

平成26年度環境測定分析統一精度管理調査結果 説明会

大気試料 (揮発性有機化合物の分析)

平成27年7月22日 東京
平成27年7月28日 福岡
平成27年8月 4日 大阪

目 次

- I. 概要
- II. 詳細項目の結果の概要
- III. 参照項目の結果の概要
- IV. クロマトグラム等の例
- V. 過去の結果との比較
- VI. 分析実施上の留意点等

I . 概要

試料(1)

- ・高等精度管理調査
測定回数1～5回
- ・共通試料2
人工空気(窒素79%と酸素21%)ベースのガス
6 Lのキャニスターに約150 kPaとして試料ガスを充てん
(水100 μ Lを添加)
- ・分析対象項目
詳細項目(分析結果と共に分析条件、クロマトグラムなども提出)
3項目
参照項目(分析結果の提出のみ)
「有害大気汚染物質測定方法マニュアル」(平成23年環境省水・
大気環境局大気環境課)に定める「容器(キャニスター)採取-ガスクロ
マトグラフ質量分析法」に規定されている40項目
- ・調製濃度
全国における環境大気の平均的な濃度レベル程度
ただし、微量の検出となっている項目等については、試料ガス中での安定性等を考慮して、添加していない

試料(2)

分析対象項目	分析試料濃度 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	環境基準値 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	指針値 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	備考
ベンゼン	0.828	3		詳細項目 (優先取組物質)
塩化メチル	1.09			
トルエン	5.85			
トリクロロエチレン	0.443	200	2 10 18 1.6 2.5	参照項目 (優先取組物質)
テトラクロロエチレン	0.214	200		
ジクロロメタン	1.80	150		
アクリロニトリル	0.113			
塩化ビニルモノマー	0.055			
クロホルム	0.204			
1,2-ジクロロエタン	0.169			
1,3-ブタジエン	0.164			

試料(3)

分析対象項目	分析試料濃度 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	備考
エチルベンゼン	1.35	参照項目 (優先取組物質以外 「有害大気汚染物質」) o-キシレン $0.45 \mu\text{g}/\text{m}^3$ m, p-キシレン $0.90 \mu\text{g}/\text{m}^3$ cis-1, 2-ジクロロエチレン 0 trans-1, 2-ジクロロエチレン 0 分析試料濃度が空欄は、 添加していない項目である
塩化アリル		
キシレン類	1.35	
クロロベンゼン		
四塩化炭素	0.390	
1, 2-ジクロロエチレン		
1, 1-ジクロロエチレン		
1, 2-ジクロロフッ化ハロン		
o-ジクロロベンゼン		
p-ジクロロベンゼン	1.25	
スチレン	0.134	
1, 1, 2, 2-テトラクロロエタン		
1, 1, 2-トリクロロエタン		
1, 2, 4-トリクロロベンゼン		
二臭化エチレン		
ブromホルム		
ブromメタン		

試料(4)

分析対象項目	分析試料濃度 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	備考
クロロエタン		参 照 項 目 (優先取組物質以外 「PRTR法の第一種指定化学 物質等」) cis-1,3-ジクロロプロペン 0 trans-1,3-ジクロロプロペン 0 分析試料濃度が空欄は、 添加していない項目である 1,2,4-トリメチルベンゼン $1.02 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 1,3,5-トリメチルベンゼン 0
HCFC142b	0.088	
HCFC22	0.752	
CFC12	1.56	
CFC114		
HCFC123		
HCFC141b	0.102	
1,3-ジクロロプロペン		
HCFC225ca		
HCFC225cb		
CFC113	0.561	
CFC11	1.17	
1,1,1-トリクロロエタン		
トリメチルベンゼン類	1.02	
1,1-ジクロロエタン		

分析方法（推奨方法）

「ベンゼン等による大気の汚染に係る環境基準について」
（平成9年環境庁告示第4号）

又は

「有害大気汚染物質測定方法マニュアル」
（平成23年環境省水・大気環境局大気環境課）

に定める方法

具体的には、

「容器（キャニスター）採取-ガスクロマトグラフ質量分析法」

分析方法(推奨方法の例)

試料採取容器の準備 洗浄済みのキャニスター

↓
減圧

↓
試料採取 (容器の送付及び試料ガスの充てん)

調査実施者が充てん

↓
(試料の希釈)

↓
試料の適量
(又は希釈試料の適量)

↓
内標準ガスの添加

↓
濃縮部に濃縮

↓
濃縮管の加熱

↓
トラップ管へ再濃縮

↓
トラップ管の加熱

↓
GC / MS

マニュアルでは、「内標準ガスの一定量を濃縮部に試料と一緒に濃縮する」と記述されている。

一般的な低温濃縮装置では、個別のキャニスターで調製した内標準ガスを濃縮した後に試料を濃縮するようになっている。

Ⅱ．詳細項目の結果の概要

- ・ベンゼン
- ・塩化メチル
- ・トルエン

回答数等

分析項目	回答 数	棄却数			棄却率 %
		ND等	Grubbs	計	
(詳細項目)					
ベンゼン	74	0	1	1	1.4(1.4)
塩化メチル	72	0	5	5	6.9(6.9)
トルエン	73	0	1	1	1.4(1.4)

棄却率＝(棄却数÷回答数) × 100。

() 内は統計的外れ値 (Grubbsの検定による外れ値) の棄却率を示す。

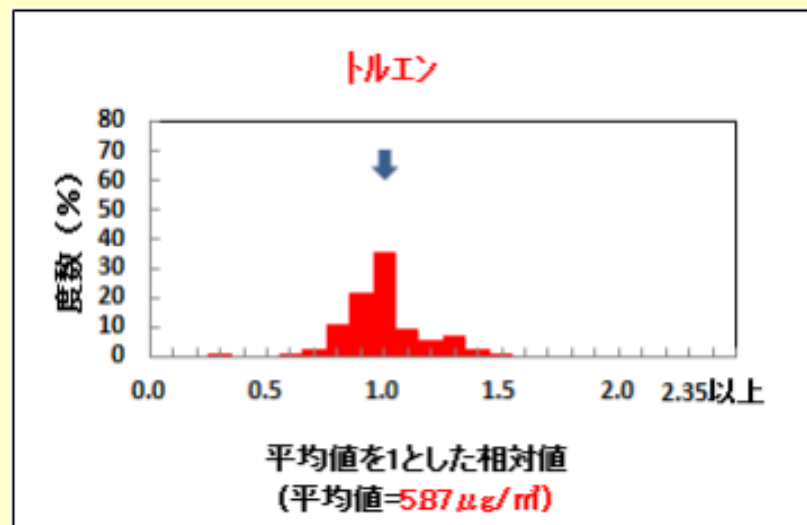
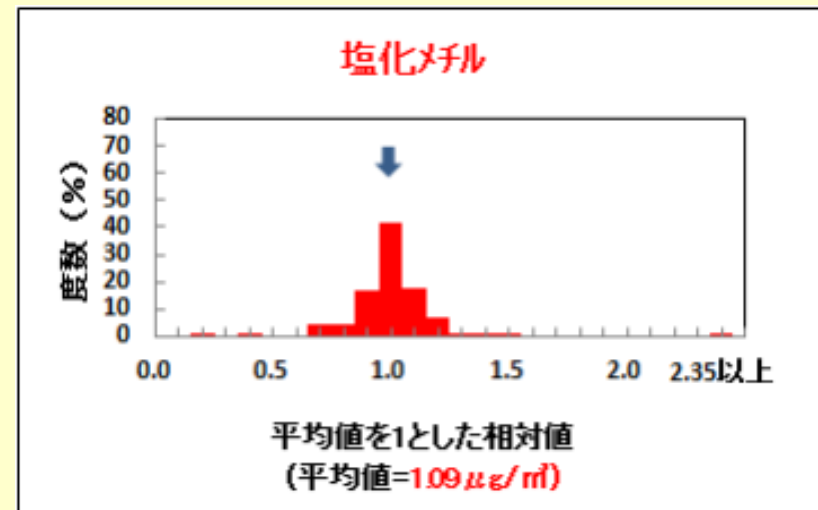
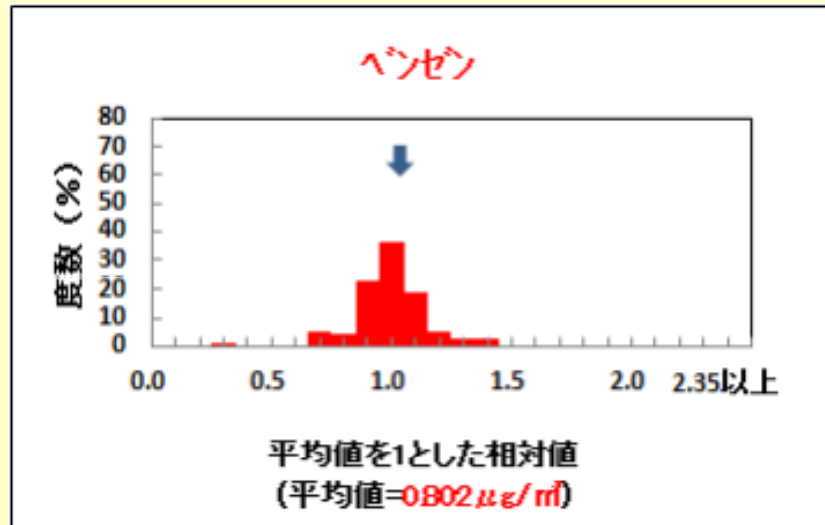
棄却限界値と平均値

分析項目	Grubbsの検定		(参考)
	下限値 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	上限値 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	外れ値等棄却 後の平均値 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
(詳細項目)			
ベンゼン	0.440	1.16	0.802
塩化メチル	0.677	1.49	1.09
トルエン	2.71	9.03	5.87

室間精度等

分析項目	棄却	回 答 数	平均値 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	室間精度		最小値 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	最大値 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	中央値 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	調製濃度
				S.D. ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	CV %				(設定値) ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
(詳細項目：優先取組物質)									
ベンゼン	前	74	0.795	0.126	15.8	0.273	1.12	0.786	0.828
	後	73	0.802	0.111	13.8	0.537	1.12	0.786	
塩化メチル	前	72	1.14	0.571	49.9	0.230	5.63	1.10	1.09
	後	67	1.09	0.126	11.6	0.735	1.40	1.09	
トルエン	前	73	5.81	1.07	18.3	1.90	8.62	5.68	5.85
	後	72	5.87	0.967	16.5	3.26	8.62	5.69	

ヒストグラム(詳細項目3物質)



↓ は設定値 (調製濃度)

分析方法別回答数

項目	分析方法	回答数	棄却された回答数			
			ND等	Grubbs		計
				小さい値	大きな値	
ベンゼン	1. GC/MS	74	0	1	0	1
	2. その他	0	—	—	—	0
塩化メチル	1. GC/MS	72	0	2	3	5
	2. その他	0	—	—	—	0
トルエン	1. GC/MS	73	0	1	0	1
	2. その他	0	—	—	—	0

外れ値の原因例

分析項目	外れ値項目内容	アンケート調査での当該機関の回答	添付資料などから推測された外れ値の原因・理由
ヘンゼン 塩化メチル トルエン	ヘンゼン 塩化メチル トルエン Grubbs (小さい値)	濃度算出時にGC/MSに導入した試料ガスの体積を勘違いしていた。	他の幾つかの項目もGrubbsの検定で小さな値として棄却されていたので、項目に共通な原因があると推定される。試料の3物質のピークレスポンスと同程度の標準ガスの濃度×濃縮量から概算した濃度は、いずれも報告値の約3倍で外れ値にならなかった。加えて、同時に測定した他項目についても調査結果の平均値の1/3～1/2であった。このことから、アンケートのような濃度計算の間違いが疑われる。
ヘンセン 塩化メチル トルエン	塩化メチル Grubbs (小さい)	試料ガス用及び標準ガス用キャニスターの劣化。	塩化メチル、塩化ビニルモノマー、1,3-フタジエンが同濃度で含まれる標準ガスにおける各定量イオン塩化メチル50(質量数)のMSレスポンスは、塩化ビニルモノマー62、1,3-フタジエン54に比べて低くない。濃度換算定数($\mu\text{g}/\text{?}/\text{ppb}$)は、塩化メチル0.0021、塩化ビニル0.0026、1,3-フタジエン0.0023で、これら物質間の差は、1.2倍程度である。したがって、横軸を添加量(ng)、縦軸をピーク面積比で作成した検量線の傾きは、これらの物質間でほとんど違わないと推測されるが、報告の検量線の傾きは、塩化ビニルモノマーと1,3-フタジエンは同程度、塩化メチルは約半分である。このことから、塩化メチルピークを誤同定したと推測される。塩化メチル標準ガスのS/Nもこのことを支持している。誤同定のため、定量値が一致しなかったと考えられる。

外れ値の原因例

分析項目	外れ値項目内容	アンケート調査での当該機関の回答	添付資料などから推測された外れ値の原因・理由
ベンゼン 塩化メチル トルエン	塩化メチル Grubbs (大きい値)	・ 空試験値は大きくないが、汚染がないことを確認した試料用キャニスターを最終的に洗浄・減圧する際又はキャニスターの輸送の際に汚染があった可能性がある。 ・ 自動で標準試料及び内標準物質を調製する際に、設定とおりに調製できていなかった可能性がある。	クロマトグラムから読み取った試料の3物質のピークレスポンスと同程度の標準ガスの濃度×濃縮量から概算した濃度は、ベンゼン $1.1 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、塩化メチル $1.3 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、トルエン $7.6 \mu\text{g}/\text{m}^3$ で、報告濃度との比は、それぞれ0.95, 1.2, 0.92であった。塩化メチルのみ報告値が概算濃度と報告濃度との比が大きかったことから、 計算の間違い が疑われる。
ベンゼン 塩化メチル トルエン	塩化メチル Grubbs (大きい値)	他の項目も含めて全体的に高めであるため、標準ガスの濃度が設定値より、低値であったと思われる。	標準ガスのクロマトグラム(50 pptの標準ガス100 mL)のピークレスポンスを基に概算した試料中の塩化メチル、ベンゼン、トルエン濃度とそれぞれの報告値との比は、化合物間で6倍の差があった。これは、概算に用いたレスポンスが試料のレスポンスと乖離しすぎていたため、概算濃度が不正確になったためと考えられる。添付資料がなく 原因を推測 できなかった。
塩化メチル トルエン	塩化メチル Grubbs (大きい値)	回答なし	添付資料がない。原因は 不明 。

要因別の解析

外れ値等を棄却後の解析

(分析結果に影響のあった要因の例)

- ・室内測定精度 省略

ベンゼン

(塩化メチル、トルエンも室内測定精度がよいと室間精度もよくなる傾向がみられたが、統計的に有意となっていない)

- ・キャニスターの洗浄回数 省略

(ベンゼンとトルエンでは洗浄回数が多いと室間精度がよくなる傾向が若干みられたが、塩化メチルではみられていない)

- ・定量方法 次ページ以降に示す

ベンゼン、塩化メチル、トルエン

定量方法に関する解析

(ベンゼン)

調製濃度 : $0.828 \mu\text{g}/\text{m}^3$

定量方法	回答数	平均値 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	室間精度	
			S. D. ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	CV %
GC/MS				
1. 絶対検量線	6	0.715	0.0685	9.6
2. 標準添加	1	1.01	-	-
3. 内標準	64	0.804	0.106	13.1
4. 上記1と2の併用	1	1.06	-	-

(注)精度の違いは水準間にみられないが、偏り(平均値の差)は以下の水準間に認められる
(危険率5%)。 平均値 : 1と3

(塩化メチル)

調製濃度 : $1.09 \mu\text{g}/\text{m}^3$

GC/MS				
1. 絶対検量線	6	0.917	0.0778	8.5
3. 内標準	59	1.10	0.116	10.6

(注)精度の違いは水準間にみられないが、偏り(平均値の差)は以下の水準間に認められる
(危険率5%)。 平均値 : 1と3

(トルエン)

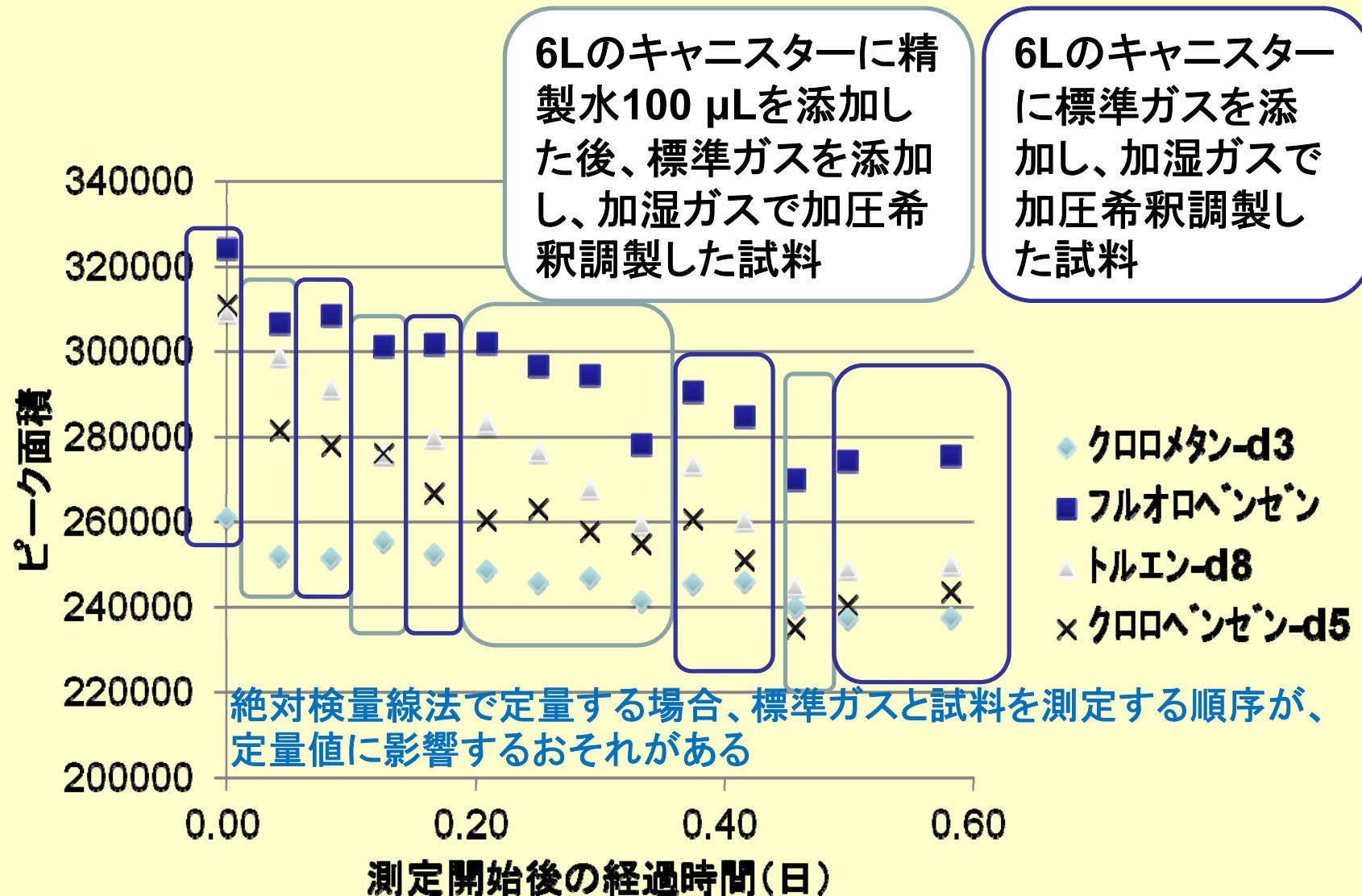
調製濃度 : $5.85 \mu\text{g}/\text{m}^3$

GC/MS				
1. 絶対検量線	6	4.96	0.415	8.4
3. 内標準	64	5.89	0.897	15.2

(注)精度の違いは水準間にみられないが、偏り(平均値の差)は以下の水準間に認められる
(危険率5%)。 平均値 : 1と3

絶対検量線では調製濃度に比べて平均値は小さい

加湿試料連続測定中のGC/MS感度変化事例 (検討員による例)



参照項目の結果の概要

- ・トリクロロエチレン等

室間精度等(優先取組物質)

詳細項目の結果と大きく変わらない

分 析 項 目	棄 却	回 答 数	平均 値 (μ g/m ³)	室 間 精 度		最 小 値 (μ g/m ³)	最 大 値 (μ g/m ³)	中 央 値 (μ g/m ³)	調 製 濃 度 (設 定 値) (μ g/m ³)
				S. D. (μ g/m ³)	CV %				
(参 照 項 目 : 優 先 取 組 物 質)									
トリクロロエチレン	前	60	0.429	0.0854	19.9	0.134	0.610	0.436	0.443
	後	59	0.434	0.0768	17.7	0.208	0.610	0.436	
テトラクロロエチレン	前	60	0.229	0.0671	29.4	0.0746	0.481	0.215	0.214
	後	57	0.217	0.0451	20.8	0.0746	0.358	0.212	
ジクロロメタン	前	62	1.77	0.306	17.3	0.754	2.45	1.78	1.80
	後	61	1.78	0.279	15.7	1.00	2.45	1.78	
アクリロニトリル	前	58	0.126	0.0284	22.5	0.0491	0.211	0.121	0.113
	後	58	0.126	0.0284	22.5	0.0491	0.211	0.121	
塩化ビニルモノマー	前	56	0.0505	0.00911	18.1	0.0269	0.0852	0.0509	0.055
	後	55	0.0498	0.00786	15.8	0.0269	0.0651	0.0505	
クロホルム	前	60	0.199	0.0323	16.2	0.0811	0.252	0.206	0.204
	後	58	0.203	0.0240	11.8	0.0128	0.252	0.206	
1,2-ジクロロエタン	前	60	0.172	0.0275	16.0	0.0659	0.248	0.173	0.169
	後	59	0.174	0.0239	13.7	0.104	0.248	0.173	
1,3-ブタジエン	前	61	0.147	0.0428	29.1	0.0530	0.387	0.144	0.164
	後	60	0.143	0.0296	20.6	0.0530	0.234	0.144	

室間精度等(優先取り組み物質以外1)

項目により結果は異なる

分析項目	棄却	回答数	平均値 (μg/m³)	室間精度		最小値 (μg/m³)	最大値 (μg/m³)	中央値 (μg/m³)	調製濃度 (設定値) (μg/m³)
				S. D. (μg/m³)	CV %				
(参照項目：優先取組物質以外：有害大気汚染物質)									
エチルベンゼン	前	32	1.40	0.493	35.1	0.830	3.53	1.35	1.35
	後	31	1.33	0.308	23.1	0.830	2.21	1.35	
塩化アリル	前	1	0.0273						0
キシレン類	前	30	1.38	0.619	44.9	0.634	4.28	1.31	1.35
	後	29	1.28	0.294	23.0	0.634	1.83	1.30	
クロロベンゼン	前	5	0.0230	0.0175	76.2	0.00495	0.0480	0.0210	0
四塩化炭素	前	30	0.403	0.0774	19.2	0.236	0.659	0.398	0.390
	後	29	0.394	0.0614	15.6	0.236	0.495	0.396	
1,2-ジクロロエチレン	前	1	0.0101						0
1,1-ジクロロエチレン	前	2	0.00800						0
1,2-ジクロロプロパン	前	2	0.0250						0

室間精度等(優先取り組み物質以外2)

項目により結果は異なる

添加しなかった項目の室間精度CVは大きい

分析項目	棄却	回答数	平均値 (μg/m³)	室間精度		最小値 (μg/m³)	最大値 (μg/m³)	中央値 (μg/m³)	調製濃度 (設定値) (μg/m³)
				S.D. (μg/m³)	CV %				
(参照項目：優先取組物質以外：有害大気汚染物質)									
o-シクロロベンゼン	前	9	0.192	0.416	217	0.00580	1.29	0.0303	0
p-シクロロベンゼン	前	24	1.61	1.37	84.9	0.638	7.25	1.26	1.25
	後	22	1.24	0.330	26.6	0.638	1.83	1.25	
スチレン	前	28	0.190	0.149	78.5	0.0774	0.885	0.156	0.134
	後	26	0.157	0.0505	32.1	0.0774	0.253	0.145	
1,1,2,2-テトラクロロエタン	前	5	0.0337	0.0168	49.8	0.0137	0.0575	0.0365	0
1,1,2-トリクロロエタン	前	3	0.0208	0.0159	76.8	0.00906	0.0389	0.0143	0
1,2,4-トリクロロベンゼン	前	14	0.162	0.0152	93.7	0.0319	0.525	0.0991	0
二臭化エチレン	前	3	0.0395	0.0155	39.1	0.0246	0.0555	0.0385	0
フクロモホルム	前	0							0
フクロメタン	前	9	0.0383	0.0499	130	0.0119	0.169	0.0199	0

室間精度等(優先取組み物質以外3)

項目により結果は異なる

添加しなかった項目の室間精度CVは大きい

分析項目	棄却	回答数	平均値 (μg/m³)	室間精度		最小値 (μg/m³)	最大値 (μg/m³)	中央値 (μg/m³)	調製濃度 (設定値) (μg/m³)
				S. D. (μg/m³)	CV %				
(参照項目：優先取組物質以外：：PRTR法の第一種指定化学物質等)									
クロロエタン	前	7	0.0177	0.0111	62.9	0.00105	0.0315	0.0209	0
HCFC142b	前	12	0.0953	0.0234	24.6	0.0745	0.167	0.0894	0.088
	後	11	0.0888	0.00664	7.5	0.0745	0.100	0.0880	
HCFC22	前	13	0.758	0.0591	7.8	0.676	0.848	0.762	0.752
	後	13	0.758	0.0591	7.8	0.676	0.848	0.762	
CFC12	前	25	1.58	0.174	11.0	1.28	2.03	1.59	1.56
	後	25	1.58	0.174	11.0	1.28	2.03	1.59	
CFC114	前	6	0.0242	0.0146	60.2	0.0110	0.0455	0.0168	0
HCFC123	前	0							0
HCFC141b	前	11	0.111	0.00848	7.6	0.0984	0.130	0.111	0.102
	後	11	0.111	0.00848	7.6	0.0984	0.130	0.111	
1,3-ジクロロプロパン	前	3	0.0349	0.0235	67.3	0.0145	0.0606	0.0296	0

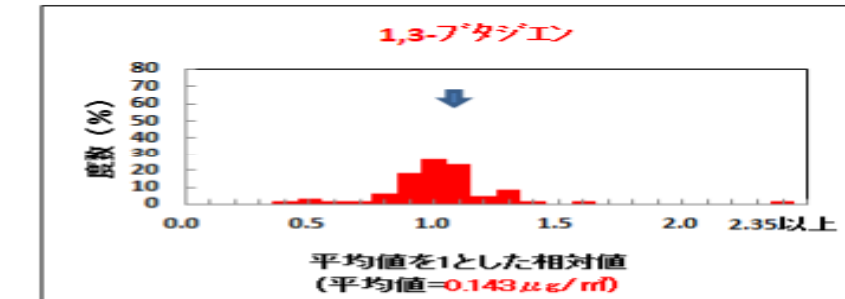
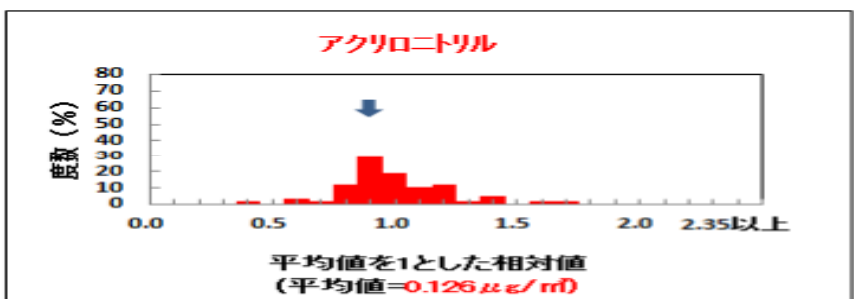
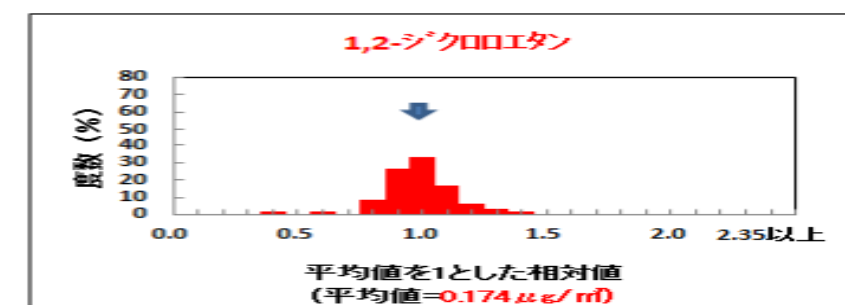
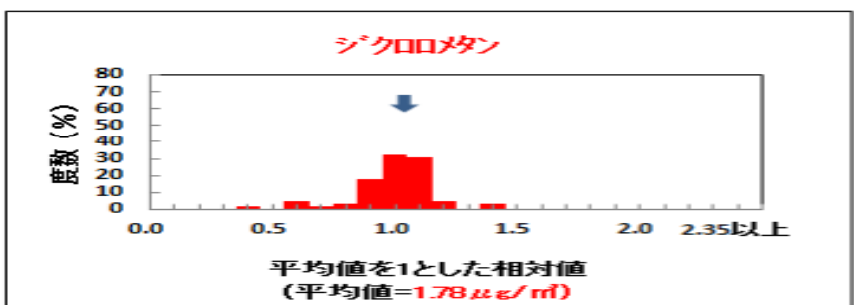
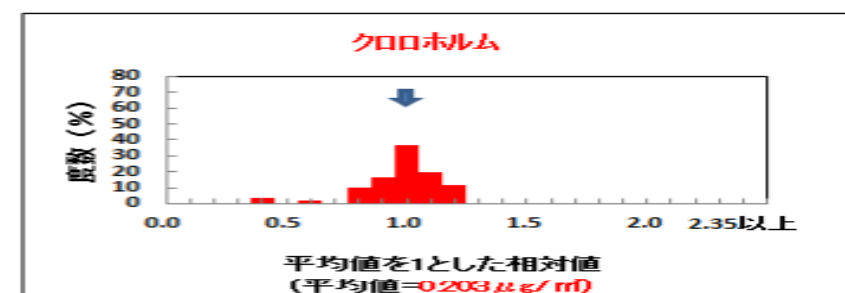
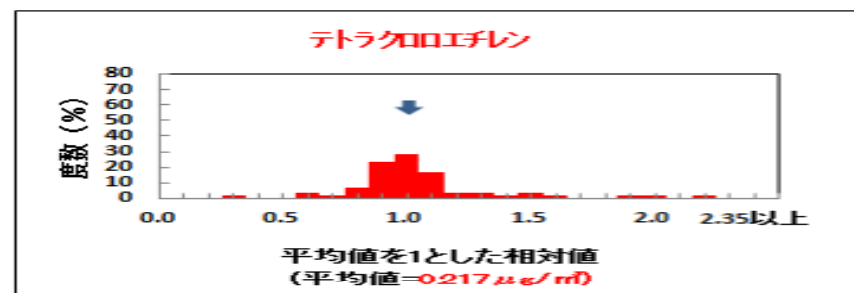
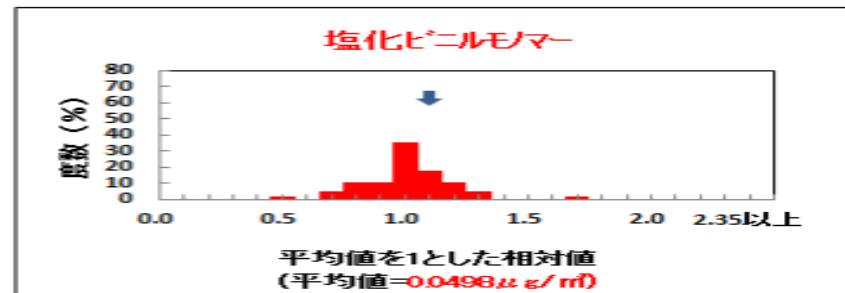
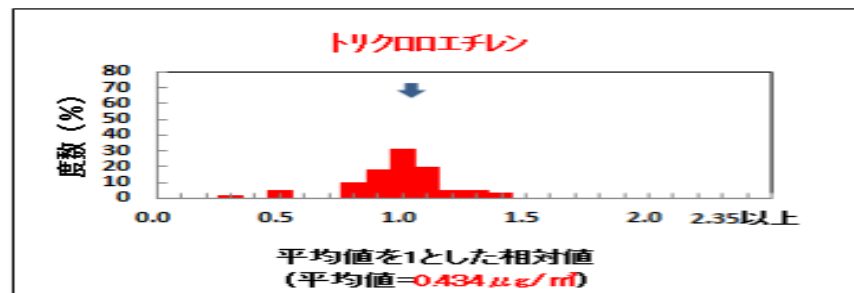
室間精度等(優先取組み物質以外4)

項目により結果は異なる

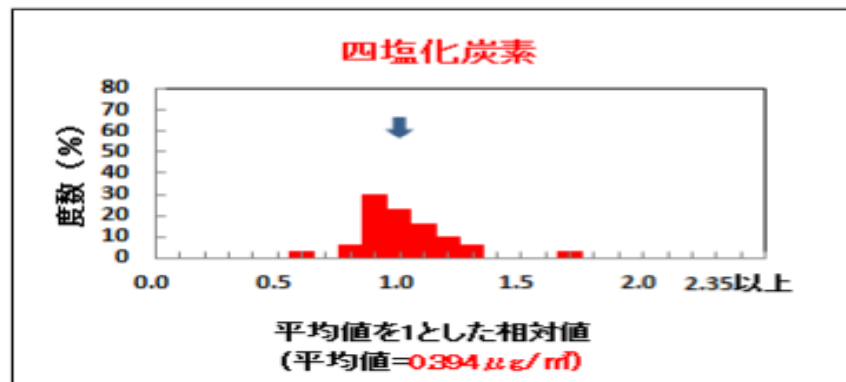
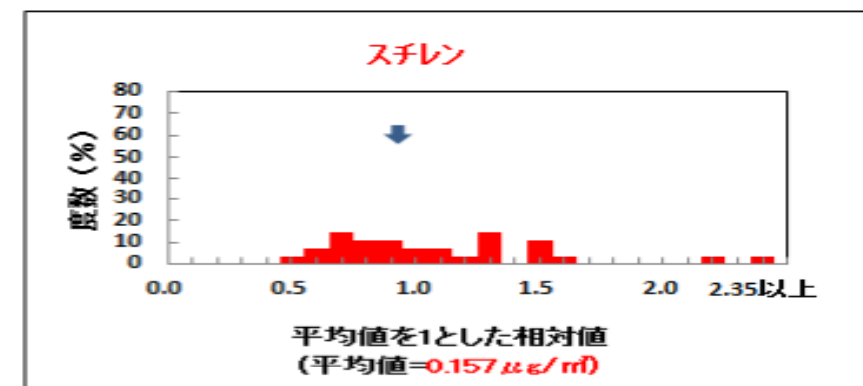
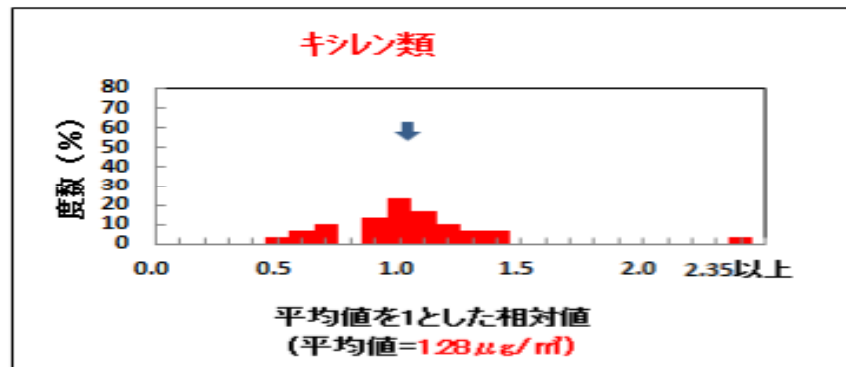
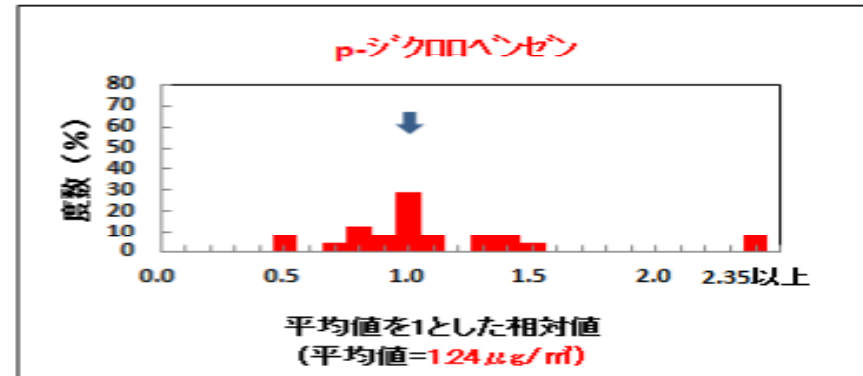
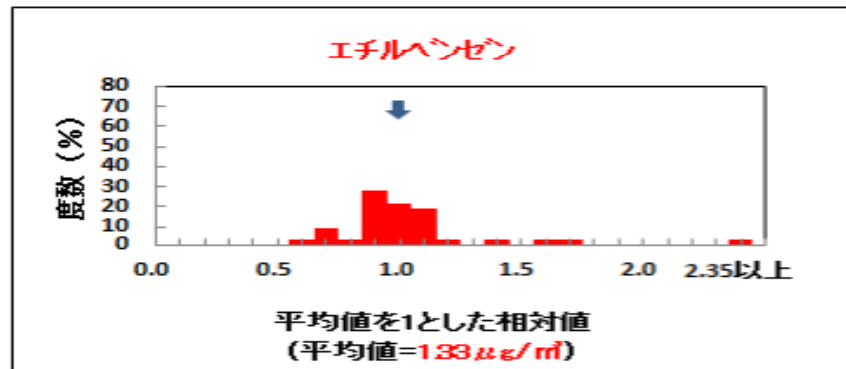
添加しなかった項目の室間精度CVは大きい

分析項目	棄却	回答数	平均値 (μg/m³)	室間精度		最小値 (μg/m³)	最大値 (μg/m³)	中央値 (μg/m³)	調製濃度 (設定値) (μg/m³)
				S. D. (μg/m³)	CV %				
(参照項目：優先取組物質以外：：PRTR法の第一種指定化学物質等)									
HCFC225 ca	前	0							0
HCFC225 cb	前	0							0
CFC113	前	23	0.563	0.0550	9.8	0.469	0.686	0.566	0.561
	後	23	0.563	0.0550	9.8	0.469	0.686	0.566	
CFC11	前	26	1.17	0.123	10.6	0.946	1.41	1.19	1.17
	後	26	1.17	0.123	10.6	0.946	1.41	1.19	
1,1,1-トリクロロエタン	前	4	0.0193	0.0127	65.9	0.0102	0.0376	0.0148	0
トリメチルベンゼン類	前	20	1.21	0.904	74.5	0.0199	4.49	1.00	1.02
	後	19	1.04	0.485	46.6	0.0199	2.34	0.980	
1,1-ジクロロエタン	前	3	0.00722	0.00216	29.9	0.00520	0.00950	0.00697	0

ヒストグラム(優先取組物質) 試料に添加した項目

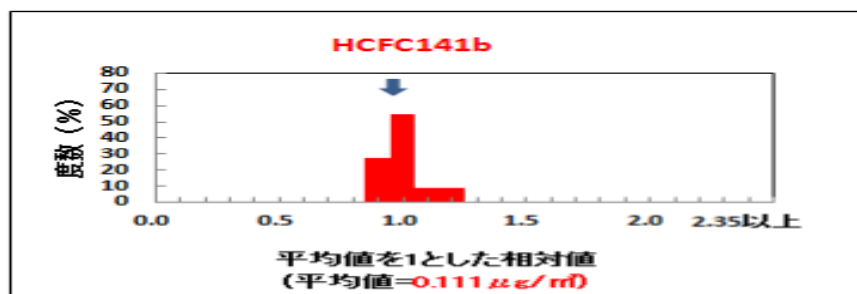
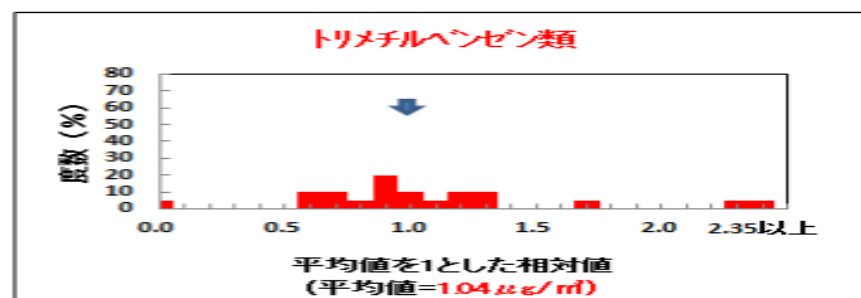
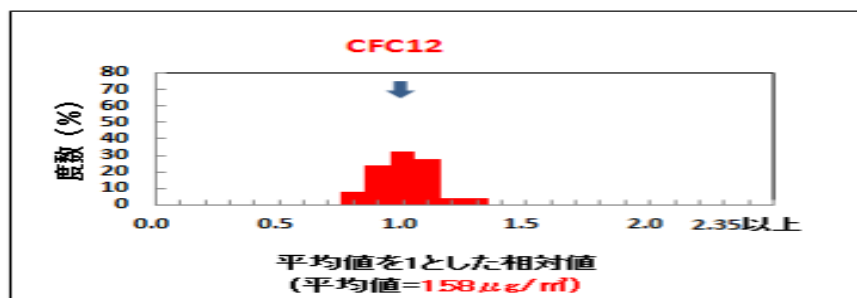
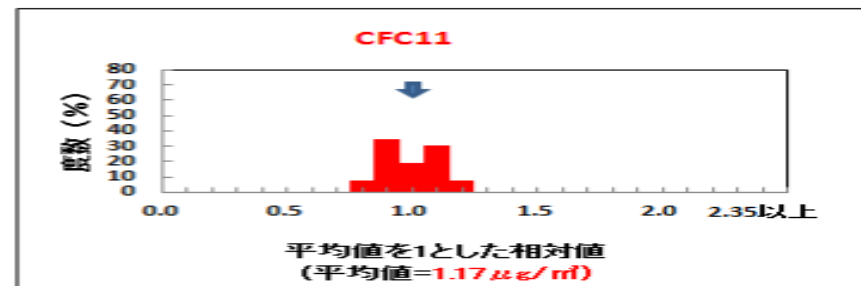
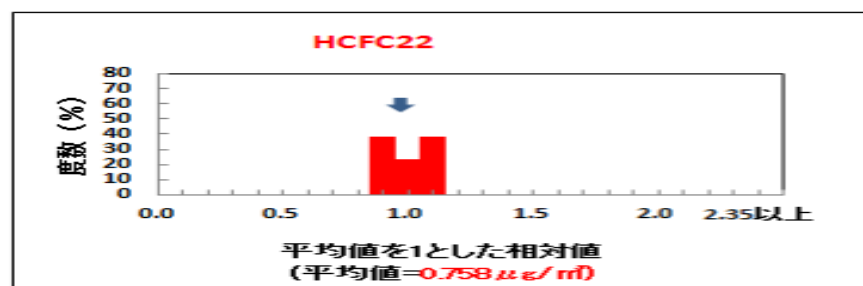
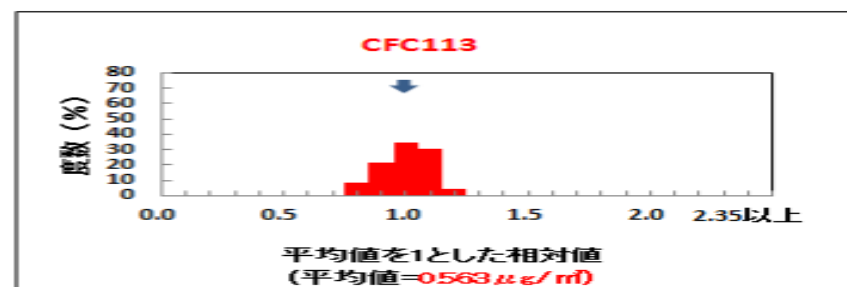
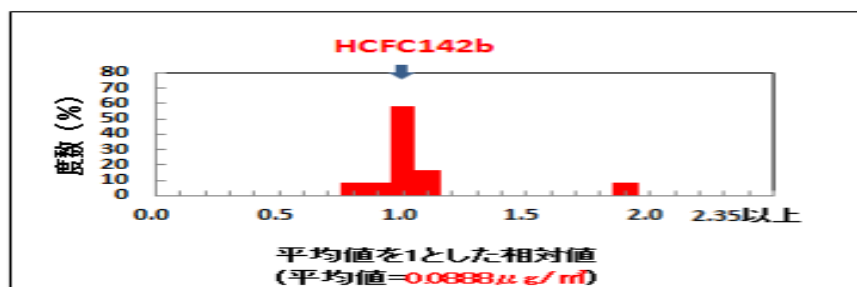


ヒストグラム(優先取組物質以外：有害大気汚染物質)



試料に添加した項目

ヒストグラム(優先取組物質以外:PRTR第1種指定等)



試料に添加した項目

ND等(優先取組物質以外)

参照項目 (添加しなかった項目)

分析項目	回答数	
	全体	ND等
(有害大気汚染物質)		
塩化アリル	11	10
クロベンゼン	19	14
1,2-ジクロエチレン	9	8
1,1-ジクロエチレン	20	18
1,2-ジクロプロパン	20	18
<u>o-ジクロベンゼン</u>	20	11
1,1,2,2-テトラクロエタン	16	11
1,1,2-トリクロエタン	19	16
<u>1,2,4-トリクロベンゼン</u>	18	4
二臭化エチレン	11	8
ブロホルム	1	1
ブロメタン	23	14

添加しなかった項目の結果は、多くはND等である

検出された結果が
1/2程度以上の項目

ND等(優先取組物質以外)

参照項目 (添加しなかった項目)

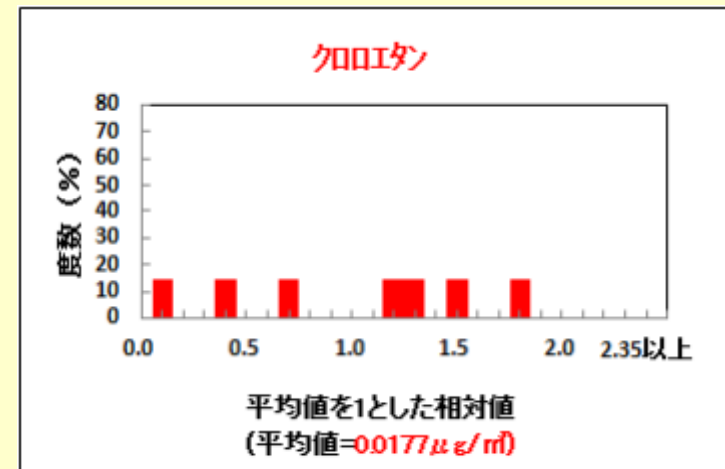
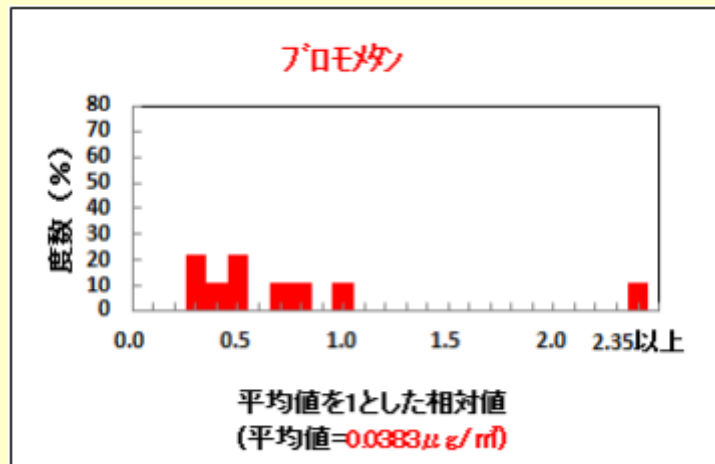
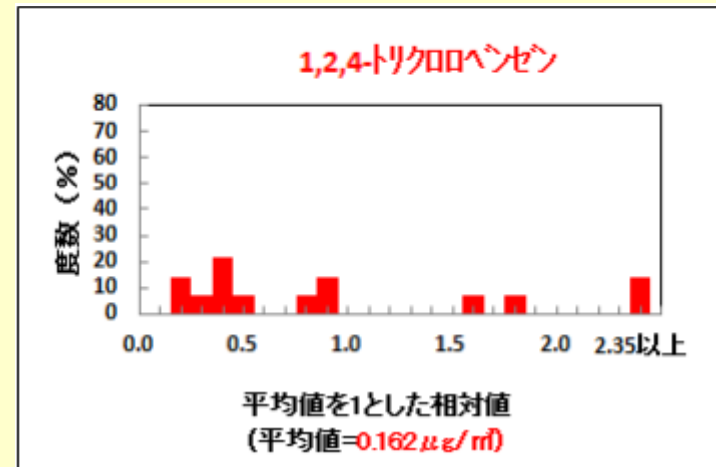
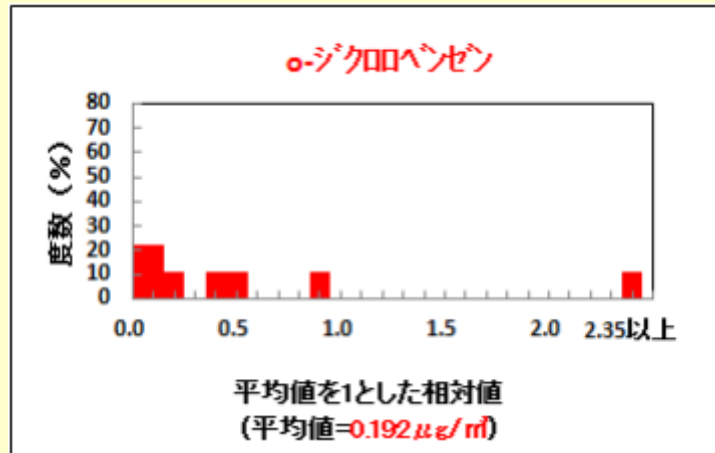
分析項目	回答数	
	全体	ND等
(PRTR法の第一種指定化学物質等)		
<u>クロロタン</u>	21	14
CFC114	23	17
HCFC123	10	10
1, 3-ジクロロプロペン	18	15
HCFC225ca	10	10
HCFC225cb	10	10
1, 1, 1-トリクロロタン	24	20
1, 1-ジクロロタン	21	18

添加しなかった項目の結果は、
多くはND等である

検出された結果が
1/2程度以上の項目

ND等

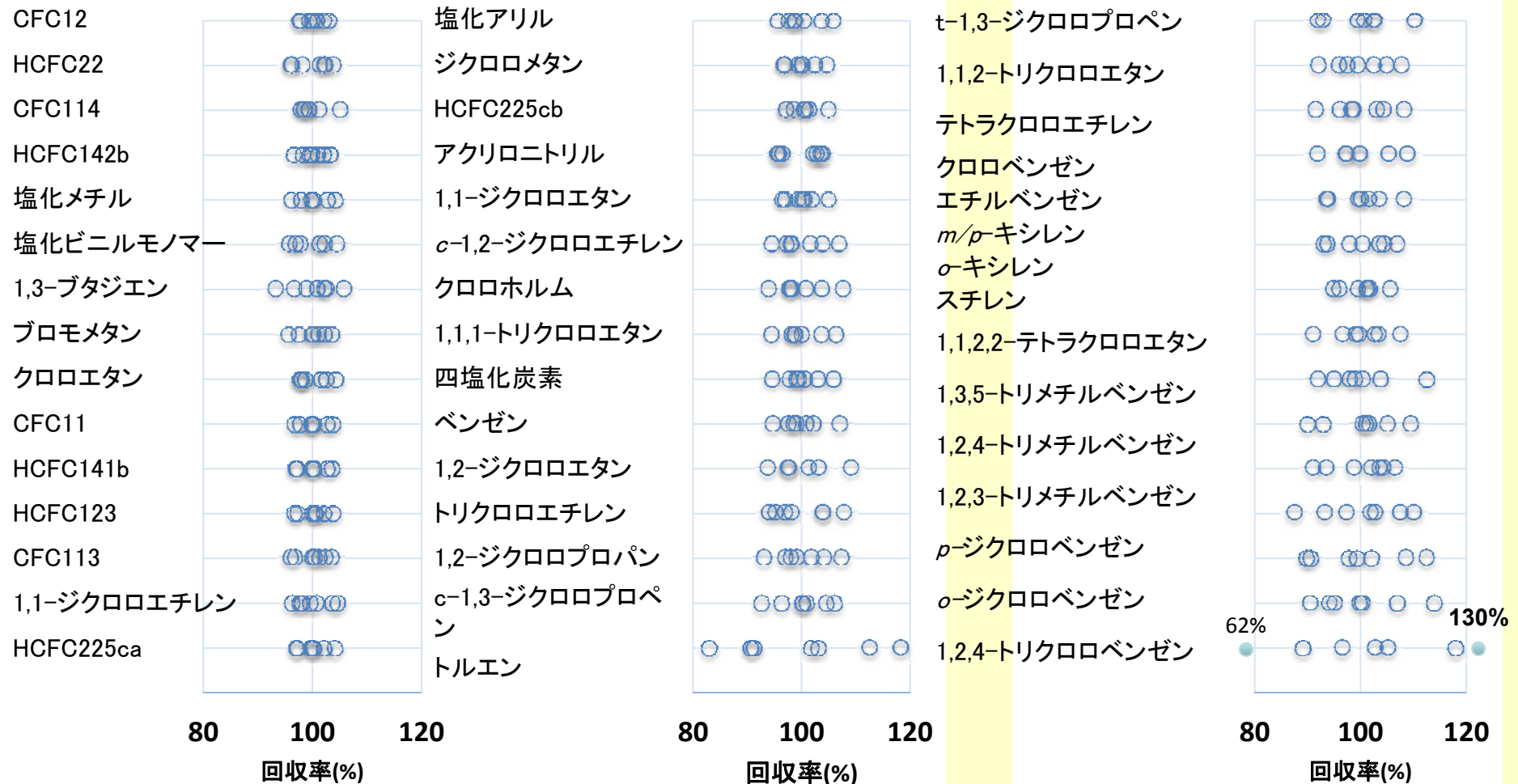
添加しなかった項目のうち、
検出された結果が
1/2程度以上の項目



室間精度の比較

区分	室間精度CV (外れ値等を除く)	該当する項目 (____ は優先取組物質)	
()は項目数		詳細項目	参照項目
追加 した 項目 (23)	10%未満 (4)	—	HCFC142b、HCFC22、HCFC141b、CFC113
	10～20% (3+8=11)	<u>ベンゼン</u> 、 <u>塩化メチル</u> 、 <u>トルエン</u>	<u>トリクロロエチレン</u> 、 <u>ジクロロメタン</u> 、 <u>塩化ビニルモノマー</u> 、 <u>クロロホルム</u> 、 <u>1,2-ジクロロエタン</u> 、四塩化炭素、CFC12、CFC11
	20～30% (6)	—	<u>テトラクロロエチレン</u> 、 <u>アクリロニトリル</u> 、 <u>1,3-ブタジエン</u> 、 <u>エチルベンゼン</u> 、 キシレン類、 <u>p-ジクロロベンゼン</u>
	30～40% (1)	—	スチレン
	40%以上 (1)	—	トリメチルベンゼン類
追加しなかった項目 (20)		—	塩化アリル、 <u>クロロベンゼン</u> 、 <u>1,2-ジクロロエチレン</u> 、 <u>1,1-ジクロロエチレン</u> <u>1,2-ジクロロプロパン</u> 、 <u>o-ジクロロベンゼン</u> 、 <u>1,1,2,2-テトラクロロエタン</u> <u>1,1,2-トリクロロエタン</u> 、 <u>1,2,4-トリクロロベンゼン</u> 、二臭化エチレン、 <u>ブromoホルム</u> 、 <u>ブromoメタン</u> 、 <u>クロロエタン</u> 、CFC114、HCFC123、 <u>1,3-ジクロロプロパン</u> 、HCFC225ca、HCFC225cb、 <u>1,1,1-トリクロロエタン</u> 、 <u>1,1-ジクロロエタン</u>

シリコ缶からの回収試験結果例 (検討員による例)



n=7; 添加濃度: 170pptv; 上から下、左から右へ624系キャピラリーカラムからの溶出順に配置
溶出順序が遅い高沸点成分の回収率がばらつく傾向が認められる

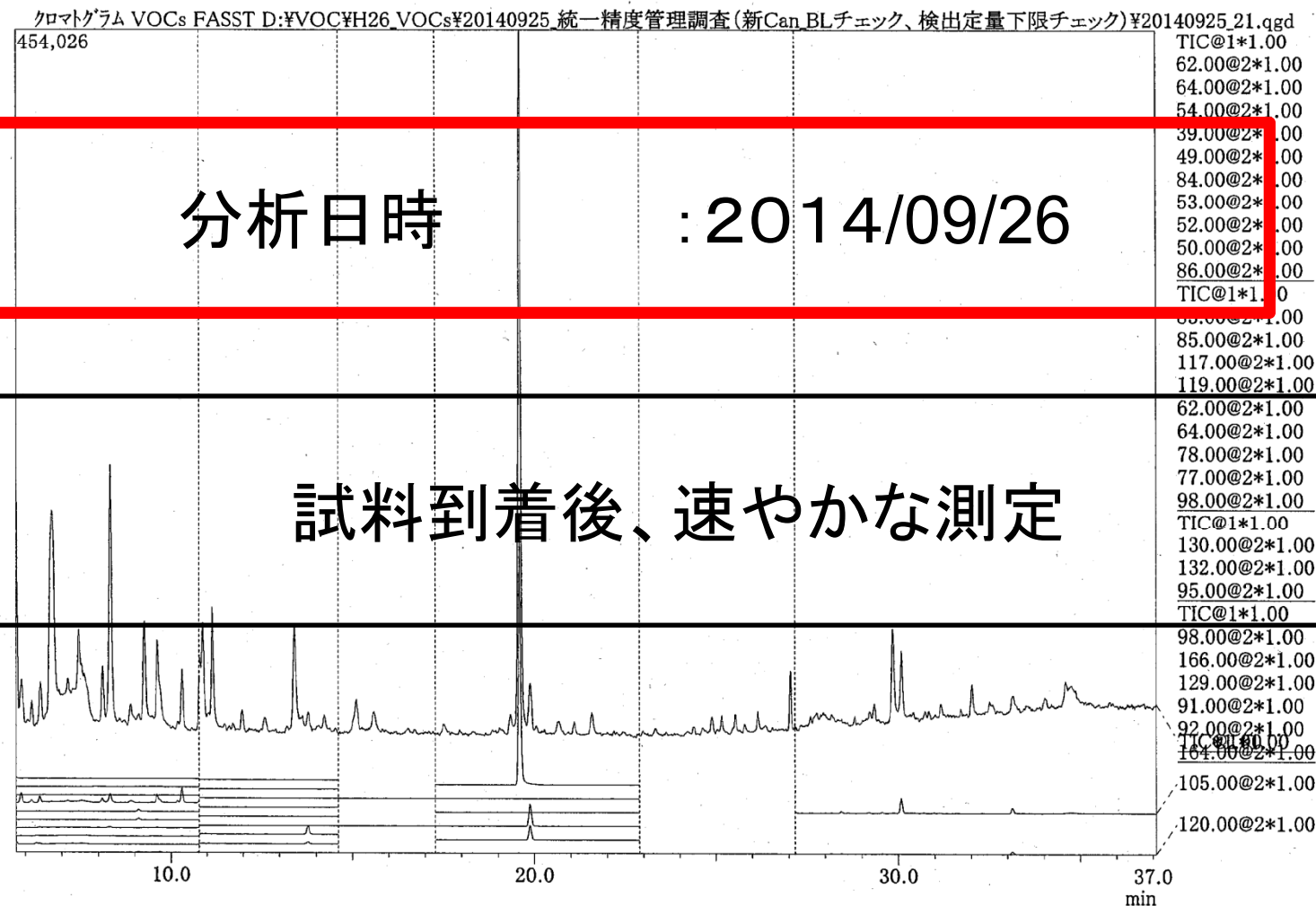
IV. クロマトグラム等の例

クロマトグラム等の良い例

提出資料						
1	BLチェックチャート(当該キャニスタのみ)3回測定					
2	BLチェック検量線					
3	統一精度管理検体分析チャート(検量線作成時)					
4	統一精度管理検体分析チャート(当該キャニスタのみ・5回測定)					
5	統一精度管理検体分析検量線					
6	H26_VOCs_統一管理精度調査(報告書添付用)					
	① BLチェック結果					
	② 統一精度管理検体定量結果					
	③ std0.005ppb繰り返し					
	④ 同一ロット洗浄CanBL繰り返し					
	⑤ 検量線作成等(指示値)					
	⑥ 詳細項目計算・分析結果・検出下限					
	⑦ 参照項目計算					
	⑧ 参照項目分析結果・検出下限					

分析日時 : 2014/09/26 7:58:06
サンプル名 : VOCs FASST
サンプルID : ③新Can C9527 (3回目)
データファイル : D:\VOC\H26_VOCs\20140925_統一精度管理調査(新Can_BLチェック、検出定量下限チェック)
分析時のデータファイル : D:\VOC\H26_VOCs\20140925_統一精度管理調査(新Can_BLチェック、検出定量下限チェック)
メソッドファイル : D:\VOC\H26_VOCs\20140925_統一精度管理調査(新Can_BLチェック、検出定量下限チェック)

BLチェックチャート(当該キャニスタのみ)



定量テーブル

ID#	化合物名	保持時間	m/z	面積	濃度	単位
1	フロン-12	5.959	85.00	184	-0.002128	ppb
2	フロン-114	6.156	85.00	572	-0.001725	ppb
3	クロロメタン	6.300	50.00	3016	-0.000403	ppb
4	ビニルクロライド	6.481	62.00	164	-0.003626	ppb
5	1,3-ブタジエン	6.524	54.00	1110	0.001190	ppb
6	プロモetan	7.110	94.00	1108	-0.002179	ppb
7	フロン-11	7.512	101.00	151	-0.006039	ppb
8	フロン-113	8.071	151.00	244	-0.004637	ppb
9	1,1-ジクロロエチレン	8.503	61.00	201	-0.003597	ppb
10	ジクロロメタン	9.110	84.00	3581	-0.052466	ppb
11	アクリロニトリル	9.471	53.00	349	-0.004200	ppb
12	1,1-ジクロロエタン	10.143	63.00	162	-0.001946	ppb
13	cis-1,2-ジクロロエチレン	11.305	96.00	139	-0.004083	ppb
14	クロロホルム	11.721	83.00	6	-0.004199	ppb

TIC ピークの物質名表記

26	テトラクロロエチレン	21.886	166.00	190	-0.005109	ppb
27	1,2-ジプロモエタン	23.699	107.00	44	-0.005997	ppb
28	エチルベンゼン	24.890	91.00	15492	0.009363	ppb
29	m,p-キシレン	25.157	91.00	9900	0.003762	ppb
30	o-キシレン	26.353	91.00	4239	0.000929	ppb
31	スチレン	26.545	104.00	1371	-0.002140	ppb
32	1,1,2,2-テトラクロロエタン	27.841	83.00	382	-0.014821	ppb
33	4-エチルトルエン	28.449	105.00	4101	-0.002155	ppb
34	1,3,5-トリメチルベンゼン	28.616	105.00	814	-0.006273	ppb
35	1,2,4-トリメチルベンゼン	29.575	105.00	2171	0.000143	ppb
36	1,3-ジクロロベンゼン	30.496	146.00	468	-0.003151	ppb
37	1,4-ジクロロベンゼン	30.784	146.00	716	-0.004619	ppb
38	ベンジルクロライド	31.165	91.00	2055	0.022505	ppb
39	1,2-ジクロロベンゼン	31.744	146.00	170	-0.007040	ppb
40	1,2,4-トリクロロベンゼン	36.073	180.00	66	-0.019473	ppb
41	ヘキサクロロ-1,3-ブタジエン	36.150	225.00	100	-0.016169	ppb

○詳細項目							
分析項目	別名	分子量	1回目ppb	2回目ppb	3回目ppb	BL平均値ppb	
ベンゼン		78.10	0.005647	0.004853	0.005968	0.005489	
クロロメタン		50.50	-0.001059	-0.000634	-0.000403	-0.000699	
トルエン		92.10	0.044525	0.044449	0.043828	0.044267	
○参照項目							
分析項目	別名	分子量	1回目ppb	2回目ppb	3回目ppb	BL平均値ppb	
トリクロロエチレン		131.40	-0.003240	-0.003310	-0.003214	-0.003255	
テトラクロロエチレン		165.80	-0.005291	-0.005489	-0.005109	-0.005296	
ジクロロメタン		84.90	-0.047970	-0.051268	-0.052466	-0.050568	
アクリロニトリル		53.10	-0.002878	-0.003487	-0.004200	-0.003522	
塩化ビニルモノマー	ビニルクロライド	62.50	-0.003540	-0.003942	-0.003626	-0.003703	

ブランク チェック(CN容器、操作工程等)

o-キシレン	キシレン類	106.20	0.000643	0.000063	0.000929	0.000545	
四塩化炭素	テトラクロロメタン	153.80	-0.002315	-0.002443	-0.002420	-0.002393	
1,2-ジクロロエチレン	cis-1,2-ジクロロエチレン	96.90	-0.004161	-0.003778	-0.004083	-0.004007	
1,1-ジクロロエチレン		96.90	-0.002797	-0.003789	-0.003597	-0.003394	
1,2-ジクロロプロパン		113.00	-0.001883	-0.001487	-0.002203	-0.001858	
o-ジクロロベンゼン	1,2-ジクロロベンゼン	147.00	-0.007006	-0.006935	-0.007040	-0.006994	
p-ジクロロベンゼン	1,4-ジクロロベンゼン	147.00	-0.005483	-0.005434	-0.004619	-0.005179	
スチレン		104.20	-0.002386	-0.002474	-0.002140	-0.002333	
1,1,1,2-テトラクロロエタン		167.90	-0.014766	-0.015192	-0.014821	-0.014926	
1,1,2-トリクロロエタン		133.40	-0.005933	-0.006374	-0.007245	-0.006517	
1,2,4-トリクロロベンゼン		181.50	-0.018800	-0.017642	-0.019473	-0.018638	
二臭化エチレン	1,2-ジブロモエタン	187.86	-0.005911	-0.005484	-0.005997	-0.005797	
ブロモメタン	臭化メチル	94.90	-0.002857	-0.000886	-0.002179	-0.001974	
ジクロロジフルオロメタン(CFC12)	フロン-12	120.90	-0.002066	-0.002155	-0.002128	-0.002116	
ジクロロテトラフルオロメタン(CFC114)	フロン-114	170.90	-0.002349	-0.002400	-0.001725	-0.002158	
cis-1,3-ジクロロプロペン	1,3-ジクロロプロペン	111.00	0.005556	0.002513	0.002296	0.003455	
trans-1,3-ジクロロプロペン	1,3-ジクロロプロペン	111.00	-0.001690	-0.000688	-0.001273	-0.001217	
トリクロロリフルオロメタン(CFC113)	フロン-113	187.40	-0.004983	-0.004306	-0.004637	-0.004642	
トリクロロフルオロメタン(CFC11)	フロン-11	137.40	-0.003061	-0.005803	-0.006039	-0.004968	
1,1,1-トリクロロエタン		133.40	-0.001639	-0.001068	-0.001406	-0.001371	
1,3,5-トリメチルベンゼン	トリメチルベンゼン類	120.20	-0.006177	-0.005720	-0.006273	-0.006057	
1,2,4-トリメチルベンゼン	トリメチルベンゼン類	120.20	0.000322	0.000128	0.000143	0.000198	
1,1-ジクロロエタン		99.00	-0.002019	-0.001623	-0.001946	-0.001863	

○詳細項目								
分析項目	別名	分子量	1回目ppb	2回目ppb	3回目ppb	4回目ppb	5回目ppb	定量結果平均ppb
ベンゼン		78.10	0.253345	0.251927	0.253223	0.255419	0.251864	0.253156
クロロメタン		50.50	0.520216	0.523302	0.524070	0.532600	0.521313	0.524300
トルエン		92.10	1.472905	1.466430	1.465961	1.464674	1.470169	1.468028
○参照項目								
分析項目	別名	分子量	1回目ppb	2回目ppb	3回目ppb	4回目ppb	5回目ppb	定量結果平均ppb
トリクロロエチレン		131.40	0.077866	0.078229	0.078363	0.078765	0.077451	0.078135
テトラクロロエチレン		165.80	0.027082	0.027340	0.026627	0.026149	0.026734	0.026786
ジクロロメタン		84.90	0.500049	0.496546	0.491873	0.493214	0.490630	0.494462
アクリロニトリル		53.10	0.041409	0.042955	0.042766	0.044289	0.042650	0.042814
塩化ビニルモノマー	ビニルクロライド	62.50	0.017226	0.017513	0.016975	0.018339	0.017765	0.017564
クロホルム							0.034775	0.034946
1,2-ジクロロエタン							0.033051	0.033166
1,3-ブタジエン							0.062232	0.064173
エチルベンゼン							0.279679	0.278655
m,p-キシレン							0.094083	0.095111
o-キシレン	キシレン類	106.20	0.095215	0.096568	0.096698	0.097943	0.095424	0.096370
四塩化炭素	テトラクロロメタン	153.80	0.053584	0.055257	0.054306	0.054899	0.053808	0.054371
1,2-ジクロロエチレン	cis-1,2-ジクロロエチレン	96.90	-0.002762	-0.001669	-0.003144	-0.003175	-0.000085	-0.002167
1,1-ジクロロエチレン		96.90	-0.001952	-0.001383	-0.001439	-0.001887	-0.001421	-0.001616
1,2-ジクロロプロパン		113.00	-0.001003	-0.001270	-0.001554	-0.001539	-0.001289	-0.001331
o-ジクロロベンゼン	1,2-ジクロロベンゼン	147.00	-0.008973	-0.009188	-0.009245	-0.009989	-0.009448	-0.009369
p-ジクロロベンゼン	1,4-ジクロロベンゼン	147.00	0.161540	0.159647	0.165372	0.164339	0.158815	0.161943
スチレン		104.20	0.025760	0.027560	0.026676	0.024541	0.025533	0.026014
1,1,2,2-テトラクロロエタン		167.90	-0.013467	-0.012829	-0.012685	-0.012648	-0.012769	-0.012880
1,1,2-トリクロロエタン		133.40	-0.003434	-0.004280	-0.001982	-0.003133	-0.003120	-0.003190
1,2,4-トリクロロベンゼン		181.50	-0.022136	-0.021091	-0.021826	-0.022608	-0.021820	-0.021896
二臭化エチレン	1,2-ジブロモエタン	187.86	-0.003878	-0.003588	-0.003780	-0.002820	-0.003904	-0.003594
ブロモメタン	臭化メチル	94.90	-0.005106	-0.007464	-0.006858	-0.007972	-0.011146	-0.007709
ジクロロフルオロメタン(CFC12)	フロン-12	120.90	0.304316	0.300261	0.300953	0.303201	0.300270	0.301800
ジクロロテトラフルオロメタン(CFC114)	フロン-114	170.90	0.000140	-0.000229	0.000424	0.000508	-0.000054	0.000158
cis-1,3-ジクロロプロパン	1,3-ジクロロプロパン	111.00	0.000564	0.000790	0.000865	0.000664	0.000738	0.000724
trans-1,3-ジクロロプロパン	1,3-ジクロロプロパン	111.00	0.005199	0.004941	0.005137	0.005948	0.004977	0.005240
トリクロロフルオロメタン(CFC113)	フロン-113	187.40	0.067618	0.066267	0.067787	0.066416	0.067862	0.067190
トリクロロフルオロメタン(CFC11)	フロン-11	137.40	0.195245	0.191978	0.192705	0.191313	0.191985	0.192645
1,1,1-トリクロロエタン		133.40	-0.003060	-0.003079	-0.002859	-0.003089	-0.003001	-0.003018
1,3,5-トリメチルベンゼン	トリメチルベンゼン類	120.20	0.000274	0.000538	-0.000261	0.000248	0.000086	0.000177
1,2,4-トリメチルベンゼン	トリメチルベンゼン類	120.20	0.161430	0.161198	0.159805	0.161047	0.160653	0.160827
1,1-ジクロロエタン		99.00	-0.001716	-0.001816	-0.001968	-0.001861	-0.002076	-0.001887

統一精度管理試料定量結果

試料測定5回分の定量結果

std 0.005 ppb 繰り返し

○詳細項目												
分析項目	別名	分子量	1回目ppb	2回目ppb	3回目ppb	4回目ppb	5回目ppb	平均ppb	標準偏差	検出下限値ppb	換算係数	検出下限値μg/m³
ベンゼン		78.10	0.005968	0.006854	0.005818	0.005667	0.005416	0.005945	0.000548	0.001643	3.248613	0.005338
クロロメタン		50.50	0.003899	0.003456	0.002410	0.003117	0.002156	0.003008	0.000723	0.002169	2.100576	0.004555
トルエン		92.10	0.005195	0.004987	0.004812	0.004995	0.004222	0.004842	0.000372	0.001117	3.830951	0.004278
○参照項目												
分析項目	別名	分子量	1回目ppb	2回目ppb	3回目ppb	4回目ppb	5回目ppb	平均	標準偏差	検出下限値ppb	換算係数	検出下限値μg/m³
トリクロロエチレン		131.40	0.006543	0.006871	0.005724	0.005910	0.005391	0.006088	0.000606	0.001819	5.465657	0.009940
テトラクロロエチレン												0.005569
ジクロロメタン												0.008554
アクリロニトリ												0.013530
塩化ビニルモノ												0.005747
クロホルム												0.005599
1,2-ジクロロエタ												0.004453
1,3-ブタジエン												0.003178
エチルベンゼン												0.004573
m,p-キシレン	キシレン類	106.20	0.012313	0.013017	0.012341	0.012188	0.012071	0.012366	0.000369	0.001166	4.417449	0.004886
o-キシレン	キシレン類	106.20	0.013779	0.013002	0.013087	0.012965	0.012185	0.013004	0.000566	0.001697	4.417449	0.007496
四塩化炭素	テトラクロロメタン	153.80	0.006862	0.006913	0.006148	0.005664	0.006233	0.006364	0.000525	0.001576	6.397398	0.010079
1,2-ジクロロエチレン	cis-1,2-ジクロロエチレン	96.90	0.003893	0.004094	0.003176	0.002243	0.003240	0.003329	0.000727	0.002181	4.030610	0.008791
1,1-ジクロロエチレン		96.90	0.004886	0.005813	0.003912	0.004356	0.003337	0.004461	0.000947	0.002840	4.030610	0.011446
1,2-ジクロロプロパン		113.00	0.004104	0.004061	0.003261	0.003590	0.003661	0.003735	0.000351	0.001054	4.700299	0.004953
o-ジクロロベンゼン	1,2-ジクロロベンゼン	147.00	0.016312	0.014228	0.015678	0.014011	0.013307	0.014707	0.001244	0.003733	6.114548	0.022824
p-ジクロロベンゼン	1,4-ジクロロベンゼン	147.00	0.016326	0.015348	0.015834	0.014549	0.014576	0.015327	0.000779	0.002336	6.114548	0.014282
スチレン		104.20	0.014801	0.014520	0.012937	0.013442	0.013762	0.013892	0.000767	0.002300	4.334258	0.009971
1,1,2,2-テトラクロロエタン		167.90	0.007160	0.006018	0.005376	0.005197	0.006535	0.006057	0.000814	0.002442	6.983895	0.017053
1,1,2-トリクロロエタン		133.40	0.004836	0.006359	0.005072	0.004835	0.007859	0.005792	0.001317	0.003952	5.548848	0.021930
1,2,4-トリクロロベンゼン		181.50	0.017440	0.017425	0.013257	0.012893	0.016038	0.015411	0.002211	0.006632	7.549595	0.050066
二臭化エチレン	1,2-ジブロモエタン	187.86	0.008684	0.007975	0.008218	0.005524	0.007695	0.007619	0.001226	0.003679	7.814142	0.028746
ブロモメタン	臭化メチル	94.90	-0.004244	-0.004975	-0.000522	-0.001578	-0.008005	-0.003865	0.002955	0.008864	3.947419	0.034990
ジクロロジフルオロメタン(CFC12)	フロン-12	120.90	0.004792	0.004507	0.005219	0.005608	0.003799	0.004785	0.000692	0.002076	5.028904	0.010439
ジクロロテトラフルオロメタン(CFC114)	フロン-114	170.90	0.003646	0.004591	0.004456	0.003827	0.004627	0.004229	0.000459	0.001377	7.108682	0.009787
cis-1,3-ジクロロプロペン	1,3-ジクロロプロペン	111.00	0.008400	0.009805	0.008463	0.009230	0.006169	0.008413	0.001382	0.004147	4.617108	0.019147
trans-1,3-ジクロロプロペン	1,3-ジクロロプロペン	111.00	0.012543	0.013973	0.011690	0.010359	0.012999	0.012313	0.001368	0.004104	4.617108	0.018948
トリクロロトリフルオロメタン(CFC113)	フロン-113	187.40	0.004602	0.003316	0.005784	0.005019	0.003726	0.004489	0.000991	0.002973	7.795009	0.023176
トリクロロフルオロメタン(CFC11)	フロン-11	137.40	-0.000701	-0.000059	0.000579	0.000138	-0.000215	-0.000052	0.000470	0.001409	5.715230	0.008052
1,1,1-トリクロロエタン		133.40	0.004037	0.004231	0.004021	0.004619	0.004434	0.004268	0.000258	0.000774	5.548848	0.004297
1,3,5-トリメチルベンゼン	トリメチルベンゼン類	120.20	0.016136	0.015267	0.015365	0.016161	0.014039	0.015394	0.000865	0.002595	4.999787	0.012972
1,2,4-トリメチルベンゼン	トリメチルベンゼン類	120.20	0.015963	0.014147	0.016229	0.015493	0.015515	0.015469	0.000802	0.002406	4.999787	0.012028
1,1-ジクロロエタン		99.00	0.005065	0.005372	0.003032	0.004830	0.004565	0.004573	0.000911	0.002734	4.117961	0.011257

標準ガス最小濃度(5回測定値)からの検出下限値

※換算係数とは、ppbで求めた濃度を1気圧、20℃のμg/m³に換算するための係数

同一ロット洗浄CanBL繰り返し

○詳細項目													
分析項目	別名	分子量	1回目ppb	2回目ppb	3回目ppb	4回目ppb	5回目ppb	平均ppb	標準偏差	検出下限値ppb	換算係数	検出下限値μg/m³	
ベンゼン		78.10	0.026199	0.026029	0.026333	0.026977	0.026963	0.026500	0.000442	0.001327	3.248613	0.004310	
クロロメタン		50.50	0.002879	0.002659	0.003936	0.003534	0.003842	0.003370	0.000574	0.001721	2.100576	0.003615	
トルエン		92.10	0.046275	0.045794	0.046111	0.046042	0.045471	0.045939	0.000314	0.000941	3.830951	0.003603	
○参照項目													
分析項目	別名	分子量	1回目	2回目	3回目	4回目	5回目	平均	標準偏差	検出下限値ppb	換算係数	検出下限値μg/m³	
トリクロロエチレン		131.40	-0.001372	-0.001374	-0.001388	-0.001322	-0.001367	-0.001365	0.000025	0.000075	5.465657	0.000411	
テトラクロロエチレン		165.80	-0.002205	-0.002052	-0.001944	-0.002193	-0.002105	-0.002100	0.000108	0.000323	6.896544	0.002227	
ジクロロメタン		84.90	-0.000828	-0.002072	-0.000820	-0.003045	-0.002747	-0.001902	0.001046	0.003137	3.531463	0.011078	
アクリロニトリル		53.10	-0.000217	-0.000549	-0.000602	-0.000757	0.000167	-0.000392	0.000369	0.001107	2.208724	0.002446	
塩化ビニルモノマー	ビニルクロライド	62.50	-0.001076	-0.001041	-0.001247	-0.001117	-0.001217	-0.001140	0.000089	0.000268	2.599723	0.000695	
クロホルム												0.000465	
1,2-ジクロロエタン												0.001745	
1,3-ブタジエン												0.006007	
エチルベンゼン												0.005975	
m,p-キシレン												0.002719	
o-キシレン												0.006813	
四塩化炭素												0.007275	
1,2-ジクロロエチレン												0.010132	
1,1-ジクロロエタン												0.003107	
1,2-ジクロロプロパン		113.00	-0.001741	-0.001311	-0.001516	-0.001876	-0.001743	-0.001637	0.000224	0.000671	4.700299	0.003154	
o-ジクロロベンゼン	1,2-ジクロロベンゼン	147.00	-0.010123	-0.010291	-0.010119	-0.010159	-0.010071	-0.010153	0.000083	0.000250	6.114548	0.001531	
p-ジクロロベンゼン	1,4-ジクロロベンゼン	147.00	-0.005483	-0.005857	-0.005794	-0.005928	-0.005907	-0.005794	0.000181	0.000544	6.114548	0.003325	
スチレン		104.20	0.002159	0.001636	0.001915	0.001815	0.002115	0.001928	0.000216	0.000648	4.334258	0.002808	
1,1,2,2-テトラクロロエタン		167.90	-0.012788	-0.012423	-0.012284	-0.012008	-0.013732	-0.012647	0.000668	0.002005	6.983895	0.014005	
1,1,2-トリクロロエタン		133.40	-0.003553	-0.003742	-0.003454	-0.003649	-0.003721	-0.003624	0.000120	0.000361	5.548848	0.002003	
1,2,4-トリクロロベンゼン		181.50	-0.027759	-0.027482	-0.027712	-0.027835	-0.027844	-0.027726	0.000147	0.000441	7.549595	0.003333	
二臭化エチレン	1,2-ジプロモエタン	187.86	-0.004061	-0.003887	-0.003798	-0.003593	-0.003652	-0.003798	0.000187	0.000562	7.814142	0.004392	
ブロモメタン	臭化メチル	94.90	-0.013799	-0.007782	-0.011361	-0.012668	-0.012461	-0.011614	0.002310	0.006931	3.947419	0.027360	
ジクロロジフルオロメタン(CFC12)	フロン-12	120.90	-0.001914	-0.001408	-0.001815	-0.001797	-0.001836	-0.001754	0.000199	0.000596	5.028904	0.002995	
ジクロロトリフルオロメタン(CFC114)	フロン-114	170.90	-0.001463	-0.001457	-0.001359	-0.001415	-0.001474	-0.001434	0.000047	0.000142	7.108682	0.001009	
cis-1,3-ジクロロプロペン	1,3-ジクロロプロペン	111.00	0.000553	0.000602	0.000697	0.001096	0.001557	0.000901	0.000424	0.001273	4.617108	0.005879	
trans-1,3-ジクロロプロペン	1,3-ジクロロプロペン	111.00	0.005323	0.005032	0.005343	0.006037	0.005212	0.005389	0.000382	0.001147	4.617108	0.005298	
トリクロロフルオロメタン(CFC113)	フロン-113	187.40	-0.002392	-0.002239	-0.001957	-0.001078	-0.002284	-0.001990	0.000535	0.001604	7.795009	0.012500	
トリクロロフルオロメタン(CFC11)	フロン-11	137.40	-0.005117	-0.005123	-0.003277	-0.003313	-0.005264	-0.004419	0.001028	0.003083	5.715230	0.017620	
1,1,1-トリクロロエタン		133.40	-0.002575	-0.001904	-0.002853	-0.003045	-0.002917	-0.002659	0.000456	0.001367	5.548848	0.007584	
1,3,5-トリメチルベンゼン	トリメチルベンゼン類	120.20	-0.000380	-0.000159	-0.000072	0.000230	0.000138	-0.000049	0.000242	0.000727	4.999787	0.003636	
1,2,4-トリメチルベンゼン	トリメチルベンゼン類	120.20	-0.001852	-0.001926	-0.001697	-0.002335	-0.002583	-0.002079	0.000368	0.001103	4.999787	0.005513	
1,1-ジクロロエタン		99.00	-0.002211	-0.002168	-0.001620	-0.001566	-0.001971	-0.001907	0.000301	0.000904	4.117961	0.003723	

※換算係数とは、ppbで求めた濃度を1気圧、20℃のμg/m³に換算するための係数

ブランク繰り返し

※換算係数とは、ppbで求めた濃度を1気圧、20℃のµg/m³に換算するための係数

詳細項目計算・分析結果・検出下限

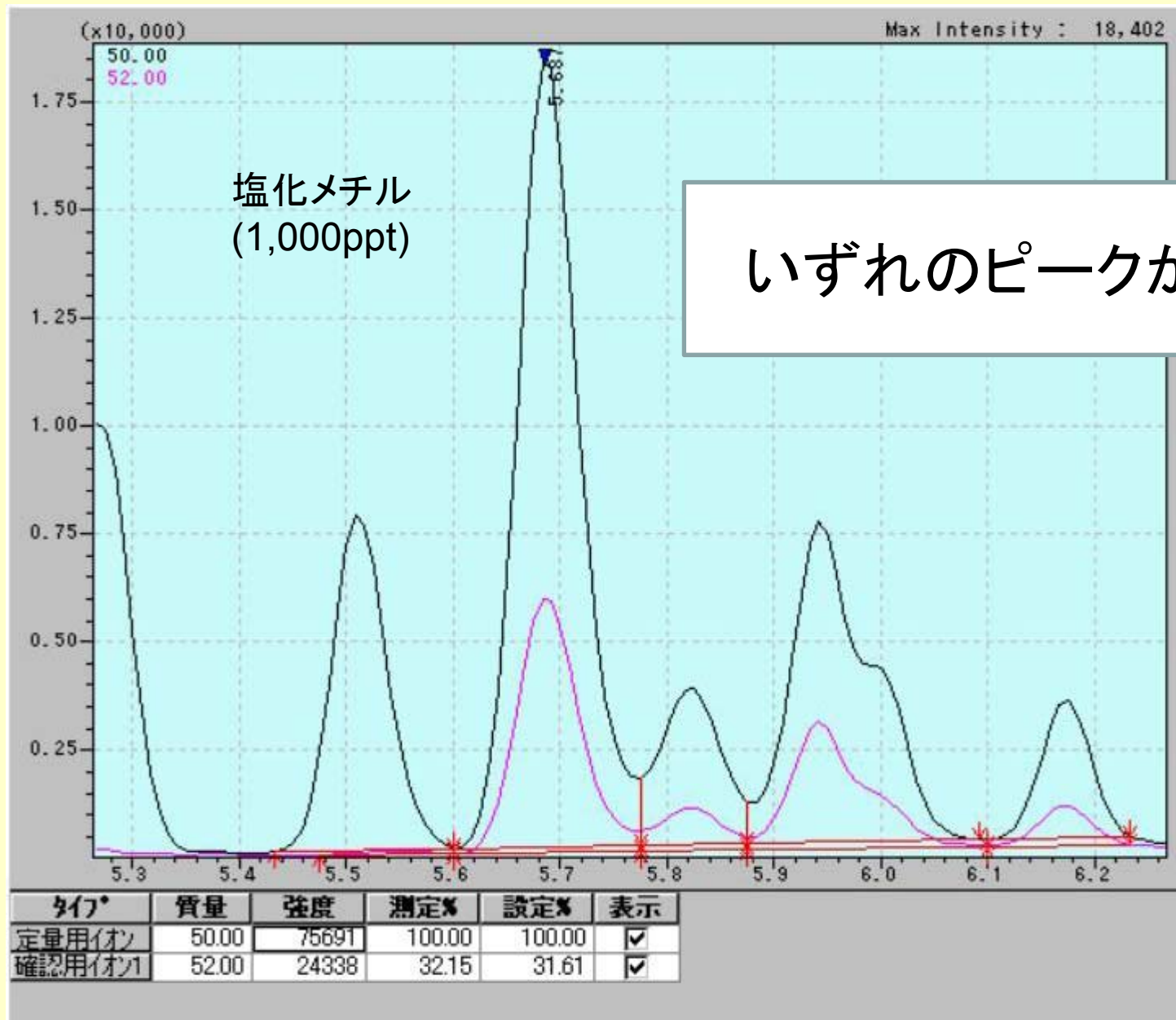
[illegible]

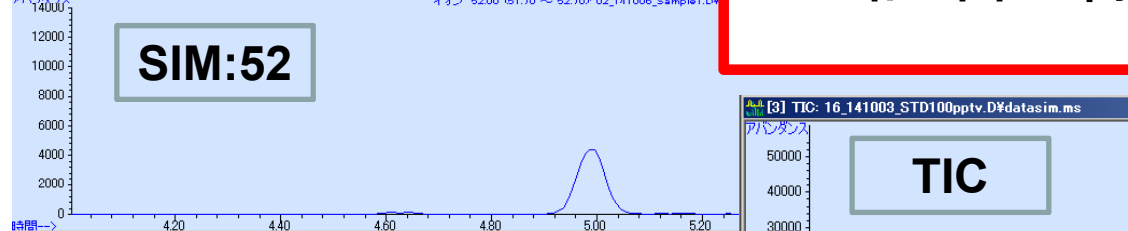
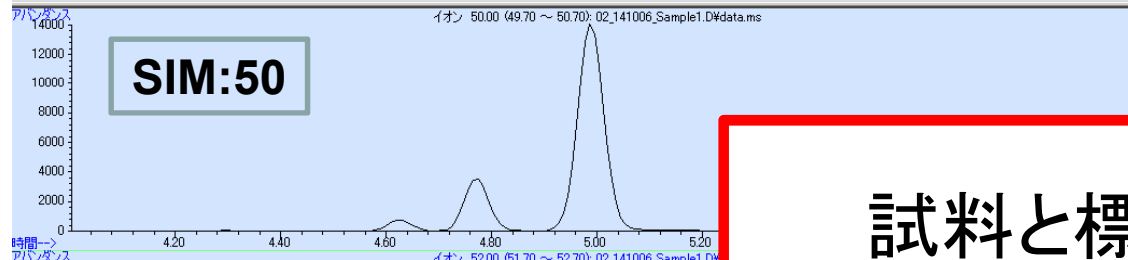
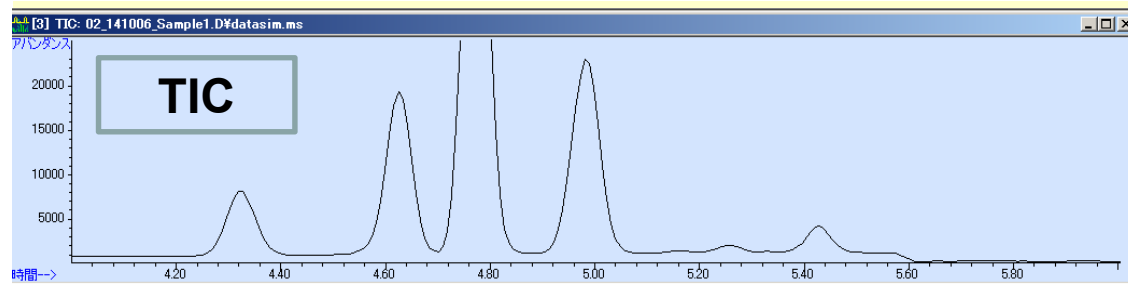
参照項目分析結果・検出下限

○参照項目（濃度計算・検出下限値）							
分析項目	別名	計算結果 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	報告分析結果 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)		std 0.005ppb	同一ロット 洗浄CanBL	採用検出下限値 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
			検出下限値以上	検出下限値未満 での検出下限値	検出下限値 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	検出下限値 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	
トリクロロエチレン		0.421496	0.421496		0.009940	0.000411	0.009940
テトラクロロエチレン		0.211562	0.21156		0.005569	0.002227	0.005569
ジクロロメタン		1.840393	1.8404		0.008554	0.011078	0.011078
アクリロニトリル		0.098809	0.09881		0.013530	0.002446	0.013530
塩化ビニルモノマー	ビニルクロライド	0.053376	0.05338		0.005747	0.000695	0.005747
クロホルム		0.185642	0.18564		0.005599	0.000465	0.005599
1,2-ジクロロエタン		0.144199	0.14420		0.004453	0.001745	0.004453
1,3-ブタジエン		0.136480	0.13648		0.003178	0.006007	0.006007
エチルベンゼン		1.138888	1.1389		0.004573	0.005975	0.005975
m,p-キシレン	キシレン類	0.401659	0.40185		0.004886	0.002719	0.004886
o-キシレン	キシレン類	0.403401	0.40421		0.007496	0.006813	0.007496
四塩化炭素	テトラクロロメタン	0.347222	0.34722		0.010079	0.007275	0.010079
1,2-ジクロロエチレン		0.007024		0.0101	0.008791	0.010132	0.010132
1,1-ジクロロエチレン		0.006852		0.0114	0.011446	0.003107	0.011446
1,2-ジクロロプロパン		0.002367		0.00495	0.004953	0.003154	0.004953
o-ジクロロベンゼン	1,2-ジクロロベンゼン	-0.014020		0.0228	0.022824	0.001531	0.022824
p-ジクロロベンゼン	1,4-ジクロロベンゼン	0.977083	0.97708		0.014282	0.003325	0.014282
スチレン		0.117480	0.11748		0.009971	0.002808	0.009971
1,1,2,2-テトラクロロエタン		0.013535		0.0171	0.017053	0.014005	0.017053
1,1,2-トリクロロエタン		-0.015204		0.0219	0.021930	0.002003	0.021930
1,2,4-トリクロロベンゼン		0.005245		0.0501	0.050066	0.003333	0.050066
二臭化エチレン	1,2-ジブロモエタン	0.016463		0.0287	0.028746	0.004392	0.028746
プロモメタン	臭化メチル	-0.021647		0.03499	0.034990	0.027360	0.034990
ジクロロジフルオロメタン(CFC12)	フロン-12	1.475567	1.476		0.010439	0.002995	0.010439
ジクロロテトラフルオロメタン(CFC114)	フロン-114	0.015894	0.015894		0.009787	0.001009	0.009787
1,3-ジクロロプロペン	cis-1,3-ジクロロプロペン	-0.011588		0.0189	0.019147	0.005879	0.018948
	trans-1,3-ジクロロプロペン	0.029615	0.02961		0.018948	0.005298	0.023176
トリクロロトリフルオロメタン(CFC113)	フロン-113	0.535389	0.53539		0.023176	0.012500	0.023176
トリクロロフルオロメタン(CFC11)	フロン-11	1.079902	1.0799		0.008052	0.017620	0.017620
1,1,1-トリクロロエタン		-0.008736		0.0076	0.004297	0.007584	0.007584
1,3,5-トリメチルベンゼン	トリメチルベンゼン類	0.029801	0.02928		0.012972	0.003636	0.012972
1,2,4-トリメチルベンゼン	トリメチルベンゼン類	0.767910	0.76778		0.012028	0.005513	0.012028
1,1-ジクロロエタン		-0.000097		0.0113	0.011257	0.003723	0.011257

⇒Webの報告書には分析結果は有効数字3桁、検出下限値に関しては有効数字1桁にして記載

クロマトグラム等の良くない例

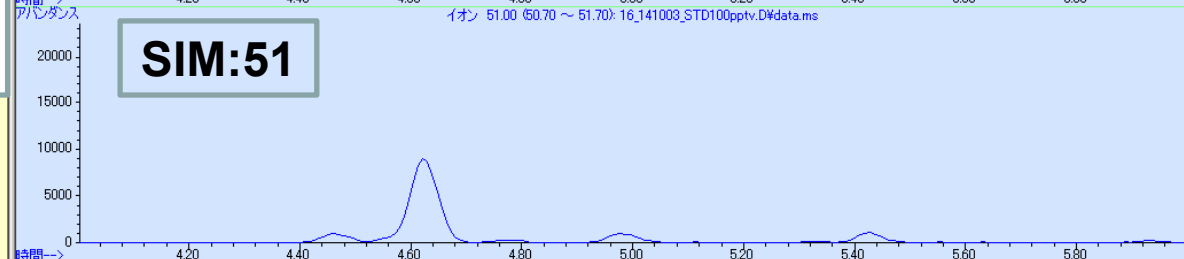
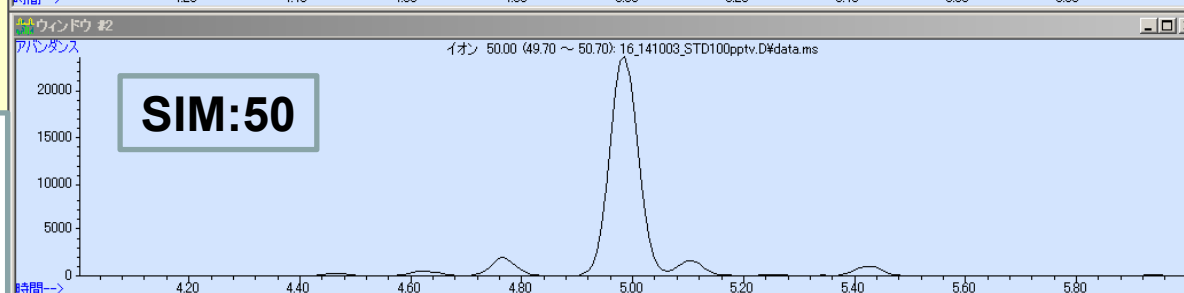
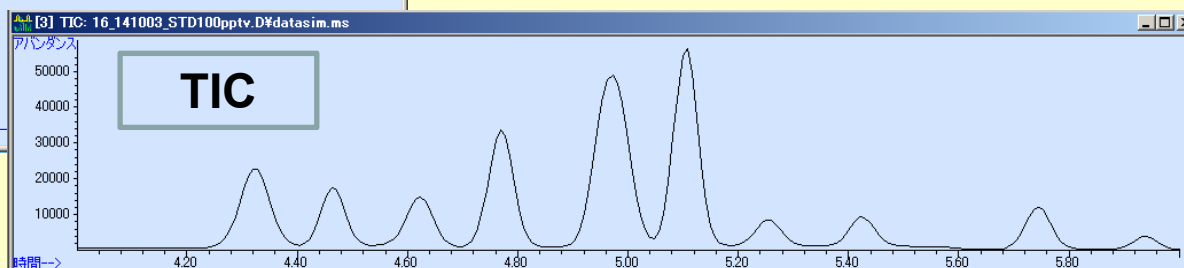




大気試料 塩化メチル

試料と標準でSIM相違

標準 塩化メチル
(100ppt)



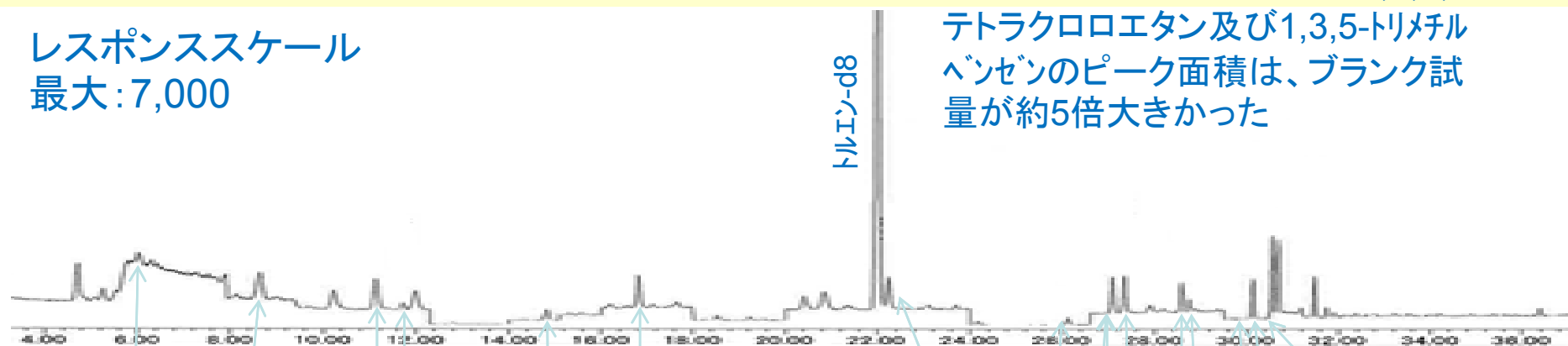
装置ブランクと試料のTIC例

(検討員による例)

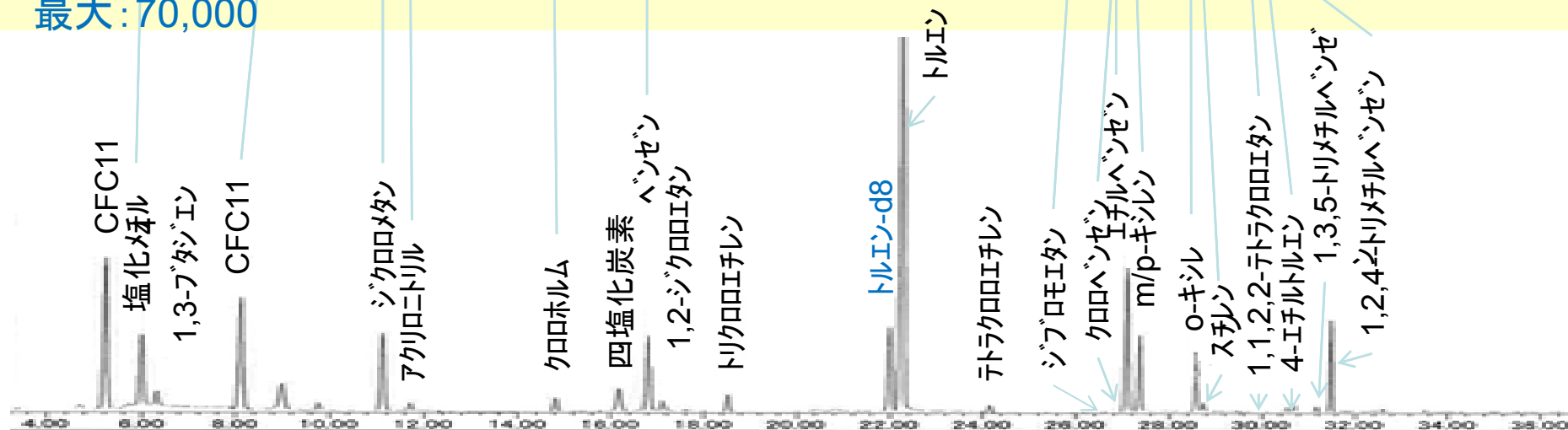
装置ブランク(上)、試料(下)

レスポンススケール
最大:7,000

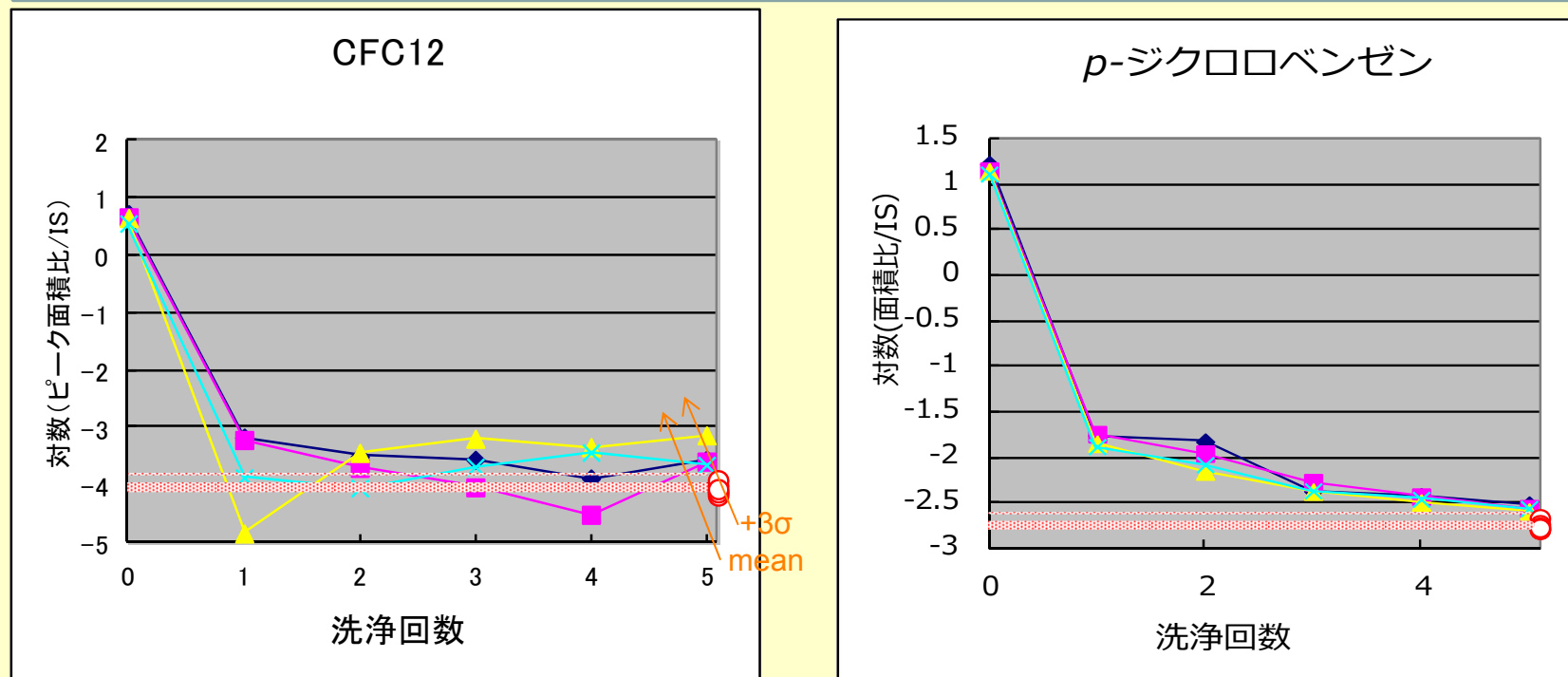
ジブロモエタン(二臭化エチレン)、1,1,2,2-
テトラクロロエタン及び1,3,5-トリメチル
ベンゼンのピーク面積は、ブランク試
量が約5倍大きかった



最大:70,000



キャニスターの洗浄効果試験の結果例 (検討員による例)



▲&× : SUUMA can; ◆&■ : Silico can; ○ : Internal standard 200 ml

キャニスター洗浄は、2ppbvの標準ガスを約200kPaに充填したキャニスターをキャニスタークリーナー（CCS-1Au Plus、GLサイエンス社製）に取り付け、0.03kPaまで減圧後、加湿ゼロガスを200kPaまで加圧するのを1回目の洗浄とした。2回目以降の洗浄は、洗浄したキャニスターを測定後に同じ条件で減圧・加圧を繰り返した。

SUMMA缶、シリコ缶の間で、濃度の減少カーブ（洗浄効果）に差は認められなかった。

測定対象のVOC44成分のうち、トルエンまでに溶出する成分については、2・3回の洗浄以降濃度の減少が認められなくなった。一方、トルエンから後に溶出するVOCsについては、洗浄3回目以降も濃度が漸減した。

5回洗浄したキャニスターのブランクベルとIS200mlのみを6回測定したバックグラウンドのブランクレベルと比較すると、いくつかの成分で明らかにバックグラウンドのブランクレベルを超える汚染が認められた。

V. 過去の結果との比較

過去との比較(詳細項目:優先取組物質)

3項目とも、平均値と調製濃度は概略一致
室間精度CV10~20%程度

ベンゼン

年度	回答数 (棄却後)	平均値 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	CV (%)	平均値と調製 濃度の比 (%)	目標定量下限 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
14	99	43.0	25.0	103.4	0.3
15	108	1.02	16.7	102.0	0.3
17	93	0.809	17.2	103.7	0.3
18	95	1.13	15.3	101.8	0.3
21	74	1.85	12.7	103.4	0.3
22	73	1.12	13.8	98.2	0.3
26	73	0.802	13.8	96.8	0.3

塩化メチル

21	31	2.15	11.4	102.4	0.3
22	36	1.39	12.8	101.5	0.3
26	67	1.09	11.6	100.0	0.3

トルエン

21	37	15.0	11.4	- *	0.3
22	36	5.64	11.4	105.2	0.3
26	72	5.87	16.5	100.3	0.3

(注)*: 調製濃度は不明であった(試料ガス調製時の汚染が考えられた)

塩化メチル及びトルエンは、H21・22調査時には優先取組物質でなかった

過去との比較(参照項目:優先取組物質)

(優先取組物質)

項目	平成21年度		平成22年度		平成26年度	
	CV (%)	設定値 との比	CV (%)	設定値 との比	CV (%)	設定値 との比
トリクロロエチレン	18.1	(-)	16.3	(-)	17.2	98.0
テトラクロロエチレン	17.9	105	22.3	112	20.8	101
ジクロロメタン	13.0	104	15.1	101	15.7	98.9
アクリロニトリル	27.1	116	25.9	111	22.5	112
塩化ビニルモノマー	15.8	102	18.7	109	15.8	90.5
クロロホルム	14.5	106	18.0	110	11.8	99.5
1,3-ブタジエン	14.0	97.2	17.0	98.2	13.7	103
1,2-ジクロロエタン	20.1	113	19.0	107	20.6	87.2

(-)トリクロロエチレンは、試料ガス調製時の汚染のため、調製濃度（設定値）は不明である。

結果は前記ベンゼン等と概略同じ
アクリロニトリルは若干CV値大きい

過去との比較(優先取組物質以外1)

(有害大気汚染物質)

キシレン類、スチレンの空間精度よくない

項目	平成21年度			平成22年度			平成26年度		
	CV (%)	設定値 との比	誤報告 数	CV (%)	設定値 との比	誤報告 数	CV (%)	設定値 との比	誤報告 数
エチルベンゼン	24.9	109	－	16.2	103	－	23.1	98.5	－
塩化アリル	×	×	×	×	×	×	－	－	1/11
キシレン類	42.1	103	－	25.9	95.8	－	23.0	94.8	－
クロロベンゼン	－	－	5/29	－	－	3/29	－	－	5/19
四塩化炭素	23.8	109	－	25.0	(－)	－	15.6	101	－
1,2-ジクロロエチレン	－	－	1/19	－	－	1/19	－	－	1/20
1,1-ジクロロエチレン	－	－	2/29	－	－	3/30	－	－	2/20
1,2-ジクロロプロパン	－	－	3/29	16.7	106	－	－	－	2/20
p-ジクロロベンゼン	21.5	99.2	－	15.7	91.8	－	26.6	99.2	－
o-ジクロロベンゼン	－	－	5/27	－	－	4/27	－	－	9/20
スチレン	44.0	110	－	21.5	92.6	－	32.1	117	－
1,1,2,2-テトラクロロエタン	－	－	4/25	－	－	3/26	－	－	5/20
1,1,2-トリクロロエタン	－	－	2/29	－	－	12/29	－	－	3/20
1,2,4-トリクロロベンゼン	－	－	2/23	－	－	7/21	－	－	14/18
二臭化エチレン	－	－	1/13	－	－	1/13	－	－	3/11
n-ヘキサン	－	－	0/4	－	－	2/3	×	×	×
ブロモホルム	×	×	×	×	×	×	－	－	0/1
ブロモメタン(臭化メチル)	16.7	108	－	18.4	112	－	－	－	9/23

(-) 四塩化炭素については、試料ガス調製時の汚染等のため、調製濃度(設定値)は不明である。

× 分析対象項目でない。

誤報告数とは、添加しなかった項目で、
検出されたとして報告された回答数の割合を示す

過去との比較(優先取組物質以外2)

(PRTR法の第一種指定化学物質等)

トリメチルベンゼン類の空間精度よくない

項目	平成21年度			平成22年度			平成26年度		
	CV (%)	設定値 との比	誤報告 数	CV (%)	設定値 との比	誤報告 数	CV (%)	設定値 との比	誤報告 数
クロロエタン	17.4	103	－	23.0	111	－	－	－	7/21
HCFC142b	－	－	1/12	32.1	114	－	7.5	101	－
HCFC22	8.4	106	－	9.5	104	－	7.8	101	－
CFC12	13.8	100	－	12.3	104	－	11.0	101	－
CFC114	13.8	99.4	－	17.3	103	－	－	－	6/23
HCFC123	－	－	2/11	－	－	0/11	－	－	0/11
HCFC141b	7.6	103	－	19.6	105	－	7.6	109	－
1,3-ジクロロプロペン	－	－	4/25	21.2	114	－	－	－	3/18
HCFC225ca	－	－	2/11	－	－	0/11	－	－	0/10
HCFC225cb	－	－	1/11	－	－	0/10	－	－	0/10
CFC113	17.2	105	－	14.9	103	－	9.8	100	－
CFC11	16.1	106	－	13.6	103	－	10.6	100	－
1,1,1-トリクロロエタン	－	－	3/31	－	－	3/32	－	－	4/24
トリメチルベンゼン類	34.5	97.6	－	29.1	100	－	46.6	102	－
1,1-ジクロロエタン	－	－	1/30	－	－	3/29	－	－	3/21

誤報告数とは、添加しなかった項目で、
検出されたとして報告された回答数の割合を示す

VI. 分析実施上の留意点等

分析実施上の留意点等

参加機関のコメント等

[汚染]

- 採取容器の洗浄、測定室内雰囲気、装置等焼き出し、ブランク管理など、汚染防止に留意する。
- ベンゼンの空試験値が通常時よりも高かった
- 通常時よりトルエンの空試験の測定値が高めであった

[機器性能]

- キャニスターからの回収試験を行い、80%以上、できれば90%以上の回収率のキャニスターを使用する

[試料]

- 試料中の各物質の濃度が異なるため、濃縮量を変えたり、検量線を調製したりするなど、測定を工夫する必要があった
- トルエンについては、通常では検量線濃度範囲を超えたため、試料量を少なくした

分析実施上の留意点等

参加機関のコメント等

[測定]

- 検量線の直線性を考慮して、標準ガスの濃度範囲を設定する
- 内標準物質をリテンションタイムで使い分けた
- 塩化メチルのみ内標準物質としてペンタン-d12を使用した
- 優先取組物質についてバリデーションしたメソッドで多成分同時測定しているため、高沸点物質の精度が悪い
- 50 mL以下の濃縮量で測定する場合は、一般的な濃縮量(100～400 mL)で測定する時よりも濃縮速度を遅くして濃縮量の精度を向上させる
- 配付した試料のように水分含量がほぼ飽和している試料を、500 mL以上濃縮する場合は、水分量が精確度を悪化させないことを確認する
- 標準ガス、試料ガス測定中のGC/MS感度変化が認められる場合は、内標準を使って補正する