

## 2. 解説

### a. 分析法

#### a-1. 分析フローチャート

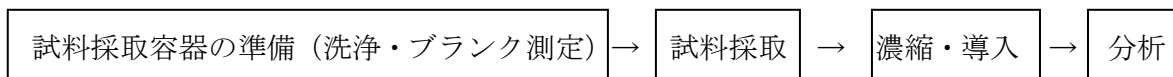


図1 分析フローチャート

#### a-2. 分析法の検討

##### ・ 検量線

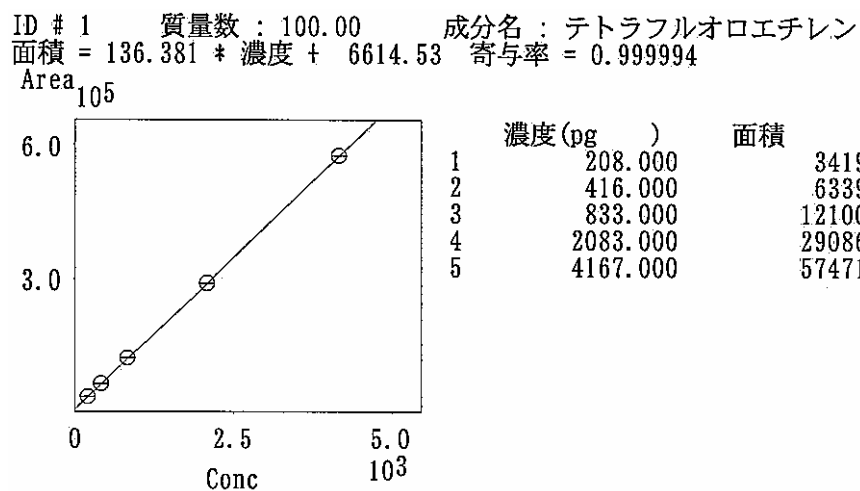


図2 検量線

##### ・ 検量線のクロマトグラム

テトラフルオロエチレン絶対量 0.208ng のクロマトグラム  
 (大気 500ml の濃縮により、大気中濃度として  $0.416 \mu\text{g}/\text{m}^3$  となる)

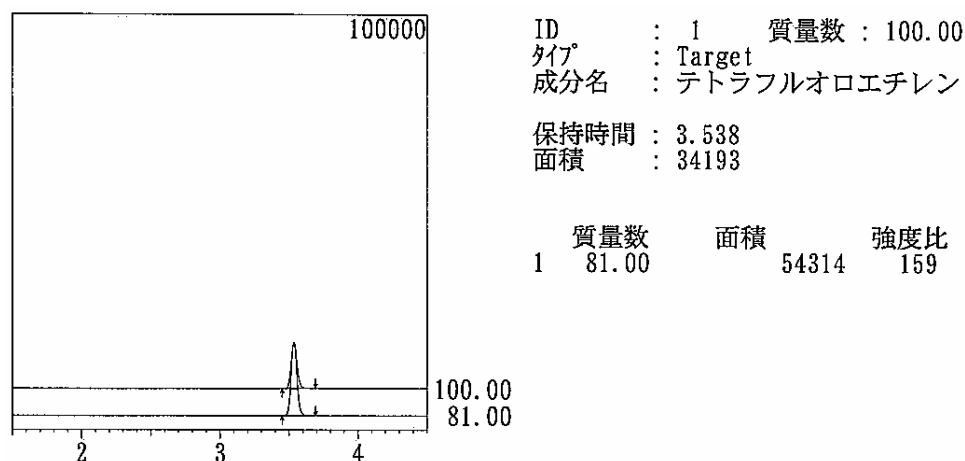


図3 SIMクロマトグラム (0.208ng 注入時)

・マススペクトル

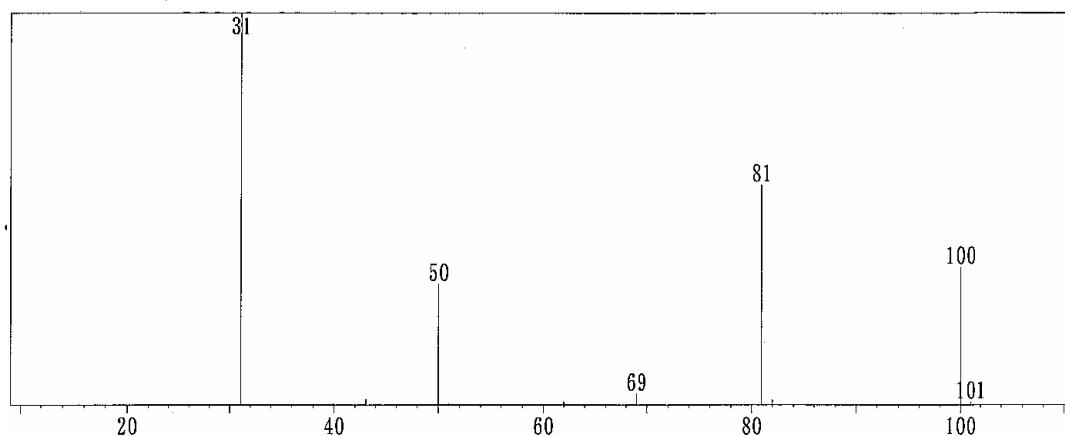


図4 マススペクトル

・破過容量の確認

低温濃縮装置の一次トラップ管に用いたテナックス TA は、テトラフルオロエチレンに対する破過容量が小さいので、ガスクロマトグラフを利用して、破過容量と絶対温度の逆数の直線関係から破過容量予測を行うことが出来なかった。

このため、次の試験で破過容量の確認を行った。

装置の最低冷却温度 (-190°C) でテナックス TA を冷却し、濃縮量を変えて検量線を作成し、1000ml まで良好な直線性を示したことから、1000ml まで破過が起っていないことを確かめた。

そして、テナックス TA の低温濃縮温度を-30°C、-100°C、-190°Cに変えて、1ppb のテトラフルオロエチレン 1000ml 濃縮し、ピーク面積の変化から低温濃縮温度での破過を確認した。

この結果、-190°Cの時のピーク面積を100%とすると、各温度のピーク面積は下記のようなになった。

表3. 破過容量の確認

|                  | -30°C | -100°C | -190°C |
|------------------|-------|--------|--------|
| テトラフルオロエチレン回収(%) | 0     | 84.7   | 100    |

このように、1000ml の濃縮で、-30°Cでは全てが破過し、-100°Cでは2割程度の破過が起こった。

このことから、一次トラップ (テナックス TA) の低温濃縮温度は、-190°Cとした。

・添加回収試験

本法により大気試料をキャニスターに採取し、テトラフルオロエチレンが検出されなかった大気試料に、試料中ガス濃度として  $1.35 \mu\text{g}/\text{m}^3$  となるように標準ガスを添加し、添加回収試験を行った。

この結果7試料の平均回収率は97.0%となり、良好な添加回収率が得られた。

表4. 添加回収試験結果

| 物質名                                  | テトラフルオロエチレン |
|--------------------------------------|-------------|
| 試料濃縮量 (mL)                           | 500         |
| 注入量 (pg)                             | 675         |
| 結果 1                                 | 686         |
| 結果 2                                 | 672         |
| 結果 3                                 | 668         |
| 結果 4                                 | 666         |
| 結果 5                                 | 641         |
| 結果 6                                 | 623         |
| 結果 7                                 | 625         |
| 平均値                                  | 654         |
| 標準偏差                                 | 24.9        |
| CV (%)                               | 3.8         |
| 濃度換算平均値 ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ) | 1.31        |
| 設定濃度 ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )    | 1.35        |
| 回収率 (%)                              | 97.0        |

・添加回収試験のクロマトグラム

テトラフルオロエチレン絶対量 0.686ng のクロマトグラム  
(大気 500ml の濃縮により、大気中濃度として  $1.36 \mu\text{g}/\text{m}^3$  となる)

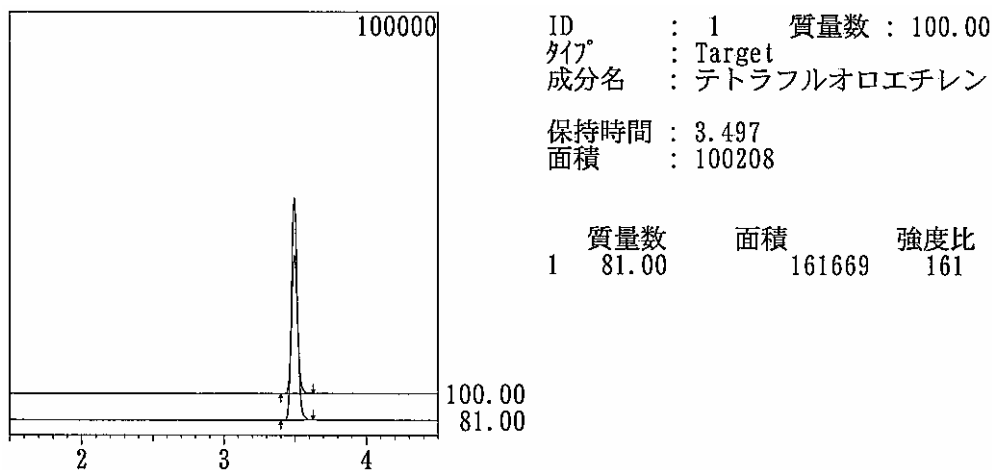


図5 SIMクロマトグラム (0.686ng)