

○環境省告示第八十五号

環境基本法（平成五年法律第九十号）第十六条の規定に基づき、地下水の水質汚濁に係る環境基準（平成九年三月環境省告示第十号）の一部を次のように改正し、平成十四年五月十五日から施行する。

平成十四年五月十三日

環境大臣 細野 豪志

付表を次のように改定する。

付表

塩化ビニルモノマーの測定方法

第 1 パージ・トラップー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 2 の 1 の(2)に掲げるメタノール
- (3) 塩化ビニル標準ガス

純度99%以上の塩化ビニルモノマーを含むもの

- (4) 塩化ビニル標準原液（100 $\mu\text{g}$  / ml）

5,000 $\mu\text{g}$ の塩化ビニルを含む塩化ビニル標準ガスをガスタイトシリンジに採り、バイアル中のメタノール（あらかじめ65mlバイアル中にメタノール50mlを入れ、四ふっ化エテン樹脂フィルム、シリコーンゴム栓及びアルミシールで栓をし、氷水等を用いて冷却したもの）に溶解したもの（注 1 ⅰ注 2）

- (5) 塩化ビニル標準液（1 $\mu\text{g}$  / ml）

メタノールを50～90ml程度入れた100ml全量フラスコに、塩化ビニル標準原液 1 ml を採り、メタノールで100mlとしたもの

- (6) 内標準原液（100 $\mu\text{g}$  / ml）

5,000 $\mu\text{g}$ の塩化ビニル-d 3 を含む塩化ビニル-d 3 標準ガスをガスタイトシリンジに採り、バイアル中のメタノール（あらかじめ65mlバイアル中にメタノール50mlを入れ、四ふっ化エテン樹脂フィルム、シリコーンゴム栓及びアルミシールで栓をし、氷水等を用いて冷却したもの）に溶解したもの（注 1 ⅰ注 2 ⅰ注 3）

- (7) 内標準液（1 $\mu\text{g}$  / ml）

メタノールを50～90ml程度入れた100ml全量フラスコに、内標準原液 1 ml を採り、メタノールで100mlとしたもの

- （注 1）濃度保証された市販の分析用標準液等を用いてもよい。
- （注 2）使用時に調製する。ただし、調製した標準品を直ちに冷却し、氷水等を用いた冷却条件下でアンブルに移し、溶封して冷暗所に保存すれば 1～3 か月は保存できる。それ以上の期間を経過したものは、純度を確認してから使用する。
- （注 3）塩化ビニルは、常温でガス状の物質であり、分析操作で揮散しやすく、測定上の妨害も受けやすいことから、安定同位体標識化合物（塩化ビニル-d 3）を内標準物質として用いることとする。塩化ビニル-d 3 以外に適当な物質があれば、内標準物質として用いてもよい。

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) パージ・トラップ装置（注 4 ⅰ注 5）
  - (a) 公共用水域告示付表 7 の第 2 の 2 の(2)の(a)に掲げるパージ容器
  - (b) 公共用水域告示付表 7 の第 2 の 2 の(2)の(b)に掲げるパージ容器恒温装置
  - (c) 公共用水域告示付表 7 の第 2 の 2 の(2)の(c)に掲げるトラップ用管
  - (d) トラップ管充てん剤
    - 2，6-ジフェニル-1，4-ジフェノキシドポリマー（粒径177～250 $\mu\text{m}$ 又は250～500 $\mu\text{m}$ ）を含み、かつ、シリカゲル（粒径250～500 $\mu\text{m}$ ）活性炭（粒径250～500 $\mu\text{m}$ ）又はこれらと同等の性能をもつもの（注 6）を含むもの

- (e) トラップ管

トラップ管充てん剤をトラップ用管に充てん（注 7）したものを（使用に先立って、ヘリウムを毎分20～90mlで流しながら、トラップ管の再生温度で30～60分間加熱する（注 8））

- (f) 公共用水域告示付表 7 の第 2 の 2 の(2)の(f)に掲げるトラップ管加熱装置
- (g) 公共用水域告示付表 7 の第 2 の 2 の(2)の(g)に掲げるパージガス
- (h) 冷却凝縮装置（注 9）

内面に不活性処理を施した内径0.53mmのステンレス管、内径0.32～0.53mmの石英ガラス管又はキャピラリーカラムで、凝縮時に-30 以下に冷却ができ、かつ、脱着時には 1 分間以内にカラム槽の温度まで、又は200 程度に加熱できるもの

- (3) ガスクロマトグラフ質量分析計（注 10）

- (a) 公共用水域告示付表 7 の第 2 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 4）あらかじめ装置の取扱説明書等に従って洗浄し、試験操作に支障がないことを確認する。

（注 5）パージ・トラップ装置の最適条件は、吸着剤の種類や使用量等によって異なるので、十分な回収が得られる条件をあらかじめ求めておく。パージ条件は、トラップ管の破過容量を超えないよう注意する。

（注 6）2，6-ジフェニル-1，4-ジフェノキシドポリマーは、TenaxTA等の名称で市販されている。

（注 7）通常は、2，6-ジフェニル-1，4-ジフェノキシドポリマーを単独で用いることもあるが、シリカゲル若しくは活性炭又はシリカゲル及び活性炭を併せて用いてもよい。この場合、あらかじめ対象とする揮発性有機化合物が定量的に吸着又は脱着されることを確認しておく。シリカゲルを用いた場合には、水分除去の操作を必ず行う。

（注 8）トラップ管は、この他に試料の測定ごとに、再生温度（約180～280 ）でヘリウムの流量を毎分20～90mlとして、10分間程度通気する。

（注 9）クライオフォーカス装置ともいう。検出ピークを鋭くするために、トラップ管の後段に位置し、トラップ管で加熱脱着した揮発性有機化合物の吸着帯を狭める装置であるが、この装置を用いないで検出ピーク幅を狭める機能を備えているものもある。

（注 10）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、0.5ngが検出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

試料の適量（0.5～25mlの一定量、例えば 5 ml）を泡立てないようにパージ容器に全量ビベット等で静かに注入し、内標準液（塩化ビニル-d 3）を加えて0.5 $\mu\text{g}$  / L となるようにし、測定用試料とする（注 11）。

- (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 11）（注 12）。

- (3) 添加回収試験液の調製

パージ容器中の試料に塩化ビニル標準液を加えて0.05～5 $\mu\text{g}$  / Lとし、更に内標準液（塩化ビニル-d 3）を加えて0.5 $\mu\text{g}$  / 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 11 ⅰ注 13）。

- (4) 分析

- (a) パージ容器をパージ容器恒温装置に入れ、試料の温度を一定（例えば、40 以下）にする。トラップ管の温度が室温程度であることを確認して、パージガスを一定量通気して対象物質を気相中に移動させてトラップ管に捕集する。