

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 教授
研究協力者 神野 透人 名城大学薬学部 教授

研究要旨: シックハウス対策として 1997 年よりホルムアルデヒドやトルエンなど 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 月にはキシレン、フタル酸ジ-*n*-ブチルおよびフタル酸ジ-2-エチルヘキシルの指針値が改定された。本化学物質リスク研究事業では、田原らの分担研究課題において室内濃度指針値策定物質であるフタル酸ジ-*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標準試験法が評価された。そこで本研究では、評価された標準試験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 2024 に収載すべく、試験法ならびに注解を取り纏めた。

研究協力者:

小池 加那子 (横浜薬科大学薬学部)
高橋 直也 (横浜薬科大学薬学部)
中嶋 康一郎 (横浜薬科大学薬学部)
堤亜里紗 (横浜薬科大学薬学部)
小林叶奈 (横浜薬科大学薬学部)
浦島桃香 (横浜薬科大学薬学部)
中向井璃奈 (横浜薬科大学薬学部)

A. 目的

室内空気環境汚染化学物質の標準試験法の国内規格化を目的として、既存の室内濃度指針値策定物質の測定法について、最新の分析技術を基に汎用性の高い標準試験法に改訂し、公表する。

B. 研究方法

室内濃度指針値策定物質フタル酸ジ-*n*-ブチルおよびフタル酸ジ-2-エチルヘキシルを対象として、本化学物質リスク研究事業における分担研究課題「室内空气中揮発性有機化合物 (VOC)・準揮発性有機化合物 (SVOC) の標準試験法の評価 (分担研究者・田原麻衣子)」で評価された改定指針値に対応した固

相吸着—加熱脱離法による標準試験法を日本薬学会編 衛生試験法・注解 2020 追補 2024 に収載すべく試験法と注解を取り纏めた。

C. 研究結果

室内濃度指針値策定物質であるフタル酸ジ-*n*-ブチルおよびフタル酸ジ-2-エチルヘキシルについて改定指針値に対応した固相吸着—加熱脱離法による標準試験法を取り纏めた。日本薬学会第 144 年会にて公表、ならびに日本薬学会編 衛生試験法・注解 2020 追補 2024 に収載予定である。なお、別添にその内容を示す。

E. 考察

本研究で、室内濃度指針値策定物質を対象とする標準試験法が策定されることにより、ばく露評価を円滑に実施することが可能になる。

D. 結論

室内濃度指針値策定物質であるフタル酸ジ-*n*-ブチルおよびフタル酸ジ-2-エチルヘキ

シルについて改定指針値に対応した固相吸着—加熱脱離法による標準試験法の国内規格化を進めた。

E. 健康危険情報
なし

F. 研究発表
[論文発表]

- 1) Hanioka N, Tanaka-Kagawa T, Mori Y, Ikushiro S, Jinno H, Ohkawara S, Isobe T. Regioselective glucuronidation of flavones at C5, C7, and C4' positions in human liver and intestinal microsomes: Comparison among Apigenin, Acacetin, and Genkwanin. *Biol Pharm Bull.* 2022;45(8):1116-1123.
- 2) Hanioka N, Isobe T, Tanaka-Kagawa T, Jinno H, Ohkawara S. *In vitro* glucuronidation of bisphenol A in liver and intestinal microsomes: interspecies differences in humans and laboratory animals. *Drug Chem Toxicol.* 2022 Jul;45(4):1565-1569.
- 3) Mori Y, Aoki A, Okamoto Y, Isobe T, Ohkawara S, Hanioka N, Tanaka-Kagawa T, Jinno H. Species-specific activation of transient receptor potential ankyrin 1 by phthalic acid monoesters. *Biol Pharm Bull.* 2022 Dec 1;45(12):1839-1846.
- 4) Sugita T, Tanaka-Kagawa T. Management of food and environmental hygiene by microbial examination. *Yakugaku Zasshi.* 2022;142(1):9-10. doi: 10.1248/yakushi.21-00161-F.

[学会発表]

- 1) 小池 加那子, 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: Vitamin D 代謝酵素のヒト組織における発現とその個体差, 第49回日本毒性学会学術年会, 札幌, 2022年6月

- 2) 堤 亜里紗, 小林 叶奈, 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: SARS-CoV-2 感染に関与する生体内因子のヒト気道組織中での発現とその個体差, フォーラム 2022 衛生薬学・環境トキシコロジー, 熊本, 2022年9月
- 3) 香川(田中) 聡子, 酒井信夫, 神野 透人, : 室内空气中総揮発性有機化合物 (TVOC) に関する最新の動向, 第63回大気環境学会年会, 室内環境分科会, 大阪, 2022年9月
- 4) 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: 気道過敏性に関与する生体内因子のヒト気道組織中での発現と個体差, 第66回日本薬学会関東支部大会, 横浜, 2022年9月
- 5) 中嶋 康一郎, 高橋 直也, 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: GLP-1 受容体のヒト組織における発現とその個体差, 第66回日本薬学会関東支部大会, 横浜, 2022年9月
- 6) 小池 加那子, 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: ヒト組織における Vitamin D 代謝酵素及びVDRの発現と個体差, 第66回日本薬学会関東支部大会, 横浜, 2022年9月
- 7) 小林 叶奈, 堤 亜里紗, 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: SARS-CoV-2 感染に関与する生体内因子のヒト組織中での発現とその個体差, 第66回日本薬学会関東支部大会, 横浜, 2022年9月
- 8) 中向井 璃奈, 浦島 桃香, 森 葉子, 磯部 隆史, 大河原 晋, 河村 伊久雄, 三浦 伸彦, 北川 康行, 埴岡 伸光, 神野

透人, 神野 透人, 香川(田中) 聡子 :
Isothiazolinone 系抗菌薬によるヒト
TRPA1 活性化の *in silico* 分子機構解析,
日本薬学会第 143 年会, 札幌, 2023 年
3 月

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

4.4 空気試験法

4.4.5 有機物質

22) 揮発性有機化合物フタル酸ジ-*n*-ブチルおよびフタル酸ジ-2-エチルヘキシル

(1) ガスクロマトグラフィー/質量分析法による定量

項目名を下記に改訂

(1) 固相吸着-溶媒抽出-ガスクロマトグラフィー/質量分析法による定量

(2) 固相吸着-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¹⁾ (新規)

フタル酸ジ-*n*-ブチル (DBP) およびフタル酸ジ-2-エチルヘキシル (DEHP) による室内空気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⁾。

〔試薬〕 ① アセトン: 残留農薬試験用³⁾。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 標準品: DBP: フタル酸エステル試験用, DEHP: フタル酸エステル試験用

③ 標準溶液: 100 mL メスフラスコにフタル酸エステル標準品 100 mg を精秤し、アセトンを加えて 100 mL として個々の標準原液を調製する (最終濃度 1000 µg/mL)。次に各標準原液のそれぞれの一定量 (2 mL) をメスフラスコ (20 mL) にとり、アセトンを用いて 10 倍に希釈する (最終濃度 100 µg/mL)⁴⁾⁵⁾。

④ 内標準物質 (フタル酸ジ-*n*-ブチル-*d*₄、フタル酸ジ-2-エチルヘキシル-*d*₄): 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: 100 mL メスフラスコに内標準物質 100 mg を精秤し、アセトンを加えて 100 mL とし内標準原液とする。各内標準原液のそれぞれの一定量 (1 mL) をメスフラスコ (10 mL) にとり、アセトンを用いて 10 倍に希釈する (最終濃度 100 µg/mL)⁴⁾。

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 が量りとれるもの⁴⁾

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。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⁾。捕集管を洗浄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 50~100 mL/min の流速で 10 分間程度に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) 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⁹⁾

iii) ポンプ: ダイヤ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⁹⁾

iv) 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⁹⁾

③ 試料導入装置: 試料導入装置の例を図 1 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¹⁰⁾

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に濃縮したのち、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ペ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¹¹⁾

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¹²⁾、かつ 30~50 mL/min の流量の脱離ガスが確保できるもの

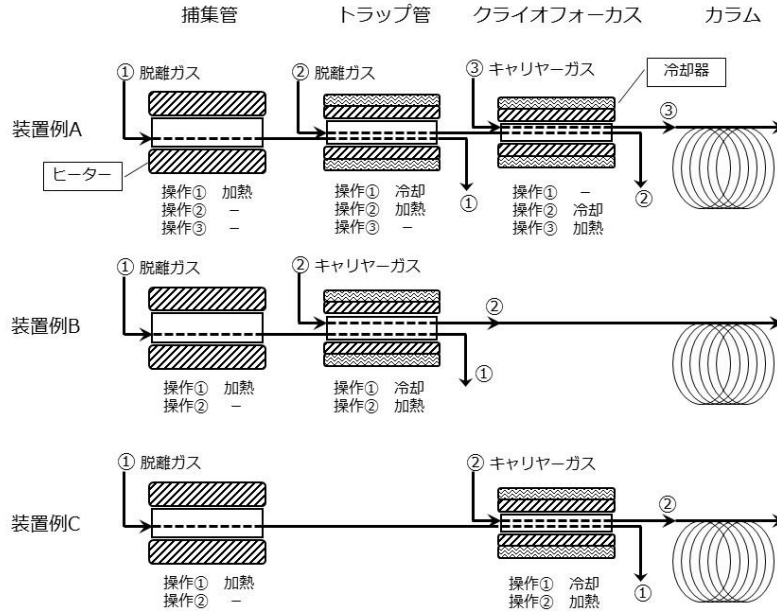


図1 試料導入装置の例

- b) 加熱部：80°C/min 程度の昇温速度で加熱できるもの
 - 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	: 10 min
脱離ガス	: He
脱離ガス流量	: 30 mL/min
トラップ冷却温度	: 5°C
トラップ加熱温度	: 280°C
トラップ加熱時間	: 20 min
ライン温度	: 290°C
バルブ温度	: 280°C

④ ガスクロマトグラフ/質量分析計¹³⁾：☞ 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¹⁴⁾¹⁵⁾。

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3~6Lになるように流量を100~200 mL/min程度に設定して採取する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14~144Lになるように流量を10~100 mL/min程度に設定して採取する¹⁴⁾。

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¹⁵⁾。

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)または混合標準液(100 µg/mLまたは10 µg/mL)の適量を20 mLメスフラスコに段階的にとり、それぞれに内標準原溶液(1000 µg/mL)2 mLを添加したのちにアセトンを加えて定容とし、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¹⁶⁾。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¹⁷⁾。

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¹⁸⁾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/質量分析条件の一例

カラム：キャピラリーカラム, 5% diphenylpolysiloxane + 95% dimethylpolysiloxane (0.18 mm i.d. × 20 m, 膜厚 0.4 μm)

カラム温度：70°C (1 min), 70～300°C (20°C/min, 昇温), 300°C (8 min)

キャリアーガス¹⁹⁾および流量：He, 全流量 1 mL/min

インターフェース温度：280°C

イオン源温度：250°C

イオン化電圧：70 eV

検出器：SIM またはマスキロマトグラフィーができるもの

モニターイオンの一例：

測定対象物質	定量 イオン (<i>m/z</i>)	確認 イオン (<i>m/z</i>)
フタル酸ジ- <i>n</i> -ブチル	149	205, 223
フタル酸ジ-2-エチルヘキシル	149	167, 279
フタル酸ジ- <i>n</i> -ブチル- <i>d</i> ₄	153	208, 227
フタル酸ジ-2-エチルヘキシル- <i>d</i> ₄	153	171, 283,

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²⁰⁾。

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²¹⁾。

計 算：25°C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²²⁾。

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

C : 25°C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)²³⁾

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²⁴⁾²⁵⁾。

V : 空気捕集量 (L)

t : 試料採取時の平均の気温 (°C)。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 (°C)

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* (°C) での飽和水蒸気圧 (kPa)

【注解】

1) 本法は ISO 16000-6:2021 に対応する。

2) 本法は採取試料の前処理に溶媒を用いないため、前処理操作における溶媒や雰囲気等からの汚染を受けにくいという利点がある。一方、測定対象のフタル酸エステル類は高沸点で吸着を起こしやすい性質を持つため、試料導入装置内への吸着やクロスコンタミネーションに留意する必要がある。装置内吸着については、分析での待機時間が長くなると空気中フタル酸エステル類の吸着が増加するため、試料の測定前には加熱洗浄した清浄な捕集管を複数本測定しブランクを低減させるとよい。クロスコンタミネーション防止のためには、高濃度の標準物質および試料を測定した後には、加熱洗浄した清浄な捕集管を測定するとよい。

3) 試験に使用するアセトンは容量 1L 以下のものを用いる。開封後は、時間経過に伴ってフタル酸エステル類のブランクが増加するため、開封後の使用期間はおおむね 2 週間とする。洗浄用のアセトンは、容量 3L のものを用いる。洗浄に使用したアセトンは回収して、繰り返し使用できる。使用開始から、おおむね約 1 か月間は使用可能である。

4) フタル酸ジ-*n*-ブチルおよびフタル酸ジ-2-エチルヘキシルは、多様なプラスチック製品に含まれているため、試験に使用する器具はガラス製、金属製または四フッ化エチレン樹脂 (テフロン) 製とする。周囲からの汚染を防ぐ対策として、器具類は残留農薬分析用のアセトン等で超音波

洗浄し、金属製のかごやアルミホイル等の上で乾燥させるか、もしくは高温で加熱し清浄にする。使用直前までアルミホイルで覆うなどして、雰囲気からの汚染を防ぐ。清浄後は、試験溶液が触れる部分には手を触れず、ピンセット等を用いる。

5) 市販のフタル酸エステル類混合標準液(100 µg/mL)を希釈して調製しても良い(たとえば、富士フイルム和光純薬 8種フタル酸エステル混合標準液、関東化学 フタル酸エステル類混合標準液(9種))。

6) 捕集管の加熱洗浄および調製に使用する。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°C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 S III 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空焼きしたのち、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°C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。

9) 質量流量センサーを内蔵し、流量積算機能を備えたポンプを使用してもよい。

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、加熱して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。

11) ガラス製または溶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。

12) 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程度の低温でも破過を起こすことがあるので注意する必要がある。

13) 対象成分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。

14) ポンプ側および空気取り入れ側を明確にしておく。

15) 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。

16) 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。市販の検量線作成装置を用いてもよい。

17) 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。

18) 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。

19) H₂ や N₂ 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

20) 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。

21) 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。

22) 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。

23) 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±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。

24) 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。

25) 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（10 s：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。