(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14）させる。次に、冷却凝縮装置を加熱（注14）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15）。

(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16）。

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

（注11）　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12）　空試験値については、可能な限り低減化を図る。

（注13）　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14）　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15）　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16）　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）の保持時間と一致し、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、更に内標準液（塩化ビニル―ｄ３）を加えて0.5μg／Ｌとなるようにする（注13）。

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。

第２　ヘッドスペース―ガスクロマトグラフ質量分析法

１　試薬

(1)　公共用水域告示付表７の第２の１の(1)に掲げる水

(2)　公共用水域告示付表７の第３の１の(2)に掲げる塩化ナトリウム

(3)　公共用水域告示付表７の第２の１の(2)に掲げるメタノール

(4)　第１の１の(3)に掲げる塩化ビニル標準ガス

(5)　第１の１の(4)に掲げる塩化ビニル標準原液（100μg／ml）

(6)　第１の１の(5)に掲げる塩化ビニル標準液（１μg／ml）

(7)　第１の１の(6)に掲げる内標準原液（100μg／ml）

(8)　第１の１の(7)に掲げる内標準液（１μg／ml）

２　器具及び装置

(1)　公共用水域告示付表７の第２の２の(1)に掲げる試料容器

(2)　公共用水域告示付表７の第３の２の(2)に掲げるヘッドスペース装置

(3)　ガスクロマトグラフ質量分析計（注17）

(a)　公共用水域告示付表７の第３の２の(3)の(a)に掲げるガスクロマトグラフ

(b)　公共用水域告示付表７の第２の２の(3)の(b)に掲げる質量分析計

（注17）　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、0.2μg／Ｌが定量できる感度に調節しておく。

３　試料の採取及び保存は、公共用水域告示付表７の第２の３に定める方法による。

４　試験操作

(1)　測定用試料の調製

(a)　バイアルに試料10mlにつき塩化ナトリウム３ｇを加える（注18）。

(b)　試料の適量（10～100mlの一定量、例えば10ml）（注19）を泡立てないようにバイアル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４μg／Ｌとなるようにし、測定用試料とする。

(c)　直ちに四ふっ化エテン樹脂フィルムを載せ、バイアル用ゴム栓をし、その上からアルミニウムキャップを載せ、アルミニウムキャップ締め器でバイアルとバイアル用ゴム栓を固定する。

(d)　バイアルを塩化ナトリウムが溶けるまで振り混ぜた後、25～70℃の範囲で設定した恒温槽で、30～120分間静置する。

(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20）。

(3)　添加回収試験液の調製

バイアル中の試料に塩化ビニル標準液を加えて0.1～50μg／Ｌとし、更に内標準液（塩化ビニル―ｄ３）を加えて４μg／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19）（注21）。

(4)　分析

(a)　バイアル用ゴム栓を通して、ガスタイトシリンジ（注22）を用いて気相の一定量を採り、直ちに公共用水域告示付表７の第３の２の(3)の(a)の(ｵ)の試料導入方法によってガスクロマトグラフ質量分析計に注入する。

(b)　質量数による測定は、第１の４の(4)の(c)に掲げる方法による。

(c)　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。

(d)　試料中の塩化ビニル濃度の計算は、第１の４の(4)の(e)に掲げる方法による。

（注18）　塩化ナトリウムの添加は、試料の塩類濃度の違いによる測定値の変動を防ぐとともに、塩析効果による感度増加を考慮したものである。なお、試料採取量を変えた場合は、採取量に応じて塩化ナトリウムの添加量を増減させるとよい。

（注19）　バイアル中の気相の割合が15～60％になるように試料又は水を採取する。

（注20）　空試験値については、可能な限り低減化を図る。

（注21）　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22）　検量線作成に用いたものと同じものを用いる。ただし、恒温槽の温度が30℃以上の場合、バイアルの気相の試料採取時には、ガスタイトシリンジを同じ温度以上に保温する。

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、1～500μg／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0.1～50μg／Ｌとし、更に内標準液（塩化ビニル―ｄ３）を加えて４μg／Ｌとなるようにする（注21）。

これについて、試料と同様にヘッドスペース―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。