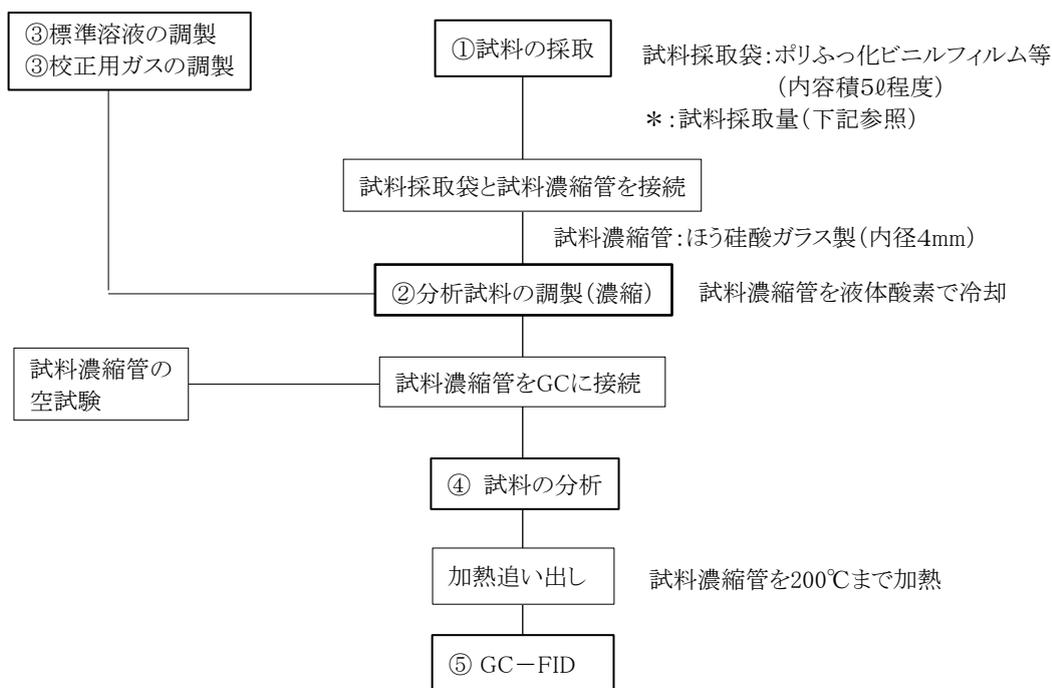


2.5 イソブタノール

2.5.1 試料採取から分析に至るまでの全体的な操作手順（測定方法）

『敷地境界線における濃度の測定』

『気体排出口における流量の測定』

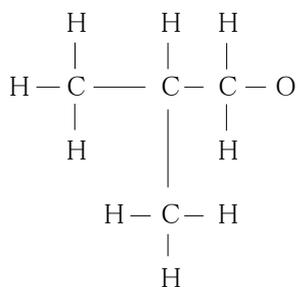


* : 試料採取量

『敷地境界線における濃度の測定』の場合 : 6 ~ 30秒以内 (50程度)

『気体排出口における流量の測定』の場合 : 特に規程はない (5 ~ 100程度)

2.5.2 構造式



イソブタノール
(CH₃)₂CHCH₂OH

2.5.3 性状

物質名	化学式	分子量	比重	融点℃	沸点℃	溶解度
イソブタノール	$(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{OH}$	74.12	0.8018	-108	108	水100gに9.5g

2.5.4 『敷地境界線における濃度の測定』

【測定方法】

昭和47年環境庁告示第9号別表第5の第1（第2部 3.悪臭防止法施行規則参照）

【測定方法の概要】

試料採取袋に採取した試料を、液体酸素で冷却した試料濃縮管に通し、イソブタノールを低温濃縮する。水素炎イオン化検出器を備えたGCに試料濃縮管を接続し、試料濃縮管を加熱してカラムに導入しイソブタノールを分析する。

【①試料の採取】

試料ガス採取装置を用いて、試料採取袋に6秒以上30秒以内で全量5ℓを採取する。

【試料ガス採取装置】

試料ガス採取装置として、3形式（(1)吸引ポンプ形式 (2)吸引ケース形式 (3)試料ガス採取用吸引瓶形式）の内のいずれかを用いる。

【②分析試料の調製】

試料採取袋の試料を液体酸素で冷却した試料濃縮管に通し、イソブタノールを低温濃縮する。

【試料濃縮管の調製】

試料濃縮管（ほう硅酸ガラス製、内径4mm程度、外部にニクロム線を等間隔に巻いて加熱できる構造）に充てん剤（担体のみ：液相が無い物）を充てんし、充てん剤がこぼれないように両端を石英ガラスウールで止める。試料濃縮管に窒素を流しながら200℃程度で2～3時間空焼きした後、使用する。

【③標準溶液の調製】

容量100mlのメスフラスコにイソブタノール1.0gを取りノルマルペンタンに溶かし、ノルマルペンタンを標線まで加える。

この溶液1μℓにイソブタノール10μgが含まれる。

【③校正用ガスの調製の場合】

イソブタノール4μℓをマイクロシリンジに取り、校正用ガス瓶（容量1,000ml、希釈ガス：窒素）にシリコンゴム栓を通して注入し、気化させ調製する。このガス1mlは、イソブタノールの気体として0.969μℓ（969ppm）（0℃、101.3kPa）に相当する。

【④試料の分析】

試料採取袋の試料を液体酸素で冷却した試料濃縮管に通し、イソブタノールを低温濃縮する。その後、液体酸素で冷却した試料濃縮管をGCに接続する。GCの三方コックを切り替えて試料濃縮管にキャリアガスを流し、その流量が安定し、かつ、検出器の応答が十分安定していることを確認した後、液体酸素を外して試料濃縮管を-183℃から200℃程度まで約1分間で加熱脱着させ、イソブタノールをカラムに導入し昇温分析する。

【試料の保存】

試料採取袋に採取した試料を、冷暗所に保存する(注1)。

(注1)試料採取後は、速やかに分析する。

【⑤分析方法】

1) GC分析条件例

検出器 : 水素炎イオン化検出器 (FID)
カラム : ガラス製, 内径 3 mm, 長さ 3 m
カラム充てん剤 : 25%ポリエチレンゴリコール1500 Uniport HP
注入口温度 : 180℃
カラム温度 : 30~120℃ 4℃/分昇温
キャリアガス : 窒素, 50ml/分

2) 検量線

検量線の作成は、【③標準溶液の調製】の溶液を1/10~1/100程度に希釈したものを、マイクロシリンジを用いて1μlを取り、【④試料の分析】で行う。または、校正用ガスを用いる場合は、【③校正用ガスの調製の場合】のガスを1/100~1/1,000に希釈したものを、ガスシリンジを用いて1~5mlを取り【④試料の分析】で行う。注入量と得られたピーク面積から検量線を作成する。

3) 定量

分析用試料を【④試料の分析】で分析し、ピーク面積を求め、検量線に照らしてイソブタノール量を求める。

4-1) 濃度の算出 (標準溶液の調製の場合)

濃度の算出は、3) 定量で求めたイソブタノール量 A (μg) から、試料採取時の気温 t (℃)、気圧 P (kPa) 及び吸引ガス量 V (l) を用いて、ppmとして求める。

$$C \text{ (ppm)} = \frac{22.4 \times A}{74.12 \times V \times \frac{273}{273+t} \times \frac{P}{101.3}}$$

4-2) 濃度の算出 (校正用ガスの調製の場合)

濃度の算出は、3) 定量で求めたイソブタノール量 A ($\mu\ell$) から、試料採取時の気温 t ($^{\circ}\text{C}$)、気圧 P (kPa) 及び吸引ガス量 V (ℓ) を用いて、ppmとして求める。

$$C \text{ (ppm)} = \frac{A}{V \times \frac{273}{273+t} \times \frac{P}{101.3}}$$

5) 定量下限

試料採取量を 1ℓ とした場合の定量下限は、 0.01ppm 程度である。

6) 試薬

- (1) ノルマルペンタン：特級試薬
- (2) イソブタノール：特級試薬

7) 装置・器具

- (1) メスフラスコ (10ml , 100ml)
- (2) ホールピペット (1ml , 5ml , 10ml)
- (3) マイクロシリンジ ($5\mu\ell$, $100\mu\ell$)
- (4) ガスシリンジ (1ml)
- (5) カラム：ガラス製、内径 3mm 、長さ 3m
- (6) カラム充てん剤：25%ポリエチレングリコール1500 Uniport HP
- (7) 試料濃縮管
- (8) ステンレス製注射針
- (9) 温度調節器
- (10) 試料採取袋 (容量 $5\sim 100$ 程度、テドラーまたはポリエステル製)
- (11) 校正用希釈瓶 (容量 $1,000\text{ml}$ 程度)
- (12) ジュワー瓶 (0.5ℓ 及びタンク 10ℓ)
- (13) 液体酸素
- (14) GC (FID装備)
- (15) 試料ガス採取装置
- (16) 試料ガス濃縮装置 (吸引ポンプ、流量計)

2.5.5 『気体排出口における流量の測定』

【測定方法の概要】

排出ガス中のイソブタノール濃度が、濃縮操作をしないでGCで検出できる場合には、試料採取袋に採取した排出ガスの一部を直接カラムに導入し分析する。濃縮操作をしな

ければGCで検出できない場合には、2.5.4 『敷地境界線における濃度の測定』の【測定方法】と同様の操作を行う。

【①試料の採取】

試料ガス採取装置を用いて試料採取袋に状況に応じ、排出ガスを採取する。

【試料ガス採取装置】

試料ガス採取装置として、2形式（(1)吸引ポンプ形式 (2)吸引ケース形式）の内のいずれかを用いる。

【②分析用試料の調製】

1) 試料採取袋の排出ガスを、直接ガスシリンジに取る。

2) 定量下限に達しない低濃度の場合

試料採取袋の排出ガスを液体酸素で冷却した試料濃縮管に通し、イソブタノールを低温濃縮する。

【④試料の分析】

1) 試料採取袋に採取した排出ガス1mlをガスシリンジに分取し、FIDを備えたGCに間接導入して、イソブタノールを分析する。

2) 定量下限に達しない低濃度の場合

1) の操作で定量下限に達しない低濃度の場合は、2.5.4 『敷地境界線における濃度の測定』の【④試料の分析】に従い分析する。

【日本工業規格Z8808に定める方法】

2.1 アンモニアの項と同様。

2.5.6 特定悪臭物質の測定の方法の解説

2.5.6.1 昭和47年環境庁告示第9号別表第5の第1

(敷地境界線における濃度の測定)

第1 敷地境界線における濃度の測定

1 試薬

(1) ノルマルペンタン

《解説》

試薬の等級は、出来るだけ等級の高い試薬（例：けい光分析用等）を用いて空試験を行い、イソブタノールの分析に影響のないものを使用する。

第1 敷地境界線における濃度の測定

1 試薬

(2) イソブタノール標準溶液

《解説》

計算例を示すと、ノルマルペンタン1 μl中にイソブタノール10 μg含む。

$$\text{イソブタノール} = \frac{1.0\text{g}}{100\text{ml}} = 10 \mu\text{g}/\mu\text{l}$$

第1 敷地境界線における濃度の測定

2 装置及び器具

(1) 試料ガス採取装置及び試料採取袋

《解説》

2.2 メチルメルカプタンの項と同様。

第1 敷地境界線における濃度の測定

2 装置及び器具

(2) 試料濃縮管

《解説》

- 1) 2.2 メチルメルカプタンの項と同様のものを使用する。
- 2) 試料濃縮管に充填する充てん剤は、白色珪藻土担体を酸で洗いジメチルクロロシラン処理したものを使用するが、分離状況によっては、1%程度の液相を付けたOV-17等耐熱性のあるものを使用する。

第1 敷地境界線における濃度の測定

2 装置及び器具

(3) ガスクロマトグラフ分析装置

エ 充てん剤は・・・・・・・・

《解説》

数種のカラム充てん剤について検討した結果、25% PEG 1500 Chromosorb W AW DMCSが良好であった。GC分析条件を、表2.5-1及び標準溶液の分離例を図2.5-1に示す。キャピラリーカラムを用いてもよい。キャピラリーカラムを用いた分離例を2.7トルエン、スチレン及びキシレンの項の図2.7-5に示す。

表 2. 5 - 1 GC分析条件例

カラム液相	ガラス製内径 3 mm, 長さ 3 m 25%PEG1500白色珪藻土担体 酸洗浄ジメチルジクロロシラン処理
カラム温度	30~120℃ 5℃/分昇温
試料導入口温度	180℃
キャリアーガス	窒素50ml/分
検出器	FID

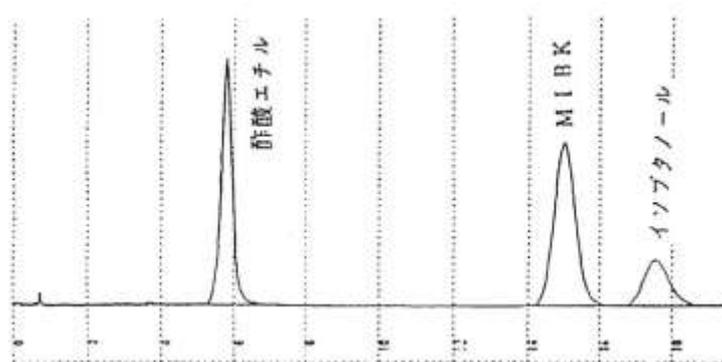


図 2. 5 - 1 標準溶液の分離例

備考

2 妨害成分がなく,

《解説》

使用機器に応じて、最適条件を設定できるように、必要最低限の条件を示してある。カラム充てん剤の種類、長さ、内径及び分析条件を考慮し設定を行う。また、分離定量可能な分析条件が得られる場合には、酢酸エチル、メチルイソブチルケトン、トルエン、スチレン及びキシレンを同時に分析する。キャピラリーカラムを用いてもよい。

第 1 敷地境界線における濃度の測定

3 測定の手順

(2) 試料ガスの採取

《解説》

- 1) 2. 2 メチルメルカプタンの項と同様のものを使用する。
- 2) 試料の採取は、悪臭物質の濃度が時間によって変動したり、試料採取者がにおいを感じてから採取するまでに時間差が生じたり、さらに、試料採取者の嗅覚が対象とする臭気に順応する場合があるので、複数回（例えば、3～5回）採取する。採取した試料は、

できるだけ効率よく分析に供するために、採取後、嗅覚または検知管等の手段を用いて、採取したいくつかの試料の中からにおいの強いものを選別し、それらについて分析を行うようにする。

第1 敷地境界線における濃度の測定

3 測定の手順

(3) 試料の濃縮

《解説》

2. 2メチルメルカプタンの項と同様。

第1 敷地境界線における濃度の測定

3 測定の手順

(4) ガスクロマトグラフ分析

《解説》

2. 2メチルメルカプタンの項と同様。

備考

1 定量が可能な場合・・・・・・・・

《解説》

分析用試料のイソブタノール濃度（数ppm程度）が高い場合には、濃縮操作を省略し、直接GCに注入して分析する。

第1 敷地境界線における濃度の測定

3 測定の手順

(5) 検量線の作成

備考

3 検量線の作成・・・・・・・・

《解説》

検量線の作成において、ノルマルペンタンで希釈するとイソブタノールのピークがGC分析時に溶媒の影響で分離が悪くなる場合がある。このような時には、校正用ガス瓶を用いてイソブタノールを気化すれば、溶媒の影響がなくGC分析できる。例えば、イソブタノール原液4 μ lをマイクロシリンジで取り、校正用ガス瓶（容量1,000ml程度）に注入す

る（1段希釈）。この校正用ガス瓶を約100℃に加熱して、イソブタノールを気化させる。常温に戻ってからガスシリンジで1ml取り、他の校正用ガス瓶（容量1,000ml程度）に希釈することにより、0.969ppm（0℃、101.3kPa）の標準ガスが得られる（2段希釈）。

$$\text{校正用ガス中の濃度 } C \text{ (ppm)} = \frac{\text{比重 (g/ml)} \times \text{注入量 } (\mu\text{l}) \times 22.4 \text{ (l)}}{\text{分子量 (g)} \times \text{校正用ガス瓶の体積 (ml)}}$$

$$\text{1段希釈 } C_1 \text{ (ppm)} = \frac{0.8018\text{g/ml} \times 4 \mu\text{l} \times 22.4\text{l}}{74.12\text{g} \times 1,000\text{ml}} = 969$$

$$\text{2段希釈 } C_2 \text{ (ppm)} = \frac{969 \times 1\text{ml}}{1,000\text{ml}} = 0.969$$

2.5.6.2 昭和47年環境庁告示第9号別表第5の第2

（気体排出口における流量の測定）

第2 気体排出口における流量の測定

- 備考1 定量が可能な場合・・・
- 2 妨害成分がなく・・・

《解説》

2.5.6.1 第1敷地境界線における濃度の測定と同様。

2.5.7 その他の留意事項

その他 1

ポーラスポリマービーズの保持量について

《解説》

Tenax GC, Chromosorb 101及びPorapak Qの常温における保持量を、**図2.5-2**～**図2.5-4**に示す。吸着剤として試料の捕集に最も多く使用されているTenax GCのイソブタノールの保持率は、試料5lを吸引した場合回収率が60%程度であり、常温吸着法には採用できなかった。Porapak Qの場合には、イソブタノールの保持量は良いが妨害成分が多いので使用する時には注意する。

○:ノルマルブタノール △:イソブタノール □:セカンダリーブタノール ●:ターシャリーブタノール
 ▲:ノルマルプロパノール ■:イソプロパノール
 ◎:エタノール ×:メタノール

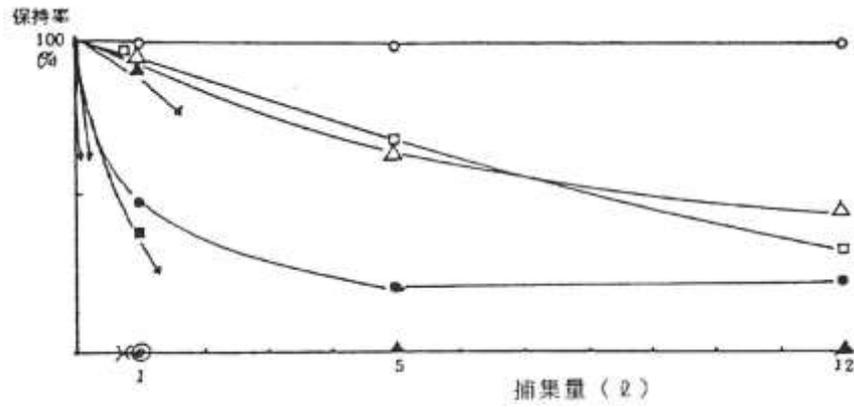


図2. 5-2 Tenax GCの保持量¹⁴⁾

○:ノルマルブタノール △:イソブタノール □:セカンダリーブタノール ●:ターシャリーブタノール
 ▲:ノルマルプロパノール ■:イソプロパノール
 ◎:エタノール ×:メタノール

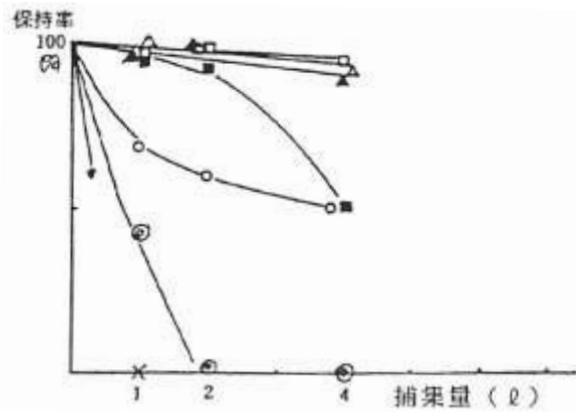


図2. 5-3 Chromosorb 101の保持量¹⁴⁾

○:ノルマルブタノール △:イソブタノール □:セカンダリーブタノール ●:ターシャリーブタノール
 ▲:ノルマルプロパノール ■:イソプロパノール
 ◎:エタノール ×:メタノール

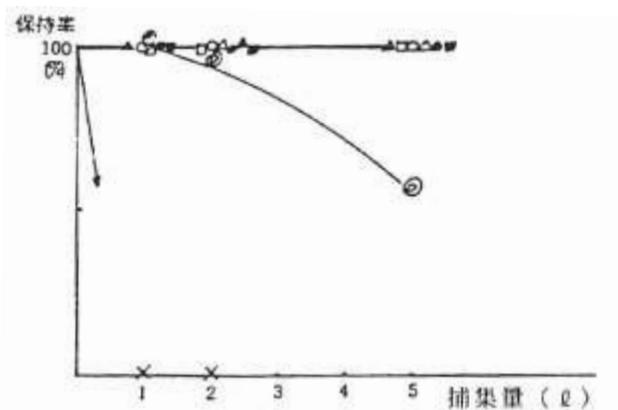


図2. 5-4 Porapak Qの保持量¹⁴⁾

その他 2

イソブタノールの回収率及び繰り返し精度について

《解説》

常温吸着法 (Tenax GC使用) 及び低温濃縮法によるイソブタノールの回収率及び繰り返し精度を、表2. 5-2に示す。

ただし、いずれの方法も捕集量は10である。捕集量が10であれば常温吸着法でも回収率及び繰り返し精度が良いことがわかる。

表2. 5-2 イソブタノールの回収率及び繰り返し精度

捕集方法		常温吸着法	低温濃縮法
繰 り 返 し	1	0.107ppm	0.103ppm
	2	0.105	0.115
	3	0.105	0.105
	4	0.103	0.103
	5	0.112	0.097
平均値 (ppm)		0.106	0.105
標準偏差 (ppm)		0.00343	0.00654
変動係数 (%)		3.2	6.2
回収率 (%)		97.6	96.1