

# オンラインサンプリングによる 大気中 VOC とエタノールの加熱脱着分析

## 著者

関口 桂  
福地 敏治

アジレント・テクノロジー  
株式会社

## 要旨

オンラインサンプリングと加熱脱着装置を組み合わせた GC/FID/MSD システムを用いてエタノールを含む揮発性有機化合物 (VOC) の測定を行いました。分離カラムの出口を分岐し FID と MSD で同時取り込みができるシステムを用い、MSD によるピークの定性と FID による安定したレスポンスを得ることが可能となりました。エアサーバーによるオンラインサンプリングでは複数のサンプルを濃縮して一斉に分析が可能であり、ここでは 2 種類の標準ガスを一緒に分析しました。使用したエアサーバー付き Unity-xr ではボンベ、キャニスター、バックのガスをオンラインサンプリングできる他、捕集チューブの加熱脱着分析もメソッドの変更のみで行うことができ、さまざまな分析ニーズに対応が可能です。

## はじめに

環境中の揮発性有機化合物（VOC）は大気環境の指標として産業環境や居住環境で多くモニタリングされています。対象物質にはアルコール等の極性化合物も含まれ、安定した結果を得ることが難しい場合があります。

本アプリケーションノートでは 2 種類の標準ガスをそれぞれサンプリングしてコールドトラップに濃縮した後、一斉に脱着して分析を行った例を紹介します。

## システム構成

本システムの概略図を図 1 に、分析条件を下記に示します。

### 【加熱脱着機器条件】

装置	: Markes エアサーバー付き Unity-xr
サンプリング容量	: 0.1 L-5.0 L
サンプリング流速	: 50 mL/min
トラップ脱着スプリット流速	: 23 mL/min
スプリット比	: 10:1
フローパス温度	: 150 °C
コールドトラップ	: Air Toxics (p/n MKI-U-T15ATA-2S)
トラップ最低温度	: -10 °C
トラップ最高温度	: 290 °C
トラップ加熱速度	: 40 °C/sec
トラップホールド時間	: 3 分

### 【GC/MSD/FID 機器条件】

装置	: Agilent 8890/5977B GC/MSD
オープン	: 35 °C (5 min) -10 °C/min -140 °C (2.5 min)
カラム	: DB-624 UI (60 m, 0.32 mm, 1.8 μm)
カラム流量	: 2.5 mL/min コンスタントフローモード

トランスファーライン温度	: 250 °C
イオン源温度	: 250 °C
四重極温度	: 150 °C
イオン化電圧	: 70 eV
取り込みモード	: Scan (m/z: 30-290)
FID 温度	: 280 °C
FID ガス流量	: 水素 30 mL/min、エア 400 mL/min メークアップ+キャリア (N <sub>2</sub> ) 25 mL/min

キャピラリー・フロー・テクノロジー（CFT）デバイスのスプリッタを用いて分離カラムの出口を MSD と FID にほぼ同比率に分岐しました。ピーク定性を MSD で行い、定量は FID で行いました。

今回使用したカラムでは 1,2-ジクロロエタンとベンゼンと一緒に溶出しますが、同寸法の CP-Select 624 CB カラム (p/n CP7415) を使用すれば分離させることも可能です。

エアサーバーのシーケンスはサンプリングのみを行うメソッドとサンプリング+脱着を行うメソッドを組み合わせで連続で実行しました。シーケンス設定画面の例を図 2 に示します。

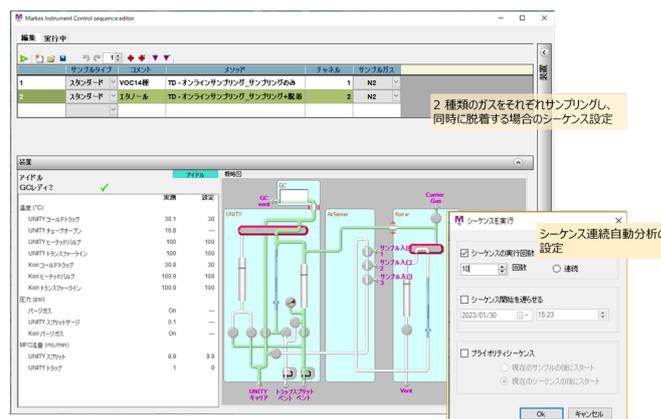


図 2. シーケンス設定画面例

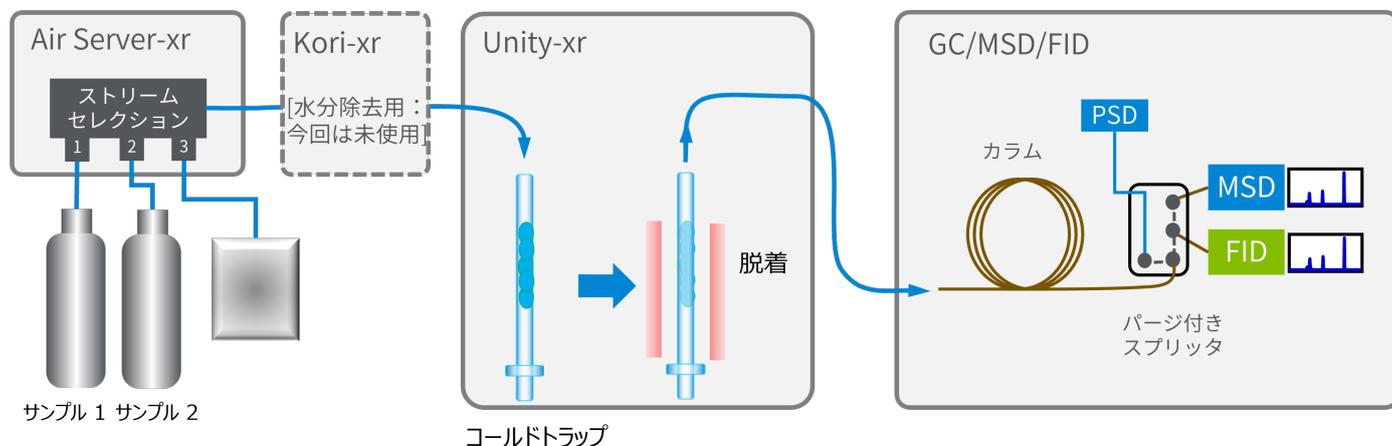


図 1. システム概略図

## 結果

### サンプリング容量とレスポンス（面積）の直線性

1 ppm の VOC 混合物 14 種とエタノール 1 ppm の標準ガスをそれぞれサンプリングし、まとめて加熱脱着を行いました。得られた FID および MSD TIC クロマトグラムの例を図 3 に示しました。

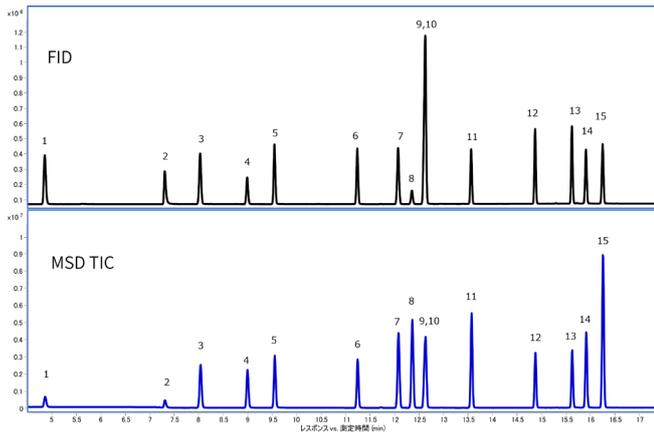


図 3. 1 ppm 標準ガスの MSD (上) と FID (下) のクロマトグラム

1 ppm の VOC 混合物 14 種と 1 ppm のエタノール標準ガスをそれぞれ 0.1, 0.2, 0.4, 0.8, 1.2, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 L サンプリングを行いレスポンスの直線性を調べました。代表的な 4 化合物についてサンプル量と FID レスポンスを図 4 に示しました。サンプル量とレスポンスの直線性を示す決定係数  $R_2$  を表 1 に示しました。

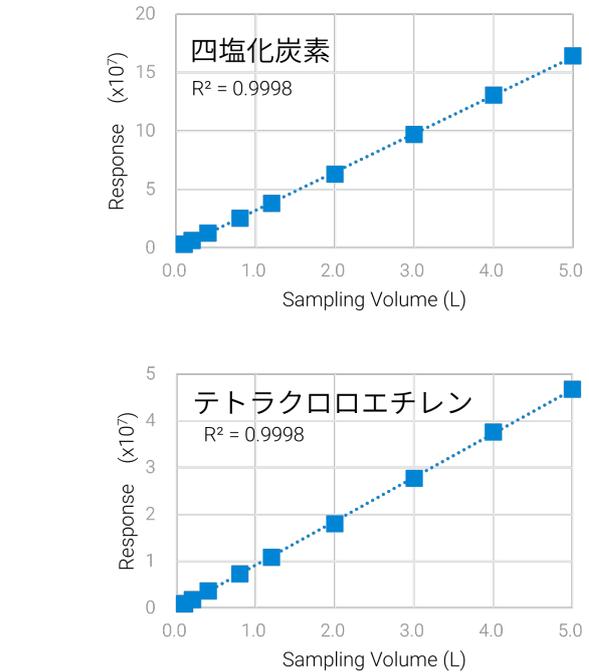
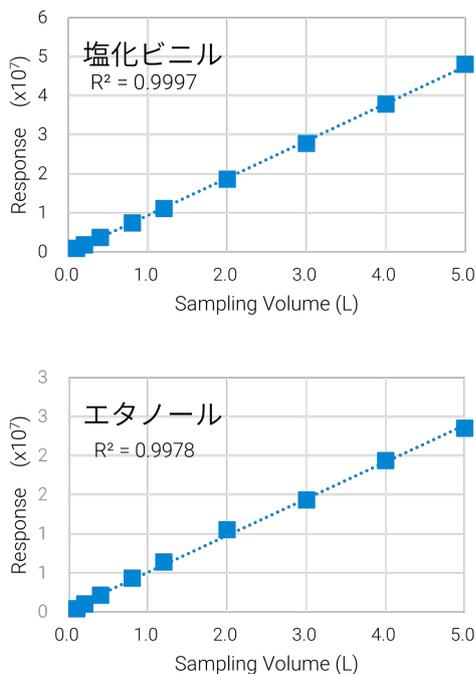


図 4. 塩化ビニル、エタノール、四塩化炭素、テトラクロロエチレンのサンプリング容量と FID レスポンスの直線性

### 再現性

1 ppm の VOC 混合物 14 種と 1 ppm のエタノール標準ガスをそれぞれ 0.1 L サンプリングして 20 回の連続分析を行いました。面積値の相対標準偏差 (RSD) の計算結果を表 1 に示しました。安定的に分析が可能であることが確認できました。

表 1. 1 ppm 標準ガスの面積繰り返し再現性とサンプル量の直線性

ピーク#	化合物名	%RSD (n=10)	R <sup>2</sup> (0.1-5L)
1	塩化ビニル	0.26	0.9996
2	エタノール	1.36	0.9978
3	1,1 ジクロロエチレン	0.35	0.9998
4	ジクロロメタン	0.37	0.9995
5	t-1,2 ジクロロエチレン	0.5	0.9997
6	c-1,2 ジクロロエチレン	0.59	0.9998
7	1,1,1 トリクロロエタン	0.3	0.9998
8	四塩化炭素	0.3	0.9998
9	1,2-ジクロロエタン	0.72	0.9998
10	ベンゼン		
11	トリクロロエチレン	0.91	0.9998
12	c-1,3 ジクロロプロペン	0.88	0.9999
13	t-1,3 ジクロロプロペン	0.83	0.9999
14	1,1,2 トリクロロエタン	0.69	0.9999
15	テトラクロロエチレン	0.67	0.9998

## まとめ

複数のガスをオンラインでサンプリングしてトラップに濃縮させ、同時に脱着して分析が可能なシステムを用いて VOC 14 成分とエタノールの分析を行いました。サンプリング容量 0.1 L から 5.0 L まで良好な直線性があり、安定した分析が可能であることを示す結果が得られました。

ホームページ

[www.agilent.com/chem/jp](http://www.agilent.com/chem/jp)

カスタマコンタクトセンター

**0120-477-111**

[email\\_japan@agilent.com](mailto:email_japan@agilent.com)

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っていません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

DE76428877

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2023

Printed in Japan, January 30, 2023

5994-5716JAJP