

○環境省告示第八号

悪臭防止法施行規則（昭和四十七年総理府令第三十九号）第五条の規定に基づき、特定悪臭物質の測定の方法（昭和四十七年五月環境庁告示第九号）の一部を次のように改正し、令和二年二月一日から適用する。

令和二年一月二十三日

環境大臣 小泉進次郎

＜参考＞

今回の告示改正により6物質について、下表のとおり分析方法が追加された。

それに伴って環境試料では、1号規制の対象となる6物質について、GC/MS法(別表第10)を用いた一斉分析が可能となった。

また排出口試料では、2号規制の対象となる5物質について、GC法(別表第9)及びGC/MS法(別表第10)を用いた一斉分析が可能となった。

1号 規制	2号 規制	特定悪臭物質	改正前	改正後
○	○	イソブタノール	別表第5	別表第5、別表第9、別表第10 (GC法) (GC/MS法)
○	○	酢酸エチル	別表第6	別表第6、別表第9、別表第10 (GC法) (GC/MS法)
○	○	メチルイソブチルケトン		
○	○	トルエン	別表第7	別表第7、別表第9、別表第10 (GC法) (GC/MS法)
○	○	キシレン		
○	×	スチレン		別表第7、別表第10 (GC/MS法)

## 別表第9

### イソブタノール、酢酸エチル、メチルイソブチルケトン、トルエン及びキシレンの測定方法

#### 第1 敷地境界線における濃度の測定—ガスクロマトグラフ法

##### 1 試薬

試薬は、次に掲げるところにより調製したものをを用いるものとする。

(1) 5%アセトン含有二硫化炭素

ガスクロマトグラフに注入したとき、被検成分の保持時間にピークを生じないもの

(2) 炭化水素類標準原液

各被検成分の標準物質 100mg を5%アセトン含有二硫化炭素に溶解して 100ml としたもの

(3) 炭化水素類混合標準溶液

(2)で作成した、それぞれの炭化水素類標準原液の各 10ml を全量フラスコ (100ml)に入れ、5%アセトン含有二硫化炭素を加えて標線に合わせたもの

(4) 試料捕集剤

椰子がら活性炭又はそれと同等以上の性能を有するもの

##### 2 装置及び器具

装置及び器具は、次に掲げるとおりとする。

(1) 試料ガス採取装置及び試料採取袋

別表第2の第1の2の(1)及び(2)に定めるものと同様とする。

(2) 試料捕集装置

第1図に掲げる構成のものであって、次の条件を具備しているもの

ア 試料捕集管

(ア) 第2図に掲げる形状のものであって、ほう珪酸<sup>けい</sup>ガラス製で、かつ、内径3～4mm程度、長さ70～100mm程度のものであること。

(イ) 試料捕集剤を2層に分離して充てんし、両層の間と両端に少量の石英ガラスウール又はこれと同等以上の性能を有するものを詰め、両端を密栓したものであること。両端を溶封したものは、長期間の保存が可能であるが、密栓したものはなるべく使用直前に調製する。

イ 吸引ポンプは、試料捕集管を装着した状態で、1 l/min 程度の大気を吸引できる能力を有するものであること。

ウ 流量調整装置は、10～500ml/min の範囲で流量を制御でき、設定流量に対して±10 %以内の制御精度を有するもの、又は、これと同等以上の性能を有するものであること。

エ ガスメーターは、0～0.5l/min の範囲の流量を測定し得るものであること。

(3) バイアル

容量 10ml のもので、バイアル用ゴム栓で密栓できるもの

(4) ガスクロマトグラフ分析装置

次の条件を具備しているもの

ア ガスクロマトグラフは、水素炎イオン化検出器を有するものであること。

イ カラムは、熔融石英ガラス製のキャピラリーカラムで、内径 0.25mm 程度、長さ 30～60m 程度のものであって、内面にポリエチレングリコールを 0.25 μm 程度の厚さで被覆したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するものであること。

ウ 試料導入部の温度は、200 °C 程度であること。

エ カラム槽の温度は、被検成分の最適分離条件を設定できること。（例えば、40°C から 250°C 程度までを 20°C/min 程度で昇温できること）

オ キャリヤーガスは、ヘリウム等を使用し、その流量は 1.5 ml/min 程度であること。

### 3 測定の手順

濃度の測定は、次の手順により行うものとする。

(1) 空試験

試料捕集用と同一ロットの試料捕集管を用い、2層に分離して充てんした試料捕集剤を別々にバイアルに取り出し、5%アセトン含有二硫化炭素 2ml 程度を加えて速やかに栓をし、泡が出なくなるまで振り混ぜながら1時間程度放置した後、上澄液を試験液とする。その後(4)の手順によりガスクロマトグラフ分析を行い、被検成分の保持時間にピークが生じた場合は、操作ブランク値とする。

(2) 試料ガスの採取

別表第2の第1の3の(2)に示す操作により試料ガスを試料採取袋に採取する。（注1）

(3) 試料の捕集

試料ガス採取後 24 時間以内に、試料採取袋を試料捕集装置に接続し、0.1～0.5l/min 程度の流量で 0.5～5l 吸引することにより、試料採取袋中の被検成分を試料捕集管に捕集する。（注2）

(4) ガスクロマトグラフ分析

被検成分を捕集した試料捕集管を(1)と同様の手順で処理し、得られた試験液から、マイクロシリンジにより1 μl程度分取し、ガスクロマトグラフ試料導入部に注入する。

(5) 検量線の作成

炭化水素類混合標準溶液を5%アセトン含有二硫化炭素で適宜段階的に希釈した溶液1 μl程度を、それぞれガスクロマトグラフに注入して得られるクロマトグラムピーク面積により検量線を作成する。

(6) 濃度の算出

(5)の検量線により、試料捕集管に捕集した被検成分の量(0℃、1気圧)を求め、次式によりその大気中の濃度を算出する。

$$C = \frac{22.4 \times (A_s - A_t) \times E \times 1000}{M \times v \times V \times \frac{273}{273+t} \times \frac{P}{101.3}}$$

この式において、

Cは大気中の被検成分の濃度(単位 ppm)、

A<sub>s</sub>はガスクロマトグラフ分析装置に注入した試験液中の被検成分の量(単位 μg)、

A<sub>t</sub>は被検成分の操作ブランク値(単位 μg)、

Eは試験液量(単位 ml)、

Mは被検成分の分子量、

vはガスクロマトグラフ分析装置への注入液量(単位 μl)、

Vはガスメーターで測定した吸引ガス量(単位 l)、

tは試料捕集時の気温(単位 ℃)、

Pは試料捕集時の大気圧(単位 kPa)を表すものとする。

(注1) 採取後は、試料採取袋を遮光すること。

(注2) 試料ガスの捕集を終えた試料捕集管は直ちに冷蔵すること。

備考

- 1 定量が可能な場合には、試料ガスの一部をガスシリンジに分取し、ガスクロマトグラフ分析装置の試料導入部に直接注入してよい。
- 2 この測定方法における用語その他の事項でこの測定方法に定めのないものについては、日本産業規格に定めるところによる。

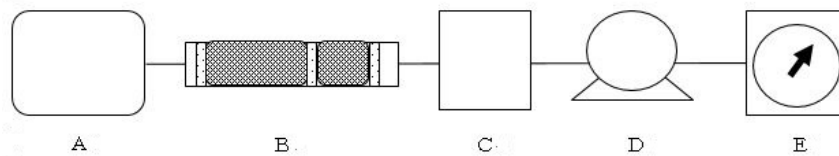
## 第2 気体排出口における流量の測定

気体排出口における流量は、日本産業規格 Z 8808 に定める方法により測定した排出ガス量に、第1に掲げる方法により測定した排出ガス中のイソブタノール、酢酸エチル、メチルイソブチルケトン、トルエン又はキシレンの濃度を乗じて算出するものとする。

### 備考

この測定方法における用語その他の事項でこの測定方法に定めのないものについては、日本産業規格に定めるところによる。

第1図 試料捕集装置

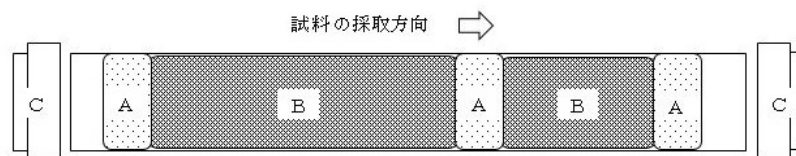


- A 試料採取袋      B 試料捕集管      C 流量調整装置  
D 吸引ポンプ      E ガスメーター

第2図 試料捕集管  
溶封型



密封型



- A 石英ガラスウール      B 試料捕集剤      C 密栓

## 別表第10

### イソブタノール、酢酸エチル、メチルイソブチルケトン、トルエン、キシレン及び スチレンの測定方法

#### 第1 敷地境界線における濃度の測定—ガスクロマトグラフ質量分析法

##### 1 試薬

試薬は、次に掲げるところにより調製したものをを用いるものとする。

(1) 5%アセトン含有二硫化炭素

ガスクロマトグラフに注入したとき、被検成分及び内部標準物質の保持時間にピークを生じないもの

(2) 炭化水素類標準原液

各被検成分の標準物質 100 mgを5%アセトン含有二硫化炭素に溶解して100mlとしたもの

(3) 炭化水素類混合標準溶液

(2)で作成した、それぞれの炭化水素類標準原液の各 10ml を全量フラスコ(100ml)に入れ、5%アセトン含有二硫化炭素を加えて標線に合わせたもの

(4) トルエン-d8 内部標準原液

トルエン-d8 100 mgを5%アセトン含有二硫化炭素に溶解して100 mlとしたもの

(5) トルエン-d8 内部標準溶液

(4)で作成した、トルエン-d8 内部標準原液 10 ml を全量フラスコ (100 ml) に入れ、5%アセトン含有二硫化炭素を加えて標線に合わせたもの

(6) スチレン-d8 内部標準原液

スチレン-d8 100 mg を5%アセトン含有二硫化炭素に溶解して100 mlとしたもの

(7) スチレン-d8 内部標準溶液

(6)で作成した、スチレン-d8 内部標準原液 10 ml を全量フラスコ (100 ml) に入れ、5%アセトン含有二硫化炭素を加えて標線に合わせたもの

(8) 試料捕集剤

椰子がら活性炭又はそれと同等以上の性能を有するもの

## 2 装置及び器具

装置及び器具は、次に掲げるとおりとする。

(1) 試料ガス採取装置及び試料収取袋

別表第2の第1の2の(1)及び(2)に定めるものと同様とする。

(2) 試料捕集装置及びバイアル

別表第9の第1の2の(3)及び(4)に定めるものと同様とする。

(3) ガスクロマトグラフ質量分析装置

次の条件を具備しているもの

ア 検出器は、電子衝撃イオン化法 (EI 法) が可能で、選択イオン検出法 (SIM 法) 又はこれと同等の性能を有する方法によるクロマトグラム測定が可能なものであること。

イ カラムは、熔融石英ガラス製のキャピラリーカラムで、内径 0.25mm 程度、長さ 30~60m 程度のものであって、内面にポリエチレングリコールを 0.25  $\mu$ m 程度の厚さで被覆したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するものであること。

ウ 試料導入部の温度は、200°C 程度であること。

エ カラム槽の温度は、被検成分の最適分離条件を設定できること。(例えば、40°C から 200°C 程度までを 10°C/min 程度で昇温できること)

オ キャリヤーガスは、ヘリウム等を使用し、その流量は 1.5ml/min 程度であること。

カ インターフェイス部は、温度を 200~300°C 程度に保つことができるものであること。

キ イオン源温度は、160~300°C 程度に保つことができ、イオン化電圧は 70eV 程度であること。

## 3 測定の手順

濃度の測定は、次の手順により行うものとする。

(1) 空試験

試料捕集用と同一ロットの試料捕集管を用い、2層に分離して充てんした試料捕集剤を別々にバイアルに取り出し、5%アセトン含有二硫化炭素 2ml 程度を加えて速やかに栓をし、泡が出なくなるまで振り混ぜながら1時間程度放置した後、トルエン-d8 内部標準溶液を 1  $\mu$ l 加えたものの上澄液を試験液とする。その後(5)の手順によりガスクロマトグラフ質量分析を行い、被検成分の保持時間にピークが生じた場合は、操作ブランク値とする。

(2) 試料ガスの採取

別表第2の第1の3の(2)に示す操作により試料ガスを試料採取袋に採取する。(注1)

(3) 試料の捕集

試料ガス採取後 24 時間以内に、試料捕集管にスチレン-d8 内部標準溶液を適量添加した後、試料採取袋を試料捕集装置に接続し、0.1~0.5l/min 程度の流量で 0.5~5l 吸引することにより、試料採取袋中の被検成分を試料捕集管に捕集する。(注2) (注3) (注4)

(4) 抽出

(3)で得られた試料捕集管を(1)と同様の手順で処理し、試験液とする。

(5) ガスクロマトグラフ質量分析

ア イソブタノール、酢酸エチル、メチルイソブチルケトン、トルエン、キシレン、スチレン、トルエン-d8 及びスチレン-d8 に適した測定用質量電荷数比(定量用質量電荷数比と確認用質量電荷数比)を設定する。

イ (4)で得られた試験液から、マイクロシリンジにより 1 μl 程度分取し、ガスクロマトグラフ試料導入部に注入する。

ウ 検出された各被検成分(スチレン-d8 を含む)の定量用質量電荷数比及びトルエン-d8 のピーク面積を求め、そのピーク面積の比から、あらかじめ(6)により作成した検量線を用いて、試験液中の被検成分の量を求める。

(6) 検量線の作成

炭化水素類混合標準溶液及びスチレン-d8 内部標準溶液を 5%アセトン含有二硫化炭素で適宜段階的に希釈し、その希釈溶液 2ml 当たりトルエン-d8 内部標準溶液 1 μl を添加した希釈標準溶液 1 μl 程度をガスクロマトグラフに注入し、得られた被検成分及びスチレン-d8 の定量用質量電荷数比におけるクロマトグラム上のピーク面積(Ax)とトルエン-d8 の定量用質量電荷数比におけるピーク面積(Ai)の比(Ax/Ai)を縦軸に、被検成分及びスチレン-d8 の注入した量(μg)を横軸に取り、直線関係の範囲で関係線を作成する。

(7) 濃度の算出

(6)の検量線によりガスクロマトグラフに注入したイソブタノール、酢酸エチル、メチルイソブチルケトン、トルエン、キシレン又はスチレンの量(0℃、1気圧)を求め、次式により大気中の濃度を算出する。

$$C = \frac{22.4 \times (A_s - A_t) \times E \times 1000}{M \times v \times V \times \frac{273}{273 + t} \times \frac{P}{101.3}}$$



この式において、

**C**は大気中の被検成分の濃度（単位 ppm）、

**As**はガスクロマトグラフ質量分析装置に注入した試験液中の被検成分の量（単位 μg）、

**At**は被検成分の操作ブランク値（単位 μg）、

**E**は試験液量（単位 ml）、

**M**は被検成分の分子量、

**v**はガスクロマトグラフ質量分析装置への注入液量（単位 μl）、

**V**はガスメーターで測定した吸引ガス量（単位 l）、

**t**は試料捕集時の気温（単位 °C）、

**P**は試料捕集時の大気圧（単位 kPa）を表すものとする。

また、次式によりスチレン-d8の回収率を用いてスチレン濃度を補正する。

$$C' = C \times B / B'$$

この式において、

**C'**はスチレンの補正濃度（単位 ppm）、

**C**は式1で求めたスチレンの濃度（単位 ppm）、

**B**は試料捕集管へのスチレン-d8の添加量（単位 μg）、

**B'**は試験液中のスチレン-d8の量（単位 μg）を表すものとする。

(注1) 採取後は、試料採取袋を遮光すること。

(注2) スチレン-d8 内部標準溶液は、捕集ガス中のスチレン-d8 濃度が 0.8ppm に相当する濃度に対応する量を添加する。添加量は、捕集ガス量を基に計算すること。

(注3) スチレン-d8 内部標準溶液を試料捕集管に添加後、速やかに試料採取袋から試料の捕集を行うこと。

(注4) 試料ガスの捕集を終えた試料捕集管は直ちに冷蔵すること。

#### 備考

- 1 定量が可能な場合には、試料ガスの一部をガスシリンジに分取し、ガスクロマトグラフ質量分析装置の試料導入部に直接注入してよい。
- 2 この測定方法における用語その他の事項でこの測定方法に定めのないものについては、日本産業規格に定めるところによる。

## 第2 気体排出口における流量の測定

気体排出口における流量は、日本産業規格 Z 8808 に定める方法により測定した排出ガス量に、第1に掲げる方法により測定した排出ガス中のイソブタノール、酢酸エチル、メチルイソブチルケトン、トルエン又はキシレンの濃度を乗じて算出するものとする。

### 備考

- 1 定量が可能な場合には、試料ガスの一部をガスシリンジに分取し、ガスクロマトグラフ質量分析装置の試料導入部に直接注入してよい。
- 2 この測定方法における用語その他の事項でこの測定方法に定めのないものについては、日本産業規格に定めるところによる。