

## 川崎市告示第613号

川崎市公害防止等生活環境の保全に関する条例施行規則別表第5の2に規定する測定の方法の設定について

川崎市公害防止等生活環境の保全に関する条例施行規則（平成12年川崎市規則第128号）別表第5の2に規定する測定の方法を次のように定め、平成12年12月20日から適用する。

平成12年12月1日

川崎市長 高橋 清

### 1 市長が定める水素炎イオン化検出器付ガスクロマトグラフ法

#### (1) 試料ガス採取装置

試料ガス採取装置は、次のとおりとする。

##### ア 真空瓶法

真空瓶法による試料ガス採取装置は、図1又は図2に掲げるものであって、次の条件を備えるものとする。

##### (ア) 直接法採取装置（図1）

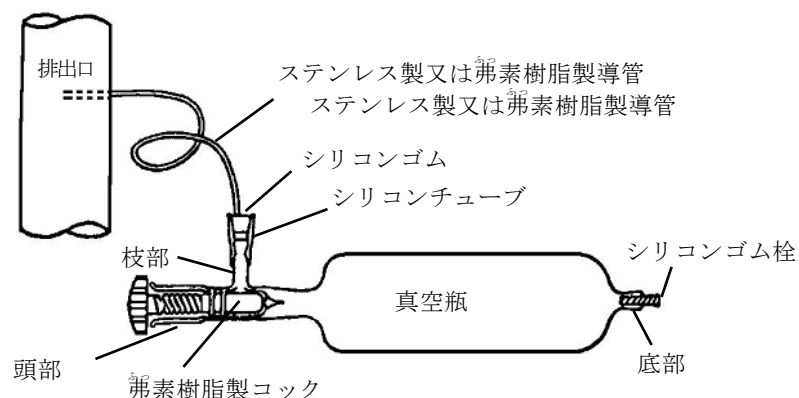


図1 直接法採取装置

##### a 真空瓶

真空瓶は、内容積1 lのほう珪酸ガラス製とし、片方にグリース等を使用しないフッ素樹脂製コックを付けたものとする。

##### b 真空ポンプ

真空瓶内を真空にするために用いるもので、表示到達真空度が1 mmHg以下ものとする。なお、真空度を確認するため、200 mmHg以下が計れる真空圧力計（水銀マノメーター）を準備する。

##### c 試料ガス採取用導管

真空瓶の枝部の導管は、原則として、内径2 mm程度のステンレス製とするが排ガス温度が200℃未満の場合は、フッ素樹脂製を用いてもよい。また、排ガス中の炭化水素濃度の変動が少ない場合は、内径4 mm程度の導管を用いてもよい。

なお、吸引時間を把握するため、事前にマノメーターを用いて導管の吸引特性を調べ

ておく。

#### (イ) 置換法採取装置 (図 2)

##### a 真空瓶

真空瓶は、内容積 1 l のほう珪酸ガラス製とし、片方にグリース等を使用しない弗素樹脂製コックを付けたものとする。

##### b 吸引ポンプ等

吸引ポンプは、毎分 4 l 以上の試料ガスを吸引できるものを用いる。

また、発火、爆発等の危険が考えられる場合は、足踏式の吸引ポンプ、二重球等の吸引装置を用いる。

##### c 試料ガス採取用導管

真空瓶の枝部の導管は、原則として、内径 2 mm 程度のステンレス製とするが、排ガス温度が 200℃未満の場合は、弗素樹脂製を用いてもよい。また、排ガス中の炭化水素濃度の変動が少ない場合は、内径 4 mm 程度の導管を用いてもよい。

なお、吸引時間を把握するため、事前にマンメーターを用いて導管の吸引特性を調べておく。

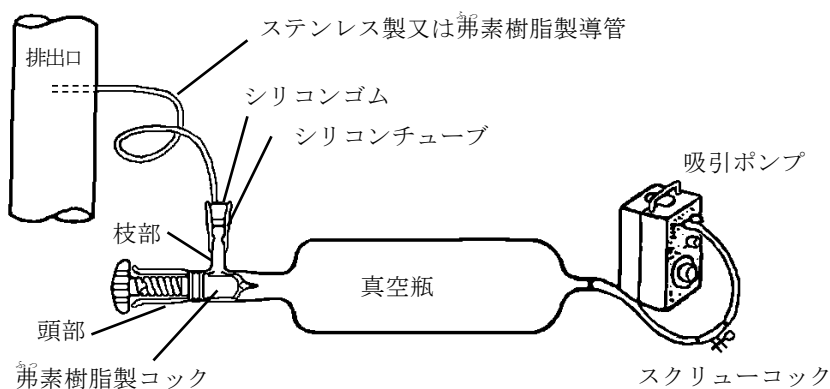


図 2 置換法採取装置

#### イ 捕集袋法

捕集袋法による試料ガス採取装置は、図 3 又は図 4 に掲げるものであって、次の条件を備えているものとする。

#### (ア) 直接法採取装置 (図 3)

##### a 試料ガス採取用バック

試料ガス採取用バックは、容量がおおむね 5 l ~ 20 l のものであって、材質は、ポリ弗化ビニル製 (テドラーバック) 又はポリエステル製 (マイラーバック) とする。

##### b 吸引ポンプ等

吸引ポンプは、毎分 4 l 以上の試料ガスを吸引できる性能を有するものであって、吸着性の少ない弗素樹脂加工のダイヤフラム式ポンプ又はベローズ式ポンプ等を用いる。

また、発火、爆発等の危険が考えられる場合は、足踏式の吸引ポンプ、二重球等の吸引装置を用いる。

##### c 試料ガス採取用導管

導管は、内径 2 mm ~ 10 mm のステンレス製とするが、排ガス温度が 200℃未満

の場合は、弗素樹脂製を用いてもよい。

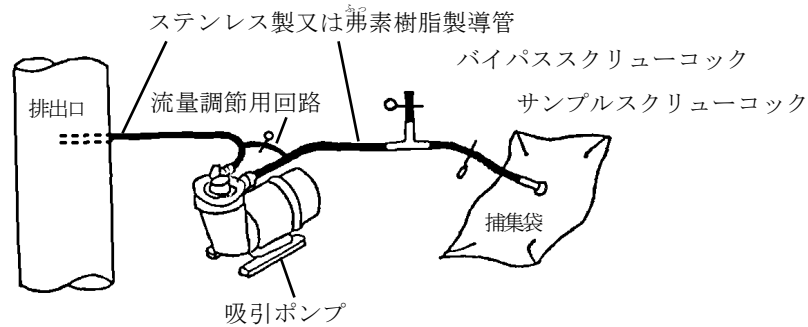


図3 直接法採取装置

(イ) 間接法採取装置 (図4)

a 試料ガス採取用バック

試料ガス採取用バックは、容量がおおむね5 l～20 lのものであって、材質は、ポリ弗化ビニル製(テドラーバック)又はポリエステル製(マイラーバック)とする。

b 試料ガス採取用吸引ケース

試料ガス採取用吸引ケースは、内容積が5 l～20 lのものであって、気密性を有し、破損しにくい材質のものを用いる。

c 吸引ポンプ

吸引ポンプは、毎分4 l以上の大気を吸引できる性能を有するを用いる。

d 試料ガス採取用導管

導管は、内径4 mm～10 mmのステンレス製とするが、排ガス温度が200℃未満の場合は、弗素樹脂製を用いてもよい。

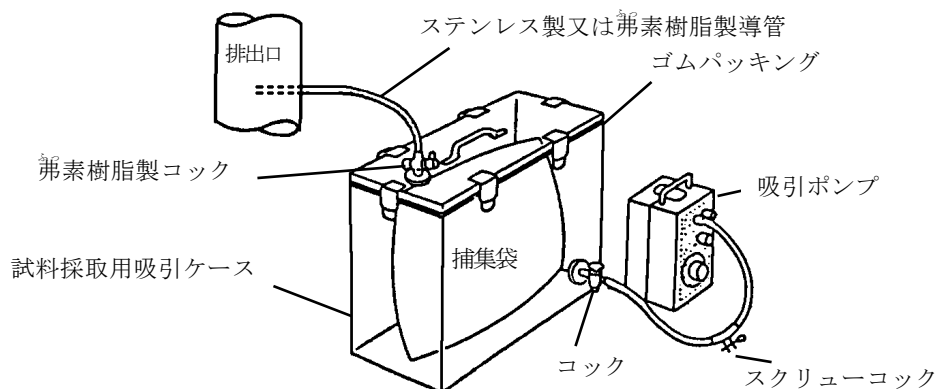


図4 間接法採取装置

(2) 試料ガス採取方法

試料ガスの採取に当たって、あらかじめ気温及び排出ガス温度を測定しておくとともに、発生源、処理、回収施設の稼働状況等も併せて把握し記録しておく。

ア 真空瓶法

(ア) 直接採取法

a 試料ガスの採取に当たっては、真空瓶の内部が2 mmHg (266 Pa) 以下になるまで真空ポンプを用いて脱気しておく。なお、試料ガスの採取に使用する真空瓶は、あ

あらかじめ純空気又は窒素ガスで十分に洗浄し、空試験を行っておく。

- b 排出口に試料ガス採取用導管を挿入し、導管の内部を試料ガスで置換するため、注射筒を用いて試料ガスを数回吸引する。
- c 排出口に採取装置を図1に示すように装着する。真空瓶のコックを開き、数分間かけて試料ガスを吸引する。

#### (イ) 置換採取法

- a 試料ガスの採取に当たっては、真空瓶に純空気又は窒素ガスを大気圧まで充填しておく。なお、試料ガスの採取に使用する真空瓶は、あらかじめ純空気又は窒素ガスで十分に洗浄し、空試験を行っておく。
- b 排出口に採取装置を図2に示すように装着する。次に、真空瓶の両端のコックを開き、毎分1 l～4 lの流量で5分程度吸引する。
- c 吸引ポンプを停止し、真空瓶のコックを閉じる。なお、排出口の圧力が負圧の時は、この操作を同時に行う。

### イ 捕集袋法

#### (ア) 直接採取法

- a 使用する試料ガス採取用バックは、あらかじめ純空気又は窒素ガスで十分に洗浄しておく。
- b 排出口に採取装置を図3に示すように装着する。サンプルスクリューコックを閉じ、バイパススクリューコックを開いてから吸引ポンプを作動させ、内部を試料ガスで置換する。
- c バイパススクリューコックを閉じ、サンプルスクリューコックを開く。次に、ポンプの流量を毎分1 l～4 lの流量に調整し、試料ガス採取用バックに5分程度採取する。なお、注射筒を用いて排出口から直接に試料ガスを採取し、試料ガス採取用バックに注入してもよい。
- d 吸引ポンプを停止し、バックを取りはずし、シリコンゴム栓等で栓をする。なお、試料ガスの採取に際しては、導管途中でのガス漏れに十分に注意する。

#### (イ) 間接採取法

- a 使用する試料ガス採取用バックは、あらかじめ純空気又は窒素ガスで十分に洗浄しておく。
- b 排出口に試料ガス採取用導管を挿入し、導管の内部を試料ガスで置換するため、注射筒を用いて試料ガスを数回吸引する。
- c 排出口に採取装置を図4に示すように装着し、試料ガス採取用吸引ケースの二つのコックを開く。次に、吸引ポンプを作動させ、毎分2 l～5 lの流量で5分程度吸引し、試料ガス採取用吸引ケース内を減圧することにより試料ガスをバックに採取する。
- d 吸引ポンプを停止し、バックを取りはずし、シリコンゴム栓等で栓をする。なお、試料ガスの採取に際しては、導管途中でのガス漏れ及び試料ガス採取用吸引ケースの気密性に十分に注意する。

### (3) 標準ガスの調製

清浄な空気又は窒素ガスで洗浄したほう珪酸ガラス製の真空瓶に、真空かつ加熱した状態で、

一定量の分析成分試薬（液体）をマイクロシリンジを用いて注入する。この場合、真空瓶内は真空状態になっているので、マイクロシリンジの針先の試薬（液体）の量を考慮して正確に注入する。なお、標準ガスの調製に使用する試薬は、特級を用いる。

次に、室温になるまで放置した後、真空瓶内が大気圧になるまで清浄な空気を通じる。調製した標準ガス 1 ml 中に含まれる各分析成分のガス量を次の式により算出する。

$$v (\mu l) = \frac{s \cdot d}{M} \times 22.4 \times 10^3 \times \frac{1}{A}$$

v : 標準ガス 1 ml 中に含まれる分析成分の量 ( $\mu l$ , 0°C, 1気圧)

s : 注入気化させる試薬の液量 ( $\mu l$ )

d : 注入気化させる試薬（液体）の比重

M : 注入気化させる試薬（分析成分）の分子量

A : 使用する真空瓶の容積 (ml)

なお、1 l の真空瓶に各試薬（液体） 1  $\mu l$  を注入した場合に標準ガス 1 ml 中に含まれる各分析成分のガス量は次のとおりとなる。

分析成分	標準ガス 1 ml 中のガス量
ベンゼン	0.25 $\mu l$ (0°C, 1気圧)
トルエン	0.21 $\mu l$ (0°C, 1気圧)
キシレン	
o-キシレン	0.19 $\mu l$ (0°C, 1気圧)
m-キシレン	0.18 $\mu l$ (0°C, 1気圧)
p-キシレン	0.18 $\mu l$ (0°C, 1気圧)
トリクロロエチレン	0.25 $\mu l$ (0°C, 1気圧)
テトラクロロエチレン	0.22 $\mu l$ (0°C, 1気圧)
ジクロロメタン	0.35 $\mu l$ (0°C, 1気圧)

#### (4) 分析

採取した試料ガスは、速やかに分析する。（排出ガス温度の高い試料ガスを真空瓶により採取した場合は、常温になると内部が減圧になるので、注射筒により真空瓶内が大気圧になるまで純空気を加え、その量を計っておく。）

なお、試料ガスを採取した真空瓶又は試料採取用バックを保管する場合には、直射日光を避けて保管する。

また、水素炎イオン化検出器付ガスクロマトグラフへの試料ガスの導入は、ガスタイトシリンジ又はガスサンプラーを用いて行う。

##### ア 分離カラム

次のもの又はこれに相当するものを用いること。

##### (ア) 充填剤

###### a ベンゼン、トルエン及びキシレン

固定相液体 5%ベントン 34 + 5%ジイソデシルフタレート (DIDP)

担 体 クロモソルブW (AW DMC S) 80 メッシュ~100 メッシュ

- b トリクロロエチレン、テトラクロロエチレン及びジクロロメタン  
固定相液体 20%シリコンDC 550  
又は20%シリコンDC 200  
担 体 クロモソルブW (AW DMC S)  
60メッシュ～80メッシュ

(イ) 材質

ガラス製又はステンレス製

(ウ) 長さ

2m～3m

(エ) 内径

約3mm

イ キャリヤーガス

窒素

ウ キャリヤーガス流量

3ml/min～50ml/min

エ 温度

(ア) カラム

- a ベンゼン、トルエン及びキシレン

70℃～90℃

- b トリクロロエチレン、テトラクロロエチレン及びジクロロメタン

60℃～120℃

(イ) 検出器

200℃程度

(ウ) 注入口

200℃程度

(5) 検量線の作成

分析成分の標準ガスをガスタイトシリンジを用いて段階的に一定容量（通常0.5ml～2.0ml程度）を正確に取り、ガスクロマトグラフに導入してクロマトグラフを記録する。得られたクロマトグラフから分析成分の量（ $\mu\text{l}$ ）とピーク面積の関係をプロットして検量線を作成する。なお、その他必要事項はK0114（ガスクロマトグラフ分析のための通則）を準用する。

(6) 定量

試料採取した真空瓶又は試料採取用バック内の試料ガスの一定量V（ml）を取り、ガスクロマトグラフに導入する。得られたクロマトグラフから分析成分に相当する面積を読み取り、検量線に照らして、試料中の分析成分の量v（ $\mu\text{l}$ ）を求める。

排ガス中の分析成分の濃度C（ppm）は、次の式により算出する。

$$C = \frac{v \times 1000}{V \times \frac{273}{273 + T}}$$

C：試料ガス中の濃度（ppm）

v：検量線から求めた分析成分量（ $\mu\text{l}$ ）

V：ガスクロマトグラフ分析に用いた試料ガス量（m l）

T：分析時の室温（℃）

なお、排出ガス温度の高い試料ガスを真空瓶で採取した場合には、上記濃度Cは次の式により補正する。

$$C' = \frac{1000 \times C}{1000 - D}$$

C'：補正後の試料ガス中の濃度（p p m）

C：補正前の試料ガス中の濃度（p p m）

D：真空瓶中に加えた純空気量（m l）

## 2 市長が定めるガスクロマトグラフ質量分析法

### (1) 試料ガス採取装置

「1 市長が定める水素炎イオン化検出器付ガスクロマトグラフ法」と同様とする。

### (2) 試料ガス採取方法

「1 市長が定める水素炎イオン化検出器付ガスクロマトグラフ法」と同様とする。

### (3) 標準ガスの調製

「有害大気汚染物質測定方法マニュアル」（平成9年2月、環境庁大気保全局大気規制課）第Ⅱ章第1節の2に示す方法による。

### (4) 分析

採取した試料ガスは、速やかに分析する。（排出ガス温度の高い試料ガスを真空瓶により採取した場合は、常温になると内部が減圧になるので、注射筒により真空瓶内が大気圧になるまで純空気を加え、その量を計っておく。）

なお、試料ガスを採取した真空瓶又は試料採取用バックから、試料ガスの一部をガスタイトシリンジにより採取し、これを「有害大気汚染物質測定方法マニュアル」（平成9年2月、環境庁大気保全局大気規制課）第Ⅱ章第1節の3の(1) a)に示すもので内部を13Pa（約0.1mmHg）以下に減圧したステンレス容器に注入し、同マニュアル第Ⅱ章第1節の2の(2)に示す加湿ゼロガスを加えて、容器圧力が200kPa（約1500mmHg）程度まで加圧する。このとき、希釈倍率nを以下の式により求めておく。

$$n = (P_f \times V_c) / (P_i \times V_i)$$

Pf:加圧したステンレス容器の圧力（kPa）

Pi:ステンレス容器に試料を注入したときの大気圧（kPa）

Vc:ステンレス容器の内容積（m l）

Vi:ステンレス容器に注入した試料ガス量（m l）

### (5) 検量線の作成

「有害大気汚染物質測定方法マニュアル」（平成9年2月、環境庁大気保全局大気規制課）第Ⅱ章第1節の5の(5)に示す方法により検量線を作成する。

### (6) 定量

ステンレス容器内の試料成分を「有害大気汚染物質測定方法マニュアル」（平成9年2月、環境庁大気保全局大気規制課）第Ⅱ章第1節の5の(1)～(4)に示す方法により測定する。

排出ガス中の試料成分の濃度は、次の手順により算出する。

ア ステンレス容器内の試料の20℃における濃度C ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ) の算出

上記マニュアル第II章第1節の7の計算式で、トラベルブランクA<sub>t</sub>の値をゼロとし算出する。

イ 排出ガス中試料成分の0℃1気圧に換算した濃度C<sub>s</sub>, ( $\text{mg}/\text{m}^3\text{N}$ ) の算出

$$C_s' = C \times n \times 273 / (1000 - D) \times 293$$

C : (1) で求めたステンレス容器内の試料の20℃における濃度C ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )

n : 「4 分析」で求めた希釈倍率

D : 真空瓶中に加えた純空気量 (ml)

ウ 排出ガス中試料成分の0℃1気圧に換算した濃度C<sub>s</sub> (ppm) の算出

$$C_s = C_s' \times 22.4 / M$$

C<sub>s</sub>' : (2) で求めた排出ガス中試料成分の0℃1気圧に換算した濃度 ( $\text{mg}/\text{m}^3\text{N}$ )

M : 試料成分の分子量