

有機溶剤登録講習
ガスクロマトグラフ分析
実習レポート



着席番号 2

氏名 五十嵐 俊彦

登録講習「有機溶剤」実習レポート（トルエン）

実施期日：平成26年11月25日～ 月 日

- I. ガスクロマトグラフによるトルエンの濃度測定
 測定対象物質 トルエン (M.W.=92.1 ρ=0.862) E=50ppm
 直接捕集 (真空捕集瓶) → ガスクロマトグラフ分析
 固体捕集 (活性炭管) → 溶媒脱着 (二硫化炭素 2ml) → ガスクロマトグラフ分析

表1 ガスクロマトグラフの分析条件

使用機器型式	シマズ GC-14A	検出器温度	150 °C	空気圧力	0.6 kg/cm ²
充てん剤	PEG20M	導入部温度	150 °C	水素圧力	0.5 kg/cm ²
カラムサイズ	3mm x 2m	カラム温度	90 °C	キャリアガス種類	N ₂
検出器の種類	FID	GC感度	10	キャリアガス流量	35 ml/min

表2 クロマトグラムのピーク保持時間によるトルエンの同定

標準試料		未知試料 ガスバッグA		未知試料 ガスバッグB	
ピーク名	保持時間(min)	ピーク番号	保持時間(min)	ピーク番号	保持時間(min)
(トルエン)	2.205	No. 1	1.117	No. 1	1.116
酢酸エチル	1.108	No. 2	1.711	No. 2	1.709
酢酸ブチル	2.451	No. 3	2.216	No. 3	2.215
トリクロルエチレン	1.711	No. 4		No. 4	2.452
		No. 5		No. 5	

表3 ガスクロマトグラフ (GC) 分析による分析実験報告 (直接捕集方法)

試料	標準液のトルエン濃度 (mg/ml)	真空捕集瓶に入れた標準液の量 (μl)	真空捕集瓶(1L)中トルエン質量 (μg)	GCに導入した試料空气中トルエン質量 (ng)	ピーク高さ (μV)	ピーク面積 (μV·sec)	試料空气中トルエン濃度 (ppm)
標準ガス	0	5.8	0	0	0	0	標準ガス④の濃度を計算して記入下さい。
②	8.62	5.6	48.3	48.3	10517	80162	65.4
③	25.9	5.6	145	145	23449 22553	177965 170290	
④	43.1	5.7	246	246	48212	367037	
未知試料 ガスバッグA				146	30671	231987	

- 検量線を作成しなさい。(縦軸にピーク面積を横軸にGCに導入したトルエン質量(ng)をとること。)
- 試料空气中トルエン濃度 (ppm) を計算し、計算過程を裏面に示しなさい。

$$\frac{10^{-2} \text{ ml}}{\text{ml}} \times 0.862 \frac{\text{g}}{\text{ml}} = 8.62 \times 10^{-3} \frac{\text{g}}{\text{ml}} = 8.62 \text{ mg/ml}$$

$$\frac{3 \times 10^{-2} \text{ ml}}{\text{ml}} \times 0.862 \frac{\text{g}}{\text{ml}} = 2.586 \times 10^{-2} \frac{\text{g}}{\text{ml}} = 25.9 \text{ mg/ml}$$

$$\frac{246 \times 10^{-9} \times 10^3}{92.1} \times 24.47 = 29.6 \times 10^{-6} \times 24.47 = 72.1 = 65.35 \dots$$

$$\frac{3 \times 10^{-2} \text{ ml}}{\text{ml}} \times 0.862 \frac{\text{g}}{\text{ml}} = 4.21 \times 10^{-2} \frac{\text{g}}{\text{ml}} = 43.1 \text{ mg/ml}$$

$$\frac{10 \times 3 \text{ g}}{10^3 \text{ g}} \cdot 10^{-6} \text{ g} = 10^{-9} \text{ g} = 1 \text{ ng}$$

$$\frac{146 \times 10^{-9} \times 10^3}{92.1} \times 24.47 = 38.8 \times 10^{-6}$$

$$\frac{10^{-6} \text{ g}}{10^3 \text{ L}} \times 10^{-3} = 10^{-9} \text{ g} = \text{ng}$$

$$2.0 \frac{\text{ml}}{\text{min}} \times 10 \text{ min} = 2.0 \text{ L}$$

表4 ガスクロマトグラフ分析による分析実験報告 (固体捕集方法)

試料	標準液の濃度 (μg/ml)	溶液の導入量 (μl)	導入溶液中トルエンの質量 (ng)	ピーク高さ (μV)	ピーク面積 (μV·sec)	脱着溶媒 (2ml)中のトルエン質量 (μg)	吸引試料空気量 (L)	試料空気中の濃度 (ppm)
標準系列液	1	86.2	1.3	112	22592	333	2.08	42.5
	2	"	2.5	216	46819			
	3	"	3.2	276	64910			
	4	"	4.4	379	86992			
	溶媒	0	1.4	0	0			
未知試料	サンプル1層目	1.2	200	46560	338105	333	2.08	42.5
	サンプル2層目	1.2	0	0	0	0		
	ブランク1層目	1.3	0	0	0	0		
	ブランク2層目	1.4	0	0	0	0		

$$1.2 \times 10^{-6} \text{ L} : 200 \times 10^{-9} \text{ g} = 2 \times 10^{-3} \text{ g}$$

$$x = \frac{200 \times 10^{-9} \times 2 \times 10^{-3}}{1.2 \times 10^{-6}} = 333$$

- 検量線をグラフ用紙に作成しなさい。
縦軸にピーク面積をとり、横軸にGCに導入した標準系列液中のトルエン質量 (ng) をとること。
- 試料空気中トルエン濃度 (ppm) を計算し、計算過程を次に示しなさい。

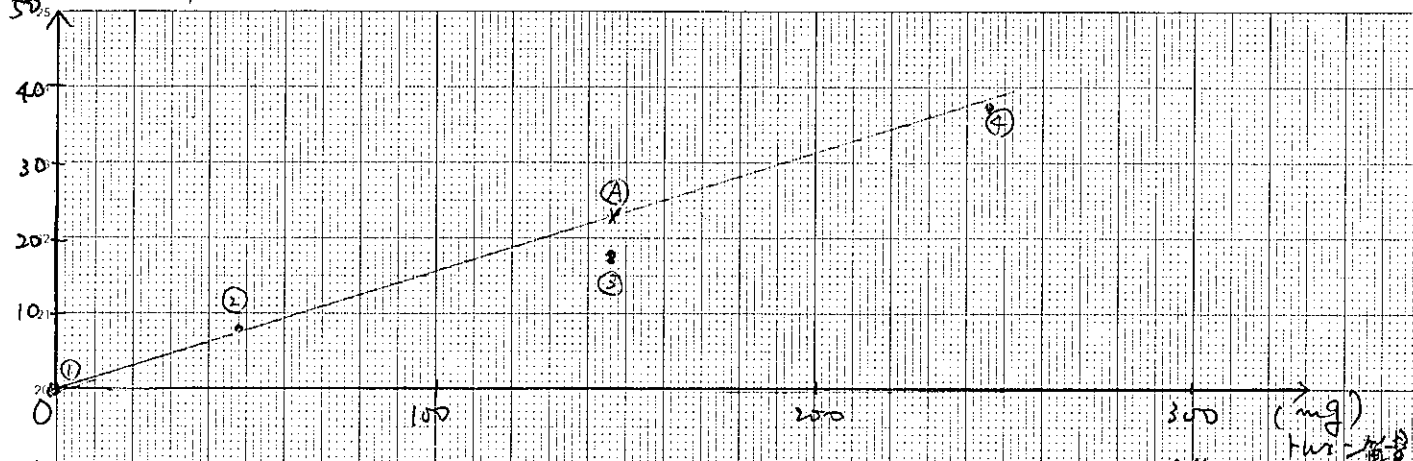
$$\frac{333 \times 10^{-6}}{92.1} \times 24.47 = 2.08$$

$$= 42.5 \times 10^{-6}$$

ガスクロマトグラフ定量分析結果の考察及びまとめを記入しなさい。

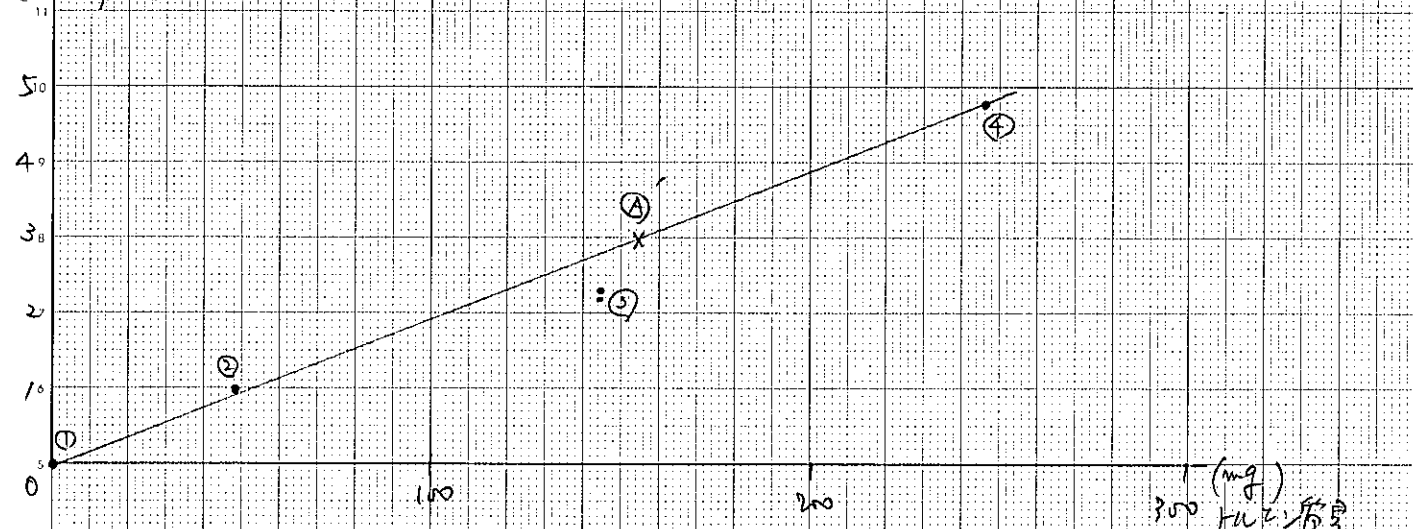
- 表3-③の外れ値に77. 同一検体の再検査でも外れ値であった。
原因は、標準ガス作製時における、1. 真空ポンプに対する吸引後の11-7、2. 試料注入量の誤りにあった。外れ値を除いた3点から検量線を作成した。
- 同一検体のシリコンに対して注入をしたわけでは無いが、トルエンの保持時間には平均2.2'と、19'で一定の値を得ることができた。
- 表3-7にて実測値ピーク面積で算出したトルエンは145ngとあり、ピーク高さでは場合トルエンは155ngとあった。トルエン濃度差は155-145=10で、%偏差は $\frac{10}{145} \times 100 \approx 7\%$ 程度であった。

ピーク面積
($\times 10^4 \mu V \cdot sec$)



(表3のグラフ) が29021グラフ分析には分析実験報告(直接捕集法)
ピーク面積に基づいて

ピーク高さ
($\times 10^4 \mu V$)



(表3のグラフ) が29021グラフ分析には分析実験報告(直接捕集法)
ピーク高さに基づいて

