

また、試料中の揮発性有機化合物の濃度が高く、定量上限を超える場合は、次のいずれかの方法を用いてもよいが、この方法では試料が環境からの汚染のないように十分注意する必要がある。このような高い濃度の試料を取り扱った後は、パージ容器は、メタノール及び水でよく洗浄した後、 105 ± 2 °Cで約3時間加熱し、デシケーター中で放冷する。

また、ガスタイトシリンジなどは注⁽⁹⁾に準じて洗浄を行う。

(i) 試料の採取量は通常は5 mlであるが、この $\frac{1}{10}$ 程度の採取量までは定量が可能である。

(ii) (3)(a)によってあらかじめ置換してあるパージ容器に水5 mlを注入し、密閉し、これに試料の適量をガスタイトシリンジを用いて注入する。

- (20) パージ時間は、揮発性有機化合物が十分にパージでき、かつ、トラップ管の破過容量を超えない範囲で行う。
- (21) 注⁽¹¹⁾によって、シリカゲルを用いた場合は、水分の除去が必要である。この場合の水分の除去に必要な時間は、使用する装置の条件によるが、おおむね5~10分間で十分である。
- (22) 備考4.で冷却凝縮装置を省略した場合は、この操作は省略できる。
- (23) 冷却凝縮装置がカラム槽外にあるものは、瞬時に温度を上昇し、キャピラリーカラムに導入することが必要である。
- (24) 特有の選択イオンを設定するには表5.2を参考にするとよい。
- (25) ピーク高さ又はピーク面積。
- (26) 空試験値が定量下限値を超える場合は、分析環境や分析装置などを十分に点検して再測定を行う。
- (27) 注⁽¹⁹⁾の(ii)によった場合は、空試験の指示値を用いて試料の指示値を補正する。
- (28) 総トリハロメタンの濃度を求める場合は、ジプロモクロロメタン、トリクロロメタン(クロロホルム)、トリプロモメタン(プロモホルム)及びプロモジクロロメタンのそれぞれの濃度の合計で算出する。
- (29) 検出器の感度が安定であることが確認できている場合は、JIS K 0123の8.3.2(2)に準じて定量してもよい。
- (30) 1,2-ジメチルベンゼン(*o*-キシレン)、1,3-ジメチルベンゼン(*m*-キシレン)、1,4-ジメチルベンゼン(*p*-キシレン)及びメチルベンゼン(トルエン)の定量において、定量範囲の上限値の測定が困難な場合は、ガスクロマトグラフ質量分析計の感度の調節を行い、再び定量範囲の確認を行う。
- (31) 段階的に標準液を全量フラスコにとる場合に、あらかじめ少量のメタノールを入れておく。

備考7. この方法を使用するための目安として、5.3.2又は5.4.2の備考28.によって、揮発性有機化合物の概略の濃度を確認しておくことよい。

8. この試験方法において、コーン油30 mg/l、陽イオン界面活性剤、陰イオン界面活性剤は各50 mg/l、1-プロパンチオール(*n*-プロピルメルカプタン)、ジメチルジスルフィド(二硫化ジメチル)は30 mg/lまでは妨害しない。ただし、ジメチルベンゼン(キシレン)及びメチルベンゼン(トルエン)は試料中にエンジン油、軽油の濃度がそれぞれ10 mg/l以上あると測定は困難である。

表5.2 選択イオン検出法における選択イオンの一例

No.	物質名	化学式	分子量	選択イオン (m/z) ⁽³²⁾		
1	ジクロロメタン	CH ₂ Cl ₂	84.93	84	86	49
2	ジブロモクロロメタン	CHBr ₂ Cl	208.28	129	127	131
3	テトラクロロメタン (四塩化炭素)	CCl ₄	153.82	117	119	121
4	トリクロロメタン (クロロホルム)	CHCl ₃	119.38	83	85	47
5	トリプロモメタン (プロモホルム)	CHBr ₃	252.73	173	171	175
6	プロモジクロロメタン	CHBrCl ₂	163.82	83	85	47
7	1,2-ジクロロエタン	CH ₂ ClCH ₂ Cl	98.96	62	64	—
8	1,1,1-トリクロロエタン	CH ₃ CCl ₃	133.40	97	99	61
9	1,1,2-トリクロロエタン	CHCl ₂ CH ₂ Cl	133.40	97	83	99
10	1,1-ジクロロエテン	CCl ₂ =CH ₂	96.94	96	61	—
11	<i>cis</i> -1,2-ジクロロエテン	CHCl=CHCl	96.94	96	61	98
12	<i>trans</i> -1,2-ジクロロエテン			96	61	98
13	テトラクロロエテン	CCl ₂ =CCl ₂	165.83	166	164	129
14	トリクロロエテン	CHCl=CCl ₂	131.39	130	132	95
15	1,2-ジクロロプロパン	CH ₃ CHClCH ₂ Cl	112.99	63	76	62
16	<i>cis</i> -1,3-ジクロロ-1-プロペン	ClCH=CHCH ₂ Cl	110.97	75	110	49
17	<i>trans</i> -1,3-ジクロロ-1-プロペン			75	110	49
18	1,4-ジクロロベンゼン (<i>p</i> -ジクロロベンゼン)	C ₆ H ₄ Cl ₂	147.00	146	148	111
19	1,2-ジメチルベンゼン (<i>o</i> -キシレン)	C ₆ H ₄ (CH ₃) ₂	106.17	106	91	105
20	1,3-ジメチルベンゼン (<i>m</i> -キシレン)			106	91	105
21	1,4-ジメチルベンゼン (<i>p</i> -キシレン)			106	91	105
22	ベンゼン	C ₆ H ₆	78.11	78	77	52
23	メチルベンゼン (トルエン)	C ₆ H ₅ CH ₃	92.14	92	91	—
	フルオロベンゼン	C ₆ H ₅ F	96.10	96	70	—
	4-ブロモフルオロベンゼン	C ₆ H ₄ BrF	175.00	174	176	95

注⁽³²⁾ 選択イオンの選択基準は、イオン強度の大きいもの、実試料で妨害のあるものは避ける。

5.2 ヘッドスペース-ガスクロマトグラフ質量分析法 この方法は、表5.3の揮発性有機化合物について同時定量法 (又は個別定量法) として適用する。

バイアルに試料及び塩化ナトリウムを空間が残るようにとり、一定温度で気液平衡状態とし、その気相の一定量をガスクロマトグラフ質量分析計に導入して、検出には選択イオン検出法 (SIM) 又はこれと同等の方法を用い、各々の選択イオンのクロマトグラフを測定して、揮発性有機化合物の濃度を求める方法である。この場合の対象物質、定量範囲及び繰返し分析精度は、表5.3のとおりである。

表5.3 対象物質とその定量範囲及び繰返し分析精度の一覧

対象物質	定量範囲 µg/l	繰返し分析精度 %
ジクロロメタン (CH ₂ Cl ₂)	0.2~200	10~20
ジブロモクロロメタン (CHBr ₂ Cl)	0.2~200	10~20
テトラクロロメタン (四塩化炭素) (CCl ₄)	0.2~200	10~20
トリクロロメタン (クロロホルム) (CHCl ₃)	0.2~200	10~20
トリプロモメタン (プロモホルム) (CHBr ₃)	0.2~200	10~20
プロモジクロロメタン (CHBrCl ₂)	0.2~200	10~20
1,2-ジクロロエタン (CH ₂ ClCH ₂ Cl)	0.2~200	10~20
1,1,1-トリクロロエタン (CH ₃ CCl ₃)	0.2~200	10~20
1,1,2-トリクロロエタン (CHCl ₂ CH ₂ Cl)	0.2~200	10~20
1,1-ジクロロエテン (CCl ₂ =CH ₂)	0.2~200	10~20
<i>cis</i> -1,2-ジクロロエテン (<i>cis</i> -CHCl=CHCl)	0.2~200	10~20
<i>trans</i> -1,2-ジクロロエテン (<i>trans</i> -CHCl=CHCl)	0.2~200	10~20
テトラクロロエテン (CCl ₂ =CCl ₂)	0.2~200	10~20
トリクロロエテン (CHCl=CCl ₂)	0.2~200	10~20
1,2-ジクロロプロパン (CH ₃ CHClCH ₂ Cl)	0.2~200	10~20
<i>cis</i> -1,3-ジクロロ-1-プロペン (<i>cis</i> -ClCH=CHCH ₂ Cl) (1)	0.2~200	10~20
<i>trans</i> -1,3-ジクロロ-1-プロペン (<i>trans</i> -ClCH=CHCH ₂ Cl) (1)	0.2~200	10~20
1,4-ジクロロベンゼン (<i>p</i> -ジクロロベンゼン) (C ₆ H ₄ Cl ₂)	0.2~200	10~20
1,2-ジメチルベンゼン (<i>o</i> -キシレン) [<i>o</i> -C ₆ H ₄ (CH ₃) ₂] (2)	0.2~200	10~20
1,3-ジメチルベンゼン (<i>m</i> -キシレン) [<i>m</i> -C ₆ H ₄ (CH ₃) ₂] (2)	0.2~200	10~20
1,4-ジメチルベンゼン (<i>p</i> -キシレン) [<i>p</i> -C ₆ H ₄ (CH ₃) ₂] (2)	0.2~200	10~20
ベンゼン (C ₆ H ₆)	0.2~200	10~20
メチルベンゼン (トルエン) (C ₆ H ₅ CH ₃)	0.2~200	10~20

(いずれも装置、測定条件によって定量範囲は異なる。)

備考9. 備考1.による。

10. この試験方法では、対象物質の気液平衡の分配率の相違によって測定感度が異なる。したがって、測定に際してはそれぞれの感度を確認する必要がある。

(1) 試薬 試薬は、次のものを用いる。

(a) 水 2.(8)による。

(b) 塩化ナトリウム JIS K 8150に規定するもの(33)。

(c) メタノール 5.1(1)(b)による。

(d) フルオロベンゼン溶液 5.1(1)(z)による。

(e) 揮発性有機化合物混合標準液 [(2 mg CH₂Cl₂, 2 mg CHBr₂Cl, 2 mg CCl₄, 2 mg CHCl₃, 2 mg CHBr₃, 2 mg CHBrCl₂, 2 mg CH₂ClCH₂Cl, 2 mg CH₃CCl₃, 2 mg CHCl₂CH₂Cl, 2 mg CCl₂=CH₂, 2 mg *cis*-CHCl=CHCl, 2 mg *trans*-CHCl=CHCl, 2 mg CCl₂=CCl₂, 2 mg CHCl=CCl₂, 2 mg CH₃CHClCH₂Cl, 2 mg *cis*-ClCH=CHCH₂Cl, 2 mg *trans*-ClCH=CHCH₂Cl, 2 mg C₆H₄Cl₂, 2 mg *o*-C₆H₄(CH₃)₂, 1 mg *m*-C₆H₄(CH₃)₂, 1 mg *p*-C₆H₄(CH₃)₂, 2 mg C₆H₆, 2 mg C₆H₅CH₃]/ml (7) (8) (34) 全量フラスコ200 mlにメタノール約100 mlを入れ、これに5.1(1)(c)のジクロロメ

タン標準液 (200 mg $\text{CH}_2\text{Cl}_2/\text{ml}$), 5.1(1)(d)のジブロモクロロメタン標準液 (200 mg $\text{CHBr}_2\text{Cl}/\text{ml}$), 5.1(1)(e)のテトラクロロメタン (四塩化炭素) 標準液 (200 mg CCl_4/ml), 5.1(1)(f)のトリクロロメタン (クロロホルム) 標準液 (200 mg CHCl_3/ml), 5.1(1)(g)のトリプロモメタン (プロモホルム) 標準液 (200 mg CHBr_3/ml), 5.1(1)(h)のプロモジクロロメタン標準液 (200 mg $\text{CHBrCl}_2/\text{ml}$), 5.1(1)(i)の1,2-ジクロロエタン標準液 (200 mg $\text{CH}_2\text{ClCH}_2\text{Cl}/\text{ml}$), 5.1(1)(j)の1,1,1-トリクロロエタン標準液 (200 mg $\text{CH}_3\text{CCl}_3/\text{ml}$), 5.1(1)(k)の1,1,2-トリクロロエタン標準液 (200 mg $\text{CHCl}_2\text{CH}_2\text{Cl}/\text{ml}$), 5.1(1)(l)の1,1-ジクロロエテン標準液 (200 mg $\text{CCl}_2=\text{CH}_2/\text{ml}$), 5.1(1)(m)の*cis*-1,2-ジクロロエテン標準液 (200 mg *cis*- $\text{CHCl}=\text{CHCl}/\text{ml}$), 5.1(1)(n)の*trans*-1,2-ジクロロエテン標準液 (200 mg *trans*- $\text{CHCl}=\text{CHCl}/\text{ml}$), 5.1(1)(o)のテトラクロロエテン標準液 (200 mg $\text{CCl}_2=\text{CCl}_2/\text{ml}$), 5.1(1)(p)のトリクロロエテン標準液 (200 mg $\text{CHCl}=\text{CCl}_2/\text{ml}$), 5.1(1)(q)の1,2-ジクロロプロパン標準液 (200 mg $\text{CH}_3\text{CHClCH}_2\text{Cl}/\text{ml}$), 5.1(1)(r)の*cis*-1,3-ジクロロ-1-プロペン標準液 (200 mg *cis*- $\text{ClCH}=\text{CHCH}_2\text{Cl}/\text{ml}$), 5.1(1)(s)の*trans*-1,3-ジクロロ-1-プロペン標準液 (200 mg *trans*- $\text{ClCH}=\text{CHCH}_2\text{Cl}/\text{ml}$), 5.1(1)(t)の1,4-ジクロロベンゼン (*p*-ジクロロベンゼン) 標準液 (200 mg $\text{C}_6\text{H}_4\text{Cl}_2/\text{ml}$), 5.1(1)(u)の1,2-ジメチルベンゼン (*o*-キシレン) 標準液 [200 mg *o*- $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2/\text{ml}$], 5.1(1)(v)の1,3-ジメチルベンゼン (*m*-キシレン) 標準液 [100 mg *m*- $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2/\text{ml}$], 5.1(1)(w)の1,4-ジメチルベンゼン (*p*-キシレン) 標準液 [100 mg *p*- $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2/\text{ml}$], 5.1(1)(x)のベンゼン標準液 (200 mg $\text{C}_6\text{H}_6/\text{ml}$) 及び5.1(1)(y)のメチルベンゼン (トルエン) 標準液 (200 mg $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3/\text{ml}$) をそれぞれ2 ml⁽⁴⁾とり, さらにメタノールを標線まで加える⁽⁵⁾。この標準液は, 検量線作成時に使用する。

- (f) 揮発性有機化合物混合標準液 [{40 μg CH_2Cl_2 , 40 μg CHBr_2Cl , 40 μg CCl_4 , 40 μg CHCl_3 , 40 μg CHBr_3 , 40 μg CHBrCl_2 , 40 μg $\text{CH}_2\text{ClCH}_2\text{Cl}$, 40 μg CH_3CCl_3 , 40 μg $\text{CHCl}_2\text{CH}_2\text{Cl}$, 40 μg $\text{CCl}_2=\text{CH}_2$, 40 μg *cis*- $\text{CHCl}=\text{CHCl}$, 40 μg *trans*- $\text{CHCl}=\text{CHCl}$, 40 μg $\text{CCl}_2=\text{CCl}_2$, 40 μg $\text{CHCl}=\text{CCl}_2$, 40 μg $\text{CH}_3\text{CHClCH}_2\text{Cl}$, 40 μg *cis*- $\text{ClCH}=\text{CHCH}_2\text{Cl}$, 40 μg *trans*- $\text{ClCH}=\text{CHCH}_2\text{Cl}$, 40 μg $\text{C}_6\text{H}_4\text{Cl}_2$, 40 μg *o*- $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2$, 20 μg *m*- $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2$, 20 μg *p*- $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2$, 40 μg C_6H_6 , 40 μg $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3$ } / ml] 全量フラスコ10 mlに少量のメタノールを入れ, これに(e)の揮発性有機化合物混合標準液1 mlをとり, さらにメタノールを標線まで加える⁽⁵⁾。この標準液は, (3)の準備操作で使用する。

注⁽³⁾ 水10 mlに対して塩化ナトリウム3 gを加えて, (4)(h)の空試験を行い, 測定に支障のないことを確認しておく。揮発性有機化合物が含まれている場合には, 使用前に250~450 °Cで2~6時間加熱した後, デシケーター中で放冷し, できるだけ早く使用する。

⁽³⁴⁾ 試験に用いる試料の採取量は10 mlとした場合の標準液の調製方法である。標準液の調製は, 試料の採取量に応じてこの調製方法に準じて行う。

(2) 器具及び装置 器具及び装置は, 次のとおりとする。

(2.1) バイアル ガラス製で試料10~100 mlを入れたとき, 15~60 %の空間が残る, 同形で同じ容量のもの。バイアル用ゴム栓で密栓でき, 加熱しても気密性が保てるもの。使用前に水で洗浄した後, 105±2 °Cで約3時間加熱し, デシケーター中で放冷する。

(2.2) バイアル用ゴム栓 バイアルを密栓できるもの⁽³⁵⁾。

(2.3) 四ふっ化エテン樹脂フィルム 厚さ50 μm 程度⁽³⁶⁾の四ふっ化エテン樹脂フィルム又は同等の性能をもつもので, バイアル用ゴム栓とバイアルの間に挿入した場合に試料とバイアル用ゴム栓が接触しない大きさのもの。

(2.4) アルミニウムキャップ バイアルとバイアル用ゴム栓を固定できるもの。

(2.5) アルミニウムキャップ締め器 アルミニウムキャップをバイアルに締めて固定できるもの。

(2.6) 恒温槽 25~60 ℃の範囲で、設定温度に対して±0.5 ℃に調節でき、30~120分間の一定時間保持できるもの。

(2.7) ガスタイトシリンジ⁽³⁷⁾ 容量20~5 000 μlの適当な容量のもので、気密性の高いもの。

(2.8) マイクロシリンジ 1~5 μlが採取できるもの。

(2.9) ガスクロマトグラフ質量分析計 5.1(2)(2.5)による。ただし、試料導入方法及び試料導入部温度は、次による。

(a) 試料導入方法 スプリット方式、スプリットレス方式又は全量導入方式による⁽³⁸⁾。

(b) 試料導入部温度 150~250 ℃

注⁽³⁵⁾ 材質はシリコン製のもので、凹凸のない平面のものが使用しやすい。

⁽³⁶⁾ 厚さが50 μm程度でないと、長時間では揮散する場合がある。

⁽³⁷⁾ ヘッドスペースからの試料の採取とキャピラリーカラムへの導入は、自動注入法としてガスタイトシリンジ、サンプリングニードル及びサンプリングループも使用できる。

⁽³⁸⁾ 導入試料量が多い場合には、スプリット方式がよい。

備考11. ガスクロマトグラフ質量分析計は、注⁽⁶⁾の4-プロモフルオロベンゼン溶液又は各揮発性有機化合物について、(4)に準じて操作をし、表5.3の定量下限値が測定できる感度に調節しておく。

(3) 準備操作 準備操作は、次のとおり行う。

(a) バイアルに塩化ナトリウム⁽³⁹⁾を、水10 mlにつき3 gを加える。

(b) (a)のバイアルに水[(4)(b)で採取する試料と同量]⁽⁴⁰⁾を、静かに泡立てないようにとり、これに水10 mlにつき(1)(f)の揮発性有機化合物混合標準液1 μl、内標準物質としてフルオロベンゼン溶液(A)1 μl⁽¹⁶⁾⁽¹⁷⁾⁽¹⁸⁾をそれぞれマイクロシリンジを用いて注入する。

(c) (4)(c)~(f)の操作を行って、揮発性有機化合物及びフルオロベンゼンの保持時間の位置を確認する。

注⁽³⁹⁾ 塩化ナトリウムの添加は、試料の塩類濃度の違いによる測定値の変動を防ぐとともに、塩析効果による感度増加を考慮したものである。

なお、試料採取量を変えた場合は、採取量に応じて塩化ナトリウムの添加量を増減させるとよい。

⁽⁴⁰⁾ バイアル中の気相の割合が15~60 %になるように水又は試料を採取する。

備考12. 備考6.による。

(4) 操作 操作は、次のとおり行う。

(a) バイアルに塩化ナトリウム⁽³⁹⁾を、試料10 mlにつき3 gを加える。

(b) (a)のバイアルに3.によって採取した試料の適量(10~100 mlの一定量、例えば、10 ml)⁽⁴⁰⁾を、静かに泡立てないようにとり、これに試料10 mlにつきメタノール1 μl、内標準物質としてフルオロベンゼン溶液(A)1 μl⁽¹⁶⁾⁽¹⁷⁾⁽¹⁸⁾をそれぞれマイクロシリンジを用いて注入する。

(c) 直ちに四ふっ化エテン樹脂フィルムを載せ、バイアル用ゴム栓で栓をし、その上からアルミニウムキャップを載せ、アルミニウムキャップ締め器でバイアルとバイアル用ゴム栓を固定する。

(d) バイアルを塩化ナトリウムが溶けるまで振り混ぜた後、25~60 ℃⁽⁴¹⁾の範囲で設定した温度に対し±0.5 ℃に調節した恒温槽で、30~120分間の一定時間静置する。

(e) バイアル用ゴム栓を通して、ガスタイトシリンジ⁽⁴²⁾を用いて気相の一定量(例えば、1 000 μl)⁽⁴³⁾をとり、直ちに(2.9)(a)の試料導入方法によってガスクロマトグラフ質量分析計に注入する。

(f) 揮発性有機化合物及びフルオロベンゼン特有の選択イオンを設定し⁽²⁴⁾、選択イオン検出法又はこれと同等の方法によって測定してその選択イオンクロマトグラムを記録する。

(g) (3)であらかじめ記録してある揮発性有機化合物及びフルオロベンゼンの保持時間に一致していることを確認し、保持時間に相当する位置のそれぞれの指示値⁽²⁵⁾を読み取る。

(h) 空試験として試料と同量の水(例えば、10 ml)について、(a)~(g)の操作を行う⁽²⁶⁾。試料について(g)で得た指示値を補正する。

(i) 検出された揮発性有機化合物の指示値とフルオロベンゼンの指示値との比を求める。検量線から揮発性有機化合物の量(ng)を求め、5.1(4)(1)の式によって試料中の揮発性有機化合物の濃度(µg/l)を算出する。

検量線⁽²⁶⁾(⁽²⁹⁾) (1)(e)の揮発性有機化合物混合標準液0.01~2 ml⁽⁴⁴⁾を段階的に全量フラスコ10 mlにとり、メタノールを標線まで加える。

(a)の操作を行い、このバイアルに試料と同量の水(例えば、10 ml)⁽⁴⁰⁾を、静かに泡立てないようにとり、水10 mlにつきこれらの標準液1 µl、フルオロベンゼン溶液(A)1 µl⁽¹⁶⁾(⁽¹⁷⁾)⁽¹⁸⁾をそれぞれマイクロシリンジを用いて注入し、次に、(c)~(g)の操作を行う。別に空試験として同量の水について、同じ操作を行う。ただし、これら標準液の代わりにメタノール1 µlを用いる。

これら標準液について得られた指示値を空試験で得た指示値で補正し、各揮発性有機化合物の指示値とフルオロベンゼンの指示値との比を求める。各揮発性有機化合物の量(ng)に対する各揮発性有機化合物とフルオロベンゼンの指示値との比による関係線を作成する。検量線の作成は試料測定時に行う。

注⁽⁴¹⁾ 25 °Cの条件では、揮発性有機化合物のうちジクロロメタン、テトラクロロメタン(四塩化炭素)、1,2-ジクロロエタン、1,1,2-トリクロロエタン、*cis*-1,3-ジクロロ-1-プロペン及び*trans*-1,3-ジクロロ-1-プロペンは、定量下限値付近の測定が行えない場合がある。このような場合は、例えば、20 mlのバイアルを用い、これに試料10 mlを入れ、恒温槽温度を60 °Cに上げることができる自動注入法[注⁽³⁷⁾]による。

(⁽⁴²⁾) 検量線作成に用いたものと同じものを用いる。ただし、恒温槽温度が30 °C以上の場合、バイアルの気相の試料採取時には、ガスタイトシリンジを同じ温度以上に保温する。

(⁽⁴³⁾) バイアルの気相からの採取量は、一定とする。

(⁽⁴⁴⁾) 試料の採取量が10 mlに対する標準液の採取量である。試料の採取量、試料容器及び恒温槽温度(試料温度)に変更があった場合には、適宜定量範囲を満足する標準液の採取量にする。

備考13. 検出器の感度が安定であることが確認できている場合は、JIS K 0123の8.3.2(2)に準じて内標準物質の添加は行わないで、検量線の作成を行ってもよい。

試料中のマトリックスの影響が多い試料については、全成分(又は目的成分)についてJIS K 0114の8.9(標準添加法)に準じて、その添加の操作及び検量線の作成を行う。

5.3 パージ・トラップ-ガスクロマトグラフ法 この方法は、表5.4又は表5.5の揮発性有機化合物の同時定量(又は個別定量)について、試料の前処理にパージ・トラップ法を用い、検出器に電子捕獲検出器(ECD)又は水素炎イオン化検出器(FID)を用いたガスクロマトグラフ法を適用する。

5.3.1 電子捕獲検出器(ECD)を用いたパージ・トラップ-ガスクロマトグラフ法 試料中の不活性ガスを通気することで、表5.4の揮発性有機化合物を気相中に移動させトラップ管に捕集し、トラップ管を加熱して揮発性有機化合物を脱着し、冷却凝縮装置で冷却凝縮(クライオフォーカス)させ、ガスクロマトグラフに導入するか、トラップ管に捕集し、引き続きトラップ管を加熱して揮発性有機化合物を分離し、ガスクロマトグラフに導入して検出器に電子捕獲検出器(ECD)を用いたガスクロマトグラフ法で測定し、揮発性有機化合物の濃度を求める。この場合の定量範囲及び繰返し分析精度は、表5.4のとおりである。