

**測定対象：**

廃水中のベンゼン

**目的：**

ベンゼンの検量線を作成し、定量限界を求めた。また、廃水サンプル中のベンゼン濃度を計算した。

**測定方法：**

DB-624 カラム搭載の zNose Model 4200 に使用する。測定条件は下記のとおり

サンプリング時間：7 秒

センサー温度：20℃

カラム温度：30 - 170℃（カラム昇温 5℃/秒）

サンプルには、それぞれ『915308』『917601』という名前を付けた。サンプルは、40mℓバイアルにそれぞれ 10mℓ 注入し、セプタで密封し、室温で平衡状態になった後、2 回測定し、その平均値を測定結果とした。

**試料調製**

1. **ベンゼンのスタンダード：**ベンゼンを 2 μℓ、純水 10mℓ に希釈。次にその希釈溶液 100 μℓ を 40mℓ バイアルに純水 40mℓ の注入して希釈して、500ppb(v/v) のベンゼン溶液を作成した。（溶液からのベンゼンの揮発を最小限にするため、バイアルを振り混ぜるための空間を 1mℓ 程度確保した。）作成した希釈液は、揮発を防ぐため冷温で保存した。この希釈液を利用して、同様の方法で下記の濃度の異なるベンゼン希釈液を作成した。作成された希釈液は 40mℓ バイアルにそれぞれ 10mℓ ずつ注入し、測定した。

ベンゼン希釈液 mℓ	純水 mℓ	濃度 ppb
10	0	500
10	30	125
5	35	62.5
5	75	31.25

2. **サンプル『915308』：**この廃液の原液は、下記の表（左）の方法で希釈し、13%と6%の濃度の希釈サンプルを作成した。次に、6%の希釈サンプルを下記の表（右）の方法で、異なる濃度の希釈サンプルを作成し、40mℓ バイアルにそれぞれ 10mℓ ずつ注入し、測定した。

『915308』原液 mℓ	純水 mℓ	濃度 %	『915308』6.25%液 mℓ	純水 mℓ	濃度 %
5	35	12.5	10	10	3.13
5	75	6.25	10	30	1.56
			10	70	0.78
			5	75	0.39

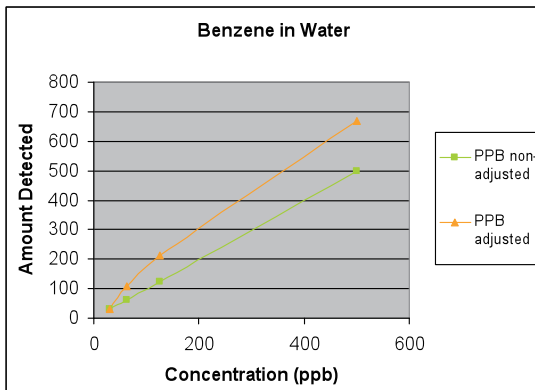
2. **サンプル『917601』：**この廃液サンプルは、原液(100%)と下記の表の方法で希釈した50%と25%希釈液を作成し、40mℓ バイアルにそれぞれ 10mℓ ずつ注入し、測定した。

『917601』原液 mℓ	純水 mℓ	濃度 %
10	0	100
10	10	50
5	15	25

全てのサンプルは、揮発を防ぐため冷温で保存し、測定は、室温にて実施した。

**測定結果：**

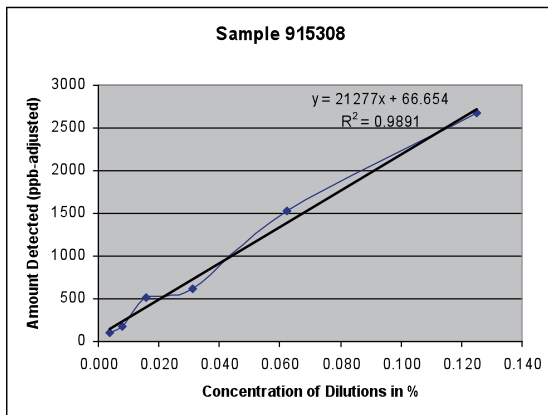
1. **ベンゼンのスタンダード：**下図は、一点検量（緑色）と多点検量（オレンジ色）で得られた検量線グラフです。一点検量では、ベンゼン標準液の 31.25ppb を基準に検量線を作成した。また多点検量では、500ppb、125ppb、62.5ppb、31.25ppb の 4 つのベンゼン標準液で得られた出力値を検量線のデータとして利用した。下記の表は、それらの数値データです。



ベンゼン標準 ppb	zNose 出力値 Cts	一点検量での ppb	4点検量での ppb
500	1036	500	670
125	329	125	212
62.5	169	62.5	110
31.25	51	31.25	33

2. **サンプル『915308』：**この原液のベンゼン濃度は大変高いため、希釈して測定する必要があった。

測定に際して、まず 8 分の 1 (12.5%) に希釈し、さらに定量限界値に近い濃度まで希釈した。今回の場合、最小濃度は原液の 0.39%であった。ベンゼン濃度の測定結果は、かなり良いリニアリティーを得ることができた。本測定での、ベンゼン最小濃度は 100ppb であった。この結果から推定する原液のベンゼン濃度は、21343 ppb であった。



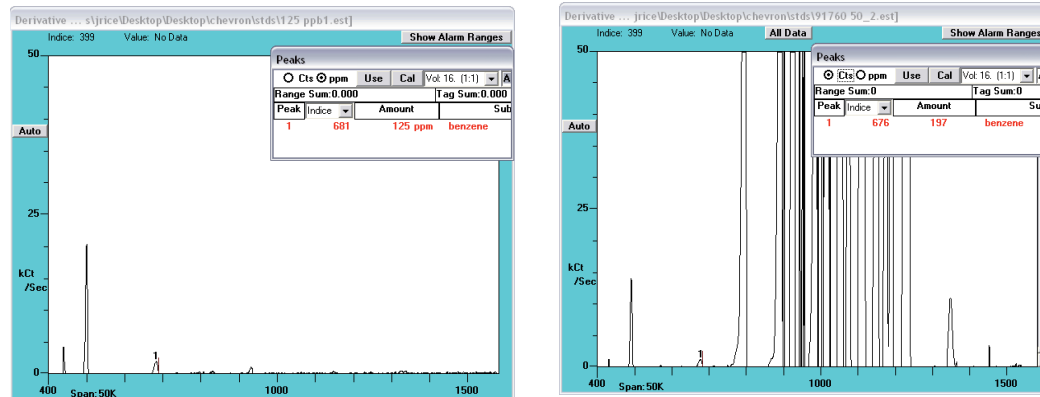
『915308』 希釈濃度 %	ベンゼン濃度 四点検量での検知量 ppb
12.5	2673
6.25	1537
3.13	625
1.56	520
0.78	183
0.39	100

3. **サンプル『917601』：**この廃水の原液は、そのままの状態ベンゼン量を測定した。その後、最小濃度付近まで希釈をして測定した。本液の最小希釈率は、原液の 25%であった。この時の 4 点検量をもとにしたベンゼンの最小濃度は、55ppb であった。また、原液のベンゼン量は、220ppb であった。

『917601』 希釈濃度 %	ベンゼン濃度 四点検量での検知量 ppb
100	220
50	112
25	55

### クロマトグラフ：

下記のグラフは、ベンゼンのスタンダードでの測定データとサンプル『917601』の50%希釈溶液でのクロマトグラフ。



### まとめ：

本検証での主目的は、ベンゼンの検知で、廃液サンプルに含まれている可能性のある MTBE(methyl t-butyl ether) やその他の炭化水素の検証は、ベンゼンとは検知レベルが異なるため行なわなかった。ベンゼン以外の複合物質の測定に当たっては、追加サンプルと測定メソッドの再検討が必要と思われる。

本測定では、ベンゼン濃度 500、125、63、31ppb (v/v) の希釈液を準備した。ベンゼンの最小濃度は、31ppb であった。次に、zNose のソフトウェアプログラムを使い検量線を作成し、未知の標準液のベンゼン濃度を測定した。このプログラムでは、検量線上の 2 点をとり、これらの点を通過する直線を引くことができます。この 2 点間にはいる未知の濃度のサンプルの測定結果は、このライン上になります。その結果、一連のトレンドラインが検量線について作成されることになり、未知の濃度の測定結果は換算され、調整した値として表示される。

サンプル『915308』は、測定前に希釈して、濃度レベルを下げた。サンプルでのベンゼン最小濃度は、原液の 250 分の 1 (0.4%) に希釈したで得られた 100ppb であった。その結果、原液のベンゼン濃度は、212343ppb と推定された。この原液は高濃度のため、希釈したサンプル溶液の濃度より原液の濃度を推定した。

サンプル『917601』は、『915308』より濃度が大変低く、4 分の 1 (25%) に希釈するので十分であった。25%の希釈液のベンゼン最小濃度は 55ppb であった。原液のベンゼン濃度は 220ppb であった。結果は、3つのサンプルについて、良好なリニアリティを示した。この場合のダイナミックレンジは 10 の二乗で、SAW センサーはこの範囲で正確なリニアリティを示したことになる。