

- (1) ヘッドスペースオープン温度：60
- (2) トランスファーライン温度：60

7-2. サンプルループ使用時のサンプリング条件

- (1) サンプルループ容量：250 μ l
- (2) サンプリング時間：10 秒

7-3. 濃縮管使用時のサンプリング条件

- (1) 濃縮管：カーボン系トリベッド
- (2) サンプリング濃縮時間：15 秒

7-4. ガスクロマトグラフ条件

昇温条件 60 を 5 分 保持
 20 /min で昇温
 140 で 1 分 保持

7-5. 質量分析計条件

- (1) 質量スキャン範囲：45 ~ 250amu
- (2) スキャン速度：0.82 秒 / スキャン

8. 定量用イオン

	内部標準化合物	定量用イオン		保持時間	添加濃度 (mg/L)	添加濃度 (mg/L)
					サンプルループ	トリベッド濃縮管
I1	フルオロベンゼン	96		2:51	0.0125	0.005
I2	クロロベンゼン-d5	117		6:28	0.0125	0.005
	化合物名	定量用イオン	参照内部標準	保持時間	定量下限 (mg/L)	定量下限 (mg/L)
1	ジクロロメタン	84	I1	1:44	0.01073	0.00657
2	1,1-ジクロロエチレン	61	I1	1:45	0.01019	0.00583
3	シス-1,2-ジクロロエチレン	61	I1	2:10	0.00629	0.01005
4	1,2-ジクロロエタン	62	I1	2:28	0.00861	0.00166
5	ベンゼン	78	I1	2:44	0.00698	0.0029
6	四塩化炭素	117	I1	2:48	0.00819	0.00058
7	トリクロロエチレン	130	I1	3:13	0.00968	0.00689
8	テトラクロロエチレン	166	I2	5:49	0.00662	0.00174

9. その他の留意点

- (1) 測定の終了時に、ヘッドスペーストランスファーラインをパーズするかどうか聞いてくるので、ピークが認められた場合は必ずパーズすること。
- (2) 必ず予備の土壌試料を採取し、定量値が検量線の上限濃度の 20%以上を超えた場合は、希釈率を変えて測定をし直す。
- (3) ピークが飽和(振り切れる)した場合は、必ずブランク水の測定を行い、キャリーオーバーの無いことを確認して次の測定を行う。
- (4) 検量線の確認は、作成した濃度範囲の中間の値で行い、定量値が $\pm 20\%$ 以内に収まっていることを確認する。収まっていない場合は、その濃度で検量線を引きなおす。
- (5) 検量線の作成手順は、分析装置付属の操作マニュアルに従ってください。