

1995) が改定されたこともあり、時期を得た表題であり、多くの読者の興味を呼んだことと思います。ところが一読すると、表題から期待する内容とかけ離れ、解説記事としても不明と思えるところが多々見られ、特にページ&トラップ部分について説明が不十分のように見受けられます。依頼記事でもあり、貴誌の編集上の理由もあろうかと思いますが、あえて苦言を申し上げる次第であります。ページ&トラップ装置については、幾つかの点について、筆者なりに補足が必要と思われる事項をまとめました。参考にいただければ幸いです。

1 概要

ページ&トラップ法は、固体又は液体試料中の揮発性成分をガスクロマトグラフ (GC) に導入するための試料処理の方法であるヘッドスペース法という大きな分類の中に含まれる。ヘッドスペース法には、試料を容器に密閉し、気相部分との平衡状態を達成した後、この平衡状態をできる限り崩さないよう注意して気相の一部を GC に導入するスタティックヘッドスペース法と、気相または液相部分を強制的にパーズするダイナミックヘッドスペース法の二つの方法がある。このダイナミックヘッドスペース法は、容器内気相部分のみを強制的にパーズする方法と、容器内試料溶液に不活性ガスを吹き込みパーズするガストリップング法 (スパーチャー法) に分類される。ガストリップング法で、パーズした試料をトラップし、トラップした試料を GC に導入する方法がページ&トラップ GC 法である。トラップには主に吸着剤による吸着濃縮法が用いられる。このページ&トラップ法は、主に水試料を対象とし、これに含まれるパーズしやすい成分 (水に対する溶解度が低い成分) をパーズガスにより気相中に移動させ、いったんトラップした後 GC へ導入する。試料中のマトリックス (水) の影響を減らした GC への試料導入の方法として水質分析に広く利用されている。測定対象成分を試料のマトリックスから分離する試料処理方法であるとともに、GC にとっては大量試料導入の方法となる。トラップした測定対象成分を GC へ導入するには、加熱脱着による方法と、溶剤を使って回収後通常の液体試料導入を行う方法がある。加熱脱着による方法では、GC との結合方式により、オンラインとオフラインの二つの方法がとられる。水中の揮発性成分の分析では、オンラインの方法が用いられている。

「揮発性物質のページアンドトラップ GC/MS」について

本年第 5 号掲載の標記解説記事に関しては、「用水・排水中の揮発性有機化合物試験方法」(JIS K 0125-

2 装置の構成と分析動作

次に簡単に加熱回収・オンライン導入のための装置を

例にとり、構成と動作の説明を行う。

装置の構成は、試料を不活性ガスによりパージするパージ部、パージした試料を捕集するトラップ部、トラップした試料を加熱脱着により GC に導入するインターフェース部からなる。充てんカラムへの導入の際は、特別なインターフェースは必要としないが、キャピラリーカラムへの導入の際には、ピークの広がりを防ぐためのインターフェースが非常に重要となる。パージ & トラップ法の装置の基本は、短時間での効率良いパージと、トラップされた試料の急速脱着、カラム先端部分への揮発性成分の効果的なフォーカシングの組み合わせである。特に、トラップされた試料の全量をキャピラリーカラムでの分離に最適な流量で回収してカラムに導入するには、装置全体の最適化が必須である。

2.1 パージ部

試料の水に対する溶解度が低い成分については、極めて容易にパージすることができる。また、試料量とパージ容器（試料容器）を小さくすることで、パージ時間を短縮することができる。再現性の良いパージを行うには、試料温度を一定とすることも効果がある。

2.2 トラップと加熱回収部

パージされた試料成分は、トラップに捕集されるが、この過程では吸着剤へのクロマト的な捕集が行われる。パージに伴う大量の水分を除くためには、水に対する保持の弱い吸着剤（例えば Tenax TA）を用いるか、トラップした後水分除去（ドライパージ）を付加する。更に、トラップは加熱による回収が容易で、パージの間は十分測定対象成分の保持が行える、必要最小限のサイズを選択する。キャピラリーカラムでの分離に最適なキャリアーガス流量でトラップから測定対象成分を加熱脱着し GC へ導入するには、トラップのサイズを小さくするとともにカラムまでのデッドボリュームを小さくすることが必要となる。このトラップからの回収は、急速加熱を行うことで、速やかなカラムへの導入が達成される。

2.3 インターフェース部

トラップからカラムへの導入の際に、試料の広がりを抑えるために、カラム先端でのフォーカスを行う機能を受け持つ。トラップからの脱着が速やかに行えても、カラム液相への保持が弱い成分については吸着剤からカラムへの導入時にピークが広がる。これを防ぎ、狭いバンドでカラムへの導入を行うためには、カラム先端部分での液相の保持を強めるフォーカス（液相の膜厚を厚くす

る、カラム温度を下げる、部分的に保持の強い液相を追加する）、又はコールドトラップ/急速加熱が利用される。

3 日本への導入の経緯

パージ & トラップ装置は米国で 1978 年にヒューレットパッカード社から紹介され、パージ & トラップ GC 法は、1979 年に米国環境保護局（EPA）が水中の揮発性成分の分析法として公定分析法を定め利用を始めた。当初は充てんカラムを分離に用いていたが、メガボアカラムへ徐々に移行し、現在ではキャピラリーカラムを利用をしている。検出器としては、光イオン化検出器と電気伝導度検出器の利用から始まったが、後に質量分析計（MS）の利用が認められた。

日本への公定分析法としての導入は、1992 年厚生省の水道水の水質基準の改正に始まるが、改正のための評価を行っている時点では、キャピラリーカラム GC/MS にトラップした試料の全量を導入するパージ & トラップ装置は市販されておらず、幾つかの改良が行われた。具体的には、試料量の最適化、パージ容器の検討、トラップ（充てん剤、トラップ管サイズ）の検討、クライオフォーカスの方法等である。

以上、簡単にパージ & トラップの概要について説明を行いました。水中の揮発性成分の具体的な分析法については、最新の JIS K 0125-1995「用水、排水中の揮発性有機化合物試験方法」の解説が最適かと思しますのでこちらを参照ください。

電気化学計器株式会社 前田恒昭
千葉県衛生研究所 日野隆信