

厚生労働科学研究費補助金（化学物質リスク研究事業）  
分担研究報告書

室内空気環境汚染化学物質の標準試験法の策定およびリスク低減化に関する研究

室内空气中揮発性有機化合物 (VOC)・準揮発性有機化合物 (SVOC) 試験法の開発

研究分担者 田原 麻衣子（国立医薬品食品衛生研究所 生活衛生化学部 主任研究官）

**研究要旨**

厚生労働省のシックハウス（室内空気汚染）問題に関する検討会では、室内濃度指針値の見直し作業を行っているが、指針値の新規策定候補物質もしくは改定候補物質については詳細な曝露評価が必要であり、そのためには標準試験法を整備し、これを用いた正確な実態調査のデータが求められる。本研究では、室内濃度指針値が策定されている準揮発性有機化合物の標準試験法として、フタル酸エステル類の固相吸着-加熱脱着-ガスクロマトグラフィー/質量分析法および殺虫剤 3 物質の固相吸着-溶媒抽出-ガスクロマトグラフィー/質量分析法の 2 法について測定方法を構築し、来年度に多機関での妥当性評価を行うための準備を行った。また、昨年度に標準試験法を確立した揮発性有機化合物の 2 法について、「室内空气中化学物質の測定マニュアル」を作成した。

研究協力者		員	
酒井 信夫	国立医薬品食品衛生研究所 生活衛生化学部室長	田中 礼子	横浜市衛生研究所理化学検査研究課医務職員
千葉 真弘	北海道立衛生研究所生活科学部生活衛生グループ主査	村木 沙織	横浜市衛生研究所理化学検査研究課技術職員
大泉 詩織	北海道立衛生研究所生活科学部生活衛生グループ研究職員	上村 仁	神奈川県衛生研究所理化学部生活化学・放射能グループリーダー
斎藤 育江	東京都健康安全研究センター薬事環境科学部副参事研究員	<b>A. 研究目的</b>	
大貫 文	東京都健康安全研究センター薬事環境科学部主任研究員		厚生労働省による現行の室内濃度指針値は、室内空気環境汚染化学物質として揮発性化合物 (VOC) および準揮発性有機化合物

物 (SVOC) の13物質が策定されているが<sup>1)</sup>、最終策定から15年以上が経過し、その間、それらの代替化合物による新たな室内空気汚染の可能性が指摘されている。厚生労働省のシックハウス (室内空気汚染) 問題に関する検討会 (以下、シックハウス検討会) では、化学物質の室内濃度指針値の見直し作業を進めているが、その作業には対象化学物質毎に信頼性・妥当性が検証された標準試験法の策定が必要であることから、正確な国内の室内汚染実態の調査データが求められる。しかし、VOCやSVOCの測定方法は必ずしも十分に整備されていない状況にある。また、現行の「室内空気中化学物質の測定マニュアル」(以下、測定マニュアル) も、平成12年に作成されたものである。その後策定された指針値物質の測定はシックハウス検討会の中間報告書を引用した各通知による追補での提示となっており、各物質の標準試験法を読み解くには非常に分かりにくい構成となっている。

本研究では、現行の室内濃度指針値策定13物質および改定指針値物質において、最新の分析技術を基に汎用性の高い改訂標準試験法を確立すること、新規策定候補物質については、測定方法を開発し、バリデーションを行って、標準試験法を確立すること、それら確立した試験法は測定マニュアルに反映していくことを目的としている。今年度は、準揮発性有機化合物 (SVOC) であるフタル酸エステル類の標準試験法として固相吸着-加熱脱着-ガスクロマトグラフィー/質量分析法 (以下、TD法) を確立することを目的とした。室内空気中のフタル酸エステル類は、ガス状および粒子状の形態で存在し、化合物や室温等により粒径分布が異

なることが報告されている<sup>2-4)</sup>。我々はこれまでに、室内空気中のフタル酸エステル類において固相吸着-溶媒抽出-ガスクロマトグラフィー/質量分析法 (以下、SE法) による標準試験法を確立し、衛生試験法・注解<sup>5)</sup>や国際標準化機構 (ISO) に公表して国内および国際規格化を進めているが、TD法については知見が少なく<sup>6)</sup>、SE法と定量値を比較した報告はない。このような背景から、SE法とTD法の2法同時捕集により定量値を比較した。

また、室内濃度指針値が策定されているSVOCであるクロルピリホス、ダイアジノン、フェノブカルブ (BPMC) の殺虫剤3物質の測定方法については、先行研究 (H27-化学-指定-002等) においてSE法が検討されていた<sup>7-9)</sup>。しかし、SE法において捕集に使用していた固相吸着ディスク (3M社製 Empore C18 47 mm Extraction Disk) が2018年で生産中止となったため、代替品および抽出方法を検討し、妥当性評価に資する標準手順書 (SOP) を作成するための予備実験を行った。

さらに、昨年度標準試験法を確立したVOCの2法について、現行の「室内空気中化学物質の測定マニュアル」の改訂文書を作成した。

## B. 研究方法

### B.1 フタル酸エステル類のTD法の構築

#### B.1.1 フタル酸エステル類のTD法の測定

測定対象は室内濃度指針値が策定されているフタル酸ジ-*n*-ブチル (DnBP) およびフタル酸ジ-2-エチルヘキシル (DEHP) を含む同時分析が可能なフタル酸エステル類を各機関で選定した (Table 1)。各フタル酸

エステル類について、TD法における検量線、検出下限値 (Limit of detection, LOD)、定量下限値 (Limit of quantification, LOQ)、ブランク値、添加回収試験、キャリーオーバーを検討してSE法と比較した。

機関Dにおける検量線は、真度については標準系列の測定を3回行い、各検量点の測定値の平均を求め、設定値に対する比率を百分率で表した数値とした。併行精度については、標準系列の測定を3回行い、各検量点の測定値の標準偏差 ( $\sigma$ ) を平均値で除して百分率で表した数値 (相対標準偏差, RSD) とした。判定は、各検量点の真度は調製濃度の80~120%以内、併行精度は相対標準偏差が20%以内とした。

各機関のLODおよびLOQの算出方法を以下に示す。機関Aは、機器のLODおよびLOQは検量線の最下点濃度 (TD法: 0.5 ng, SE法: 0.05 mg/L) の測定値をもとに $\sigma$ を求め、その3倍をLOD、10倍をLOQとした。また、分析のLODおよびLOQは操作ブランクをもとにその3倍濃度をLOD、10倍をLOQとした。機関BのLOQは、検量線の最下点濃度 (TD法: 1 ng, SE法: 0.02 mg/L) を繰り返し測定し (n=5)、 $\sigma$ の10倍を算出した。機関Dは、空試験 (n=5) および検量線最下点濃度 (SE法: 0.1 mg/L, TD法: 2 ng, 各n=5) の測定値をもとにそれぞれの $\sigma$ を求め、LODは空試験の3 $\sigma$ 値と検量線最下点濃度の3 $\sigma$ 値を比較し大きい方の値とし、LOQは空試験の10 $\sigma$ 値、検量線最下点濃度の10 $\sigma$ 値、および検量線最下点濃度に設定した数値の3つを比較し、最も大きい値とした。

添加回収試験は以下の通りに実施した。機関BのTD法は標準物質20 ngを添加し、室

内空気 (相対湿度は約50%) または乾燥空気 (約30%) を100 mL/minで24時間通気した (平均気温は約24℃)。SE法は500 ngを添加し、無通気で分析を行った。機関CのTD法およびSE法は、標準物質を添加した捕集管およびカートリッジの分析を行った (それぞれの添加量0.5 ngおよび2.5  $\mu$ g, n=3)。機関DのTD法は、各50 ngの標準物質を添加した捕集管 (n=3) の分析を行った。得られた濃度値から各対象物質の回収率を算出した。SE法は、濃度が100  $\mu$ g/mLの標準溶液を40  $\mu$ L添加したカートリッジ (n=5) の分析を行い (試験溶液濃度では0.8  $\mu$ g/mL)、得られた定量値から各対象物質の回収率を算出した。

各機関のキャリーオーバーの検討方法を以下に示す。機関Aは検量線の最高濃度 (10 ng) の標準試料測定の直後にダミー捕集管を測定し、その面積値を標準試料の面積値と比較した。機関Bは、空の捕集管1、ブランク、検量線の標準物質 (1~30 ng)、最後に空の捕集管2を測定し、空の捕集管1および2の面積値および定量値を算出した。機関Dは、ブランクBL-0、標準系列を低濃度から順に測定し、最高濃度試料 (最高濃度が50 ng、100 ng、200 ngである3種類の標準系列A、B、C) 測定後に、ブランクBL-1、BL-2の測定を行い、この2本のブランク試料中の対象物質の濃度が定量下限値を下回ることを確認した。

### B.1.2 フタル酸エステル類のSE法とTD法の定量値の比較

同一空間においてTD法とSE法の同時併行捕集を行い、フタル酸エステル類の定量値を評価した。サンプリング条件として、TD法は現行の測定マニュアルに準じ、捕集

剤にTenaxTAを使用して2~100 mL/minで24時間捕集し、SE法は「衛生試験法・注解2015 追補2019」に準じ、捕集剤にスチレンビジニルベンゼン共重合体またはオクタデシル化シリカゲルを使用して3 L/minで24時間捕集した。サンプリングは2019年7月~8月に各機関で複数回行い、サンプリング場所は室内であれば実験室および居住住宅等どこでも可として制限を設けなかった。分析機器はガスクロマトグラフ-質量分析計 (GC-MS) を用い、分析条件については指定せず、各機関において構築した方法を使用した。捕集および分析に関する設定条件をTable 2およびTable 3に示す。

マトリックスの影響に用いたポリエチレングリコール (以下、PEG) は、関東化学株式会社製または富士フィルム和光純薬株式会社製のPEG300を用いた。SE法におけるPEGの注入方法については、オートサンプラのサンドイッチ注入機能を利用して、検量線用試料と実試料にPEGを500 ng添加した。TD法については、PEGを含む混合内部標準液を調製し、検量線捕集管と実試料にPEGを3000 ng添加した。

## B.2 殺虫剤のSE法の検討

### B.2.1 代替捕集剤の選定

Empore ディスクの代替品として、Sigma-Aldrich 社製 Supelco ENVI-18 DSK (直径 47mm) およびジーエルサイエンス社製 AERO LE CARTRIDGE SDB400HF を選定した。

### B.2.2 試薬

殺虫剤 3 物質の標準液はいずれも関東化学製のクロルピリホス標準液、ダイアジノン標準液、フェノブカルブ標準液を使用した。内部標準物質は関東化学製のクロルピ

リホス-*d*<sub>10</sub>標準原液を使用した。アセトンは和光純薬工業製の残留農薬・PCB 試験用 (5000) を使用した。

### B.2.3 フィルターへの添加

3 物質の標準液をアセトンで希釈・混合し、100 µg/L の混合標準液を調製した。この混合標準液 0.1 mL をフィルター上に添加し、アセトンを除去した。添加量 (絶対量) は 10 ng となる。

### B.2.4 測定用試料の調製

ENVI-18 ディスクは、100 mL ビーカーに入れ、アセトン 20 mL を加え、10 分間超音波抽出を行った。アセトンを 50 mL 遠沈管にうつし、遠心分離して (3000 rpm, 10 min) アセトンを分取後、再度アセトン 20 mL で抽出・遠心分離を行い、アセトンを合わせた。ここに 1 mg/L の内部標準溶液 (アセトン溶液) を 0.1 mL 添加し、ロータリーエバポレーターで 2 mL 程度まで濃縮して 10 mL 遠沈管にうつし、窒素気流下で 1 mL まで濃縮した。溶液に懸濁物がみられる場合はフィルター (Merck Millipore 社製 Ultrafree-MC-GV, 孔径 0.22µm) を用いて遠心ろ過して測定用試料とした。

AERO カートリッジは、カートリッジから石英フィルターおよび捕集剤を取り出し、10 mL 遠沈管に入れた。遠沈管にアセトン 7~8 mL を加え、10 分間超音波抽出を行った後、遠心分離して (3000 rpm, 10 min) アセトンを分取した。再度遠沈管にアセトン 7~8 mL で抽出・遠心分離を行い、アセトンを合わせた。ここに 1 mg/L の内部標準溶液 (アセトン溶液) を 0.1 mL 添加し、ロータリーエバポレーターで 2 mL 程度まで濃縮して 10 mL 遠沈管にうつし、窒素気流下で 1 mL まで濃縮した。溶液に懸濁物がみ

られる場合はフィルター（Merck Millipore社製 Ultrafree-MC-GV, 孔径 0.22  $\mu\text{m}$ ）を用いて遠心ろ過して測定用試料とした。

### B.2.5 分析方法

測定用試料 2  $\mu\text{L}$  をスプリットレス方式（高圧注入）で GC-MS に注入し、選択イオン検出（SIM）法を用いて定量を行った。内部標準法によりあらかじめ作成した検量線から試料中の各成分の濃度を算出した。測定条件を Table 4 に示す。

### B.2.5 分析方法

捕集剤に 100  $\mu\text{g/L}$  混合標準液 0.1 mL を添加（絶対量で各 10 ng）し、冷蔵（4 $^{\circ}\text{C}$ ）と常温（約 22 $^{\circ}\text{C}$ ）で保存した際の残存率を観察した。

### B.3 VOCの測定マニュアルの改訂

現行の「室内空气中化学物質の測定マニュアル」は平成13年に作成されたもので、その後策定された指針値物質の測定は各通知による追補での提示となっており、各標準試験法を読み解くには非常に分かりにくい構造となっている。そのため、昨年度標準試験法を確立したVOCのSE法およびTD法の2法について、改訂文書を作成した。

## C. 研究結果および考察

### C.1 フタル酸エステル類のTD法の確立

#### C.1.1 検量線

TD法およびSE法の両法とも、フタル酸エステル類の絶対検量線における直線性は悪く、いずれも右上がりの曲線状になる傾向が認められた。一方で、内部標準法の $d$ 体による補正を行うことにより直線性が改善され、各機関で対象とした化合物のすべての検量線は概ね良好な直線性（ $r > 0.99$ ）を示した。Table 5にTD法およびSE法の各

機関の検量線情報を、Fig. 1に機関A, B, CのTD法におけるDnBPおよびDEHPの検量線を、Fig. 2にSE法における検量線を、Table 6に機関Dの検量線の真度と併行精度の結果を示す。各測定対象物質の真度および併行精度はいずれも良好な結果であった。

機関Dにおいて、内部標準物質の選定は次の①～③のどれが最適かをDnBP- $d_4$ 、DEHP- $d_4$ 、DEP- $d_4$ 、DiBP- $d_4$ 、BBP- $d_4$ の混合内部標準を用いて検討した。①各々の内部標準物質として同物質の $d$ 体を用いる（同物質の $d$ 体がない場合は直近ピークの $d$ 体を使用する）。②全物質の内部標準物質として一律にDnBP- $d_4$ を用いる。③全物質の内部標準物質として一律にDEHP- $d_4$ を用いる。①～③のそれぞれの場合について、検量線の直線性、定量値の真度を算出して比較した結果、TD法およびSE法の両法とも、①の各々の内部標準として同じ物質の $d$ 体を用いた場合が最適となった（Table 7）。

#### C.1.2 測定感度および精度の検討

LOD、LOQ、ブランク値、添加回収率、キャリーオーバーについて検討した。機関A, B, DのLODおよびLOQはTable 8に示す。機関Aの機器のLODはTD法で0.093～0.72 ng、SE法で0.002～0.038 mg/L、LOQはTD法で0.31～2.4 ng、SE法で0.007～0.13 mg/Lであり、機関BはTD法で0.5～1.9 ngであった。機関DのLODは空試験の $3\sigma$ 値と検量線最下点濃度の $3\sigma$ 値を比較の結果、TD法のDEHP以外検量線最下点濃度の $3\sigma$ 値の方が大きい値を示し、TD法は0.14～0.47 ng（72 L捕集で0.0020～0.0065  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 相当）、SE法は0.005～0.011 mg/L（4320 L捕集で0.006～0.013  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 相当）となった。LOQは検量線最下点濃度が大きい値となったた

め、TD法は2 ng (0.028  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 相当)、SE法は0.100 mg/L (0.12  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 相当) となった。一部のLOQがC.1.1で設定した検量線の最低濃度を超えたが、室内濃度指針値 (DnBP: 17  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ , DEHP: 100  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ) の1/100より低濃度で十分に定量可能であった。機関Cにおけるディフュージョンブランク (n=3) のDnBPおよびDEHPの平均濃度はTD法では0.0057  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  および0.016  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 、SE法では0.023  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  および0.032  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  と低濃度であった。また、すべての機関の操作ブランク値および機関A, B, Dにおける検量線の最高濃度測定後のブランク値 (キャリーオーバー) について検討したが、室内濃度の定量には大きく影響を及ぼすことはなかった (Table 9)。

機関B, C, Dで回収率を算出した結果、対象物質のすべての添加回収率は両法ともに90-130%の範囲内にあり、良好であった (Table 10)。また、機関CのTD法においては、捕集管を直列に2本つなぎ、前段の捕集管に標準物質を添加した後、室内空気を10 mL/minで14.4 L通気したが、後段の捕集管にすべての対象物質の破過は認められなかった (data not shown)。さらに、機関Aにおいて10%導入の再捕集モードにおける3回の繰り返し測定を行った結果、すべての対象物質において面積値は前回導入時の約80~90%となり、DnBP-d<sub>4</sub>との面積比は0.91~1.08と面積比はほぼ変わらず、繰り返し測定が可能であった (Table 11)。

TD法はSE法と同等の定量値が得られる上、SE法と比較して少量の空気試料で測定することができ、分析操作が簡便であった。

### C.1.3 捕集条件の検討

室内空気の捕集で定量値に影響を与える

可能性がある要因として、捕集剤、捕集流量、ポンプについて検討した。機関Aにおいて、捕集剤としてTenaxGR (60/80 mesh, SUPELCO製) を用いたフタル酸エステル類の捕集について検討した。その結果、TenaxGRを用いたフタル酸エステル類の検量線の直線性、LOD、LOQ、キャリーオーバーについてもTenaxTAと同等で良好であり、5%導入の再捕集モードにおける繰り返し測定も可能であった (data not shown)。また、実験室内の空気をTexaxGRおよびTenaxTAを用いたTD法とSE法の同時併行捕集を行った結果、TexaxGRの定量値はTenaxTAを用いたTD法とSE法と比較して90~130%と同等の定量値が得られた (Table 12)。

機関Bにおいて、捕集流量を10, 50, 100 mL/minに設定し、算出されるDnBPおよびDEHPの室内空気濃度を比較した。その結果、流量が異なっても同等の定量値が得られた (Fig. 3)。しかし、機関Cにおいて、捕集流量を2, 10, 50, 100, 200, 600 mL/minと増加させた結果、流量を上げるに従ってTICクロマトグラムのバックグラウンドが高くなり、保持時間が遅くなる傾向が得られた (Fig. 4)。そのため、流量を設定する際には、標準系列と実試料との保持時間の差異に注意が必要であることが明らかになった。

機関Cにおいて、サンプリングポンプの違いによる定量値の差異を検討した。SP208-1000DualとPMP-001を同条件で各2回捕集した結果、同等の結果が得られ、4施行のRSDは20%以下であった (Table 13)。

装置特性として、パーキンエルマー製のTD装置は、捕集管への加熱が一方からのた

め反対側の面に熱が伝わりにくく、捕集管全体が同一の温度に加熱されない場合がある (Fig. 5)。そのため、比較的高沸点の試料を測定する場合は、ガラス製よりステンレス製の捕集管を用いる方が好ましい。また、チューブ全体を加熱していないので、フリット部分がコールドスポットとなり安定した測定が出来ないことがあるため、TD装置に適した捕集管を選択することが好ましいと考えられる。

#### C.1.4 SE法およびTD法の定量値の比較

機関A、B、Cは実験室内、機関Dは階段室内の空気を複数回サンプリングした (Fig. 6)。同日の同一空間において捕集されたSE法およびTD法の定量値を比較した結果、検出された化合物のパターンは同等であり、DEP、DiBP、DnBP、DEHPが検出された (Table 14)。

DnBPおよびDEHPはすべての試料から検出され、検出濃度範囲は、TD法でそれぞれ30~1600 ng/m<sup>3</sup>および48~810 ng/m<sup>3</sup>、SE法で34~1600 ng/m<sup>3</sup>および73~980 ng/m<sup>3</sup>であった。SE/TD比を算出した結果、DnBPは0.80~1.32、DEHPは0.91~1.52となり、SE法の定量値が若干高くなる傾向が認められたが、概ね同等の定量値が得られた (Table 15)。

#### C.1.5 マトリックスの影響

C.1.4までの検討より、標準試料や実試料など、それぞれの試料ごとに一定量ずつ添加している内部標準物質の面積値が変動していた (Fig. 7)。内部標準物質の面積値は測定試料に含まれる標準物質の濃度が増加するにしたがって増大し、その増加率は標準物質の濃度が高くなるにつれて顕著となった。SE法およびTD法の両測定方法ともに

測定対象のフタル酸エステル類全てにおいてこの現象が生じていた。いわゆるマトリックス効果を連想させるような現象であり、検量線では標準物質濃度に依存してフタル酸エステル類自体がマトリックスのような効果を生じさせているのではないかと示唆された。そのため、同じ物質のd体を内部標準物質として検量線を作成すると本現象は補正され、検量線の直線性は良好となる (Table 7)。また、実試料では試料濃度およびマトリックス効果の両方が影響すると考えられるため、標準溶液を添加後、室内空気を通気してマトリックスを加えた結果、定量値 (TD法: 35 ng/m<sup>3</sup>, SE法: 580 ng/m<sup>3</sup>相当) は、添加濃度と比較してTD法よりSE法において増大していた (Table 16)。C.1.5でSE法の定量値が若干高くなる傾向が認められたのは、SE法では室内空気の捕集体積が大きいため、マトリックスの影響を受けている可能性が推察された。このようなことから、検量線と実試料に差異を生じないように、マトリックス効果に対する対策として、2法検討した。1法目として、農薬分析のマトリックス効果対策として添加されるPEGが本現象に有効かについて検討した。その結果、TD法においては、抑制効果が少ない、もしくは、本検討におけるPEGの量が最適ではなかったことが考えられた (Fig. 8)。SE法においては検量線の決定係数が向上し、内部標準物質の面積値が増大する現象に若干の抑制効果があった (Fig. 9)。PEGの有無によるTD法およびSE法の併行試験では、検出されたDnBPおよびDEHPの室内空気濃度のSE/TD比がPEG無しの場合、それぞれ1.23および1.24だったのに対し、PEG共注入では1.14および1.15と

なり、PEG共注入により2法の差異が抑えられた。ただし、PEG共注入は、装置の汚染、対象物質への妨害やばらつきの原因になる可能性もあるため、添加方法および量が今後の課題となる。

2法目として、これまで内部標準物質は、室内空気を捕集した後に添加していたが、内部標準物質にもマトリックス効果を生じさせて測定対象物質が補正されることを期待し、内部標準物質の添加を後添加から前添加に変更した。その結果、検出されたDEP、DiBP、DnBP、DEHPの4物質はいずれも定量値のSE/TD比が改善された (Table 17)。

## C.2 殺虫剤のSE法の確立

### C.2.1 測定条件の構築

先行研究では、多成分分析を試みて Fig. 10 に示す前処理のフローを構築したが、来年度行う妥当性評価では室内濃度指針値が設定されている 3 物質に限定することとし、測定条件を再構築した。なお、吸引量は 1 L/min で 24 時間 (計 1440 L) を想定した。

殺虫剤 3 物質のみの測定では、石英フィルターとの重層にしなくても十分な捕集がされていたため、固相吸着ディスクによる捕集においては石英フィルターの使用をとりやめた。また、内部標準物質にはペルメトリン- $d_5$ を使用していたが、測定対象を 3 物質にすること、標準溶液が市販されていることからクロルピリホス- $d_{10}$ を使用することとした。これにより、ペルメトリン- $d_5$ よりもマトリックス効果を排除することが可能であった (data not shown)。クロルピリホスとクロルピリホス- $d_{10}$ では定量イオンよりも確認イオンの方が強度の強いフラグメントイオンであるが、 $d$ 体が  $m/z=197$  の

フラグメントイオンを持つため、 $d$  体由来のフラグメントイオンがクロルピリホスの定量値に影響を及ぼすことを回避するために Table 4 の値を採用した。

### C.2.2 ENVI-18 DSK による捕集方法

#### (1) 抽出方法の検討

従前の試料採取で用いていた Empore ディスクは柔軟性があったため、折りたたんで遠沈管に入れてアセトン抽出が可能であったが、ENVI-18 ディスクには柔軟性が全くないため折りたたむことが困難であった。割り入れようとする、破片が飛び散り損失を引き起こすことが予想されたため、47mm ディスクが収まる 100mL ビーカーを用いて抽出操作を行うこととした。

捕集後のディスクからのアセトン超音波抽出を 3 回繰り返し、回収率を算出した (Fig. 11)。2 回の抽出で十分な回収率が得られると考えられ、アセトン抽出の回数は 2 回とした。

#### (2) 装置の LOD および LOQ

5  $\mu\text{g/L}$  混合標準液を 5 回繰り返し GC-MS に注入し、算出された濃度の  $\sigma$  の 3 倍を LOD、10 倍を LOQ とした。その結果、LOD はクロルピリホスで 1.1  $\mu\text{g/L}$ 、フェノブカルブで 0.96  $\mu\text{g/L}$ 、ダイアジノンで 0.22  $\mu\text{g/L}$  となり、LOQ はクロルピリホス 3.6  $\mu\text{g/L}$ 、フェノブカルブ 3.2  $\mu\text{g/L}$ 、ダイアジノン 0.73  $\mu\text{g/L}$  となった。この LOQ を想定した吸引量で気中濃度に換算すると、クロルピリホスは 2.5  $\text{ng/m}^3$ 、フェノブカルブは 2.2  $\text{ng/m}^3$ 、ダイアジノンは 0.51  $\text{ng/m}^3$  となり、指針値 (それぞれ 1  $\mu\text{g/m}^3$ , 33  $\mu\text{g/m}^3$ , 0.29  $\mu\text{g/m}^3$ ) の 1/10 濃度を十分に満足して



いた。

### (3) 捕集剤上における安定性

実際の現場での試料採取においては、試料の採取後、分析開始まで捕集剤が常温に置かれるケースが多いと想定される。また、冷蔵輸送を実施する場合でも温度が十分に低く保たれている保証はない。そこで、冷蔵保存および常温保存における3物質の安定性を検討した結果、冷蔵保存の場合、クロルピリホスとフェノブカルブは10日間程度高い残存率を示したが、ダイアジノンには4日後には残存率が80%を下回った (Fig. 12)。一方、常温保存の場合、フェノブカルブは少なくとも3日間は高い残存率を示したが、クロルピリホスとダイアジノンは1日後には残存率は60%を下回った。なお、ディスクに酸化防止剤としてジブチルヒドロキソトルエンを含侵させて同様の試験を行っても濃度減少を防ぐことはできなかった。また、従前の試料採取で用いていたEmpore ディスクではこのような濃度減少は見られなかった (data not shown)。これらのことから、Empore ディスクの代替品としてENVI-18 ディスクを使用した場合、試料採取後の保存期間中に一部の化合物の損失が起きる可能性があり、結果を過小評価する恐れがあることが判明した。

#### C.2.2 AERO カートリッジによる捕集方法

##### (1) 抽出方法の検討

2回のアセトン超音波抽出を行うことにより、クロルピリホス 99.3%、ダイアジノン 76.2%、フェノブカルブ 97.1%と3物質とも75%以上の回収率を得ることができた。

##### (2) 捕集剤上における安定性

AERO カートリッジについては常温保存における安定性のみ確認した。5日間に

わたる保存期間中、3化合物とも80%以上の残存率を示し、大きな損失は起きていないことが確認できた (Fig. 13)。これらのことから、AERO カートリッジでは保存期間中の大きな損失が起きていないものとみられ、代替品として適切であると考えられた。また、AERO カートリッジは室内空気中のフタル酸エステル類の測定でも使用されており、抽出方法を揃えることにより、両項目の一斉分析も可能になるものと考えられた。

#### C.3 VOCの測定マニュアルの改訂

現行で指針値が示されているVOCの6物質については、昨年度行ったバリデーションで良好な結果が得られ、標準試験法の2法を提示できた。そのため、SE法およびTD法の測定マニュアルの改訂文案を作成し、それぞれ (添付1) および (添付2) に示す。作成したマニュアルは、シックハウス検討会における複数の配布資料<sup>10-12)</sup>や局長通知<sup>13,14)</sup>等に点在している測定方法を統合しただけでなく、昨年度分析方法を確立する際に得られた知見を盛り込んで改訂された。また、マニュアルを基に、本法は日本薬学会編 衛生試験法・注解2020: 追補2021における国内規格化を目指す予定である。

#### D. 結論

SVOCの測定方法として、フタル酸エステル類のTD法について標準試験法を確立し、殺虫剤については来年度に行う妥当性評価のSOPを作成するため、抽出方法を検討した。今後、フタル酸エステル類および殺虫剤についても標準試験法 (公定法) として確立し、本法をシックハウス検討会に提案する。また、昨年度標準試験法を策定できたVOC

の2法については、測定マニュアルを作成した。今後、本法については国内規格化を目指す予定である。

## E. 研究発表

### 1. 論文発表

なし

### 2. 学会発表

- 1) 田原麻衣子, 酒井信夫, 大貫文, 斎藤育江, 千葉真弘, 大泉詩織, 田中礼子, 山之内孝, 大野浩之, 若山貴成, 横山結子, 神野透人, 河上強志, 五十嵐良明: 室内濃度指針値策定 VOC 試験法の妥当性評価. 環境科学会 2019 年会 (2019.9)
- 2) 田原麻衣子, 高木規峰野, 田中礼子, 村木沙織, 大貫文, 斎藤育江, 千葉真弘, 大泉詩織, 酒井信夫, 五十嵐良明: フタル酸エステル類の加熱脱着法および溶媒抽出法の比較検討. 2019 年室内環境学会学術大会 (2019.12)
- 3) 大貫文, 菱木麻佑, 田原麻衣子, 千葉真弘, 大泉詩織, 田中礼子, 山之内孝, 酒井信夫, 斎藤育江, 小西浩之, 守安貴子: 2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタンジオールモノイソブチレート及び 2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタンジオールジイソブチレートの VOCs 標準法における石英ウールへの吸着について. 2019 年室内環境学会学術大会 (2019.12)
- 4) 斎藤育江, 大貫文, 香川 (田中) 聡子, 大泉詩織, 千葉真弘, 神野透人, 田原麻衣子, 酒井信夫, 小西浩之, 守安貴子: 環境試料中フタル酸ジイソノニル及びフタル酸ジイソデシルの分離定量法. 2019 年室内環境学会学術大会

(2019.12)

- 5) 酒井信夫, 田原麻衣子, 高木規峰野, 五十嵐良明, 千葉真弘, 柴田めぐみ, 沼野聡, 阿部美和, 竹熊美貴子, 横山結子, 大竹正芳, 角田徳子, 上村仁, 田中礼子, 高居久義, 平山智士, 柚木悦子, 小林浩, 鈴木光彰, 山本優子, 大野浩之, 南真紀, 藤本恭史, 吉田俊明, 古市裕子, 八木正博, 伊達英代, 荒尾真砂, 松本弘子, 吉村裕紀, 友寄喜貴: 平成 30 年度 室内空気環境汚染に関する全国実態調査. 第 56 回全国衛生化学技術協議会年会 (2019.12)
- 6) 大泉詩織, 千葉真弘, 大貫文, 斎藤育江, 香川 (田中) 聡子, 神野透人, 田原麻衣子, 酒井信夫: 溶媒抽出法による室内空气中グリコールエーテル類及びシロキサン類の分析について. 第 56 回全国衛生化学技術協議会年会 (2019.12)
- 7) 酒井信夫: 室内濃度指針値の改定について. 第 56 回全国衛生化学技術協議会年会 (2019.12)

## F. 知的所有権の取得状況

### 1. 特許取得

なし

### 2. 実用新案登録

なし

### 3. その他

なし

## G. 引用文献

- 1) 厚生労働省医薬・生活衛生局医薬品審査管理課 化学物質安全対策室: 室内濃度指針値一覧,  
<http://www.nihs.go.jp/mhlw/chemical/si>

- tunai/hyou.html, cited April 1st 2020.
- 2) 斎藤育江, 大貫文, 香川 (田中) 聡子, 千葉真弘, 上村仁, 神野透人, 酒井信夫, 小西浩之, 守安貴子: 石英繊維フィルターの粒子捕集効率とフタル酸エステル類の粒径分布. 東京都健康安全研究センター研究年報, 69, 205-211 (2018)
  - 3) 第19回シックハウス (室内空気汚染) 問題に関する検討会 資料3, 室内空気中およびハウスダスト中のフタル酸エステル類 (2016.3.4)  
<https://www.mhlw.go.jp/file/05-Shingikai-11121000-Iyakushokuhinkyoku-Soumuka/0000114961.pdf>
  - 4) 斎藤育江, 大貫文, 瀬戸博: 室内空気中フタル酸エステル類の測定. 室内環境学会誌, 5, 13-22 (2002)
  - 5) 日本薬学会編 衛生試験法・注解 2015: 追補 2019, 4. 環境試験法 4.4 空気試験法 4.4.5 有機物質 22) フタル酸ジ-*n*-ブチルおよびフタル酸ジ-2-エチルヘキシル
  - 6) 岡本寛, 川本厚子, 有賀孝成, 押田裕子, 安田和男: 加熱脱着法による室内空気中フタル酸エステル類の微量分析法. 東京衛研年報, 53, 244-248 (2002)
  - 7) 上村仁: 室内空気中準揮発性有機化合物試験法の開発, 厚生労働行政推進調査事業費補助金 化学物質リスク研究事業 室内濃度指針値見直しスキーム・曝露情報の収集に資する室内空気中化学物質測定方法の開発 平成27-29年度総合研究報告書, 99-121 (2018)
  - 8) 上村仁: 防蟻剤・殺虫剤による室内環境汚染と曝露評価, 厚生労働科学研究費補助金 化学物質リスク研究事業 室内環境における準揮発性有機化合物の多経路曝露評価に関する研究 平成24-26年度総合研究報告書, 54-76 (2015)
  - 9) 辻清美: 空気質中のピレスロイド系殺虫剤, 防虫剤の分析法の検討と放散試験に関する研究, 厚生労働科学研究費補助金 化学物質リスク研究事業 化学物質、特に家庭内の化学物質の曝露評価手法の開発に関する研究 平成18-20年度 総合研究報告書, 48-68 (2009)
  - 10) 厚生省生活衛生局化学安全対策室: シックハウス (室内空気汚染) 問題に関する検討会 中間報告書—第4回及び第5回のまとめ (平成12年12月15日), 別添3 総揮発性有機化合物(TVOC) の空気質指針値策定の考え方について,  
[https://www.mhlw.go.jp/www1/houdou/1212/h1222-1\\_13.html#bessi3](https://www.mhlw.go.jp/www1/houdou/1212/h1222-1_13.html#bessi3), cited April 1st 2020.
  - 11) 厚生労働省医薬局審査管理課 化学物質安全対策室: シックハウス (室内空気汚染) 問題に関する検討会 中間報告書—第6回及び第7回のまとめ (平成13年7月5日), 別添3 室内空気中化学物質の測定マニュアル,  
<https://www.mhlw.go.jp/houdou/0107/h0724-1c.html>, cited April 1st 2020.
  - 12) 厚生労働省医薬・生活衛生局医薬品審査管理課 化学物質安全対策室: 第21回シックハウス (室内空気汚染) 問題に関する検討会 (平成29年4月19日), 資料3 総揮発性有機化合物(TVOC, Total Volatile Organic Compounds) 試験法 (案),  
<https://www.mhlw.go.jp/file/05-Shingikai-11121000->

Iyakushokuhinkyoku-

Soumuka/0000166143.pdf

- 13) 厚生労働省医薬局長通知：医薬発第828号，室内空气中化学物質の室内濃度指針値及び標準的測定方法等について（平成13年7月25日付）

- 14) 厚生労働省医薬局長通知：医薬発第0207002号，室内空气中化学物質の室内濃度指針値及び標準的測定方法等について（平成14年2月7日付）

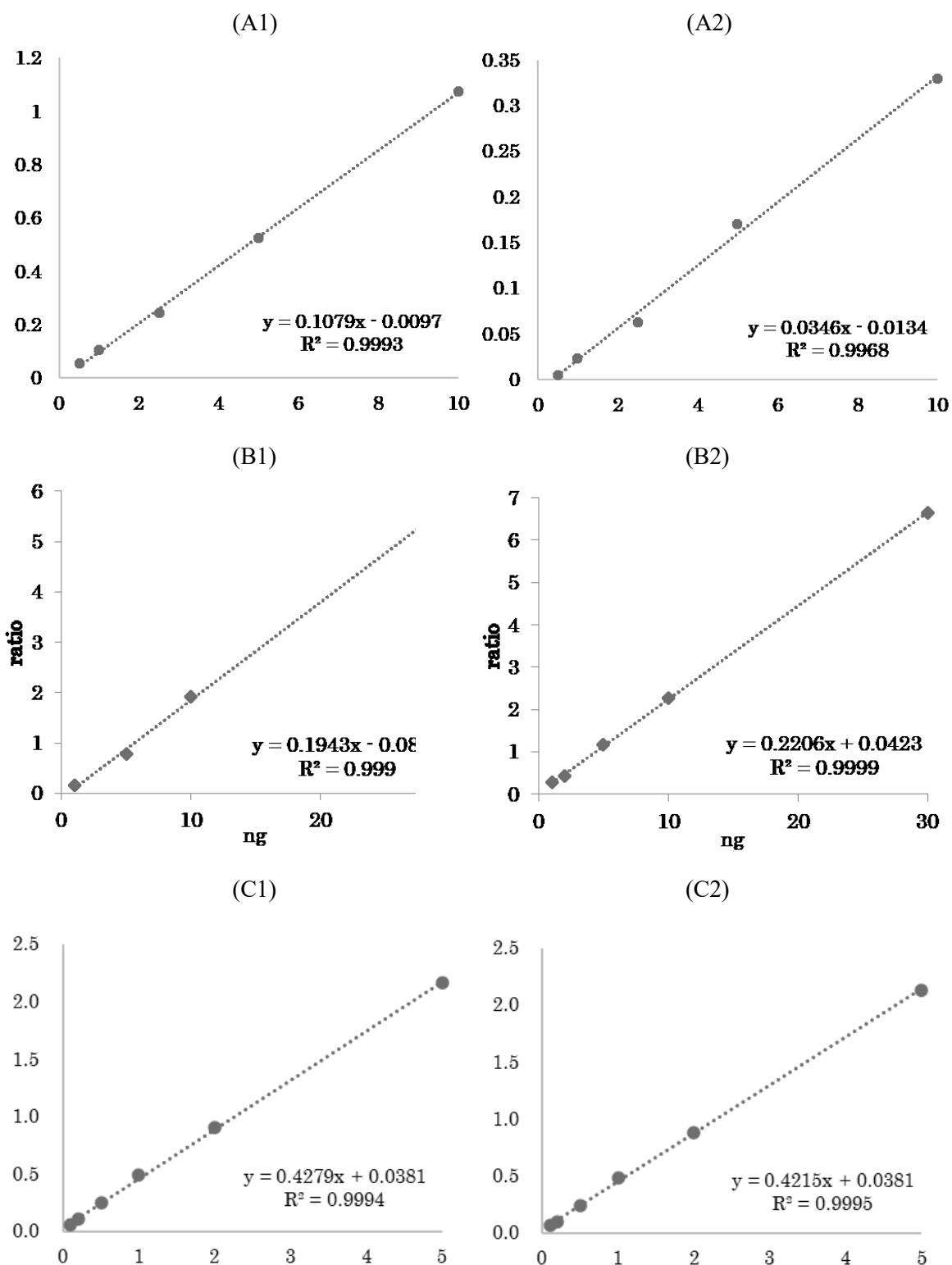


Fig. 1 各機関のTD法におけるDnBPおよびDEHPの検量線  
 機関名: A~C, 1: DnBP, 2: DEHP

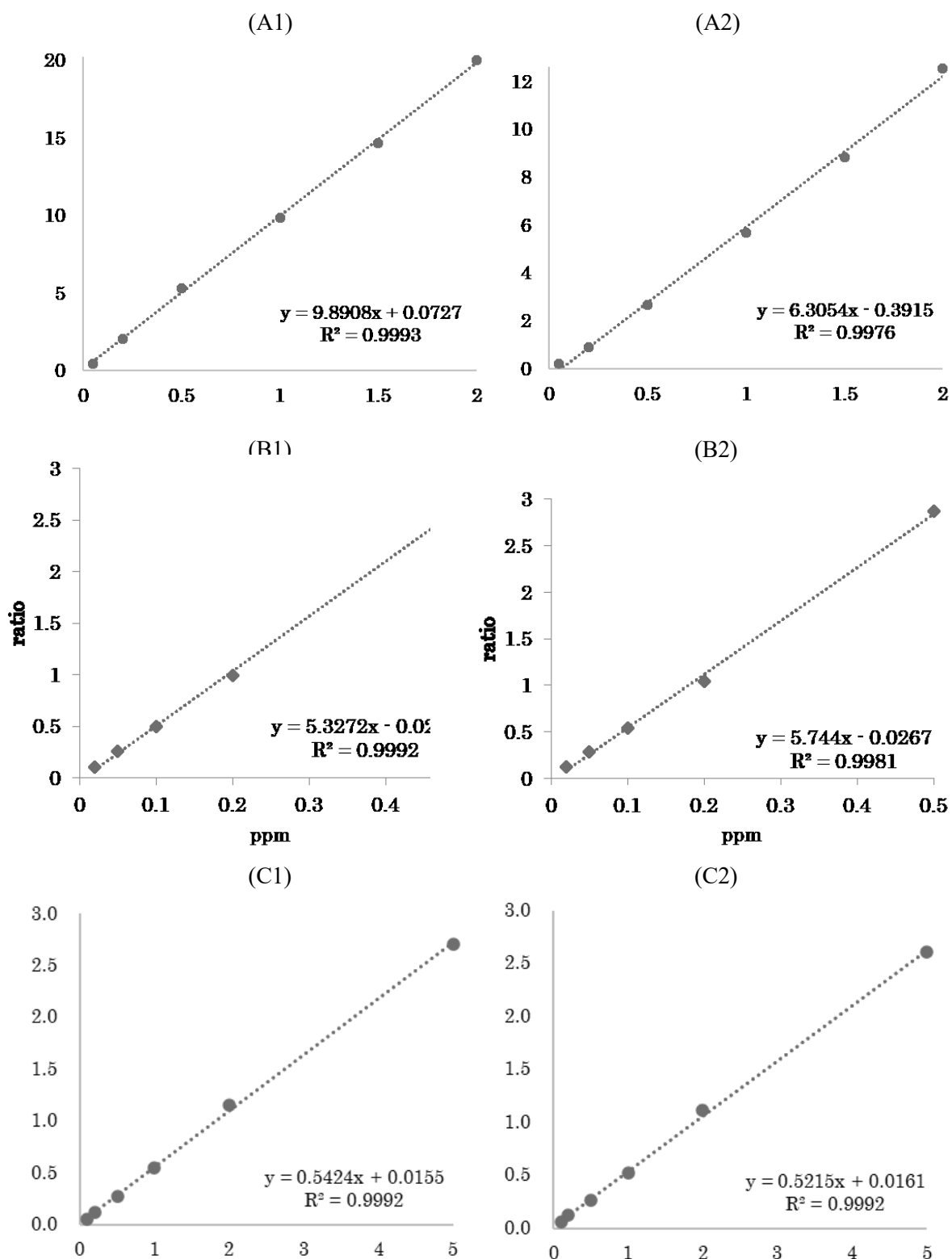


Fig. 2 各機関の SE 法における DnBP および DEHP の検量線  
 機関名: A~C, 1: DnBP, 2: DEHP

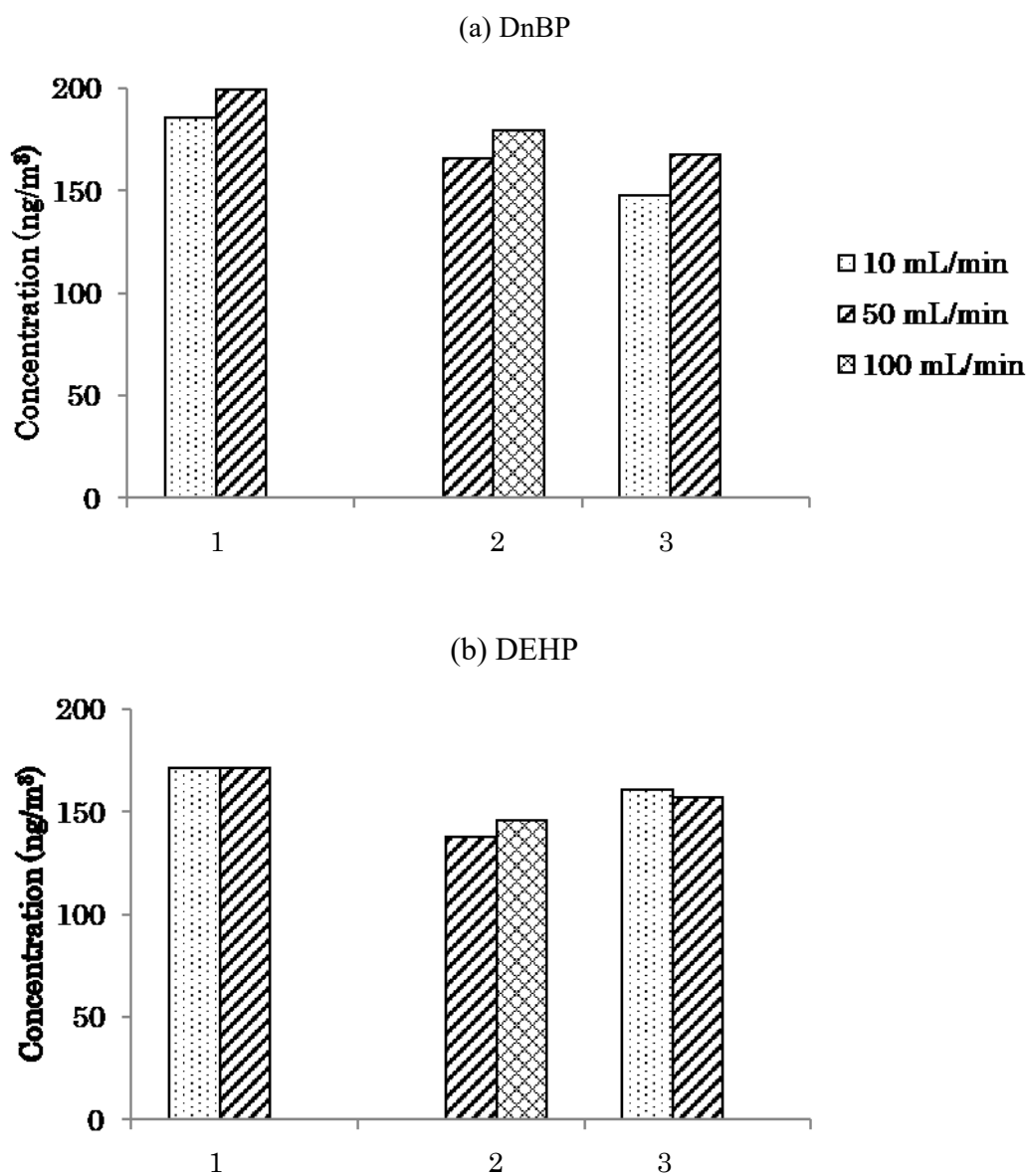
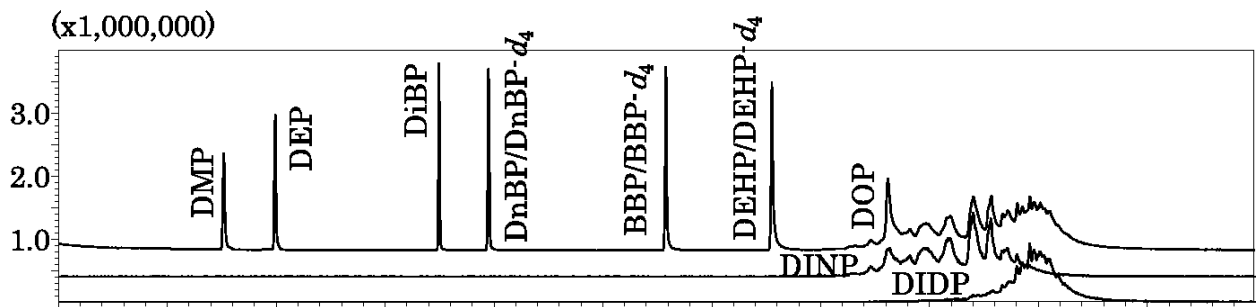
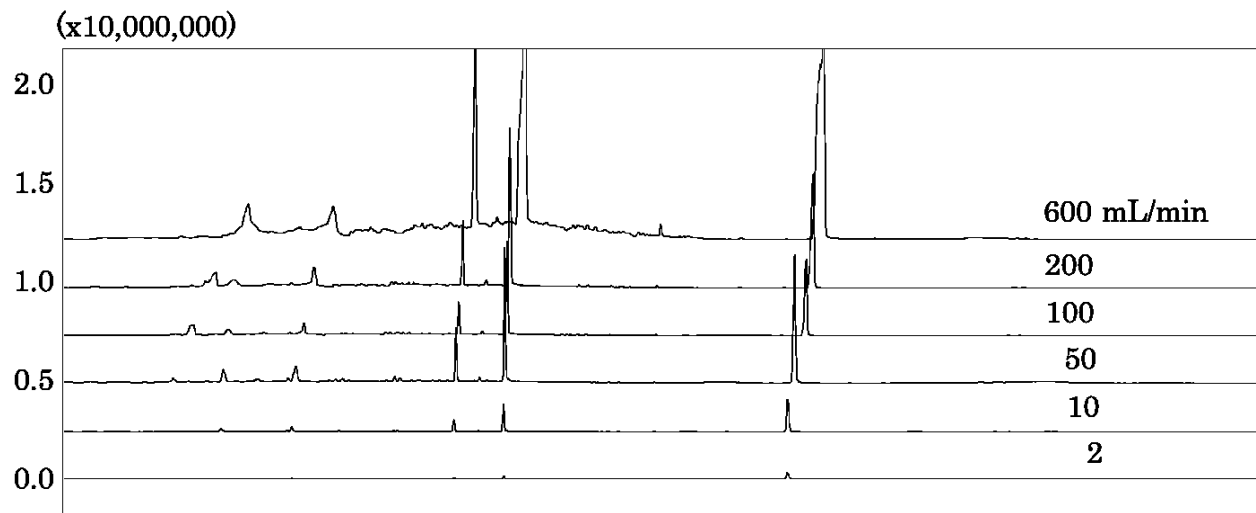


Fig. 3 流速の違いによる DnBP および DEHP の室内空气中濃度の比較  
1 および 3 回目: 10 mL/min と 50 mL/min, 2 回目: 50 mL/min と 100 mL/min の比較



(b)



(c)

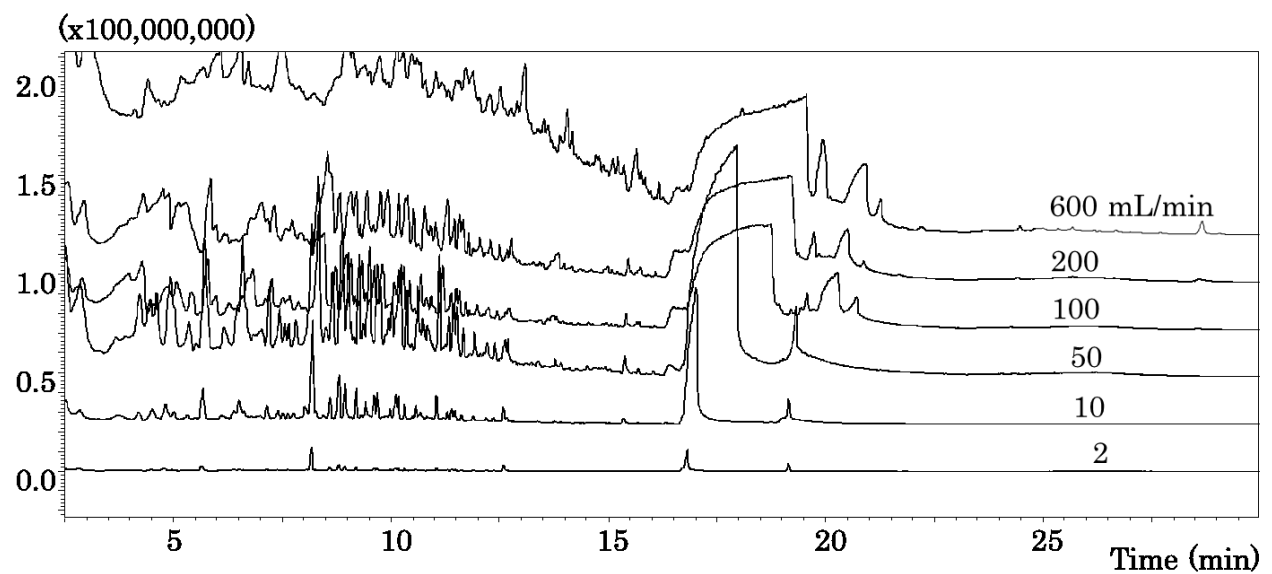


Fig. 4 捕集流量の違いによるフタル酸エステル9種のクロマトグラム (a) 2 mL/min のSIM クロマトグラム, (b)  $m/z=149$  のマスクロマトグラム, (c) TIC クロマトグラム



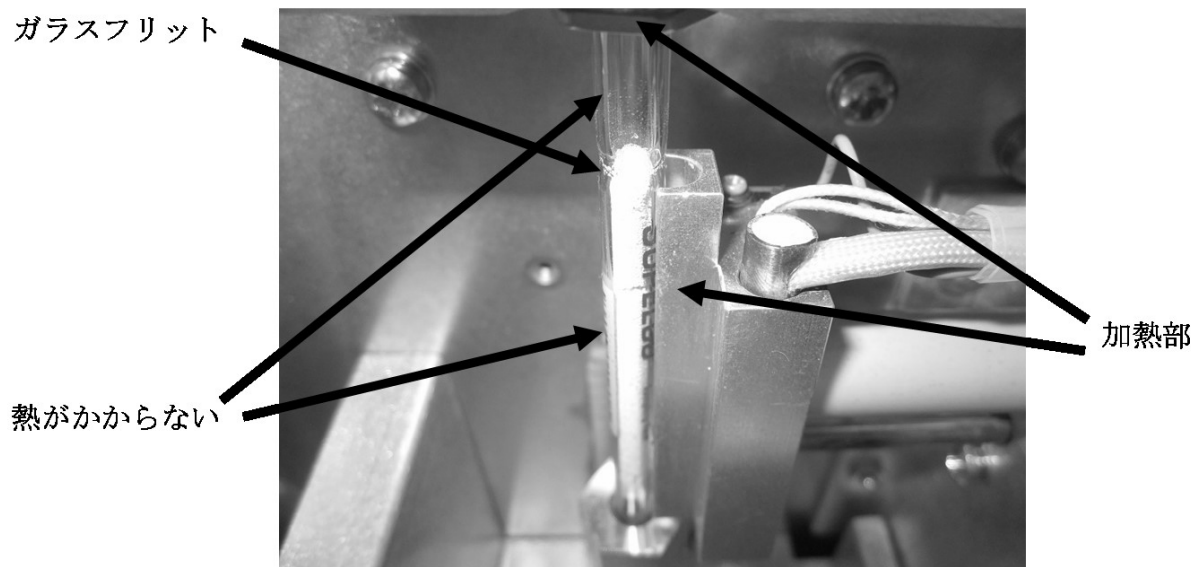
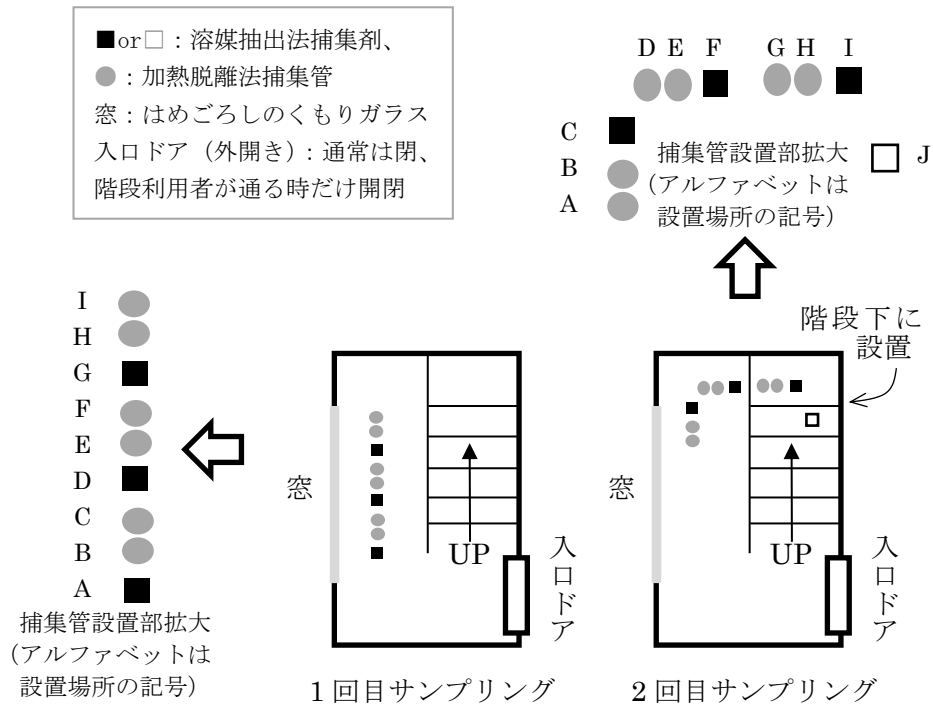
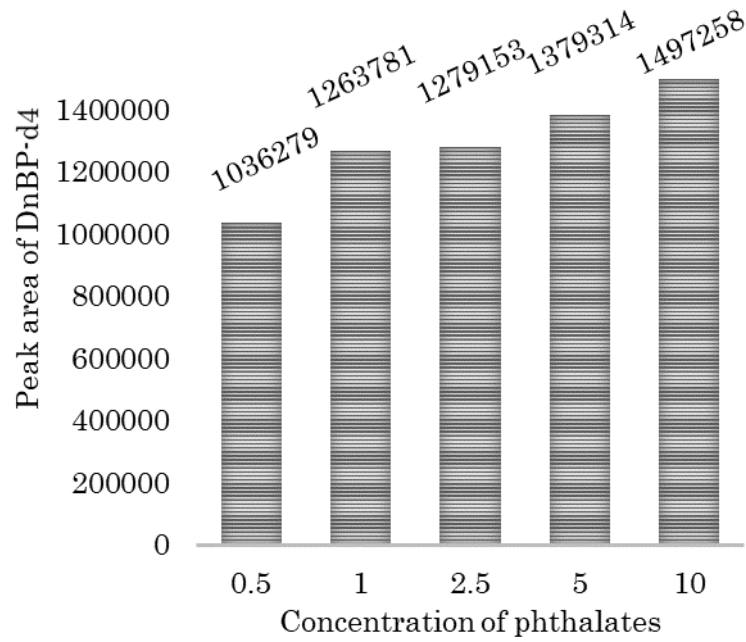


Fig. 5 パーキンエルマー製の TD 装置の加熱

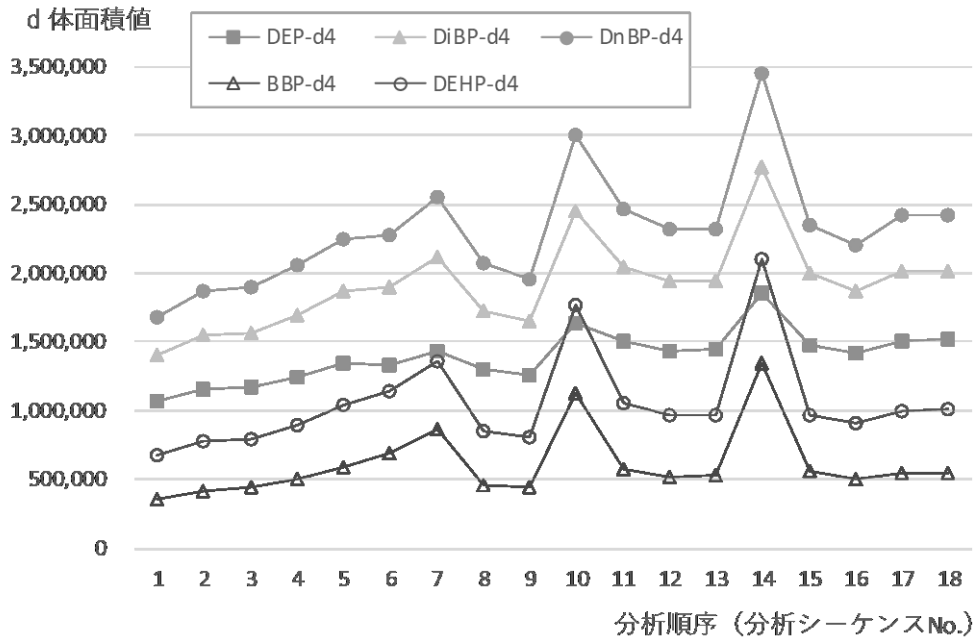


**Fig. 6** 機関 D における試料採取場所（階段室）の概要  
 同じ室にて 2 回併行サンプリングを実施した。1 回目は SE 法を  $n=3$ 、TD 法を  $n=6$ 、  
 2 回目は設置場所を変えて SE 法を  $n=4$ 、TD 法を  $n=6$  で実施した。

(a) 機関 A\_TD 法



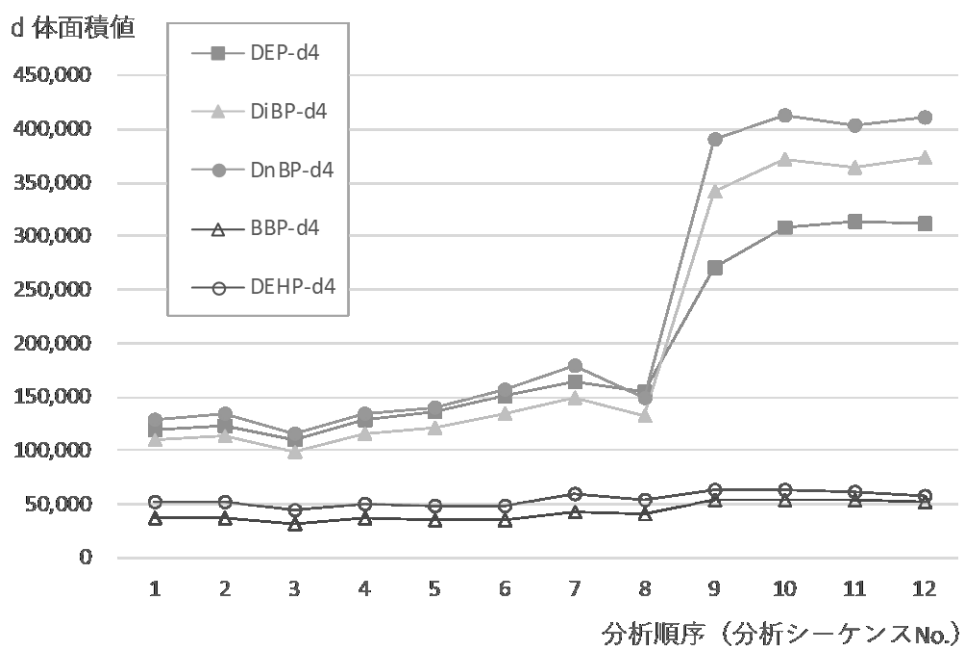
(b) 機関 D\_TD 法



分析シーケンスNo.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
付加させた混合標準物質質量 (ng)	なし (BL)	1	2	5	10	25	50	なし (BL)	なし (BL)	100	なし (BL)	なし (BL)	なし (BL)	200	なし (BL)	なし (BL)	なし (BL)	なし (BL)

Fig. 7 フタル酸エステル類の内部標準物質の面積値変動

(c) 機関 D\_SE 法



混合内部標準物質 (全6物質*, 各0.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ) の面積値の推移								*定量に使用していない1物質を含む				
分析シーケンスNo.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
	標準サンプル							実サンプル				
付加させた 混合標準物質 量 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	なし (BL)	0.04	0.1	0.2	0.4	0.8	1	なし (BL)	0.625	0.564	0.584	0.61
								(最も濃度が高かった DEHPの濃度)				

Fig. 7 (続き) フタル酸エステル類の内部標準物質の面積値変動

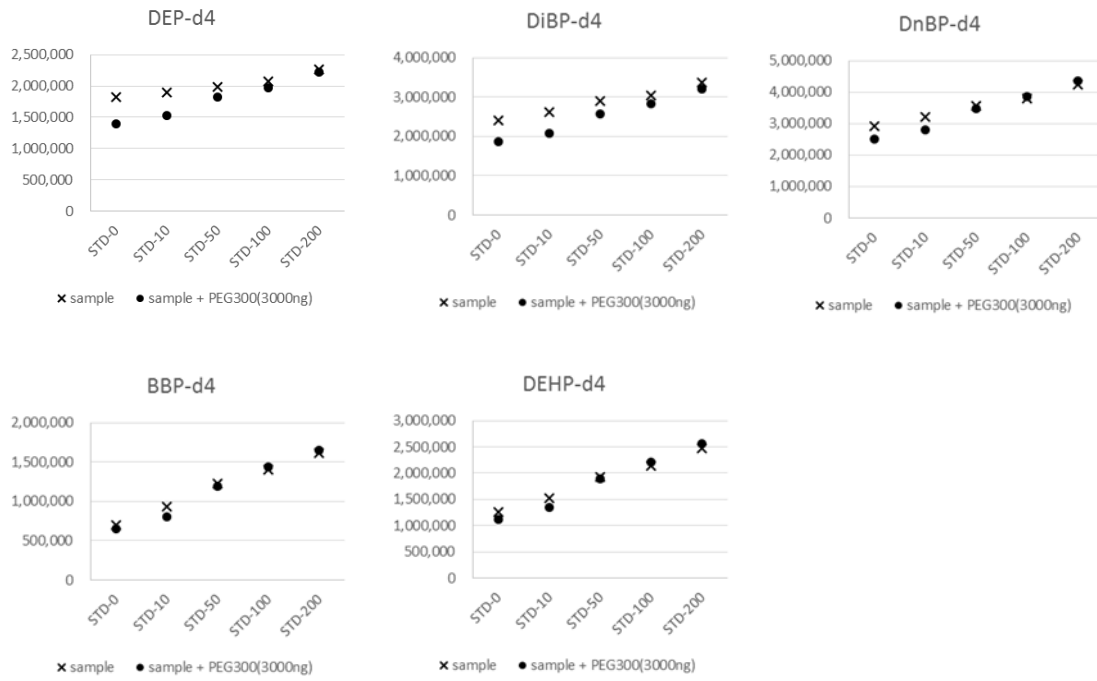


Fig. 8 PEG 共注入による TD 法の内部標準物質の影響

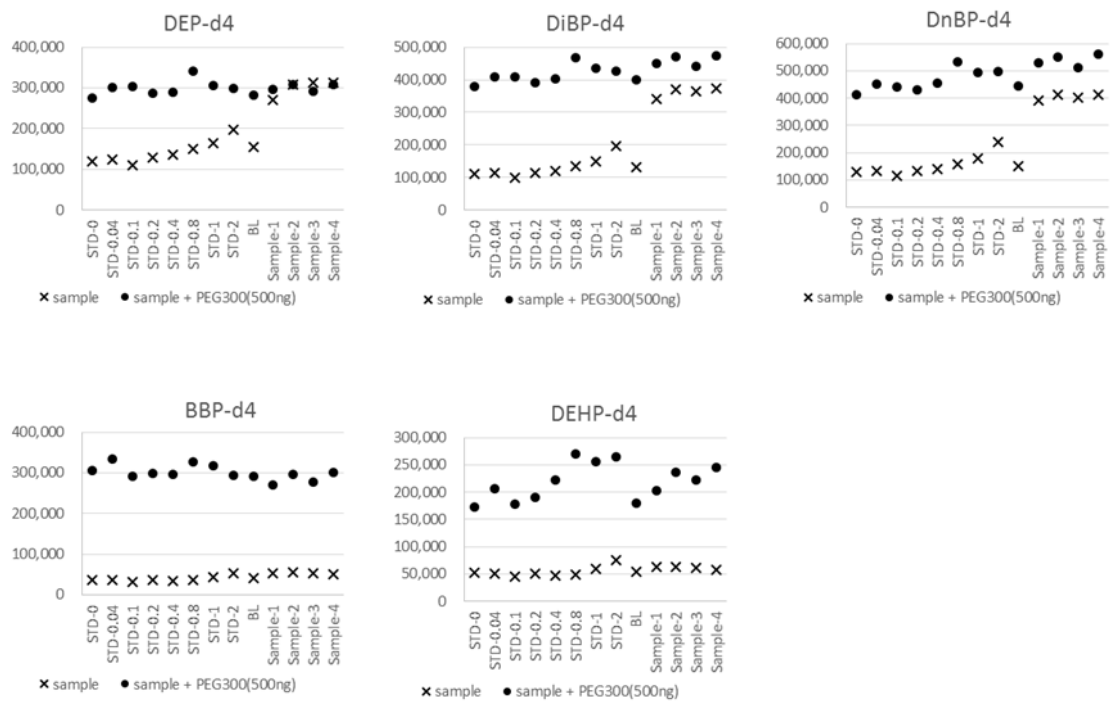


Fig. 9 PEG 共注入による SE 法の内部標準物質の影響

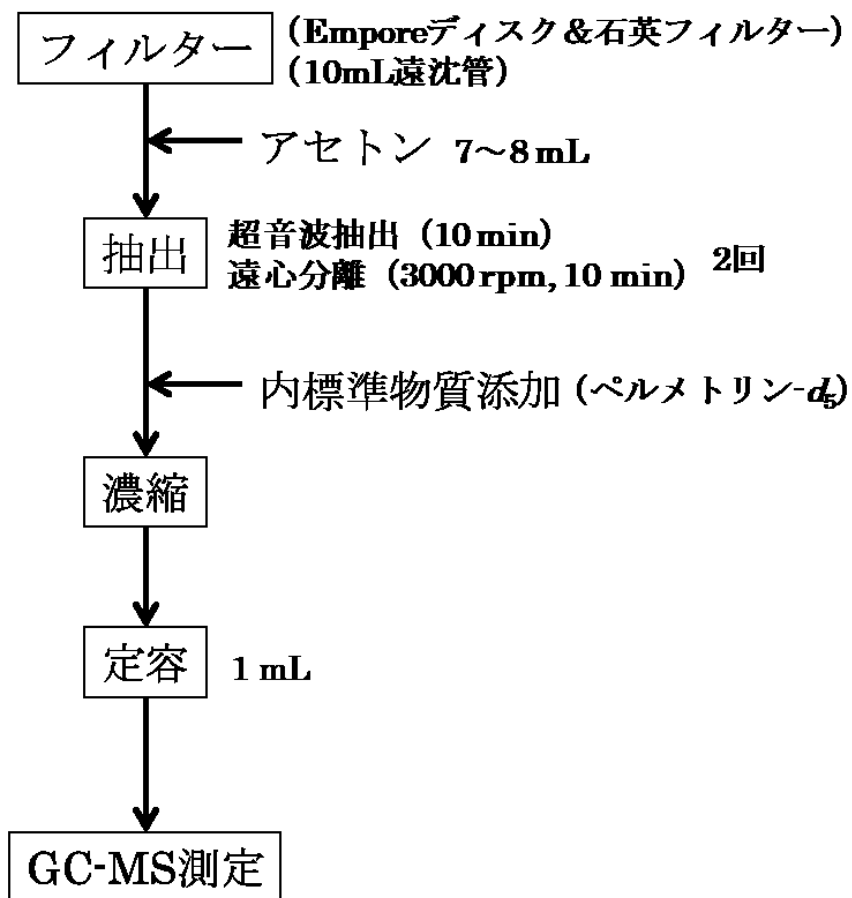


Fig. 10 先行研究における前処理フロー

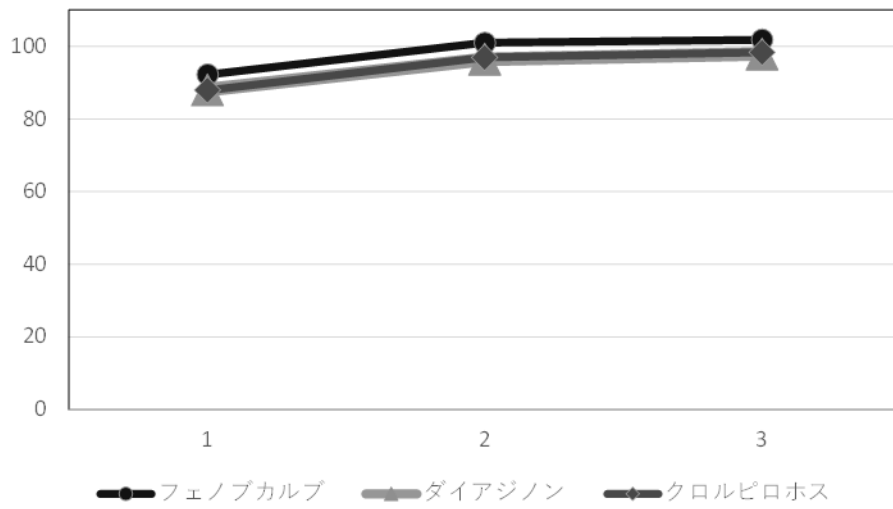


Fig. 11 ENVI-18 DSK における抽出回数と回収率



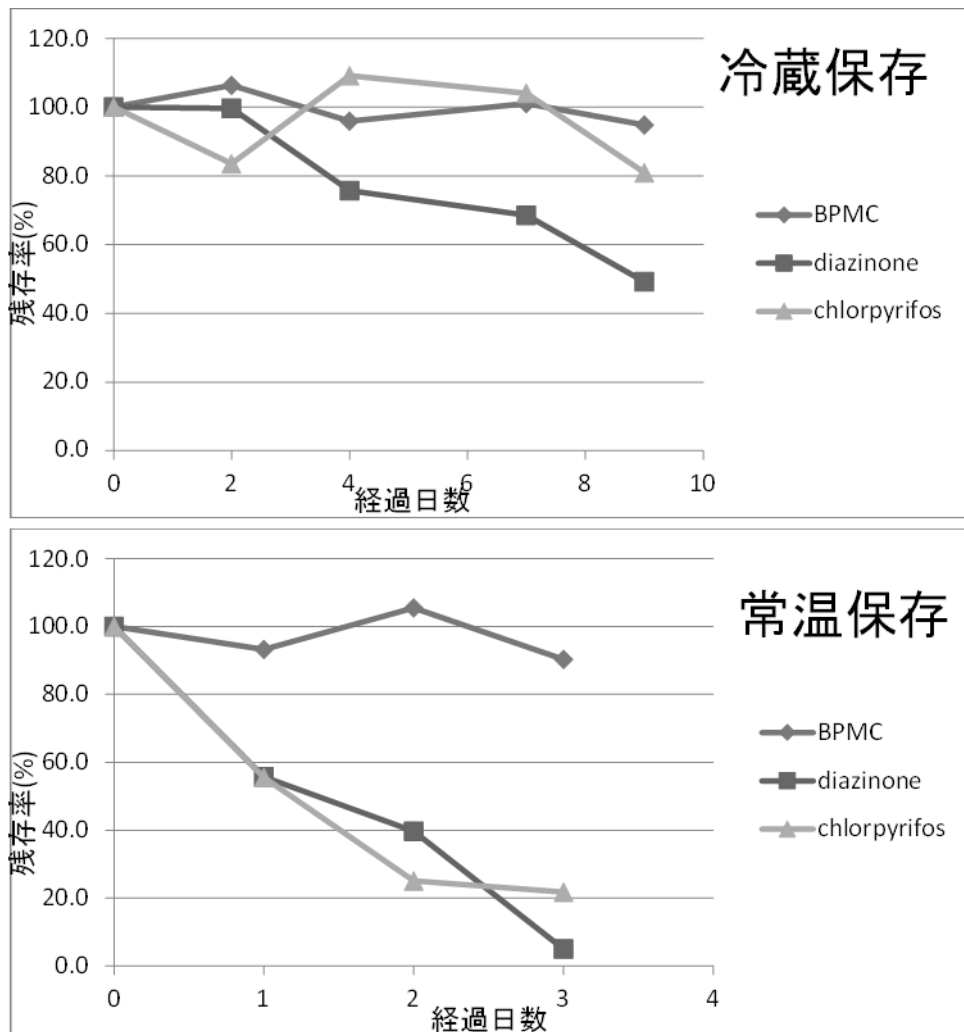


Fig. 12 ENVI-DISK における殺虫剤 3 物質の冷蔵および常温保存の安定性

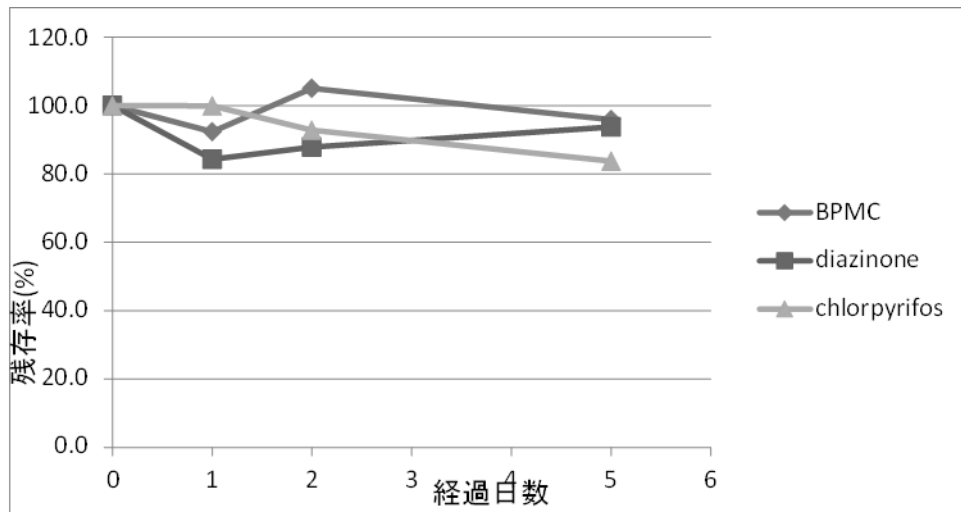


Fig. 13 AERO カートリッジにおける殺虫剤 3 物質の常温保存の安定性

Table 1 各機関において測定対象としたフタル酸エステル

Phthalate			A	B	C	D
Dimethyl phthalate	DMP	$C_{10}H_{10}O_4$		○	○	
Diethyl phthalate	DEP	$C_{12}H_{14}O_4$	○	○	○	○
Dipropyl phthalate	DPrP	$C_{14}H_{18}O_4$	○			○
Diisobutyl phthalate	DiBP	$C_{16}H_{22}O_4$			○	○
Di-n-butyl phthalate	DnBP	$C_{16}H_{22}O_4$	○	○	○	○
Di-n-pentyl phthalate	DnPP	$C_{18}H_{26}O_4$	○			○
Benzyl butyl phthalate	BBP	$C_{19}H_{20}O_4$	○	○	○	○
Dicyclohexyl phthalate	DCHP	$C_{20}H_{26}O_4$	○			○
Di-n-hexyl phthalate	DnHP	$C_{20}H_{30}O_4$	○			○
Bis (2-ethylhexyl) phthalate	DEHP	$C_{24}H_{38}O_4$	○	○	○	○
Di-n-octyl phthalate	DOP	$C_{24}H_{38}O_4$		○	○	
Diisononyl phthalate	DINP	$C_{26}H_{42}O_4$			○	
Diisodecyl phthalate	DIDP	$C_{28}H_{46}O_4$		○	○	
Number of target phthalate			8	7	9	9

○: Target compound for each laboratory

Table 2 各機関における捕集および分析条件

	A	B	C	D
Sampling pump	SP208-100 Dual II, GL Sciences	SP208-100 Dual II, GL Sciences or MP-Σ 30N, SIBATA	SP208-20 Dual II, GL Sciences or PMP-001, SIBATA	SP208-100 Dual II, GL Sciences
Sampling device	TenaxTA (60/80), glass, SUPELCO	TenaxTA (60/80), glass, SUPELCO	TenaxTA (60/80), InertSUS, CAMSCO	TenaxTA (60/80), InertSUS, CAMSCO
Sampling flow rate	2 or 10 mL/min	10, 50, 100 mL/min	10 mL/min	50 mL/min
Total volume	2.88 or 14.4 L	14.4, 72, 144 L	14.4 L	72 L
TD instrument	TurboMatrix 650 ATD, PerkinElmer	TD-20, Shimadzu or TurboMatrix 650 ATD, PerkinElmer	TD-20, Shimadzu	TD100-xr, Markes
GC-MS instrument	GCMS-QP2010 Plus, Shimadzu	GCMS-2010, Shimadzu	GCMS-QP2010 Ultra, Shimadzu	JMS-Q1500GC, Agilent and JEOL
Sampling pump	MP-W5S, SIBATA	MP-W5S, SIBATA	MP-W5S, SIBATA	SP208-10L, GL Sciences or MP-W5S, SIBATA
Sampling device	AERO LE Cartridge SDB400HF, GL Sciences	AERO LE Cartridge SDB400HF, GL Sciences or Empore C18 47 mm Disk, 3M	AERO LE Cartridge SDB400HF, GL Sciences	AERO LE Cartridge SDB400/400HF, GL Sciences
Sampling flow rate	3 L/min	3 L/min	3 L/min	3 L/min
Total volume	4320 L	4320 L	4320 L	4320 L
Extraction	Acetone, 5 mL	Acetone, 5 mL	Acetone, 5 mL	Acetone, 5 mL
GC-MS instrument	GCMS-QP2010 Ultra, Shimadzu	7890B/5977A, Agilent	GCMS-QP2010, Shimadzu	7890A/5975C, Agilent

SE

Table 3 各機関のTD法の測定条件

	A	B	C	D
Desorption	280°C, 10 min, 50 mL/min	5 min or 10 min, 30 mL/min	280°C, 8 min, 50 mL/min	300°C, 10 min, 50 mL/min
Cold trap	5°C	10°C or 5°C	-20°C	-10°C
Trap desorption	280°C, 20 min, 10 mL/min	280°C, 5 min or 10 min	280°C, 5 min	310°C
Line temperature	290°C	280°C or 290°C	250°C	150°C
Column	DB-5MS (Agilent)	DB-1 (Agilent)	DB-1 (Agilent)	HP-5MS (Agilent)
	0.25 mm i.d.×30 m, 0.25 µm	0.25 mm i.d.×15 m, 0.1 µm	0.25 mm i.d.×15 m, 0.1 µm	0.25 mm i.d.×30 m, 0.25 µm
Column temperature	40 °C (2 min)→25 °C/min→ 200°C→40 °C/min →280°C (7 min)	80 °C (2 min) - 8 °C/min →210°C (5 min) - 20 °C/min →250°C (5 min)	80 °C (2 min) - 8 °C/min →210°C (5 min) - 20 °C/min →250°C (5 min)	50 °C (2 min) - 20 °C/min →210°C - 4 °C/min→260°C - 20 °C/min→300°C
Ionization mode	EI	EI	EI	EI
Ionization voltage	70 eV	70 eV	70 eV	70 eV
Ion source temperature	280°C	250°C	200°C	250°C
Interface temperature	280°C	260°C	260°C	250°C
Quantitative ion / Qualifying ion ( <i>m/z</i> )				
DMP			163 / 194, 135	
DEP	149 / 65, 177		149 / 177, 105	149 / 177
DPrP				149 / 191
DiBP			149 / 57, 223	149 / 167
DnBP	149 / 41, 205	149 / 223	149 / 57, 223	149 / 205, 223
DnPP				149 / 219
BBP			149 / 91, 206	149 / 206
DCHP				149 / 167, 249
DnHP				149 / 233
DEHP	149 / 167, 279	149 / 167	149 / 167, 279	149 / 167, 279
DOP			279 / 149, 261	
DINP			293 / 149, 167	
DIDP			307 / 149, 167	

Blank column: not determined

Table 4 殺虫剤 3 物質の測定条件

Instrument	TRACE-1310, TSQ-8000 (Thermo Fisher Scientific)		
Inlet mode	Splitless		
Inlet temperature	280°C		
Injection volume	2 $\mu$ L		
Column	VF-5MS or DB-5MS (Agilent) 0.25 mm i.d.×30 m, 0.25 $\mu$ m		
Column temperature	50 °C (2 min)→35 °C/min→120°C →6 °C/min→310°C (2 min)		
Ionization mode	EI		
Ionization voltage	70 eV		
Ion source temperature	230°C		
Quantitative ion / Qualifying ion ( $m/z$ )			
Fenobcarb	121	/	150
Diazinon	179	/	137
Chlorpyrifos	314	/	197
Chlorpyrifos- $d_{10}$	324	/	200

Table 5 (a) TD 法および (b) SE 法における各機関の検量線情報

(a)

	A	B	C	D
Curve range (ng)	0.5-10	1-30	0.1-5	5-50
Coefficient of correlation				
DMP		0.997	1.000	
DEP	1.000	0.999	1.000	1.000
DPrP	0.999			0.998
DiBP			1.000	1.000
DnBP	1.000	0.999	1.000	1.000
DnPP	0.999			0.994
BBP	0.995	0.997	1.000	0.991
DCHP	0.998			1.000
DnHP	0.998			0.998
DEHP	0.998	0.999	1.000	1.000
DOP		0.999	0.998	
DINP			0.999	
DIDP		0.998	0.998	

Blank column: not determined

(b)

	A	B	C	D
Curve range (mg/L)	0.05-2	0.02-0.5	0.1-5	0.1-1
Coefficient of correlation				
DMP		1.000	1.000	
DEP	0.999	1.000	1.000	1.000
DPrP	0.999			1.000
DiBP			1.000	1.000
DnBP	0.999	0.999	1.000	1.000
DnPP	0.999			1.000
BBP	0.998	0.999	1.000	0.999
DCHP	0.997			1.000
DnHP	0.999			1.000
DEHP	0.996	0.999	1.000	1.000
DOP		0.999	0.999	
DINP			0.999	
DIDP		0.998	1.000	

Blank column: not determined

Table 6 機関 D における検量線の真度と併行精度

## (a) TD 法

測定対象 物質	5～50 ngの検量線、重み付けあり								総合 判定
	真度				併行精度				
	90～110%以内:◎ 80～120%以内:○ 80未満or120%超:×			判定	0～10%以内:◎ 10～20%以内:○ 20%を超過:×			判定	
DEP	99.1	～	101.1	◎	0.5	～	3.4	◎	◎
DPrP	92.1	～	107.5	◎	0.9	～	3.4	◎	◎
DiBP	99.1	～	101.0	◎	0.6	～	3.3	◎	◎
DnBP	99.0	～	101.1	◎	0.8	～	3.5	◎	◎
DPP	85.9	～	114.3	○	0.7	～	3.9	◎	○
DnHP	84.9	～	117.3	○	0.9	～	3.1	◎	○
BBP	99.5	～	100.5	◎	1.0	～	3.3	◎	◎
DCHP	90.9	～	109.2	◎	0.7	～	2.4	◎	◎
DEHP	98.9	～	101.3	◎	0.6	～	3.1	◎	◎

## (b) SE 法

測定対象 物質	0.1～1 mg/Lの検量線、重み付けあり								総合 判定
	真度				併行精度				
	90～110%以内:◎ 80～120%以内:○ 80未満or120%超:×			判定	0～10%以内:◎ 10～20%以内:○ 20%を超過:×			判定	
DEP	99.6	～	100.5	◎	0.2	～	2.9	◎	◎
DPrP	97.5	～	107.6	◎	0.1	～	3.8	◎	◎
DiBP	96.7	～	110.2	○	0.1	～	3.6	◎	○
DnBP	96.3	～	111.5	○	0.4	～	3.7	◎	○
DPP	97.6	～	106.0	◎	0.7	～	5.5	◎	◎
DnHP	96.2	～	110.7	○	0.9	～	3.1	◎	○
BBP	99.6	～	100.4	◎	0.3	～	3.1	◎	◎
DCHP	99.8	～	100.6	◎	0.5	～	3.7	◎	◎
DEHP	97.9	～	100.5	◎	0.1	～	3.6	◎	◎



Table 7 内部標準物質の最適化の検討

## (a) TD 法における検量線の直線性比較

測定対象 物質	①各々の物質の d 体を用いたとき			②一律にDnBP-d4を用いたとき			③一律にDEHP-d4を用いたとき		
	定量に用いたd体*	決定係数 ( $r^2$ )	$r^2 =$ 0.9980 ( $r=0.999$ ) 以上か？	定量に用いたd体	決定係数 ( $r^2$ )	$r^2 =$ 0.9980 ( $r=0.999$ ) 以上か？	定量に用いたd体	決定係数 ( $r^2$ )	$r^2 =$ 0.9980 ( $r=0.999$ ) 以上か？
DEP	DEP-d4	0.9999	○	DnBP-d4	0.9994	○	DEHP-d4	0.9962	
DPrP	(DiBP-d4)	0.9958		DnBP-d4	0.9973		DEHP-d4	0.9993	○
DiBP	DiBP-d4	0.9999	○	DnBP-d4	1.0000	○	DEHP-d4	0.9978	
DnBP	DnBP-d4	0.9999	○	DnBP-d4	0.9999	○	DEHP-d4	0.9982	○
DPP	(DnBP-d4)	0.9875		DnBP-d4	0.9875		DEHP-d4	0.9926	
DnHP	(DnBP-d4)	0.9825		DnBP-d4	0.9825		DEHP-d4	0.9884	
BBP	BBP-d4	0.9997	○	DnBP-d4	0.9987	○	DEHP-d4	0.9997	○
DCHP	(DEHP-d4)	0.9957		DnBP-d4	0.9912		DEHP-d4	0.9957	
DEHP	DEHP-d4	0.9998	○	DnBP-d4	0.9993	○	DEHP-d4	0.9998	○

検量点 (ng) : 2、5、10、25、50 種類 : 重み付き直線

\*定量に用いた d 体 : ①については、異なる物質の d 体を用いている場合は ( ) で示した

## (b) TD 法における定量値の真度の比較

測定対象 物質	①各々の物質の d 体を用いたとき			②一律にDnBP-d4を用いたとき			③一律にDEHP-d4を用いたとき		
	定量に用いたd体*	定量値* (ng)	真度 5%以内◎ 10%以内○	定量に用いたd体	定量値* (ng)	真度 5%以内◎ 10%以内○	定量に用いたd体	定量値* (ng)	真度 5%以内◎ 10%以内○
DEP	DEP-d4	4.7278	○	DnBP-d4	4.6552	○	DEHP-d4	4.5272	○
DPrP	(DiBP-d4)	4.7552	◎	DnBP-d4	4.7326	○	DEHP-d4	4.7236	○
DiBP	DiBP-d4	4.6648	○	DnBP-d4	4.6746	○	DEHP-d4	4.5688	○
DnBP	DnBP-d4	4.6180	○	DnBP-d4	4.6180	○	DEHP-d4	4.4898	
DPP	(DnBP-d4)	4.0016		DnBP-d4	4.0016		DEHP-d4	3.9756	
DnHP	(DnBP-d4)	3.7688		DnBP-d4	3.7688		DEHP-d4	3.7236	
BBP	BBP-d4	4.9616	◎	DnBP-d4	5.0292	◎	DEHP-d4	5.0050	◎
DCHP	(DEHP-d4)	4.2070		DnBP-d4	4.2382		DEHP-d4	4.2070	
DEHP	DEHP-d4	4.8172	◎	DnBP-d4	4.9064	◎	DEHP-d4	4.8172	◎

\*定量に用いた d 体 : ①については、異なる物質の d 体を用いている場合は ( ) で示した

\*定量値 : 5ngの標準サンプルを5回測定した平均値

Table 7 (続き) 内部標準物質の最適化の検討

## (c) SE 法における検量線の直線性比較

測定対象 物質	①各々の物質の d 体を用いたとき			②一律にDnBP-d4を用いたとき			③一律にDEHP-d4を用いたとき		
	定量に用い たd体*	決定係数 ( $r^2$ )	$r^2=$	定量に用い たd体	決定係数 ( $r^2$ )	$r^2=$	定量に用い たd体	決定係数 ( $r^2$ )	$r^2=$
			0.9980 ( $r=0.999$ ) 以上か?			0.9980 ( $r=0.999$ ) 以上か?			0.9980 ( $r=0.999$ ) 以上か?
DEP	DEP-d4	0.9996	○	DnBP-d4	0.9986	○	DEHP-d4	0.9998	○
DPrP	(DiBP-d4)	0.9997	○	DnBP-d4	0.9998	○	DEHP-d4	0.9984	○
DiBP	DiBP-d4	0.9996	○	DnBP-d4	0.9997	○	DEHP-d4	0.9979	
DnBP	DnBP-d4	0.9991	○	DnBP-d4	0.9991	○	DEHP-d4	0.9964	
DPP	(DEHP-d4)	0.9994	○	DnBP-d4	0.9990	○	DEHP-d4	0.9994	○
DnHP	(DEHP-d4)	0.9979		DnBP-d4	0.9990	○	DEHP-d4	0.9979	
BBP	BBP-d4	0.9992	○	DnBP-d4	0.9973		DEHP-d4	0.9990	○
DCHP	(DEHP-d4)	0.9996	○	DnBP-d4	0.9983	○	DEHP-d4	0.9996	○
DEHP	DEHP-d4	0.9996	○	DnBP-d4	0.9960		DEHP-d4	0.9996	○

検量点 ( $\mu\text{g/mL}$ ): 0.1、0.2、0.4、1.0 種類: 直線

\*定量に用いた d 体: ①については、異なる物質の d 体を用いている場合は ( ) で示した

## (d) SE 法における定量値の真度の比較

測定対象 物質	①各々の物質の d 体を用いたとき			②一律にDnBP-d4を用いたとき			③一律にDEHP-d4を用いたとき		
	定量に用い たd体*	定量値* ( $\mu\text{g/mL}$ )	真度	定量に用い たd体	定量値* ( $\mu\text{g/mL}$ )	真度	定量に用い たd体	定量値* ( $\mu\text{g/mL}$ )	真度
			5%以内◎ 10%以内○			5%以内◎ 10%以内○			5%以内◎ 10%以内○
DEP	DEP-d4	0.1062	◎	DnBP-d4	0.1082	○	DEHP-d4	0.1316	
DPrP	(DiBP-d4)	0.1144		DnBP-d4	0.1165		DEHP-d4	0.1375	
DiBP	DiBP-d4	0.1176		DnBP-d4	0.1196		DEHP-d4	0.1375	
DnBP	DnBP-d4	0.1198		DnBP-d4	0.1201		DEHP-d4	0.1394	
DPP	(DEHP-d4)	0.1100	○	DnBP-d4	0.0862		DEHP-d4	0.1100	○
DnHP	(DEHP-d4)	0.1197		DnBP-d4	0.0981	◎	DEHP-d4	0.1197	
BBP	BBP-d4	0.1067	○	DnBP-d4	0.0913	○	DEHP-d4	0.1153	
DCHP	(DEHP-d4)	0.1077	○	DnBP-d4	0.0840		DEHP-d4	0.1077	○
DEHP	DEHP-d4	0.1054	○	DnBP-d4	0.0802		DEHP-d4	0.1055	○

\*定量に用いた d 体: ①については、異なる物質の d 体を用いている場合は ( ) で示した

\*定量値: 0.1  $\mu\text{g/mL}$  の標準サンプルを5回測定した平均値

Table 8 各機関の LOD および LOQ

## (a) 機関 A\_TD 法

ng	機器		操作Blank_1回目		操作Blank_2回目	
	LOD	LOQ	LOD	LOQ	LOD	LOQ
DEP	0.24	0.79	0.55	1.1	0.33	0.48
DPrP	0.14	0.48	—	—	—	—
DnBP	0.14	0.46	1.5	4.5	1.0	3.2
DnPP	0.093	0.31	—	—	—	—
BBP	0.67	2.2	—	—	—	—
DCHP	0.37	1.2	—	—	—	—
DnHP	0.11	0.36	—	—	—	—
DEHP	0.72	2.4	1.5	3.1	0.62	1.1

## (b) 機関 A\_SE 法

mg/L	機器		操作Blank_1回目		操作Blank_2回目	
	LOD	LOQ	LOD	LOQ	LOD	LOQ
DEP	0.0021	0.0069	0.0030	0.016	0.024	0.037
DPrP	0.011	0.038	—	—	—	—
DnBP	0.016	0.052	0.019	0.16	0.0050	0.090
DnPP	0.038	0.13	—	—	—	—
BBP	0.0045	0.015	—	—	—	—
DCHP	0.025	0.082	—	—	—	—
DnHP	0.022	0.073	—	—	—	—
DEHP	0.028	0.093	0.053	0.069	0.088	0.10

## (c) 機関 B\_LOQ

(ng)	TD	SE
DMP	0.8	0.00
DEP	0.6	0.00
DnBP	0.5	0.00
BBP	1.5	0.01
DEHP	0.6	0.01
DOP	1.9	0.01
DIDP	0.6	0.01

Table 8 (続き) 各機関の LOD および LOQ

## (d) 機関 D\_TD 法

ブランクおよび検量線最下点濃度の標準サンプル(2ng)の繰り返し測定結果から算出した10 $\sigma$ 値と3 $\sigma$ 値(定量範囲2-50ngの重み付け検量線を使用)

単位 (ng)

	定量範囲2-50ng重み付け検量線				
	定量下限値の算出			検出限界値の算出	
	ブランク測定値 (n=5)の 10 $\sigma$ 値	検量線の1点目 (2ng)測定値 (n=5)の 10 $\sigma$ 値	検量線の1点目 設定値(2ng)	ブランク測定値 (n=5)の 3 $\sigma$ 値	検量線の1点目 (2ng)測定値 (n=5)の 3 $\sigma$ 値
DEP	0.56	0.95	2.00	0.17	0.29
DPrP	0.46	0.62	2.00	0.14	0.19
DiBP	0.51	0.83	2.00	0.15	0.25
DnBP	0.64	0.87	2.00	0.19	0.26
DPP	0.23	0.53	2.00	0.07	0.16
DnHP	0.19	0.48	2.00	0.06	0.14
BBP	0.00	0.49	2.00	0.00	0.15
DCHP	0.25	0.85	2.00	0.08	0.26
DEHP	1.55	0.96	2.00	0.47	0.29

## (e) 機関 D\_SE 法

ブランクおよび検量線最下点濃度の標準サンプル(0.1 $\mu$ g/mL)の繰り返し測定結果から算出した10 $\sigma$ 値と3 $\sigma$ 値(定量範囲が0.1~1 $\mu$ g/mLの検量線を使用)

単位 ( $\mu$ g/mL)

	定量範囲0.1~1 $\mu$ g/mL検量線				
	定量下限値の算出			検出限界値の算出	
	ブランク測定値 (n=5)の 10 $\sigma$ 値	検量線の1点目 (0.1 $\mu$ g/mL) 測定値(n=5)の 10 $\sigma$ 値	検量線の1点目 設定値 (0.1 $\mu$ g/mL)	ブランク測定値 (n=5)の 3 $\sigma$ 値	検量線の1点目 (0.1 $\mu$ g/mL) 測定値(n=5)の 3 $\sigma$ 値
DEP	0.002	0.027	0.100	0.000	0.008
DPrP	0.000	0.027	0.100	0.000	0.008
DiBP	0.002	0.027	0.100	0.001	0.008
DnBP	0.004	0.018	0.100	0.001	0.005
DPP	0.000	0.036	0.100	0.000	0.011
DnHP	0.000	0.029	0.100	0.000	0.009
BBP	0.000	0.029	0.100	0.000	0.009
DCHP	0.000	0.034	0.100	0.000	0.010
DEHP	0.007	0.038	0.100	0.002	0.011

Table 9 各機関におけるキャリーオーバーの検討

(a) 機関 A

	1回目			2回目		
	Std 10 ng	DUMMY	面積比(%)	Std 10 ng	DUMMY	面積比(%)
DEP	1059617	8358	0.79	896014	6536	0.73
DPrP	1552145	565	0.036	1337505	4334	0.32
DnBP	1691076	43907	2.6	1501928	31274	2.1
DnPP	1519819	7723	0.51	1289822	7487	0.58
DnHP	1336657	11071	0.83	993829	7046	0.71
BBP	305631	1926	0.63	212651	1465	0.69
DEHP	531742	7906	1.5	452437	11591	2.6
DCHP	467028	1553	0.33	543855	3044	0.56

(b) 機関 B

	Area ratio (n=3)		Concentration (ng/m <sup>3</sup> ) flow 100-10 mL/min
	kara2/kara1	kara2/std 1 ng	
DnBP	1.8-5.7	0.27-0.31	2-20
DEHP	1.6-2.4	0.33-0.43	2-30

Table 9 (続き) 各機関におけるキャリーオーバーの検討

## (c) 機関 D における各標準系列の測定順序

	No.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
系列A: 最大濃度 50ng	BL-0	STD1ng	STD2ng	STD5ng	STD10ng	STD25ng	STD50ng	BL-1	BL-2	—	—	
系列B: 最大濃度100ng	BL-0	STD1ng	STD2ng	STD5ng	STD10ng	STD25ng	STD50ng	STD100ng	BL-1	BL-2	—	
系列C: 最大濃度200ng	BL-0	STD1ng	STD2ng	STD5ng	STD10ng	STD25ng	STD50ng	STD100ng	STD200ng	BL-1	BL-2	

## (d) 機関 D におけるキャリーオーバーの状況

測定対象物質	BL-1 (最大濃度の標準サンプルの直後に測定した空試験サンプル) の面積比 (%)											
	各系列のSTD 1ng の面積値との比較			各系列のSTD 2ng の面積値との比較			各系列のSTD 5ng の面積値との比較			各系列の最高検量点の面積値との比較		
	系列A 1~50ng	系列B 1~100ng	系列C 1~200ng	系列A 1~50ng	系列B 1~100ng	系列C 1~200ng	系列A 1~50ng	系列B 1~100ng	系列C 1~200ng	系列A 1~50ng	系列B 1~100ng	系列C 1~200ng
DEP	51.5	90.1	167.3	26.5	47.2	84.4	11.1	19.6	38.6	0.9	0.8	0.7
DPrP	42.2	79.9	167.9	19.6	39.4	79.6	7.0	14.6	32.0	0.3	0.4	0.3
DiBP	47.8	85.2	152.3	24.4	45.4	76.9	9.9	18.4	34.6	0.7	0.7	0.5
DnBP	55.1	102.2	131.9	30.3	58.1	69.7	13.0	24.9	33.7	1.0	1.0	0.5
DPP	52.5	93.9	180.0	23.9	47.9	86.0	8.6	17.5	33.8	0.3	0.3	0.2
DnHP	82.0	151.1	254.3	36.9	76.8	118.1	13.8	28.5	47.6	0.4	0.4	0.2
BBP	145.2	231.0	409.4	68.0	120.6	207.9	26.4	47.5	91.5	1.5	1.4	1.0
DCHP	121.7	251.2	416.7	53.9	125.9	197.4	19.5	44.8	78.4	0.7	0.8	0.5
DEHP	124.2	207.6	349.6	79.6	142.0	211.5	38.0	67.3	105.0	2.7	2.4	1.3

測定対象物質	BL-2 (最大濃度の標準サンプルの2本後に測定した空試験サンプル) の面積比 (%)											
	各系列のSTD 1ng の面積値との比較			各系列のSTD 2ng の面積値との比較			各系列のSTD 5ng の面積値との比較			各系列の最高検量点の面積値との比較		
	系列A 1~50ng	系列B 1~100ng	系列C 1~200ng	系列A 1~50ng	系列B 1~100ng	系列C 1~200ng	系列A 1~50ng	系列B 1~100ng	系列C 1~200ng	系列A 1~50ng	系列B 1~100ng	系列C 1~200ng
DEP	31.6	52.1	107.6	16.3	27.3	54.3	6.8	11.3	24.8	0.6	0.5	0.4
DPrP	23.2	43.4	98.1	10.8	21.4	46.5	3.9	7.9	18.7	0.2	0.2	0.2
DiBP	29.3	51.1	98.4	14.9	27.2	49.7	6.1	11.0	22.4	0.4	0.4	0.3
DnBP	34.7	70.2	87.3	19.1	39.9	46.1	8.2	17.1	22.3	0.6	0.7	0.3
DPP	23.5	41.8	77.3	10.7	21.4	37.0	3.8	7.8	14.5	0.1	0.1	0.1
DnHP	32.0	65.6	107.4	14.4	33.3	49.9	5.4	12.4	20.1	0.2	0.2	0.1
BBP	57.9	107.1	180.6	27.1	55.9	91.8	10.6	22.0	40.4	0.6	0.7	0.4
DCHP	44.0	90.0	149.5	19.5	45.1	70.8	7.0	16.1	28.1	0.3	0.3	0.2
DEHP	70.4	103.1	155.3	45.2	70.6	93.9	21.6	33.4	46.6	1.5	1.2	0.6

測定対象物質	(参考) BL-0 (標準サンプルの直前に測定した空試験サンプル) の面積比 (%)											
	各系列のSTD 1ng の面積値との比較			各系列のSTD 2ng の面積値との比較			各系列のSTD 5ng の面積値との比較			各系列の最高検量点の面積値との比較		
	標準系列 A	標準系列 B	標準系列 C	標準系列 A	標準系列 B	標準系列 C	標準系列 A	標準系列 B	標準系列 C	標準系列 A	標準系列 B	標準系列 C
	1~50ng	1~100ng	1~200ng	1~50ng	1~100ng	1~200ng	1~50ng	1~100ng	1~200ng	1~50ng	1~100ng	1~200ng
DEP	15.2	13.3	16.1	7.8	7.0	8.1	3.3	2.9	3.7	0.3	0.1	0.1
DPrP	1.9	2.6	7.0	0.9	1.3	3.3	0.3	0.5	1.3	0.0	0.0	0.0
DiBP	11.5	14.7	14.8	5.8	7.9	7.5	2.4	3.2	3.4	0.2	0.1	0.1
DnBP	22.1	49.3	26.3	12.2	28.0	13.9	5.2	12.0	6.7	0.4	0.5	0.1
DPP	1.8	2.7	6.2	0.8	1.4	3.0	0.3	0.5	1.2	0.0	0.0	0.0
DnHP	2.0	3.7	6.8	0.9	1.9	3.1	0.3	0.7	1.3	0.0	0.0	0.0
BBP	5.7	6.4	9.9	2.7	3.3	5.0	1.0	1.3	2.2	0.1	0.0	0.0
DCHP	0.5	0.0	4.4	0.2	0.0	2.1	0.1	0.0	0.8	0.0	0.0	0.0
DEHP	51.1	54.1	43.4	32.8	37.0	26.2	15.6	17.5	13.0	1.1	0.6	0.2

Table 10 (a) TD 法および (b) SE 法における添加回収試験

(a)						
	B		C		D	
Addition (ng)	20		0.5		50	
Concentration ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )	0.14		0.035		0.69	
Left column: Recovery (%), Right column: RSD (%)						
DMP	90.3	2.6	95.6	7.2		
DEP	96.8	0.2	99.1	1.8	97	2.1
DPrP					113	1.8
DiBP			98.8	0.40	96	1.9
DnBP	99.1	1.8	97.0	2.9	96	1.9
DnPP					119	1.6
BBP	111	17	96.3	11	94	7.4
DCHP					107	0.6
DnHP					122	1.6
DEHP	97.7	4.1	99.3	3.2	98	1.3
DOP	100	12	94.4	7.2		
DINP			94.3	8.3		
DIDP	98.0	0.6	95.9	11		
Blank column: not determined						
(b)						
	B		C		D	
Addition ( $\mu\text{g}$ )	0.5		2.5		4.0	
Concentration ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )	0.12		0.58		0.93	
Left column: Recovery (%), Right column: RSD (%)						
DMP	106	2.6	101	3.9		
DEP	103	2.5	102	6.5	101	2.6
DPrP					113	2.8
DiBP			103	8.0	104	3.2
DnBP	97.5	1.4	99.0	7.3	107	3.0
DnPP					129	5.4
BBP	105	2.5	97.7	6.5	109	3.5
DCHP					107	4.0
DnHP					119	5.1
DEHP	100	2.0	98.8	7.2	106	3.3
DOP	127	3.0	95.2	7.3		
DINP			94.9	4.6		
DIDP	95.4	2.5	92.1	5.4		
Blank column: not determined						

Table 11 機関Aにおける10%導入再捕集モードの繰り返し測定

	ピーク面積値						DnBP- $d_4$ との面積比					
	1回目		2回目		3回目		1回目		2回目		3回目	
	面積値	面積値	面積値	前回との比	面積値	前回との比	面積比	面積比	面積比	前回との比	面積比	前回との比
DEP	502748	425996	0.85	0.85	371594	0.87	0.33	0.33	0.33	1.00	0.34	1.02
DPrP	705185	588804	0.83	0.83	500131	0.85	0.46	0.46	0.46	0.99	0.46	0.99
DnBP	783715	661465	0.84	0.84	553023	0.84	0.52	0.52	0.52	1.00	0.50	0.97
DnPP	684346	567377	0.83	0.83	470664	0.83	0.45	0.45	0.44	0.98	0.43	0.97
BBP	557900	473437	0.85	0.85	389710	0.82	0.37	0.37	0.37	1.01	0.35	0.96
DCHP	140212	127970	0.91	0.91	99537	0.78	0.09	0.09	0.10	1.08	0.09	0.91
DnHP	204857	182323	0.89	0.89	158791	0.87	0.14	0.14	0.14	1.06	0.14	1.01
DEHP	224828	182017	0.81	0.81	146136	0.80	0.15	0.15	0.14	0.96	0.13	0.93
DnBP- $d_4$	1517428	1279769	0.84	0.84	1099146	0.86						



Table 12 TenaxGR を用いた室内空気の捕集

	Concentration (ng/m <sup>3</sup> )			Ratio	
	TD		SE	TenaxGR /TenaxTA	TenaxGR/SE
	TenaxGR	TenaxTA			
DEP	175	136	181	1.28	0.97
DnBP	811	714	870	1.14	0.93
DEHP	250	199	206	1.26	1.21

Table 13 サンプルングポンプの違いによる定量値の差異

(a) SP 208-1000Dual を用いた検出濃度 (ng/m<sup>3</sup>, n=2)

	1	2	Average
DiBP	16	17	17
DnBP	40	41	40
DEHP	59	68	64

(b) PMP-001 を用いた検出濃度 (ng/m<sup>3</sup>, n=2)

	1	2	Average
DiBP	15	14	14
DnBP	38	35	37
DEHP	80	84	82

(c) 4 施行の平均値および RSD

	Average (ng/m <sup>3</sup> )	RSD (%)
DiBP	15	9.5
DnBP	38	6.1
DEHP	73	16

Table 14 (a) TD 法および(b) SE 法における各機関の室内濃度の定量値

(a)

Sampling Number	A		B					C			D	
	1	2	1	2	3	4	5	1	2	3	1	2
	2	2	3	3	3	3	3	2	2	2	6	6
DMP								—	—	—		
DEP	115	154						—	13	14	41	40
DPrP	—	—									—	—
DiBP								17	12	16	57	50
DnBP	1617	1191	199	116	166	168	150	40	30	36	580	310
DnPP	—	—									—	—
BBP	—	—						—	—	—	—	—
DCHP	—	—									—	—
DnHP	—	—									—	—
DEHP	231	248	171	174	138	157	111	64	48	62	810	570
DOP								—	—	—		
DINP								—	—	—		
DIDP								—	—	—		

Unit: ng/m<sup>3</sup>

Blank column: not determined

—: not detected

(b)

Sampling Number	A		B					C			D	
	1	2	1	2	3	4	5	1	2	3	1	2
	2	2	3	2	3	3	3	2	3	2	3	4
DMP								—	—	—		
DEP	80	80						—	12	18	—	—
DPrP	—	—									—	—
DiBP								14	13	21	—	—
DnBP	1460	1564	166	93	172	143	158	34	39	47	740	380
DnPP	—	—									—	—
BBP	—	—						—	—	—	—	—
DCHP	—	—									—	—
DnHP	—	—									—	—
DEHP	299	302	189	157	168	179	158	81	73	75	980	700
DOP								—	—	—		
DINP								—	—	—		
DIDP								—	—	—		

Unit: ng/m<sup>3</sup>

Blank column: not determined

—: not detected

Table 15 各機関の室内濃度の SE/TD 比

	A		B					C			D	
	1	2	1	2	3	4	5	1	2	3	1	2
DEP	0.69	0.52						—	0.93	1.28		
DiBP								0.84	1.10	1.33		
DnBP	0.90	1.31	0.83	0.80	1.04	0.85	1.05	0.84	1.31	1.32	1.27	1.23
DEHP	1.30	1.22	1.10	0.91	1.22	1.14	1.42	1.27	1.52	1.22	1.21	1.24

Blank column: not determined

—: not detected

□: > 1

Table 16 室内空気通気による定量値の影響

	検出想定濃度 (%, n=2)		SE/TD ratio
	SE	TD	
DEP	109	103	1.05
DiBP	122	90	1.35
DnBP	128	94	1.36
DEHP	121	112	1.08

Table 17 内部標準物質の添加タイミングによる SE/TD 比の差異

(a) TD 法における後添加および前添加の比較

	後添加 (ng/m <sup>3</sup> , n=2)	前添加	前/後 ratio
DEP	18	17	0.94
DiBP	21	20	0.96
DnBP	47	46	0.97
DEHP	75	68	0.91

(b) SE 法における後添加および前添加の比較

	後添加 (ng/m <sup>3</sup> , n=2)	前添加	前/後 ratio
DEP	14	16	1.11
DiBP	16	17	1.09
DnBP	36	37	1.05
DEHP	61	70	1.13

(c) SE/TD 比における後添加および前添加の比較

	SE/TD	
	後添加	前添加
DEP	1.28	1.08
DiBP	1.33	1.18
DnBP	1.32	1.22
DEHP	1.22	0.98

### 3. 揮発性有機化合物の測定方法

ここに掲げる測定方法は、室内空気中のトルエン、*o*-、*m*-、*p*-キシレン、エチルベンゼン、スチレン、パラジクロロベンゼン及びテトラデカンを対象とする。室内空気の採取は、新築住宅における場合と居住住宅における場合のそれぞれ異なる方法による。室内空気採取は、居間（リビング）及び寝室で採取し、いずれかの高い値を記載し、評価する。また外気の影響を考慮するため、同時に外気も採取する。試料の採取方法は、固相吸着－溶媒抽出法及び固相吸着－加熱脱着法の2種の方法がある。いずれの採取法もガスクロマトグラフィー質量分析計（GC-MS）と連動した装置によって測定する。

#### 3. 1 第1法 固相吸着－溶媒抽出－ガスクロマトグラフィー質量分析法

##### 3. 1. 1 測定方法の概要

吸着剤を充填した捕集管に室内空気及び外気を一定流量で吸引し、測定対象物質を捕集する。捕集管から測定対象物質を溶媒で溶出させ、これをキャピラリーカラムに導入して GC-MS により分離、定量することを基本とする。（注1）

##### 3. 1. 2 試薬

###### (1) メタノール

測定対象物質、内標準物質及びサロゲート物質のクロマトグラムに妨害を生じないもの。

###### (2) 二硫化炭素

測定対象物質、内標準物質及びサロゲート物質のクロマトグラムに妨害を生じないもの。

###### (3) 標準物質

トルエン、*o*-、*m*-、*p*-キシレン、エチルベンゼン、スチレン、パラジクロロベンゼン及びテトラデカンは純度 98%以上の JIS 規格試薬特級、またはこれと同等以上のもの。

###### (4) 標準原液（1000 µg/mL）

各メスフラスコ（100 mL）に標準物質 100 mg を精秤し、メタノールを加えて 100 mL とする。この溶液 1 mL は各々の標準物質 1000 µg を含む。（注2）

###### (5) 混合標準溶液（100 µg/mL）

各標準原液のそれぞれの一定量（1 mL）をメスフラスコ（10 mL）に入れ、メタノールを用いて 10 倍に希釈する。この溶液 1 mL は各々の標準物質 100 µg を含む。（注2）（注3）

###### (6) 内標準物質（トルエン-*d*<sub>8</sub>）

トルエン-*d*<sub>8</sub>は純度 98%以上の JIS 規格試薬特級、またはこれと同等以上のもの。

###### (7) 内標準溶液（1000 µg/mL）

メスフラスコ（100 mL）に内標準物質 100 mg を精秤し、メタノールを加えて 100 mL とする。（注2）（注3）（注4）

###### (8) サロゲート物質（スチレン-*d*<sub>8</sub>）

スチレン-*d*<sub>8</sub>は純度 98%以上、またはこれと同等以上のもの。

###### (9) サロゲート標準溶液（1000 µg/mL）

メスフラスコ（100 mL）にサロゲート物質 100 mg を精秤し、メタノールを加えて 100 mL とする。この溶液 1 mL はサロゲート物質 1000 µg を含む。（注2）（注3）

###### (10) 高純度窒素ガス

測定対象物質、内標準物質及びサロゲート物質のクロマトグラムに妨害を生じないもの。（注5）

##### 3. 1. 3 器具および装置

###### (1) 抽出容器

スクリュウキャップまたは共栓付遠沈管（容量 5～10 mL 程度）

###### (2) マイクロシリンジ

容量 1~10  $\mu\text{L}$  または 10~100  $\mu\text{L}$  が計りとれるもの。

### (3) 試料採取装置

試料採取装置は、捕集管、マスフローコントローラー、ポンプ及びガスメータを連結したもので成り、マスフローコントローラー、ポンプ、ガスメータは一体型となっているものもある。接続例を図 1 に示す。なお、試料採取環境の湿度が高い場合、除湿管を使用しても良い。

試料採取装置に使用する器具類は十分に洗浄して汚染に注意する。試料採取にあたって装置を組み立てた後、漏れのないことを確認する。

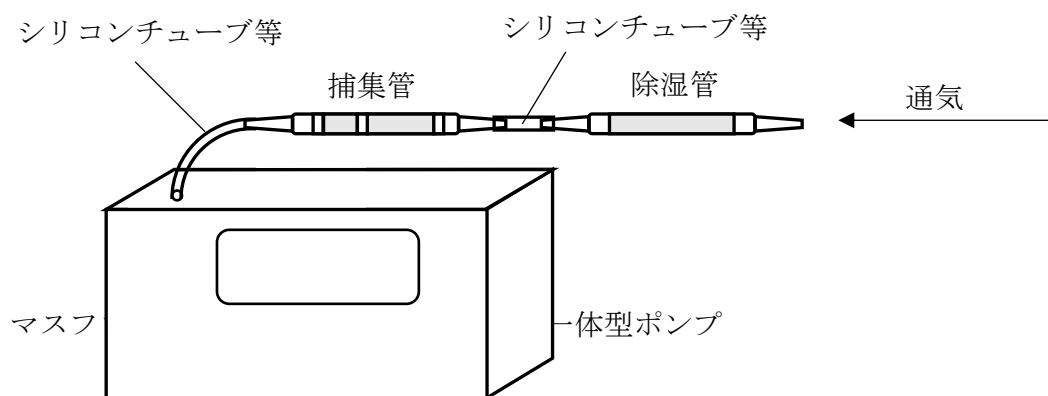


図 1 試料採取装置の接続例

- 1) 捕集管：内径 3~4 mm 程度のガラス管にカーボン系吸着剤 150 mg 以上充てんしたもの。または測定対象物質に対して十分な捕集能力を有するもの。一例を図 2 に示す。(注 6)

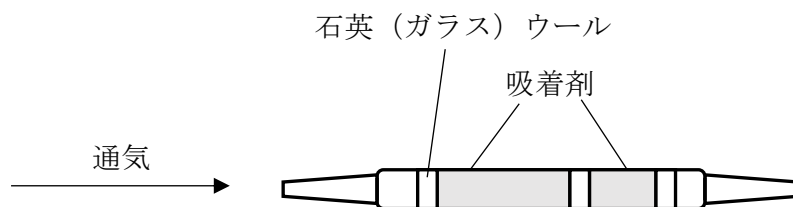


図 2 捕集管

- 2) 除湿管：捕集管と接続できるようなガラス管に過塩素酸マグネシウムを充てんし、両端を石英ウール等で押さえたもの。両端を密栓し、使用時まで活性炭入りの密閉容器に保存する。(注 7)
  - 3) マスフローコントローラー：流量を 100~1000 mL/min の範囲で制御でき、設定流量に対して  $\pm 10\%$  以内の制御精度を有するもの。または、これと同等以上の性能を有するもの。(注 8)
  - 4) ポンプ：ダイヤフラム型等の密閉式のポンプで、捕集管をつけた状態で 100~1000 mL/min の捕集流量が確保できるもの。または、これと同等以上の性能を有するもの。(注 8)
  - 5) ガスメータ：湿式型またはこれと同等以上の性能を有するもので、積算測定が可能であり、マスフローコントローラーの流量制御範囲で精度よく作動する性能を有するもの。(注 8)
- (4) ガスクロマトグラフィー質量分析計 (GC-MS) (注 9)

#### 1) GC-MS 装置

- a) 試料注入口：スプリットまたはスプリットレス注入が可能なもの。
- b) カラム恒温槽：恒温槽の温度を 35~300°C の範囲で制御できるもの。また、測定対象物質を最適に分離出来る昇温プログラムが作成可能なもの。
- c) カラム：内径 0.2~0.32 mm、長さ 25~60 m の熔融シリカ製のものであって、内面にジメチルポリシロキサンまたは 5% フェニル-ジメチルポリシロキサンを 0.25~1.5  $\mu\text{m}$  の膜厚で被覆



- したキャピラリーカラム、またはこれと同等の分離性能を有するもの。
- d) インターフェース部：温度を 200～300℃程度に保つことができるもの。
- e) イオン源：温度を 160～300℃に保つことができ、イオン化電圧は 70 eV 程度のもの。
- f) 検出器 (MS)：電子 (衝撃) イオン化法 (EI 法) が可能で、選択イオン検出 (SIM) もしくは全イオン検出 (Scan) モードが可能なもの。
- g) キャリヤーガス：ヘリウム等 (純度 99.999 vol%以上、注 10)。1 mL/min 程度。
- h) 測定質量数：各測定対象物質の測定用質量数の一例は表 1 のとおり。

表 1 各測定対象物質の測定用質量数

測定対象物質	質量数
トルエン	65, 91, 92
<i>o</i> -, <i>m</i> -, <i>p</i> -キシレン	91, 105, 106
エチルベンゼン	65, 91, 106
スチレン	51, 78, 104
パラジクロロベンゼン	111, 146, 148
テトラデカン	43, 57, 71
トルエン- <i>d</i> <sub>8</sub>	70, 98, 100
スチレン- <i>d</i> <sub>8</sub>	59, 86, 112

## 2) GC-MS の分析条件の設定と機器の調整

GC-MS の分析条件の一例を以下に示す。

カラム温度	: 40℃ (1 分間保持) → (5℃/min) → 280℃ (4 分間保持)
注入口温度	: 250℃
試料注入法	: スプリット (スプリット比 1 : 5~1 : 100)
インターフェース温度	: 250℃
イオン源温度	: 200℃

\*MS に質量校正用標準物質 (パーフルオロトリブチルアミン (PFTBA) またはパーフルオロクロセン (PFK)) を導入し、マスパターン及び分解能 (質量数 ( $m/z$ ) = 18~300 程度の範囲で 1 質量単位 (amu) 以上) 等を測定目的に応じて所定の値に校正する。質量校正結果は測定結果と共に保存する。(注 11)

## 3. 1. 4 試料採取および試験溶液の調製

### (1) 試料採取

空気試料の採取は、室内では居間及び寝室 2 カ所ならびに室外 1 カ所の計 3 カ所について、それぞれ 2 回ずつ採取する。

#### 1) 室内空気の採取

- a) 新築住宅における試料の採取 (概ね 30 分間採取)：試料採取装置を用いて 1 L/min 程度の流量で概ね 30 分間採取する。試料採取後、捕集管はアルミ箔等で遮光した後、両端を密栓し、活性炭入り保存容器に入れて分析時まで保存する。(注 12) (注 13) (注 14)
- b) 居住住宅における試料の採取 (24 時間採取)：試料採取装置を用いて捕集管に 100 mL/min 程度の流量で 24 時間採取する。試料採取後、捕集管はアルミ箔等で遮光した後、両端を密栓し、活性炭入り保存容器に入れて分析時まで保存する。(注 12) (注 13) (注 14)

- 2) **トラベルブランク**：トラベルブランク試験用として未使用の密栓した捕集管を用い、試料採取操作を除いて、室内空気の試料採取用の捕集管と同様に持ち運び、取り扱う。溶封した捕集管は試料の採取時に開封の後、密栓して分析時まで試料採取済み捕集管と同様に保存する。この操作は、1 住宅の室内試料採取において 1 試料以上もしくは一連の試料採取において試料数の 10%程度の頻度で実施する。(注 15)

- 3) 2重測定用捕集管：試料は、室内の2カ所及び室外1カ所でそれぞれ2回ずつ採取し、2重測定(n=2)の意味を持たせる。2重測定のための試料採取は、1住宅の室内試料採取において1試料もしく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) 検量線用混合標準濃度系列の調製
- 1) 希釈による混合標準濃度系列の調製：混合標準溶液を試験溶液の調製に用いる溶媒で希釈し、検量線用混合標準濃度系列を調製する。たとえば、3. 1. 2 (5) の混合標準溶液を二硫化炭素で適宜希釈し、GC-MSの感度に合わせて混合標準濃度系列を調製する。この溶液1 mLに内標準溶液(1000 µg/mL)を1 µL加える。サロゲート物質を使用する場合、さらにサロゲート標準溶液(1000 µg/mL)を1 µL加える。この溶液を検量線溶液とする。(注3) (注16) (注17)
  - 2) 標準添加による混合標準濃度系列の調製：混合標準溶液を使用する捕集管へ添加し、抽出操作を行って検量線用混合標準濃度系列を調製する。たとえば、3. 1. 2 (5) の標準溶液を二硫化炭素で適宜希釈し、GC-MSの感度に合わせて混合標準濃度系列を調製する。この1 µLを、図3に示すようにT字管を介して高純度窒素ガスを通気出来るよう連結した捕集管に、マイクロシリンジを用いて通気しながら添加、もしくは、添加後通気する。通気は高純度窒素ガスを毎分30~100 mLの流速で3~5分間行い、標準物質添加捕集管を調製した後、3. 1. 4 (3) 1) に示す抽出操作を行い、5段階程度の混合標準濃度系列を調製する。(注18)

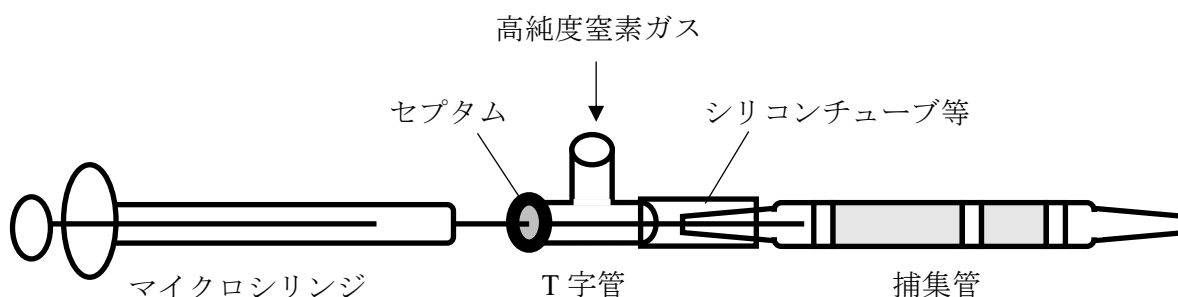


図3 検量線作成用T字管の接続例(注19)

- (3) 試験溶液の調製
- 1) 試料空気試験溶液の調製：捕集管から吸着剤を抽出容器に取り出し、抽出溶媒を加え、測定対象物質を溶出する。たとえば、二硫化炭素2 mLを加えて1時間以上振とう抽出した後、溶液1 mLを分取し、内標準溶液(1000 µg/mL)1 µLを加えたものを試験溶液とする。サロゲート物質を使用する場合、捕集管から取り出した吸着剤にサロゲート標準溶液(1000 µg/mL)1 µLを加えた後、抽出操作を行う。(注20) (注21)
  - 2) 操作ブランク試験溶液の調製：試料空気用の捕集管と同一ロットの捕集管について3. 1. 4 (3) 1)と同様の操作を一連の操作の中で1回以上行い、操作ブランク試験溶液を調製する。(注22)
  - 3) トラベルブランク試験溶液の調製：トラベルブランク試験用の捕集管について3. 1. 4 (3) 1)と同様の操作を行い、トラベルブランク試験溶液を調製する。(注23)
  - 4) 2重測定用試験溶液の調製：2重測定用の捕集管について3. 1. 4 (3) 1)と同様の操作を行い、2重測定用試験溶液を調製する。

### 3. 1. 5 試料の測定および試験溶液中濃度の定量

#### (1) 検量線用混合標準濃度系列の測定と定量

- 1) 測定：3. 1. 4 (2) で調製した混合標準濃度系列の1 µL程度をGC-MSに注入し、3. 1. 3 (4) 1) h) で設定した各測定対象物質の質量数におけるクロマトグラムを記録する。
- 2) 測定対象物質保持時間の確認：3. 1. 4 (2) で調製した混合標準濃度系列の中から、各測定対象物質の中間程度における濃度のクロマトグラムをもとに測定対象物質の保持時間を確認する。(注24)

- 3) 測定対象物質の質量数の決定：3. 1. 3 (4) 1) h) で設定した各測定対象物質の質量数から検量線作成に用いる定量用質量数と確認用質量数を決定する。
- 4) 検量線の作成：各測定対象物質の定量用質量数と内標準物質の定量用質量数のピーク面積またはピーク高さの強度比を求め、そのピーク面積またはピーク高さの比と各測定対象物質の濃度とにより検量線を作成する。(注 25)
- 5) 定量用質量数と確認用質量数の比の決定：各測定対象物質の定量用質量数と確認用質量数によるクロマトグラムを記録し、ピーク面積またはピーク高さの強度比を算出する。
- (2) 試料空気試験溶液の測定と定量
- 1) 測定：3. 1. 4 (3) 1) で調製した試験溶液の 1 μL 程度を GC-MS に注入する。
- 2) 対象化学物質の確認：3. 1. 5 (1) 3) で決定した各測定対象物質の定量用質量数と確認用質量数によるクロマトグラムを記録し、ピーク面積またはピーク高さの強度比を算出する。(注 26)
- 3) 定量：検出された各測定対象物質の定量用質量数と内標準物質の定量用質量数のピーク面積またはピーク高さの強度比を求め、3. 1. 5 (1) 4) により作成した検量線を用いて、注入した試料空気の試験溶液中における各測定対象物質の濃度 (As : μg/mL) を求める。(注 27)
- (3) 操作ブランク試験溶液の測定と定量
3. 1. 4 (3) 2) で調製した操作ブランク試験溶液について 3. 1. 5 (2) の操作を行い、各測定対象物質の操作ブランク値を求める。(注 28)
- (4) トラベルブランク試験溶液の測定と定量
3. 1. 4 (3) 3) で調製したトラベルブランク試験溶液について 3. 1. 5 (2) の操作を行い、トラベルブランク試料溶液中における各測定対象物質の濃度を求める。本試験は 1 試料以上を測定し、平均値をトラベルブランク値 (At : μg/mL) とする。(注 29)
- (5) 2重測定用試験溶液の測定と定量
3. 1. 4 (3) 4) で調製した 2重測定用試験溶液について 3. 1. 5 (2) の操作を行って、各測定対象物質の濃度を求める。(注 30)
- (6) GC-MS 装置の感度試験
- 混合標準濃度系列の中から中間程度の濃度のものを選び、3. 1. 5 (1) 1) の操作を行って感度の変動を確認する。この確認は 1 日に 1 回以上行う。(注 31)

### 3. 1. 6 空気中濃度の算出

3. 1. 5 で得られた結果から、次式を用いて空気中の各測定対象物質の濃度を算出する。

$$C = \frac{(As - At) \times E \times 1000}{V \times 293 / (273 + t) \times P / 101.3}$$

- C : 20°Cにおける空気中の各測定対象物質の濃度 (μg/m<sup>3</sup>)
- As : GC-MS に注入した試験溶液中の各測定対象物質の濃度 (μg/mL)
- At : 各測定対象物質のトラベルブランク濃度 (μg/mL)  
操作ブランク値と同等と見なせる場合は操作ブランク値を用いる。
- E : 抽出に用いた溶液量 (mL)
- V : ガスメータで測定した捕集量 (L)
- t : 試料採取時の平均の気温 (°C)。湿式型積算流量計を使用しているときには、積算流量計の平均水温 (°C)
- P : 試料採取時の平均大気圧 (kPa)。湿式型積算流量計の場合には (P-Pw) を用いる。  
ここで、Pw は試料採取時の平均気温 t での飽和水蒸気圧 (kPa)

結果には個々の測定値をそれぞれ記載する。

### 3. 1. 7 検出下限値および定量下限値の測定

検量線作成時の最低濃度（定量下限値付近）の混合標準濃度系列について、3. 1. 5 (2)の操作を行って測定値（A :  $\mu\text{g/mL}$ ）を求め、（As-At）に A を代入して、3. 1. 6 の濃度の算出式より空気濃度を算出する（但し、V=30 L（新築）または 144 L（居住）、 $t=20^\circ\text{C}$ 、 $P=101.3\text{ kPa}$  とする）。5 試料以上を測定して求めた標準偏差（s）から次式により、各測定対象物質の検出下限値及び定量下限値を算出する。ただし、操作ブランク値のある物質では操作ブランク値を測定し、混合標準濃度系列と操作ブランク値のうち、大きい方の標準偏差を用いて計算する。（注 32）

この測定は機器の分析条件を設定した場合など必要に応じて必ず 1 回以上行う。

$$\text{検出下限値} = 3s \text{ (}\mu\text{g/m}^3\text{)}$$

$$\text{定量下限値} = 10s \text{ (}\mu\text{g/m}^3\text{)}$$

目標定量下限値は指針値の 1/10 とする。

- 注 1 : 本法は、捕集管に濃縮した測定対象物質を抽出溶媒で希釈するため試料の捕集量を大きくする必要があり、捕集能力を考慮して保持容量の大きい吸着剤を用いる方が良い。捕集管のブランク値は比較的少ないが、抽出溶媒のブランク値が定量下限値に影響することもある。測定対象物質により捕集管の捕集効率や溶媒による溶出率が異なることから、あらかじめ添加回収試験を行い、その回収率について検討しておく必要がある。なお、抽出した試験溶液は繰り返し測定が可能である。居住住宅では、ここで述べられた方法と同様の信頼性が確保できる場合、拡散吸着法によって試料空気を採取しても良い。ただし、新築住宅では、拡散吸着法を用いた試料採取による測定は困難である。
- 注 2 : 溶媒に二硫化炭素を用いても良い。また、試料採取量、濃縮操作及びGC-MSの条件等によって測定感度は異なるので、ここに示した濃度を目安に適宜変えても良い。さらに、市販の標準原液（混合標準原液）を用いても良い。ただし、精度保証されているものが望ましい。
- 注 3 : 二硫化炭素は揮散しやすく濃度が容易に変化するため、用事調製が望ましい。標準原液と異なる溶媒で希釈する場合、それぞれの溶媒における相互溶解度に留意すること。
- 注 4 : 溶液ではなく、内標準ガスを使用しても良い。たとえば、高純度窒素ガスで置換して大気圧に戻した真空瓶（1 L）の注入口から内標準溶液（1000 µg/mL）の一定量（100 µL）を注入して混合し、内標準ガスを調製する。（このガス 1 mL は各標準物質 0.1 µg を含む。）
- 注 5 : 精製空気を使用しても良い。有機化合物を含有しないことが重要であり、測定対象以外の物質については全炭化水素で 0.01 ppm 以下、一酸化炭素 0.05 ppm 以下、二酸化炭素 0.3 ppm 以下、水分濃度 2 ppm 以下（露点-70°C以下）で純度 99.999%以上のものが望ましい。
- 注 6 : 市販品として柴田科学のチャコールチューブ、カーボンビーズアクティブ、ガステックの活性炭チューブ（ヤシガラ）、活性炭チューブ（球状活性炭）、シグマアルドリッチのORBO-32 Small（ヤシガラ活性炭）及びORBO-101（Carbotrap）等がある。
- 注 7 : 過塩素酸マグネシウムは元素分析用（粒径 300~700 µm）を用いる。市販品のGLサイエンスの水分除去フィルター及び柴田科学の除湿管等を用いても良い。
- 注 8 : ポンプ、マスフローコントローラー及びガスメータは一体型を用いて構わない。
- 注 9 : 対象成分が十分に分離出来れば、カラムの種類及び温度条件等は任意に設定して良い。ただし、設定した条件において、測定対象物質のピークが分離し、定量が可能であることをあらかじめ確認する。なお、キシレンは合算値として定量するため *m*-及び *p*-キシレンのピークが分離しなくても良い。
- 注 10 : 水素や窒素を用いても良い。また、純度については 99.999%以上のものが望ましいが 99.999%未満のものを使用する場合は妨害がないことを予め確認すること。
- 注 11 : 機器に付属の質量校正プログラムやチューニングメソッドを使用することが望ましい。
- 注 12 : 試料の採取において、測定に必要な量が得られない（装置の定量下限値を下回る）と考えられる場合は、採取時間をある程度長くする、あるいは採取流量を増加しても良い。ただし、どちらの場合も測定対象物質の破過に注意すること。また、測定対象物質が光により分解すると考えられる際には、採取時の捕集管をアルミ箔等で遮光すること。
- 注 13 : 捕集管は吸引側及び空気取り入れ側を明確にしておく。
- 注 14 : 試料採取時に湿度が高い場合、3. 1. 3 (3) 2) で示した除湿管を使用しても良い。ただし、測定対象物質が除湿管に吸着しないことをあらかじめ確認すること。
- 注 15 : 室外で塗装工事等が行われており、室内より室外での化学物質濃度が高いと考えられる場合は、室内の他に室外におけるトラベルブランクも併せて採取することが望ましい。
- 注 16 : 使用する捕集管と溶媒の組み合わせにおいて添加回収試験を行い、測定対象物質の回収率が 70~130%であることを確認する。回収率がこの範囲を超える場合、検量線は 3. 1. 4 (2) 2) の標準添加による混合標準濃度系列の調製に示す方法で作成する。ただし、回収率がこの範囲内にあっても 3. 1. 4 (2) 2) の標準添加による混合標準濃度系列の調製に示す方法で検量線を作成しても良い。
- 注 17 : 試験溶液にサロゲート物質を添加した際には、検量線溶液にも試験溶液への添加量と同一量のサロゲート物質を必ず添加する。
- 注 18 : 溶媒にメタノールを用いても良い。また、市販の検量線作成ツールを用いても良い。

- 注 19 : 試料を添加する際には、シリンジの針先を捕集管内の吸着剤付近まで差し込むことが望ましい。
- 注 20 : 分析環境によりスチレンの回収率が低くなる（70%未満となる）場合がある。その際サロゲートを使用することで、回収率が改善する可能性がある。
- 注 21 : 測定対象物質の溶出率が良好（添加回収試験における回収率が 70～130%）であれば、抽出溶媒の種類は任意で良い。また、抽出溶媒量、内標準溶液及びサロゲート標準溶液の添加量は任意で良いが、定量の際にはその希釈割合等に注意すること。なお、あらかじめ抽出溶媒に内標準溶液及びサロゲート標準溶液を一定量添加した溶液を作製し、抽出溶液としても良い。その際、内標準物質が吸着剤に吸着しないことを確認すること。ウールに吸着しやすい物質を分析対象とする際には、ウールも一緒に抽出する。
- 注 22 : 分析環境から試験操作過程で汚染されることがあるので、操作ブランクを一連の試験操作の中で少なくとも 1 回以上実施する。
- 注 23 : 空気試料の測定における一連の過程（準備—機器の運搬—試料採取—持ち帰り—前処理—測定）において、捕集管が化学物質で汚染された空気に曝露される可能性があるため、試料採取時の記録を参考にして試験の頻度を考慮する。
- 注 24 : 測定対象物質それぞれの標準溶液を用いて確認する。
- 注 25 : *m*-及び *p*-キシレンのピークが分離しない場合、1つのピークと見なして定量しても良いが、検量線における設定濃度（添加量）に留意すること。
- 注 26 : 測定対象物質のピークに対する他の物質からの影響を判断するために行う操作である。測定した空気試料における定量用質量数と確認用質量数の強度比が検量線作成時と大きくかけはなれている場合は、再度標準試料を測定して定量用質量数と確認用質量数の強度比を算出する。再度測定した標準試料の強度比が検量線作成時の 90～110%の範囲内だった場合、空気試料における測定対象物質のピークが何らかの影響を受けている可能性があることから、クロマトグラムベースライン等の再検討や、他の分析カラムによる定量を検討する。
- 注 27 : 室内空気中の測定対象物質の濃度は、その範囲が広いことが予想されるため、定量上限を明確に把握しておくことが必要である。試料空気の測定値が作成した検量線の範囲を超える場合は、諸条件を検討した上で検量線を再度作成し、定量する。
- 注 28 : 操作ブランク測定は試料測定に先立って行い、操作ブランク値を大気濃度に換算した値が目標定量下限値を超える場合には、再洗浄や機器の調製を行った後、再度測定し、操作ブランク値を十分低減してから試験溶液を測定する。
- 注 29 : 測定対象物質のトラベルブランク値が操作ブランク値と同等（等しいか小さい）とみなせる場合には、移送中の汚染は無視できるものとして試料の測定値から操作ブランク値を差し引いて濃度を計算する。移送中の汚染がある場合には、3 試料以上のトラベルブランク値を測定した時の標準偏差 (s) から求めた定量下限値 (10s : 大気濃度への換算値) が目標定量下限値以下の場合、またはトラベルブランク値による定量下限値が目標定量下限値より大きくても、試料の測定値がトラベルブランク値による定量下限値以上の場合には、試料の測定値からトラベルブランク値を差し引いて濃度を計算する。  
移送中の汚染が疑われ、トラベルブランク値による定量下限値が目標定量下限値より大きく、さらに試料の測定値がトラベルブランク値による定量下限値より小さい場合は、原則として欠測扱いとする。この場合、汚染の原因を取り除いた後、再度試料採取から行う。
- 注 30 : 定量下限値以上の濃度の測定対象物質に対して、測定値平均とそれぞれの測定値の間に ±15%以上の開きがある場合は、原則欠測扱いとして、その原因をチェックし再度試料採取を行う。
- 注 31 : 内標準物質の感度が検量線作成時の感度と大きく異なることを確認する。また、内標準物質との相対感度が検量線作成時の相対感度に対して ±20%以内の変動であることを確認し、これを越えて感度の変動する場合には、その原因を取り除き、それ以前の試料を再測定する。さらに、保持時間については、比較的短い間に変動（通常、1日に保持時間が ±5%以上、内標準物質との相対保持比が ±2%以上）する場合には、その原因を取り除き、それ以前の試料の再測定を行う。

注 32 : 測定対象物質のいずれかの定量下限値が目標下限値より大きい場合には、試薬、器具、機器の汚染等を確認して、目標下限値以下となるようにする。

## 3. 2 第2法 固相吸着－加熱脱着－ガスクロマトグラフィー質量分析法

### 3. 2. 1 測定方法の概要

吸着剤を充填した捕集管に室内空気及び外気を一定流量で吸引し、測定対象物質を捕集する。捕集管を加熱脱着装置に装着し、加熱脱着する測定対象物質をキャピラリーカラムに導入して GC-MS により分離、定量することを基本とする。(注1) (注2) (注3)

### 3. 2. 2 試薬

#### (1) メタノール

測定対象物質及び内標準物質のクロマトグラムに妨害を生じないもの。

#### (2) 標準物質

トルエン、*o*-、*m*-、*p*-キシレン、エチルベンゼン、スチレン、パラジクロロベンゼン及びテトラデカンは純度 98%以上の JIS 規格試薬特級、またはこれと同等以上のもの。

#### (3) 標準原液 (1000 µg/mL)

各メスフラスコ (100 mL) に標準物質 100 mg を精秤し、メタノールを加えて 100 mL とする。この溶液 1 mL は各々の標準物質 1000 µg を含む。(注4)

#### (4) 混合標準溶液 (100 µg/mL)

各標準原液のそれぞれの一定量 (1 mL) をメスフラスコ (10 mL) に入れ、メタノールを用いて 10 倍に希釈する。この溶液 1 mL は各々の標準物質 100 µg を含む。(注4)

#### (5) 内標準物質 (トルエン-*d*<sub>8</sub>)

トルエン-*d*<sub>8</sub> は純度 98%以上の JIS 規格試薬特級、またはこれと同等以上のもの。

#### (6) 内標準原液 (1000 µg/mL)

メスフラスコ (100 mL) に内標準物質 100 mg を精秤し、メタノールを加えて 100 mL とする。この溶液 1 mL は内標準物質 1000 µg を含む。(注4)

#### (7) 内標準溶液 (100 µg/mL)

内標準原液の一定量 (1 mL) をメスフラスコ (10 mL) に入れ、メタノールを用いて 10 倍に希釈する。この溶液 1 mL は内標準物質 100 µg を含む。(注4)

#### (8) 高純度窒素ガス

測定対象物質及び内標準物質のクロマトグラムに妨害を生じないもの。(注5)

### 3. 2. 3 器具および装置

#### (1) マイクロシリンジ

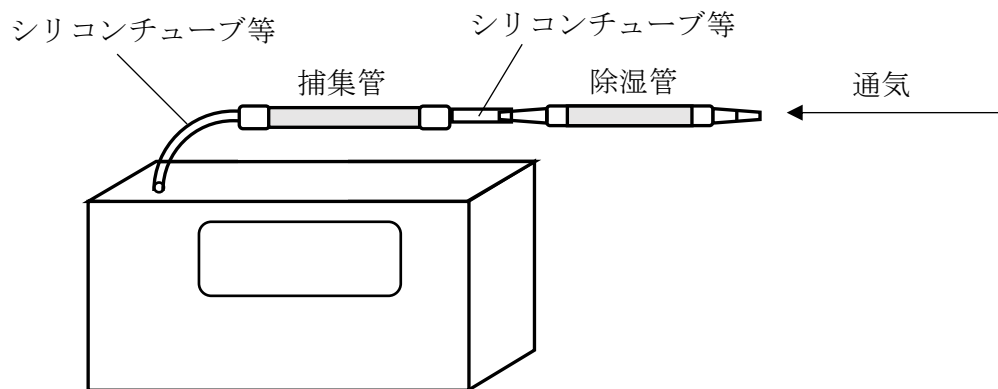
容量 1～10 µL または 10～100 µL が計りとれるもの。

#### (2) 試料採取装置

試料採取装置は、捕集管、マスフローコントローラー、ポンプ及びガスメータを連結したものから成り、マスフローコントローラー、ポンプ、ガスメータは一体型となっているものもある。接続例を図 1 に示す。なお、試料採取環境の湿度が高い場合、捕集管の前段に除湿管を使用しても良い。

試料採取装置に使用する器具類は十分に洗浄して汚染に注意する。試料採取にあたって装置を組み立てた後、漏れのないことを確認する。





マスフローコントローラー、ガスメーター一体型ポンプ

図1 試料採取装置の接続例

### 1) 捕集管

- a) **捕集管**：内径 3~4 mm 程度のガラス管に測定対象物質を吸着・保持し、且つ加熱による脱着が十分に行うことができる粒径 60~80 メッシュの吸着剤を充てんし、両端を石英ウールで押さえたもの、または測定対象物質に対して十分な捕集能力を有するもの。（注6）
- b) **調製**：加熱炉に捕集管を装着し、高純度窒素ガス等を毎分 50 mL 程度に流して捕集管内の空気を十分置換した後、高純度窒素ガス等を流したまま 300℃程度で2時間以上空焼き洗浄し冷却後、両端を密栓する。調製した捕集管は活性炭入り密閉できるガラスまたは金属製容器等に保存する。なるべく使用直前に調製する。両端を溶封したものは、長期間の保存が可能である。（注7）

- 2) **除湿管**：捕集管を接続できるようにしたガラス管に過塩素酸マグネシウムを約 15 g 充てんし、両端を石英ウールで押さえたもの。両端を密栓し、使用時まで活性炭入りの密閉容器に保存する。（注8）

- 3) **マスフローコントローラー**：流量を 10~500 mL/min の範囲で制御でき、設定流量に対して±10% 以内の制御精度を有するもの。または、これと同等以上の性能を有するもの。（注9）

- 4) **ポンプ**：ダイヤフラム型等の密閉式のポンプで、捕集管をつけた状態で 10~500 mL/min の捕集流量が確保できるもの。または、これと同等以上の性能を有するもの。（注9）

- 5) **ガスメータ**：湿式型またはこれと同等以上の性能を有するもので、積算測定が可能であり、マスフローコントローラーの流量制御範囲で精度よく作動する性能を有するもの。（注9）

### (3) 試料導入装置

捕集管の加熱部と、トラップ管及びクライオフォーカスの再捕集部の冷却・加熱部、またはそのどちらかが組み込まれたもので、その例は図2のようである。（注10）

捕集管が試料導入装置に装着されると流路と接続され、捕集管を加熱して、脱着する測定対象物質を再捕集部に濃縮した後、再捕集部を加熱して濃縮した対象物質を GC-MS に直結して導入できる装置であり、キャピラリーカラムの前段に内径 0.5 mm 程度の中空細管、または内径 2 mm 以下の細管に適当な吸着剤等を充填したものを取り付け、この部分を液体窒素等で-100℃以下に温度制御でき、かつ 80℃以上に急速加熱できるもの、または、これと同等以上の性能を有するもの。（注11）さらに、捕集管及び、または再捕集部の後にスプリットができる装置を備えたもの。

- 1) **トラップ部**：トラップ管とその加熱部からなるもの。

- a) **トラップ管**：捕集管と連結され、捕集管から脱着してきた測定対象物質をトラップするもので、常温あたりから-20~-100℃程度に冷却できるもの。（注12）

- b) **加熱部**：80℃/min 程度で加熱でき、かつ脱着流速が 30~50 mL/min 確保できるもの。

- 2) **クライオフォーカス部**：クライオフォーカスとその加熱部からなるもの。

- a) **クライオフォーカス装置**：キャピラリーカラムの直前で冷却して測定対象物質をクライオフォーカスできるもの。

b) 加熱部：250°C/min で加熱でき、スプリットが可能な流速が確保されること。

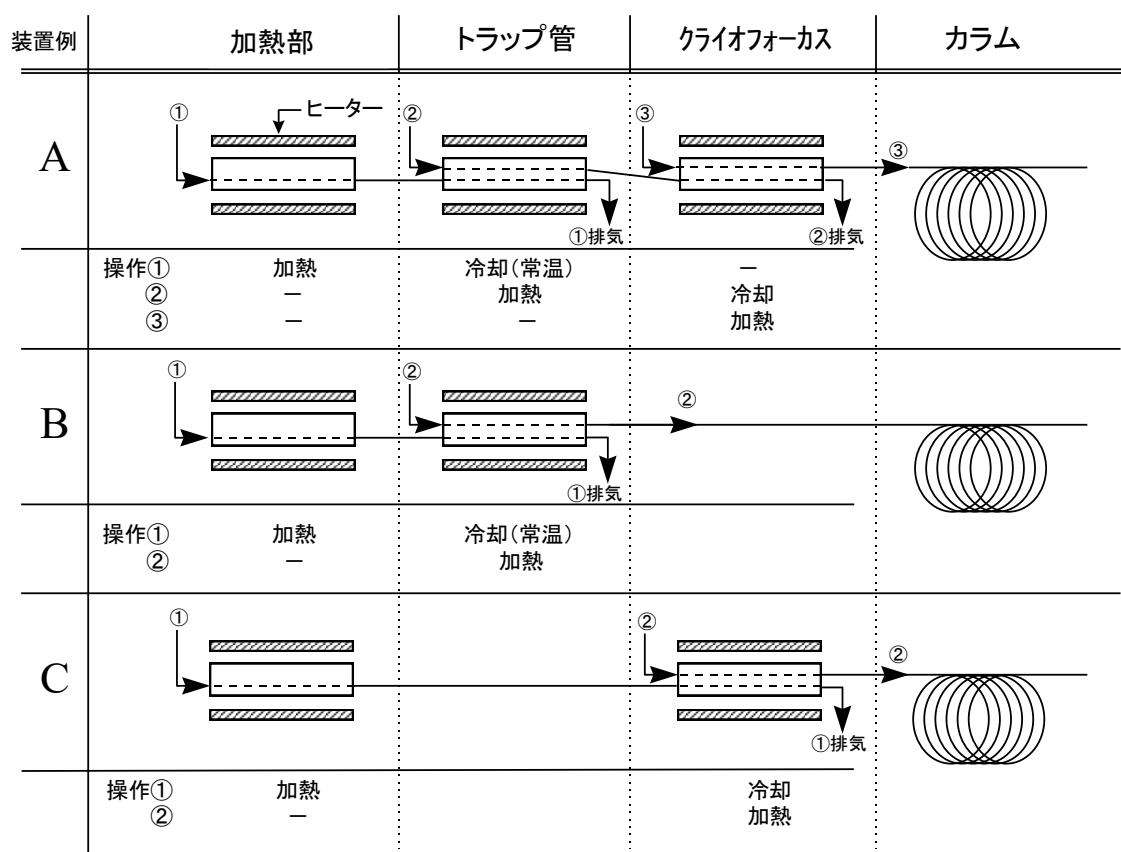


図2 試料導入装置の例

#### (4) ガスクロマトグラフ-質量分析計 (GC-MS) (注 13)

##### 1) GC-MS 装置

- 試料注入口：スプリットまたはスプリットレス注入が可能なもの。
- カラム恒温槽：恒温槽の温度を 35～300°C の範囲で制御できるもの。また、測定対象物質を最適に分離出来る昇温プログラムが作成可能なもの。
- カラム：内径 0.2～0.32 mm、長さ 25～60 m の熔融シリカ製のものであって、内面にジメチルポリシロキサンまたは 5%フェニル-ジメチルポリシロキサンを 0.25～1.5 μm の膜厚で被覆したキャピラリーカラム、またはこれと同等の分離性能を有するもの。
- インターフェース部：温度を 200～300°C 程度に保つことができるもの。
- イオン源：温度を 160～300°C に保つことができ、イオン化電圧は 70 eV 程度のもの。
- 検出器 (MS)：EI 法が可能で、SIM もしくは Scan モードが可能なもの。
- キャリアーガス：ヘリウム等 (純度 99.999 vol% 以上、注 14)。1 mL/min 程度。
- 測定質量数：各測定対象物質の測定用質量数は表 1 による。

表1 各測定対象物質の測定用質量数

測定対象物質	質量数
トルエン	65, 91, 92
<i>o</i> -, <i>m</i> -, <i>p</i> -キシレン	91, 105, 106
エチルベンゼン	65, 91, 106
スチレン	51, 78, 104
パラジクロロベンゼン	111, 146, 148
テトラデカン	43, 57, 71
トルエン- <i>d</i> <sub>8</sub>	70, 98, 100

## 2) GC-MS の分析条件の設定と機器の調整

GC-MS の分析条件の一例を以下に示す。

カラム温度	: 40°C (1 分間保持) → (5°C/min) → 280°C (4 分間保持)
注入口温度	: 250°C
試料注入法	: スプリット (スプリット比 1 : 5~1 : 100)
インターフェース温度	: 250°C
イオン源温度	: 200°C

\*MS に質量校正用標準物質 (PFTBA または PFK) を導入し、マスパターン及び分解能 (質量数 ( $m/z$ ) = 18~300 程度の範囲で 1 質量単位 (amu) 以上) 等を測定目的に応じて所定の値に校正する。質量校正結果は測定結果と共に保存する。(注 15)

## 3. 2. 4 試料採取および試験液の調製

### (1) 試料採取

空気試料の採取は、室内では居間及び寝室 2 カ所ならびに室外 1 カ所の計 3 カ所について、それぞれ 2 回ずつ採取する。

#### 1) 室内空気の採取

- 新築住宅における試料の採取 (概ね 30 分間採取) : 試料採取装置を用いて、概ね 30 分間、採取量が 1~5 L になるように流量を設定して採取する。試料採取後、捕集管はアルミ箔等で遮光した後、両端を密栓し、活性炭入り保存容器に入れて分析時まで保存する。(注 16) (注 17)
- 居住住宅における試料の採取 (24 時間採取) : 試料採取装置を用い 24 時間、採取量が 5~20 L になるように流量を設定して採取する。試料採取後、捕集管はアルミ箔等で遮光した後、両端を密栓し、活性炭入り保存容器に入れて分析時まで保存する。(注 16) (注 17)

#### 2) トラベルブランク : トラベルブランク試験用として未使用の密栓した捕集管を用い、試料採取操作を除いて、室内空気の試料採取用の捕集管と同様に持ち運び、取り扱う。この操作は、1 住宅の室内試料採取において 1 試料以上もしくは一連の試料採取において試料数の 10% 程度の頻度で実施する。(注 18)

#### 3) 2 重測定用捕集管 : 試料は、室内の 2 カ所及び室外 1 カ所でそれぞれ 2 回ずつ採取し、2 重測定 ( $n=2$ ) の意味を持たせる。2 重測定のための試料採取は、1 住宅の室内試料採取において 1 試料もしく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) 検量線用混合標準捕集管系列の調製

3. 2. 2 (3) または (4) の標準溶液を用い、図 3 の例に示すように、検量線作成用 T 字管に高純度窒素ガス及び捕集管を連結し、高純度窒素ガスを 20~50 mL/min の流速で流しながら標準溶液の 1~10  $\mu$ L を段階的に採り、捕集管の間近にマイクロシリンジを用いて注入し、さらに数分間通気して標準物質捕集管を調製する。同様の操作を数本について行い、混合標準捕集管系列を調製する。

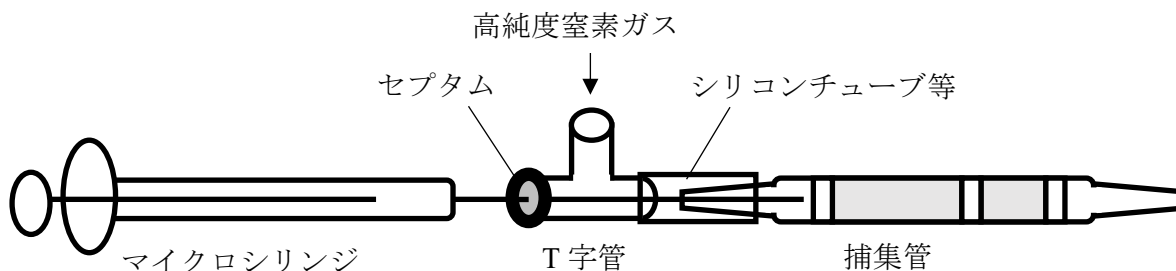


図3 検量線作成用 T 字管の接続例 (注 19) (注 20)

### (3) 試験捕集管の調製

- 1) 試料空気捕集管の調製：図3の例に示すように、試料を採取した捕集管に検量線作成用 T 字管及び高純度窒素ガスを連結し、毎分 10~30 mL 程度の高純度窒素ガス等を流しながら、内標準溶液をマイクロシリンジで注入して捕集管に吸着させる。
- 2) 操作ブランク試験捕集管の調製：試料空気用の捕集管と同一の捕集管について 3. 2. 4 (3) 1) と同様の操作を一連の操作の中で 1 回以上行い、操作ブランク試験捕集管を調製する。(注 21)
- 3) トラベルブランク試験捕集管の調製：トラベルブランク試験用の捕集管については 3. 2. 4 (3) 1) と同様の操作を行い、トラベルブランク試験捕集管を調製する。(注 22)
- 4) 2重測定用試験液の調製：2重測定用の捕集管について 3. 2. 4 (3) 1) と同様の操作を行い、2重測定用試験液を調製する。

### 3. 2. 5 試験操作

#### (1) 検量線用混合標準捕集管系列の試験

- 1) 測定：3. 2. 4 (2) で調製した混合標準捕集管系列を試料導入装置に装着し、GC-MS による測定を行う。3. 2. 3 (6) 1) h) で設定した各測定対象物質の測定用質量数毎のクロマトグラムを記録する。
- 2) 測定対象物質の保持時間の確認：3. 2. 4 (2) で調製した検量線用混合標準捕集管系列の中から、各測定対象物質の中間程度における濃度のクロマトグラムをもとに測定対象物質の保持時間を確認する。(注 23)
- 3) 測定対象物質の検量線作成用質量数の決定：3. 2. 3 (6) 1) h) で設定した各測定対象物質の質量数から検量線作成に用いる定量用質量数と確認用質量数を決定する。
- 4) 検量線の作成：各測定対象物質の定量用質量数と内標準物質の定量用質量数のピーク面積またはピーク高さの強度比を求め、そのピーク面積またはピーク高さの比と各測定対象物質の濃度とにより検量線を作成する。(注 24)

#### (2) 試料空気の試験

- 1) 測定：3. 2. 4 (3) 1) で調製した捕集管を試料導入装置に装着し、GC-MS による測定を行う。
- 2) 対象化学物質の確認：3. 2. 3 (6) 1) h) で設定した各測定対象物質の定量用質量数及び確認用質量数によるクロマトグラムを記録し、ピーク面積またはピーク高さの強度比を算出する(注 25)
- 3) 定量：検出された各測定対象物質の定量用質量数と内標準物質の定量用質量数のピーク面積またはピーク高さの強度比を求め、3. 2. 5 (1) 4) により作成した検量線を用いて、注入した試料空気の試験溶液中における各測定対象物質の重量 (As : ng) を求める。(注 26)

#### (3) 操作ブランク試験

3. 2. 4 (3) 2) で調製した操作ブランク試験捕集管を試料導入装置に装着し、3. 2. 5 (2) の操作を行って各測定対象物質の操作ブランク値を求める(注 27)。

#### (4) トラベルブランク試験

3. 2. 4 (3) 3) で調製したトラベルブランク試験捕集管について 3. 2. 5 (1) の操作を行い、注入した試験液中の各測定対象物質の重量を測定する。本試験は 1 試料以上を測定

し、平均値をトラベルブランク値 (At : ng) とする。(注 28)

**(5) 2重測定**

3. 2. 4 (3) 4) で調製した 2 重測定用試験液について 3. 2. 5 (2) の操作を行って、各測定対象物質の重量を測定する。(注 29)

**(6) GC-MS 装置の感度試験**

混合標準補修管系列の中から中間程度の濃度のものを選び、3. 2. 5 (1) の操作を行って感度の変動を確認する。この確認は 1 日に 1 回以上行う。(注 30)

**3. 2. 6 濃度の算出**

3. 2. 5 で得られた結果から、次式を用いて空気中の各測定対象物質の濃度を算出する。

$$C = \frac{(As - At)}{V \times 293 / (273 + t) \times P / 101.3}$$

C : 20°Cにおける空気中の各測定対象物質の濃度 (µg/m<sup>3</sup>)

As : GC-MS に注入した試料中の各測定対象物質の重量 (ng)

At : 各測定対象物質のトラベルブランク値 (ng)

操作ブランク値と同等と見なせる場合は操作ブランク値を用いる。

V : ガスメータで測定した捕集量 (L)

t : 試料採取時の平均の気温 (°C)。湿式型積算流量計を使用しているときには、積算流量計の平均水温 (°C)

P : 試料採取時の平均大気圧 (kPa)。湿式型積算流量計の場合には (P-Pw) を用いる。ここで、Pw は試料採取時の平均気温 t での飽和水蒸気圧 (kPa)

結果には個々の値をそれぞれ記載する。

**3. 2. 7 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) の混合標準捕集管系列について、3. 2. 5 (2) の操作を行って測定値 (A : ng) を求め、(As-At) に A を代入して、3. 2. 6 の濃度の算出式より空気濃度を算出する (但し、V=5 L (新築) または 20 L (居住)、t=20°C、P=101.3 kPa とする)。5 試料以上を測定して求めた標準偏差 (s) から次式により、各測定対象物質の検出下限値及び定量下限値を算出する。ただし、操作ブランク値のある物質では操作ブランク値を測定し、混合標準捕集管系列と操作ブランク値のうち、大きい方の標準偏差を用いて計算する。(注 31)

この測定は機器の分析条件を設定した場合など必要に応じて必ず 1 回以上行う。

$$\text{検出下限値} = 3s \quad (\mu\text{g}/\text{m}^3)$$

$$\text{定量下限値} = 10s \quad (\mu\text{g}/\text{m}^3)$$

目標定量下限値は指針値の 1/10 とする。

- 注 1 : 本法は ISO16017 に対応する。
- 注 2 : 居住住宅では、ここで述べられた方法と同様の信頼性が確保できる場合、拡散吸着法によって試料空気を採取しても良い。ただし、新築住宅では、拡散吸着法を用いた試料採取による測定は困難である。
- 注 3 : 捕集された揮発性有機化合物のほとんどが測定可能である。室内空気中の揮発性有機化合物は濃度範囲が広いので、濃度が高い物質では測定に際して内径の小さいカラムでは過負荷になり、検量線の範囲をはずれる恐れもあるので注意する。
- 注 4 : 試料採取量、濃縮操作及び GC-MS の条件等によって測定感度は異なるので、ここに示した濃度を目安に適宜変えてもよい。また、市販の標準原液（混合標準原液）を用いても良い。ただし、精度保証されているものが望ましい。
- 注 5 : 精製空気を使用してもよい。有機化合物を含有しないことが重要であり、測定対象以外の物質については全炭化水素で 0.01 ppm 以下、一酸化炭素 0.05 ppm 以下、二酸化炭素 0.3 ppm 以下、水分濃度 2 ppm 以下（露点-70℃以下）で純度 99.999%以上のものが望ましい。
- 注 6 : 以下のような市販品の組み合わせがある。  
 Tenax GR+Carbopack B  
 Carbopack B+Carbosive SIII or Carboxen 1000  
 Carbopack C+Carbopack B or Carboxen 1000  
 Tenax TA
- 注 7 : 新しく調製または購入した捕集管は十分空焼きした後、同一の洗浄ロットから少なくとも 10%以上の割合でブランク値の測定を行い、目的定量下限値よりも十分低い値であることを確認する。なお、300℃を超える温度で長時間空焼きすると炭素の酸化が進み、カーボンモレキュラシーブの性能が変化することがあるので注意する。
- 注 8 : 過塩素酸マグネシウムは元素分析用（粒径 300~700 μm）を用いる。
- 注 9 : ポンプ、マスフローコントローラー及びガスメータは一体型を用いて構わない。
- 注 10 : 試料導入装置には複数のタイプがあり、それぞれに最適条件を設定する。第 1 は、捕集管が試料導入装置に装着されると流路が確保され、加熱して脱着してトラップ管にいったん再捕集後、さらにトラップ管を加熱してクライオフォーカスに捕集し、さらに加熱してキャピラリーカラムに導入する方式である。第 2 には、捕集管が試料導入装置に装着されると流路が確保され、加熱して脱着してトラップ管またはクライオフォーカスに再捕集した後、いずれかを加熱してキャピラリーカラムに導入する方式である。
- 注 11 : ガラス製または熔融シリカ製の中空管または吸着剤を充填したトラップ管では冷却を要しない装置もある。また、トラップ管の冷却、加熱条件等は導入装置毎に決定する必要がある。市販の装置ではこれらの条件は提示されている場合が多い。
- 注 12 : トラップ管には石英等の不活性物質を詰めることもあるが、吸着剤を充てんする場合もある。その充てん剤は温度（-20℃程度の低温）でも破過を起こすことがあるので注意する必要がある。
- 注 13 : 対象成分が十分に分離出来れば、カラムの種類及び温度条件等は任意に設定して良い。ただし、設定した条件において、測定対象物質のピークが分離し、定量が可能であることをあらかじめ確認する。なお、キシレンは合算値として定量するため *m*-及び *p*-キシレンのピークが分離しなくても良い。
- 注 14 : 水素や窒素を用いても良い。また、純度については 99.999%以上のものが望ましいが 99.999%未満のものを使用する場合は妨害がないことを予め確認すること。
- 注 15 : 機器に付属の質量校正プログラムやチューニングメソッドを使用することが望ましい。
- 注 16 : 吸引側及び空気取り入れ側を明確にしておく。
- 注 17 : 試料採取時に湿度が高い場合、3. 2. 3 (2) 2) で示した除湿管を使用しても良い。ただし、測定対象物質が除湿管に吸着しないことをあらかじめ確認すること。
- 注 18 : 室外で塗装工事等が行われており、室内より室外での化学物質濃度が高いと考えられる場合は、室内の他に室外におけるトラベルブランクも併せて採取することが望ましい。
- 注 19 : 市販の検量線作成ツールを用いても良い。

- 注 20 : 試料を添加する際には、シリンジの針先を捕集管内の吸着剤付近まで差し込むことが望ましい。
- 注 21 : 分析環境から試験操作過程で汚染されることがあるので、操作ブランクを一連の測定操作の中で少なくとも 1 回以上実施する。
- 注 22 : 空気試料の測定における一連の過程（準備—機器の運搬—試料採取—持ち帰り—前処理—測定）において、捕集管が化学物質で汚染された空気に曝露される可能性があるため、試料採取時の記録を参考にして試験の頻度を考慮する。
- 注 23 : 測定対象物質それぞれの標準溶液を用いて確認する。
- 注 24 : *m*-及び *p*-キシレンのピークが分離しない場合、1 つのピークと見なして定量しても良いが、検量線における設定濃度（添加量）に留意すること。
- 注 25 : 定量用質量数のピークに対する他イオンからの影響を判断するために行う操作であり、強度比が検量線作成時と大きくかけはなれている場合は、まず、装置の性能を確認するために再度標準試料を測定して強度比を算出する。その強度比が 90~110% の範囲内であれば、測定済み試料のクロマトグラムのベースライン等を再検討したり、かけ離れた原因をチェックして再分析を行い、その強度比が検量線作成時と大きくかけはなれないことを確認する。
- 注 26 : 室内空気中の各対象化合物の濃度は範囲が広いことが予想されるため、定量上限を明確に把握しておくことが必要である。試料空気の測定値が作成した検量線の直線範囲からはずれている場合は、分析の諸条件を検討したうえで検量線を作成し直し、再度測定する。
- 注 27 : 操作ブランク測定は試料測定に先立って行い、操作ブランク値を大気濃度に換算した値が目標定量下限値を超える場合には、再洗浄や機器の調製を行った後、再度測定し、操作ブランク値を十分低減してから試料を測定する。
- 注 28 : 測定対象物質のトラベルブランク値が操作ブランク値と同等（等しいか小さい）とみなせる場合には、移送中の汚染は無視できるものとして試料の測定値から操作ブランク値を差し引いて濃度を計算する。移送中の汚染がある場合には、3 試料以上のトラベルブランク値を測定した時の標準偏差 (s) から求めた定量下限値 (10s : 大気濃度への換算値) が目標定量下限値以下の場合、及びトラベルブランク値による定量下限値が目標定量下限値より大きくても、試料の測定値がトラベルブランク値による定量下限値以上の場合には、試料の測定値からトラベルブランク値を差し引いて濃度を計算する。  
移送中の汚染が疑われ、トラベルブランク値による定量下限値が目標定量下限値より大きく、さらに試料の測定値がトラベルブランク値による定量下限値より小さい場合は、原則として欠測扱いとする。この場合、汚染の原因を取り除いた後、再度試料採取から行う。
- 注 29 : 定量下限値以上の濃度の測定対象物質に対して、測定値平均とそれぞれの測定値の間に  $\pm 15\%$  以上の開きがある場合は、原則欠測扱いとして、その原因をチェックし、再度試料採取を行う。
- 注 30 : 内標準物質の感度が検量線作成時の感度と大きく異なることを確認する。また、内標準物質との相対感度が検量線作成時の相対感度に対して  $\pm 20\%$  以内の変動であることを確認し、これを越えて感度の変動する場合には、その原因を取り除き、それ以前の試料を再測定する。さらに、保持時間については、比較的短い間に変動（通常、1 日に保持時間が  $\pm 5\%$  以上、内標準物質との相対保持比が  $\pm 2\%$  以上）する場合には、その原因を取り除き、それ以前の試料の再測定を行う。
- 注 31 : 測定対象物質のいずれかの定量下限値が目標下限値より大きい場合には、試薬、器具、機器の汚染等を確認して、目標下限値以下となるようにする。