

EOG :GC-MS作業工程表 F-

EOG GC-MS作業工程表

測定年月日：	試料採取者：
環境技術開発者名：	捕集管No.：
対象機器：	試験条件： 標準 A B

溶媒抽出

抽出溶媒	実施日	実施者
トルエン・アセトニトリル	/	

炭酸ナトリウム添加

添加量	抽出開始時刻	抽出終了時刻	実施者
mg	/ , :	/ , :	

内標準添加

内標準種類	内標準濃度	添加量	実施日	実施者
2-プロピエタノール d4	0.1 μg/μL	1 μL	/	

確認

GC/MS

分離カラムの種類	注入量	File Name	実施日	実施者
	1 μL		/	

確認

結果

内標準 (2-プロピエタノール d4)	対象 (2-プロピエタノール)

6 . 実証試験結果と検討結果

6.1 排ガス処理性能試験結果

(1) 標準酸化エチレンガス処理試験

・標準酸化エチレンガス供給方法

20%酸化エチレンガスを 150 L タンク内に供給し、エジェクターにより一定量を吸引することで実証対象機器に導入した(図5 - 1)。濃度は実証対象機器に導入する前段で全炭化水素計にて測定を行った。本試験では触媒燃焼装置(CD-007)のみを使用した。

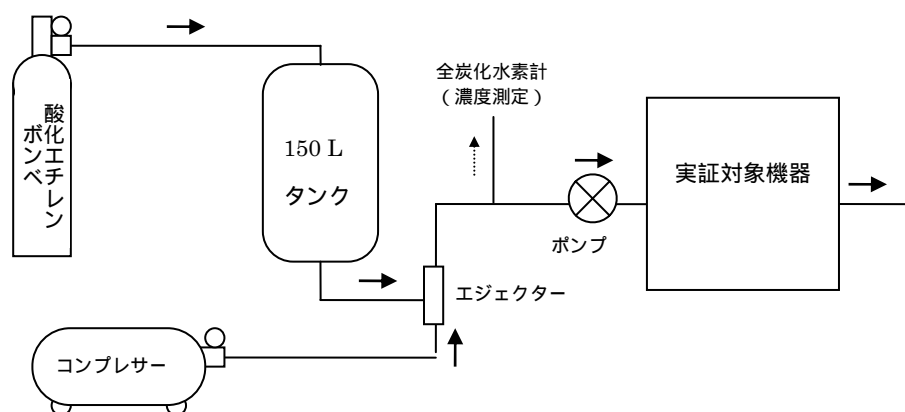


図5 - 1 標準酸化エチレンガス供給方法

試験条件および試験結果について表5 - 1に示す

表5 - 1 標準酸化エチレンガス試験条件および結果

項目		単位	測定値	
試験条件	処理時間	min	60	
	酸化エチレンガス濃度	%	平均 2.7 最大 2.7	
	流入ガス	温度		25.4
		流量	L/min	90
総流入量 (酸化エチレン)		g	260	
試験結果	酸化エチレン平均排出濃度	ppm	0.04 (捕集管 GC/MS 法)	
	単位時間あたり処理量	g/min	(平均処理量) 4.3 (最大処理量) 4.4	
	排出ガス	温度		62.0
		流量	Nm ³ /min	3.32
		総排出量 (酸化エチレン)	mg	16
	処理率 (移動収支)	%	99.9 以上	

処理時間：酸化エチレンガス供給量が安定した後、60分間を試験時間とした。

酸化エチレンガス濃度：全炭化水素計にて連続で測定した供給酸化エチレンガスの濃度。

流入ガス：温度はK熱電対、流量はフローメータを使用。総流入量は処理装置に導入された酸化エチレンガスの総重量を濃度、流量、温度より算出した。

$$\text{流入量(g)} = \sum_{60\text{分}} \frac{\text{濃度}(\%) \times \text{流量(L/min)}}{22.4 \times \frac{(273.15 + \text{温度}(\text{°C}))}{273.15}} \times 44 \quad 44: \text{酸化エチレン分子量}$$

酸化エチレン平均排出濃度：処理装置からの排ガスを一定量（0.5 L/min）で処理時間の間、ポンプによりバッグに採取し、捕集管に適量通気させ、GC/MSにより濃度を決定した。

単位時間あたり処理量：流入および流出ガスの炭化水素計により測定した酸化エチレンガス濃度より、酸化エチレン処理量を算出した。

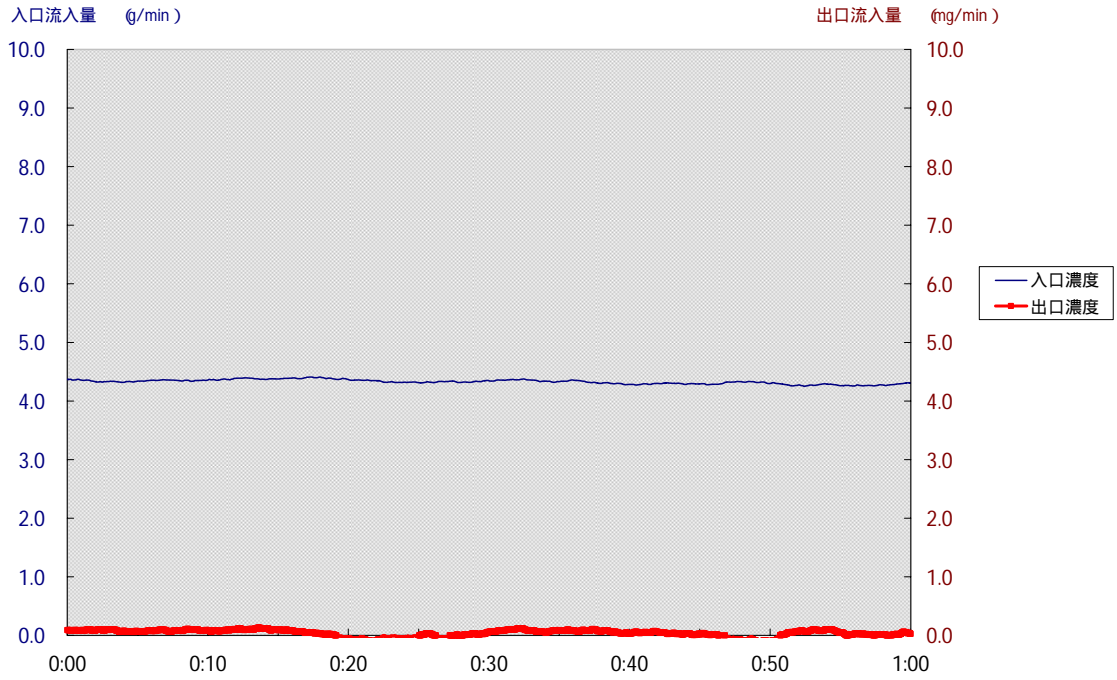
排出ガス：温度はK熱電対を使用。流量は熱線風速計にて流速を測定。総流入量は処理装置に排出された酸化エチレンガスの総重量を平均排出濃度、流量、温度より算出した。

$$\text{流入量(mg)} = \frac{\text{濃度(ppm)} \times \text{流量(L/min)}}{22.4 \times \frac{(273.15 + \text{温度}(\text{°C}))}{273.15}} \times 44 \times 60(\text{min}) \quad 44: \text{酸化エチレン分子量}$$

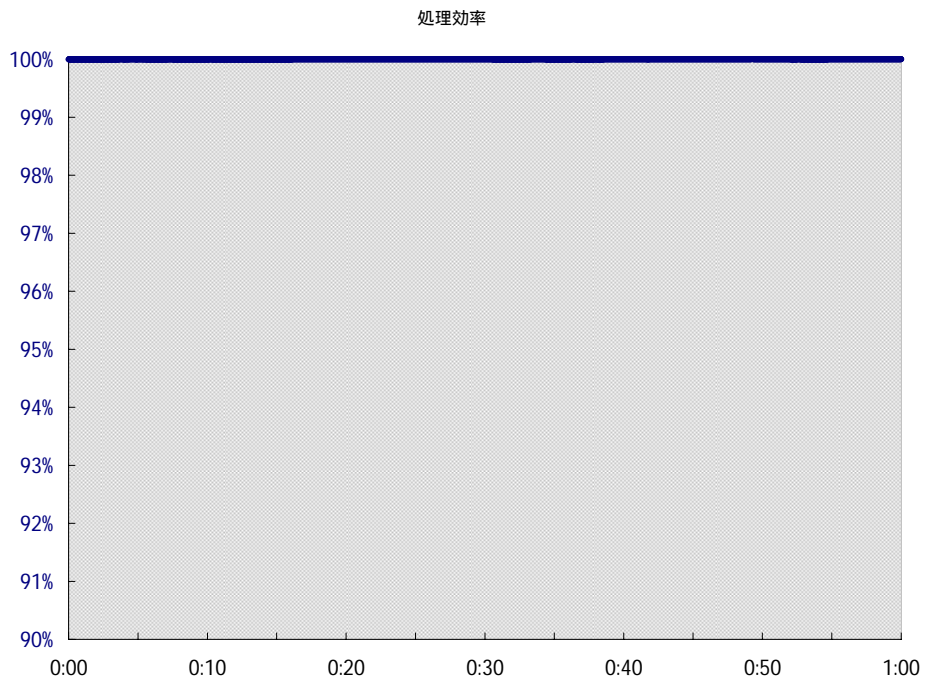
処理率：総流入量および総排出量より処理率を算出した。

$$\text{処理率}(\%) = \left(1 - \frac{\text{総排出量(mg)}}{\text{総流入量(g)} \times 1000} \right) \times 100$$

(酸化エチレンガス排出濃度推移チャート)



(処理効率推移チャート)

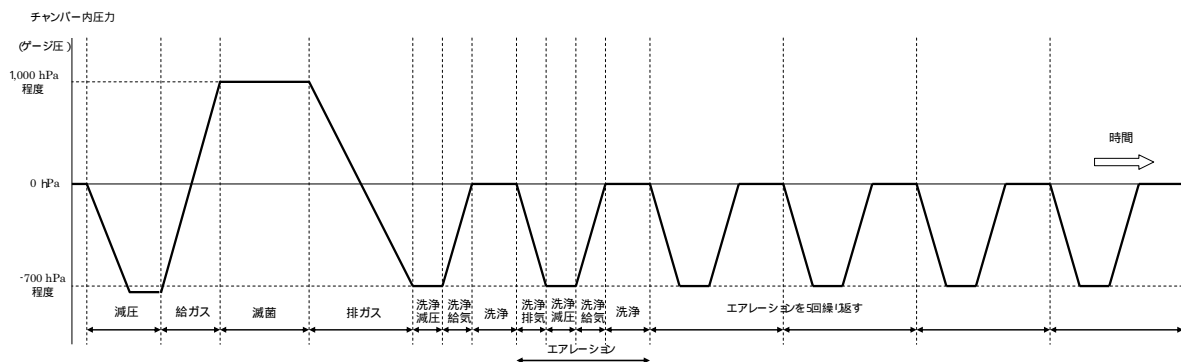


(2) 酸化エチレン滅菌器シミュレータ排ガス処理試験 (パターン A 150 L)

本試験では触媒燃焼装置 (CD-007) と濃度緩衝ユニット (CB-200) を使用した。

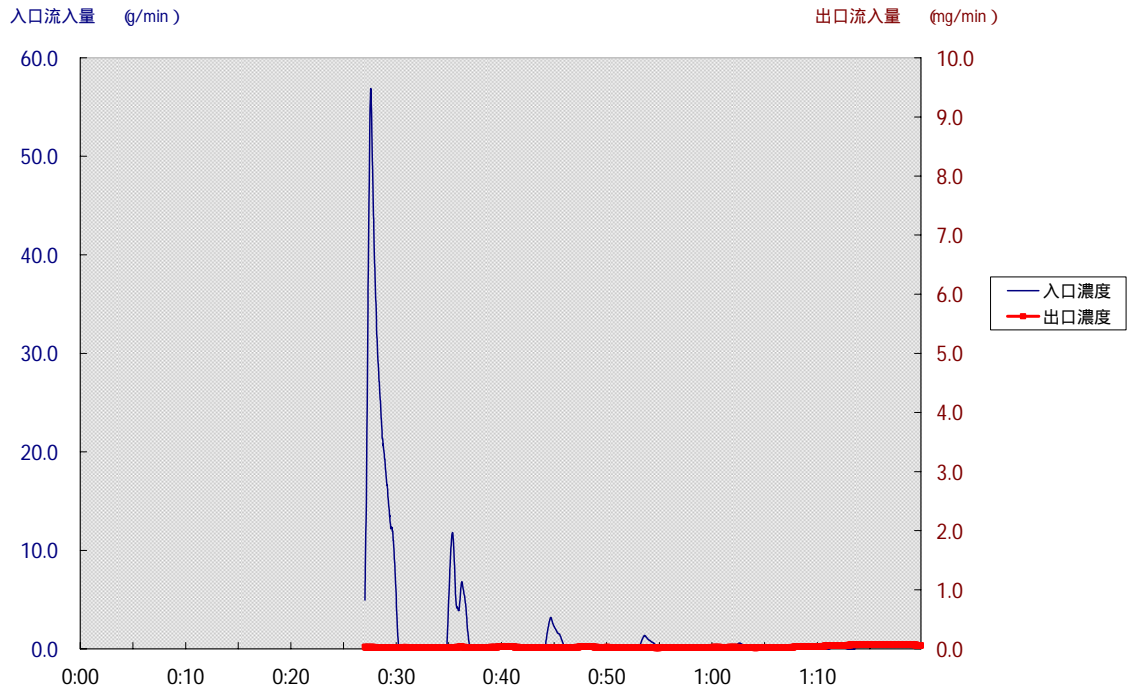
項目		単位	測定値	
試験条件	処理時間	min	53	
	チャンバー容量	L	150	
	流入ガス	温度		19.2
		流量	排ガス時	Nm ³ /min 平均 1.11 最大 3.11
			洗浄排ガス時	Nm ³ /min 平均 0.57 最大 1.63
総流入量 (酸化エチレン)	g	94		
試験結果	酸化エチレン平均排出濃度	ppm	0.02 (捕集管 GC/MS 法)	
	排出ガス	温度		58.2
		流量	Nm ³ /min	4.15
		総排出量 (酸化エチレン)	mg	8.8
	処理率 (移動収支)	%	99.9 以上	

(排出パターン)

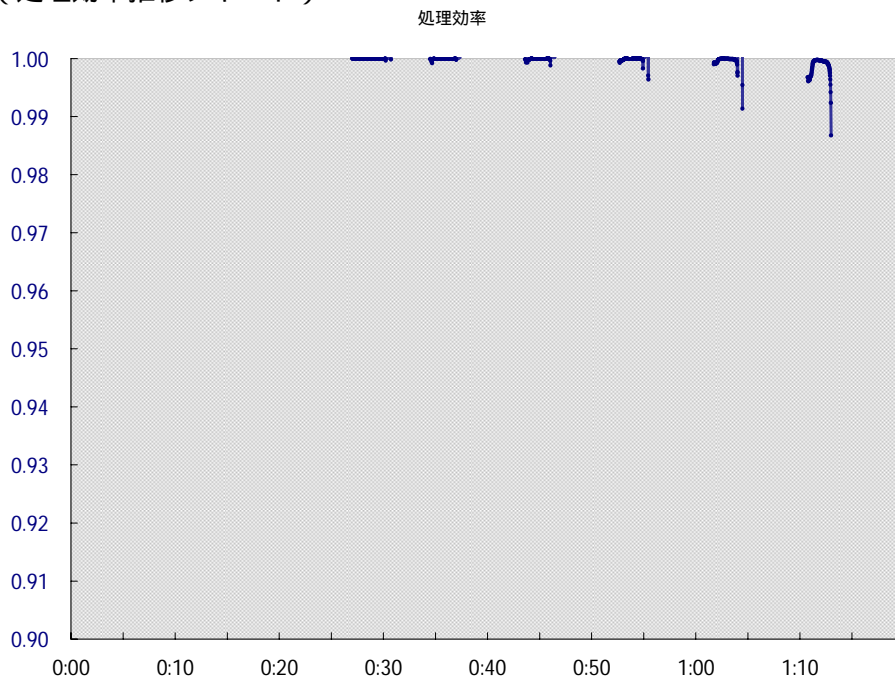


工程	時間 (分)	
減圧	6	
給ガス	6	
滅菌	2	
排ガス	10	
洗浄減圧	2	
洗浄給気	2	
洗浄	1	
エアレーション	洗浄排ガス	6
	洗浄減圧	2
	洗浄給気	4
	洗浄	1

(濃度推移チャート)



(処理効率推移チャート)



実験後半に一部処理効率が低下しているが、これは入口側流入量の低下により見かけ上処理効率が低下しているためである。

装置内の酸化エチレン残留の可能性について

パターン A 試験においては、濃度緩衝ユニットを使用しているため、装置内の水槽に酸化エチレンガスが残留する可能性がある。従って、試験後、空気のみを流した状態で装置出口における酸化エチレン濃度を測定し、酸化エチレン残留の可能性について調査した。

その結果、試験時の装置出口における酸化エチレン平均濃度は 0.02ppm だったのに対し、ガス停止後一時間の平均濃度も <0.01 ppm と低かったため、**残留の影響は少ない**と考えられた。なお、本装置では、滅菌器で通常行われる長時間 (~ 数時間) のエアレーションにおいて水槽内の曝気が完了している。

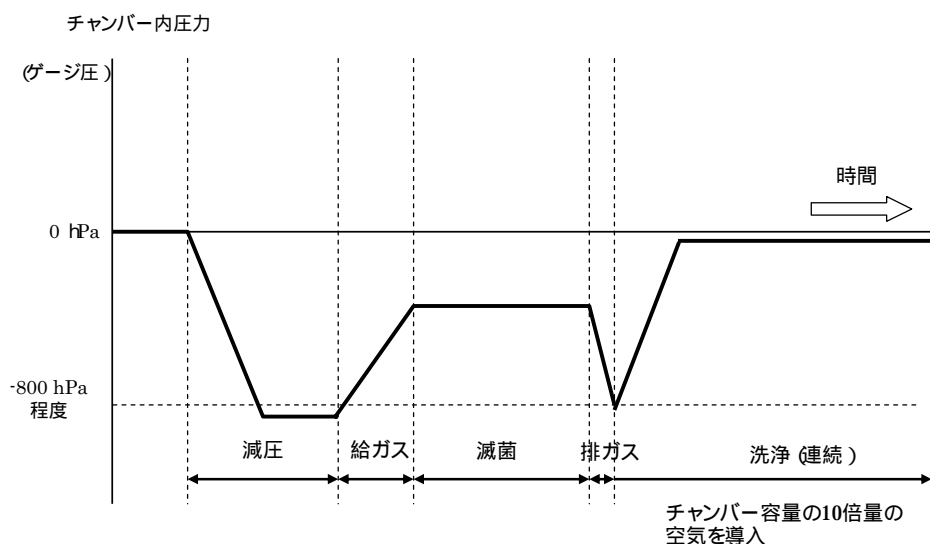
(3) 酸化エチレン滅菌器シミュレータ排ガス処理試験 (パターン B 150 L)

本試験では触媒燃焼装置 (CD-007) のみ使用した。

排気装置 : 【ドライポンプ】

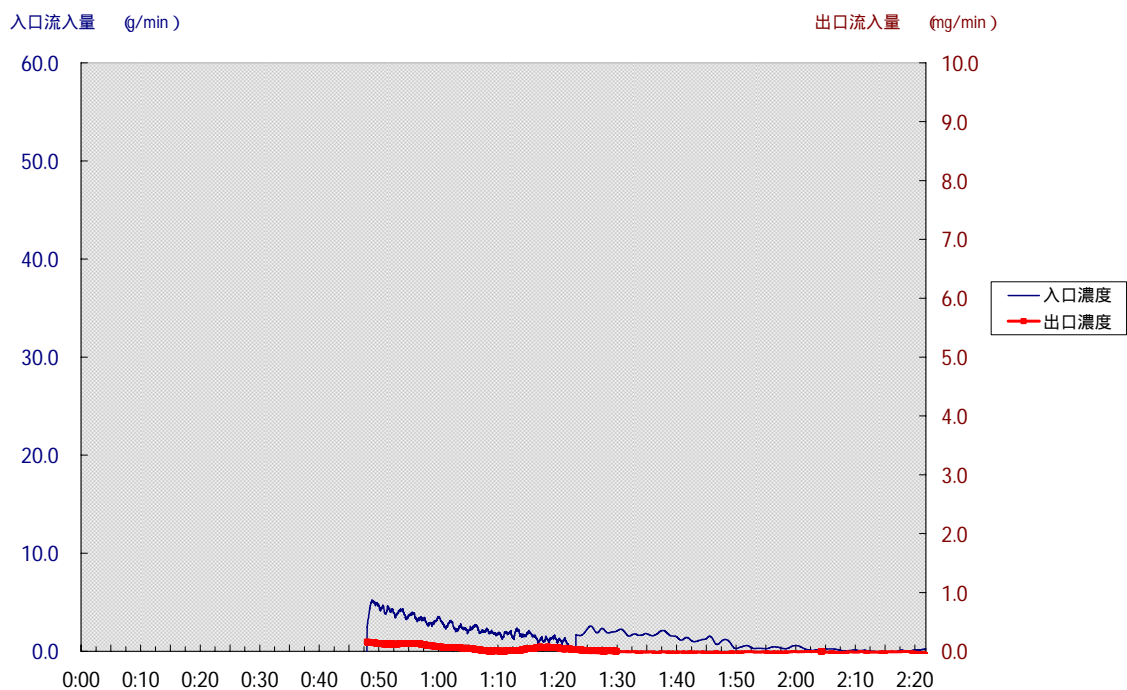
項目		単位	測定値		
試験 条件	処理時間	min	94		
	チャンパー容量	L	150		
	流入ガス	温度		27.4	
		流量	排ガス時	L/min	平均 2.7 最大 5.6
			洗浄 (連続)時	L/min	100
総流入量 (酸化エチレン)	g	135			
試験 結果	酸化エチレン平均排出濃度	ppm	< 0.01 (捕集管 GC/MS 法)		
	処理率 (移動収支)	%	99.9 以上		
	排出ガス	温度		54.3	
		流量	Nm ³ /min	3.78	
		総排出量 (酸化エチレン)	mg	2.0	

(排出パターン)

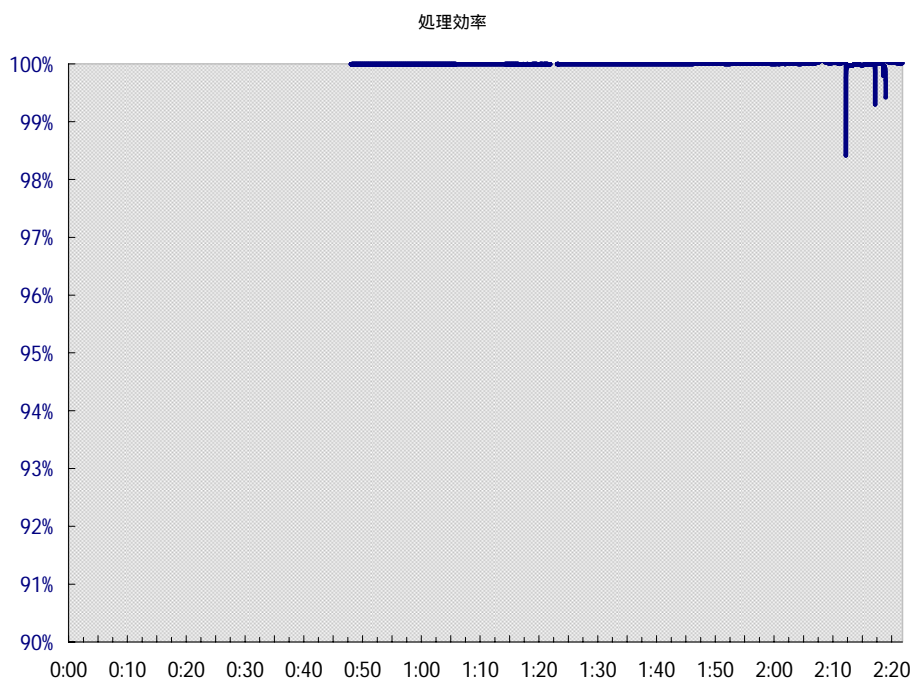


工程	時間 (分)
真空	5
給ガス	3
滅菌	6
排ガス	3
洗浄 (連続)	60

(濃度推移チャート)

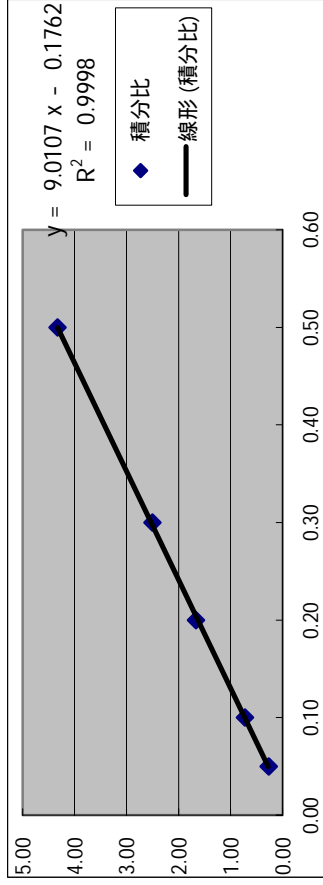


(処理効率推移チャート)



実験後半に一部処理効率が低下しているが、これは入口側流入量の低下により見かけ上処理効率が低下しているためである。

濃度	2-ブTE イタノール d4	2-ブTE イタノール	積分比
0.00	139451		
0.05	142765	37623	0.26
0.10	146169	105403	0.72
0.20	144776	240738	1.66
0.30	146520	366838	2.50
0.50	143221	620189	4.33



データ名	サンプル名	環境技術 開発者	試験名	2-ブTE イタノール d4	2-ブTE イタノール	積分比	溶液濃度 μg/ml	捕集ガス量 L	温度	濃度 mg/m3	濃度 ppm
041206st.d17	20041102_15	島川製作所	パターンA	98294	589399	5.996	0.685	16		0.047	0.024
041206st.d19	20041102_17	島川製作所	パターンB	125711	96833	0.770	0.105	21		0.006	0.003
041206st.d21	20041102_18	島川製作所	標準	104939	1378710	13.138	1.477	20		0.081	0.041
041206st.d16	20041102_13	島川製作所	トラハルブランク	82462	1256	0.015	0.021				
041206st.d18	20041102_16	島川製作所	パターンA 試験後	95400	69665	0.730	0.101	20		0.005	0.003
041206st.d20	20041102_17	島川製作所	パターンB 捕集剤二層目	113551	1362	0.012	0.021	21		0.001	0.001
041206st.d22	20041102_19	島川製作所	標準 二重測定	117045	1238984	10.586	1.194	20		0.065	0.033

6.2 環境負荷実証項目

(1) 騒音

測定方法：高さ 1.2m、距離 1m、4 方向で、装置運転時と停止時において、 L_{Aeq} 及び L_{Ceq} の測定を数値が安定するまで（1 分程度）行うこととする。 L_{Aeq} とは、A 特性による等価騒音レベルであり、 L_{Ceq} は C 特性による等価音圧レベルである。ここで A 特性とは、振動数による人間の聴覚特性を考慮し、人間の耳に聞こえる音の大きさに近い騒音レベルを示すよう補正したものであり、C 特性とは、補正を加えない純粋な騒音レベルを示すものであり、一般に人間の耳には認識しにくい低周波成分が、数値に大きく影響してくる。

	LAeq			LCeq		
	運転時	暗騒音	補正後	運転時	暗騒音	補正後
前面	55.4	44.6	55.0	69.9	63.4	68.8
背面	57.4	43.6	57.2	68.4	66.0	(64.7)
右側面	54.5	39.3	54.4	68.9	63.0	67.6
左側面	60.0	44.8	59.9	68.9	64.9	(66.7)

暗騒音補正後の騒音レベルが、暗騒音より +3dB 以内のものは、データとしての信頼性に欠けるため（ ）とした。

主な騒音発生源は左側面と背面のファンである。その左側面で $L_{Aeq}59.9$ という値を示している。通常の使用では環境に影響を与えないレベルであると思われるが、設置場所・運転時間には周囲住宅への配慮等を要すると思われる。

6.3 運転及び維持管理実証項目

(1) 使用資源

・電気使用量

電力計により一回の運転あたりの電力使用量を測定した。各実証試験の開始前および終了後に記録を行い、差分より使用電力量を求めた。

試験名	測定値 (kWh)	測定時間 (min)
標準酸化エチレンガス処理試験	1.25	60
パターンA	3.10	53
パターンB	4.30	94

(2) 運転および維持管理性能

運転および維持管理性能に関する項目について環境技術開発者から提出された技術仕様書等より評価を行った。

(定性的所見)

項目	所見
機器運転 維持管理に必要な人員数 技能	一人で操作可能。通常の運転であれば特殊な技能は必要ない。
運転及び維持管理マニュアルの評価	操作自体が簡易であるため、通常の運転に関しては理解しやすい。異常時の処置方法も、図や写真により説明されているため理解しやすい。
その他 (実証対象機器の発熱等)	本体の発熱量は少なく、作動中の装置上部を触れても問題ない程度の装置の表面温度である。また、排ガスも熱交換等により冷却され、温度が低く抑えられている。

(参考情報)

このページに示された情報は、全て環境技術開発者が自らの責任において申請した内容であり、環境省及び実証機関は、内容に関して一切の責任を負いません。

製品データ

項目		環境技術開発者 記入欄	
名称 / 型式		酸化エチレン処理装置 / PurEo (ピュレオ) 触媒燃焼装置 (CD-007) 濃度緩衝ユニット (CB-200)	
製造 (販売) 企業名		株式会社 島川製作所	
連絡先	TEL / FAX	072-822-8515 / 072-822-8566	
	Web アドレス	http://www.shimakawa.co.jp	
	E-mail	infodesk@shimakawa.co.jp	
サイズ / 重量		W 750 mm × D 650 mm × H 1,380 mm , 250 kg	
前処理、後処理の必要性		なし	
付帯設備		水封式ポンプの場合 濃度緩衝ユニット CB-200 (水温制御用ユニット- 含む)	
対応できる滅菌器種等の特記事項		ドライ真空ポンプおよびエジェクターに対応 (滅菌器側での流量制御が必要) 水封式ポンプの場合は濃度緩衝ユニット CB-200 を接続 (滅菌器側での流量制御は不要)	
実証対象機器の安全性		触媒温度異常、排気温度異常、ファン異常、触媒差圧異常、濃度緩衝ユニット異常等によりEOG遮断、触媒部冷却後停止する。触媒温度は3つの温度センサーによって管理されている。	
トラブルからの復帰方法		各異常条件を取り除き、異常リセットスイッチを押し、もう一度運転スイッチを押し、して復帰。	
非常事態への対応 (停電時)		停電により停止した場合、EOG の導入は遮断され、直接排気される。電源復帰後も停止し自動的に再開されないため、再度手動にて運転スイッチを押す。	
非常事態への対応 (高濃度ガス流入時)		触媒温度が異常となった場合、EOG 導入弁閉、緊急排気弁開とし、触媒部冷却後停止する。	
処理性能の持続性		対象とするガスには酸化エチレン、二酸化炭素および空気以外の成分を含む可能性が低く、触媒毒による劣化はおきにくい、異常高温による触媒の劣化はありうる。	
実証対象機器寿命		10年 (島川製作所による定期メンテナンスを行った場合)	
コスト概算 (円) (電力消費量は実証機関による測定値)	イニシャルコスト		
	本体価格	× 1台	3,300,000
	試運転調整費	× 1式	100,000
	濃度緩衝ユニット(オプション)	× 1式	(1,850,000)
	合計		3,400,000
	ランニングコスト		
	1運転あたり(A)	3.10 kWh	32.8
	1運転あたり(B)	4.30 kWh	45.5
	EOG100g 処理あたり	0.70 kWh	7.4

その他メーカーからの情報

特徴	<p>低温触媒と小型熱交換器の採用により低ランニングコストと安全な処理を実現 温度、圧力センサ及び感震装置により高い安全性を確保。 省エネ、安全対策として、滅菌器からの信号による自動運転制御が可能。 濃度緩衝ユニット(オプション)により、水封式真空ポンプを使用している滅菌器への対応が可能。 二次生成物のエチレングリコールの発生濃度は COD 10 mg/L に相当し(島川製作所算出)、東京都の上乗せ基準にあたる 20 mg/L も下回っている。</p>
----	--

7 . 参考

7.1 標準操作手順書

7.2 記録表

「標準作業手順 SOP」

酸化エチレンの測定分析法

- 1 . 試料採取・調整
- 2 . GC-MS 分析
- 3 . 精度管理データの提出

東京都環境科学研究所
応用研究部

酸化エチレンの測定分析方法

[根拠] 環境庁：「有害大気汚染物質測定方法マニュアル（酸化エチレン）」

1 . 試料採取・調整

1.1 試料採取・調整用機材の準備

試料採取・調整用機材

- (1) 試料ガス採取装置：図 1 および 2
- (2) 捕集管：ORBO-78
- (3) 密閉容器（活性炭入）
- (4) ポリエチレン袋、シールテープ、ラベル、ビニールテープ

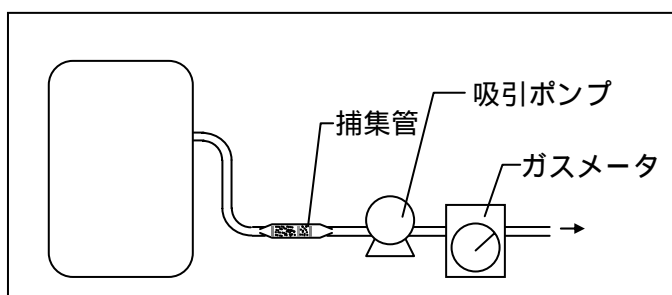


図 1 捕集管によるガス採取の一例

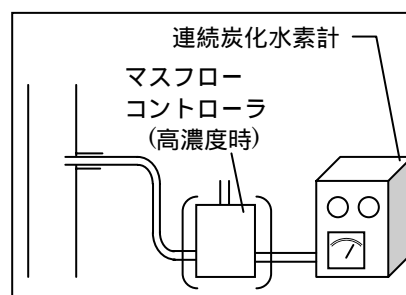


図 2 連続炭化水素計による測定の一例

1.2 試料ガスの採取操作

(1) 試料ガス採取操作

試料ガスの採取時のチェック項目および測定結果等は「サンプリング記録紙（フォーム [F- 1 ~ 2] ）に記録する。

捕集管による採取装置は漏れ試験を行う。漏れ試験は採取管のノズルをふさいで吸引ポンプを作動させ、ガスメータの指針が停止すればよい。この試験結果を記録しておく。

1.3 試料ガス採取量の算出

$$V_{SD} = V_m \times \frac{273}{273 + t} \times 10^{-3} \dots\dots\dots (1)$$

ここに、 V_{SD} : 標準状態 [0 , 101.325kPa] における試料ガス採取量 (m^3N)

V_m : ガスメータの読み (l)

t : ガスメータにおける吸引ガスの温度 ()

1.4 試料の保存・運搬

(1) 運搬容器の準備

活性炭を入れてあり、密閉ができる容器

(2) 捕集管の保存および運搬

採取後の試料は外部からの混入および分解を防ぐため、密閉・遮光できる容器に入れて保存し、実験室に運搬する。

採取した試料は、速やかに前処理以降の操作を行う。

試料運搬中に容器の破損、試料成分の揮発による損失がないようにクッション材を用い実験室に持ち帰る。

1.5 試料ガスの採取の記録

(1) 試料ガスの採取を行った場合は、次の項目について「サンプリング記録紙」(フォーム [F- -1 ~ 2]) に記録する。また必要に応じて現場写真も撮る。

- ・ 試料採取の日時
- ・ 試料対象：環境技術開発者名、対象機器名
- ・ 測定条件：標準試験・パターン A、B
- ・ 採取対象の条件：温度、流速
- ・ 試料採取条件：測定部の構造・サイズ、漏れ試験の結果、吸引時間、吸引ガス量

1.6 試料採取における配慮事項

(1) 試料の保管・運搬

採取後の試料は、外部からの混入および分解を防ぐため、密閉・遮光できる容器に入れ、保管・運搬する。

(2) 試料の代表性の確保

目的とする調査対象に対して代表試料の採取が適切に行われるようにする。

2. 試料からの抽出

[試料の前処理の概要]

採取した試料は、溶媒としてトルエン・アセトニトリル、および炭酸ナトリウムを添加し、一定時間（おおむね2時間）抽出し、ガスクロマトグラフ質量分析計によって測定を行う。

2.1 抽出操作用機材の準備

抽出操作用試薬類

- (1) メタノール： 特級 関東化学（株）
- (2) トルエン： ダイオキシン類分析用 関東化学（株）
- (3) アセトニトリル： 特級 関東化学（株）
- (4) 炭酸ナトリウム： 特級 関東化学（株）
- (5) 標準原液（ $0.1 \mu\text{g}/\mu$ ）：2-プロモエタノール（関東化学（株））284mgをメタノールに溶解して100m とし、さらにメタノールで10倍に希釈する。この標準原液 1μ 中の2-プロモエタノールは酸化エチレンとして $0.1 \mu\text{g}$ に相当する。
- (6) 標準溶液：標準原液の $0.5 \sim 5 \mu$ と内標準溶液 1μ を1.0m のトルエン/アセトニトリル（1：1）に希釈して5段階程度の標準濃度系列用の標準溶液を調製する。標準溶液は使用時に調製する。
- (7) 内標準物質：2-プロモエタノールd4
- (8) 内標準溶液（ $0.1 \mu\text{g}/\mu$ ）2-プロモエタノールd4（98% 和光純薬（株））269mgをメタノールに溶解して100m とし、さらにメタノールで10倍に希釈する。この内標準溶液 1μ 中の2-プロモエタノールd4 は酸化エチレンd4 として $0.1 \mu\text{g}$ に相当する。

抽出操作用機器

- (1) 抽出瓶：スクリューキャップ付パイアル瓶（容量1.3ml）
- (2) マイクロシリンジ：容量 5μ 程度のもの。

2.2 抽出操作

- (1) 捕集管から捕集剤を 1.3m のスクリューキャップ付パイアル瓶に取り出し、トルエン/アセトニトリル（1：1）1.0 ml を加えて抽出した後、炭酸ナトリウム 100mg を加えて2時間以上放置したものに、内標準溶液（ $0.1 \mu\text{g}/\mu$ ） 1μ を加えたものを試験液とする。なお、10 試料に1回の割合で2層を別々に抽出し2層目に一定割合（1層目の10%程度）以上の測定対象物質がないことを5 の試験操作をそれぞれ行って確認する。2層目に一定割合以上の測定対象物質が認められた場合は測定対象物質の破過が疑われるた

め、捕集量等を検討して再度採取を行う必要がある。

(2) 操作ブランク試験

操作ブランク試験は、試験液の調製または分析機器への導入操作等に起因する汚染を確認し、試料の分析に支障のない測定環境を設定するために行うものである。試料採取用と同一ロットの捕集管を用意し、試料と同様に抽出し、‘操作ブランク’試料とする。

(3) トラベルブランク試験

トラベルブランク試験は、試料採取準備時から試料分析時までの汚染の有無を確認するためのものであり、採取操作以外は試料と全く同様に扱い持ち運んだものを抽出し、‘トラベルブランク’試料とする。

(4) 二重測定

試料採取、前処理操作および機器分析における総合的な信頼性を確保するために、同一条件で採取した2つ以上の試料について同様に分析し、定量下限値以上の濃度の測定対象物質について両者の差が30%以下であることを確認する。差が大きい時には測定値の信頼性に問題があるため、原則として欠測扱いとする。このような場合には、捕集流量、系の漏れの有無、分析機器の安定性等種々の必要事項についてチェック、改善した後、再度試料採取を行う。

3 . GC/MS 分析

3.1 GC/MS 分析の準備

- (1) 内標準物質：2-ブロモエタノール d4
- (2) 検量線作成用標準溶液

3.2 GC/MS 分析装置の調整

(1) GC-MS の操作条件

質量分析装置：島津製作所製 (QP-5000)

検出方法：選択モニタリング(SIM)法

イオン化法：EI

(2) MS のチューニング

MS に質量校正用標準物質 (PFTBA) を導入し、質量校正用プログラムにより、マスパターン、分解能 { 質量数 (m/z) = 18 ~ 300 程度の範囲で 1 質量単位 (amu) 以上 } 等に校正する。質量校正結果はハードコピーし、保存する。

(3) GC/MS 装置の操作条件

GC/MS の分析条件

GC	カラム	Polyethyleneglycol DB-WAX (0.25 mm 内径 × 60 m 長さ)
	昇温	40 (1 分間保持) 200 (10 /min)
	INJ 温度	200
	注入方法	スプリットレス
	キャリアガス	He
MS	分析装置	島津 QP-5000
	イオン化法	EI
	イオン化電圧	70 e V
	イオン源温度	200
	分解能	質量数 (m/z) = 18 ~ 300 程度の範囲で 1 質量単位 (amu) 以上
	検出モード	選択モニタリング(SIM)法

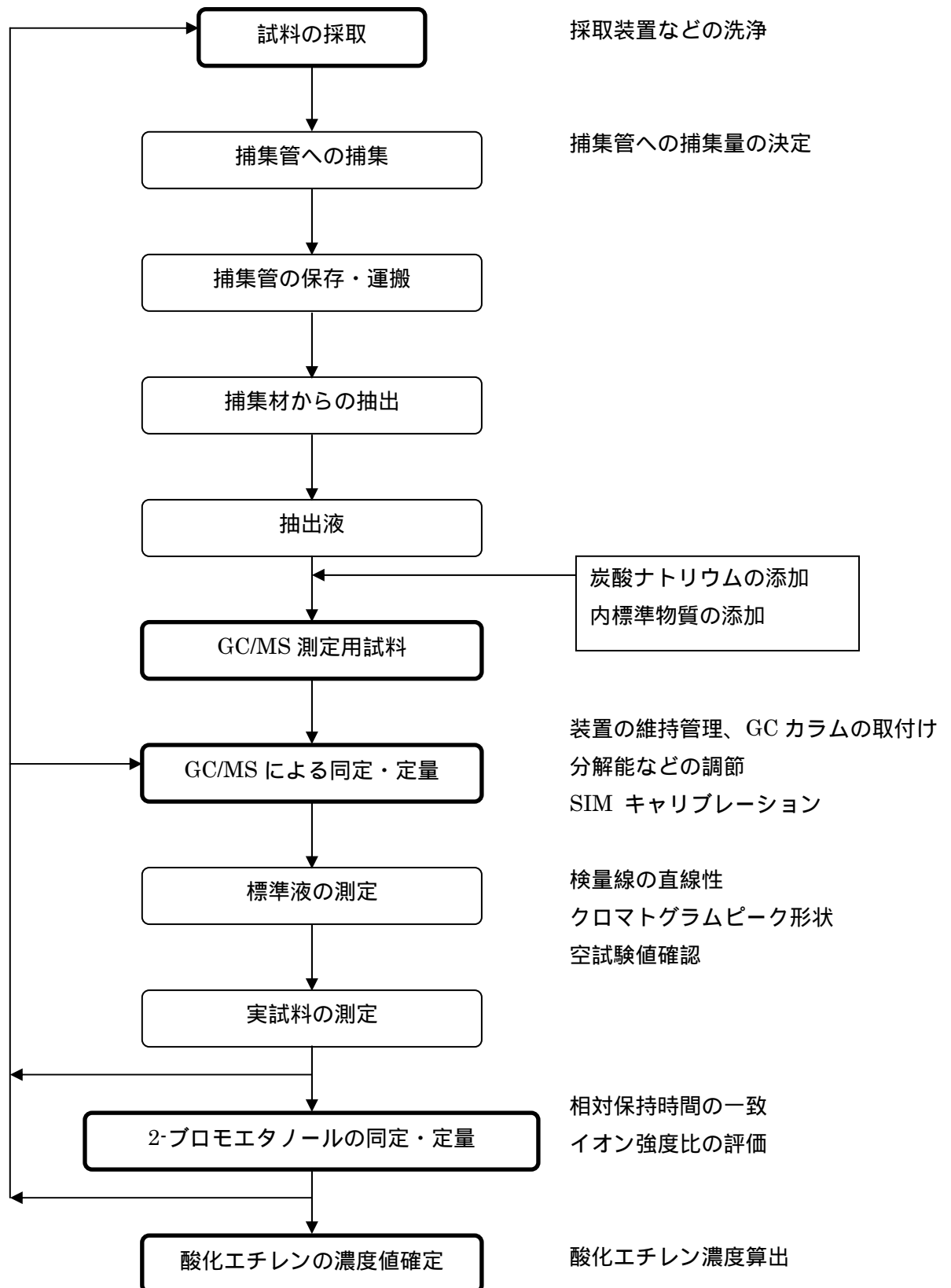
測定質量数の設定

試料および内標準物質の定量用質量数と確認用質量数を設定する

物質名	定量用質量数	確認用質量数
2-ブロモエタノール	31	45
2-ブロモエタノール d4 (内標準物質)	49	

3.3 試料の測定

- (1) GC に 3.2(3)のカラムが取り付けられ、十分にエージングされていることを確認する。
- (2) GC 測定条件を 3.2(3)に設定する。
- (3) GC/MS の安定を確認後、自動測定を開始する。(クロマトグラムの記録、各モニター印についてのピーク面積の測定および濃度の測定を行う)
- (4) ブランクおよび二重測定用試料の測定
 - 操作ブランク試料の測定 2.2(2)で調整した操作ブランク試料について 3.1~3.3 の操作を行って、各対象物の操作ブランク値を測定する。
 - トラベルブランク試料の測定 2.2(3) で調整したトラベルブランク試料について 3.1~3.3 の操作を行って、各対象物のトラベルブランク値を測定する。
 - 2重測定試験試料の測定 2.2(4) で調整した2重測定試験試料について 3.1~3.3 の操作を行って、各対象物の操作ブランク値を測定する。



3.4 結果の報告

(1) 濃度の単位

酸化エチレンの実測値は、ppm で表示する。

(2) 数値の取扱い

濃度の表示における数値の取扱いは、特に指定がない場合には次による。

濃度については JIS Z 8401 によって数値を丸め、有効数字を 2 桁として表す。

定量下限値については JIS Z 8401 によって数値を丸め、有効数字を 1 桁として表す。

(3) まとめ 分析の有効性に関する判断基準

下記事項が確認できたとき、GC/MS 分析値が有効であると判断する。

測定方法の検出下限・定量下限値

トラベルブランク

二重測定における測定値（測定を行った場合）

MS 分析計の調整

分解能：質量数 (m/z) = 18 ~ 300 程度の範囲で 1 質量単位 (amu) 以上

GC/MS の感度変動および保持時間

内標準物質の感度：検量作成時の相対感度に比べて ±20% 以内

保持時間：±5% 以内、内標準物質との相対保持比：±2% 以内

検量線の範囲

高濃度試料注入の影響

4. 精度管理データの提出

測定精度の管理を行うために、以下の測定データを準備しなければならない。

4.1 測定データの信頼性確保

(1) 検出下限値および定量下限値の確認

検量線作成時の最低濃度（定量下限値付近）の標準溶液を用いて、所定の操作により測定する。5 試料以上を測定して、その時の標準偏差 (s) を算出し、次式のように標準偏差の 3 倍を検出下限値、10 倍を定量下限値とする。操作ブランク値のある場合には、操作ブランク用試験液を同様に測定して標準偏差を計算し、両者の標準偏差のうち、大きい方を検出下限値および定量下限値の計算に用いる。

検出下限値： $3 \times s$ ($\mu\text{g}/\mu\text{l}$)

定量下限値： $10 \times s$ ($\mu\text{g}/\mu\text{l}$)

(2) トラベルブランク試験

トラベルブランク試験を行う場合には、一連の試料採取において試料数の 10% 以上の頻度で、その結果の平均値を求めて、以下のように測定値の補正を行う。

トラベルブランク < 操作ブランク or トラベルブランク 操作ブランクの場合 移送中の汚染は無視できるものとする。

トラベルブランク > 操作ブランクの場合

- ・ 試料測定値 トラベルブランク and 試料測定値 トラベルブランクの標準偏差 × 10 濃度 = 試料測定値 - トラベルブランク
- ・ 試料測定値 < トラベルブランク 欠測扱い

(3) 二重測定

二重測定は、同一条件で採取した2つ以上の試料について同様に分析し、定量下限値以上の濃度の測定対象物質について両者の差が30%以下であることを確認する。差が大きい時には測定値の信頼性に問題があるため、原則として欠測扱いとする。

4.2 GC/MS 分析

日常的点検、調整の記録

分析機器の感度の変動

4.3 分析の有効性に関する判断基準

測定方法の検出下限・定量下限値

トラベルブランク

二重測定における測定値（測定を行った場合）

MS 分析計の調整

分解能：質量数 (m/z) = 18 ~ 300 程度の範囲で 1 質量単位 (amu) 以上

GC/MS の感度変動および保持時間

内標準物質の感度：検量作成時の相対感度に比べて ±20% 以内

保持時間：±5% 以内、内標準物質との相対保持比：±2% 以内

検量線の範囲

高濃度試料注入の影響