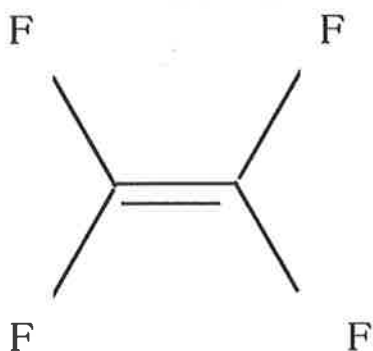


テトラフルオロエチレン

(別名：PFC-141)

Tetrafluoroethylene

【対象物質の構造】



CAS 番号 116-14-3

【物理化学的性状】

分子量	沸点 (°C)	蒸気圧 (kPa)	水溶解度 (mg/L)	LogPow
100.02	-78.4～ -76.3 °C	3266 (25°C)	159(25°C)	1.21 (計算値) *1

*1: 化学物質安全情報提供システム (KIS-NET、神奈川県) などの化学物質データベース

【毒性、用途】

- 毒性 : ラット (経気道吸入、4 時間 LC50) 40000 ppm
 マウス (経気道吸入、4 時間 LC50) 143 g/m³
 モルモット (経気道吸入、4 時間 LC50) 116 g/m³ .
- 許容濃度 : ACGIH TWA 2 ppm 8.3 mg/ m³
- 用途 : 合成樹脂、合成中間体

(第1法)

§1 分析法

(1) 分析法の概要

テトラフルオロエチレンは沸点が低く、常温吸着法での採取では、破過が起こりやすいため、大気試料の採取はキャニスターで行う。

テトラフルオロエチレン用に濃縮条件を最適化した装置に、キャニスター中の500 mL 相当の試料を導入し、キャニスター採取-低温濃縮-GC/MS で分析する。

この分析法として、低温濃縮温度を -190°C とした第1法と、一次トラップの破過容量を大きくして、低温濃縮温度を -30°C とした参考法（第2法）を以下に示す。

(2) 試薬・器具

【試薬】

純水	: 住友精化製
窒素ガス	: カインドガス社製（純度 99.998%）
テトラフルオロエチレン標準ガス	: 住友精化製（10 ppm）
Tenax TA(60/80mesh)	: ジーエルサイエンス社製

【器具】

キャニスター	: ジーエルサイエンス社製
キャニスター洗浄装置	: ジーエルサイエンス社製キャニスターオートクリーニングシステム
マスフローコントローラー	: 流量可変型パッシブキャニスターサンプラー

【試薬の安定性・毒性】

比較的皮膚刺激は少ない方であるが、暴露されないよう取り扱いに注意する。

(3) 分析法

【試料の採取及び保存】

真空にした 6 L キャニスターにマスフローコントローラーを接続し、3.3 mL/min の流量で 24 時間大気を採取し、搬送する。

試験室に到着したキャニスターを温度が均一になるまで数時間放置してから、高精度の圧力計で絶対圧を測定した後、すみやかに純水 100 μL を入れ（注1）、高精度の圧力計を用いて計測し、窒素ガスで絶対圧 130 kPa 程度に加圧する。

絶対圧での希釈倍率を正確に計りキャニスターを分析準備が整うまで保管する。

【試料の前処理及び試料ガスの調製】

加圧した試料を低温濃縮装置に接続し、低温濃縮-加熱脱着-クライオフォーカスの手順で前処理を行って、GC/MS に導入する。

【空試験ガスの調製】

真空にした 6 L キャニスターに純水を 100 μ L 添加後、高精度の圧力計を用いて計測し、窒素ガスで絶対圧 200 kPa 程度に加圧したものを空試験ガスとする。

【標準ガスの調製】

容積を正確に計った 6 L キャニスターを真空にして、純水を 100 μ L 添加した後、ガスタイトシリンジを用いて、テトラフルオロエチレン標準ガス(10 ppm)を 1.2 mL 注入し、高精度の圧力計を用いて計測し、窒素ガス (純度 99.998%) で絶対圧 200 kPa に加圧希釈して 1.0 ppb (注 2) の標準ガスを調製する。

【測定】

[低温濃縮及び脱着操作概要]

一次トラップ管 (テナックス TA) を -190°C に冷却した後、サーマルマスフローコントローラーなどを用いて、試料ガスをトラップ管に正確に濃縮する。

このトラップ管にドライガスを流しドライパージを行った後、 200°C に加熱して吸着された試料ガスを追い出し、 -190°C に冷却したクライオフォーカスチューブ (内径 0.53 mm キャピラリーカラム素管) に再濃縮する。

このクライオフォーカスチューブをすばやく 200°C まで加熱し、クライオフォーカスされた試料ガスを GC/MS に導入する。

[測定条件]

GC/MS 条件

使用機種	島津製作所製 GCMS-QP5000
使用カラム	クロムパック社 CP-PoraBOND Q(25 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 5 μ m)
カラム温度	35°C (5min) $\rightarrow 30^{\circ}\text{C}/\text{min} \rightarrow 320^{\circ}\text{C}$
注入方法	テクマー社製 AUTO-CAN
注入口温度	95°C
キャリアガス	ヘリウム(20 kPa)
インターフェース温度	230°C
イオン化電圧	70 eV
検出モード	SIM
モニターイオン	定量用イオン : 100 参照イオン : 81

低温濃縮装置設定条件

使用機種	テクマー社製 AUTO-CAN
ライン温度	150℃
バルブ温度	150℃
MCS ライン温度	40℃
トラップスタンバイ温度	50℃
クライオスタンバイ温度	130℃
MFC スタンバイ流量	20 mL/min
トラップクール温度	-190℃
MFC トランスファー流量	40 mL/min
ドライパージ時間	10 min
ドライパージ温度	-65℃
ドライパージ流量	20 mL/min
ディソーププレヒート温度	-65℃
トラップディソープ時間	6 min
トラップディソープ温度	200℃
クライオクール温度	-190℃
クライオインジェクト時間	5 min
クライオインジェクト温度	200℃
トラップベイク時間	10 min
トラップベイク温度	200℃
MCS ベイク温度	280℃

[検量線]

【標準ガスの調製】に従って作成した 1.0 ppb 標準ガスの濃縮量を可変して【測定】に準じて分析し、得られたテトラフルオロエチレンのピーク面積と絶対量から検量線を作成する(注3)。

[定量]

正確に絶対圧を計測して求めた希釈倍率を用いて、希釈前の試料として 500 mL に相当するガス量を計算する。

この計算で得られたガス量を【測定】に準じて濃縮し分析する。

分析して得られたピーク面積から、上記で作成した検量線を用いて定量する。

[濃度の算出]

大気試料のテトラフルオロエチレンの濃度($\mu\text{g}/\text{m}^3$)は次式から算出する。

試料濃縮量がサーマルマスフローコントローラー等で制御されている場合には、自動補正されるため、次式のうち、気圧と温度の補正は不要である。

$$C (\mu\text{g}/\text{m}^3) = \frac{n \times (A_s - A_t)}{v \times 293 / (273 + t) \times P / 101.3}$$

C : 20°Cにおける大気中の各測定物質の濃度($\mu\text{g}/\text{m}^3$)

n : 希釈倍率

A_s : 濃縮した試料中の各測定対象物質の重量(pg)

A_t : 各測定対象物質のトラベルブランク値(pg)

操作ブランクと同等とみなせる場合は操作ブランク値を用いる。

v : 分析に供した試料量(mL)

t : 試料分析時における温度(°C)

P : 試料分析時における大気圧(kPa)

[装置検出下限値(IDL)]

本分析に用いた低温濃縮装置付き GC/MS の IDL を以下に示す(注 4)。

物質	IDL (pg)	試料量 (mL)	IDL 試料換算値 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
テトラフルオロエチレン	22	500	0.044

[測定方法の検出下限値(MDL)、定量下限値(MQL)]

環境大気に標準品を添加して求めた本測定方法における MDL 及び MQL を以下に示す(注 5)。

物質	試料量 (mL)	検出下限値 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	定量下限値 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
テトラフルオロエチレン	500	0.079	0.20

注解

(注 1) 純水の添加

キャニスター内面に測定物質が吸着することを防ぐためには、キャニスター内の加湿が必要となるため、採取したキャニスターに純水を添加する。

加湿ゼロガスで加圧する場合は、純水添加の必要はない。

(注 2) 1ppb 標準ガス

1ppb 標準ガス濃度は、キャニスターの正確な容量、標準原ガスの正確な濃度、200kPa としたときの正確な希釈倍率で補正した正確な値を測定に用いる。

(注 3) 検量線の作成

標準ガスの濃縮量を可変して検量線を作成することが難しい装置の場合は、段階的に希釈した標準ガスを作成し、その一定量を濃縮して検量線を作成してもよい。

(注 4) 装置検出下限値(IDL)

装置検出下限値(IDL)は、「化学物質環境実態調査実施の手引き」平成 17 年 3 月環境省総合環境政策局環境保健部環境安全課に準じ、表 1 のとおり算出した。

表 1. 装置検出下限(IDL)の算出

対象物質名	テトラフルオロエチレン
試料量(mL)	500
注入量(pg)	208
結果 1	202
結果 2	213
結果 3	213
結果 4	201
結果 5	204
結果 6	199
結果 7	207
平均値	206
標準偏差	5.66
IDL(pg)	22
IDL {試料換算値($\mu\text{g}/\text{m}^3$)}	0.044
S/N*	6.9
CV(%)	2.8

※ $\text{IDL} = t(n-1, 0.05) \times \sigma \times 2$

* : 装置ブランクが発生するため、これをノイズとして計算した。

(注 5) 測定方法の検出下限値(MDL) 及び定量下限(MQL)の算出

測定方法の検出下限値(MDL)は、「化学物質環境実態調査実施の手引き」平成 17 年 3 月環境省総合環境政策局環境保健部環境安全課に準じて、表 2 のとおり算出した。

表 2. 装置検出下限(MDL)及び定量下限(MQL)の算出

対象物質名	テトラフルオロエチレン
試料量(mL)	500
注入量(pg)	203
試料換算濃度($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.406
操作ブランク平均($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0
無添加平均($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0
結果 1($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.44
結果 2($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.43
結果 3($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.42
結果 4($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.40
結果 5($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.39
結果 6($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.42
結果 7($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.40
平均値	0.41
標準偏差	0.020
MDL ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.079
MQL ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.20
S/N*	6.8
CV(%)	4.9

※MDL= $t(n-1, 0.05) \times \sigma_{n-1} \times 2$

※ MQL= $\sigma_{n-1} \times 10$

* : 装置ブランクをノイズとして

① 操作ブランク平均：

試料マトリックスのみがない状態で他は同様の操作を行い、測定した値の平均値

② 無添加平均：

MDL 算出用試料に標準品を添加していない状態で含まれる濃度の平均値

§2 解説

【分析法】

[分析フローチャート]

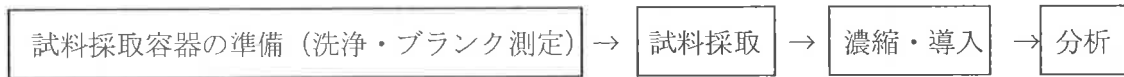


図1. 分析フローチャート

[分析法の検討]

・検量線

ID # 1 質量数 : 100.00 成分名 : テトラフルオロエチレン
 面積 = 136.381 * 濃度 + 6614.53 寄与率 = 0.999994
 Area 105

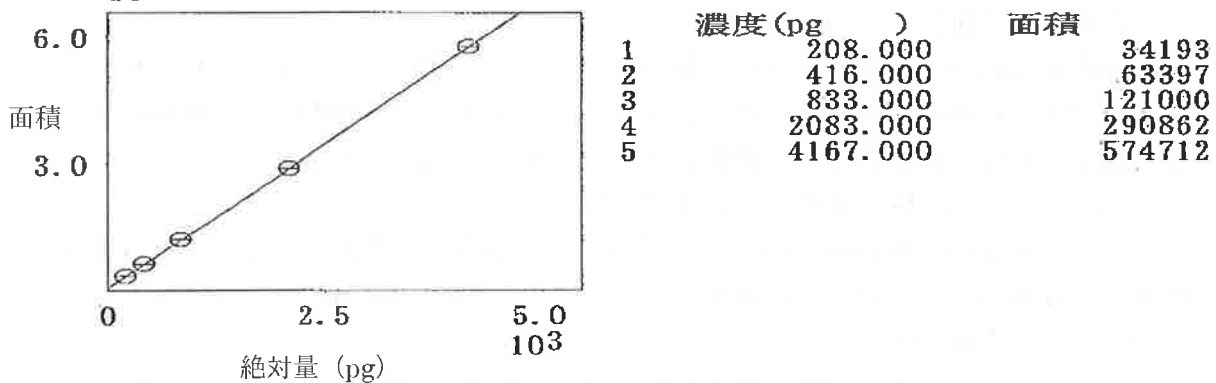


図2. 検量線 (標準品絶対量 208 ~ 4167 pg)

・検量線のクロマトグラム

テトラフルオロエチレン絶対量 0.208ng のクロマトグラム
 (大気 500 mL の濃縮により、大気中濃度として 0.416 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ となる)

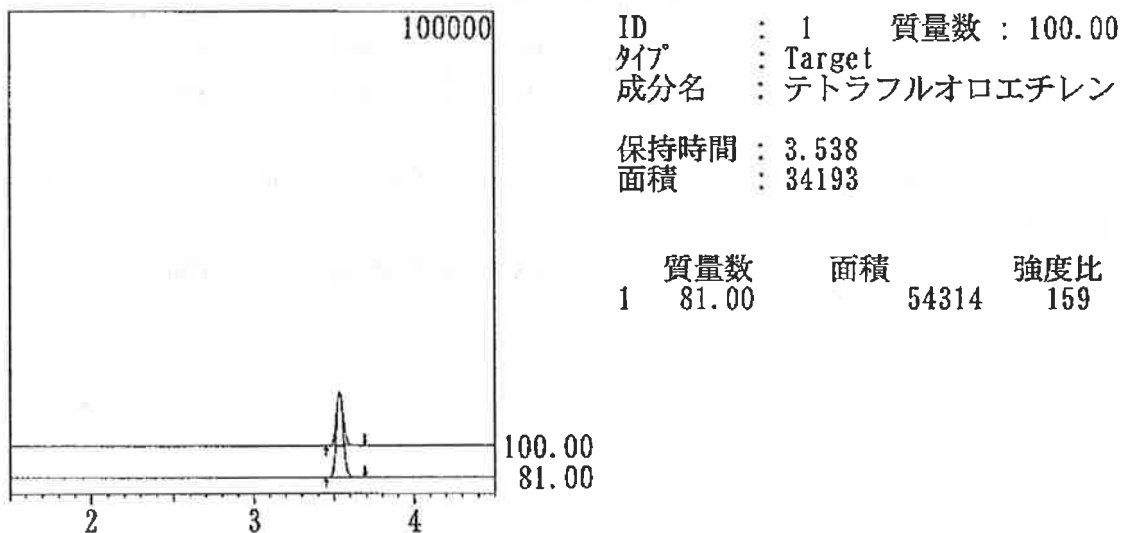


図3. テトラフルオロエチレン SIM クロマトグラム (0.208 ng 注入時)

・マススペクトル

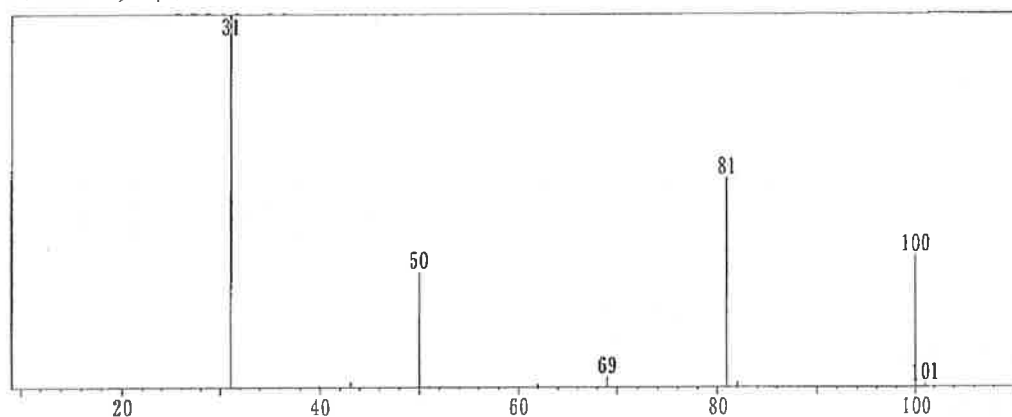


図 4. テトラフルオロエチレン マススペクトル

・破過容量の確認

低温濃縮装置の一次トラップ管に用いたテナックス TA は、テトラフルオロエチレンに対する破過容量が小さいので、ガスクロマトグラフを利用して、破過容量と絶対温度の逆数の直線関係から破過容量予測を行うことができなかった。

このため、次の試験で破過容量の確認を行った。

装置の最低冷却温度(-190℃)でテナックス TA を冷却し、濃縮量を変えて検量線を作成し、1000 mL まで良好な直線性を示したことから、1000 mL まで破過が起こっていないことを確かめた。

また、テナックス TA の低温濃縮温度を-30℃、-100℃、-190℃に変えて、1 ppb のテトラフルオロエチレン 1000 mL 濃縮し、ピーク面積の変化から低温濃縮温度での破過を確認した。

この結果、-190℃の時のピーク面積を 100%とすると、各温度のピーク面積は表 3 に示す結果となった。

表 3. 破過容量の確認

	-30℃	-100℃	-190℃
テトラフルオロエチレン回収率(%)	0	84.7	100

このように、1000 mL の濃縮で、-30℃では全てが破過し、-100℃では 2 割程度の破過が起こった。

このことから、一次トラップ (テナックス TA) の低温濃縮温度は、-190℃とした。

・添加回収試験

本法により大気試料をキャニスターに採取し、テトラフルオロエチレンが検出されなかった大気試料に、試料中ガス濃度として $1.35 \mu\text{g}/\text{m}^3$ となるように標準ガスを添加し、添加回収試験を行った。

この結果 7 試料の平均回収率は 97.0% となり、良好な添加回収率が得られた。

表 4. 添加回収試験結果

試料名	試料量 (mL)	添加量 (ng)	測定回数	検出濃度 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	回収率 (%)	変動係数 (%)
大気	500	無添加	2	ND	—	—
	500	0.675	7	1.31	97.0	3.8

・添加回収試験のクロマトグラム

テトラフルオロエチレン絶対量 0.686 ng のクロマトグラム

(大気 500 mL の濃縮により、大気中濃度として $1.36 \mu\text{g}/\text{m}^3$ となる)

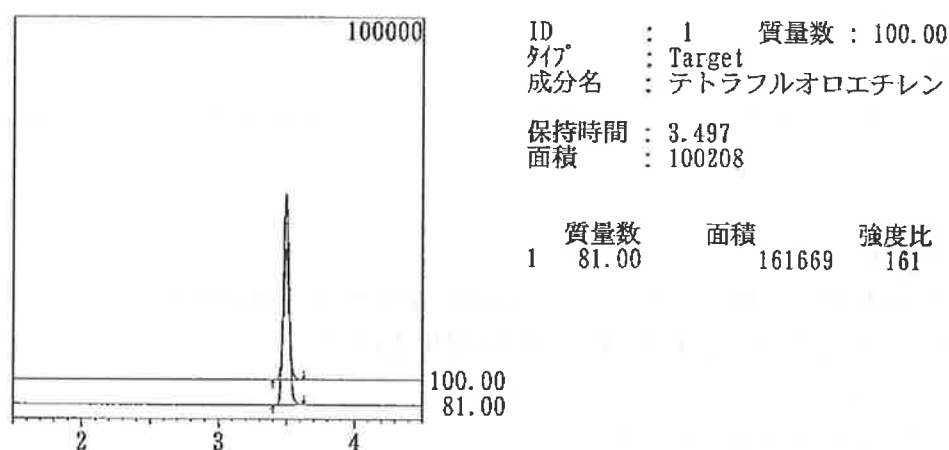


図 5 テトラフルオロエチレン SIM クロマトグラム (0.686 ng)

・試料の保存性

本法により、大気試料をキャニスターに採取してテトラフルオロエチレンが検出されなかった大気試料に、標準ガスを添加し試料の保存性を調べた結果、キャニスター内で 7 日間安定であった。

(初期値 : $1.72 \mu\text{g}/\text{m}^3$)

表 5. 保存性試験結果 (単位 : %)

経過日数	残留率
2 日後	100.9
3 日後	97.0
6 日後	99.6
7 日後	101.6

〔環境大気の測定例〕

本法で京都市内の大気を測定した結果、テトラフルオロエチレン濃度は装置ブランク程度でMDL以下となり、環境大気からは検出されなかった。

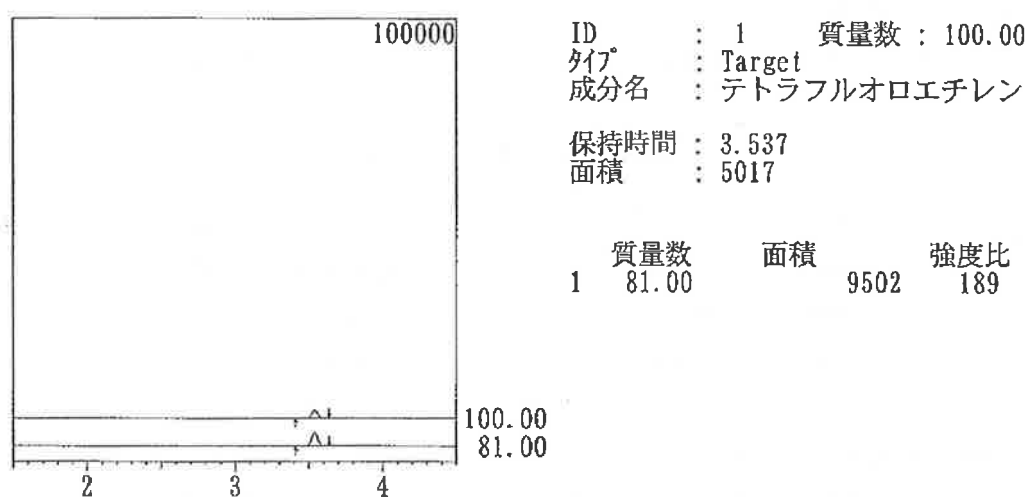


図 6. 大気試料のテトラフルオロエチレン SIM クロマトグラム

【評価】

本法により、大気中テトラフルオロエチレンは、 $0.2 \mu\text{g}/\text{m}^3$ レベルで定量が可能である。

【参考文献】

「有害大気汚染物質測定の実際」 (初版) 平成 9 年 6 月 25 日

編集 : 有害大気汚染物質測定の実際編集委員会

発行 : 幸田 正孝

発行所 : (財)日本環境衛生センター

【担当者氏名・連絡先】 担当 株式会社島津テクノリサーチ

住所 〒604-8436 京都市中京区西ノ京下合町 1 番地

TEL : 075-811-3182 FAX : 075-811-3278

担当者 久谷和也 k_hisatani00@shimadzu-techno.co.jp

小菅浩樹 h_kosuga00@shimadzu-techno.co.jp

Tetrafluoroethylene

Objective: An air sampling, and analytical methodology procedure was developed for the determination of Tetrafluoroethylene in environmental air sample using Canisters and GC/MS (SIM) with cryogenic trapping system.

An air sample was collected in canister at a flow rate of 3.3 mL/min for 24 hours (The total volume was about 4.8 L). The canister was attached to the analytical system.

Tetrafluoroethylene was concentrated in the cryogenic trap.

The trap was heated and Tetrafluoroethylene was transported by helium carrier gas to the GC/MS (SIM).

The quantification limit in this study was $0.2 \mu\text{g}/\text{m}^3$.

The average recovery of Tetrafluoroethylene was 97% in the air sample, which was collected in canister. The relative standard deviation was 3.8%.

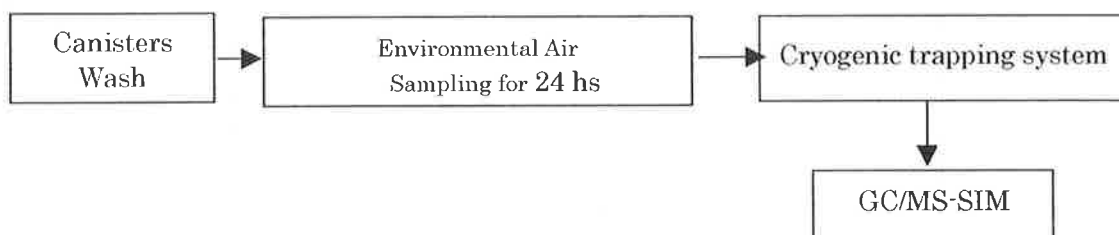


Figure 1. Showing flow chart Tetrafluoroethylene in environmental air sample

物質名	分析フローチャート	備考
テトラフルオ ロエチレン	試料採取容器の準備 → 試料採取 → 濃縮・導入 ↓ 分析	装置： 低温濃縮- GC/MS-SIM カラム： CP-PoraBOND Q (25m×0.32 mm× 5 μm) 検出下限値： 0.079 μg/m ³

参考法

(第2法)

低温濃縮装置の一次トラップ管に、テナックス TA を用いて、テトラフルオロエチレンを濃縮するには、 -190°C に冷却することが必要であるが、この温度までの冷却が不可能な装置、または冷却温度の問題で、良好な分析が行えない装置については、一次トラップ管、クライオフォーカス部分に、破過容量の大きな吸着剤を用いて、冷却温度を上げた次の方法でも測定が可能である。

この方法を参考法(第2法)として以下に示す。

§1 分析法

(1) 分析法の概要

テトラフルオロエチレンは沸点が低く、常温吸着法での採取では、破過が起こりやすいため、大気試料の採取はキャニスターで行う。

これにより採取した試料を、テトラフルオロエチレンに対する破過容量が大きいカーボキセン 1000 を一次トラップとした低温濃縮装置に導入し、容器採取—低温濃縮-GC/MS で分析する。

(2) 試薬・器具

【試薬】

第1法と同じ

一次トラップ吸着剤

: スペルコ製カーボキセン 1000

【器具】

第1法と同じ

【試薬の安定性・毒性】

第1法と同じ

(3) 分析法

【試料の採取及び保存】

第1法と同じ

【試料の前処理】

第1法と同じ

【空試験ガスの調製】

第1法と同じ

【標準ガスの調製】

第1法と同じ

【測定】

[低温濃縮及び脱着操作概要]

一次トラップ管(カーボキセン 1000) (注1)を-30℃に冷却した後、サーマルマスフローコントローラーなどを用いて試料ガスをトラップ管に正確に濃縮する。

このトラップ管にドライガスを流しドライパージを行った後、275℃に加熱して吸着された試料ガスを追い出し、-190℃に冷却したクライオフォーカスチューブ (内径 0.32 mm クロムパック社製 CP-PoraBOND Q(注2)) に再濃縮する。

このクライオフォーカスチューブをすばやく 200℃まで加熱し、クライオフォーカスされた試料ガスを GC/MS に導入する。

[測定条件]

GC/MS 条件

使用機種	島津製作所製 GCMS-QP5000
使用カラム	クロムパック社 CP-PoraBOND Q(25 m×0.32 mm×5 µm)
カラム温度	35℃ (5 min) →30℃/min →320℃
注入方法	テクマー社製 AUTO-CAN
注入口温度	95℃
キャリアガス	ヘリウム(20 kPa)
インターフェイス温度	230℃
イオン化電圧	70 eV
検出モード	SIM
モニターイオン	定量用イオン : 100 参照イオン : 81

低温濃縮装置設定条件

使用機種	テクマー社製 AUTO-CAN
ライン温度	150℃
バルブ温度	150℃
MCS ライン温度	40℃
トラップスタンバイ温度	50℃
クライオスタンバイ温度	130℃
MFC スタンバイ流量	20 mL/min
トラップクール温度	-30℃
MFC トランスファー流量	40 mL/min
ドライパージ時間	1 min
ドライパージ温度	-30℃
ドライパージ流量	20 mL/min
ディソーププレヒート温度	-30℃
トラップディソープ時間	6 min
トラップディソープ温度	275℃
クライオクール温度	-190℃
クライオインジェクト時間	5 min
クライオインジェクト温度	200℃
トラップベイク時間	10 min
トラップベイク温度	280℃
MCS ベイク温度	280℃

[検量線]

第1法と同じ(注3)

[定量]

第1法と同じ

[濃度の算出]

第1法と同じ

[装置検出下限値(IDL)]

本分析に用いた低温濃縮装置付き GCMS の IDL を以下に示す(注4)。

物質	IDL (pg)	試料量 (mL)	IDL 試料換算値 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
テトラフルオロエチレン	19	500	0.038

[測定方法の検出下限値(MDL)、定量下限値 (MQL)]

合成空気に標準品を添加して求めた本測定方法における MDL 及び MQL を以下に示す(注 5)。

物質	試料量 (mL)	検出下限値 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	定量下限値 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
テトラフルオロエチレン	500	0.038	0.097

注解

(注1) 一次トラップ管の作成

テトラフルオロエチレンの破過を防ぐために、一次トラップ管の吸着剤として、吸着力の強いカーボキセン 1000 を 120 mg 充填して使用する。

充填したトラップ管を窒素気流中 300℃で一昼夜エージングし、低温濃縮装置に装着する。

(注2) クライオフォーカスチューブ

テトラフルオロエチレンの破過を防ぐために、クライオフォーカスに用いるチューブは、キャピラリーカラム内面にポリマー系吸着剤をコーティングした PLOT カラム（クロムパック社製 CP-PoraBOND Q）を用いる。

分析カラムとしても同カラムを用いているため、分析カラム入口を直接クライオフォーカス部に装着する。

(注3) 検量線の作成

標準ガスの濃縮量を可変して検量線を作成することが難しい装置の場合は、段階的に希釈した標準ガスを作成し、その一定量を濃縮して検量線を作成してもよい。

(注 4) 装置検出下限値(IDL)

装置検出下限値(IDL)は、「化学物質環境実態調査実施の手引き」平成 17 年 3 月環境省総合環境政策局環境保健部環境安全課に準じて、次頁のとおり算出した。

装置由来のテトラフルオロエチレンが検出されたため、操作ブランクからも標準偏差を求め、その値の大きい方を装置の標準偏差とし、これをもとに装置検出下限値 (IDL) を算出し、 $0.038 \mu\text{g}/\text{m}^3$ となった。

表 1. 標準ガス繰り返し分析による装置検出下限(IDL)の算出

対象物質名	テトラフルオロエチレン
試料濃縮量(mL)	500
注入量(pg)	208
結果 1	237
結果 2	235
結果 3	232
結果 4	226
結果 5	235
結果 6	225
結果 7	227
平均値	231
標準偏差	4.85
IDL	18.8
IDL {試料換算値($\mu\text{g}/\text{m}^3$)}	0.038
S/N*	5
CV(%)	2.1

※IDL= $t(n-1, 0.05) \times \sigma \times 2$

* : 装置ブランクが発生するため、これをノイズとして計算した。

表 2. 操作ブランクの繰り返し分析による装置検出下限(IDL)の算出

対象物質名	テトラフルオロエチレン
試料濃縮量(mL)	500
注入量(pg)	0
結果 1	10.2
結果 2	16.5
結果 3	8.4
結果 4	5.1
結果 5	11.0
結果 6	8.5
結果 7	12.5
平均値	10.3
標準偏差	3.61
IDL	14.0
IDL {試料換算値($\mu\text{g}/\text{m}^3$)}	0.028
CV(%)	35

※IDL= $t(n-1, 0.05) \times \sigma \times 2$

(注 5) 測定方法の検出下限値(MDL) 及び定量下限(MQL)の算出

「化学物質環境実態調査実施の手引き」平成 17 年 3 月環境省総合環境政策局環境保健部環境安全課に準じて、表 3 のとおり算出した。

表 3. 装置検出下限(MDL) 及び定量下限(MQL)の算出

対象物質名	テトラフルオロエチレン
試料濃縮量(mL)	500
注入量(pg)	203
試料換算濃度($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.406
操作ブランク平均($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0
無添加平均($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0
結果 1($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.474
結果 2($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.470
結果 3($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.464
結果 4($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.452
結果 5($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.470
結果 6($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.450
結果 7($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.454
平均値	0.464
標準偏差	0.0097
MDL ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.038
MQL ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.097
S/N*	5
CV(%)	2.1

※MDL= $t(n-1, 0.05) \times \sigma_{n-1} \times 2$

※ MQL= $\sigma_{n-1} \times 10$

* : 装置ブランクが発生するため、これをノイズとして計算した。

③ 操作ブランク平均：

試料マトリックスのみがない状態で他は同様の操作を行い、測定した値の平均値

④ 無添加平均：

MDL 算出用試料に標準品を添加していない状態で含まれる濃度の平均値

§2 解説

【分析法】

[分析フローチャート]

第1法と同じ

[分析法の検討]

・検量線

ID # 1 質量数 : 100.00 成分名 : テトラフルオロエチレン
面積 = 111.675 * 濃度 + 6172.38 寄与率 = 0.999738
Area₁₀₅

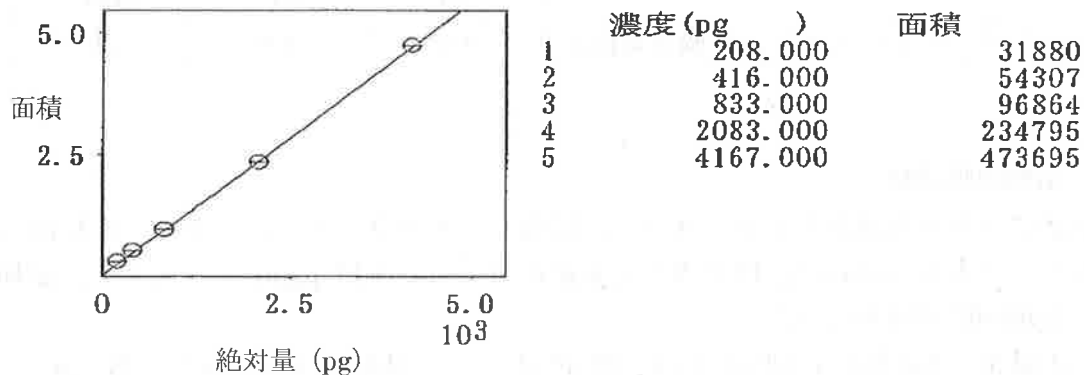


図 1. 検量線 (標準品絶対量 208 ~4167 pg)

・検量線のクロマトグラム

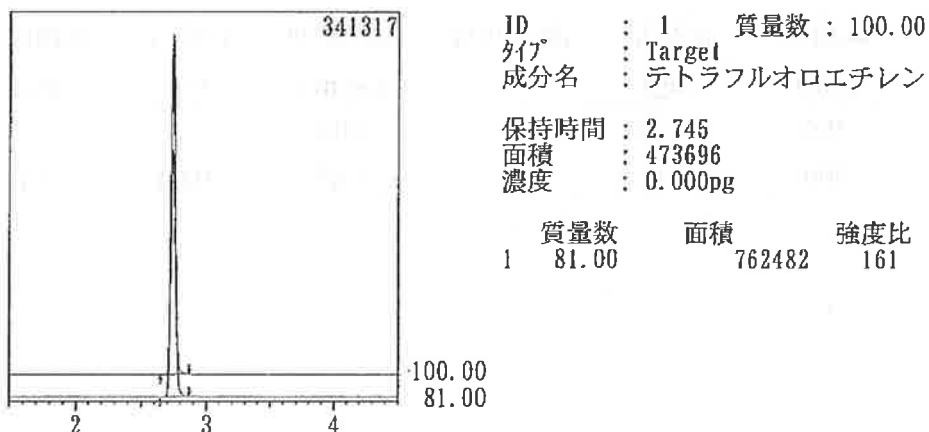


図 2. テトラフルオロエチレン SIM クロマトグラム (4.17 ng 注入時)

・マススペクトル

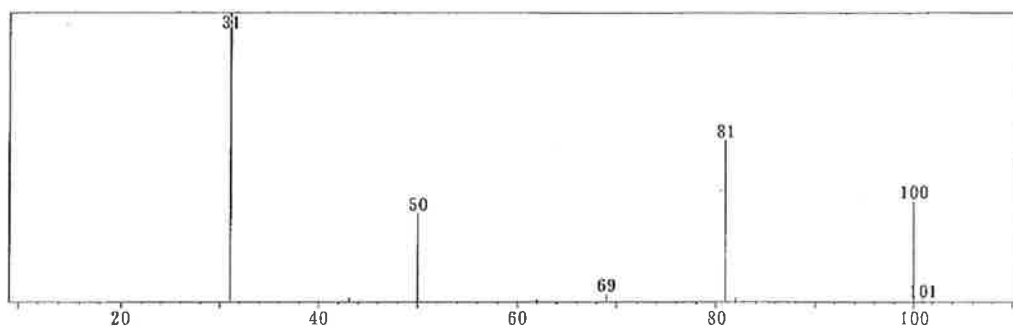


図 3. テトラフルオロエチレン マススペクトル

・破過容量測定結果

低温濃縮装置の一次トラップ管に、カーボキセン 1000(120 mg)を充填したものを、そのままガスクロマトグラフの分離管とし、破過容量の対数と絶対温度の逆数との直線関係を利用して、外挿により破過容量を求めた結果を下記に示す。

このように吸着力の強いカーボキセン 1000 を用いても、テトラフルオロエチレンの沸点が低いため、20℃の常温採取では1 L 程度の採取によって、破過が起こる。

表 4. 破過容量測定結果

	20℃	0℃	-30℃
テトラフルオロエチレン破過容量(L)	0.82	2.9	29

・添加回収試験

本法により大気試料をキャニスターに採取してテトラフルオロエチレンが検出されなかった大気 3 試料に、標準ガスを希釈後ガス中で 4.17 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ となるように添加し、添加回収試験を行った。

この結果、3 試料の平均回収率は、92.4%となり、良好な添加回収率が得られた。

表 5. 添加回収試験結果

試料名	試料量 (mL)	添加量 (ng)	測定回数	検出濃度 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	回収率 (%)	変動係数 (%)
大気	500	無添加	2	ND	—	—
	500	2.08	3	3.85	92.4	5.1