

高感度分析法（Thermal Desorption=TD）と直接導入法との比較

ガスクロマトグラフに於ける**高感度分析法**とは、低濃度試料を大量に注入し、試料成分の絶対量を増やして測定下限値を下げ、低濃度試料の高精度な定量を可能にする手法です。その手法は、通常の直接導入法ではカラム負荷量の問題で、ワイドボアキャピラリーカラムの場合でも最大 2ml 程度ですが、高感度分析法では試料量の上限はありません。ここでは 20ml（20 倍）の試料量を例にして紹介します。SRI のガスクロマトグラフには、トラップ濃縮加熱脱離ユニットがガスクロ本体に装着されています。そのユニットには Tenax-GR と Carbosieve を充填した二本のトラップ管が装着されており、室温でトラップした場合、Tenax-GR を破過した成分は Carbosieve で捉えます。トラップ完了後、トラップ管は 200℃に加熱されトラップ剤を脱離した試料成分はバルブ切替によってカラムに移送され、検出器で測定されます。

試料は SRI 社 8610C GC を用いて、代表的環境汚染物質（クロロエチレン(CE)、1,4-ジオキサンを含む揮発性有機化合物標準ガス、各 1ppm(ただしベンゼンは、0.5ppm)を使用し、を直接導入法（0.5mL）とトラップ濃縮加熱脱離法（20mL）を行い、ピーク面積値を比較しました。

DELCD 検出器	CE	1_1-DCE	DCM	c-1_2-DCE	1_1_1-TCA	CCl4
直接導入法	90.0948	201.8636	297.068	285.7204	431.6086	699.6992
高感度法	1303.4	3539.805	4869.262	4129.34	3794.996	4551.894
倍数	14.47	17.54	16.39	14.45	8.79	6.51
DELCD 検出器	1_2-DCA	TCE	c-1_3-DCP	t-1_3-DCP	1_1_2-TCA	PCE
直接導入法	490.78	412.4508	254.5804	147.4858	470.904	585.197
高感度御法	5683.914	6218.242	2731.964	1135.106	4384.696	7197.745
倍数	11.58	15.08	10.73	7.70	9.31	12.30

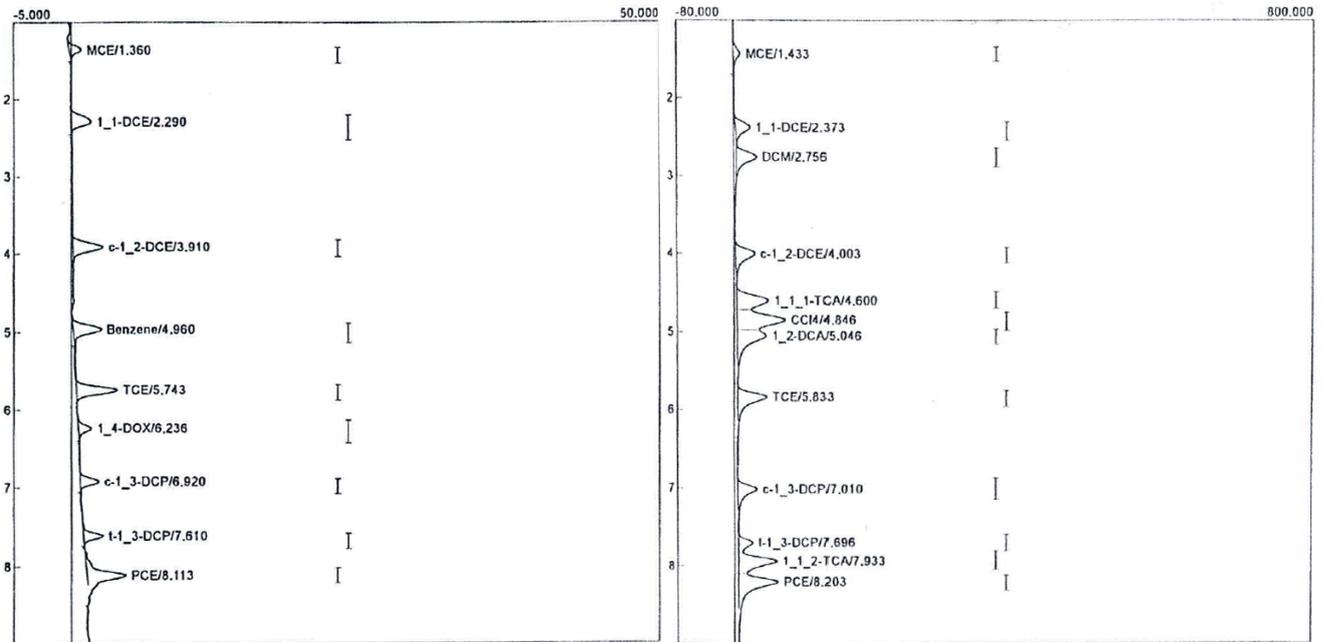
倍数は、各成分により異なりますが、高感度分析法は、少ないものでも 6 倍、多いもので 17 倍の感度を得ることができます。実試料で低濃度が予想されるクロロエチレンの場合は、14.47 倍となるため、定量精度は大幅に改善されます。

【直接導入法】

1ppm 標準ガス試料をガスタイトシリンジで 1ml 注入

Lab name : TchnoInternational
 Client :
 Client ID : 8610C 1721
 Analysis date : 05/22/2017 12:25:16
 Method : SyringeInjection
 Description : Channel 1-PID
 Column : UA624W30m
 Carrier : N2@6PSI
 Data file : ChannelOne235.CHR()
 Sample : 1ppm Std Gas 1mL
 Comments : Benzene Only 0.5ppm

Lab name : TchnoInternational
 Client :
 Client ID : 8610C 1721
 Analysis date : 05/22/2017 12:25:16
 Method : SyringeInjection
 Description : Channel 2-DELCD
 Column : UA624W30m
 Carrier : N2@6PSI
 Data file : ChannelTwo233.CHR()
 Sample : 1ppm Std Gas 1mL
 Comments : Benzene Only 0.5ppm



Component	Retention	Area	Height
MCE	1.360	7.0752	1.031
1,1-DCE	2.290	14.7576	1.599
C-1,2-DCE	3.910	20.2992	2.615
Benzene	4.960	19.1484	2.450
TCE	5.743	24.5892	3.575
1,4-DOX	5.236	7.6744	1.161
c-1,3-DCP	6.920	9.6538	1.620
t-1,3-DCP	7.610	9.3834	1.715
PCE	8.113	32.4952	3.374

145.0764

Component	Retention	Area	Height
MCE	1.433	90.0948	9.525
1,1-DCE	2.373	201.8536	20.841
DCM	2.756	297.0680	28.498
c-1,2-DCE	4.003	285.7204	27.029
1,1,1-TCA	4.600	431.6086	44.891
CCl4	4.846	699.6992	613.058
1,2-DCA	5.046	490.7800	41.091
TCE	5.833	412.4508	41.343
c-1,3-DCP	7.010	254.5804	25.850
t-1,3-DCP	7.696	147.4858	19.892
1,1,2-TCA	7.933	470.9040	53.767
PCE	8.203	585.1970	55.543

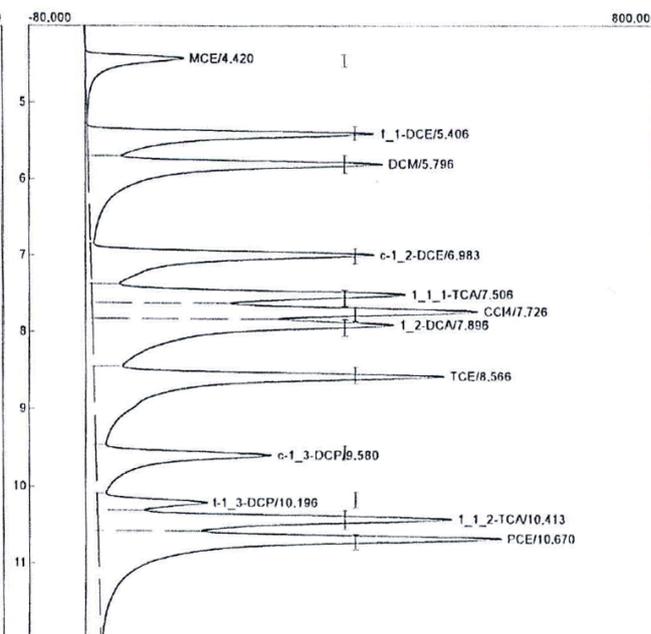
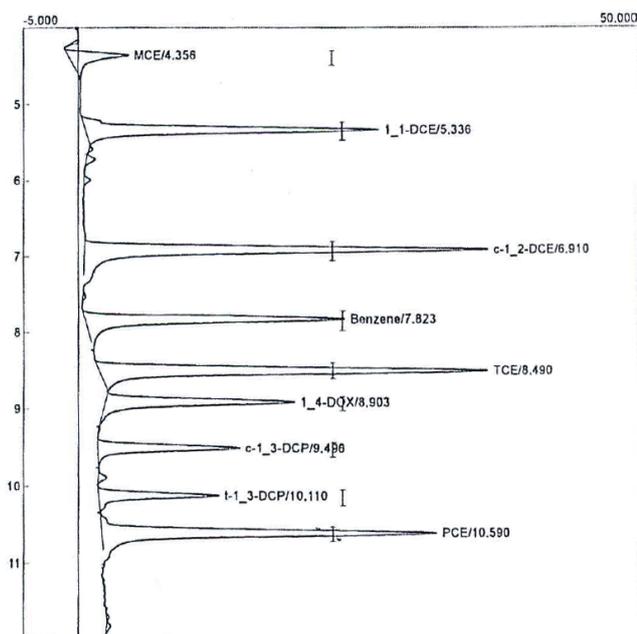
4367.4526

【高感度分析法】トラップ濃縮・加熱脱離法

1ppm 標準ガス試料をディスポシリンジで 20ml 注入

Lab name : TchnoInternational
 Client :
 Client ID : 8610C 1721
 Analysis date : 05/22/2017 11:19:47
 Method : ThermalDesorption
 Description : PID-Channel 1
 Column : UA624W30m
 Carrier : N2@6PSI
 Data file : PID15.CHR()
 Sample : 1ppm Std Gas 20mL
 Comments : Benzene Only 0.5ppm

Lab name : TchnoInternational
 Client :
 Client ID : 8610C 1721
 Analysis date : 05/22/2017 11:19:47
 Method : ThermalDesorption
 Description : DELCD-Channel 2
 Column : UA624W30m
 Carrier : N2@6PSI
 Data file : DELCD15.CHR()
 Sample : 1ppm Std Gas 20mL
 Comments : Benzene Only 0.5ppm



Component	Retention	Area	Height
MCE	4.356	39.8562	5.558
1,1-DCE	5.336	155.3388	25.910
C-1,2-DCE	6.910	238.3934	35.638
Benzene	7.823	156.4078	22.948
TCE	8.490	222.3238	34.322
1,4-DOX	8.903	105.2414	16.771
c-1,3-DCP	9.496	73.5208	12.686
t-1,3-DCP	10.110	58.7620	10.780
PCE	10.590	202.5276	29.441

1252.3716

Component	Retention	Area	Height
MCE	4.420	1303.3998	139.249
1,1-DCE	5.406	3539.8046	396.628
DCM	5.796	4869.2618	408.288
c-1,2-DCE	6.983	4129.3401	392.543
1,1,1-TCA	7.506	3794.9956	433.952
CCl4	7.726	4551.8936	534.045
1,2-DCA	7.896	5683.9136	416.702
TCE	8.566	6218.2415	484.521
c-1,3-DCP	9.580	2731.9638	245.249
t-1,3-DCP	10.196	1135.1058	154.637
1,1,2-TCA	10.413	4384.5960	489.831
PCE	10.670	7197.7448	558.371

49540.3614