

第4編

排出ガス中の多環芳香族炭化水素 (PAHs) の 測定方法マニュアル

第1章 測定方法の総論	1
第1節 測定方法の概要	1
1 測定対象物質	1
2 用語の定義と参照資料	4
3 試料採取方法の分類と適用	5
4 分析方法の分類と適用	6
5 表示方法	6
6 測定方法の精度管理の概要	7
第2節 分析精度の管理	10
1 事前評価	10
2 標準作業手順 (SOPs)	10
3 器具、装置の性能の評価と維持管理	10
4 測定の信頼性の評価	12
5 データの管理及び評価	14
6 精度管理に関する報告	15

第1章 測定方法の総論

はじめに

本マニュアルは、排出ガス中の多環芳香族炭化水素（PAHs）の標準的測定方法である。ここに示す方法は、類似する媒体及び物質についてこれまでに開発されている実績ある測定方法を基に検討し、検証試験によってその基本的性能を確認した2種類の方法（（1）フィルタ/吸収液/捕集剤捕集法、（2）固相捕集法）である。

なお、今後本マニュアルに示されている測定方法以外の方法で、検証試験の結果本マニュアルと同等以上の性能を有すると認められるものについては、必要に応じて本マニュアルに追加することとする。

第1節 測定方法の概要

1 測定対象物質

本マニュアルにおける測定対象物質は、多環芳香族炭化水素（PAHs）26物質（ナフタレン、アセナフチレン、アセナフテン、フルオレン、アントラセン※、フェナントレン、ピレン、フルオランテン、ベンゾ[a]アントラセン、クリセン、ベンゾ[b]フルオランテン、ベンゾ[j]フルオランテン、ベンゾ[k]フルオランテン、ベンゾ[a]ピレン※、ベンゾ[g, h, i]ペリレン、インデノ[1, 2, 3-cd]ピレン、ジベンゾ[a, h]アントラセン、1-メチルナフタレン、2-メチルナフタレン、シクロペンタ[cd]ピレン、5-メチルクリセン、ベンゾ[e]ピレン、ジベンゾ[a, e]ピレン、ジベンゾ[a, h]ピレン、ジベンゾ[a, i]ピレン、ジベンゾ[a, 1]ピレン）とする。目的に応じて、この中より適宜選定する。図 1-1-1 に測定対象物質を、表 1-1-1 に測定対象物質と測定方法の対応表を示す。

※印の物質については、特に酸性雰囲気下での酸化反応等により分解しやすいので、捕集できていることを確認できる場合に限り、測定対象とする（注1）。

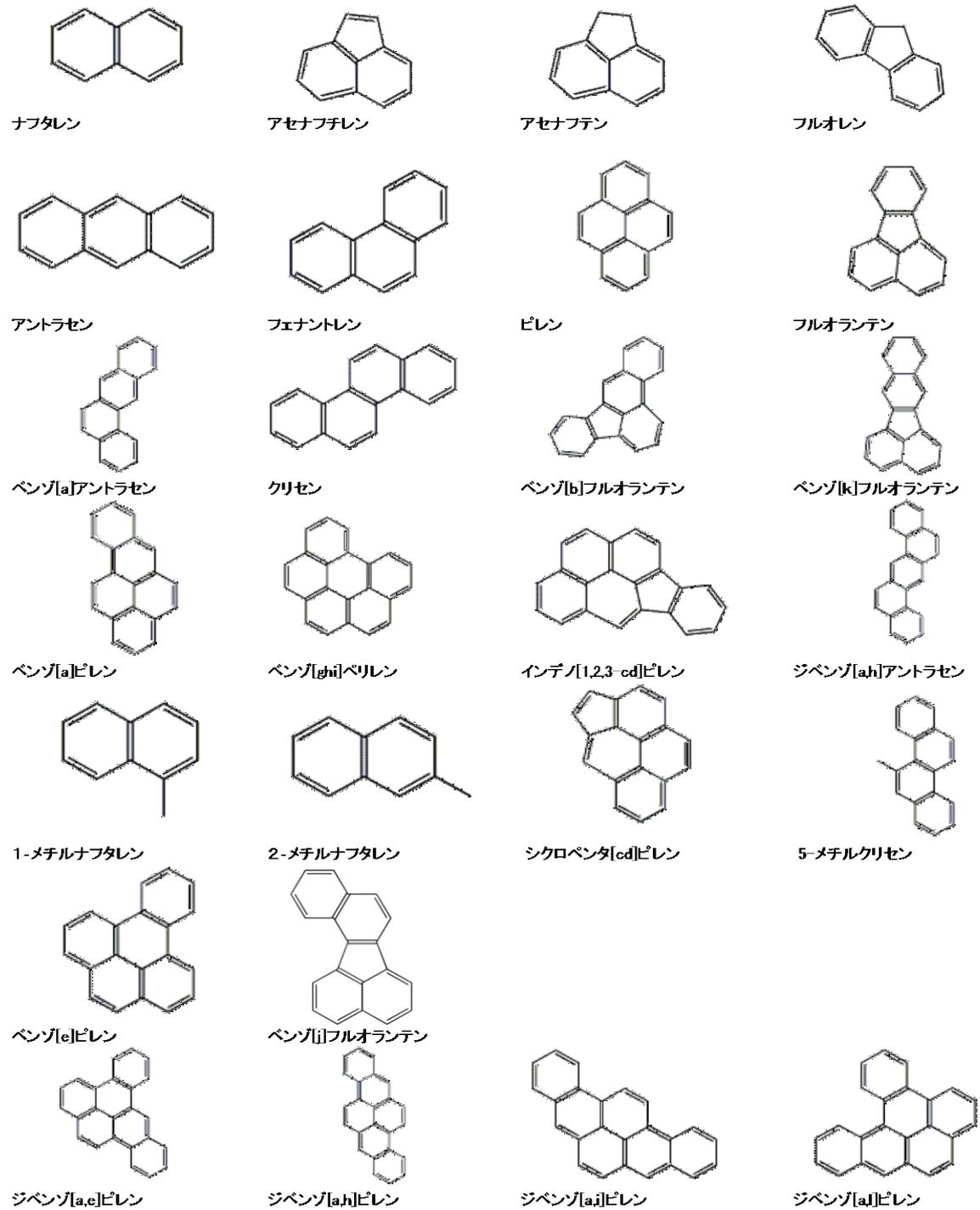


図 1-1-1 測定対象 PAHs

表 1-1-1 測定対象物質と測定方法の対応表

環数	対象物質	フィルタ/ 吸収液/捕 集剤捕集法	固相捕集 法
2	ナフタレン	■	○
	1-メチルナフタレン	■	○
	2-メチルナフタレン	■	○
3	アセナフチレン	■	○
	アセナフテン	■	○
	フルオレン	■	○
	アントラセン*	■	○
	フェナントレン	■	○
4	ピレン	○	△
	フルオランテン	○	△
	ベンゾ[a]アントラセン	○	△
	クリセン	○	△
	5-メチルクリセン	○	△
5	ベンゾ[b]フルオランテン	○	—
	ベンゾ[j]フルオランテン	○	—
	ベンゾ[k]フルオランテン	○	—
	ベンゾ[a]ピレン*	○	—
	シクロペンタ[cd]ピレン	○	—
	ジベンゾ[a, h]アントラセン	○	—
	ベンゾ[e]ピレン	○	—
6	ベンゾ[g, h, i]ペリレン	○	—
	インデノ[1, 2, 3-cd]ピレン	○	—
	ジベンゾ[a, e]ピレン	○	—
	ジベンゾ[a, h]ピレン	○	—
	ジベンゾ[a, i]ピレン	○	—
	ジベンゾ[a, 1]ピレン	○	—

いずれの測定方法においても事前の回収率等の確認は必要事項であるが、△印となっているこれらの測定方法は、○印の採取方法と同等の捕集効率、抽出効率であることが確認された場合に用いることができる。また、■印となっているこれらの測定方法は、ブランクの影響が大きいため、目標とする下限または試料の測定値と比較してブランク値が十分低いことが確認された場合に用いることができる。

※印の物質（アントラセン、ベンゾ[a]ピレン）については、特に酸性雰囲気下での酸化反応等により分解しやすいので、捕集できていることを確認できる場合に限り、測定対象とする（注1）。

2 用語の定義と参照資料

(1)用語の定義

本測定方法を利用するにあたって使用されている用語の定義を示す。

GC ガスクロマトグラフィ (Gas Chromatography) 又はガスクロマトグラフ (Gas Chromatograph)

MS 質量分析法 (Mass Spectrometry) 又は質量分析計 (Mass Spectrometer)

GC-MS ガスクロマトグラフ質量分析法又はガスクロマトグラフ質量分析計

SIM 選択イオン検出法 (Selected Ion Monitoring)

EI 電子イオン化法

ppm 100 万分の 1 (Parts per million; 10^{-6})

kPa キロパスカル (kilo Pascal、760mmHg=101.325 kPa)

μg 10^{-6} g (microgram)

ng 10^{-9} g (nanogram)

pg 10^{-12} g (picogram)

RRF 相対感度係数 (Relative Response Factor)

(2)参照資料

(1)に示した以外で、このマニュアルに定めのない事項、測定装置等の構成及び測定方法の原理等については、次の規格等による。

JIS K 0050 (化学分析方法通則)

JIS K 0095 (排ガス試料採取方法)

JIS K 0114 (ガスクロマトグラフ分析通則)

JIS K 0123 (ガスクロマトグラフ質量分析通則)

JIS K 0211 (分析化学用語 (基礎部門))

JIS K 0214 (分析化学用語 (ガスクロマトグラフィー部門))

JIS K 0215 (分析化学用語 (分析機器部門))

JIS Z 8401 (数値のまるめ方)

JIS Z 8402 (分析・試験の許容差通則)

JIS Z 8808 (排ガス中のダスト濃度の測定方法)

大気汚染物質測定法指針環境庁 (昭和 62 年)

学術用語集化学編 (文部省編)

分析化学用語辞典 (日本分析化学会編)

本マニュアルに記載されている商品名は、マニュアル使用者の便宜のために、マニュアルの検証試験に使用し、かつ、一般に入手できるものを例示したものであり、これを推奨するわけではない。同等の性能を持つ別のものを用いて良い。

3 試料採取方法の分類と適用

3.1 試料採取の基本的な考え方

本測定方法は、燃焼、化学反応などに伴って煙道、煙突及びダクトに排出される排出ガスを測定対象とする。ただし、測定対象の施設において、ばいじん、酸性ガス、PAHs 濃度等が高いなど一般的な施設と大きく異なることが予測される場合には、本方法が適用可能であるか確認を行った後、使用する。また、事前に測定対象の施設の運転状況等を十分把握し、適切な試料採取時期、時間及び方法を選択する必要がある。

本測定方法では、試料採取方法として、(1) フィルタ/吸収液/捕集剤捕集法 (2) 固相捕集法を採用する。

一般に、連続運転の焼却炉などにおける排ガスの測定においては、(1) フィルタ/吸収液/捕集剤捕集法では、等速吸引で4時間の採取を基準とする。

また、(2) 固相捕集法では、破過容量等も考慮して、使用するカートリッジの種類等に応じた適切な採取流量 (通常 2~5L/min) で1~4時間の採取を基準とする (注2)。

炉の燃焼状態が安定した時点から、最低1時間以上経過した後に試料ガス採取を開始する。

間欠運転炉については、定常運転時の排ガスが代表試料と考えられる場合は、炉の立上げ及び停止時を除いた定常運転時 (炉の燃焼状態が安定した時点から、最低1時間以上経過した後) に試料ガスを採取し、立上げ及び停止時が大きく影響すると考えられるような場合は、それらを含むように採取するなど、その運転状況に応じて試料ガスを採取する。

なお、このような試料ガスの採取においては、温度、一酸化炭素の濃度などを連続測定するなどして試料ガスの採取開始から終了までの運転状態の変化を記録し、報告書に添付することが望ましい。

3.2 様々な排出形態における試料採取

本マニュアルにおいては、各種排出形態における個々の事例における試料採取方法については踏み込まないが、水分の多い場合、高温の場合等個別の対応については、JIS K 0311 (排ガス中のダイオキシン類の測定方法) に準拠し、現地において、排出形態に応じ実状に合った採取方法を選択する。

なお、基本的には、試料採取器材は JIS K 0095 (排ガス試料採取方法) に記載されているものを用いることとする。また、排出ガス中の水分が試料採取系内に凝縮する場合は、凝縮した水や溶媒中に含まれる測定対象物質も同時に測定する。

3.3 排出ガス量の測定

排出ガス量は必要に応じ、原則として JIS Z 8808 (排ガス中のダスト濃度の測定方法) に記載されている方法により測定する。

3.4 試料採取方法

3.4.1 フィルタ/吸収液/捕集剤捕集法

フィルタ/吸収液/捕集剤捕集法は、フィルタ(ろ紙)などによる「ろ過捕集」、吸収液(インピンジャー)による「吸収捕集」及び吸着剤カラムによる「吸着捕集」で試料を捕集する方法である。

この採取方法は、高温の排出ガス及び水分等が多く含まれる排出ガスの採取にも適用可能である。また、フィルタ、吸収液、吸着剤に捕集した測定対象物質は溶媒で抽出する。

3.4.2 固相捕集法

固相吸着剤(スチレンジビニルベンゼン共重合体)を充填した捕集カートリッジによる「吸着捕集」で試料を捕集する方法である。

この採取方法は、対象物質の中で特に揮発性の高い物質に適用可能である。また、吸着剤に捕集した測定対象物質は溶媒で抽出又は溶出する。

4 分析方法の分類と適用

4.1 分析方法の基本的な考え方

測定対象物質の分析は、ガスクロマトグラフ質量分析(GC-MS)法により行う。

分析においては、あらかじめ発生源に関する情報や調査時の状況等、利用可能な情報に基づき、測定対象物質の分析条件を検討しておく必要がある。

測定機器としてのGC-MSは、高感度で選択性に優れている高分解能型(二重収束方式等)や汎用性のある低分解能型(四重極方式、磁場型方式、イオントラップ方式等)を用いることができる。測定は選択イオン検出法(SIM)を用いる。測定においては、これらの機器の特徴や安定性、感度応答の直線性等と試料の予想濃度を考慮して分析条件を選定する。

4.2 測定対象物質の前処理・分析方法

捕集されたPAHsを溶媒で抽出した後、必要に応じて精製し、キャピラリーカラムを装着したGC-MSを用い、SIM法により分離・定量する。注入量は、原則として1~2 μ Lとする。

本法の測定範囲は、試料採取量や前処理方法、装置、測定条件によって異なる。装置の検出下限は、変動はあるが高分解能型で0.1pg程度、四重極方式で1pg程度である。測定には必ず内標準物質を使用する。

5 表示方法

(1) 濃度の表示

測定結果(濃度)は、定量下限値以上の値はそのまま記載し、定量下限値未満の値については次のとおりとする。定量下限値未満の値は定量下限値以上の値と同等の精度が保証できない値であることが分かるような表示方法(例えば、検出下限値以上・定量下限値未満の値は括弧付きにする、検出下限値未満は(<検出下限値(数値))等)で記載する。

(2) 数値の取扱い

濃度の表示における数値の取扱いは、特に指定のない場合には次による。なお、濃度算出に至るまでの過程においては、計算上の誤差が積み重ねられるため、数値の丸め操作は計算の最終結果に対してのみ行うこと。

- a) 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 桁として表し、検出下限値未満の場合には検出下限値未満であったことを表示する。但し、試料における定量下限値の桁までとし、それより下の桁は表示しない。
- b) 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 2 桁として表示する。検出下限値については、JIS Z 8401 によって数値を丸め、定量下限値の桁までとして表示する。

6 測定方法の精度管理の概要

本マニュアルでは、品質の保証の観点から測定値の信頼性を確保するため、必要な精度管理を行う。図 1-1-2 に精度管理の概要を示す。精度管理の詳細については次節で述べる。

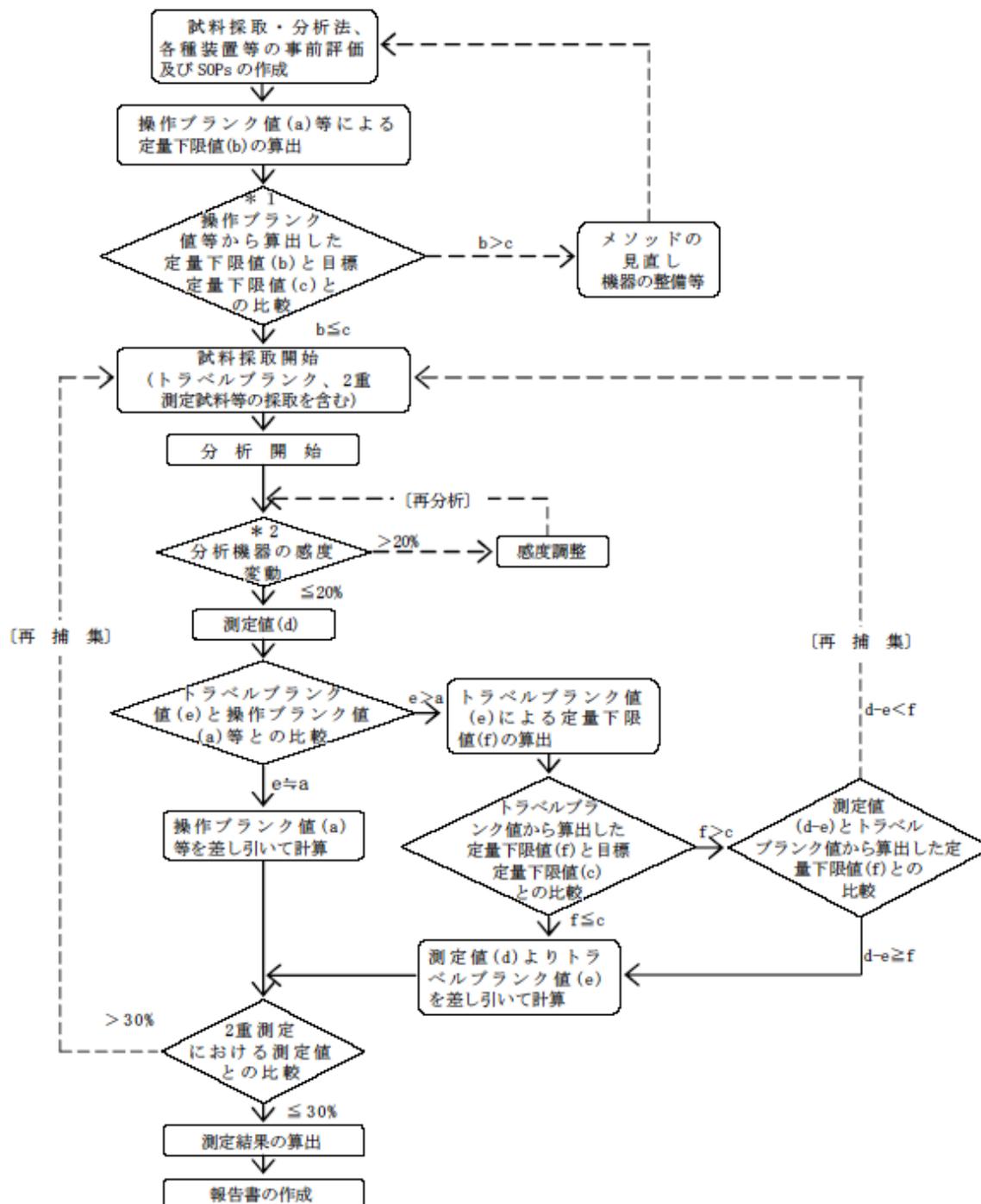


図 1-1-2 精度管理の概要

(注1) 酸化反応等を抑制するために液体捕集部またはドレン部の吸収瓶に還元剤を投入したりアルカリ性にする等の方法（例えば、アスコルビン酸ナトリウムを添加する）がある。測定対象物質への影響がないことを確認した上で用いることとする。捕集できていることの確認は、サンプリングスパイクの添加等により行う。

(注2) (2) 固相捕集法と(1) フィルタ/吸収液/捕集剤捕集法を併用する場合は、できる限り採取時間を合わせる等の配慮が必要である。また、(2) 固相捕集法においてピレン、フルオランテン、ベンゾ[a]アントラセン、クリセン、5-メチルクリセンを対象とする場合には、等速吸引することが望ましい。

第2節 分析精度の管理

本マニュアルが対象とする試料に含まれる測定対象物質は、各種の要因による多様な性状及び濃度レベルにある。したがって、測定において一定の精度を確保するためには、試料採取から分析、同定・定量まで相応の精度管理が行われなくてはならない。そこで、以下に精度管理の基本的な項目を示す。具体的な対応等については、本文のマニュアル内に述べられている。

なお、1 事前評価、2 標準作業手順 (SOPs)、3 器具、装置の性能の評価と維持管理及び4 測定の信頼性の評価等に含まれている大部分の事項は、実際のモニタリングに先立ってその妥当性等の検証を行っておくことが望まれる。

1 事前評価

試験機関においては本マニュアルに示された測定方法を用いるにあたり、以下の項目について十分な結果が得られていることを確認し、標準作業手順(SOPs)を作成する。この確認作業は測定方法を新規に採用する場合、測定機器の交換時、測定者の変更等の体制が変わった時、その他定期的に行う必要がある。

- (1) 試料採取、前処理系からの汚染及び回収率
- (2) 操作ブランク値、トラベルブランク値
- (3) 検出下限値及び定量下限値
- (4) 試料の濃度範囲と定量可能範囲（検量線）の対応性
- (5) 吸着捕集での捕集効率と破過容量及び回収率
- (6) 再現性
- (7) 採取試料、ブランク試料の保存安定性

2 標準作業手順 (SOPs)

試験機関においては以下の項目について作業手順を設定しておく。この作業手順は具体的に分かりやすいこと及び関係者に周知徹底しておくことが必要とされる。

- (1) 試料採取用試薬類の準備、精製、保管及び取り扱い方法
- (2) 分析用試薬、標準物質等の準備、標準溶液の調製、保管及び取り扱い方法
- (3) 試料採取装置の組み立てや、機器、器具の校正、操作方法
- (4) 分析機器の測定条件の設定、調整、操作手順
- (5) 測定操作の全工程の記録（使用するコンピュータのハード及びソフトを含む）

3 器具、装置の性能の評価と維持管理

3.1 試料採取

試料採取に必要な器具類、材料及び試薬については、あらかじめ測定に妨害を及ぼす物質が認められないことを確認するとともに、測定対象物質のブランクについて可能なかぎり排除する必要がある。

試料採取においては、常に同一の品質を維持するために、器具類、材料及び試薬の管理方法について規格化しておき、その規格化についての情報あるいは根拠を要求された場合には提出できるように準備しておく。

3.1.1 試料採取用器材の準備と保管

試料採取に使用する器具・器材等は十分に洗浄し、あらかじめ汚染のないことを確認する。汚染のないことが確認された器具・器材等は、密栓して、または密閉容器等に保管する。

3.1.2 試料採取

各採取用装置に用いる器具等は洗浄し、器具等からの汚染を十分低減する。試料採取においては、装置を組み立てた後、装置の漏れが無いことを確認する。

3.1.3 試料の保管・運搬

試料採取後は、フィルタ、吸収液、吸着剤カラムまたは捕集カートリッジはアルミニウム箔等を巻き付けて遮光し、密栓し保管する。出来るだけ速やかに吸着剤等から溶媒で測定対象物質を抽出して分析することが望ましい。

3.1.4 試料採取の信頼性の管理

試料採取の信頼性を確保するために、あらかじめ試料中の測定対象物質の試料採取容器等での保存性、回収率、水分の影響等について確認しておく必要がある。これらは、使用する試料採取容器等の材質や吸着剤が変わった場合は、必ず確認する必要がある。

試料採取容器等を再使用する場合は、汚染がないことを確認する。

3.2 機器測定

機器測定に必要な器具類、材料及び試薬については、あらかじめ測定に妨害を及ぼす物質が認められないことを確認するとともに、測定対象物質のブランクについて可能なかぎり低減する必要がある。

測定に当っては、常に同一の品質を維持するために、器具類、材料及び試薬の管理方法について規格化しておき、その規格化についての情報あるいは根拠を要求された場合には提出できるように準備しておく。

3.2.1 標準物質

測定値は、試料と標準物質の測定結果の比較に基づいて求める。このため、測定値の信頼性を確保するには、濃度の保証された標準溶液を用いる必要がある。

3.2.2 分析機器の調整

分析機器は目的に応じて測定条件を設定し、試料の測定が可能ないように調整する。この際、必要とされる感度、検量線の直線性、安定性等の他、測定の誤差となる妨害の有無等、十分信頼できる測定ができるかどうか確認しておく。

また、カラム槽温度、注入口温度、検出器温度、キャリアーガス流量等の条件を設定し、検出器の応答が安定して直線性が確保されていること、測定対象物質の保持時間が適切な範囲にあり、かつ、ピークが十分に分離されること等を確認する。

4 測定の信頼性の評価

4.1 感度変動

1日に1回以上定期的に検量線の中央付近濃度の標準溶液を測定して、測定対象物質の感度の変動が検量線作成時の感度に比べて±20%以内であることを確認するが、できるだけ±10%以内であることが望ましい。±20%を超える場合には、再度、装置の調整及び検量線の作成から測定をやり直す。保持時間については、分離カラムの劣化等の要因により徐々に変化する場合には、必要に応じて対応をとればよいが、比較的短い間に変化（通常、1日に保持時間が±5%）する時にはその原因を取り除き、再度装置の調整及び検量線の作成から測定をやり直す。

この試験は、装置の感度変動が安定していることが確認できれば、その範囲内で実施頻度を減らしてもよい。ただし、感度変動試験の間隔を長く空けたときの危険性として、その間の試料の測定結果に異常値や基準を超過した2重測定値が生じた場合にその原因と感度変動との関係を確認できないことからその間の全試料で再測定や欠測となる可能性があること、及び、20%を超えた感度変動が生じた場合にそれ以前に測定していた全ての測定試料が再測定になってしまうこと等があり、これらの危険性や試料の保存性も考えて再測定ができる範囲内で実施頻度を決定すべきである。なお、感度変動の実施頻度を減らすにあたり、信頼性を確保するために前もってこの試験について十分検討しておく、急激な感度変動が起きないことや長時間にわたり感度が安定している等、必要があればそのデータを提示できるようにしておく。

4.2 検出下限値、定量下限値の測定

検量線作成時の最低濃度（定量下限値付近）の標準溶液あるいは操作ブランクがある場合には操作ブランクについて、所定の測定方法により測定し、得られた測定値を各測定方法での濃度の算出式により排出ガスの濃度への換算値濃度を求める。

5試料以上測定して標準偏差(s)を求め、その3倍を検出下限値、10倍を定量下限値とする。

操作ブランク値がある場合には、検量線の最低濃度と操作ブランク値で求めたsのうちいずれか大きい方を検出下限値及び定量下限値の計算に用いる。

検出下限値 = $3s$ (mg/m³N)式 (1-2-1)

定量下限値 = $10s$ (mg/m³N)式 (1-2-2)

定量下限値は用いる測定機器や条件によって異なるため、機器の測定条件を設定した場合など必要に応じて測定し目的に応じた目標とする濃度の1/10以下であることを確認する。

4.3 操作ブランク値の測定

操作ブランク試験は、各測定対象物質の採取・測定等の操作を行い、フィルタ、採取容器、吸着剤カラム、捕集カートリッジあるいは試験液の調製又は分析機器への試料の導入操作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のものである。操作ブランク値の排出ガスの濃度への換算値が、各測定対象物質の目的に応じた目標とする濃度の1/10より大きい場合には、採取容器、分析環境、分析装置等を十分に検査して操作ブランク値を低減し、再測定する。

4.4 トラベルブランク値の測定と測定値の補正等（図1-1-2 精度管理の概要を参照）

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、トラベルブランクとして試料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分析した時の量をトラベルブランク値とする。この試験は、試料採取から採取試料の運搬までに汚染が考えられる場合には必ず行わなければならないが、それ以外の場合には、汚染防止が確実に行われていることが確認できれば毎回行わなくてもよい。ただし、試料採取における信頼性を確保するため、前もってトラベルブランク試験について十分検討しておき、必要があればそのデータを提示できるようにしておく。トラベルブランクは調査地域、時期、輸送方法あるいは距離などについて同等と見なされる一連の試料採取において試料数の10%程度の頻度で、少なくとも3試料以上を用意して測定し、その平均値(e)及び標準偏差(s)を求めて以下のように測定値の補正を行う。なお、この3試料の測定結果に大きなばらつきが認められ、そのまま差し引くことによって測定結果に対して大きな誤差を与えることが示唆される場合には、統計的に妥当と考えられ得る必要な数のトラベルブランク試験を行うことが望ましい。

- ①トラベルブランク値の平均値(e)（以後、「トラベルブランク値」と略称）が操作ブランク値(a)と同等とみなせる($a \approx e$)時には、トラベル中の汚染は無視できるので測定値から操作ブランク(a)を差し引いて濃度を計算する。一方、移送中に汚染がある、即ちトラベルブランク値(e)が操作ブランク(a)より大きい場合には、
- ②トラベルブランク値(e)を測定した時の標準偏差(s)から求めた定量下限値($10s$)の排出ガス濃度への換算値(f)が目的に応じた目標とする濃度の1/10(c)以下($f < c$)の時は、測定値からトラベルブランク値(e)を差し引いて濃度を計算する。
- ③トラベルブランク値による定量下限値(f)が目的に応じた目標とする濃度の1/10(c)より大きくても($f > c$)、試料の測定値(d)からトラベルブランク値(e)を差し引いた値がトラベルブランク値による定量下限値以上(f)の時($d - e \geq f$)には、測定値(d)からトラベルブランク値(e)を差し引いて濃度を計算する。しかし、

④移送中に汚染があり ($a < e$)、トラベルブランク値による定量下限値 (f) が目的に応じた目標とする濃度の $1/10$ (c) より大きく ($f > c$)、しかも試料の測定値からトラベルブランク値 (e) を差し引いた値がトラベルブランク値による定量下限値 (f) より小さい ($d - e < f$) 場合には、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、汚染の原因を発見して取り除いた後、再度試料の採取を行う。

上記のようにトラベルブランク値を操作ブランク値と比較する場合、明らかにトラベルブランク値が大きければ移送中に汚染があったとみなし、トラベルブランク値を用いて濃度の算出を行う。

トラベルブランク値と操作ブランク値の差が小さい場合には、必ずしも汚染があったと考えることができない。例えば、操作ブランク値とトラベルブランク値との差が測定精度の範囲内であれば両ブランク値は同等であるとみなせる。両者の差が測定精度の範囲を超えている場合には、操作ブランク値及びトラベルブランク値の差について t 検定を行い、有意差により判断する。ただし、検定に用いるブランクの試料数は通常でトラベルブランクは3試料、操作ブランクは5試料と少ないので、検定結果には注意を払う必要がある。トラベルブランク値と操作ブランク値が同等とみなせる場合には操作ブランク値を用いて濃度の算出を行う。

試料ガスがきわめて高濃度で汚染があっても問題とされないと考えられる場合、トラベルブランクの確認を省略できる。

4.5.2 重測定

試料採取及び分析測定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（個々の測定値がその平均値の±15%以内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、採取流速、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、再度試料測定を行うことになる。（注1）

2重測定は、一連の試料採取において試料数の10%程度の頻度で行う。

2重測定が難しい採取場所においては省略してもよい。省略した場合は、その理由を明記する。

$$-30 \leq \frac{(C1 - C2)}{(C1 + C2) / 2} \times 100 \leq +30 \quad \dots\dots\dots \text{式(1-2-3)}$$

$C1$ 、 $C2$ ：2重測定試験により得られた個々の測定値。2試料より多く測定値がある場合には、その最大値と最小値をこれに充てる。

5 データの管理及び評価

5.1 試料採取に関する留意事項

データの評価については、作業工程等と試料採取場所、時期、時間等を十分考慮し、得られたデータを評価する必要がある。

5.2 異常値、欠測値の取扱い

分析機器の感度の変動が大きい場合、トラベルブランク値が大きく試料の汚染がある場合、2重測定の結果が大きく異なる場合等は、測定値の信頼性に問題があるため、再測定を行う、又は欠測扱いとして再度試料の採取を行うこととする。このような問題が起きると、多大の労力、時間、コストがかかるばかりではなく異常値や欠測値が多くなると、調査結果全体の評価に影響するため、事前のチェックを十分に行うなど、異常値や欠測値を出さないように注意する。また、異常値や欠測値が出た経緯を十分に検討し、記録に残して、以後の再発防止に役立てることが重要である。

5.3 測定操作の記録

以下の一次情報を記録、整理、保管しておく。

- (1) 試料採取に使用する装置及び器具の調整、校正及び操作
- (2) フィルタ(ろ紙)、吸収液、吸着剤カラム、捕集カートリッジの準備、取り扱い及び保管の状況
- (3) 試料採取条件(排出ガス量、排出ガス温度、発生源に関するなるべく詳細な各種情報等)
- (4) 分析装置の校正及び操作
- (5) 測定値を得るまでの各種の数値

6 精度管理に関する報告

精度管理に関する以下の情報を記録し、データと共に報告する。

- (1) SOPs に規定されていること
 - ① 日常的点検、調整の記録(装置の校正等)
 - ② 標準物質のメーカー及びトレーサビリティ
 - ③ 分析機器の測定条件の設定と結果
- (2) 検出下限値及び定量下限値の測定結果
- (3) 操作ブランク試験及びトラベルブランク試験の結果
- (4) 試料採取、前処理操作等の回収試験の検証結果
- (5) 分析機器の日間感度の変動
- (6) 測定操作記録(試料採取から分析に関する記録)
- (7) 発生源情報

(注 1) 一方が定量下限値以上であり、もう一方が検出下限値以上定量下限値未満の場合には、それぞれの測定値から2重測定を判定する。定量下限値以上と検出下限値未満の2つの測定値が得られた場合には、必ず30%を超えて欠測となるので、再度試料採取を行う。