

p-ジクロロベンゼンの測定法

日本工業規格K0125（用水・排水中の揮発性有機化合物試験方法）5.1、5.2及び5.3.1に定める方法

5.1 パージ・トラップ・ガスクロマトグラフ質量分析法 この方法は、表5.1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。

試料中に不活性ガスを通気することで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、冷却捕捉装置で冷却捕捉（クライオフォーカス）させ、ガスクロマトグラフ質量分析計に導入するか、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ムを測定して、揮発性有機化合物の濃度を求める方法である。この場合の定量範囲及び検出し分析精度は、表5.1のとおりである。

表5.1 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 mg	繰返し分析精度 %
ジクロロメタン (CH_2Cl_2)	0.5-250	10-20
ジブロモクロロメタン (CHBr_2Cl)	0.5-250	10-20
テトラクロロメタン (四塩化炭素) (CCl_4)	0.5-250	10-20
トリクロロメタン (クロロホルム) (CHCl_3)	0.5-250	10-20
トリブロモメタン (プロモホルム) (CBrBr_2)	0.5-250	10-20
プロモジクロロメタン (CHBrCl_2)	0.5-250	10-20
1,2-ジクロロエタン ($\text{CH}_2\text{ClCH}_2\text{Cl}$)	0.5-250	10-20
1,1,1-トリクロロエタン (CH_2Cl_3)	0.5-250	10-20
1,1,2-トリクロロエタン ($\text{CHCl}_2\text{CH}_2\text{Cl}$)	0.5-250	10-20
1,1-ジクロロエテン ($\text{CCl}_2=\text{CH}_2$)	0.5-250	10-20
cis-1,2-ジクロロエテン (cis- $\text{CHCl}=\text{CHCl}$)	0.5-250	10-20
trans-1,2-ジクロロエテン (trans- $\text{CHCl}=\text{CHCl}$)	0.5-250	10-20
テトラクロロエタン ($\text{CCl}_2=\text{CCl}_2$)	0.5-250	10-20
1,2-ジクロロエタン ($\text{CHCl}=\text{CCl}_2$)	0.5-250	10-20
1,2-ジクロロプロパン ($\text{CH}_2\text{CHClCH}_2\text{Cl}$)	0.5-250	10-20
cis-1,2-ジクロロ-1-プロパン (cis- $\text{CHCl}-\text{CHCl}-\text{CH}_2\text{Cl}$) (1)	0.5-250	10-20
trans-1,2-ジクロロ-1-プロパン (trans- $\text{CHCl}-\text{CHCl}-\text{CH}_2\text{Cl}$) (1)	0.5-250	10-20
1,4-ジクロロベンゼン (p-ジクロロベンゼン) ($\text{C}_6\text{H}_4\text{Cl}_2$)	0.5-250	10-20
1,3-ジメチルベンゼン (o-キシレン) [$m\text{-C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2$] (2)	0.5-250	10-20
1,3-ジメチルベンゼン (m-キシレン) [$m\text{-C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2$] (2)	0.5-250	10-20
1,4-ジメチルベンゼン (p-キシレン) [$p\text{-C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2$] (2)	0.5-250	10-20
ベンゼン (C_6H_6)	0.5-250	10-20
メチルベンゼン (トルエン) ($\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3$)	0.5-250	10-20

(いずれも装置、測定条件によって定量範囲は異なる。)

注(1) 1,2-ジクロロ-1-プロパンの定量ではcis-形及びtrans-形をそれぞれ測定して、その含量で表示する。

(2) キシレンの定量では1,3-ジメチルベンゼン(m-キシレン)及び1,4-ジメチルベンゼン(p-キシレン)の含量と1,3-ジメチルベンゼン(o-キシレン)をそれぞれ測定して、その含量で表示する。

備考1. この試験方法において、環境からの汚染として試験物の空間散逸からのものが考えられるので、循環方式の場合には、特に注意して汚染を避ける工夫を行う。

(1) 試薬 試薬は、次のものを用いる。

(a) 水 ス(8)による。

(b) メタノール JIS K 8893に規定するもの(1)。

(c) ジクロロメタン標準液 (200 mg $\text{CH}_2\text{Cl}_2/\text{ml}$) 全量フラスコ50 mlにメタノール約40 mlを入れて密栓し、その質量を測定する。これにJIS K 8161に規定するジクロロメタン約7.6 ml(2)を手早く加えて密栓し、その質量を測定する。次に、メタノールを傾斜まで加える。この溶液の密度は、前後の質量の差から求める(3)。

(d) ジブロモクロロメタン標準液 (200 mg $\text{CHBr}_2\text{Cl}/\text{ml}$) 全量フラスコ50 mlにメタノール約40 mlを入れて密栓し、その質量を測定する。ジブロモクロロメタン約4.2 ml(2)を手早く加えて密栓し、その質量を測定

する。次に、メタノールを標線まで加える。この溶液の濃度は、前後の質量の差から求める^(*)。

- (e) テトラクロロメタン (四塩化炭素) 標準液 (200 mg CCl_4/ml) 全量フラスコ50 mlにメタノール約40 mlを入れて密栓し、その質量を測定する。JIS K 8459に規定する四塩化炭素約6.3 ml^(*)を手早く加えて密栓し、その質量を測定する。次に、メタノールを標線まで加える。この溶液の濃度は、前後の質量の差から求める^(*)。
- (f) トリクロロメタン (クロロホルム) 標準液 (200 mg CHCl_3/ml) 全量フラスコ50 mlにメタノール約40 mlを入れて密栓し、その質量を測定する。JIS K 8323に規定するクロロホルム約6.8 ml^(*)を手早く加えて密栓し、その質量を測定する。次に、メタノールを標線まで加える。この溶液の濃度は、前後の質量の差から求める^(*)。
- (g) トリブロモメタン (プロモホルム) 標準液 (200 mg CHBr_3/ml) 全量フラスコ50 mlにメタノール約40 mlを入れて密栓し、その質量を測定する。トリブロモメタン (プロモホルム) 約4.1 ml^(*)を手早く加えて密栓し、その質量を測定する。次に、メタノールを標線まで加える。この溶液の濃度は、前後の質量の差から求める^(*)。
- (h) プロモクロロメタン標準液 (200 mg $\text{CHBrCl}_2/\text{ml}$) 全量フラスコ50 mlにメタノール約40 mlを入れて密栓し、その質量を測定する。プロモクロロメタン約5.1 ml^(*)を手早く加えて密栓し、その質量を測定する。次に、メタノールを標線まで加える。この溶液の濃度は、前後の質量の差から求める^(*)。
- (i) 1,2-ジクロロエタン標準液 (200 mg $\text{CH}_2\text{ClCH}_2\text{Cl}/\text{ml}$) 全量フラスコ50 mlにメタノール約40 mlを入れて密栓し、その質量を測定する。JIS K 8465に規定する1,2-ジクロロエタン約7.9 ml^(*)を手早く加えて密栓し、その質量を測定する。次に、メタノールを標線まで加える。この溶液の濃度は、前後の質量の差から求める^(*)。
- (j) 1,1,1-トリクロロエタン標準液 (200 mg $\text{CH}_2\text{Cl}_3/\text{ml}$) 全量フラスコ50 mlにメタノール約40 mlを入れて密栓し、その質量を測定する。1,1,1-トリクロロエタン約7.5 ml^(*)を手早く加えて密栓し、その質量を測定する。次に、メタノールを標線まで加える。この溶液の濃度は、前後の質量の差から求める^(*)。
- (k) 1,1,2-トリクロロエタン標準液 (200 mg $\text{CHCl}_2\text{CH}_2\text{Cl}/\text{ml}$) 全量フラスコ50 mlにメタノール約40 mlを入れて密栓し、その質量を測定する。1,1,2-トリクロロエタン約7 ml^(*)を手早く加えて密栓し、その質量を測定する。次に、メタノールを標線まで加える。この溶液の濃度は、前後の質量の差から求める^(*)。
- (l) 1,1-ジクロロエタン標準液 (200 mg $\text{CCl}_2=\text{CH}_2/\text{ml}$) 全量フラスコ50 mlにメタノール約40 mlを入れて密栓し、その質量を測定する。1,1-ジクロロエタン約6.3 ml^(*)を手早く加えて密栓し、その質量を測定する。次に、メタノールを標線まで加える。この溶液の濃度は、前後の質量の差から求める^(*)。
- (m) *cis*-1,2-ジクロロエタン標準液 (200 mg *cis*- $\text{CHCl}=\text{CHCl}/\text{ml}$) 全量フラスコ50 mlにメタノール約40 mlを入れて密栓し、その質量を測定する。*cis*-1,2-ジクロロエタン約7.8 ml^(*)を手早く加えて密栓し、その質量を測定する。次に、メタノールを標線まで加える。この溶液の濃度は、前後の質量の差から求める^(*)。
- (n) *trans*-1,2-ジクロロエタン標準液 (200 mg *trans*- $\text{CHCl}=\text{CHCl}/\text{ml}$) 全量フラスコ50 mlにメタノール約40 mlを入れて密栓し、その質量を測定する。*trans*-1,2-ジクロロエタン約7.9 ml^(*)を手早く加えて密栓し、その質量を測定する。次に、メタノールを標線まで加える。この溶液の濃度は、前後の質量の差から求める^(*)。
- (o) テトラクロロエチン標準液 (200 mg $\text{CCl}_2=\text{CCl}_2/\text{ml}$) 全量フラスコ50 mlにメタノール約40 mlを入れて密栓し、その質量を測定する。テトラクロロエチン約6.2 ml^(*)を手早く加えて密栓し、その質量を測定する。次に、メタノールを標線まで加える。この溶液の濃度は、前後の質量の差から求める^(*)。
- (p) トリクロロエチン標準液 (200 mg $\text{CHCl}=\text{CCl}_2/\text{ml}$) 全量フラスコ50 mlにメタノール約40 mlを入れて

密栓し、その質量を測定する。JIS K 8666に規定するトリクロロエチレン約6.9 ml(°)を手早く加えて密栓し、その質量を測定する。次に、メタノールを総量まで加える。この溶液の濃度は、前後の質量の差から求める(°)。

- (q) 1,2-ジクロロプロパン標準液 (200 mg $\text{CH}_2\text{CHClCH}_2\text{Cl}/\text{ml}$) 全量フラスコ50 mlにメタノール約40 mlを入れて密栓し、その質量を測定する。1,2-ジクロロプロパン約8.7 ml(°)を手早く加えて密栓し、その質量を測定する。次に、メタノールを総量まで加える。この溶液の濃度は、前後の質量の差から求める(°)。
- (r) *cis*-1,3-ジクロロ-1-プロペン標準液 (200 mg *cis*- $\text{C}_3\text{H}_4\text{Cl}_2/\text{ml}$) 全量フラスコ50 mlにメタノール約40 mlを入れて密栓し、その質量を測定する。*cis*-1,3-ジクロロ-1-プロペン約8.3 ml(°)を手早く加えて密栓し、その質量を測定する。次に、メタノールを総量まで加える。この溶液の濃度は、前後の質量の差から求める(°)。
- (s) *trans*-1,3-ジクロロ-1-プロペン標準液 (200 mg *trans*- $\text{C}_3\text{H}_4\text{Cl}_2/\text{ml}$) 全量フラスコ50 mlにメタノール約40 mlを入れて密栓し、その質量を測定する。*trans*-1,3-ジクロロ-1-プロペン約8.2 ml(°)を手早く加えて密栓し、その質量を測定する。次に、メタノールを総量まで加える。この溶液の濃度は、前後の質量の差から求める(°)。
- (t) 1,4-ジクロロベンゼン (β -ジクロロベンゼン) 標準液 (200 mg $\text{C}_6\text{H}_4\text{Cl}_2/\text{ml}$) 全量フラスコ50 mlにメタノール約40 mlを入れて密栓し、その質量を測定する。1,4-ジクロロベンゼン (β -ジクロロベンゼン) 約6.9 ml(°)を手早く加えて密栓し、その質量を測定する。次に、メタノールを総量まで加える。この溶液の濃度は、前後の質量の差から求める(°)。
- (u) 1,2-ジメチルベンゼン (*o*-キシレン) 標準液 [200 mg *o*- $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2/\text{ml}$] 全量フラスコ50 mlにメタノール約30 mlを入れて密栓し、その質量を測定する。1,2-ジメチルベンゼン (*o*-キシレン) 約11.4 ml(°)を手早く加えて密栓し、その質量を測定する。次に、メタノールを総量まで加える。この溶液の濃度は、前後の質量の差から求める(°)。
- (v) 1,3-ジメチルベンゼン (*m*-キシレン) 標準液 [100 mg *m*- $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2/\text{ml}$] 全量フラスコ50 mlにメタノール約40 mlを入れて密栓し、その質量を測定する。1,3-ジメチルベンゼン (*m*-キシレン) 約5.8 ml(°)を手早く加えて密栓し、その質量を測定する。次に、メタノールを総量まで加える。この溶液の濃度は、前後の質量の差から求める(°)。
- (w) 1,4-ジメチルベンゼン (*p*-キシレン) 標準液 [100 mg *p*- $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2/\text{ml}$] 全量フラスコ50 mlにメタノール約40 mlを入れて密栓し、その質量を測定する。1,4-ジメチルベンゼン (*p*-キシレン) 約5.9 ml(°)を手早く加えて密栓し、その質量を測定する。次に、メタノールを総量まで加える。この溶液の濃度は、前後の質量の差から求める(°)。
- (x) ベンゼン標準液 (200 mg $\text{C}_6\text{H}_6/\text{ml}$) 全量フラスコ50 mlにメタノール約30 mlを入れて密栓し、その質量を測定する。JIS K 8666に規定するベンゼン約11.4 ml(°)を手早く加えて密栓し、その質量を測定する。次に、メタノールを総量まで加える。この溶液の濃度は、前後の質量の差から求める(°)。
- (y) メチルベンゼン (トルエン) 標準液 (200 mg $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3/\text{ml}$) 全量フラスコ50 mlにメタノール約30 mlを入れて密栓し、その質量を測定する。JIS K 8666に規定するトルエン約11.6 ml(°)を手早く加えて密栓し、その質量を測定する。次に、メタノールを総量まで加える。この溶液の濃度は、前後の質量の差から求める(°)。
- (z) フルオロベンゼン標準液 全量フラスコ50 mlにメタノール約40 mlを入れて密栓し、その質量を測定する。フルオロベンゼン約1 ml(°)を手早く加えて密栓し、その質量を測定する。次に、メタノールを総量まで加える。この溶液の濃度は、前後の質量の差から求める(°)。この溶液の濃度は約20 mg $\text{C}_6\text{H}_5\text{F}/\text{ml}$ になる。また、この溶液を適宜希釈して内部標準物質として使用する。

(aa) 揮発性有機化合物混合標準液 [(0.5 mg CH_2Cl_2 , 0.5 mg CHBr_2Cl , 0.5 mg CCl_4 , 0.5 mg CHCl_3 , 0.5 mg CHBr_2 , 0.5 mg CHBrCl_2 , 0.5 mg $\text{CH}_2\text{ClCH}_2\text{Cl}$, 0.5 mg CH_2CCl_2 , 0.5 mg $\text{CHCl}_2\text{CH}_2\text{Cl}$, 0.5 mg $\text{CCl}_2=\text{CH}_2$, 0.5 mg *cis*- $\text{CHCl}=\text{CHCl}$, 0.5 mg *trans*- $\text{CHCl}=\text{CHCl}$, 0.5 mg $\text{CCl}_2=\text{CCl}_2$, 0.5 mg $\text{CH}_2\text{CHClCH}_2\text{Cl}$, 0.5 mg *cis*- $\text{ClCH}=\text{CHCH}_2\text{Cl}$, 0.5 mg *trans*- $\text{ClCH}=\text{CHCH}_2\text{Cl}$, 0.5 mg C_6H_6 , 0.5 mg *o*- $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2$, 0.25 mg *m*- $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2$, 0.25 mg *p*- $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2$, 0.5 mg C_6H_6 , 0.5 mg $\text{C}_6\text{H}_5(\text{CH}_3)$ /ml] (*) (*) 全量フラスコ200 mlにメタノール約100 mlを入れ、これにジクロロメタン標準液 (200 mg $\text{CH}_2\text{Cl}_2/\text{ml}$)、ジブロモクロロメタン標準液 (200 mg $\text{CHBr}_2\text{Cl}/\text{ml}$)、テトラクロロメタン (四塩化炭素) 標準液 (200 mg CCl_4/ml)、トリクロロメタン (クロロホルム) 標準液 (200 mg CHCl_3/ml)、トリブロモメタン (プロモホルム) 標準液 (200 mg CHBr_3/ml)、プロモジクロロメタン標準液 (200 mg $\text{CHBr}_2\text{Cl}/\text{ml}$)、1,2-ジクロロエタン標準液 (200 mg $\text{CH}_2\text{ClCH}_2\text{Cl}/\text{ml}$)、1,1,1-トリクロロエタン標準液 (200 mg $\text{CH}_2\text{CCl}_2/\text{ml}$)、1,1,2-トリクロロエタン標準液 (200 mg $\text{CHCl}_2\text{CH}_2\text{Cl}/\text{ml}$)、1,1-ジクロロエタン標準液 (200 mg $\text{CCl}_2=\text{CH}_2/\text{ml}$)、*cis*-1,2-ジクロロエタン標準液 (200 mg *cis*- $\text{CHCl}=\text{CHCl}/\text{ml}$)、*trans*-1,2-ジクロロエタン標準液 (200 mg *trans*- $\text{CHCl}=\text{CHCl}/\text{ml}$)、テトラクロロエタン標準液 (200 mg $\text{CCl}_2=\text{CCl}_2/\text{ml}$)、トリクロロエタン標準液 (200 mg $\text{CHCl}=\text{CCl}_2/\text{ml}$)、1,2-ジクロロプロパン標準液 (200 mg $\text{CH}_2\text{CHClCH}_2\text{Cl}/\text{ml}$)、*cis*-1,3-ジクロロ-1-プロペン標準液 (200 mg *cis*- $\text{ClCH}=\text{CHCH}_2\text{Cl}/\text{ml}$)、*trans*-1,3-ジクロロ-1-プロペン標準液 (200 mg *trans*- $\text{ClCH}=\text{CHCH}_2\text{Cl}/\text{ml}$)、1,4-ジクロロベンゼン (*p*-ジクロロベンゼン) 標準液 (200 mg $\text{C}_6\text{H}_4\text{Cl}_2/\text{ml}$)、1,2-ジメチルベンゼン (*o*-キシレン) 標準液 (200 mg *o*- $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2/\text{ml}$)、1,3-ジメチルベンゼン (*m*-キシレン) 標準液 (100 mg *m*- $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2/\text{ml}$)、1,4-ジメチルベンゼン (*p*-キシレン) 標準液 (100 mg *p*- $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2/\text{ml}$)、ベンゼン標準液 (200 mg $\text{C}_6\text{H}_6/\text{ml}$) 及びメチルベンゼン (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0.5 ml (*) とり、さらにメタノールを標準まで加える (*)。この標準液は、検量線作成時に使用する。

(ab) 揮発性有機化合物混合標準液 [(50 μg CH_2Cl_2 , 50 μg CHBr_2Cl , 50 μg CCl_4 , 50 μg CHCl_3 , 50 μg CHBr_2 , 50 μg CHBrCl_2 , 50 μg $\text{CH}_2\text{ClCH}_2\text{Cl}$, 50 μg CH_2CCl_2 , 50 μg $\text{CHCl}_2\text{CH}_2\text{Cl}$, 50 μg $\text{CCl}_2=\text{CH}_2$, 50 μg *cis*- $\text{CHCl}=\text{CHCl}$, 50 μg *trans*- $\text{CHCl}=\text{CHCl}$, 50 μg $\text{CCl}_2=\text{CCl}_2$, 50 μg $\text{CHCl}=\text{CCl}_2$, 50 μg $\text{CH}_2\text{CHClCH}_2\text{Cl}$, 50 μg *cis*- $\text{ClCH}=\text{CHCH}_2\text{Cl}$, 50 μg *trans*- $\text{ClCH}=\text{CHCH}_2\text{Cl}$, 50 μg C_6H_6 , 50 μg *o*- $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2$, 25 μg *m*- $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2$, 25 μg *p*- $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2$, 50 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(aa)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準まで加える (*)。この標準液は、(3)の標準操作で使用される。

(ac) ヘリウム ヘリウム (純度99.999 vol%以上)

(ad) 窒素 JIS K 1107に規定する高純度窒素1級

注 (*) メタノールは使用前に(4)の空試験の操作に準じてメタノールを注入し、測定に支障がないことを確認する。開封後は試験室内では室内の空気による汚染を受けることがあるので、汚染のない場所に保存しておく。

(*) 化合物の質量に相当する体積 (質量/密度から求める。) を全量ピペット又はマイクロシリンジで採取する。

また、標準液を希釈して調製する場合は全量ピペットを用いる。

(*) 使用時に調製する。ただし、次の操作を行い、冷蔵所に保存した場合は1~3か月間は保存できる。市販品を用いてもよい。

標準液の保存方法 調製した標準液を直ちに液化窒素で冷却し、液化窒素又はアセトン・ドライアイスなどの冷媒を用いた冷却条件下でアンプルに移し、密封して保存する。

- (7) 内標準物質として4-ブロモフルオロベンゼン (C_6H_4BrF) を用いてもよい。この場合の調製方法は、次による。

4-ブロモフルオロベンゼン溶液の調製方法 全量フラスコ50 mlにメタノール約40 mlを入れて密栓し、その質量を測定する。4-ブロモフルオロベンゼン約0.7 mlを手早く加えて密栓し、その質量を測定する。次に、メタノールを満杯まで加える。この溶液の濃度は、前後の質量の差から求める。この溶液の濃度は約20 mg C_6H_4BrF/ml である。

内標準物質として試料に添加する場合、又は備考2のガスクロマトグラフ質量分析計の感度調節に用いる場合は、注(7)に従って調製したものをを用いる。

- (7) 揮発性有機化合物混合標準液などは、濃度の分かった市販品を用いてもよい。

- (7) 各物質をそれぞれ単独に試験する場合には、必要な項目の標準液をそれぞれ(a)又は(b)に準じて調製する。

- (2) 器具及び装置 器具及び装置は、次のとおりとする。

- (2.1) ガスタイトシリンジ 5-25 mlを採取できるもの(7)。

- (2.2) マイクロシリンジ 1-100 μ lを採取できるもの(14)。

- (2.3) バブラー バージガスを試料に混入するとき、曇細な気泡を生じるもの。

- (2.4) バージ・トラップ装置 次に掲げる条件を満たすもの。

- (a) バージ容器 0.5-25 mlの試料を注入できるガラス容器又はそれに試料導入部をもつもの。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。

- (b) バージ容器温度装置 バージ容器を20-40 °Cの一定温度で保持できるもの。

- (c) トラップ用管 内径0.5-5 mm、長さ50-300 mmの石英ガラス管、ステンレス鋼製管又は内面を不活性処理したステンレス鋼製のもの。

- (d) トラップ管充てん剤 2,6-ジフェニル-1,4-ジフェノキシドポリマー (粒径177-250 μ m又は250-500 μ m)、シリカゲル (粒径250-500 μ m) 及び活性炭 (粒径250-500 μ m)、又はこれと同等の性能をもつもの。

参考1. 2,6-ジフェニル-1,4-ジフェノキシドポリマーは、Tenax GCやTenax TAなどの名称で市販されている。

- (e) トラップ管 トラップ管充てん剤をトラップ用管に充てん(14)し、使用に先立ってヘリウムを流速20-40 ml/minで流しながら、トラップ管の再生温度で30-60分間加熱する(7)。

- (f) トラップ管加熱装置 バージ時にトラップ管を30-40 °Cに保持でき、さらにトラップ管に捕集した揮発性有機化合物の加熱脱着のために1分間以内に約180-200 °Cまで加熱でき、脱着温度に約4分間以上保持できるもの。

- (g) バージガス (1)(a)のヘリウム又は(1)(a)の窒素による(14)。流量20-60 ml/minの範囲で一定に調節して用いる。

- (h) 冷却脱着装置(14) 内径0.32-0.53 mmの石英ガラス管又はキャピラリーカラムで、凝縮時に-30 °C以下に冷却ができ、かつ、脱着時には1分間以内にカラム内の温度まで又は300 °C程度に加熱できるもの。

(2.5) ガスクロマトグラフ質量分析計

- (2.5.1) ガスクロマトグラフ 次に掲げる条件を満たすもの。

- (a) キャピラリーカラム用管(14) 内径0.2-0.32 mm、長さ約25-60 mの石英ガラス製、硬質ガラス製又は内面を不活性処理したステンレス鋼製のもの。

- (b) キャピラリーカラム(14) キャピラリーカラム用管の内壁にフェニルメチルポリシロキサン (又はジメチルポリシロキサン) を0.1-3 μ mの厚さで被覆したもの、又はこれと同等の分離性能をもつもの。

参考2. この試験に用いるキャピラリーカラムの内径0.2-0.32 mmのものには、AQUATIC、DB-624、

Halomatin 624, Vooel)などの名称で市販されているものがある。

- (c) キャリヤース (1)(ac)のヘリウムによる⁽¹²⁾。線速度は20~40 cm/sの範囲に調節して用いる。
- (d) カラム温度 35~230 °Cで0.5 °C以内の温度調節の精度があり、昇温が可能なもの(例えば、40 °Cに約1分間保持し、2~10 °C/minで230 °Cまで上昇させることができるもの)。
- (e) インタフェース部温度 150~280 °C

(2.5.2) 質量分析計 次に掲げる条件を満たすもの。

- (a) イオン化方式 電子衝撃イオン化法(EI法)
- (b) 検出方式 選択イオン検出法(SIM)が行い、所定の定量範囲に感度が調節できるもの。又は同等の方法が行えるもの。
- (c) イオン源温度 機器の最適条件にする。
- (d) 電子加速電圧 70 V

注⁽¹⁾ 試料中の揮発性有機化合物の濃度が高いとシリンジに吸着され、次の試料への汚染の原因になる。このような場合には手早くシリンジを、メタノールで3回、2.(8)の水で3回、さらに測定する試料で3回洗浄する。

使用するガスタイトシリンジは、空試験用、低濃度測定用(揮発性有機化合物濃度がおおむね10 µg/l以下)、高濃度測定用の3本を用意しておくこと。

- (12) 使用するマイクロシリンジは同一ロットのもので、空試験用、低濃度測定用、高濃度測定用の3本を用いること。
- (13) 通常は2-(6-ジフェニル-L-α-ジフェノキシド)ポリマーを単独で用いることもあるが、これとシリカゲル若しくは活性炭、又はシリカゲルと活性炭とを用いてもよい。あらかじめ対象とする揮発性有機化合物が定量的に吸着、脱着されることを確認しておく。シリカゲルを用いた場合には水分除去の操作を必ず行う。
- (14) トラップ管は、このほかに試料の測定ごとに、再生温度(約180~200 °C)でヘリウムの流量を20~40 ml/minで、10分間程度通気する。
- (15) パージガスやキャリヤースから対象とする物質が検出された場合は、モレキュラーシーブ、活性炭、シリカゲルなど充てんした精製管で精製する必要がある。
- (16) クライオフォーカス装置ともいう。
トラップ管に吸着した揮発性有機化合物を加熱脱着する場合は、キャピラリーカラムの内径が0.25 mmの場合は、揮発性有機化合物の吸着管を狭くするためにこの装置が必要であるが、内径が0.32 mm以上の場合は、必ずしもこの装置を用いなくてもよいものもある。
- (17) 用いるカラムとしては、このほかに内径0.53 mm以上のものも使用できる。この場合のガスクロマトグラフ質量分析計の条件などについては備考4による。

備考2 ガスクロマトグラフ質量分析計は、注(7)の4-プロモフルオロベンゼン誘導体又は各揮発性有機化合物を用いて、(6)に準じて操作をし、0.5 ngが検出できる感度に調節しておく。

- 3. 各工種における最適条件は、吸着剤の種類や使用量などによって異なるので、十分な留意が求められる条件をあらかじめ求めておくこと。
- 4. キャピラリーカラムの内径が0.53~0.75 mm、長さ30~120 mのものも使用できる。この場合のガスクロマトグラフ質量分析計の条件などの一例を以下に示す。

なお、この場合は冷却脱着装置は省略することができる。

- 1) パージトラップ装置 (2.4)(a)~(g)による。
- 2) ガスクロマトグラフ質量分析計 (2.5)による。ただし、キャピラリー用管、インタフェース

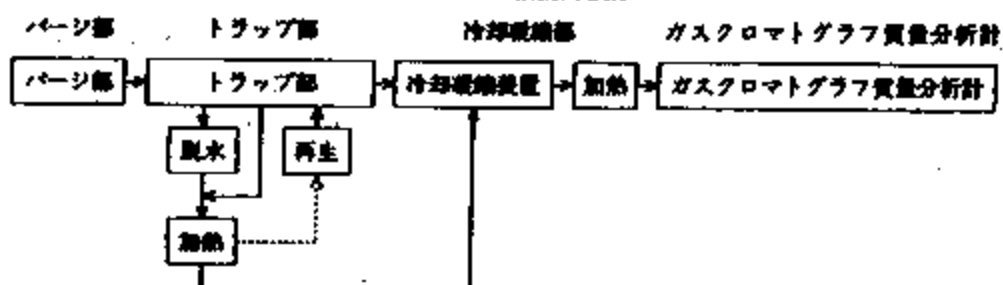
(セパレーター)及びキャリアーガス供給装置は、次による。

- (a) キャピラリーカラム用管 内径0.53-0.75 mm、長さ30-120 mの石英ガラス製、硬質ガラス製又は内面を不活性処理したステンレス鋼製のもの。
- (b) インタフェース(セパレーター) ガスクロマトグラフと質量分析部の接続機構で、キャリアーガスの大部分を分離除去し、試料を導入するための部分で温度制御できるもの。
- (c) キャリヤーガス供給装置(*)

注(*) この場合は、インタフェースによるキャリアーガスの排気が必要であり、排気量の大きめの真空ポンプが望ましい。ただし、このことによって感度は若干低下する。

5. パージ部、トラップ部、冷却乾燥装置部及びガスクロマトグラフ質量分析計の接続概念図を図5.1に示す。

図5.1 接続概念図



(3) 準備操作 準備操作は、次のとおり行う。

- (a) パージガスの流量を20-40 ml/minに調節し、パージ容器内の空気をパージガスで十分に置換する。
- (b) パージガスの流量を20-40 ml/minに調節し、トラップ管加熱装置を用いてトラップ管の上段温度以下でできるだけ高温に上げ、30分以上保持する。
- (c) キャリヤーガスの流速を標準値で20-40 cm/sに調節し、カラム槽の昇温操作(例えば、40℃に1分間保持し、2-10℃/minで230℃まで上昇させる。)を行う。
- (d) 水の一定量(0.5-25 mlの一定量、例えば、5 ml)をガスタイトシリンジ(*)を用いてパージ容器に注入する。次に、マイクロシリンジ(**)を用いて、(1)(a)の揮発性有機化合物混合標準液1 µl、内部標準物質としてフルオロベンゼン溶液(A)1 µl(20 µg濃度)(**)(*)をそれぞれこのパージ容器に注入する。
- (e) (4)(d)-(b)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(*) フルオロベンゼン溶液(A)の調製方法 (1)(a)のフルオロベンゼン溶液0.1 mlを、あらかじめメタノール約70 mlを入れた全量フラスコ100 mlにとり、メタノールを標線まで加える。この溶液の濃度は約20 µg C₆H₅F/mlになる。

(**) 試験操作で用いる内部標準液は同じ溶液を使用する。

ただし、目的成分の濃度が高い場合は、フルオロベンゼン溶液(A)の濃度を、注(**)に準じて適宜低いものを調製して用いる。

(*) JIS K 0123の5.3.3(2)(絶対検量法)に準じて行う場合には、内部標準物質の添加は行わない。

備考6 この準備操作は、(4)の操作を行う前段として行うが、多数の試料を連続して試験を行う場合は、2回目以降は省略してもよい。

(4) 操作 操作は、次のとおり行う。

- (a) (3)(e)の操作を行う。
- (b) (3)(b)の操作を行う。ただし、トラップ管加熱装置を用いてトラップ管の保持時間は、10分間程度とする。

る。

- (c) 5によって採取した試料の重量 (0.5~25 mlの一定量、例えば、5 ml) (7) を、ガスタイトシリンジ (9) を用いてバージ容器に注入する。次に、マイクロシリンジ (10) を用いて、内標準物質としてフルオロベンゼン溶液 (A) 1 μ l (20 μ g濃度) (11) (12) (13) 及びメタノール 1 μ l をこのバージ容器に注入する。
- (d) バージ容器をバージ容器恒温装置に入れ、試料の温度を一定 (例えば、20 $^{\circ}$ C又は40 $^{\circ}$ C以下) にする。
- (e) トラップ管の温度が室温程度であることを確認して、バージガスで(e)の溶液をバージするとともに、バージした揮発性有機化合物をトラップ管に捕集する (14) (15)。
- (f) 冷却凝縮装置をあらかじめ冷却 (例えば、-50 $^{\circ}$ C又は-120 $^{\circ}$ C) しておき、トラップ管加熱装置の温度を1分間以内で急激に加熱 (例えば、180 $^{\circ}$ C又は200 $^{\circ}$ C) し、キャリアーガスを約4分間通気してトラップ管から揮発性有機化合物を脱着させ、冷却凝縮装置に吸着させる (16)。
- (g) 冷却凝縮装置を加熱し (17)、キャリアーガスで揮発性有機化合物をガスクロマトグラフ質量分析計に導入する。
- (h) 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 (18)、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。
- (i) (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 (19) を読み取る。
- (j) 次の操作に加えて、(a)及び(b)の操作を行い、トラップ管を再生する。
- (k) 空試験として、試料と同量の水について(a)~(h)の操作を行って(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相当する位置にピークが検出され、その指示値 (19) が定量下限値以上である場合は、再度操作をし直す (20) (21)。次の操作に加えて、(a)及び(b)の操作を行い、トラップ管を再生する。
- (l) 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、次の式によって試料中の揮発性有機化合物の濃度 (μ g/l) を算出する。

$$N = a \times 10^{-4} \times \frac{1000}{V}$$

ここに、N：対象揮発性有機化合物の濃度 (μ g/l) (1) (7) (22)

a：検量線から求めた対象揮発性有機化合物の量 (ng)

V：試料 (ml)

10^{-4} ：ngを μ gに換算する係数

検量線 (23) (24) (1) (25) の揮発性有機化合物標準溶液 0.01~5 ml (26) を段階的に全量フラスコ 10 ml にとり (27)、メタノールを標準まで加える。

(a) の操作で十分に置換したバージ容器に試料と同量の水を、ガスタイトシリンジ (9) を用いて注入し、これらの標準液 1 μ l 及び内標準物質としてフルオロベンゼン標準液 (A) 1 μ l (20 μ g濃度) (11) (12) (13) をこのバージ容器に注入する。次に、(d)~(l)の操作を行う。次の操作に加えて、(a)及び(b)の操作を行い、トラップ管を再生する。

空試験として、試料と同量の水についてこの操作を行う。ただし、この場合はこれらの標準液に代えてメタノール 1 μ l を注入する。

これらの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 (28) 通常は 5 ml であるが、検出時の感度が十分でない場合は、これ以上採取することになる。

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、バージ容器は、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、ア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(7)に準じて洗浄を行う。

(1) 試料の採取量は通常は5 mlであるが、この $\frac{1}{10}$ 濃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バージ容器に水5 mlを注入し、密閉し、これに試料の濃度をガスタイトシリンジを用いて注入する。

(*) バージ時間は、揮発性有機化合物が十分にバージでき、かつ、トラップ管の透過量を越えない範囲で行う。

(*) 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。

(*) 参考4で冷却装置を省略した場合は、この操作は省略できる。

(*) 冷却装置がカラム槽外にあるものは、同時に温度を上昇し、キャピラリーカラムに導入することが必要である。

(*) 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。

(*) ピーク高さ又はピーク面積。

(*) 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。

(*) 注(7)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。

(*) 総トリハロメタンの濃度を求める場合は、ジブロモクロロメタン、トリクロロメタン(クロロホルム)、トリブロモメタン(プロモホルム)及びブ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。

(*) 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5.3.2(2)に準じて定量してもよい。

(*) 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律を行い、再び定量範囲の確認を行う。

(*) 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2aによって、揮発性有機化合物の感度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(α-プロピルアルコール)、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)は試料中にエンタン油、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。