

標準混合溶液を用いた標準ガス調製法の評価

○今村 清¹⁾、江口正治²⁾、大平修平³⁾、田代恭久⁴⁾、多田野秀二¹⁾、立花茂雄⁵⁾、
田中 稔²⁾、中原 忠⁶⁾、平井恭三⁶⁾、藤方 豊⁷⁾、藤瀬剛一⁸⁾、前田泰昭⁹⁾、
矢坂裕太²⁾、藁科宗博¹⁰⁾(大阪府公害監視センター¹⁾、大阪大学²⁾、
(財)日本気象協会³⁾、(株)ユニチカ環境センター⁴⁾、(株)コベルコ科研⁵⁾、
(株)大阪環境技術センター⁶⁾、(株)住化分析センター⁷⁾、大阪ガス(株)基盤研⁸⁾、
大阪府立大学⁹⁾、大阪市立環境科学研究所¹⁰⁾(関分協 第23共同実験部会)

1. はじめに 平成8年5月の大気汚染防止法改正に伴い、有害物質に対する取り組みが強化され、各自治体において優先取り組み物質22物質のうち揮発性有害物質(VOCs)として9物質がモニタリングされている。VOCsを分析するためには標準ガスが必須である。現在、これらの混合標準ガスは市販されているが、高価でかつ使用保証期間も1年に限定される。そこで、必要な時に精度良く、簡便かつ安価に標準ガスを調製できる方法として混合(重量比)標準溶液を用いる方法について検討した。本報告は参加16分析機関の共同実験の結果を取りまとめたものである。

2. 方法 各分析機関において常温で液体の7物質(Acrylonitrile, Dichloromethane, Chloroform, 1,2-Dichloroethane, Benzene, Trichloroethylene, Tetrachloroethylene)について混合標準液(重量比)を調製し、ガラス容器(容量1~2L)に正確に注入し、気化して標準ガスとする。GC分析し、注入毎に各成分重量当たりのレスポンス(R)を求め、GCへのガス導入操作の精度を評価する。同様に3本のガラス容器に標準ガスを調製する。ガラス容器毎に各成分についてRを求め、標準ガス調製方法の精度を検討する。別途各分析機関に配布した試料溶液により同様にして試料ガスを調製し、試料中各成分の含有量(%)或いはガラス容器内の濃度(ppm)を求める。これら実測値と理論値を比較して試料ガス濃度の正確度を評価する。

3. 結果及び考察 1) ガラス容器に調製した標準ガス(300ppm程度)の繰り返し分析精度について、その相対標準偏差(RSD)が5%以下の機関の数は16機関中9機関(9/16)あり、大半の機関においてRSDは5%以下であった。2) ガラス容器(I~Ⅲ)に調製した標準ガスについて成分重量当たりのレスポンスのRSDが10%以下の機関の数は13機関(13/16)であり、大半の機関が10%以下の精度で標準ガスが調製できることが分かった。

3) ガラス容器に調製した成分濃度の理論値に対する実測値の比をTableに示す。異常値が認められた4機関(1, 5, 8, 11)の結果を除くと、平均値は1.00~1.02、RSDは3.9~6.5%であった。4) ガラス容器内での各成分の保存性について、セプタムと試料ガスとの接触について工夫されたガラス容器を使用した場合、1週間程度安定であった。

重量比混合標準液を用いて、比較的簡単かつ精度よく標準ガスが調製できることが示された。

Table Results of the ratio of the observed concentration(ppm) to the calculated one in the glass bottle.

Lab. No.	Acrylonitrile	Dichloromethane	Chloroform	1,2-Dichloroethane	Benzene	Trichloroethylene	Tetrachloroethylene
1*	0.73	0.77	0.82	0.84	0.88	0.85	0.85
2	0.94	1.01	1.02	1.01	0.99	1.01	1.00
3	0.99	0.98	1.01	1.00	1.02	1.00	1.01
4	0.91	0.97	0.99	0.97	0.99	1.00	1.07
5*	1.12	1.12	1.17	1.15	1.18	1.18	0.57
6	1.00	0.99	1.00	0.99	1.01	1.00	1.00
7	1.05	1.00	1.04	1.05	1.06	1.04	1.05
8*	1.32	1.32	1.35	1.33	1.35	1.34	1.39
9	0.95	1.03	1.02	0.98	0.98	0.99	0.94
10	1.10	1.12	1.05	1.08	1.03	1.05	1.05
11*	0.98	1.34	0.82	0.81	1.68	0.85	0.44
12	0.99	0.99	1.00	0.98	0.97	0.98	0.98
13	0.99	0.98	0.99	0.93	0.94	0.95	0.95
14	1.12	1.08	1.10	1.10	1.07	1.11	1.14
15	1.00	1.11	1.04	1.00	1.02	1.02	0.98
16	0.92	0.93	0.94	0.94	0.95	0.95	0.97
Mean	1.01	1.05	1.02	1.01	1.07	1.02	0.96
(Mean) ^{*1}	(1.00)	(1.02)	(1.02)	(1.00)	(1.00)	(1.01)	(1.01)
RSD	12.5	13.4	12.0	12.0	18.3	11.6	22.3
(RSD) ^{*2}	(6.5)	(5.9)	(3.9)	(5.2)	(4.0)	(4.4)	(5.6)

*1 Mean is calculated except for abnormal data of laboratories(No. 1, 5, 8, 11)

*2 RSD is calculated except for abnormal data of laboratories(No. 1, 5, 8, 11)