(イ)　キャリヤーガス

ヘリウム（純度99.9999vol%以上）(注12）であって、線速度を毎秒20～40cmとしたもの

(ウ)　カラム槽昇温プログラム

35～230℃で0.5℃以内の温度調節の精度があり、昇温が可能なもの（例えば、40℃に約１分間保ち、毎分２～10℃で230℃まで昇温を行うことができるもの）

(エ)　インターフェース部

温度を150～280℃に保つことができるもの

(b)　質量分析計

(ア)　検出器

電子衝撃イオン化（ＥＩ法）が可能で、選択イオン検出法又はこれと同等の分析性能を有する方法でクロマトグラム測定が可能なもの

(イ)　イオン源

温度を150～250℃に保つことができるもの

（注６）　四ふっ化エテン樹脂フィルムは厚さ50μm程度のものを使用する。

（注７）　あらかじめ装置の取扱説明書等に従って洗浄し、試験操作に支障がないことを確認する。

（注８）　パージ・トラップ装置の最適条件は、吸着剤の種類や使用量等によって異なるので、十分な回収が得られる条件をあらかじめ求めておく。パージ条件はトラップ管の破過容量を超えないよう注意する。

（注９）　２，６－ジフェニル－１，４－ジフェノキシドポリマーは、TenaxGCやTenax TA等の名称で市販されている。

（注10）　通常は２，６－ジフェニル－１，４－ジフェノキシドポリマーを単独で用いることもあるが、シリカゲル若しくは活性炭又はシリカゲル及び活性炭を併せて用いてもよい。この場合、あらかじめ対象とする揮発性有機化合物が定量的に吸着、脱着されることを確認しておく。シリカゲルを用いた場合には水分除去の操作を必ず行う。

（注11）　トラップ管は、この他に試料の測定ごとに、再生温度（約180～280℃）でヘリウムの流量を毎分20～40mlとして、10分間程度通気する。

（注12）　パージガスやキャリヤーガスから対象とする物質が検出された場合は、モレキュラーシーブ、活性炭、シリカゲル等を充てんした精製管で精製する必要がある。

（注13）　クライオフォーカス装置ともいう。検出ピークを鋭くするために、トラップ管の後段に位置し、トラップ管で加熱脱着した揮発性有機化合物の吸着帯を狭める装置であるが、この装置を用いないで検出ピーク幅を狭める機能を備えているものもある。

（注14）　用いるガスクロマトグラフ質量分析計やカラムにより最適な条件を設定する。例えば、内標準物質又は揮発性有機化合物を用いて、４に準じて操作をし、0.5ngが検出できる感度に調節しておく。

（注15）　用いるカラムとしては、この他に内径0.53㎜以上（例えば、内径が0.53～0.75㎜、長さ30～120m）のものも使用できる。

3　試料の採取及び保存

試料容器を採取試料で数回共洗いしてから、試料を泡立てないように静かに採取容器に移し入れ、気泡が残らないように満たして密栓する。試料を運搬する場合には、汚染のない運搬用容器を用いて遮光及び冷蔵する。試験は試料採取後直ちに行う。直ちに行えない場合には、４℃以下の暗所で凍結させないで保存し、できるだけ早く試験する（注16)。

（注16）　試料の採取及び保存において、揮発性有機化合物は揮散、揮発等によって濃度が変化するので、注意が必要である。揮発性有機化合物の安定性は物質によって異なるが、試料中の揮発性有機化合物の濃度が低い場合は、試料を暗所で保存する場合でも、物質によっては揮発性有機化合物の濃度が急激に低下するものもある。

4　試験操作

(1)　測定用試料の調製

試料の適量（0.5～25mlの一定量、例えば５ml）を泡立てないようにパージ容器に全量ピペット等で静かに注入し、内標準液（塩化ビニル－ｄ３）を加えて0.5μg／Ｌとなるようにし、測定用試料とする（注17)。

(2)　空試験液の調製

試料と同量の水を用いて、(1)と同様に操作して得られる液を空試験液とする（注17)(注18)。

(3)　添加回収試験液の調製

パージ容器中の試料に塩化ビニル内標準液を加えて0.05～５μg／Ｌとし、さらに内標準液（塩化ビニル－ｄ３）を加えて0.5μg／Ｌとなるようにして得られる液を添加回収試験液とする（注17)(注19)。

(4)　分析

(a)　パージ容器をパージ容器恒温装置に入れ、試料の温度を一定（例えば、40℃以下）にする。トラップ管の温度が室温程度であることを確認して、パージガスを一定量通気して対象物質を気相中に移動させてトラップ管に捕集する。

(b)　トラップ管を加熱し対象物質を脱着させ、冷却凝縮装置に吸着（注20）させる。次に、冷却凝縮装置を加熱（注20）し、対象物質をガスクロマトグラフ質量分析計に導入する。

(c)　ガスクロマトグラフ質量分析では、あらかじめ設定した特有の質量数について選択イオン検出法又はこれと同等の方法によって測定を行い、そのクロマトグラムを記録する。特有の質量数の例として、塩化ビニルでは62、64、内標準（塩化ビニル－ｄ３）では65、67がある（注21)。

(d)　保持時間並びに定量用質量数及び確認用質量数のイオン強度比を確認し、該当するピーク面積を測定する。

(e)　塩化ビニル及び内標準（塩化ビニル－ｄ３）のピーク面積比並びに内標準（塩化ビニル－ｄ３）の添加量から、あらかじめ５により作成した検量線を用いて、塩化ビニルの量を求め、次式によって試料中の塩化ビニル濃度を計算する（注22)。

濃度（μg／Ｌ）＝（検出量（μg）－空試験液の検出量（μg））／試料量（Ｌ）

（注17）　装置によっては、パージ容器の代わりにバイアルを用いる。測定用試料をバイアル中で調製した場合は、バイアルをパージ・トラップ装置にセットし、パージ・トラップ装置の取扱説明書等に従って操作し、測定用試料の一部又は全量をパージ容器に移し入れる。

（注18）　空試験値については可能な限り低減化を図る。

（注19）　試料中の対象物質濃度や試験操作条件に応じて適切な濃度範囲を決める。実試料を分析する前に添加回収試験を行い、塩化ビニルの回収率が70～120%であることを確認する。

（注20）　冷却凝縮装置を使用しない場合は、この操作は省略できる。

（注21）　特有の質量数はイオン強度が大きく、実試料で妨害のないものを設定する。ここで示した例を参考に、最適な質量数を２つ選定し、強度の大きいものを定量用、他方を確認用とする。

（注22）　塩化ビニルは、その保持時間が加えた内標準（塩化ビニル－ｄ３）と一致し、検量線作成時の保持時間に対して±５秒以内に出現し、かつ、定量イオンと確認イオンの強度比が検量線作成時の強度比の±20%以内であれば、測定試料中に存在しているとみなす。

5　検量線の作成

塩化ビニル標準原液をメタノールで希釈し、0.25～25μg／mlの塩化ビニル標準液を調製する。

４の(1)に従って、試料と同量の水に塩化ビニル標準液を加えて0.05～５μg／Lとし、さらに内標準液（塩化ビニル－ｄ３）を加えて0.5μg／Lとなるようにする（注19)。

これについて、試料と同様にパージ・トラップ－ガスクロマトグラフ質量分析計による測定を行い、塩化ビニル及び内標準（塩化ビニル－ｄ３）の含有量比及びピーク面積比による検量線を作成する。