

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) ^(*)		
1	ジクロロメタン	CH ₂ Cl ₂	84.93	84	85	89
2	ジブロモクロロメタン	CHBr ₂ Cl	286.28	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	87
5	トリブロモメタン (プロモホルム)	CBr ₃	252.73	173	171	175
6	ブromo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-ジクロロエチン	CCl ₂ =CH ₂	96.94	96	61	—
11	cis-1,2-ジクロロエチン	CHCl=CHCl	96.94	96	61	98
12	trans-1,2-ジクロロエチン			96	61	98
13	テトラクロロエチン	CCl ₂ =CCl ₂	165.83	166	164	139
14	トリクロロエチン	CHCl=CCl ₂	131.39	120	132	95
15	1,2-ジクロロプロパン	CH ₂ ClCHClCH ₂ Cl	112.99	63	76	62
16	cis-1,3-ジクロロ-1-プロペン	ClCH=CHCH ₂ Cl	110.97	75	110	89
17	trans-1,3-ジクロロ-1-プロペン			75	110	89
18	1,4-ジクロロベンゼン (p-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 (o-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 (m-キシレン)			106	91	105
21	1,4-ジメチルベンゼン (p-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romoフルオロベンゼン	C ₆ H ₄ BrF	175.00	174	176	95

注(*) 選択イオンの選択基準は、イオン強度の大きいもの、実試料で検出のあるものは選ばれる。

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検出し分析精度の一覧

対象物質	定量範囲 μg/l	検出し分析精度 %
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 (揮発性炭素) (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
トリブロモメタン (プロモホルム) (CHBr ₃)	0.2-200	10-20
プロモジクロロメタン (CHBr ₂ Cl)	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-ジクロロエタン (CCl ₂ =CH ₂)	0.2-200	10-20
<i>cis</i> -1,2-ジクロロエタン (<i>cis</i> -CHCl=CHCl)	0.2-200	10-20
<i>trans</i> -1,2-ジクロロエタン (<i>trans</i> -CHCl=CHCl)	0.2-200	10-20
テトラクロロエタン (CCl ₂ =CCl ₂)	0.2-200	10-20
トリクロロエタン (CHCl=CCl ₂)	0.2-200	10-20
1,2-ジクロロプロパン (CH ₂ CHClCH ₂ Cl)	0.2-200	10-20
<i>cis</i> -1,3-ジクロロ-1-プロパン (<i>cis</i> -CH ₂ -CHCl-CH ₂ Cl) (*)	0.2-200	10-20
<i>trans</i> -1,3-ジクロロ-1-プロパン (<i>trans</i> -CH ₂ -CHCl-CH ₂ Cl) (*)	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] (*)	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] (*)	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] (*)		
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

(いずれも検量、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検量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。

(2) 試薬 試薬は、次のものを用いる。

- (a) 水 5.1(8)による。
- (b) 塩化ナトリウム JIS K 8150に規定するもの(20)。
- (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)(c)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 CHBr₂Cl, 2 mg CH₂ClCH₂Cl, 2 mg CH₂Cl₂, 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 CH₂CHClCH₂Cl, 2 mg *cis*-CH₂-CHCl-CH₂Cl, 2 mg *trans*-CH₂-CHCl-CH₂Cl, 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) (*) (*) (*) 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 $\text{CH}_2\text{Cl}_2/\text{ml}$)、S.1(1)(d)のジブロモクロメタン標準液 (200 mg $\text{CHBr}_2\text{Cl}/\text{ml}$)、S.1(1)(e)のテトラクロメタン (四塩化炭素) 標準液 (200 mg CCl_4/ml)、S.1(1)(f)のトリクロメタン (クロロホルム) 標準液 (200 mg CHCl_3/ml)、S.1(1)(g)のトリブロモメタン (プロモホルム) 標準液 (200 mg CHBr_3/ml)、S.1(1)(h)のプロモジクロメタン標準液 (200 mg $\text{CHBr}_2\text{Cl}_2/\text{ml}$)、S.1(1)(i)の1,2-ジクロロエタン標準液 (200 mg $\text{CH}_2\text{ClCH}_2\text{Cl}/\text{ml}$)、S.1(1)(j)の1,1,1-トリクロロエタン標準液 (200 mg $\text{CH}_2\text{CCl}_3/\text{ml}$)、S.1(1)(k)の1,1,2-トリクロロエタン標準液 (200 mg $\text{CHCl}_2\text{CH}_2\text{Cl}/\text{ml}$)、S.1(1)(l)の1,1-ジクロロエタン標準液 (200 mg $\text{CCl}_2=\text{CH}_2/\text{ml}$)、S.1(1)(m)のcis-1,2-ジクロロエテン標準液 (200 mg cis- $\text{CHCl}=\text{CHCl}/\text{ml}$)、S.1(1)(n)のtrans-1,2-ジクロロエテン標準液 (200 mg trans- $\text{CHCl}=\text{CHCl}/\text{ml}$)、S.1(1)(o)のテトラクロエタン標準液 (200 mg $\text{CCl}_2=\text{CCl}_2/\text{ml}$)、S.1(1)(p)のトリクロロエタン標準液 (200 mg $\text{CHCl}=\text{CCl}_2/\text{ml}$)、S.1(1)(q)の1,2-ジクロロプロパン標準液 (200 mg $\text{CH}_2\text{CHClCH}_2\text{Cl}/\text{ml}$)、S.1(1)(r)のcis-1,3-ジクロロ-1-プロペン標準液 (200 mg cis- $\text{CICH}=\text{CHCH}_2\text{Cl}/\text{ml}$)、S.1(1)(s)のtrans-1,3-ジクロロ-1-プロペン標準液 (200 mg trans- $\text{CICH}=\text{CHCH}_2\text{Cl}/\text{ml}$)、S.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 $\text{C}_6\text{H}_4\text{Cl}_2/\text{ml}$)、S.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- $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2/\text{ml}$)、S.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- $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2/\text{ml}$)、S.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- $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2/\text{ml}$)、S.1(1)(x)のベンゼン標準液 (200 mg $\text{C}_6\text{H}_6/\text{ml}$) 及びS.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(9)とり、さらにメタノールを標準まで加える(9)。この標準液は、検査操作時に使用する。

- (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 CHBr_2Cl_2 , 40 µg $\text{CH}_2\text{ClCH}_2\text{Cl}$, 40 µg CH_2CCl_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 $\text{CH}_2\text{CHClCH}_2\text{Cl}$, 40 µg cis- $\text{CICH}=\text{CHCH}_2\text{Cl}$, 40 µg trans- $\text{CICH}=\text{CHCH}_2\text{Cl}$, 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] 全液フラスコ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準まで加える(9)。この標準液は、(3)の準備操作で使用する。

注(9) 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、アセレーター中で冷却し、できるだけ早く使用する。

(9) 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。

(3) 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、円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、アセレーター中で冷却する。
- (2.2) バイアル用ゴム栓 バイアルを密栓できるもの(9)。
- (2.3) 円ふた化エテン樹脂フィルム 厚さ50 µm程度(9)の円ふた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 °Cの範囲で、設定温度に対して±0.5 °Cに調整でき、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^(*) 容量20~5000 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 3.1(3)(3.5)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^(*)。

(b) 試料導入部温度 150~250 °C

注^(*) 材質はシリコーン製のもので、凹凸のない平面のものが使用しやすい。

^(*) 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。

^(*) 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。

^(*) 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、塩^(*)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で調整しておく。

(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^(*)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]^(*)を、静かに溶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、内標単物質としてフルオロベンゼン溶液(A)1 µl^(*)(^(*))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^(*) 塩化ナトリウムの添加は、試料の塩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。

^(*) 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^(*)を、試料10 mlにつき3 gを加える。

(b) (a)のバイアルに8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)^(*)を、静かに溶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、内標単物質としてフルオロベンゼン溶液(A)1 µl^(*)(^(*))をそれぞれマイクロシリンジを用いて注入する。

(c) 直ちに四よっ化エチレン樹脂フィルムを巻せ、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巻せ、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 °C^(*)の範囲で設定した温度に対し±0.5 °Cに調整した恒温槽で、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^(*)を用いて気相の一定量(例えば、1000 µl)^(*)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測定し^(*)、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濃度値^(*)を読み取る。

(b) 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^(*)。試料について(g)で得た指示値を補正する。

(1) 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^(**) (*) (1)(a)の揮発性有機化合物混合標準液0.01~2 ml^(**)を攪拌的に全量フラスコ10 mlにとり、メタノールを容量まで加える。

(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)^(**)を、十分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^(**)(^(*))をそれぞれマイクロシリンジを用いて注入し、次に、(e)~(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値を作成する。検量線の作成は試料測定時に行う。

注^(*) 25 ℃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 ℃に上げることができる自動注入法^{(注^(*))}による。

(*) 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 ℃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つる。

(**) バイアルの気相からの採取量は、一定とする。

(**) 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、適宜定量範囲を測定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)に準じて内部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 パーク・トラップ-ガスクロマトグラフ法 この方法は、図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ク・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)を用いたパーク・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、図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、冷却脱着装置で冷却脱着(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、引き抜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検出感度は、図5.4のとおりである。

表5.4 対象物質とその定量範囲及び検出し分析精度の一覧

	対象物質	定量範囲 %	検出し分析精度 %
A	ジブロモクロロメタン (CHBr_2Cl)	0.02~0.2	10~20
	テトラクロロメタン (四塩化炭素) (CCl_4)	0.01~0.1	10~20
	プロモジクロロメタン (CHBrCl_2)	0.02~0.2	10~20
	1,1,1-トリクロロエタン (CH_2CCl_3)	0.04~0.4	10~20
	テトラクロロエタン ($\text{CCl}_2=\text{CCl}_2$)	0.02~0.2	10~20
	トリクロロエタン ($\text{CHCl}=\text{CCl}_2$)	0.04~0.4	10~20
B	トリクロロメタン (クロロホルム) (CHCl_3)	0.1~1	10~20
	トリプロモメタン (プロモホルム) (CHBr_3)	0.1~1	10~20
	1,1,2-トリクロロエタン ($\text{CHCl}_2\text{CH}_2\text{Cl}$)	0.4~4	10~20
	cis-1,2-ジクロロ-1-プロペン (cis- $\text{CICH}=\text{CHCH}_2\text{Cl}$) (*)	0.1~1	10~20
	trans-1,2-ジクロロ-1-プロペン (trans- $\text{CICH}=\text{CHCH}_2\text{Cl}$) (*)	0.2~2	10~20
C	ジクロロメタン (CH_2Cl_2)	2.5~25	10~20
	1,2-ジクロロエタン (CH_2CHCl_2)	2.5~25	10~20
	1,1-ジクロロエタン ($\text{CCl}_2=\text{CH}_2$)	2.5~25	10~20
	1,2-ジクロロプロペン ($\text{CH}_2\text{CHClCH}_2\text{Cl}$)	1~10	10~20
	1,4-ジクロロベンゼン (p-ジクロロベンゼン) ($\text{C}_6\text{H}_4\text{Cl}_2$)	2~20	10~20
	D	cis-1,2-ジクロロエタン (cis- $\text{CHCl}=\text{CHCl}$)	10~100
trans-1,2-ジクロロエタン (trans- $\text{CHCl}=\text{CHCl}$)		4~40	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14. 備考1による。

(1) 試薬 試薬は、次のものを用いる。

(a) 水 2.(8)による。

(b) メタノール 5.1(1)(b)による。

(c) 揮発性有機化合物混合標準液A-a [(1 mg CHBr_2Cl , 0.5 mg CCl_4 , 1 mg CHBrCl_2 , 2 mg CH_2CCl_3 , 1 mg $\text{CCl}_2=\text{CCl}_2$, 2 mg $\text{CHCl}=\text{CCl}_2$)/ml] (*) (*) 全量フラスコ100 mlにメタノール約60 mlを入れ、これに5.1(1)(a)のテトラクロロメタン (四塩化炭素) 標準液 (200 mg CCl_4 /ml) を0.25 ml(*), 5.1(1)(d)のジブロモクロロメタン標準液 (200 mg CHBr_2Cl /ml), 5.1(1)(b)のプロモジクロロメタン標準液 (200 mg CHBrCl_2 /ml) 及び5.1(1)(e)のテトラクロロエタン標準液 (200 mg $\text{CCl}_2=\text{CCl}_2$ /ml) をそれぞれ0.5 ml(*), 5.1(1)(f)の1,1,1-トリクロロエタン標準液 (200 mg CH_2CCl_3 /ml) 及び5.1(1)(p)のトリクロロエタン標準液 (200 mg $\text{CHCl}=\text{CCl}_2$ /ml) をそれぞれ1 ml(*)とり、さらにメタノールを標線まで加える(*)。

(d) 揮発性有機化合物混合標準液A-b [(10 µg CHBr_2Cl , 5 µg CCl_4 , 10 µg CHBrCl_2 , 20 µg CH_2CCl_3 , 10 µg $\text{CCl}_2=\text{CCl}_2$, 20 µg $\text{CHCl}=\text{CCl}_2$)/ml] 全量フラスコ100 mlに少量のメタノールを入れ、これに(c)の揮発性有機化合物混合標準液A-a 1 mlをとり、さらにメタノールを標線まで加える(*)。

(e) 揮発性有機化合物混合標準液A-c [(1 µg CHBr_2Cl , 0.5 µg CCl_4 , 1 µg CHBrCl_2 , 2 µg CH_2CCl_3 , 1 µg $\text{CCl}_2=\text{CCl}_2$, 2 µg $\text{CHCl}=\text{CCl}_2$)/ml] 全量フラスコ10 mlに少量のメタノールを入れ、これに(d)の揮発性有機化合物混合標準液A-b 1 mlをとり、さらにメタノールを標線まで加える(*)。この標準液は、微量操作時时使用する。

- (f) 揮発性有機化合物混合標準液A-d [(0.05 µg CHBrCl, 0.025 µg CCl₂, 0.05 µg CHBrCl₂, 0.1 µg CH₂Cl₂, 0.05 µg CCl₂=CCl₂, 0.1 µg CHCl=CCl₂)/ml] 全量フラスコ20 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A-c 1 mlをとり、さらにメタノールを蒸餾まで加える^(*)。この標準液は、(3)の準備操作で使用する。
- (g) 揮発性有機化合物混合標準液B-a [(0.5 mg CHCl₃, 0.5 mg CHBr₃, 2 mg CHCl₂CH₂Cl, 0.5 mg *cis*-ClCH=CHCH₂Cl, 1 mg *trans*-ClCH=CHCH₂Cl)/ml]^(*) 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)(f)のトリクロロメタン(クロロホルム)標準液(200 mg CHCl₃/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 CHBr₃/ml)及び5.1(1)(e)の*cis*-1,2-ジクロロ-1-プロペン標準液(200 mg *cis*-ClCH=CHCH₂Cl/ml)をそれぞれ0.5 ml^(*)、5.1(1)(a)の*trans*-1,2-ジクロロ-1-プロペン標準液(200 mg *trans*-ClCH=CHCH₂Cl/ml)を1 ml^(*)、5.1(1)(k)の1,1,2-トリクロロエタン標準液(200 mg CHCl₂CH₂Cl/ml)を2 ml^(*)とり、さらにメタノールを蒸餾まで加える^(*)。
- (h) 揮発性有機化合物混合標準液B-b [(5 µg CHCl₃, 5 µg CHBr₃, 20 µg CHCl₂CH₂Cl, 5 µg *cis*-ClCH=CHCH₂Cl, 10 µg *trans*-ClCH=CHCH₂Cl)/ml] 全量フラスコ100 mlに少量のメタノールを入れ、これに(g)の揮発性有機化合物混合標準液B-a 1 mlをとり、さらにメタノールを蒸餾まで加える^(*)。この標準液は、検量線作成時に使用する。
- (i) 揮発性有機化合物混合標準液B-c [(0.25 µg CHCl₃, 0.25 µg CHBr₃, 1 µg CHCl₂CH₂Cl, 0.25 µg *cis*-ClCH=CHCH₂Cl, 0.5 µg *trans*-ClCH=CHCH₂Cl)/ml] 全量フラスコ20 mlに少量のメタノールを入れ、これに(h)の揮発性有機化合物混合標準液B-b 1 mlをとり、さらにメタノールを蒸餾まで加える^(*)。この標準液は、(3)の準備操作で使用する。
- (j) 揮発性有機化合物混合標準液C-a [(1.25 mg CH₂Cl₂, 1.25 mg CH₂ClCH₂Cl, 1.25 mg CCl₂=CH₂, 0.5 mg CH₂CHClCH₂Cl, 1 mg C₆H₄Cl₂)/ml]^(*) 全量フラスコ400 mlにメタノール約200 mlを入れ、これに5.1(1)(q)の1,2-ジクロロプロパン標準液(200 mg CH₂CHClCH₂Cl/ml)を1 ml^(*)、5.1(1)(r)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 C₆H₄Cl₂/ml)を2 ml^(*)、5.1(1)(s)のジクロロメタン標準液(200 mg CH₂Cl₂/ml)、5.1(1)(t)の1,2-ジクロロエタン標準液(200 mg CH₂ClCH₂Cl/ml)及び5.1(1)(u)の1,1-ジクロロエタン標準液(200 mg CCl₂=CH₂/ml)をそれぞれ2.5 ml^(*)とり、さらにメタノールを蒸餾まで加える^(*)。
- (k) 揮発性有機化合物混合標準液C-b [(125 µg CH₂Cl₂, 125 µg CH₂CHClCH₂Cl, 125 µg CCl₂=CH₂, 50 µg CH₂CHClCH₂Cl, 100 µg C₆H₄Cl₂)/ml] 全量フラスコ30 mlに少量のメタノールを入れ、これに(j)の揮発性有機化合物混合標準液C-a 1 mlをとり、さらにメタノールを蒸餾まで加える^(*)。この標準液は、検量線作成時に使用する。
- (l) 揮発性有機化合物混合標準液C-c [(6.25 µg CH₂Cl₂, 6.25 µg CH₂CHClCH₂Cl, 6.25 µg CCl₂=CH₂, 2.5 µg CH₂CHClCH₂Cl, 5 µg C₆H₄Cl₂)/ml] 全量フラスコ30 mlに少量のメタノールを入れ、これに(k)の揮発性有機化合物混合標準液C-b 1 mlをとり、さらにメタノールを蒸餾まで加える^(*)。この標準液は、(3)の準備操作で使用する。
- (m) 揮発性有機化合物混合標準液D-a [(5 mg *cis*-CHCl=CHCl, 2 mg *trans*-CHCl=CHCl)/ml]^(*) 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)(m)の*cis*-1,2-ジクロロエタン標準液(200 mg *cis*-CHCl=CHCl/ml)を5 ml^(*)、5.1(1)(n)の*trans*-1,2-ジクロロエタン標準液(200 mg *trans*-CHCl=CHCl/ml)を5 ml^(*)それぞれとり、さらにメタノールを蒸餾まで加える^(*)。
- (n) 揮発性有機化合物混合標準液D-b [(0.5 mg *cis*-CHCl=CHCl, 0.3 mg *trans*-CHCl=CHCl)/ml] 全量フラスコ10 mlに少量のメタノールを入れ、これに(m)の揮発性有機化合物混合標準液D-a 1 mlをとり、さらにメタノールを蒸餾まで加える^(*)。この標準液は、検量線作成時に使用する。

(o) 揮発性有機化合物混合標準液D-c[25 µg cis-CHCl=CHCl, 10 µg trans-CHCl=CHCl/ml] 全量
フラスコ20 mlに少量のメタノールを入れ、これに(a)の揮発性有機化合物混合標準液D-b 1 mlをとり、さ
らにメタノールを同様まで加える^(*)。この標準液は、(3)の標準操作で使用する。

(p) ヘリウム 5.1(1)(ae)による。

(q) 窒素 5.1(1)(ad)による。

(2) 器具及び装置 器具及び装置は、次のとおりとする。

(2.1) 5.1(3)(2.1)~(2.4)による。

(2.2) 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 内径0.2~1.2 mm、長さ約20~120 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) キャピラリーカラム 5.1(3)(2.5.1)(b)による^(**)。

参考3、参考2による。

(c) 検出器 電子捕獲検出器

(d) キャリヤーガス 5.1(1)(ae)のヘリウム又は5.1(1)(ad)の窒素を用い、線速度は20~40 cm/sの範囲に調
節する。

また、カラム出口には付加ガス^(**)として5.1(1)(ad)の窒素を接続し、流量は30~60 ml/minに調節し
て用いる。

(e) カラム温度 5.1(2)(2.5.1)(d)による。

(f) 検出器温度 250~280 °C

注^(*) 得られたピークが、対象揮発性有機化合物の保持時間付近に裏峰に記録され、対象揮発性有機化合
物に相当するピークの確認が困難な場合は、極性の異なるキャピラリーカラムを用いたガスクロ
マトグラフ法によるか、又は5.1による。

注^(**) カラムの内径が0.53 mm以上のものを用い、キャリヤーガスに窒素を使用した場合は、付加ガスの
量を減じてキャリヤーガスと付加ガスの合計量が30~60 ml/minになるように調節して用いる。

(3) 標準操作 標準操作は、次のとおり行う。

(a) 5.1(3)(a)~(c)の操作を行う。

(b) 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、バージ容器に注入
する。次に、(1)(f)の揮発性有機化合物混合標準液A-d 1 µl^(**)をマイクロシリンジ^(**)を用いてこの
バージ容器に注入する。

(c) (4)(d)の操作を行い、揮発性有機化合物の保持時間の位置を確認しておく。

注^(*) シブロモクロロメタン、テトラクロロメタン(四塩化炭素)、プロモシクロロメタン、1,1,1-トリク
ロロエタン、テトラクロロエタン及びトリクロロエタン以外の項目を試験する場合は、(1)(f)の
揮発性有機化合物混合標準液B-c、(1)(1)の揮発性有機化合物混合標準液C-c、又は(1)(o)の揮
発性有機化合物混合標準液D-cを用いて行う。

参考15、参考6による。

(4) 操作 操作は、次のとおり行う。

(a) 5.1(3)(a)の操作を行う。

(b) 5.1(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。

(c) 5によって採取した試料の適量(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
いてバージ容器に注入する。次に、マイクロシリンジ^(**)を用いてメタノール1 µlをこのバージ容器に注入

する。

- (d) 5.1(4)(d)~(f)の操作を行い、次に、冷却凝縮装置を加熱し⁽²⁰⁾、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に導入し、クロマトグラムを記録する。
- (e) (3)であらかじめ記録してある揮発性有機化合物の保持時間と一致⁽²¹⁾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指示値⁽²²⁾を読み取る。
- (f) 次の操作に備えて、(a)及び(b)の操作を行い、トラップ管を再生する。
- (g) 空試験として、試料と同量の水について(c)~(e)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の保持時間相当する位置にピークが検出され、その指示値⁽²²⁾が定量下限値以上である場合は、再度操作をし直す⁽²³⁾。次の操作に備えて、(a)及び(b)の操作を行い、トラップ管を再生する。
- (h) 検量線から揮発性有機化合物の量(mg)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($\mu\text{g/l}$)を算出する。

検量線⁽²⁴⁾ (1)(a)の揮発性有機化合物混合標準液A-c⁽²⁵⁾0.2~2 mlを段階的に全量フラスコ10 mlにとり⁽²⁶⁾、メタノールを液量まで加える。

(a)及び(b)の操作を行い、バース容器に試料と同量の水(例えば、5 ml)を、ガスタイトシリンジ⁽²⁷⁾を用いて注入し、これらの標準液1 μl をこのバース容器に注入する。次に、(d)及び(e)の操作を行う。次の操作に備えて、(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、試料量と同量の水についてこの操作を行う。ただし、この場合にはこれらの標準液に代えてメタノール1 μl を注入する。

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それぞれ量(mg)との関係線を作成する。検量線を作成は試料測定時に行う。

注⁽²⁸⁾ 注⁽²⁹⁾による場合は、検量線作成に用いる各標準液は、(1)(h)の揮発性有機化合物混合標準液B-b、(1)(k)の揮発性有機化合物混合標準液C-b、又は(1)(a)の揮発性有機化合物混合標準液D-bを用いる。