

二硫化炭素を加熱脱着分析により定量が可能であるか確認するために、再現性及び脱着率の検討を行った。

2.2.2 装置、器具、薬品及びガス

2.1.1 と同様である。

2.2.3 実験方法

薬品を 1[ppm] (サンプル捕集量 5[L]における 12.7[mg/mL]) に調製する。その他は 5.1.2 の c) と同様である。ただし、分析は連続 2 回行う。

2.2.4 実験結果

二硫化炭素の相対標準偏差 (R.S.D. [%]) 及び脱着率を算出し、評価する。結果を表 2 に示す。

表 2 R.S.D. 及び脱着率 (n=3)

R.S.D. [%]	脱着率 [%]
3.05	99.6

2.2.5 考察

他の有機溶剤と同様に R.S.D. が 10.0 [%] 以内に収まっており、脱着率も 99.6 [%] と良好な結果が得られた。以上の結果から二硫化炭素を加熱脱着法で分析することが可能であると示唆された。

2.3 検量線の作成

2.3.1 目的

二硫化炭素を定量するための検量線を作成する。管理濃度が 1[ppm] に改正される場合、その 1/10 倍の濃度である 0.1[ppm] (サンプル捕集量を 5[L] とした時の 1.27[μ g]) から管理濃度以上の範囲で直線性を得る必要がある。そこで、0.1[ppm] から管理濃度の 10 倍の 10[ppm] までの範囲の検量線を作成し、直線性の確認をした。

2.3.2 実験結果

検討した絶対量[μ g]、サンプル捕集量を 5[L] として換算した濃度[ppm]、及びその時のピーク面積[μ V \cdot s]を表 3 に、検量線の相関係数 (R) 及び検量線の式は図 3 に示す。

表3 高濃度域のピーク面積

絶対量 [μ g]	濃度 [ppm]	ピーク面積 [μ V \cdot s]
0	0	3062.1
1.27	0.08	4517.6
12.7	0.82	30622.3
25.4	1.63	53678.4
63.5	4.08	123584.4
127	8.17	261380.2

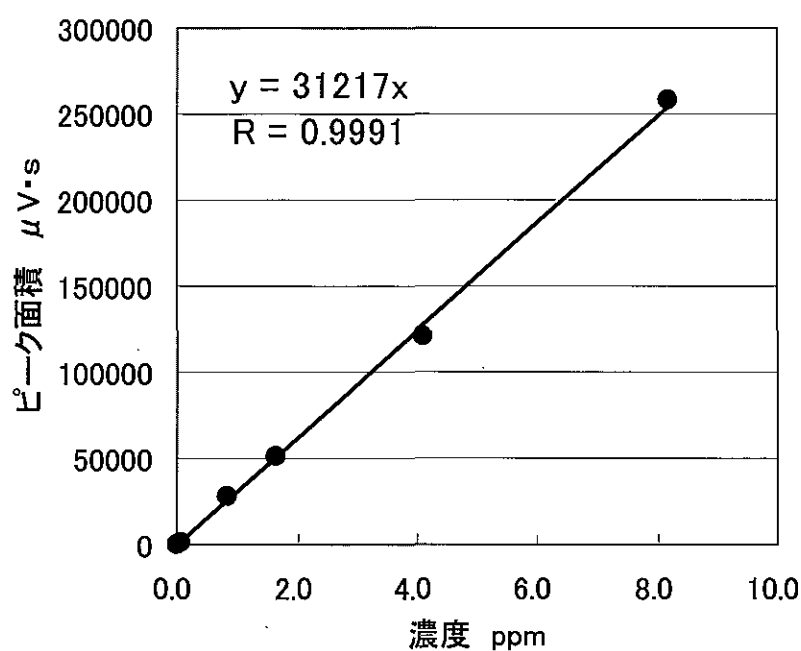


図3 二硫化炭素の検量線

2.3.3 考察

サンプル捕集量を 5[L] (0.5[L/min]で 10[min]捕集した量) とした際、管理濃度である 1[ppm]前後の範囲と管理濃度の約 10 倍までの範囲において検量線を作成し、概ね良好な直線性が得られた。

次に、管理濃度の 1/10 倍である 0.1[ppm]が定量できるかどうかを確認するためには、検出下限及び定量下限の確認を行わなければならない。

2.4 検出下限・定量下限の確認

2.4.1 目的

二硫化炭素の管理濃度が 1[ppm]に改正されるためには、その 1/10 倍の濃度である 0.1[ppm]まで精度良く定量できなければならない。そこで、定量下限を得る事ができるかを確認した。

2.4.2 装置、器具、薬品及びガス

2.1.1 と同様である。

2.4.3 実験方法

1.27[mg/mL] に薬品を調整する。これは、サンプル捕集量 5[L]とした時、管理濃度の 1/10 倍に相当する濃度である。それ以外の実験方法は 5.1.2 の c) と同様である。ただし、サンプル数は 5 である。

2.4.3 実験結果

検出下限、定量下限を算出する。管理濃度の 1/10 倍について連続 5 回分析した結果を表 4 及び表 5 に示す。

表 4 管理濃度 1/10 倍の結果 (単位: [μ V · s])

①	1615.5
②	1698.1
③	1899.0
④	1818.2
⑤	1593.6
平均	1724.9
標準偏差	131.3
R.S.D. [%]	7.61

表 5 検出下限・定量下限

検出下限 [ppm]	0.0147
定量下限 [ppm]	0.0489

2.4.4 考察

サンプル捕集量を 5[L]とした際、0.1[ppm]以下の定量下限を得ることができた。

参考値ではあるがヘキサンをブランクとした際の検出下限及び定量下限を

算出することとした。ヘキサンをブランクとしたとき R.T.5.2[min]付近に検出されたピーク面積を表6に、そこから算出した検出下限及び定量下限を表7に示す。

表6 ヘキサンプランクの結果 (単位: [$\mu\text{V} \cdot \text{s}$])

①	638.0
②	722.3
③	1071.7
④	773.9
⑤	591.2
平均	759.4
標準偏差	188.5
R.S.D. [%]	24.8

表7 検出下限・定量下限

検出下限 [ppm]	0.0211
定量下限 [ppm]	0.0703

表6と表7を比較するとヘキサンをブランクとした時の定量下限の方が大きい値をとっているため、表7に示す値が二硫化炭素の定量下限となる。しかし、0.1[ppm]以下に収まっているので、目標とする定量下限を得ることができた。

二硫化炭素の分析は他の物質と比べ、感度が悪い事と目的濃度が低い事が課題であった。しかし、加熱脱着法を適用させる事、0.5[L/min]で10[min]捕集し、捕集量を多くする事によって管理濃度の1/10倍の濃度まで精度良く分析できることが確認された。