

まえがき

この規格は、工業標準化法第 14 条によって準用する第 12 条第 1 項の規定に基づき、社団法人日本環境測定分析協会(JEMCA)／財団法人日本規格協会(JSA)から、工業標準原案を具して日本工業規格を改正すべきとの申出があり、日本工業標準調査会の審議を経て、経済産業大臣が改正した日本工業規格である。これによって、**JIS K 0099 : 1998** は改正され、この規格に置き換えられる。

今回は、書式の見直しをして改正を行った。

この規格の一部が、技術的性質をもつ特許権、出願公開後の特許出願、実用新案権、又は出願公開後の実用新案登録出願に抵触する可能性があることに注意を喚起する。経済産業大臣及び日本工業標準調査会は、このような技術的性質をもつ特許権、出願公開後の特許出願、実用新案権、又は出願公開後の実用新案登録出願にかかわる確認について、責任はもたない。

JIS K 0099 には、次に示す附属書がある。

附属書 1（規定）イオン電極法

附属書 2（規定）インドフェノール青吸光光度法における共存する硫黄酸化物などが妨害する場合の分析方法

目 次

	ページ
1. 適用範囲	1
2. 引用規格	1
3. 共通事項	1
4. 分析方法の種類及び概要	1
5. 試料ガス採取方法	2
5.1 試料ガス採取	2
5.2 試薬及び吸収液の調製	2
5.3 器具及び装置	2
5.4 採取操作	3
5.5 試料ガス採取量	4
6. 分析用試料溶液の調製	5
6.1 インドフェノール青吸光光度法の場合	5
6.2 イオンクロマトグラフ法の場合	5
7. 定量方法	5
7.1 インドフェノール青吸光光度法	5
7.2 イオンクロマトグラフ法	8
8. 分析結果の記録	10
8.1 記録項目	10
8.2 排ガス分析値の求め方	10
附属書 1 (規定) イオン電極法	15
附属書 2 (規定) インドフェノール青吸光光度法における共存する 硫黄酸化物などが妨害する場合の分析方法	18

排ガス中のアンモニア分析方法

Methods for determination of ammonia in flue gas

1. 適用範囲 この規格は、排ガス中のアンモニアを分析する方法について規定する。

備考 この規格において、排ガスとは、燃焼、化学反応、脱硝工程、金属表面処理工程などにおいて煙道、煙突、ダクト（以下、ダクトという。）などに排出されるガスをいう。

2. 引用規格 付表 1 に示す規格は、この規格に引用されることによって、この規格の規定の一部を構成する。これらの引用規格は、その最新版（追補を含む。）を適用する。

3. 共通事項 化学分析方法、排ガスの試料採取方法、吸光光度分析、イオンクロマトグラフ法に共通する事項については、それぞれ JIS K 0050、JIS K 0095、JIS K 0115 及び JIS K 0127 による。

4. 分析方法の種類及び概要 分析方法の種類及び概要は、表 1 による。

表 1 分析方法の種類及び概要

分析方法の種類	分析方法の概要			適用条件
	要旨	試料採取	定量範囲 volppm (mg/m ³)	
インドフェノール 青吸光光度法	試料ガス中のアンモニアをほう酸溶液に吸収させた後、フェノールペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム溶液及び次亜塩素酸ナトリウム溶液を加えて、インドフェノール青を生成させ、吸光度(640 nm)を測定する。	吸収瓶法 吸収液：ほう酸溶液(5 g/L) 液量：50 ml×2 本 標準採取量：20 L	1.6～15.5 (1.2～11.8)	7.1.1 による。
イオンクロマトグ ラフ法	試料ガス中のアンモニアをほう酸溶液に吸収させた後、イオンクロマトグラフに導入し、アンモニウムイオンのクロマトグラムを得る。	吸収瓶法 吸収液：ほう酸溶液(5 g/L) 液量：25 ml ⁽¹⁾ ×2 本又は 50 ml ⁽²⁾ ×2 本 標準採取量：20 L	0.6～15.5 ⁽³⁾ (0.5～11.8) 6.2～310 ⁽⁴⁾ (4.7～236)	

注⁽¹⁾ 容量 100 ml の吸収瓶を用いたときの吸収液量。

注⁽²⁾ 容量 250 ml の吸収瓶を用いたときの吸収液量。

注⁽³⁾ 試料ガスを通した吸収液 50 ml を 100 ml に希釈して分析用試料溶液とした場合。ここに示した定量範囲は、試料ガスの標準採取量、分析用試料液量、アンモニウムイオン標準液(0.01 mg/ml)及び検量線の最適範囲から求めたものである。

注⁽⁴⁾ 試料ガスを通した吸収液 100 ml を 250 ml に希釈して分析用試料溶液とした場合。ここに示した定量範囲は、試

料ガスの標準採取量、分析用試料液量、アンモニウムイオン標準液(0.1 mg/ml)及び検量線の最適範囲から求めたものである。定量範囲を超える濃度を測定する場合は、分析用試料溶液を定量範囲内に入るよう希釈して測定する。

- 備考1. この規格に示す volppm 及び mg/m³ は、標準状態(0 °C, 101.32 kPa)における体積濃度及び質量濃度である。
2. 排ガス中のアンモニアの簡易分析法として、検知管法がある。試料ガスを検知管に吸引し、管中の試薬と反応させ、試薬が変色した長さからアンモニアの濃度を求める。測定濃度範囲は、検知管の種類及び試料ガスの吸引量によるが、100 ml の吸引で 1~1 000 volppm である。
 3. 表 1 の方法の他に附属書 1 (規定) イオン電極法及び附属書 2 (規定) インドフェノール青吸光光度法における共存する硫酸化合物などが妨害する場合の分析方法を規定している。

5. 試料ガス採取方法

5.1 試料ガス採取 分析に用いる試料ガスの採取位置は、代表的なガスが採取できる点を選び、同一採取位置において近接した時間内に、通常 2 回以上試料ガスを採取し、それぞれ分析に用いる。

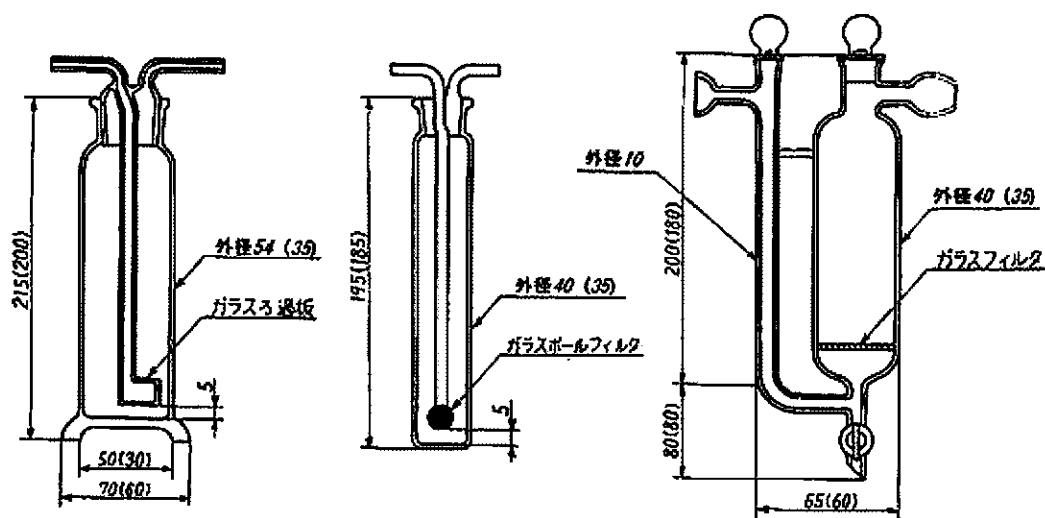
5.2 試薬及び吸収液の調製 試薬及び吸収液の調製は、次による。

- a) 水 JIS K 0557 に規定する種別 A2 のもの。
- b) ほう酸 JIS K 8863 に規定するもの。
- c) 吸収液 [ほう酸溶液(5 g/L)] ほう酸 5.0 g を、水に溶かして全量 1 L とする。

5.3 器具及び装置 器具及び装置は、次による。

- a) 吸収瓶 吸収瓶は、次による。
 - 1) インドフェノール青吸光光度法の場合 図 1 に例示する吸収瓶(容量 250 ml)を 2 個連結して用いる。
 - 2) イオンクロマトグラフ法の場合 図 1 に例示する吸収瓶(容量 100 ml 又は 250 ml)を 2 個連結して用いる。

単位 mm 図の () は 100 ml 用



ガラスろ過板、ガラスボールフィルタ、ガラスフィルタはG1又はG2

a) ガラスろ過板

b) ボールフィルタ

c) 枝管付ガラスフィルタ

図 1 吸収瓶 (100 ml, 250 ml) の一例

- b) 試料ガス採取装置 図 2 に例示する構成で、次の条件を備えていなければならない。

- 1) 試料ガス採取管(B)は、排ガス中のアンモニア及び共存成分によって腐食されず、又はこれに吸着しないガラス管、石英ガラス管、ステンレス鋼管⁽⁵⁾、四ふっ化エチレン樹脂管などを用いる。
- 2) 試料ガス中にダストが混入することを防ぐため、採取管の先端又は適切な位置に、ろ過材⁽⁶⁾を詰める。
- 3) 試料ガス中の水分が凝縮することを防ぐため、採取管からコック(P₁)までの間を加熱できる構造とする⁽⁷⁾。

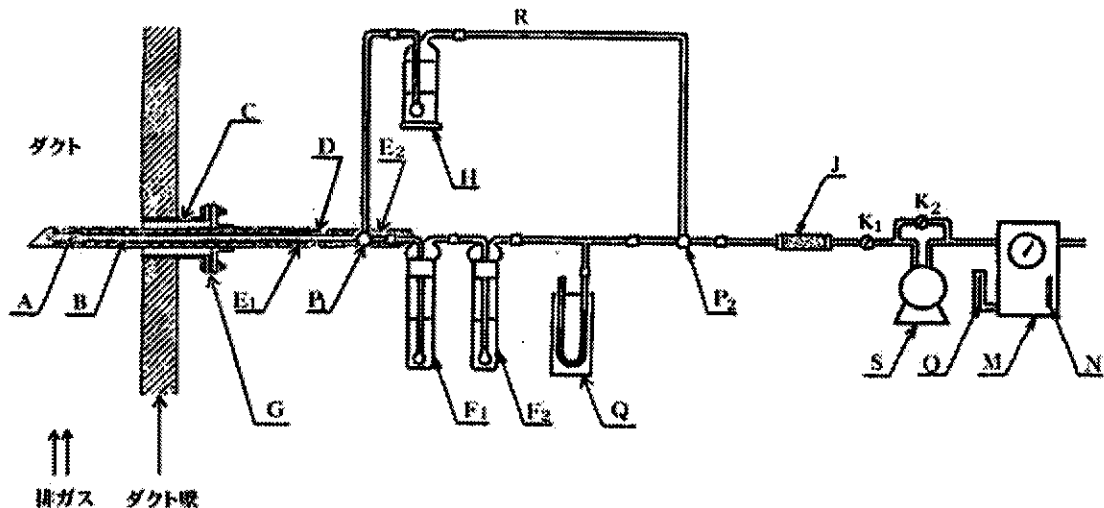
なお、この間の接続部分は、すり合わせ継ぎ手管、シリコンゴム管又は四ふっ化エチレン樹脂管などを用いる。

- 4) 装置各部の接続の際にガス漏れが生じないように組み立てる。

注⁽⁵⁾ SUS 316, SUS 316 L は、アンモニア測定において窒素酸化物が存在すると負の誤差を生じる。

(⁶) 排ガス中の成分と化学反応を生じない材質のもの、例えば、シリカウール、無アルカリガラスウールを用いる。

(⁷) 配管はできるだけ短くし、水分が凝縮するおそれがある場合には、採取管からコック(P₁)の間を 120 °C 程度に加熱する。



- | | |
|--|--|
| A: ろ過材 | J: 乾燥管 |
| B: 試料ガス採取管 | K ₁ , K ₂ : 流量調節コック |
| C: 採取口 | M: 湿式ガスメータ又は乾式ガスメータ |
| D: 温度計 | N: 温度計 |
| E ₁ , E ₂ : ヒータ | O: マノメータ |
| F ₁ , F ₂ : 吸収瓶(容量 250 ml 又は 100 ml) | P ₁ , P ₂ : 流路切替え三方コック |
| G: フランジ | Q: 水銀マノメータ |
| H: 洗淨瓶 [水酸化ナトリウム溶液(40 g/L) 50 ml を入れる] | R: バイパス |
| | S: 吸引ポンプ |

図 2 試料ガス採取装置の一例

5.4 採取操作 操作は、次による。ここに示す装置の記号は、図 2 による。

a) 吸収瓶及び吸収液量は、次のいずれかによる。

- 1) インドフェノール青吸光光度法の場合 吸収瓶(容量 250 ml) (F₁, F₂) に 5.2 c) の吸収液 50 ml をそれぞれ入れる。
- 2) イオンクロマトグラフ法の場合 吸収瓶(容量 100 ml) (F₁, F₂) に 5.2 c) の吸収液 25 ml をそれぞれ入

れる。

アンモニアの濃度が 16 volppm を超えると予想される場合は、吸収瓶(容量 250 ml) (F₁, F₂)に 5.2 c)の吸収液 50 ml をそれぞれ入れる。

- b) 切替え三方コック(P₁, P₂)をバイパス(R)側に回した後、あらかじめ流量を 1~2 L/min に調節した後、吸引ポンプ(S)を作動させて、試料ガス採取管(B)からコック(P₁)内を試料ガスで置換する。

備考1. 試料ガス採取管(B)から吸収瓶までの距離が短く、採取装置内に漏れがなく、一定流量に調節が可能であれば、図 2 の P₁ から P₂ 間のバイパス(R)を付けなくてもよい。

2. 採取装置内に漏れがないことを他の手法で確認できる場合には、図 2 の水銀マノメータ(Q)を付けなくてもよい。

- c) 吸引ポンプ(S)を停止した後、切替え三方コック(P₁, P₂)を吸収瓶(F₁, F₂)側に回す。次にガスメータ(M)の指示(V₁)を 0.01 L のけたまで読み取る。

- d) 吸引ポンプ(S)を作動させ、試料ガスを吸収瓶(F₁, F₂)(⁸)に通す。このとき流量調節コック(K₁, K₂)を調節して、流量を 1~2 L/min 程度にする。

注(⁸) 採取するガスが比較的高温で吸収液が温まる可能性がある場合は、吸収瓶を冷却槽に入れておく。この場合には図 1 a) に示す形の吸収瓶を用いた方がよい。

- e) ガスメータ(M)の温度(t)及びゲージ圧(P_m)並びに大気圧(P_a)を測定し記録する。

- f) 試料ガスを約 20 L(⁹)採取した後、吸引ポンプ(S)を停止し、切替え三方コック(P₁, P₂)を閉じ、ガスメータ(M)の指示(V₂)を 0.01 L のけたまで読み取る。

注(⁹) アンモニア濃度に応じて適宜増減してもよい。

- g) 必要に応じて、試料ガス中の水分を JIS Z 8808 の 6. (排ガス中の水分量の測定) によって測定する。

5.5 試料ガス採取量 次の式によって標準状態(0 °C, 101.32 kPa)における試料ガス採取量を、乾きガス量(V_{SD})又は湿りガス量(V_{SW})として算出する。

- a) 乾きガス量で求める場合

- 1) 湿式ガスメータを用いた場合

$$V_{SD} = V \times \frac{273.15}{273.15 + t} \times \frac{P_a + P_m - P_v}{101.32} + 22.41(a + b)$$

- 2) 乾式ガスメータを用いた場合

$$V_{SD} = V \times \frac{273.15}{273.15 + t} \times \frac{P_a + P_m}{101.32} + 22.41(a + b)$$

- b) 湿りガス量で求める場合

- 1) 湿式ガスメータを用いた場合

$$V_{SW} = V \times \frac{273.15}{273.15 + t} \times \frac{P_a + P_m - P_v}{101.32} + 22.41(a + b + c)$$

- 2) 乾式ガスメータを用いた場合

$$V_{SW} = V \times \frac{273.15}{273.15 + t} \times \frac{P_a + P_m}{101.32} + 22.41(a + b + c)$$

ここに、
 V_{SD} : 乾きガス量(L)
 V_{SW} : 湿りガス量(L)
 V : ガスメータで測定したガス量(L)
 5.4 c)~f)の操作における $V_2 - V_1$
 t : ガスメータにおける温度(°C)

- P_a : 大気圧(kPa)
 P_m : ガスメータにおけるゲージ圧(kPa)⁽¹⁰⁾
 P_v : $t^{\circ}\text{C}$ における飽和水蒸気圧(kPa)
 $a^{(10)}$: 吸収液に捕集された分析対象ガス(mol)
 $b^{(10)}$: 吸収液に捕集された分析対象ガス以外のガス(mol)
 $c^{(10)}$: JIS Z 8808 の 6. で求めた水分の量(mol)
 22.41 : 標準状態における気体 1 mol の体積(L)

注⁽¹⁰⁾ 無視しても差し支えない場合が多い。

6. 分析用試料溶液の調製

6.1 インドフェノール青吸光光度法の場合 分析用試料溶液の調製は、次による。

- a) 5.4 の操作を終えた後、ビーカー300 ml に吸収瓶(F_1 , F_2)の内容液を移し、更に吸収瓶などを吸収液〔ほう酸溶液(5 g/L)] で洗浄する。
- b) 全量フラスコ 250 ml に、ビーカーの内容液を吸収液で洗い移し、更に吸収液を標線まで加える。これを分析用試料溶液とする。

6.2 イオンクロマトグラフ法の場合 分析用試料溶液の調製は、次による。

- a) 5.4 の操作を終えた後、ビーカー300 ml に吸収瓶(F_1 , F_2)の内容液を移し、更に吸収瓶などを水で洗浄する。
- b) 容量 100 ml の吸収瓶を用いたときは、全量フラスコ 100 ml に、ビーカーの内容液を水で洗い移し、水を標線まで加える。これを分析用試料溶液とする⁽¹¹⁾。

注⁽¹¹⁾ 分析用試料溶液中に固形物が認められる場合には、分離カラムを閉そく（塞）するので、あらかじめ孔径 0.45 μm 以下のろ過材でろ過して除去する。

- c) 容量 250 ml の吸収瓶を用いたときは、全量フラスコ 250 ml に、ビーカーの内容液を水で洗い移し、水を標線まで加える。これを分析用試料溶液とする⁽¹¹⁾。

7. 定量方法

7.1 インドフェノール青吸光光度法

7.1.1 適用条件 この方法は、二酸化窒素がアンモニアの 100 倍以上、アミン類が数十倍以上、二酸化硫黄色が 10 倍以上、硫化水素が等量以上のいずれかが共存すると影響を受けるので、その影響を無視又は除去できる場合に適用する。

7.1.2 試薬及び試薬溶液の調製 試薬及び試薬溶液の調製は、次による。

a) 試薬 試薬は、次による。

- 1) 水 JIS K 0557 に規定する種別 A2 のもの。
- 2) 水酸化ナトリウム JIS K 8576 に規定するもの。
- 3) 次亜塩素酸ナトリウム溶液 有効塩素 5～12 % のもの。
- 4) リン酸水素二ナトリウム 12 水(試薬) JIS K 9019 に規定するもの。
- 5) 塩化アンモニウム JIS K 8116 に規定するもの。
- 6) 硫酸アンモニウム JIS K 8960 に規定するもの。
- 7) フェノール JIS K 8798 に規定するもの。
- 8) ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム二水和物 JIS K 8722 に規定するもの。
- 9) アンモニウムイオン標準液(1 000 mg NH_4^+ /L) JIS K 0034 に規定する種類 NH_4^+ 1 000 のもの。

- 10) ほう酸 JIS K 8863 に規定するもの。
- 11) でんぷん（溶性） JIS K 8659 に規定するもの。
- 12) 酢酸 JIS K 8355 に規定するもの。
- 13) よう化カリウム JIS K 8913 に規定するもの。
- 14) よう素酸カリウム JIS K 8005 に規定するもの。
- 15) 過塩素酸マグネシウム JIS K 8228 に規定する乾燥用。

b) 試薬溶液の調製 試薬溶液の調製は、次による。

- 1) 次亜塩素酸ナトリウム溶液 次亜塩素酸ナトリウム溶液（有効塩素 30～100 g/L）600/Nml⁽¹²⁾，水酸化ナトリウム 10 g 及びりん酸水素二ナトリウム・12 水（試薬）35.8 g を水に溶かして全量 1 L としたもの。使用時に調製する。
- 2) フェノール・ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム溶液 フェノール 5 g 及びペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム二水和物 25 mg を水に溶かして全量 500 ml としたもの。冷暗所に保存し，調製後 1 か月以上経過したものは使用しない。
- 3) アンモニウムイオン標準原液(0.1 mg/ml) 7.1.2 a) 9) のアンモニウムイオン標準液(1 000 mgNH₄⁺/L) を 10 倍に希釈したもの，又は塩化アンモニウムをあらかじめ過塩素酸マグネシウム（乾燥用）を入れたデシケーター中で 16 時間以上放置した後，その 0.296 5 g をとり，水に溶かして全量フラスコ 1 000 ml に洗い移し，水を標線まで加える。塩化アンモニウムの代わりに硫酸アンモニウムを用いてもよい。この場合はあらかじめ 105±2 °C で 2 時間加熱し，過塩素酸マグネシウムを入れたデシケーター中で放冷した後，その 0.366 3 g をとり，上と同様に操作して，全量を 1 000 ml にする。
- 4) アンモニウムイオン標準液(0.001 mg/ml) 全量フラスコ 500 ml に 3) で調製したアンモニウムイオン標準原液を正確に 5.0 ml をとり，吸収液を標線まで加える。
- 5) 吸収液 5.2 c) で調製したもの。

注⁽¹²⁾ 次亜塩素酸ナトリウム溶液の有効塩素(g/L)は，次のようにして求める。

全量フラスコ 200 ml に次亜塩素酸ナトリウム溶液 v ml (通常 10 ml) をとり，水を標線まで加える。共栓付き三角フラスコ 300 ml にこの 10 ml を分取し，水を加えて約 100 ml とする。よう化カリウム 1～2 g，酢酸(1+1)6 ml を加え，栓をして静かに振り混ぜ，暗所に 5 分間放置する。遊離したよう素を 0.05 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定し，溶液の黄色が薄くなってから指示薬としてでんぷん溶液(*)1 ml を加えて滴定を続け，よう素でんぷんの青が消えた点を終点とする。別に，同一条件で空試験を行って滴定値を補正する。次の式によって有効塩素量 (g/L) を算出する。

$$N = a \times f \times \frac{200}{10} \times \frac{1000}{v} \times 0.001773$$

ここに， N ： 有効塩素量(g/L)

a' ： 滴定に要した 0.05 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の体積(ml)

f ： 0.05 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液のファクター⁽¹³⁾

v ： 次亜塩素酸ナトリウム溶液採取量(ml)

0.001 773： 0.05 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 ml に相当する塩素の質量(g)

注* でんぷん（溶性）1 g を水約 10 ml と混ぜ，次に，熱水 100 ml 中によくかき混ぜながら加え，約 1 分間煮沸した後，放冷する。使用時に調製する。

注⁽¹³⁾ 0.05 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液のファクター(f)は，次のようにして求める。

よう素酸カリウムを 130 °C で約 2 時間乾燥し，過塩素酸マグネシウム（乾燥用）を入れたデ

シケーター中で放冷した後、その 0.35～0.36 g を 0.1 mg まではかる。水に溶かした後、全量フラスコ 250 ml に水で洗い移し、水を標線まで加える。共栓付き三角フラスコ 300 ml に、この 25 ml を分取し、水を加えて 100 ml とし、よう化カリウム 1～2 g、酢酸(1+1)6 ml を加え、栓をして静かに振り混ぜ、暗所に 5 分間放置する。遊離したよう素をこのチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定し、溶液の黄が薄くなってから指示薬としてでんぷん溶液(*)1 ml を加えて滴定を続け、よう素でんぷんの青が消えた点を終点とする。別に同一条件で空試験を行って滴定値を補正する。次の式によってファクターを算出する。

注* 注(12)の注*による。

$$f = \frac{m \times 25 / 250}{a' \times 0.001783}$$

ここに、
 f : 0.05 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液のファクター
 m : よう素酸カリウム採取量(g)
 a' : 滴定に要した 0.05 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の体積(ml)
 0.001783: 0.05 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 ml に相当するよう素酸カリウムの質量(g)

7.1.3 定量操作 操作は、次のとおり行う。

- 全量フラスコ 25 ml に 6.1 で調製した、分析用試料溶液 10 ml をとる。
- フェノール-ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム溶液 5 ml を加え、よく振り混ぜた後、次亜塩素酸ナトリウム溶液 5 ml を加え、水を標線まで加える。栓をして静かに混和して、液温を 25～30 °C で 1 時間放置する。
- 吸収セルにこの溶液の一部をとり、分析用試料溶液の代わりに吸収液について a) 及び b) の操作を行った溶液を対照液として波長 640 nm 付近の吸光度を測定する。
- 7.1.4 によって作成した検量線からアンモニウムイオン(NH₄⁺)の量を求める。

7.1.4 検量線の作成 検量線の作成は、次による。

- 数個の全量フラスコ 25 ml に、アンモニウムイオン標準液(0.001 mg/ml)1.0～10.0 ml を段階的にとり、吸収液を加えて液量を 10 ml にする。
- 7.1.3 b) 及び 7.1.3 c) の操作を行い、アンモニウムイオンの量と吸光度の関係線を作成する。

備考 この廃液には有害な物質を含んでいるので取り扱いに注意する。

7.1.5 計算 試料ガス中のアンモニアの濃度を、次の式によって算出する。

$$C_v = \frac{1.24 \times (a - b) \times 250 / 10}{V_s} \times 1000$$

$$C_w = \frac{0.944 \times (a - b) \times 250 / 10}{V_s} \times 1000$$

$$C_w = C_v \times 0.760$$

ここに、
 C_v : 試料ガス中のアンモニアの体積濃度(volppm)
 C_w : 試料ガス中のアンモニアの質量濃度(mg/m³)
 a : 7.1.3 d) で求めたアンモニウムイオンの質量(mg)
 b : 7.1.3 e) の空試験で求めたアンモニウムイオンの質量(mg)
 V_s : 5.5 によって算出した標準状態の試料ガス採取量(L)
 (乾きガス量の場合は V_{SD} , 湿りガス量の場合は V_{SW})
 1.24: NH₄⁺1 mg に相当するアンモニア(NH₃)の体積(ml)(標準状態)
 0.944: NH₄⁺1 mg に相当するアンモニア(NH₃)の質量(mg)
 0.760: アンモニア 1 volppm に相当するアンモニア(NH₃)としての質

量濃度(mg/m³)

7.2 イオンクロマトグラフ法

7.2.1 試薬及び試薬溶液の調製 試薬及び試薬溶液の調製は、次による。

a) 試薬 試薬は、次による。

- 1) 水 JIS K 0557 に規定する種別 A2 のもの。
- 2) 硝酸 JIS K 8541 に規定するもの。
- 3) アンモニウムイオン標準液(1 000 mgNH₄⁺/L) JIS K 0034 に規定する種別 NH₄⁺1 000 のもの。
- 4) 塩化アンモニウム JIS K 8116 に規定するもの。
- 5) しゅう酸二水和物 JIS K 8519 に規定するもの。
- 6) メタンスルホン酸

b) 試薬溶液の調製 試薬溶液の調製は、次による。

1) 溶離液 装置の種類及び使用する分離カラムの種類によって異なる⁽¹⁴⁾。使用する装置及び分離カラムに最適なものをを用いる。次に代表的な例を示す。

1.1) サプレッサを備えた装置を用いる場合 次による。

1.1.1) メタンスルホン酸溶液(15 mmol/L) メタンスルホン酸 1 ml を水に溶かし、全量フラスコ 1 000 ml に水で洗い移し、水を標線まで加える。

1.2) サプレッサを備えていない装置を用いる場合 次による。

1.2.1) 硝酸溶液(1.6～5.0 mmol/L) 硝酸溶液 (0.1 mol/L) (硝酸 7.2 ml を水に溶かし、全量を 1 000 ml にする) 16 ml～50 ml の一定量を水に溶かし、全量フラスコ 1 000 ml に水で洗い移し、水を標線まで加える。

1.2.2) しゅう酸溶液(3.5 mmol/L) しゅう酸二水和物 442 mg をはかりとり、少量の水に溶かして全量フラスコ 1 000 ml に移し入れ、水を標線まで加える。孔径 0.45 μm のメンブレンフィルタでろ過する。

2) 再生液(除去液) サプレッサの機能を再生又は継続的に維持するために用いる液体で、電氣的又は化学的に再生を行う場合に使用し、装置及びサプレッサの種類に最適なものをを用いる。次に代表的な例を示す。

2.1) 電氣的に再生する場合 次による。

2.1.1) 水 JIS K 0557 に規定する種別 A2 のもの。

2.1.2) 溶離液 検出器を通過した溶離液を電気透析形サプレッサの再生液とする。

2.2) 化学的に再生する場合 次による。

2.2.1) 水酸化テトラメチルアンモニウム(40 mmol/L)溶液 水酸化テトラメチルアンモニウム溶液 (15 %)24.2 ml を水に溶かし、全量を 1 000 ml にする⁽¹⁵⁾。

3) アンモニウムイオン標準原液(1 mg/ml) 7.2.1 a) 3) のアンモニウムイオン標準液(1 000 mgNH₄⁺/L) のもの。又は、塩化アンモニウムを過塩素酸マグネシウム(乾燥用)を入れたデシケーター中で 16 時間以上放置し、その 2.965 g をはかりとり、少量の水に溶かして全量フラスコ 1 000 ml に移し入れ、水を標線まで加える。

4) アンモニウムイオン標準液(0.1 mg/ml) 全量フラスコ 100 ml に 3) で調製したアンモニウムイオン標準原液(1 mg/ml) 10 ml を正しくとり、水を標線まで加える。使用時に調製する。

5) アンモニウムイオン標準液(0.01 mg/ml) 全量フラスコ 100 ml に 4) で調製したアンモニウムイオン標準液(0.1 mg/ml) 10 ml を正しくとり、更に水を標線まで加える。使用時に調製する。

注⁽¹⁴⁾ 装置及びカラムの使用説明書を参考にして選ぶとよい。アンモニウムイオンが定量的に測定できることを確認した後、分離カラムの特性に応じてここに示した以外の溶離液を用いてもよい。

(¹⁵) 分離カラムの特性や溶離液の種類に応じて、ここに示した以外の再生液を用いることができる。

7.2.2 イオンクロマトグラフ イオンクロマトグラフは、次による。

- a) 試料導入器 分析用試料溶液の一定量を再現性よく装置内に注入できる自動のもの、又は装置内に組みこまれた試料計量管（10～250 μl の一定量）に、1～10 ml のシリンジを用いて注入する手動式のもの。
- b) 分離カラム 内径 2～8 mm、長さ 30～300 mm の不活性な合成樹脂製又は金属製の管に、陽イオン交換体を充てんする。分析目的のイオンと隣接するイオンが十分に分離できるもの。
- c) プレカラム 濃縮、予備分離、異物除去のためのカラムで、必要に応じて分離カラムの前に装着する。内径 2～6 mm、長さ 5～50 mm の不活性な合成樹脂製又は金属製の管に、分離カラムと同種類の陽イオン交換体を充てんしたもの。
- d) サプレッサ⁽¹⁶⁾ 溶離液中のイオン種を電気伝導度検出器で高感度測定するために、溶離液を電氣的又は化学的に変化させて電気伝導度を低減させるための器具。サプレッサには、膜透析形、カラム除去形及びサスペンション樹脂吸着形がある。
- e) 検出器 電気伝導度検出器。

注⁽¹⁶⁾ 市販のイオンクロマトグラフには、分離カラムとサプレッサを備えた方式のものと、サプレッサを備えていない分離カラム単独の方式のものがある。いずれを用いてもよい。

7.2.3 定量操作 操作は、次による。

- a) イオンクロマトグラフを測定可能な状態にし、分離カラムに溶離液を一定の流量(例えば、0.5～2 ml/min)で流しておく。サプレッサ付きの装置の場合には、分離カラムとサプレッサの内側に溶離液を流し、更にサプレッサの外側には再生液を一定の流量で流しておく。
- b) 試料導入器を用いて 6.2 で調製した分析用試料溶液の一定量(10～250 μl)⁽¹⁷⁾をイオンクロマトグラフに注入し、クロマトグラムを記録する。
- c) クロマトグラム上のアンモニウムイオンに相当するピークについて、ピーク面積又はピーク高さを求める。
- d) 7.2.4 の検量線から、分析用試料溶液中のアンモニウムイオンの濃度(mg/ml)を求める。
- e) 全量フラスコ 100 ml に 5.2 c) で調製した吸収液 40 ml をとり、水を標線まで加えた後、b) の注入量と同じ量を用い、a)～c) に準じて操作し、アンモニウムイオンの空試験値を求める⁽¹⁸⁾。

注⁽¹⁷⁾ 特に低濃度の試料を測定する場合には、装置内の試料計量管（10～250 μl の一定量）の代わりに分離カラムと同種類の陽イオン交換体を充てんした濃縮カラムを用いるとよい。

(¹⁸) 容量 250 ml の吸収瓶を用いた場合は、全量フラスコ 250 ml に吸収液 100 ml をとり、水を標線まで加えた後、同様の操作を行う。

7.2.4 検量線の作成 検量線の作成は、次による。

- a) 数個の全量フラスコ 100 ml に、アンモニウムイオン標準液(0.01 mg/ml)1.0～25.0 ml⁽¹⁹⁾を段階的にとり、水を標線まで加え、その濃度をそれぞれ求めておく(mg/ml)⁽²⁰⁾。
- b) 7.2.3 a)～c) の操作を行い、それぞれのアンモニウムイオンの濃度に相当するピーク面積又はピーク高さを求める。
- c) 別に、空試験として、水について 7.2.3 a)～c) の操作を行い、アンモニウムイオンに相当するピーク面積又はピーク高さを求める。

- d) 空試験値を補正したピーク面積又はピーク高さとアンモニウムイオンの濃度(mg/ml)との関係線を作成する。検量線の作成は、試料の測定時ごとに行う。

注⁽¹⁹⁾ 予想される試料濃度に応じ、アンモニウムイオン標準液 0.1 mg/ml 又は 0.01 mg/ml のいずれかを 1.0～25.0 ml の範囲の数点をとる。

(²⁰) 容量 250 ml の吸収瓶を用いた場合は、数個の全量フラスコ 250 ml にアンモニウムイオン標準液 (0.1 mg/ml) 1.0～50.0 ml を段階的にとり、水を標線まで加えた後、同様の操作を行って検量線を作成する。

7.2.5 計算 試料ガス中のアンモニア濃度を、次の式によって算出する。

$$C_v = \frac{1.24 \times (a - b) \times v}{V_s} \times 1000$$

$$C_w = \frac{0.944 \times (a - b) \times v}{V_s} \times 1000$$

$$C_w = C_v \times 0.760$$

ここに、 C_v : 試料ガス中のアンモニアの体積濃度(volppm)

C_w : 試料ガス中のアンモニアの質量濃度(mg/m³)

a : 7.2.3 d)で求めた分析用試料溶液中のアンモニウムイオンの濃度(mg/ml)

b : 7.2.3 e)の空試験で求めたアンモニウムイオンの濃度(mg/ml)

v : 全量フラスコの容量(100 ml の場合は 100, 250 ml の場合は 250)(ml)

V_s : 5.5 によって算出した標準状態の試料ガス採取量(L)
(乾きガス量の場合は V_{SD} , 湿りガス量の場合は V_{SW})

1.24 : NH₄⁺ 1 mg に相当するアンモニア(NH₃)の体積(ml) (標準状態)

0.944 : NH₄⁺ 1 mg に相当するアンモニア(NH₃)の質量(mg)

0.760 : アンモニア 1 volppm に相当するアンモニア(NH₃)としての質量濃度(mg/m³)

8. 分析結果の記録

8.1 記録項目 分析結果として記録する項目は、次による。

- a) 分析値
- b) 分析方法の種類
- c) 試料ガスの採取日時
- d) その他必要と認められる事項

8.2 排ガス分析値の求め方 分析は、試料採取ごとに同一分析用試料溶液について 2 回行い、その平均値を求め、有効数字 2 けたに丸める。

JIS K 0034	標準物質—標準液—アンモニウムイオン
JIS K 0050	化学分析方法通則
JIS K 0095	排ガス試料採取方法
JIS K 0115	吸光光度分析通則
JIS K 0127	イオンクロマトグラフ分析通則
JIS K 0557	用水・排水の試験に用いる水
JIS K 8005	容量分析用標準物質
JIS K 8116	塩化アンモニウム(試薬)
JIS K 8228	過塩素酸マグネシウム (試薬)
JIS K 8230	過酸化水素(試薬)
JIS K 8355	酢酸 (試薬)
JIS K 8519	しゅう酸二水和物(試薬)
JIS K 8541	硝酸(試薬)
JIS K 8576	水酸化ナトリウム(試薬)
JIS K 8659	でんぷん (溶性) (試薬)
JIS K 8722	ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム二水和物(試薬)
JIS K 8798	フェノール(試薬)
JIS K 8863	ほう酸(試薬)
JIS K 8913	よう化カリウム (試薬)
JIS K 8960	硫酸アンモニウム(試薬)
JIS K 9019	りん酸水素二ナトリウム・12 水(試薬)

関連規格 **JIS K 0804** 検知管式ガス測定器 (測長形)
JIS Z 8808 排ガス中のダスト濃度の測定方法

付表 2 水の飽和水蒸気圧

単位 kPa

温度 ℃	$\frac{1}{10}^{\circ}\text{C}$									
	.0	.1	.2	.3	.4	.5	.6	.7	.8	.9
0	0.610 5	0.615 0	0.619 5	0.624 1	0.628 6	0.633 3	0.647 9	0.642 6	0.647 3	0.651 9
1	0.656 7	0.661 5	0.666 3	0.671 1	0.675 9	0.680 9	0.685 8	0.690 7	0.695 8	0.700 7
2	0.705 8	0.710 9	0.715 9	0.721 0	0.726 2	0.731 4	0.736 6	0.741 9	0.747 3	0.752 6
3	0.757 9	0.763 3	0.768 7	0.774 2	0.779 7	0.785 1	0.790 7	0.796 3	0.801 9	0.807 7
4	0.813 4	0.819 1	0.824 9	0.830 6	0.836 5	0.842 3	0.848 3	0.854 3	0.860 3	0.866 3
5	0.872 3	0.878 5	0.884 6	0.890 7	0.897 0	0.903 3	0.909 5	0.915 8	0.922 2	0.928 6
6	0.935 0	0.941 5	0.948 1	0.954 6	0.961 1	0.967 8	0.974 5	0.981 3	0.988 1	0.994 9
7	1.002	1.009	1.016	1.022	1.030	1.037	1.044	1.051	1.058	1.065
8	1.073	1.080	1.087	1.095	1.102	1.110	1.117	1.125	1.132	1.140
9	1.148	1.156	1.164	1.171	1.179	1.187	1.195	1.203	1.211	1.219
10	1.228	1.236	1.244	1.253	1.261	1.269	1.278	1.286	1.295	1.304
11	1.312	1.321	1.330	1.338 8	1.347 8	1.356 7	1.365 8	1.374 8	1.383 9	1.399 8
12	1.402 3	1.411 6	1.420 9	1.430 3	1.439 7	1.449 2	1.458 7	1.468 3	1.477 9	1.487 6
13	1.497 3	1.507 2	1.517 1	1.526 9	1.536 9	1.547 1	1.557 2	1.567 3	1.577 6	1.589 7
14	1.598 1	1.608 5	1.619 1	1.629 6	1.640 1	1.650 8	1.661 5	1.672 3	1.683 1	1.694 0
15	1.704 9	1.715 9	1.726 9	1.738 1	1.749 3	1.760 5	1.771 9	1.783 2	1.794 7	1.806 1
16	1.817 7	1.829 3	1.841 0	1.852 9	1.864 8	1.876 6	1.888 6	1.900 6	1.912 8	1.924 9
17	1.937 2	1.949 4	1.961 8	1.974 4	1.986 9	1.999 4	2.012 1	2.024 9	2.037 7	2.050 5
18	2.063 4	2.076 5	2.089 6	2.102 8	2.116 0	2.129 3	2.142 6	2.156 0	2.169 4	2.183 0
19	2.196 8	2.210 6	2.224 5	2.238 3	2.252 3	2.266 3	2.280 5	2.294 7	2.309 0	2.323 4
20	2.337 8	2.352 3	2.366 9	2.381 5	2.396 3	2.411 1	2.426 1	2.441 0	2.456 1	2.471 3
21	2.486 5	2.501 8	2.517 1	2.532 6	2.548 2	2.563 9	2.579 7	2.595 5	2.611 4	2.627 4
22	2.643 4	2.659 5	2.675 8	2.692 2	2.708 6	2.725 1	2.741 8	2.758 4	2.775 1	2.791 9
23	2.808 8	2.825 9	2.843 0	2.860 2	2.877 5	2.895 0	2.912 4	2.930 0	2.947 8	2.965 5
24	2.983 4	3.001 4	3.019 5	3.037 8	3.056 0	3.074 4	3.092 8	3.111 3	3.129 9	3.148 5
25	3.167 2	3.186 0	3.204 9	3.224 0	3.243 0	3.262 5	3.282 0	3.301 6	3.321 3	3.341 1
26	3.360 9	3.380 9	3.400 9	3.421 1	3.441 3	3.461 6	3.482 0	3.502 5	3.523 2	3.544 0
27	3.564 9	3.586 0	3.607 0	3.628 2	3.649 6	3.671 0	3.692 5	3.714 1	3.735 8	3.757 7
28	3.779 6	3.801 6	3.823 7	3.846 0	3.868 3	3.890 9	3.913 5	3.936 3	3.959 3	3.982 3
29	4.005 4	4.028 6	4.051 9	4.075 4	4.099 0	4.122 7	4.146 6	4.170 5	4.194 5	4.218 6
30	4.242 9	4.267 2	4.291 8	4.316 4	4.341 1	4.365 9	4.390 8	4.415 9	4.441 2	4.466 7
31	4.492 3	4.518 0	4.543 9	4.569 8	4.595 8	4.621 9	4.648 2	4.674 5	4.701 1	4.727 9
32	4.754 7	4.781 6	4.808 7	4.835 9	4.863 2	4.890 7	4.918 4	4.934 1	4.974 0	5.002 0
33	5.030 1	5.058 5	5.086 9	5.115 4	5.144 1	5.173 0	5.202 0	5.231 2	5.260 5	5.289 8
34	5.319 3	5.349 0	5.378 8	5.408 8	5.439 0	5.469 3	5.499 7	5.530 2	5.560 9	5.591 8
35	5.622 9	5.654 1	5.685 4	5.716 9	5.748 5	5.780 2	5.812 2	5.844 3	5.876 6	5.908 8
36	5.941 2	5.973 9	6.006 7	6.039 6	6.072 7	6.106 0	6.139 5	6.173 1	6.207 0	6.241 0
37	6.275 1	6.309 3	6.343 7	6.378 3	6.413 1	6.448 0	6.483 1	6.518 3	6.553 7	6.589 3
38	6.625 1	6.660 9	6.696 9	6.733 0	6.769 3	6.805 8	6.842 5	6.879 4	6.916 6	6.954 1
39	6.991 7	7.029 4	7.067 3	7.105 3	7.143 4	7.181 7	7.220 2	7.258 9	7.297 7	7.336 7
40	7.375 9	7.414	7.454	7.494	7.534	7.574	7.614	7.654	7.695	7.737
41	7.778	7.819	7.861	7.902	7.943	7.986	8.029	8.071	8.114	8.157

付表 2 水の飽和水蒸気圧 (続き)

単位 kPa

温度 ℃	$\frac{1}{10}$ °C									
	.0	.1	.2	.3	.4	.5	.6	.7	.8	.9
42	8.199	8.242	8.285	8.329	8.373	8.417	8.461	8.505	8.549	8.594
43	8.639	8.685	8.730	8.775	8.821	8.867	8.914	8.961	9.007	9.054
44	9.101	9.147	9.195	9.243	9.291	9.339	9.387	9.435	9.485	9.534
45	9.583	9.633	9.682	9.731	9.781	9.831	9.882	9.933	9.983	10.03
46	10.09	10.14	10.19	10.24	10.29	10.35	10.40	10.45	10.51	10.56
47	10.61	10.67	10.72	10.78	10.83	10.88	10.94	10.99	11.05	11.10
48	11.16	11.22	11.24	11.33	11.39	11.45	11.50	11.56	11.62	11.68
49	11.47	11.79	11.85	11.91	11.97	12.03	12.09	12.15	12.21	12.27
50	12.33	12.39	12.46	12.52	12.58	12.64	12.70	12.77	12.83	12.89
51	12.96	13.02	13.09	13.15	13.22	13.28	13.347	13.412	13.479	13.544
52	13.611	13.678	13.746	13.812	13.880	13.948	14.016	14.084	14.154	14.223
53	14.292	14.361	14.431	14.500	14.571	14.641	14.712	14.784	14.856	14.928
54	15.000	15.072	15.144	15.217	15.291	15.364	15.439	15.513	15.588	15.663
55	15.737	15.812	15.887	15.963	16.040	16.117	16.195	16.272	16.349	16.427
56	16.505	16.585	16.664	16.743	16.823	16.903	16.983	17.064	17.145	17.227
57	17.308	17.391	17.473	17.556	17.639	17.721	17.805	17.889	17.973	18.059
58	18.143	18.228	18.313	18.400	18.486	18.573	18.660	18.748	18.836	18.924
59	19.012	19.101	19.190	19.280	19.369	19.460	19.550	19.641	19.732	19.824
60	19.916	20.008	20.101	20.194	20.288	20.381	20.476	20.570	20.665	20.760
61	20.856	20.952	21.048	21.144	21.241	21.340	21.438	21.542	21.636	21.734
62	21.834	21.934	22.034	22.134	22.236	22.337	22.438	22.541	22.634	22.746
63	22.849	22.953	23.057	23.162	23.267	23.373	23.478	23.585	23.691	23.798
64	23.906	24.013	24.121	24.230	24.339	24.449	24.558	24.669	24.779	24.891
65	25.003	25.115	25.227	25.339	25.453	25.567	25.682	25.797	25.911	26.054
66	26.143	26.259	26.376	26.494	26.611	26.728	26.847	26.966	27.086	27.206
67	27.326	27.447	27.568	27.690	27.812	27.935	28.058	28.180	28.304	28.428
68	28.554	28.679	28.806	28.932	29.059	29.186	29.314	29.442	29.570	29.699
69	29.828	29.959	30.090	30.220	30.352	30.484	30.617	30.751	30.884	31.017
70	31.16	31.29	31.42	31.56	31.70	31.84	31.97	32.12	32.25	32.38
71	32.52	32.66	32.80	32.94	33.08	33.22	33.37	33.52	33.65	33.80
72	33.94	34.09	34.24	34.38	34.53	34.68	34.82	34.97	35.13	35.28
73	35.42	35.57	35.73	35.88	36.04	36.18	36.34	36.49	36.65	36.80
74	36.96	37.12	37.26	37.42	37.58	37.74	37.90	38.06	38.22	38.38
75	38.54	38.70	38.86	39.04	39.20	39.36	39.53	39.69	39.85	40.02
76	40.18	40.36	40.52	40.69	40.86	41.02	41.20	41.37	41.54	41.72
77	41.88	42.05	42.22	42.40	42.57	42.76	42.93	43.10	43.29	43.46
78	46.64	43.82	44.00	44.18	44.36	44.54	44.73	44.90	45.09	45.28
79	45.46	45.65	45.84	46.02	46.21	46.40	46.58	46.77	46.96	47.16
80	47.34	47.53	47.73	47.92	48.12	48.32	48.50	48.70	48.90	49.10
81	49.29	49.49	49.69	49.89	50.22	50.30	50.64	50.70	50.90	51.12
82	51.32	51.52	51.73	51.93	52.14	52.36	52.56	52.77	52.98	53.20
83	53.41	53.62	53.84	54.05	54.26	54.48	54.70	54.92	55.13	55.36

付表 2 水の飽和水蒸気圧 (続き)

単位 kPa

温度 ℃	$\frac{1}{10}$ °C									
	.0	.1	.2	.3	.4	.5	.6	.7	.8	.9
84	55.57	55.78	56.01	56.22	56.45	56.68	56.90	57.13	57.36	57.58
85	57.81	58.04	58.26	58.49	58.73	58.96	59.18	59.42	59.65	59.89
86	60.12	60.34	60.58	60.82	61.06	61.29	61.53	61.77	62.01	62.25
87	62.49	62.73	62.97	63.21	63.46	63.70	63.95	64.19	64.45	64.69
88	64.94	65.19	65.45	65.69	65.94	66.19	66.45	66.70	66.97	67.22
89	67.47	67.73	67.99	68.25	68.51	68.78	69.03	69.30	69.57	69.70
90	70.096	70.362	70.630	70.898	71.167	71.437	71.709	71.981	72.254	72.527
91	72.801	73.075	73.351	73.629	73.907	74.186	74.465	74.746	75.027	75.310
92	75.592	75.876	76.162	76.447	76.734	77.022	77.310	77.599	77.890	78.182
93	78.474	78.767	79.060	79.355	79.651	79.948	80.245	80.544	80.844	81.145
94	81.447	81.749	82.052	82.356	82.661	82.968	83.274	83.582	83.892	84.202
95	84.513	84.825	85.138	85.452	85.766	86.082	86.400	86.717	87.036	87.355
96	87.675	87.997	88.319	88.643	88.967	89.293	89.619	89.947	90.275	90.605
97	90.935	91.266	91.598	91.931	92.266	92.602	92.939	93.276	93.615	93.954
98	94.295	94.636	94.979	95.323	95.667	96.012	96.359	96.707	97.056	97.407
99	97.757	98.109	98.463	98.816	99.172	99.528	99.885	100.24	100.60	100.96
100	101.32	101.69	102.05	102.42	101.78	103.15	103.52	103.89	104.26	104.63
101	105.00	105.37	105.75	106.12	106.50	106.88	107.26	107.64	108.02	108.40

附属書 1 (規定) イオン電極法

1. 適用範囲 この附属書は、イオン電極法によるアンモニアの分析方法について規定する。

2. 分析方法の概要 分析方法の概要は、次による。

附属書 1 表 1 分析方法の概要

分析方法の概要		
要旨	試料採取	定量範囲 volppm (mg/m ³)
試料ガス中のアンモニアをほう酸溶液に吸収させた後、水酸化ナトリウム溶液を加え、遊離したアンモニアを隔膜形電極を用いて測定する。	吸収瓶法 吸収液：ほう酸溶液(5g/L) 液量：50 ml×2 本 標準採取量：20 L	1.8～1 600 (1.3～1 200)

3. 試料ガス採取方法

3.1 試料ガス採取 試料ガスの採取は本体の 5.による。

3.2 試薬及び吸収液の調製 試薬及び吸収液の調製は、次による。

a) 水 JIS K 0557 に規定する種別 A2 のもの。

b) ほう酸 JIS K 8863 に規定するもの。

c) 吸収液[ほう酸溶液(5 g/L)] ほう酸 5.0 g を、水に溶かして全量 1 L とする。

3.3 器具及び装置 本体の 5.3 による。

3.4 採取操作 本体の 5.4 のインドフェノール青吸光光度法の場合に準じて行う。

3.5 試料ガス採取量の算出 本体の 5.5 による。

3.6 分析用試料溶液の調製 排ガス中のアンモニアを 3.2 c)の吸収液に捕集した後、本体の 6.1 に準じて操作し、調製する。

4. 定量方法

4.1 試薬及び試薬溶液の調製

4.1.1 試薬 試薬は、次による。

a) 水 JIS K 0557 に規定する種別 A2 のもの。

b) 水酸化ナトリウム JIS K 8576 に規定するもの。

c) 塩化アンモニウム JIS K 8116 に規定するもの。

d) 硫酸アンモニウム JIS K 8960 に規定するもの。

e) ほう酸 JIS K 8863 に規定するもの。

4.1.2 試薬溶液の調製 試薬溶液の調製は、次による。

a) 水酸化ナトリウム溶液(100 g/L) 水酸化ナトリウム 10 g を、水に溶かして全量 100 ml とする。

b) アンモニウムイオン標準原液(0.1 mg/ml) 本体の 7.1.2 b) 3)による。

c) アンモニウムイオン標準液 I (0.01 mg/ml) 全量フラスコ 250 ml に b)のアンモニウムイオン標準原液

(0.1 mg/ml)を正確に 25.0 ml をとり、水を標線まで加える。

- d) アンモニウムイオン標準液Ⅱ(0.001 mg/ml) 全量フラスコ 250 ml に c)のアンモニウムイオン標準液Ⅰ(0.01 mg/ml)を正確に 25.0 ml をとり、水を標線まで加える。
- e) アンモニウムイオン標準液Ⅲ(0.000 1 mg/ml) 全量フラスコ 250 ml に d)のアンモニウムイオン標準液Ⅱ(0.001 mg/ml)を正確に 25.0 ml をとり、水を標線まで加える。
- f) 吸収液 3.2 c)で調製したもの。

4.2 装置及び器具 装置及び器具は、次による。

- a) 電位差計 1 mV の高入力抵抗電位差計（例えば、イオンメータ、デジタル式 pH-mV 計、拡大スパン付 pH-mV 計）
- b) 隔膜形アンモニア電極
- c) マグネチックスターラー 回転による発熱で液温に変化を与えないもの。

4.3 検量線の作成 操作は次のとおり行う。

- a) 三角フラスコ 200 ml に、アンモニウムイオン標準液Ⅲ(0.000 1 mg/ml)100 ml を入れ、水酸化ナトリウム溶液 1 ml を加え、静かに揺すり、混ぜる⁽¹⁾。
- b) 直ちに、隔膜形アンモニア電極を浸し⁽²⁾、マグネチックスターラーを用い、溶液の液温が変化しない程度一定速度でかき混ぜ、指示が安定した後、電位を測定する⁽³⁾⁽⁴⁾⁽⁵⁾。同時に液温を測定する。
- c) アンモニウム標準液Ⅱ(0.001 mg/ml)及びアンモニウムイオン標準液Ⅰ(0.01 mg/ml)について、a)及び b)の操作を行い、電位を測定する⁽²⁾⁽³⁾⁽⁴⁾⁽⁵⁾。この際、液温は標準液Ⅲについて b)の操作で測定した温度と±1 °C以内になるように調節する。
- d) 片対数方眼紙の対数軸に、アンモニウムイオンの濃度(mg/ml)をとり、電位(mV)との関係線⁽⁶⁾を作成する。

注⁽¹⁾ このとき pH 値は約 12 となる。pH 値 11 以上でアンモニウムイオンはアンモニアとなるが、揮散しやすいので注意する。

⁽²⁾ 隔膜電極は、内部ガラス電極のガラス膜面に隔膜を強く押し付けると隔膜に傷がつくので注意する。

⁽³⁾ 隔膜電極の隔膜が汚れると、電位が不安定になり、応答速度も遅くなる。

⁽⁴⁾ かき混ぜが強すぎると、泡が膜を覆い、誤差を生じる。

⁽⁵⁾ アンモニア電極の応答時間は、アンモニウムイオンの濃度が 0.000 1 mg/ml で 3～5 分間、0.001 mg/ml で 2～3 分間である。

⁽⁶⁾ アンモニウムイオン標準液 0.000 1 mg/ml と 0.01 mg/ml との電位差は 110～120 mV の範囲に入り、アンモニウムイオンの濃度 0.000 1 mg/ml 程度までは、検量線は直線となる。

備考 直読式計器の場合には、検量線を作成する代わりにアンモニウムイオン標準液Ⅲとアンモニウムイオン標準液を用い、目盛校正（スパン調整）を各数回繰り返して行う。

4.4 定量操作 操作は、次のとおり行う。

- a) ビーカー200 ml に 3.6 で調製した分析用試料溶液の適量 v ml(NH_4^+ として 0.01～1 mg を含む。)をとり、水酸化ナトリウム溶液を少量ずつ加えて弱アルカリ性(pH 約 7.5)とした後、全量フラスコ 100 ml に水で洗い移し、水を標線まで加える。これを三角フラスコ 200 ml に移し入れる。全量フラスコは洗わない。
- b) 液温を 4.3 の検量線作成のときの液温と±1 °C以内に調節する。
- c) 4.3 a)及び 4.3 b)の操作を行い、4.3 d)で作成した検量線からアンモニウムイオンの濃度(mg/ml)を求め

る。

- d) ビーカー200 ml に吸収液 vml をとり、a)～c)に準じて操作し、アンモニウムイオンの空試験値を求める。

備考 標準添加法を用いてもよい。その操作は、次による。

三角フラスコに分析用試料溶液 100 ml をとり、水酸化ナトリウム溶液 1 ml を加えた後、4.3 b) に準じて操作を行い、電位 E_0 を読み取る。次に、検量線から求めた概略濃度の 100～1 000 倍のアンモニウムイオン標準液(C mgNH₄⁺/ml)を順次 1 ml ずつ添加し、このとき生じる電位 E_1 , E_2 , E_3 を測定する。これらの値と E_0 との差をそれぞれ ΔE_1 , ΔE_2 , ΔE_3 とする。検量線から現在測定されている濃度付近の電位こう配 $S^{(7)}$ を求め、次の式によってそれぞれのアンモニウムイオンの濃度 a_1 , a_2 , a_3 を求め分析用試料溶液中のアンモニウムイオンの濃度 a (mg/L)を算出する。

$$a_1 = \frac{c}{101 \times 10^{\Delta E_1 / S} - 100}$$

$$a_2 = \frac{2 \times c}{102 \times 10^{\Delta E_2 / S} - 100}$$

$$a_3 = \frac{3 \times c}{103 \times 10^{\Delta E_3 / S} - 100}$$

$$a = 1/3(a_1 + a_2 + a_3)$$

注⁽⁷⁾ 電位こう配とは、アンモニウムイオンの濃度が 10 倍変化したときの電位変化のことをいう。

別に、吸収液 100 ml について同様の操作を行い、アンモニウムイオンの濃度 b (mg/ml)を求める。

- 4.5 計算 試料ガス中のアンモニアの濃度を、次の式によって算出する。

$$C_v = \frac{1.24 \times (a - b) \times 100 / v \times 250}{V_s} \times 1000$$

$$C_w = \frac{0.944 \times (a - b) \times 100 / v \times 250}{V_s} \times 1000$$

$$C_w = C_v \times 0.760$$

ここに、
 C_v : 試料ガス中のアンモニアの体積濃度(volppm)
 C_w : 試料ガス中のアンモニアの質量濃度(mg/m³)
 a : 4.4 c)で求めたアンモニウムイオンの濃度(mg/L)
 b : 4.4 d)の空試験で求めたアンモニウムイオンの濃度(mg/ml)
 v : 分析用試料溶液の分取量(ml)
 V_s : 3.5 によって算出した標準状態の試料ガス採取量(L)
 (乾きガス量の場合は V_{SD} , 湿りガス量の場合は V_{SW})
 1.24 : NH₄⁺1 mg に相当するアンモニア(NH₃)の体積(ml)(標準状態)
 0.944 : NH₄⁺1 mg に相当するアンモニア(NH₃)の質量(mg)
 0.760 : アンモニア 1 volppm に相当するアンモニア(NH₃)としての質量濃度(mg/m³)

附属書 2（規定）インドフェノール青吸光光度法における共存する 硫黄酸化物などが妨害する場合の分析方法

1. 適用範囲 この附属書は、排ガス中のアンモニアをインドフェノール青吸光光度法で測定する場合、共存する硫黄酸化物などが妨害するときのアンモニアの分析方法について規定する。

2. 分析方法の概要 分析方法の概要は、次による。

附属書 2 表 1 分析方法の概要

分析方法の概要		
要旨	試料採取法	定量範囲 volppm (mg/m ³)
試料ガス中のアンモニアを過酸化水素水に吸収させた後、アンモニア追い出し装置で水酸化ナトリウム溶液を加えアンモニアを追い出し、ほう酸溶液に捕集した後、フェノール・ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム溶液及び次亜塩素酸ナトリウム溶液を加えて、インドフェノール青を生成させ、吸光度(640 nm)を測定する。	吸収瓶法 吸収液：過酸化水素水(1+9) 液量：50 ml×2 本 標準採取量：20 L	1.6～15.5 (1.2～11.8)

3. 試料ガス採取方法

3.1 試料ガス採取 試料ガスの採取は、本体 5. による。

3.2 試薬及び吸収液の調製 試薬及び吸収液の調製は、次による。

- 水 JIS K 0557 に規定する種別 A2 のもの。
- 過酸化水素 JIS K 8230 に規定するもの。
- 水酸化ナトリウム JIS K 8576 に規定するもの。
- 吸収液 過酸化水素水(1+9)
- 水酸化ナトリウム溶液(8 mol/L) 水酸化ナトリウム 32 g を、水に溶かして 100 ml とする。
- ほう酸溶液(5 g/L) ほう酸 5.0 g を、水に溶かして全量 1 L とする。

3.3 器具及び装置 本体の 5.3 による。

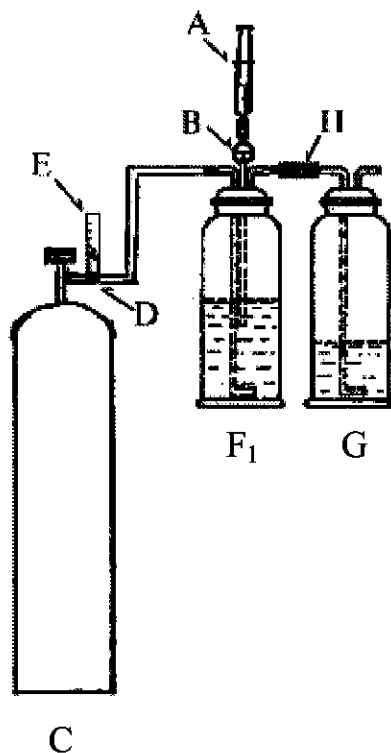
3.4 採取操作 本体の 5.4 による。

3.5 試料ガス採取量の算出 本体の 5.5 による。

3.6 アンモニアの追い出し操作 アンモニアの追い出し操作は、次による。

- 吸収瓶 (F₁, F₂) を外して、吸収瓶 (F₁) に吸収瓶 (F₂) の内容を水で洗い移した後、吸収瓶 (F₁) を附属書 2 図 1 のアンモニア追い出し装置に接続する。
- プラスチック製注射筒(A)に水酸化ナトリウム溶液(8 mol/L) 5 ml を吸い込んで取り付ける。
- 注射筒(A)内の水酸化ナトリウム溶液を吸収瓶(F₁)に導入し、アルカリ性(pH13 以上)とする。
- 窒素ポンベのバルブを開き、流量を 2 L/min 程度に調節し、発生するアンモニアを吸収瓶(G)内のほう

酸溶液に吸収させる。追い出し時間は 100 分間とする。



- | | |
|---|---------------------------------------|
| A: プラスチック製注射筒[水酸化ナトリウム溶液 (8 mol/L), 5 ml] | |
| B: プラスチック製二方コック | F ₁ : 吸収瓶(試料ガス吸収後の吸収液+洗浄液) |
| C: 窒素ボンベ | G: アンモニア吸収瓶[ほう酸(5 g/L), 50 ml] |
| D: 流量調節弁 | H: シリコーンゴム管 |
| E: 流量計 | |

附属書 2 図 1 アンモニア追出し装置の一例

3.7 分析用試料溶液の調製 分析用試料溶液の調製は、次による。

- a) 3.6 の操作を行った後、ビーカー 300 ml に吸収瓶(F₁, F₂)の内容液を移し、更に吸収瓶などを吸収液[ほう酸溶液(5 g/L)]で洗浄する。
- b) 全量フラスコ 250 ml に、ビーカーの内容液を吸収液で洗い移し、更に吸収液を標線まで加える。これを分析用試料溶液とする。

4. 定量方法 本体の 7.1 による。

排ガス中のアンモニア分析方法

正 誤 票

区分	位 置	誤	正
本体	7.1.2 a)	4) リン酸水素二ナトリウム 12 水 (試薬) JIS K 9019 に規定するもの。 5) 塩化アンモニウム JIS… 6) : : 7) 15) 過塩素酸マグネシウム JIS…	削除 4) 塩化アンモニウム JIS… 5) : : 6) 14) 過塩素酸マグネシウム JIS…
	7.1.2 b) 1)	次亜塩素酸ナトリウム溶液 次亜塩素酸 ナトリウム溶液 (有効塩素 30~100 g/L) 600/Nml ⁽¹²⁾ , 水酸化ナトリウム 10 g 及び りん酸水素二ナトリウム・12 水 (試薬) 35.8 g を水に溶かして全量 1 L としたもの。	次亜塩素酸ナトリウム溶液 次亜塩素酸 ナトリウム溶液 (有効塩素 30~100 g/L) 600/Nml ⁽¹²⁾ , 水酸化ナトリウム 15 g を水に 溶かして全量 1 L としたもの。
	7.1.2 b) 3)	a) 9) のアンモニウムイオン標準液…	7.1.2 a) 8) のアンモニウムイオン標準液…
	付表 1	JIS K 9019 リン酸水素二ナトリウム・12 水 (試薬)	削除

平成 17 年 2 月 1 日作成