

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)
分担研究報告書

室内空気汚染化学物質の標準試験法の開発・規格化および国際規制状況に関する研究

室内空気環境汚染化学物質の標準試験法の国内規格化

研究分担者 香川(田中) 聡子 横浜薬科大学薬学部 教授
研究協力者 神野 透人 名城大学薬学部 教授

要旨：シックハウス対策として1997年より Formaldehyde や Toluene など13物質に室内濃度指針値が、総揮発性有機化合物に暫定目標値が定められ、2019年1月には Xylene, Di-*n*-butyl phthalate および Di-(2-ethylhexyl) phthalate の指針値が改定された。本化学物質リスク研究事業において、室内濃度指針値策定物質である Toluene、*o*-, *m*-, *p*-Xylene、Ethylbenzene、Styrene、*p*-Dichlorobenzene および Tetradecane を対象として2019年1月に改定された新指針値に対応する加熱脱離法に基づく標準試験法が策定された。そこで、策定された標準試験法の国内規格化を目的として、標準試験法とその注解を日本薬学会編 衛生試験法・注解 2020 追補 2022 に記載した。

研究協力者：

酒井信夫(国立医薬品食品衛生研究所), 遠藤治(麻布大学生命・環境科学部), 鳥羽陽(長崎大学・医歯薬学総合研究科(薬学系)), 中島大介(国立環境研究所), 田原麻衣子(国立医薬品食品衛生研究所), 大嶋直浩(国立医薬品食品衛生研究所), 大貫文(東京都健康安全研究センター), 斎藤育江(東京都健康安全研究センター), 千葉真弘(北海道衛生研究所), 大泉詩織(北海道衛生研究所), 田中礼子(横浜市衛生研究所), 山之内 孝(横浜市衛生研究所), 河村伊久雄(横浜薬科大学部), 小池加那子(横浜薬科大学部), 高橋直也(横浜薬科大学部), 中嶋康一郎(横浜薬科大学部)

A. 研究目的

ヒトが一日の大部分を過ごす「室内」の空気は化学物質への曝露の観点から極めて重要な曝露媒体である。室内空気中の化学物質はシックハウス症候群や喘息などの疾病の病因あるいは増悪因子となることから室

内空気質に強い関心が寄せられている。また、室内環境における慢性的な化学物質曝露という点からも、室内空気質に対する注目が高まっている。1997年より室内空気汚染対策として、ホルムアルデヒドやトルエン等13物質に室内濃度指針値が、総揮発性有機化合物に暫定目標値が定められており、2019年1月には Xylene、Di-*n*-butyl phthalate および Di-(2-ethylhexyl) phthalate の指針値が改定された。居住環境の室内空気がこれら化学物質の指針値あるいは暫定目標値を満たしているか否かを評価するためには、標準化された室内空気の測定法、すなわち採取方法ならびにその分析方法によって得られた結果に基づいて判断することが必要である。本研究では、指針値の策定されている揮発性有機化合物 Toluene、*o*-, *m*-, *p*-Xylene、Ethylbenzene、Styrene、*p*-Dichlorobenzene および Tetradecane を対象として、最新の分析技術を基に汎用性の高い標準試験法として策定された固相吸着—加熱脱離—ガスクロマトグラフィー/質

量分析法の国内規格化を目的とする。

B. 方法

厚生労働省の室内空气中化学物質の測定マニュアル²⁾を基に取り纏めた標準試験法を日本薬学会編 衛生試験法・注解 2020 追補 2022 に収載すべく標準試験法とその注解を編集した。

C. 結論

室内濃度指針値策定物質である揮発性有機化合物 Toluene、*o* -, *m* -, *p* - Xylene、Ethylbenzene、Styrene、*p*-Dichlorobenzene および Tetradecane を対象として、汎用性の高い標準試験法として策定された固相吸着—加熱脱離—ガスクロマトグラフィー／質量分析法の国内規格化を目的として、日本薬学会編 衛生試験法・注解 2020 追補 2022 に標準試験法とその注解を収載した。なお、その内容を別添に示す。

D. 参考文献

1. 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 23 回までのまとめ、平成 31 年 1 月 17 日 <https://www.mhlw.go.jp/content/000470188.pdf>
2. 「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～第 7 回のまとめについて」 <http://www.mhlw.go.jp/houdou/0107/h0724-1.html>

E. 健康危険情報

なし

F. 研究発表

1. 論文発表

- 1) Fujinami K, Dan K, Tanaka-Kagawa T, Kawamura I. Anti-aging effects of polyoxometalates on skin. *Applied*

Sciences,

<https://doi.org/10.3390/app112411948>

(2021).

- 2) Hanioka N, Saito K, Isobe T, Ohkawara S, Jinno H, Tanaka-Kagawa T. Favipiravir biotransformation in liver cytosol: Species and sex differences in humans, monkeys, rats, and mice. *BiopharmDrug Dispos*, 42(5), 218-225 (2021).

2. 学会発表

- 1) 高橋直也, 中嶋康一郎, 大河原晋, 河村伊久雄, 三浦伸彦, 森葉子, 磯部隆史, 埴岡伸光, 神野透人, 香川(田中)聡子: Matrix metalloproteinases のヒト気管および肺組織における発現個体差第 48 回日本毒性学会学術年会, 神戸, 2021 年 7 月
- 2) 中嶋康一郎, 高橋直也, 河村伊久雄, 三浦伸彦, 森葉子, 楠木麻菜美, 加藤水基, 磯部隆史, 大河原晋, 埴岡伸光, 神野透人, 香川(田中)聡子: ヒト気管および肺組織における Glucagon-like peptide-1 受容体の発現とその個体差, フォーラム 2021 衛生薬学・環境トキシコロジー, 船橋, 2021 年 9 月
- 3) 高橋直也, 中嶋康一郎, 河村伊久雄, 三浦伸彦, 森葉子, 磯部隆史, 大河原晋, 埴岡伸光, 神野透人, 香川(田中)聡子: 気道リモデリングに関与する生体内因子の遺伝子発現レベルとその個体差, フォーラム 2021 衛生薬学・環境トキシコロジー, 船橋, 2021 年 9 月
- 4) 藤波克之, 団克昭, 香川(田中)聡子, 河村伊久雄: 真菌・抗ウイルス活性を発揮するポリ酸化合物 (PM) の実用化に向けた機能性評価, フォーラム 2021 衛生薬学・環境トキシコロジー, 船橋, 2021 年 9 月
- 5) 酒井信夫, 田辺新一, 金炫兌, 伊藤一秀,

- 田原麻衣子, 大嶋直浩, 斎藤育江, 香川(田中)聡子, 神野透人, 五十嵐良明: ISO 16000-33: GC/MS を用いたフタル酸エステル類の定量の改訂について, 2021年室内環境学会学術大会, 京都, 2021年12月
- 6) 小池加那子, 河村伊久雄, 三浦伸彦, 森葉子, 磯部隆史, 大河原晋, 埴岡伸光, 神野透人, 香川(田中)聡子: ヒト組織における Vitamin D 受容体の発現とその個体差, 日本薬学会第142年会, 名古屋, 2022年3月
- 7) 中嶋康一郎, 高橋直, 河村伊久雄, 三浦伸彦, 森葉子, 磯部隆史, 大河原晋, 埴岡伸光, 神野透人, 香川(田中)聡子: ヒト組織における Glucagon-like peptide-1 受容体の発現とその個体差, 日本薬学会第142年会, 名古屋, 2022年3月
- 8) 森葉子, 青木明, 岡本誉士典, 磯部隆史, 大河原晋, 埴岡伸光, 香川(田中)聡子, 神野透人: フタル酸エステル類による TRPA1 活性化の種差, 日本薬学会第142年会, 名古屋, 2022年3月
- 9) 酒井信夫, 田原麻衣子, 大嶋直浩, 大貫文, 斎藤育江, 千葉真弘, 大泉詩織, 田中礼子, 山之内孝, 遠藤治, 鳥羽陽, 中島大介, 藤森英治, 神野透人, 香川(田中)聡子, 空気試験法: 揮発性有機化合物・捕集剤による乾式採取(アクティブ法)-加熱脱離-ガスクロマトグラフィー/質量分析法による定量(新規), 日本薬学会第142年会, 名古屋, 2022年3月
- 10) 古田貴大, 上野朱璃, 金井智久, 川端雄資, 宇津木貴子, 白畑辰弥, 中森俊輔, 小西成樹, 香川(田中)聡子, 神野透人, 小林義典: TRPV1 構造活性相関解明に向けた7位-Evodiamine 誘導体の不斉合成研究とその水溶性, 日本薬学会第142年会, 名古屋, 2022年3月
- 11) 金井智久, 中森俊輔, 平岡恵美, 白畑辰弥, 小西成樹, 香川(田中)聡子, 神野透人, 小林義典: 二量体 Nuphar alkaloids (16種類) の TRPV1 活性化能に関する構造活性相関の解明, 日本薬学会第142年会, 名古屋, 2022年3月

著書

- 1) 香川(田中)聡子, 遠藤治, 酒井信夫, 神野透人, 鳥羽陽, 中島大介, 藤森英治: 空気試験法 有機物質 揮発性有機化合物 捕集剤による乾式採取法(アクティブ法)ーガスクロマトグラフィー/質量分析法による定量, 固相吸着-加熱脱離ーガスクロマトグラフィー/質量分析法による定量, 日本薬学会編 衛生試験法・注解 2020 追補 2022 (2022)

G. 知的財産権の出願・登録状況 (予定を含む)

特許取得

なし

実用新案登録

なし

(別添)

4.4.5 有機物質

13) 揮発性有機化合物

(3) 捕集剤による乾式採取法(アクティブ法)ーガス クロマトグラフィー/質量分析法による定量

(3)-2 固相吸着-加熱脱離ーガスクロマトグラフィー /質量分析法による定量¹⁾(新規)

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およびテトラデカンによる室内空気の汚染を把握するための測定に適した方法である。吸着剤を充てんした捕集管に室内空気または外気を一定流量で吸引し, 測定対象物質を捕集する。捕集管を試料導入装置(加熱脱離装置)に装着し, 加熱により気化した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²⁾³⁾。

【試薬】① メタノール: 測定対象物質およ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およ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 混合標準溶液: 揮発性の低い物質から順に 100 mg を精秤し 100 mL のメスフラスコに入れ, メタノールで 100 mL とし混合標準原液とする(1000 µg/mL)⁴⁾。この混合標準原液をさらにメタノールで希釈し, 100 および 10 µg/mL 溶液を調製する。

④ 内標準物質(トルエン-*d*₈): 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

⑤ 内標準溶液: 内標準物質 100 mg を精秤し, メタノールを加えて 100 mL とし内標準原液とする(1000 µg/mL)⁴⁾⁵⁾。この内標準原液をさらにメタノールで希釈し, 100 µg/mL 溶液を調製する。

⑥ 高純度 N₂ ガス: 測定対象物質および内標準物質クロマトグラムに妨害を生じないもの⁶⁾

【装置および器具】① マイクロシリンジ: 容量 1~10 µL または 10~100 µL が量りとれるもの

② 試料採取装置: 試料採取装置は, 捕集管, 流量調節装置, ポンプおよびガスメーターを連結したものである。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よい。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。また, 試料採取にあたって装置を組み立てたのち, 漏れのないことを確認する。

i) 捕集管: 内径 3~5 mm 程度のガラス製またはステンレス鋼製の管に測定対象物質を吸着・保持し, かつ加熱による脱離を十分に行うことができる粒径 60~80 メッシュ(0.2~0.3 mm)の吸着剤を充てんし, 両端を石英ウールまたはステンレス鋼製金網で押さえたもの, 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⁷⁾。捕集管を清浄にするための前処理として, 加熱炉に捕集

管を装着し, 高純度 N₂ ガスなどを毎分 50 mL 程度で流して捕集管内の空気を十分置換したのち, 高純度 N₂ ガスなどを流したまま 300°C 程度で 2 時間以上加熱洗浄し, 冷

却後, 両端を密栓する。前処理後の捕集管は活性炭入りの密閉できるガラス製または金属製の容器などに保存する。なるべく使用直前に前処理を行う。両端を溶封したものは, 長期間の保存が可能である⁸⁾。

ii) 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約 15 g を充てんし, 両端を石英ウールなどで押さえたもの。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⁹⁾。

iii) 流量調節装置: 流量を 2~200 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¹⁰⁾

iv) ポンプ: ダイアフラム型などの密閉式のポンプで, 捕集管を付けた状態で 2~200 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¹⁰⁾

v) ガスメーター: 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, 流量調節装置の流量制御範囲で精度よく作動する性能を有するもの¹⁰⁾

③ 試料導入装置: 試料導入装置の例を図 4.4.5-7 に示す。捕集管の加熱部と, 再捕集部(トラップ部およびクライオフォーカス部, またはそのいずれか)が組み込まれたもの¹¹⁾

試料導入装置の加熱部に装着した捕集管を加熱し, 脱離した測定対象物質を再捕集部で濃縮したのち, 再捕集部を急速に加熱して気化した測定対象物質を 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, または適当な吸着剤などを充てんした内径 2 mm 以下の細管を取り付け, これらの再捕集部をベルチェ式冷却装置または液体窒素などで-10°C以下に温度制御でき, かつ 80°C/min 程度の昇温速度で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。さらに, 捕集管の加熱部および, または再捕集部の後段でスプリットができる装置を備えたもの¹²⁾

i) 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: 加熱した捕集管から脱離してきた測定対象物質を再捕集するもので, 常温あたりから-10~-50°C程度に冷却できるもの¹³⁾, かつ 30~50 mL/min の流量の脱離ガスが確保できるもの

b) 加熱部: 80°C/min 程度の昇温速度で加熱できるもの

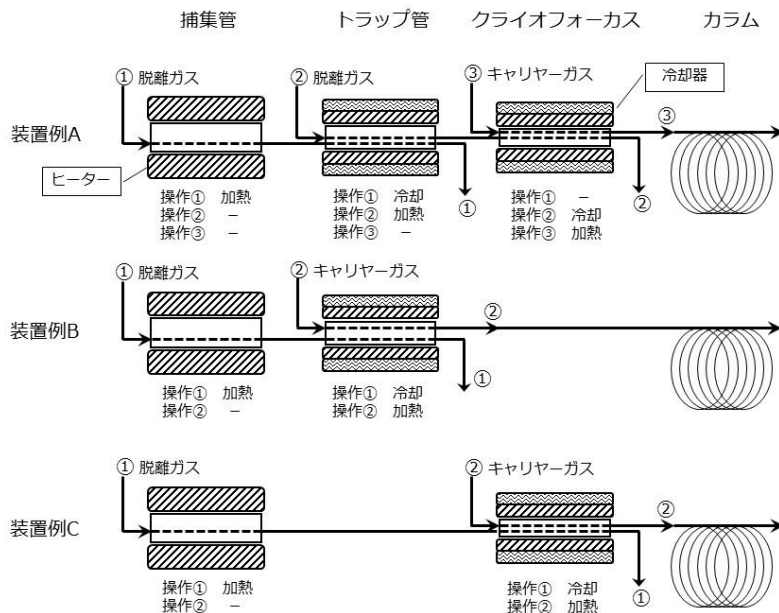


図 4.4.5-7 試料導入装置の例

ii) クライオフォーカス部：クライオフォーカス装置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前段で中空細管を液体窒素などで冷却して、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 程度の昇温速度で急速に加熱できるもの

iii) 試料導入装置の分析条件の設定

試料導入装置の分析条件の一例を以下に示す

脱離温度	: 280°C
脱離時間	: 8 min
脱離ガス	: He
脱離ガス流量	: 50 mL/min
トラップ冷却温度	: -20°C
トラップ加熱温度	: 280°C
トラップ加熱時間	: 5 min
ライン温度	: 250°C
バルブ温度	: 250°C

④ ガスクロマトグラフ/質量分析計¹⁴⁾：☞ 4.4.5 13) (1) [装置および器具] ③ に同じ

【試料の採取】空気試料の採取は、室内では居間および寝室 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。試料採取後、捕集管はアルミ箔などで遮光したのち、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¹⁵⁾¹⁶⁾。

① 室内空気の採取 i) 新築住宅における試料の採取 (おおむね 30 分間採取)：試料採取装置を用い、おおむね 30 分間の採取量が 1~5 L になるように流量を設定して採取する¹⁵⁾¹⁶⁾。ii) 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 時間の採取量が 5~20 L になるように流量を設定して採取する¹⁵⁾¹⁶⁾。

② トラベルブランク：トラベルブランク試験用として、加熱洗浄し密栓した捕集管を用い、試料採取操作を除いて、室内空気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 試料以上また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¹⁷⁾。

③ 2 重測定用捕集管：試料は、室内の 2 カ所および室外 1 カ所ですべてそれぞれ 2 回ずつ (2 併行で) 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 試料また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。

【検量線用混合標準濃度系列捕集管の調製】① 混合標準原液 (1000 µg/mL) または混合標準溶液 (100 µg/mL または 10 µg/mL) の適量を 20 mL のメスフラスコに段階的にとり、それぞれに内標準原液 (1000 µg/mL) 2 mL を添加したのちにメタノールを加えて定容とし、検量線用混合標準濃度系列を調製する。

② 検量線用混合標準濃度系列の添加による検量線用捕集管の調製：捕集管を検量線作成用 T 字管に連結し、高純度 N₂ ガスを通気しながら、① で調製した混合標準濃度系列 1~2 µL をマイクロシリンジを用いて注入、または、捕集管に充てんした吸着剤に直接添加したのちに通気する¹⁸⁾。通気は高純度 N₂ ガスを毎分 30~100 mL の流速で 3~5 分間行う。5 段階程度の検量線用混合標準濃度系列捕集管を調製する。

【試験用捕集管の調製】① 空気試料試験用捕集管の調製：空気試料を採取した捕集管を検量線作成用 T 字管に連結し、毎分 10~30 mL 程度の高純度 N₂ ガスを流しながら、内標準溶液 (100 µg/mL) 1 µL をマイクロシリンジで注入して捕集管に吸着させる。

② 操作ブランク試験用捕集管の調製：空気試料用の捕

集管と同一の未使用の捕集管について①と同様の操作を一連の操作の中で1回以上行い、操作ブランク試験用捕集管を調製する¹⁹⁾。

③ トラベルブランク試験用および2重測定用捕集管の調製：トラベルブランク試験用および2重測定用の捕集管について①と同様の操作を行い、それぞれトラベルブランク試験用捕集管²⁰⁾および2重測定用捕集管を調製する。

【試験操作】

ガスクロマトグラフィー/質量分析の条件

カラム：キャピラリーカラム，液相 100% dimethylpolysiloxane または，5% phenyl-dimethylpolysiloxane (0.2~0.32 mm i.d. × 25~60 m, 膜厚 0.25~1.5 μm)

カラム温度：40~280℃ (5℃/min, 昇温), 280℃ (4 min)

キャリアーガス²¹⁾ および流量：He, 全流量 1 mL/min

インターフェース温度：250℃

イオン源温度：200℃

イオン化電圧：70 eV

検出器：SIM またはマスクロマトグラフィーができるもの

モニターイオン：

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

定 量：試験用捕集管を試料導入装置に装着して前処理を行い，再捕集部の加熱により気化した測定対象物質をGC-MSに導入する。Scan法またはSIM法で各測定対象物質のモニターイオンを測定し，それぞれのイオンのクロマトグラムを記録する。得られたピークの保持時間と各測定対象標準物質の保持時間を比較し，保持時間が一致するピークの面積またはピーク高さを求め，内標準物質のピーク面積またはピーク高さとの比から，あらかじめ作成した検量線より各測定対象物質の重量 (ng) を求める²²⁾。

検量線の作成：各測定対象物質の定量イオンと内標準物質の定量イオン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重量とにより検量線を作成する²³⁾²⁴⁾。

計 算：25℃における空気中の各物質の濃度 (μg/m³) は，次式から求められる²⁵⁾。

$$C \text{ (}\mu\text{g/m}^3\text{)} = \frac{A_s - A_t}{V \times \frac{273 + 25}{273 + t} \times \frac{P}{101.3}}$$

C：25℃における空気中の各測定対象物質の濃度 (μg/m³)

A_s：試料中の各測定対象物質の重量 (ng)²⁶⁾

A_t：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²⁷⁾²⁸⁾。

V：空気捕集量 (L)

t：試料採取時の平均の気温 (℃)。湿式型ガスマーターを使用しているときには，ガスマーターの平均水温 (℃)

P：試料採取時の平均大気圧 (kPa)。湿式型ガスマーターの場合には (*P*-*P_w*) を用いる。ここで，*P_w* は試料採取時の平均気温 *t* (℃) での飽和水蒸気圧 (kPa)

【注解】

- 1) 本法はISO16017に対応する (文献1)。
- 2) 居住住宅では，本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空気試料を採取してもよい。ただし，新築住宅では，試料採取時間が短いため，拡散吸着法を用いた試料採取による測定は困難である。
- 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おそれもあるので注意する。
- 4) 試料採取量，濃縮操作およびGC-MSの条件など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) を用いてもよい。ただし，精度が保証されているものが望ましい。
- 5) 市販の標準ガスを用いてもよい。ただし精度が保証されているものが望ましい。
- 6) 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。
- 7) 市販品には以下のような吸着剤の組み合わせで充てんされているものがある。
 Tenax GR + Carbopack B
 Carbopack B + Carbosive SIII or Carboxen 1000
 Carbopack C + Carbopack B or Carboxen 1000
 Tenax TA
- 8) 新しく調製または購入した捕集管は充てんされた吸着剤の耐用温度にて十分前処理したのち，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前処理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。
- 9) 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。市販の水分除去フィルター (ジーエルサ

イェンス)などを用いてもよい。ただし、測定対象物質の除湿管や石英ウールへの吸着の有無をあらかじめ確認すること

10) 質量流量センサーを内蔵したポンプが市販されている。

11) 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。第一は、捕集管が試料導入装置に装着されると流路が確保され、加熱脱離することにより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。第二には、捕集管が試料導入装置に装着されると流路が確保され、加熱脱離することによりトラップ管またはクライオフォーカスに再捕集したのち、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。

12) 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てん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、加熱条件など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。

13) トラップ管には石英など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。充てん剤によっては -20°C 程度の低温でも測定対象物質が破過を起こすことがあるので注意する必要がある。

14) 測定対象物質が十分に分離出来れば、カラムの種類および温度条件などは任意に設定してよい。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*-および *p*-キシレンのピークが分離しなくてもよい。

15) ポンプ側および空気取り入れ側を明確にしておく。

16) 試料採取時に湿度が高い場合、〔装置および器具〕②で示した除湿管を使用してもよい。

17) 室外で塗装工事などが行われており、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。

18) 試料を添加する場合は、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。市販の検量線作成ツール用装置を用いてもよい。

19) 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。

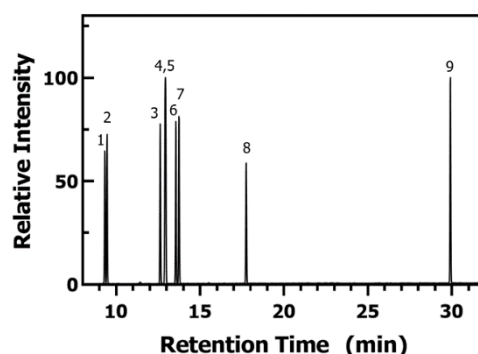
20) 空気試料の測定における一連の過程（準備—装置および器具の運搬—試料採取—持ち帰り—試験用捕集管の調製—測定）において、捕集管が化学物質で汚染された空気に曝露される可能性があるため、試料採取時の記録を参考にして試験の頻度を考慮する。

21) H_2 や N_2 を用いてもよい。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あらかじめ確認すること

22) 測定した空気試料における定量イオンと確認イオン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イオンと確認イオン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、クロマトグラムのベースライン分離条件などの再検討や、他の分析カラムによる定量を検討する。

23) 図IIにTICクロマトグラムの例を示す。*m*-および *p*-キシレンのピークが分離しない場合、1つのピークとみなして定量してもよいが、検量線における設定濃度（添加量）に留意すること



図II 揮発性有機化合物のTICクロマトグラムの例

1: トルエン-*d*₈, 2: トルエン, 3: エチルベンゼン,
4,5: *m*, *p*-キシレン, 6: スチレン, 7: *o*-キシレン,
8: パラジクロロベンゼン, 9: テトラデカン

24) 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。空気試料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。

25) 質量流量センサーを内蔵し、 25°C の温度換算機能を有するポンプで空気を捕集する場合は、平均温度で補正する必要はない。

26) 2重測定試験の結果、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。

27) 操作ブランク測定は試料測定に先立って行い、操作ブランク値を気中濃度に換算した値が目標定量下限値を超える場合には、再洗浄や機器の調整を行ったのち、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。

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: 気中濃度への換算値) が目標定量下限値以下の場合、およ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のち、再度試料採取から行う。

文 献

- 1) 厚生労働行政推進調査事業費補助金令和元年度総括・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 (研究代表者: 酒井信夫)」(2020)