

## 塩化ビニルサンプル調製実習の測定結果報告

### 1. はじめに

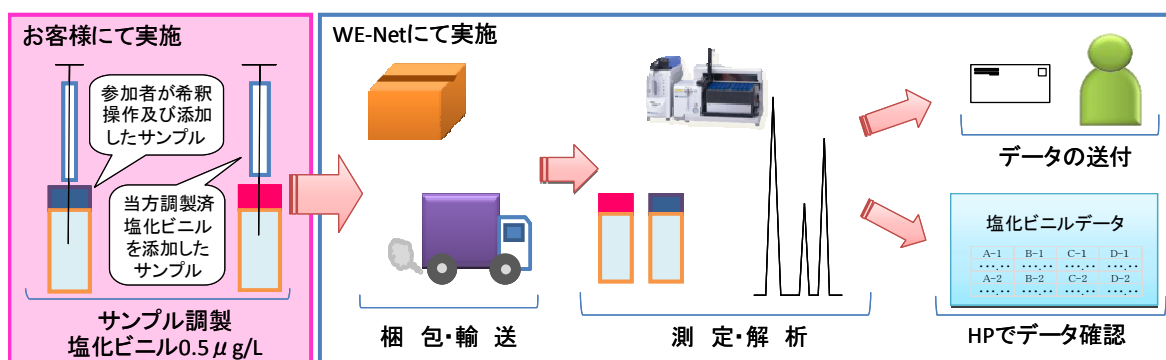
塩化ビニルは沸点が低く、サンプルの調製が難しいため、適切な調製方法で操作を行えていない場合、測定結果の精度に問題が生じる可能性があります。

そこで本実習は、WE-Net で推奨している調製方法をお示しした後に、各受講者に実際に調製方法の操作などの確認をしながらサンプル調製をして頂き、今後の測定時のお役に立て出来ることを目的として実施いたしました。

### 2. 精度管理調査方法

- ① 塩化ビニルサンプルは、実習テキストに沿って各受講者に下記の2種類サンプルを調製して頂きました。
  - (1) 受講者が塩化ビニル標準原液から希釈操作を行い、塩化ビニル標準溶液をパージ&トラップバイアル瓶へ添加したもの
  - (2) 調製済みの塩化ビニル標準溶液をパージ&トラップバイアル瓶へ添加したもの
  - \* 両方とも塩化ビニルの濃度が  $0.5 \mu\text{g/L}$  となるように調製を行って頂きました。
  - \* 2種類のサンプルを調製して頂いたのは、受講者が冷却下で塩化ビニルの希釈操作が正しく出来ているか、パージ&トラップバイアル瓶へ塩化ビニル標準溶液を添加する際の操作にミスがないかを確認して頂くためです。
- ② ①で調製したサンプルを実習終了後に輸送し、パージ&トラップガスクロマトグラフィー質量分析法により測定を行いました。
- ③ ご参加頂いた受講者の方々には、結果を送付いたしました。

サンプル調製精度調査は下図の流れで行いました。



### 3. 精度管理調査結果

ご参加頂いた機関のデータを下記に示します。

No.	サンプル No.	塩化ビニル 測定値	No.	サンプル No.	塩化ビニル 測定値	No.	サンプル No.	塩化ビニル 測定値
1	2-A	0.226	9	2-I	0.247	17	2-Q	0.010
2	2-B	0.176	10	2-J	0.250	18	2-R	0.253
3	2-C	0.251	11	2-K	0.235	19	2-S	0.002
4	2-D	0.004	12	2-L	0.251	20	2-T	0.221
5	2-E	0.004	13	2-M	0.206	21	2-U	0.263
6	2-F	0.199	14	2-N	0.281	22	2-V	0.208
7	2-G	0.246	15	2-O	0.252	23	2-W	0.250
8	2-H	0.242	16	2-P	0.143	24	2-X	0.255

\* なお、結果の表記にあたり、サンプルスパイク（塩化ビニルモノマー-d3等）による内部標準の補正値を求めてしまうとサンプル調製操作の補正がかかってしまい、適切なサンプル調製操作を行ったかわからなくなってしまうので、本実習では測定機器（GC/MS）の変動補正を行う目的で、シリンジスパイクとして内部標準液を添加し、補正した値で算出しています。

### 4. 結果・考察

各受講者に調製して頂いた 0.5 μg/L 塩化ビニル調製サンプル液の測定値（内部標準（シリンジスパイク）に対する補正値）の比較を行いますと有意差が見られるサンプルがありました。この場合に考えられる問題点の一部を下記に示します。

- ① 塩化ビニル標準溶液をパージ&トラップバイアル瓶へ添加する際の操作ミス
- ② 塩化ビニル標準原液から塩化ビニル標準溶液に希釈操作を行う過程における調製ミス

### 5. まとめ

塩化ビニルの沸点は-13.3℃であることから、室温では容易に揮発してしまうことが考えられます。よって、適切なサンプル調製操作が行えていない場合は、正確な測定値を求める事が出来ず、測定結果の精度に問題が起こる可能性があります。再度、ご自身が操作した条件を見直してください。

※調製操作でご不明な点がございましたらご相談ください。

**注1) この測定結果に関するお問い合わせは、受講者以外からは一切受け付けません。**

**注2) データの無断掲載・無断転載は固くお断りします。**