

まえがき

この規格は、工業標準化法に基づいて、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 0103:1999** は改正され、この規格に置き換えられる。

改正に当たっては、日本工業規格と国際規格との対比、国際規格に一致した日本工業規格の作成及び日本工業規格を基礎にした国際規格原案を容易にするために、**ISO 7934:1989, Stationary source emissions—Determination of the mass concentration of sulfur dioxide—Hydrogen peroxide/barium perchlorate/Thorin method** 及び **ISO 11632:1998, Stationary source emissions—Determination of the mass concentration of sulfur dioxide—Ion chromatography method** を基礎として用いた。

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 0103 には、次に示す附属書がある。

附属書 1 (規定) 沈殿滴定法（トリン法）固定発生源からの排出—二酸化硫黄（SO₂）の質量濃度の定量—過酸化水素／過塩素酸バリウム／トリン法

附属書 2 (規定) 比濁法（光散乱法）

附属書 3 (規定) 中和滴定法

附属書 4 (規定) イオンクロマトグラフ法による硫黄酸化物及び塩化水素の同時分析法

附属書 5 (規定) イオンクロマトグラフ法による硫黄酸化物、塩化水素及び窒素酸化物の同時分析法

附属書 6 (参考) JIS と対応する国際規格との対比表

目 次

	ページ
序文	1
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 試薬及び吸収液の調製	3
5.2 器具及び装置	3
5.3 採取操作	4
5.4 試料ガス採取量	5
6. 分析用試料溶液の調製	6
6.1 イオンクロマトグラフ法の場合	6
6.2 沈殿滴定法の場合	6
7. 化学分析法による定量方法	6
7.1 イオンクロマトグラフ法	6
7.2 沈殿滴定法（アルセナゾⅢ法）	10
8. 自動分析法による定量方法	12
9. 分析結果の記録	12
9.1 記録項目	12
9.2 排ガス分析値の求め方	12
附属書 1（規定）沈殿滴定法（トリン法）固定発生源からの排出一二酸化硫黄（SO ₂ ）の質量濃度の 定量一過酸化水素／過塩素酸バリウム／トリン法	14
附属書 2（規定）比濁法（光散乱法）	21
附属書 3（規定）中和滴定法	24
附属書 4（規定）イオンクロマトグラフ法による硫黄酸化物及び塩化水素の同時分析法	27
附属書 5（規定）イオンクロマトグラフ法による硫黄酸化物，塩化水素及び窒素酸化物の同時分析法	30
附属書 6（参考）JIS と対応する国際規格との対比表	33

排ガス中の硫黄酸化物分析方法

Methods for determination of sulfur oxides in flue gas

序文 この規格は、1989年に発行された ISO 7934, Stationary source emissions—Determination of the mass concentration of sulfur dioxide—Hydrogen peroxide/barium perchlorate/Thorin method 及び 1998年に発行された ISO 11632, Stationary source emissions—Determination of the mass concentration of sulfur dioxide—Ion chromatography method を元に作成した日本工業規格であるが、ISO 7934 については、技術的内容を変更することなく**附属書 1**に規定し、ISO 11632 については、対応国際規格に規定されていない規定項目及び規定内容を追加し、また、その一部を不採用としている。

なお、この規格で側線又は点線の下線を施してある箇所は、原国際規格にない事項である。変更の一覧表をその説明を付けて、**附属書 6**に示す。

1. 適用範囲 この規格は、排ガス中の硫黄酸化物を分析する方法（以下分析方法という。）について規定する。

備考1. この規格において、排ガスとは、燃料などの燃焼、鉱石のばい焼、金属の精錬、硫黄製造工程、その他の化学反応、脱硫工程などにおいて、煙道、煙突、ダクトなどに排出されるガスをいう。

2. この規格の対応国際規格を、次に示す。

なお、対応の程度を表す記号は、ISO/IEC Guide 21 に基づき、IDT（一致している）、MOD（修正している）、NEQ（同等でない）とする。

ISO 7934:1989, Stationary source emissions—Determination of the mass concentration of sulfur dioxide—Hydrogen peroxide/barium perchlorate/Thorin method (MOD)

ISO 11632:1998, Stationary source emissions—Determination of the mass concentration of sulfur dioxide—Ion chromatography method (MOD)

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、排ガス試料採取方法及び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 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、次による。

a) 化学分析法 (対象成分: SO₂+SO₃) 化学分析表は表 1 による。

表 1 化学分析表

化学分析法 の種類	化 学 分 析 法 の 概 要			適用条件
	要 旨	試料採取	定量範囲 volppm (mg/m ³)	
イオンクロマト グラフ法	試料ガス中の硫黄酸化物を過酸化水素水に吸収させて硫酸にした後、イオンクロマトグラフに導入し、クロマトグラムを得る。	吸収瓶法 吸収液：過酸化水素水(1+99)又は(1+9) 液量：25 mL ⁽¹⁾ ×2本又は 50 mL ⁽²⁾ ×2本 標準採取量：20 L	0.5～58 ⁽³⁾ (1.4～160) 12～290 ⁽⁴⁾ (34～830)	7.1.1 による。
沈殿滴定法 (アルセナゾ Ⅲ法)	試料ガス中の硫黄酸化物を過酸化水素水に吸収させて硫酸にした後、2-プロパノールと酢酸とを加え、アルセナゾⅢを指示薬として酢酸バリウム溶液で滴定する。	吸収瓶法 吸収液：過酸化水素水(1+9) 液量：50 mL ⁽²⁾ ×2本 標準採取量：20 L	140～700 ⁽⁴⁾ (400～2 000) 光度滴定の場合の定量下限 50 (約 140)	特になし

注⁽¹⁾ 容量 100 mL の吸収瓶を用いたときの吸収液量。

⁽²⁾ 容量 250 mL の吸収瓶を用いたときの吸収液量。

⁽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、分析用試料液量及び検量線の最適範囲から求めたものである。この定量範囲以下の濃度を測定する場合には、濃縮カラムを用いて測定する。

⁽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には、過酸化水素水 (1+9) を用いて捕集した後、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 {273.15K (0℃), 101.32 kPa} における体積濃度及び質量濃度である。

2. 排ガス中の二酸化硫黄濃度の簡易分析法として、検知管法、簡易形の自動計測器などがある。検知管では、試料ガスを 100 mL 程度検知管に吸引し、管中の試薬と反応させ、試薬が変色した長さから二酸化硫黄の濃度を求める。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 5 volppm～3 % である。この方法で排ガス中の硫黄酸化物濃度の目安をつけることができる。

3. 表 1 の方法の他に**附属書 1 (規定)**に沈殿滴定法 (トリン法) (**ISO 7934**)、**附属書 2 (規定)**に比濁法 (光散乱法)、**附属書 3 (規定)**に中和滴定法、**附属書 4 (規定)**にイオンクロマトグラフ法による硫黄酸化物及び塩化水素の同時分析法、**附属書 5 (規定)**にイオンクロマトグラフ法による硫黄酸化物、塩化水素及び窒素酸化物の同時分析法を規定する。

b) 自動分析法 (対象成分: SO₂) : 排ガス中の二酸化硫黄の自動分析法は、JIS B 7981 に規定する方法による。

5. 試料ガス採取方法 化学分析法に用いる試料ガスの採取方法は、次による。

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。

5.1 試薬及び吸収液の調製

5.1.1 試薬

- a) 水 JIS K 0557 に規定する種別 A2 のもの。
- b) 過酸化水素水 JIS K 8230 に規定するもの。

5.1.2 吸収液の調製

a) イオンクロマトグラフ法の場合

- 1) 過酸化水素水(1+9) 過酸化水素 100 mL をとり、水 900 mL を加える。冷暗所に保存する。
- 2) 過酸化水素水(1+99) 過酸化水素 10 mL をとり、水 990 mL を加える。冷暗所に保存する。

- b) 沈殿滴定法（アルセナゾⅢ法）の場合 過酸化水素水(1+9) 過酸化水素 100 mL をとり、水 900 mL を加える。冷暗所に保存する。

5.2 器具及び装置

a) 吸収瓶

- 1) 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。
- 2) 沈殿滴定法（アルセナゾⅢ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。

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、排ガス中の腐食性ガスによって侵されず、又はこれに吸着しないガラス管、石英管、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など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適当なる過材⁽⁵⁾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⁽⁶⁾。

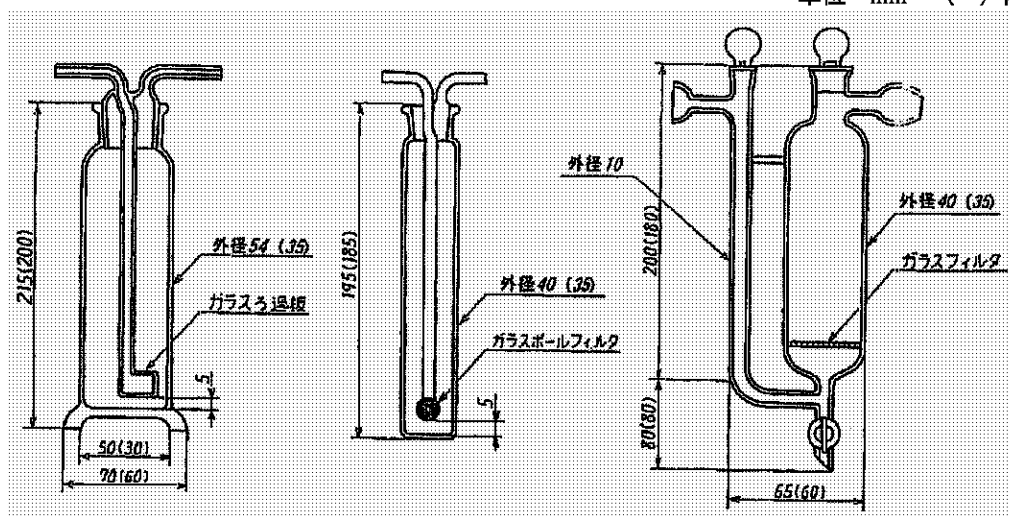
なお、この間の接続部分は、すり合わせ継ぎ手管、シリコーンゴム管又は四ふっ化エチレン樹脂管を用いる。

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

⁽⁶⁾ 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、採取管から切替えコック(P₁)の間を 160 °C 程度に加熱する。

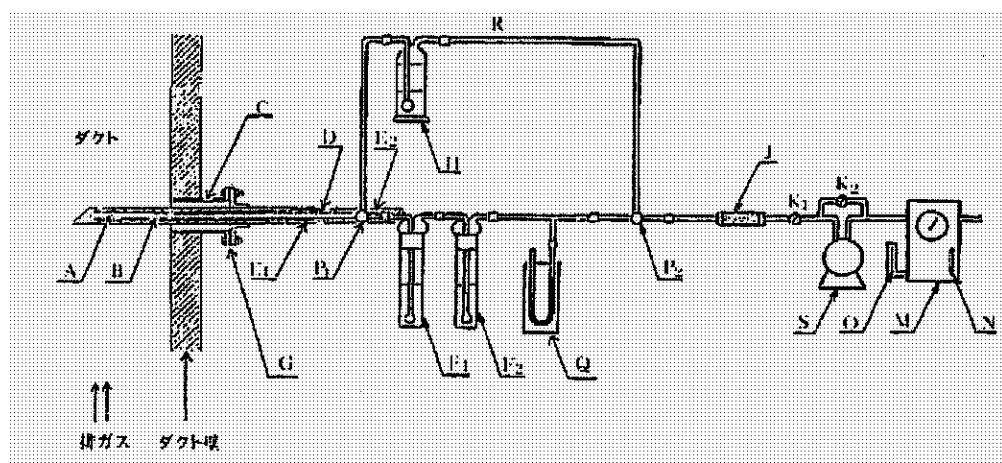
単位 mm () 内は 100ml 用



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



A: ろ過材
B: 試料ガス採取管
C: 採取口
D: 温度計
E₁, E₂: ヒータ, リボンヒータ
F₁, F₂: 吸収瓶 (容量 250mL 又は 100mL)
G: フランジ
H: 洗浄瓶 [吸収液 50mL を入れる]
J: 乾燥管

K₁, K₂: 流量調節コック
M: 湿式ガスメータ又は乾式ガスメータ
N: 温度計
O: マノメータ
P₁, P₂: 流路切替え三方コック
Q: 水銀マノメータ
R: バイパス
S: 吸引ポンプ

図 2 試料ガス採取装置の一例

5.3 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) イオンクロマトグラフ法の場合 吸収瓶(容量 100 mL)(F₁, F₂)に, 5.1.2 a)2)の吸収液 25 mL をそれぞれ入れる。

硫黄酸化物濃度が 58 volppm を超えると予想される場合は、吸収瓶(容量 250 mL)(F₁, F₂)に、5.1.2 a)1)の吸収液 50 mL をそれぞれ入れる。

2) 沈殿滴定法(アルセナゾⅢ法)の場合 吸収瓶(容量 250 mL)(F₁, F₂)に、5.1.2 b)の吸収液 50 mL をそれぞれ入れる。

b) 流路切替えコック(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)から流路切替えコック(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 の水銀マンオメータ(Q)を付けなくてもよい。

c) 吸引ポンプ(S)を停止した後、流路切替えコック(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)⁽⁷⁾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 L/min 程度にする⁽⁸⁾。

e) ガスメータ(M)の温度計(N)及びマンオメータ(O)によって、ガスの温度及びゲージ圧を測定する。また、大気圧を測定する。

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、流路切替えコック(P₁, P₂)を閉じ、ガスメータの指示(V₂)を 0.01 L のけたまで読み取る。

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。

注⁽⁷⁾ 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 1a)に示す形の吸収瓶を用いたほうがよい。

⁽⁸⁾ イオンクロマトグラフ法で容量 250 mL の吸収瓶を用いた場合、沈殿滴定法で硫黄酸化物が吸収液に完全に吸収されることがあらかじめ明らかな場合は、流量を 2 L/min まで上げてよい。

⁽⁹⁾ 硫黄酸化物濃度に応じて適宜増減してもよい。

5.4 試料ガス採取量 次の式によって、標準状態 {273.15K (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。

5.4.1 乾きガス量で求める場合

a) 湿式ガスメータを用いた場合

$$V_{SD} = V \times \frac{273.15}{273.15 + t} \times \frac{P_a + P_m - P_v}{101.32} + 22.41(a + b) \quad (1)$$

b) 乾式ガスメータを用いた場合

$$V_{SD} = V \times \frac{273.15}{273.15 + t} \times \frac{P_a + P_m}{101.32} + 22.41(a + b) \quad (2)$$

5.4.2 湿りガス量で求める場合

a) 湿式ガスメータを用いた場合

$$V_{sw} = V \times \frac{273.15}{273.15 + t} \times \frac{P_a + P_m - P_v}{101.32} + 22.41(a + b + c) \quad (3)$$

b) 乾式ガスメータを用いる場合

$$V_{sw} = V \times \frac{273.15}{273.15 + t} \times \frac{P_a + P_m}{101.32} + 22.41(a + b + c) \quad (4)$$

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) [5.3 c), d)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)
	$P_m^{(10)}$:	ガスメータにおけるゲージ圧 (kPa)
	$P_v^{(11)}$:	t °Cにおける水の飽和蒸気圧 (kPa)
	$a^{(10)}$:	吸収液に捕集された分析対象成分ガス (mol)
	$b^{(10)}$:	吸収液に捕集された分析対象成分ガス以外のガス (mol)
	$c^{(10)}$:	JIS Z 8808 の 6.によって求めた水分の量 (mol)
	22.41 :	標準状態における気体 1 mol の体積 (L)

注⁽¹⁰⁾ 無視して差し支えない場合が多い。

(⁽¹¹⁾) 付表 2 に示す。

6. 分析用試料溶液の調製 分析用試料溶液の調製は、次のいずれかによる。

6.1 イオンクロマトグラフ法の場合

- 5.3 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。
- 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⁽¹²⁾。
- 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⁽¹²⁾⁽¹³⁾。

6.2 沈殿滴定法（アルセナゾⅢ法）の場合

- 5.3 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。
- 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⁽¹³⁾。

注⁽¹²⁾ 分析用試料溶液中に固形物が認められる場合には、分離カラムを閉塞するので、あらかじめ孔径 0.45 μm 以下のフィルタでろ過して除去する。

(⁽¹³⁾) この溶液をイオンクロマトグラフ法で測定してもよい。その場合、分離カラムへの影響を小さくするために、10 倍以上希釈して測定する。

7. 化学分析法による定量方法

7.1 イオンクロマトグラフ法

7.1.1 適用条件 この方法は、試料ガス中に硫化物などの還元性ガスが高濃度に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 試薬及び試料溶液の調製

- 試薬 試薬は、次による。

- 水 JIS K 0557 に規定する種別 A2 のもの。
- 硫酸 JIS K 8951 に規定するもの。

3) ほう酸 JIS K 8863 に規定するもの。

- 4) 炭酸水素ナトリウム JIS K 8622 に規定するもの。
- 5) 炭酸ナトリウム JIS K 8625 に規定するもの。
- 6) 四ほう酸ナトリウム十水和物 JIS K 8866 に規定するもの。
- 7) 硫酸ナトリウム（無水） JIS K 8987 に規定するもので、純度が特に良いもの。
- 8) 硫酸カリウム JIS K 8962 に規定するもので、純度が特に良いもの。
- 9) グルコン酸カリウム
- 10) p-ヒドロキシ安息香酸
- 11) ビス（2-ヒドロキシエチル）イミノトリス（ヒドロキシメチル）メタン
- 12) フタル酸
- 13) 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール〔トリス（ヒドロキシメチル）アミノメタン〕 JIS K 9704 に規定するもの。
- 14) アセトニトリル JIS K 8032 に規定するもの。
- 15) グリセリン JIS K 8295 に規定するもの。
- 16) 硫酸イオン標準液(1 000 mg/L) JIS K 0028 に規定する種別 SO_4^{2-} 1000 のもの。

b) 試薬溶液の調製

- 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。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⁽¹⁴⁾。

1.1) サプレッサを備えた装置を用いる場合

- 1.1.1) 炭酸水素塩—炭酸塩溶液 炭酸水素ナトリウム 0.025 g(0.3 mmol)と、炭酸ナトリウム(無水)0.286 g(2.7 mmol)とを水に溶かし、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。

- 1.1.1.1) 炭酸水素塩—炭酸塩溶液 炭酸水素ナトリウム 0.336 g(4 mmol)と、炭酸ナトリウム(無水)0.424 g(4 mmol)とを水に溶かし、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

- 1.2.1) グルコン酸塩—四ほう酸塩—ほう酸溶液 グルコン酸カリウム 0.305g(1.3 mmol), 四ほう酸ナトリウム十水和物 0.496 g(1.3 mmol), ほう酸 1.855 g(30 mmol), アセトニトリル 100 mL 及びグリセリン 5 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。

- 1.2.2) p-ヒドロキシ安息香酸—ビス（2-ヒドロキシエチル）イミノトリス（ヒドロキシメチル）メタン溶液 p-ヒドロキシ安息香酸 1.105 g(8.0 mmol)とビス（2-ヒドロキシエチル）イミノトリス（ヒドロキシメチル）メタン 0.669 g(3.2 mmol)を水に溶かし、全量フラスコ 1 000mL に水で洗い移し、水を標線まで加える。

- 1.2.3) フタル酸-2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール溶液 フタル酸 0.415 g(2.5 mmol)と2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール 0.290 g(2.4 mmol), 又はフタル酸 0.382 g(2.3 mmol)と2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール 0.303 g(2.5 mmol)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。

- 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

- 2.1.1) 水 7.1.2 a)1)の水を再生液とする。

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

2.2.1) **硫酸(15 mmol/L)** 硫酸(1 mol/L) (硫酸 60 mL を少量ずつ水 500 mL に加え、冷却後水で 1 L とする。) 15 mL を水で 1 L とする。

2.2.2) **硫酸(12.5 mmol/L)** 硫酸(1 mol/L) 12.5 mL を水で 1 L とする。

2.2.3) **イオン交換樹脂** 陽イオン交換体⁽¹⁵⁾。

3) **硫酸イオン標準原液(1 mg/mL)** 7.1.2 a) 16) の硫酸イオン標準液(1 000 mg/L) のもの。又は硫酸ナトリウム(無水) 若しくは硫酸カリウムを水に溶解して調製する。硫酸ナトリウム(無水) の場合は、あらかじめ約 110 °C で約 2 時間加熱し、デシケーター中で放冷した後、その 1.479 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。硫酸カリウムの場合は、あらかじめ約 750 °C で約 15 分間加熱し、放冷後その 1.814 g をとり、上と同様に操作して、全量を 1 000 mL にする⁽¹⁶⁾。

4) **硫酸イオン標準液(0.2 mg/mL)** 全量フラスコ 250 mL に 3) で調製した硫酸イオン標準原液(1 mg/mL) を正確に 50 mL とり、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。また、硫酸イオンが定量的に測定できることを確認のうえ、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⁾ サスペンション樹脂吸着形のサプレッサを用いた場合に使用する。

⁽¹⁶⁾ ひょう量中の吸湿に注意する。特に硫酸ナトリウム(無水) は吸湿性が強いので、必要量より少し多めにはかり瓶にとって乾燥し、放冷後、正確にひょう量し、水に溶かすとよい。濃度は採取量から求める。

7.1.3 **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に注入できる自動のもの、又は装置内に組み込まれた試料計量管(約 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、陰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分離できるもの。

c) **プレカラム** 濃縮、予備分離及び異物除去のためのガードカラムで、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陰イオン交換体を充てんしたもの。

d) **サプレッサ⁽¹⁷⁾** 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率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⁽¹⁷⁾ 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と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。ISO 11632 では、サプレッサを備えた方式のものが規定されているが、この規格では、いずれを用いてもよい。

7.1.4 **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 1~2 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 6.1 で調製した分析用試料溶液の一定量(10～250 μL)⁽¹⁸⁾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硫酸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) 7.1.5 によって作成した検量線から、硫酸イオンの濃度(mg/mL)を求める。
- e) 全量フラスコ 100 mL に吸収液 50 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、b)～d)に準じて操作し、硫酸イオンの空試験値(mg/mL)を求める⁽¹⁹⁾。

注⁽¹⁸⁾ 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の代わりに、分離カラムと同種類の陰イオン交換体を充てんした濃縮カラムを用いるとよい。

⁽¹⁹⁾ 容量 250 mL の吸収瓶を用いた場合には、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。

7.1.5 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、硫酸イオン標準液(0.2 mg/mL)0.2～25.0 mL⁽²⁰⁾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⁽²¹⁾。
- b) 7.1.4 の b)～c)の操作を行い、それぞれの硫酸イオン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 7.1.4 の b)～c)の操作を行い、硫酸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で硫酸イオン濃度との関係線を作成する。

検量線の作成は、試料測定時ごとに行う。

注⁽²⁰⁾ 予想される試料濃度に応じ、0.2～5.0 mL、2～25.0 mL のいずれかの範囲の数点をとる。

⁽²¹⁾ 容量 250 mL の吸収瓶を用いた場合には、数個の全量フラスコ 250 mL に硫酸イオン標準原液(1 mg/mL)1.0～25.0 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。

7.1.6 計算 試料ガス中の硫黄酸化物の濃度を、次の式によって算出する。

$$C_v = \frac{0.233 \times (a - b) \times v}{V_s} \times 1000 \dots\dots\dots (5)$$

$$C_w = \frac{0.667 \times (a - b) \times v}{V_s} \times 1000 \dots\dots\dots (6)$$

$$C_w = C_v \times 2.86 \dots\dots\dots (7)$$

ここに、
 C_v : 試料ガス中の硫黄酸化物の体積濃度(volppm)
 C_w : 試料ガス中の硫黄酸化物を二酸化硫黄として表したときの質量濃度(mg/m³)
 a : 7.1.4 d)で求めた硫酸イオンの濃度(mg/mL)
 b : 7.1.4 e)の空試験で求めた硫酸イオンの濃度(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 : 5.4 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})
0.233 : 硫酸イオンの濃度 (SO_4^{2-}) 1 mg に相当する硫黄酸化物 ($\text{SO}_2 + \text{SO}_3$) の体積 (mL) (標準状態)
0.677 : 硫酸イオンの濃度 (SO_4^{2-}) 1 mg に相当する二酸化硫黄 (SO_2) の質量(mg)

2.86 : 硫黄酸化物 1 volppm に相当する二酸化硫黄(SO₂)の質量濃度 (mg/m³)

備考 この方法によって、硫黄酸化物と同時に塩化水素及び窒素酸化物を測定することができる。この場合の操作は、**附属書 4** 及び**附属書 5** による。

7.2 沈殿滴定法 (アルセナゾⅢ法)

7.2.1 試薬及び試料溶液の調製

a) 試薬

- 1) 水 JIS K 0557 に規定する種別 A2 のもの。
- 2) 硫酸 JIS K 8951 に規定するもの。
- 3) 酢酸 JIS K 8355 に規定するもの。
- 4) 酢酸鉛三水和物 JIS K 8374 に規定するもの。
- 5) 酢酸バリウム JIS K 8376 に規定するもの。
- 6) プロモフェノールブルー JIS K 8844 に規定する指示薬。
- 7) アルセナゾⅢ JIS K 9524 に規定する指示薬。
- 8) エタノール (95) JIS K 8102 に規定するもの。
- 9) 2-プロパノール JIS K 8839 に規定するもの (イソプロピルアルコール)。
- 10) 炭酸ナトリウム (無水) JIS K 8005 容量分析用標準物質。

b) 試薬溶液の調製

- 1) **プロモフェノールブルー溶液** プロモフェノールブルー 0.1 g をエタノール(95) 20 mL に溶かし、水を加えて 100 mL としたもの。
- 2) **アルセナゾⅢ溶液** アルセナゾⅢ 0.2 g をとり、水 100 mL を加えよく振り混ぜて溶かした後ろ過し、褐色瓶に入れて保存する。1 か月以上経過したものは用いない。
- 3) **2 mmol/L 硫酸** 水約 1 L に硫酸 3 mL を加えて調製した 0.05 mol/L 硫酸を水で正しく 25 倍に希釈したものをを用いる。0.05 mol/L 硫酸の標定は、次による。

標定 容量分析用標準物質炭酸ナトリウム(無水) 1~1.5 g を白金るつぼの中で 600 °C で約 60 分間強熱した後デシケーター中で放冷し、その質量を 0.1 mg のけたまではかる。少量の水に溶かして全量フラスコ 250 mL に洗い移し、水を標線まで加える。

コニカルビーカー 200 mL にこの溶液 25 mL を分取し、プロモフェノールブルー溶液 2、3 滴を加え、ここで調製した 0.05 mol/L 硫酸で滴定する。

終点付近で煮沸して二酸化炭素を追い出し、冷却後滴定を続けて溶液の色が青から黄に変わった点を終点とする。次の式によってファクタを算出する⁽²²⁾。

$$f' = \frac{m \times \frac{25}{250}}{a' \times 0.005299} \dots\dots\dots (8)$$

ここに、

f' : 0.05 mol/L 硫酸のファクター

m : 炭酸ナトリウムの採取量(g)

a' : 滴定に要した 0.05 mol/L 硫酸の量(mL)

0.005299 : 0.05 mol/L 硫酸 1 mL に相当する炭酸ナトリウムの量(g)

注⁽²²⁾ 標定の際の標準として炭酸ナトリウム(無水)の代わりに、0.05 mol/L 水酸化ナトリウム溶液を用いてもよい。

- 4) **5 mmol/L 酢酸バリウム溶液** 酢酸バリウム 1.1 g 及び酢酸鉛三水和物 0.4 g を水 200 mL 及び酢酸 3 mL に溶かし、2-プロパノールを加えて 1 L とする。標定は次による。

標定 三角フラスコ 200mL に 2 mmol/L 硫酸を正確に 10 mL とり、2-プロパノール 40 mL、酢酸 1 mL 及びアルセナゾⅢ溶液 4～6 滴を加え、5 mL のマイクロビュレットを用いて、ここで調製した 5 mmol/L 酢酸バリウム溶液で滴定し、液の青い色が 1 分間継続した点を終点とする⁽²³⁾。

次の式によってファクタを算出する。

$$f = \frac{10 \times f'}{a''} \times \frac{2}{5} \dots\dots\dots (9)$$

ここに、
 f : 5 mmol/L 酢酸バリウム溶液のファクター
 f' : 3)で求めた 2 mmol/L 硫酸のファクター
 a'' : 滴定に要した 5 mmol/L 酢酸バリウム溶液の量(mL)

注⁽²³⁾ 光度滴定法（波長 600 nm 付近）によれば、終点を明確に決定することができるので、これを用いることが望ましい。

7.2.2 定量操作 次のとおり行う。

- 三角フラスコ 200 mL に 6.2 で調製した分析用試料溶液 10 mL を分取する。
- 2-プロパノール 40 mL、酢酸 1 mL 及びアルセナゾⅢ溶液 4～6 滴を加え、5 mL のマイクロビュレットを用いて 5 mmol/L 酢酸バリウム溶液で滴定し、液の青い色が 1 分間継続した点を終点とする⁽²³⁾。
- 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、コニカルビーカー 200 mL にその 10 mL をとり、b)に従って滴定し空試験値を求める。

備考 この廃液には、鉛及びひ素が含まれているので取扱いに注意する。

7.2.3 計算 試料ガス中の硫黄酸化物の濃度を、次の式によって算出する。

$$C_v = \frac{0.112 \times (a - b) \times f \times 250 / 10}{V_s} \times 1000 \dots\dots\dots (10)$$

$$C_w = \frac{0.320 \times (a - b) \times f \times 250 / 10}{V_s} \times 1000 \dots\dots\dots (11)$$

$$C_w = C_v \times 2.86 \dots\dots\dots (12)$$

ここに、
 C_v : 試料ガス中の硫黄酸化物の体積濃度(volppm)
 C_w : 試料ガス中の硫黄酸化物を二酸化硫黄として表したときの質量濃度(mg/m³)
 a : 7.2.2 b)の滴定に要した 5 mmol/L 酢酸バリウム溶液の量(mL)
 b : 7.2.2 c)の空試験に要した 5 mmol/L 酢酸バリウム溶液の量(mL)
 f : 5 mmol/L 酢酸バリウム溶液のファクタ
 V_s : 5.4 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})
 0.112 : 5 mmol/L 酢酸バリウム溶液 1 mL に相当する硫黄酸化物(SO₂ + SO₃)の体積(mL)(標準状態)
 0.320 : 5 mmol/L 酢酸バリウム溶液 1mL に相当する二酸化硫黄(SO₂)の質量(mg)
 2.86 : 硫黄酸化物 1 volppm に相当する二酸化硫黄(SO₂)の質量濃度(mg/m³)

備考 この方法は、分取した溶液中に NO₃⁻として 0.5 mg 以下の窒素酸化物が共存しても差し支えない。

8. 自動分析による定量方法 自動分析は、JIS B 7981 に規定する計測器によって測定する。校正については、JIS K 0055 によって行う。

9. 分析結果の記録

9.1 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（化学分析法の種類も含む。）の種類
- c) 試料ガスの採取日時
- d) その他必要な事項

9.2 排ガス分析値の求め方

9.2.1 化学分析法の場合 分析は、試料採取ごとに同一分析試料溶液について 2 回行い、その平均値を求め、有効数字 2 けたに丸める。

9.2.2 自動分析法の場合 1 時間の平均値とし、測定範囲（レンジ）の最大目盛値の 1/100 まで読み取り⁽²⁴⁾、有効数字 2 けたに丸める。

注⁽²⁴⁾ デジタル表示又は印字記録の場合は、これに相当するけたまで読み取る。

付表 1 引用規格

規格番号	規格名称
JIS B 7981	排ガス中の二酸化硫黄自動計測システム及び自動計測器
JIS K 0028	硫酸イオン標準液
JIS K 0029	塩化物イオン標準液
JIS K 0031	硝酸イオン標準液
JIS K 0032	亜硝酸イオン標準液
JIS K 0050	化学分析方法通則
JIS K 0055	ガス分析装置校正方法通則
JIS K 0095	排ガス試料採取方法
JIS K 0104	排ガス中の窒素酸化物分析方法
JIS K 0107	排ガス中の塩化水素分析方法
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方法通則
JIS K 0557	用水の排水の試験に用いる水
JIS K 8005	容量分析用標準物質
JIS K 8032	アセトニトリル（試薬）
JIS K 8102	エタノール（95）（試薬）
JIS K 8150	塩化ナトリウム（試薬）
JIS K 8155	塩化バリウム二水和物（試薬）
JIS K 8180	塩酸（試薬）
JIS K 8230	過酸化水素（試薬）

- JIS K 8295** グリセリン (試薬)
- JIS K 8355** 酢酸 (試薬)
- JIS K 8374** 酢酸鉛 (Ⅱ) (三水和物) (試薬)
- JIS K 8376** 酢酸バリウム (試薬)
- JIS K 8576** 水酸化ナトリウム (試薬)
- JIS K 8622** 炭酸水素ナトリウム (試薬)
- JIS K 8625** 炭酸ナトリウム (試薬)
- JIS K 8839** 2-プロパノール (試薬)
- JIS K 8844** ブロモフェノールブルー (試薬)
- JIS K 8863** ほう酸 (試薬)
- JIS K 8866** 四ほう酸ナトリウム (十水和物) (試薬)
- JIS K 8896** メチルレッド (試薬)
- JIS K 8897** メチレンブルー (試薬)
- JIS K 8951** 硫酸 (試薬)
- JIS K 8962** 硫酸カリウム (試薬)
- JIS K 8987** 硫酸ナトリウム (無水) (試薬)
- JIS K 9524** アルセナゾⅢ (試薬)
- JIS K 9704** 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール (試薬)
- JIS Z 8808** 排ガス中のダスト濃度の測定方法
- ISO 3696** Water for analytical laboratory use—Specification and test methods
- ISO 6879** Air Quality—Performance characteristics and related concepts for air quality measuring methods
- ISO 7934** Stationary source emissions—Determination of the mass concentration of sulfur dioxide—
Hydrogen peroxide/barium perchlorate/Thorin method
- ISO 7935** Stationary source emissions—Determination of the mass concentration of sulfur dioxide—
Performance characteristics of automated measuring methods
- ISO 10396** Stationary source emissions—Sampling for the automated determination of gas concentrations
- ISO/IEC 17025** General requirements for the competence of calibration and testing laboratories

付表 2 水の飽和蒸気圧

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	0.637 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	1.587 9
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 2	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

付表 2 水の飽和蒸気圧 (続き)

単位 kPa

温度 ℃	$\frac{1}{10}^{\circ}\text{C}$									
	.0	.1	.2	.3	.4	.5	.6	.7	.8	.9
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
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	11.27	11.33	11.39	11.45	11.50	11.56	11.62	11.68
49	11.74	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	22.643	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	43.64	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

付表 2 水の飽和蒸気圧 (続き)

単位 kPa

温度 ℃	$\frac{1}{10}^{\circ}\text{C}$									
	.0	.1	.2	.3	.4	.5	.6	.7	.8	.9
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
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	102.78	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) 沈殿滴定法 (トリン法) 固定発生源からの排出

— 二酸化硫黄 (SO_2) の質量濃度の定量

— 過酸化水素／過塩素酸バリウム／トリン法

序文 この附属書は、1989 年に第 1 版として発行された **ISO 7934** Stationary source emissions — Determination of the mass concentration of sulfur dioxide—Hydrogen peroxide/barium perchlorate/Thorin method を翻訳し、技術的内容を変更することなく作成したものである。

1. 適用範囲 この規格は、燃焼施設及び無視できる程度の少量の三酸化硫黄と硫酸を含む技術工程から排出される二酸化硫黄の質量濃度を定量するための過酸化水素／過塩素酸バリウム／トリン法について規定する。この方法は、通常 30 分の採取時間に対して、二酸化硫黄の濃度が 30 mg/m^3 以上の場合に適用できる。

二酸化硫黄の質量濃度が $2\,000 \text{ mg/m}^3$ を超える場合は、採取装置を通過させる試料排出ガスは 30 L とする。試料排出ガスに共存する場合に滴定値に影響を与えることが知られている物質については、**6.4** に示す。この方法の性能特性については、**7.2** に示す。

二酸化硫黄の質量濃度が 30 mg/m^3 未満の場合は、この規格の規定よりも長い採取時間を採用する。すべての濃度は、温度 273.15 K、及び圧力 101.32 kPa の乾きガスを基準とする。

2. 原理 排出ガス試料を一定時間、過酸化水素溶液に通気すると、試料に含まれる二酸化硫黄 (SO_2) が吸収され、硫酸溶液となる。

規定の水酸化ナトリウム溶液又は過塩素酸溶液を用いて、試料溶液の pH を 3.5 に調節する。調製した試料溶液中の硫酸イオンの質量濃度の定量は、トリンを指示薬として用い、過塩素酸バリウム溶液の滴定によって求め、 SO_2 としての質量濃度に換算する。

3. 試薬 分析には、等級の明らかな分析用試薬だけを用いる。水は、**ISO 3696** に規定する純度グレードが 3 以上の水だけを用いる。

警告 試薬の取り扱いには、適切な安全衛生に関する法令に従う。

3.1 2-プロパノール [$\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_3$]

3.2 吸収液 過酸化水素 [H_2O_2] 溶液 [27～30 % (m/m)] 100 mL を全量フラスコ 1 000 mL にとる。水を標線まで加え、よく混合する。この溶液は使用する当日に調製する。

3.3 過塩素酸バリウム容量分析用標準溶液 [$\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2$] 濃度 = 0.005 mol/L

市販の既知濃度の過塩素酸バリウム溶液を使用するか、入手不可能であれば、次の例のように調製する。

無水過塩素酸バリウム [$\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2$] 1.7 g を、約 200 mL の水に溶かし、全量フラスコ 1 000 mL に移し入れる。2-プロパノール (**3.1**) を標線まで加え、よくかき混ぜる。0.005 mol/L の硫酸標準溶液を用い、滴定で溶液を正確に標定する。

0.005 mol/L 過塩素酸バリウム溶液 1 mL は、二酸化硫黄の質量 0.320 33 mg に相当する。

3.4 水酸化カリウム容量分析用標準溶液 (KOH) 濃度 = 0.1 mol/L

3.5 過塩素酸容量分析用標準溶液 (HClO_4) 濃度=0.1 mol/L**3.6 トリン** { 4-[(2-アルソノフェニル)-アゾ]-3-ヒドロキシ-2, 7-ナフタレン-ジスルホン 酸二ナトリウム } (1) 2 g/L 溶液

トリン 0.2 g を少量の水に溶解させ、全量フラスコ 100 mL に移し入れる。水を標線まで加え、よくかき混ぜる。この溶液は、石英ガラス又はポリエチレンの瓶に入れて保存する。

注(1) トリンは別名トロン、トロノールともいう。4-[(2-アルソノフェニル)-アゾ]-3-ヒドロキシ-2, 7-ナフタレン-ジスルホン酸のナトリウム塩のことである。

4. 装置 一般の実験器具及び 4.1 に示す採取器具を用いる。**4.1 採取器具**

4.1.1 試料ガス採取管 一方に球面ガラスすり合わせの付いた、排出ガス気流中の測定面の代表性のある測定点に到達するのに適切な長さのほうけい酸ガラス又は石英ガラス管で、200 °C 以上に加熱できる被覆物で包まれたもの。

備考1. 加熱被覆物は、試料ガス採取管の保護管の役割ももつ。したがって、試料ガス採取管は、いつも加熱被覆物を巻いた形で使用する。

2. 吸引状態の気流中で採取する場合には、薬品のロスを防ぐために第 1 吸収瓶の前にストップ弁が必要である。

4.1.2 粒子フィルタ 両端に球面ガラスすり合せの付いたほうけい酸ガラス又は石英ガラス管に、化学的純度の高い石英ウールを重ねて充填したもの。適切な粒子フィルタであると証明されたものの一例を、**附属書 1 図 1** に示す。

4.1.3 吸収瓶 必要な表示容積(**附属書 1 表 1** 参照)100 mL 又は 250 mL のドレッセル形の吸収瓶で、95 % 以上の吸収効率を得るのに十分な細かい気孔率をもつ半融ガラスろ過板(**附属書 1 図 2** 参照)を吸収瓶に挿入できるもの。孔径 40~90 μm の半融ガラスろ過板が適切である。

各吸収瓶の吸収効率は、7.2 の規定に従って年 2 回測定する。

備考 吸収効率 95 % 以上を達成できることを証明できれば、インピンジャーを使用してもよい。

4.1.4 加熱バンデージ 200 °C 以上に加熱できるもの。

4.1.5 電圧調節器

4.1.6 トラップ デレッセル形の吸収瓶に、半融ガラスろ過板のない吸収瓶のもの。

4.1.7 吸引ポンプ 採取時間の間、-10 kPa~-30 kPa の圧力に対して、排出ガスを体積流量で 0.02~0.2 m^3/h の範囲で吸引できるポンプ。

4.1.8 調節弁 排出ガスの流量を 0.02~約 0.2 m^3/h の範囲に調節できるニードル弁。

4.1.9 ガスメータ装置 排ガス流量 0.02~約 0.2 m^3/h の範囲で使用でき、誤差が 2 %未満である、温度計の付いた湿式ガスメータ (又は上流側に乾燥管を付けた乾式ガスメータ)。

適切な石鹼膜流量計等を用いて、年 2 回、誤差の限界を試験する。

4.1.10 連結管 異なる長さ、異なる内径のポリエチレン管、シリコーンゴム管又は四ふっ化エチレン樹脂管。

4.1.11 温度計 測定範囲-5 °C~+50 °C、誤差の許容範囲 ± 0.2 °C。

4.1.12 気圧計 サンプリング現場での大気圧を測定することができる、測定上限に対する誤差の範囲が ± 1 %のもの。

4.1.13 ストップウォッチ

4.2 直読式 pH 計 温度補償機能付きが望ましい。測定範囲 0～14, pH3.5 付近での誤差の限度: <0.2。
一定温度での pH が正確に分かっている緩衝溶液を使用して、製造業者の取扱い説明書に従い、直読式 pH 計の校正を行う。校正した後、使用する前に電極を水で十分に洗う。

5. 試料ガスの採取

5.1 二酸化硫黄の質量濃度が**附属書 1 表 1** に示すどの範囲にあるかによって、2 本の 100 mL の吸収瓶(4.1.3) にそれぞれ吸収液 40 mL(4.2)を、又は 2 本の 250 mL の吸収瓶(4.1.3)にそれぞれ吸収液 80 mL を、ピペット又はデイスパンサーを用いて入れる。使用する吸収瓶と 4.1.1～4.1.2 及び 4.1.6～4.1.11 の装置を組み合わせ、**附属書 1 図 3** に示すような採取装置を組み立てる。2 番目の吸収瓶の上流側には、球面ガラスすり合せを用いる。

5.2 試料ガス採取管(4.1.1)の入口に栓をし、吸引ポンプ(4.1.7)のスイッチを入れ、通常の実験操作に従って採取装置のリークテストを行う。

試料ガス採取管の入口の栓を注意深く外し、吸引ポンプのスイッチを切る。

5.3 排出ガスの壁の測定孔に試料ガス採取管を挿入し、採取管の先端を排出ガス流の測定面の代表的な測定点に置く。試料ガス採取管と壁の測定孔の間のすき間から周辺の空気が測定点まで流入したり、また、多量の排出ガスが洩れたりしないよう、適切なシール材をすき間に詰める。

5.4 試料ガス採取管と加熱被覆物のすき間から周辺の空気が排出ガス流に流入して、採取管を局所的に冷やし、試料組成を変えるのを防ぐ適切な対策をとる。

粒子フィルタ (4.1.2)を、加熱バンデージ(4.1.4)で巻く。ヒーターのスイッチを入れ、加熱部分の中の各点が、採取時間中に凝縮液が発生しないような温度になるよう、電圧調節器(4.1.5)を調整する。

備考 加熱バンデージの温度は、熱電対により確認できる。

加熱時間の終点(約 30 分間)でガスメータ(4.1.9)の読みと時刻を記録する。吸引ポンプを始動させ、調節弁(4.1.8)によって排出ガスの体積流量が目的の範囲($0.03 \text{ m}^3 \sim 0.2 \text{ m}^3/\text{h}$)内に入るように調整する。

5.5 通常、採取時間は 30 分間である。ガスメータの温度計(4.1.11)の値 θ_i と気圧計(4.1.12)の読みを記録する。選択した排出ガスの体積流量は、概ね一定となるようにする。

備考 試料ガスの流量は、**附属書 1 表 1** の試料排出ガスの体積の情報と、通常の採取時間(例えば、30 分間)から導き出される。

5.6 採取時間の終点で、吸引ポンプを止め、時刻とガスメータの読みとを記録する。吸収瓶を採取装置から外し、両方の試料溶液を適切な体積の試料瓶に移し入れる。

吸収瓶インサートを含む吸収瓶を水ですすぎ、ゴム球を用いて洗浄水を半融ガラスろ過板に加圧通過させる。洗浄水を、試料瓶中の試料溶液に加える。

5.7 適切な量の規定の水酸化カリウム容量分析用標準溶液(3.4)又は過塩素酸容量分析用標準溶液(3.5)を試料合液に加え、直読式 pH 計(4.2)を用いて、試料合液の pH を 3.5 に調節する。pH 調節した試料合液を適切な表示体積(**附属書 1 表 1** 参照)の全量フラスコに移す。水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

5.8 更に続けて排出ガス試料を採取する場合は、2 本の吸収瓶各々に適切な量の吸収液を入れ、吸収瓶を交換し上記の手順を続けて行う。この場合、吸収瓶を採取装置から外したときに、多量の周辺空気が粒子フィルタや試料ガス採取管に流入しないよう、確実に防止する。

備考1. 経験的に、粒子フィルタ中の温度は 150～200 °C の範囲で十分であることが知られている。

2. 採取装置に湿式ガスメータを使用する場合、調査対象の試料ガスを採取する前に、湿式ガス

メータの封入液を飽和させる必要量以上の二酸化炭素 (CO₂) 質量を含むガスを通気する必要がある。経験的に、調査対象の排出ガスの体積は 0.05～0.1 m³ の範囲で十分であることが知られている。さらに、湿式ガスメータの封入液の温度は、通過するガスの温度と明らかに差があってはならない。

附属書 1 表 1 採取装置を通過させる排出ガス体積、処理試料合液から分取して滴定に用いる溶液量、及び SO₂ の質量濃度範囲に対応した Ba(ClO₄)₂ 溶液量

推定 SO ₂ 質量濃度 mg/m ³	吸収瓶の 容量 mL	2 本の吸収 瓶に入れる 各吸収液量 mL	採取装置を 通過させる 排出ガス 体積 (m ³)	処理試料 溶液の 合液量 mL	滴定に 用いる 分取溶 液量 mL	分取溶液の滴定に 要する Ba(ClO ₄) ₂ 溶液量 (計算値) mL
30～100	100	40	0.100	100	20	1.875～6.25
100～500	100	40	0.060	100	20	3.75～18.75
500～1000	250	80	0.060	250	20	7.5～15.0
1000～2000	250	80	0.030	250	20	7.5～15.0
2000～5000	250	80	0.030	250	20	15～37.5
2000～5100	250	80	0.030	250	10 ⁽²⁾	7.5～18.75

注⁽²⁾ 滴定のために分取した試料合液を、蒸留水で 20 mL に希釈する。

6. 操作

6.1 吸収効率の測定 適切な量の吸収液 (附属書 1 表 1 参照) を 2 本の吸収瓶にそれぞれとる。4.1 に示す器具を組み合わせ、採取装置を組み立てる。2 番目の吸収瓶の上流側には、球面ガラスすり合わせを用いる。

附属書 1 表 1 を参考に、1 番目の吸収瓶の吸収液 1 mL 当たり二酸化硫黄約 0.5 mg を吸収するように採取時間を設定する。試料ガスの採取を 5. に従って行う。

1 番目の吸収瓶の試料溶液の滴定に要した過塩素酸バリウム標準溶液 (3.3) の体積を、1 番目及び 2 番目の吸収瓶の各試料溶液の滴定に要した過塩素酸バリウム標準溶液の体積の合計で除し、吸収効率を算出する。

吸収効率は 0.95 以上でなければならない。これらの要求を満たさない吸収瓶は使用しない。

6.2 定量方法 処理試料溶液の合液から、附属書 1 表 1 に示す滴定に用いる量を適切な容積の三角フラスコに分取し、2-プロパノール (3.1) 80 mL とトリン溶液 (3.6) 4 滴を加え、よくかき混ぜる。滴定用に分取した溶液の体積に対する処理試料溶液の合液の体積比 f_v を記録する。

分取した試料溶液を、過塩素酸バリウム標準溶液 (3.3) で滴定し、だいたい色—黄色がうすいピンクとなり、変わらなくなる点を終点とする。滴定には、紡錘形コック式のビュレット又は自動滴定装置を用い、滴定に要した液量を記録する。この操作を繰り返し、2 回とも終点が不明瞭な場合には 3 回目を行い、滴定液量の平均値 V_1 を求める。

備考 直射日光など特定の光の下では、だいたい—黄色からうすいピンクへの変化が見えにくい場合がある。白熱灯の下で滴定を行うか、又は波長 520 nm での液体の透過率が測定可能な、光ファイバーを備えた光度計及び自動滴定装置を用いた滴定がより望ましい。

6.3 空試験液の調製 滴定用に分取した試料溶液と同量の吸収液に、2-プロパノール(3.1)80 mL 及びトリン溶液(3.6)4 滴を加え、上記と同様に操作する。このブランク値 V_2 は通常、吸収液を調製する度に測定する。

備考 調査対象の排出ガス中の二酸化硫黄濃度が、この方法の検出下限 (7.2.1 参照)より相当高い場合には、空試験値の評価を省略してもよい。

6.4 妨害物質

6.4.1 三酸化硫黄 三酸化硫黄 (SO_3)も吸収液に吸収され、硫酸を生じる。しかし、調査対象の排出ガスの多くでは三酸化硫黄は少量しか存在せず、そのような状況では滴定値に与える SO_3 の影響は無視できる。一例として、燃焼施設の排出ガス中の三酸化硫黄の質量濃度は二酸化硫黄の濃度の 0.05 倍に満たない。

排出ガス中の二酸化硫黄の質量濃度を三酸化硫黄と別々に測定する場合には、この規格とは別の方法を用いる。

6.4.2 揮発性の硫酸塩 試料ガス採取時の条件で吸収液中に硫酸イオンを生成する揮発性の硫酸塩が、妨害物質となることがある。

6.4.3 陰イオン 吸収液に吸収され、pH3.5 でバリウムイオンと可溶性の塩を生成する陰イオンが妨害する場合がある。

備考 通常の排ガス中では無機のガス状の塩素、フッ素化合物及び安定な酸化物による妨害は想定されていない。特別な場合（非常に高温な排ガス）には、揮発性の硫酸塩又は多価金属陽イオンの揮発性の塩による妨害が起こり得る。

6.4.4 多価金属陽イオンの揮発性の塩 指示薬のトリンに反応するものが該当する。しかし、処理した試料溶液の合液中の陽イオンは、後者を陽イオン交換樹脂に通すことで除去できる (6.4.3 の備考参照)。

7. 分析値のまとめ方

7.1 計算 試料ガス中の二酸化硫黄の質量濃度 ρ (SO_2) (単位 mg/m^3) を、 $p_r = 101.32 \text{ kPa}$, $T_r = 273.15 \text{ K}$ の乾き排出ガス換算で次の式によって算出する。

$$\rho(\text{SO}_2) = f_A \times f_V \times \frac{V_1 - V_2}{V_3} \times \frac{101.32 \times (273.15 + \theta_i)}{273.15 \times (p - p_{\text{H}_2\text{O}})}$$

ここに、
 f_A : 使用した過塩素酸バリウム溶液の二酸化硫黄等量 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)
 f_V : 滴定用に分取した溶液量に対する処理溶液合液量の体積比
 p : 試料ガス採取時の大気圧 (kPa)
 $p_{\text{H}_2\text{O}}$: θ_i °Cにおける水蒸気分圧 (kPa); 乾きガスメータを使用した場合には、水の分圧は 0 kPa
 V_1 : 過塩素酸バリウム溶液(3.3) による、分取した試料溶液 (附属書 1 表 1 参照) の滴定値の平均 (mL)
 V_2 : 過塩素酸バリウム溶液(3.3) による空試験液の滴定値の平均 (mL)
 V_3 : 試料排出ガスの体積 (m^3)
 θ_i : 調査対象の試料ガスがガスメータを通過する時の温度 (°C)

7.2 本法の性能特性

7.2.1 検出下限 この方法の検出下限は、 0.09 m^3 の試料排出ガスを採取装置に通し、附属書 1 表 1 に示す量を分取した場合に、 $0.72 \text{ mg}/\text{m}^3$ である。

7.2.2 繰返し標準偏差 同一の測定地点における排出ガスを同一時間吸引した試料ガス中の個別の体積に含まれる二酸化硫黄の質量濃度の繰返し標準偏差を**附属書 1 表 2**に示す。

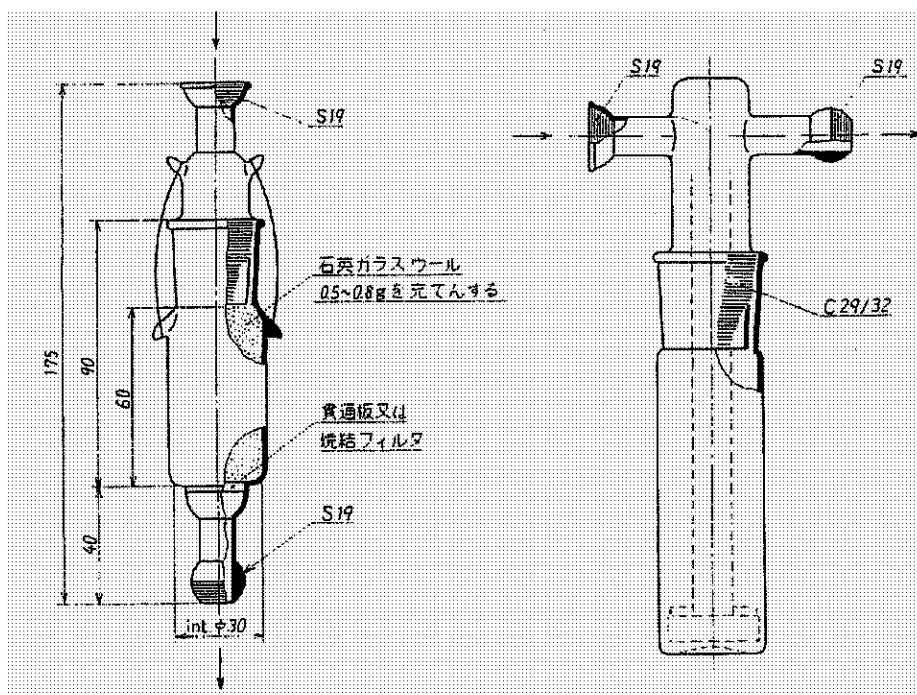
附属書 1 表 2 繰返し標準偏差

SO ₂ 質量濃度の 平均 (mg/m ³)	データ数 N	n 個の繰返し連続測定の 標準偏差 (mg/m ³)
16	10	4.4
221	35	7.1
470	10	17
2000	28	74

8. 試験報告書 試験報告書は、少なくとも次の内容を含まなければならない。

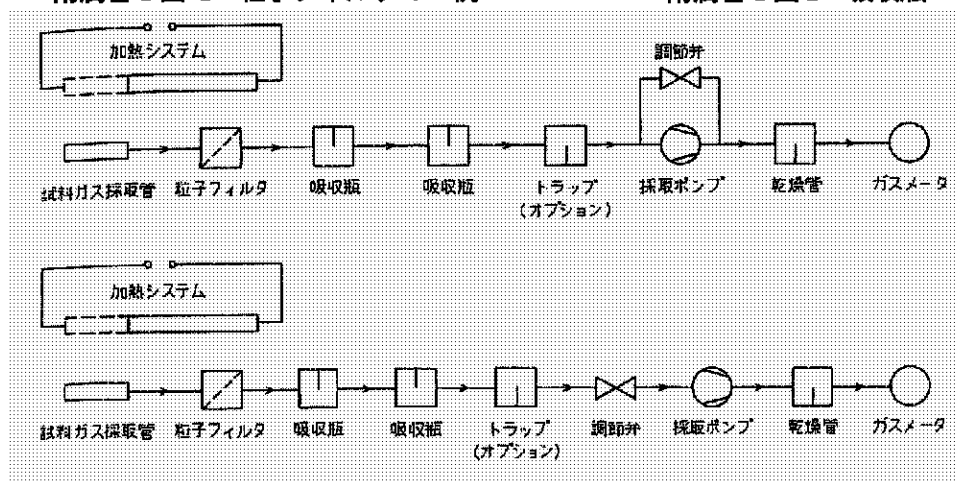
- a) 適用した規格。
- b) 試料の詳細。
- c) 対象施設のプラント及び工程についての記述。
- d) プラントの運転条件。
- e) 測定面の位置。
- f) 測定面の中の測定点の位置。
- g) バーナーの変化のような、採取中のプラント運転の変化。
- h) この規格に規定されていない操作、又は付加的と思われる操作。
- i) 試験結果。
- j) データ及び採取時間。

単位 mm



附属書 1 図 1 粒子フィルタの一例

附属書 1 図 2 吸収瓶



附属書 1 図 3 固定発生源からの排ガス中の二酸化硫黄濃度の定量のための代表的な採取装置

附属書 2 (規定) 比濁法 (光散乱法)

1. 適用範囲 この附属書は、比濁法による硫黄酸化物の分析方法について規定する。この方法は、分析用試料溶液中に懸濁物質が含まれていると影響を受けるので、その影響を無視、又は除去出来るときに適用する。

2. 分析方法の概要 分析方法の概要は、附属書 2 表 1 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	定量範囲 volppm (mg/m ³)	適用条件
試料ガス中の硫黄酸化物を過酸化水素水に吸収させて硫酸にした後、グリセリン溶液と塩化ナトリウム溶液を加え、更に塩化バリウムを加える。生じた硫酸バリウムの白濁の吸光度 (420 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 ⁽¹⁾ ×2 本 標準採取量：20 L	5～300 ⁽²⁾ (14～850)	1.による。

注⁽¹⁾ 容量 250 mL の吸収瓶を用いたときの吸収液量。

注⁽²⁾ 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には、分析用試料溶液を定量範囲内に希釈して測定する。

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

a) 水 JIS K 0557 に規定する種別 A2 のもの。

b) 過酸化水素 JIS K 8230 に規定するもの。

c) 吸収液 [過酸化水素水(1+99)] 過酸化水素 10 mL をとり、水 990 mL を加える。冷暗所に保存する。

3.3 器具及び装置 本体の 5.2 による。

3.4 採取操作 本体の 5.3 による。

3.5 分析用試料溶液の調製 排ガス中の硫黄酸化物を 3.2 c)の吸収液に捕集した後、本体の 6.2 と同様の操作で調製する。

3.6 試料ガス採取量の算出 本体の 5.4 による。

4 定量方法

4.1 試薬及び試薬溶液の調製

4.1.1 試薬

a) 水 JIS K 0557 に規定する種別 A2 のもの。

b) 塩酸 JIS K 8180 に規定するもの。

- c) 硫酸 JIS K 8951 に規定するもの。
- d) 塩化バリウム JIS K 8155 に規定するものを粉砕し、500～710 μm としたもの。
- e) 塩化ナトリウム JIS K 8150 に規定するもの。
- f) グリセリン JIS K 8295 に規定するもの。

4.1.2 試薬溶液の調製

- a) 塩化ナトリウム溶液 塩化ナトリウム 240 g を塩酸 20 mL に溶かし、水を加えて 1 L にした後、ろ紙 5 種 C でろ過する。
- b) グリセリン溶液 グリセリン 1 容と水 1 容とを混合したもの。
- c) 硫酸イオン標準液 (0.2 mg/mL) 本体の 7.1.2 b)4) によって調製する。この溶液 1 mL は、標準状態の硫黄酸化物 (SO₂+SO₃) 0.0466 mL に相当する。

4.2 定量操作 操作は、次のとおり行う。

- a) 2 個のビーカー 100 mL に本体 6.2 で調製した分析用試料溶液 50 mL ずつをとる。
- b) 両方のビーカーにグリセリン溶液 10 mL と塩化ナトリウム溶液 5 mL とをそれぞれ加え、かくはん機でよくかき混ぜる。
- c) 一方のビーカーに塩化バリウム 0.3 g を加え、1 分間かき混ぜた後、4 分間静置し、再び 15 秒間かき混ぜる。
- d) 吸収セル³⁾に塩化バリウムを加えた溶液の一部をとり、塩化バリウムを加えない溶液を対照として波長 420 nm 付近の吸光度を測定する。
- e) 5.によって作成した検量線から硫酸イオンの量(mg)を求める。
- f) 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、その 50 mL を 2 個のビーカー 100 mL にそれぞれとり、b)～e)に従って操作して空試験値(mg)を求める。

注³⁾ 吸収セルは、硫黄酸化物濃度が 30 volppm 以下の場合には光路長 50 mm のものを用いる。

5. 検量線の作成 検量線の作成は、次による。

- a) 数個のビーカー 100 mL に硫酸イオン標準液(0.2 mg/mL)5.0～25.0 mL⁴⁾を段階的にはかりとり⁵⁾、水を加えて 50 mL とする。
- b) 4.2 b)～d)の操作を行い、硫酸イオンの量(mg)と吸光度との関係線を作成する⁶⁾。

注⁴⁾ 吸収セル 50 mm を用いた場合には、0.5～5.0 mL をはかりとる。

⁵⁾ 4.2.a)と同様に、硫酸イオン標準液の同量を 2 個ずつビーカーにはかりとって、一組ずつ 4.2.b)以下の操作を行う。

⁶⁾ 検量線は、試料の分析と並行して、測定する濃度の付近について毎回作成することが望ましい。

6. 計算 試料ガス中の硫黄酸化物の濃度を、次の式によって算出する。

$$C_v = \frac{0.233 \times (a - b) \times 250 / 50}{V_s} \times 1000$$

$$C_w = \frac{0.667 \times (a - b) \times 250 / 50}{V_s} \times 1000$$

$$C_w = C_v \times 2.86$$

ここに、 C_v : 試料ガス中の硫黄酸化物の体積濃度(volppm)

C_w :	試料ガス中の硫黄酸化物を二酸化硫黄として表したときの質量濃度(mg/m^3)
A :	4.2 e)で求めた硫酸イオン(SO_4^{2-})の量(mg)
B :	4.2 f)の空試験で求めた硫酸イオン(SO_4^{2-})の量(mg)
V_s :	本体の 5.4 によって算出した試料ガス採取量(L) (乾きガス量の場合は V_{SD} , 湿りガス量の場合は V_{SW})
0.233 :	硫酸イオン(SO_4^{2-})1 mg に相当する硫黄酸化物($\text{SO}_2 + \text{SO}_3$)の体積(mL)(標準状態)
0.667 :	硫酸イオン(SO_4^{2-})1 mg に相当する二酸化硫黄(SO_2)の質量(mg)
2.86 :	硫黄酸化物 1 volppm に相当する二酸化硫黄(SO_2)の質量濃度(mg/m^3)

附属書 3 (規定) 中和滴定法

1. 適用範囲 この附属書は、中和滴定法による硫黄酸化物の分析方法について規定する。

この方法は、試料ガス中に他の酸性ガス又はアンモニアが共存すると影響を受けるので、その影響を無視、又は除去できるときに適用する。

2. 分析方法の概要 分析方法の概要は、附属書 3 表 1 による。

附属書 3 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)	適用条件
試料ガス中の硫黄酸化物を過酸化水素水に吸収させて硫酸にした後、メチルレッド-メチレンブルー混合液を指示薬として水酸化ナトリウム溶液で滴定する。	吸収瓶法 吸収液：過酸化水素水(1+9) 液量：50 mL ⁽¹⁾ ×2 本 標準採取量：20 L	70～2 800 ⁽²⁾ (200～8 000)	1.による。

注⁽¹⁾ 容量 250 mL の吸収瓶を用いたときの吸収液量。

注⁽²⁾ 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には、分析用試料溶液を定量範囲内に希釈して測定する。

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

a) 水 JIS K 0557 に規定する種別 A2 のもの。

b) 過酸化水素 JIS K 8230 に規定するもの。

c) 吸収液〔過酸化水素水(1+99)〕 過酸化水素 10 mL をとり、水 990 mL を加える。冷暗所に保存する。

3.3 器具及び装置 本体の 5.2 による。

3.4 採取操作 本体の 5.3 による。

3.5 分析用試料溶液の調製 排ガス中の硫黄酸化物を 3.2 c)の吸収液に捕集した後、本体の 6.2 と同様の操作で調製する。

3.6 試料ガス採取量の算出 本体の 5.4 による。

4. 定量方法

4.1 試薬及び試薬溶液の調製

4.1.1 試薬

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) 四ほう酸ナトリウム JIS K 8866 に規定するもの。
- d) ソーダ石灰
- e) メチルレッド JIS K 8896 に規定するもの。
- f) メチレンブルー JIS K 8897 に規定するもの。
- g) エタノール(95) JIS K 8102 に規定するもの。
- h) アミド硫酸 JIS K 8005 に規定する容量分析用標準物質。
- i) 吸収液 [過酸化水素水(1+9)] 本体 5.1.2 b) で調製したもの。

4.1.2 試薬溶液の調製

- a) メチルレッド-メチレンブルー混合指示薬(変色点 pH5.4) メチルレッド 0.10 g をエタノール(95)100 mL に溶かしたものと、メチレンブルー0.10 g をエタノール(95)100 mL に溶かしたものとを等体積混合する。褐色瓶に入れて冷暗所に保存する。

- b) 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム溶液⁽³⁾⁽⁴⁾ ポリエチレン瓶に水酸化ナトリウム 50 g をとり、水約 40 mL を加え、流水で冷却しながら振り混ぜた後、栓をして数日間冷所に放置し、飽和溶液を作る。

上澄み液約 5 mL (水酸化ナトリウム 4 g に相当) をとり、二酸化炭素を含まない水⁽⁵⁾を加えて 2 L とする。この溶液はポリエチレン瓶に入れ、ソーダ石灰管を付けて保存する。標定は、次による。

標定 容量分析用標準物質アミド硫酸をめのう乳鉢で軽く砕いた後、減圧 [2.0 kPa 以下] デシケーター中で約 48 時間乾燥する。その 1~1.2 g を 0.1 mg のけたまではかる。

水に溶かして、全量フラスコ 250 mL に移し入れ、水を標線まで加える。この溶液 25 mL をコニカルビーカー 200 mL にとり、水で約 100 mL に薄めた後、メチルレッド-メチレンブルー混合指示薬 6~8 滴を加え、ここで調製した 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定し、液の色が紫から緑に変わった点を終点とする⁽⁶⁾。ファクタを次の式によって算出する。

$$f' = \frac{m \times \frac{25}{250}}{a' \times 0.004854}$$

ここに、
 f : 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム溶液のファクタ
 m : アミド硫酸の採取量(g)
 a' : 滴定に要した 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の量(mL)
 0.004854 : 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL に相当するアミド硫酸の量(g)

注⁽³⁾ 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の代わりに、0.05 mol/L ほう酸ナトリウム溶液を用いてもよい。この場合には、四ほう酸ナトリウム 9.5 g を水に溶かして 1 L とし、標定はアミド硫酸を用いて行う。

注⁽⁴⁾ 試料ガス中の硫黄酸化物濃度が高い場合には、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液を用いてもよい、この場合の調製と標定は 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の場合に準じて行う。

注⁽⁵⁾ 水を硬質ガラス製フラスコに入れ、15 分間煮沸した後、ソーダ石灰管を付けた栓をし、冷却した後用いる。

注⁽⁶⁾ 指示薬を用いる滴定の代わりに、pH 計を用いて滴定してもよい。この場合の終点は、pH5.4 付近とする。

4.2 定量操作 操作は、次による。

- a) コニカルビーカー200 mL に本体の 6.2 で調製した分析用試料溶液の v mL (通常 25~100 mL) を分取する。
- b) メチルレッド-メチレンブルー混合指示薬 6~8 滴を加え, 5 mL 又は 10 mL のビュレットを用いて 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定し, 液の色が紫から緑に変わった点を終点とする⁽⁶⁾。
- c) 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, コニカルビーカー 200 mL に a) で採取したのと同じ量をと, b) に従って滴定して空試験値を求める。

5. 計算 試料ガス中の硫黄酸化物の濃度を、次の式によって算出する。

$$C_v = \frac{0.560 \times (a - b) \times f \times 250 / v}{V_s} \times 1000$$

$$C_w = \frac{1.60 \times (a - b) \times f \times 250 / v}{V_s} \times 1000$$

$$C_w = C_v \times 2.86$$

- ここに,
- C_v : 試料ガス中の硫黄酸化物の体積濃度(volppm)
 - C_w : 試料ガス中の硫黄酸化物を二酸化硫黄として表したときの質量濃度(mg/m³)
 - a : 4.2 b) の滴定に要した 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の量 (mL)
 - b : 4.2 c) の空試験に要した 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の量 (mL)
 - f : 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム溶液のファクタ
 - v : 分析用試料溶液 250 mL に対する分取量(mL)
 - V_s : 本体の 5.4 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})
 - 0.560: 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL に相当する硫黄酸化物 (SO₂ + SO₃) の体積(mL)(標準状態)
 - 1.60: 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL に相当する二酸化硫黄 (SO₂) の質量(mg)
 - 2.86: 硫黄酸化物 1 volppm に相当する二酸化硫黄(SO₂)の質量濃度 (mg/m³)

附属書 4 (規定) イオンクロマトグラフ法による硫黄酸化物及び塩化水素の同時分析法

1. **適用範囲** この附属書は、イオンクロマトグラフ法による硫黄酸化物と塩化水素の同時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、附属書 4 表 1 による。

附属書 4 表 1 分析方法の概要

要 旨	試料採取	定量範囲 volppm (mg/m ³)		適用条件
		硫黄酸化物	塩化水素	
試料ガス中の硫黄酸化物と塩化水素を過酸化水素水に吸収させた後、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。	吸収瓶法 吸収液：過酸化水素水(1+99)又は(1+9) 液量：25 mL ⁽¹⁾ ×2 本 又は 50 mL ⁽²⁾ ×2 本 標準採取量：20 L	0.5～58 ⁽³⁾ (1.4～165)	0.4～7.9 ⁽³⁾ (0.7～12)	本体 7.1.1 による。
		12～290 ⁽⁴⁾ (35～829)	6.3～160 ⁽⁴⁾ (10～260)	

注⁽¹⁾ 容量 100 mL の吸収瓶を用いたときの吸収液量。

⁽²⁾ 容量 250 mL の吸収瓶を用いたときの吸収液量。

⁽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、分析用試料液量及び検量線の最適範囲から求めたものである。この定量範囲以下の濃度を測定する場合には、濃縮カラムを用いて測定する。

⁽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には、分析用試料溶液を定量範囲内に希釈して測定する。

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

a) **水** JIS K 0557 に規定する種別 A2 のもの。

b) **過酸化水素** JIS K 8230 に規定するもの。

c) **吸収液 [過酸化水素水(1+99)]** [過酸化水素水(1+9)] 本体の 5.1.2 b)による。

3.3 **器具及び装置** 本体の 5.2 による。

3.4 **採取操作** 本体の 5.3 による。

3.5 **分析用試料溶液の調製** 排ガス中の硫黄酸化物と塩化水素を 3.2 c)の吸収液に捕集した後、本体の 6.1 と同様の操作で調製する。

3.6 **試料ガス採取量の算出** 本体の 5.4 による。

4. 定量方法

4.1 試薬及び試薬溶液の調製

4.1.1 試薬

- a) 水 JIS K 0557 に規定する種別 A2 のもの。
- b) 塩化ナトリウム JIS K 8005 に規定する容量分析用標準物質。

4.1.2 試薬溶液の調製方法

- a) 溶離液 本体 7.1.2 b)1)による。
- b) 再生液 本体 7.1.2 b)2)による。
- c) 塩化物イオン標準液 (1 000 mgCl⁻/L) JIS K 0029 に規定する種別 Cl⁻1000 のもの。
- d) 塩化物イオン標準原液 (1 mg/mL) JIS K 0029 に規定する塩化物イオン標準液 (1 000 mg/L) のもの。
又は、塩化ナトリウムをあらかじめ約 600 °C で約 1 時間加熱し、デシケーター中で放冷する。その 1.648 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。
- e) 塩化物イオン標準液 (0.1 mg/mL) 全量フラスコ 100 mL に塩化物イオン標準原液 (1 mg/mL) 10 mL をとり、水を標線まで加える。使用時に調製する。
- f) 硫酸イオン-塩化物イオン混合標準液(0.05 mg+0.01 mg/mL) 全量フラスコ 100 mL に本体の 7.1.2 b)4)の硫酸イオン標準液(0.2 mg/mL)25 mL 及び e)の塩化物イオン標準液(0.1 mg/mL)10 mL をとり、水を標線まで加える。使用時に調製する。

4.2 装置

- 4.2.1 イオンクロマトグラフ 本体の 7.1.3 による。

4.3 定量操作 操作は、次による。

- a) 本体の 7.1.4 a)～b)によって操作する。
- b) クロマトグラム上の硫酸イオンと塩化物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。
- c) 検量線から、分析用試料溶液中の硫酸イオンの濃度(mg/mL)及び塩化物イオンの濃度(mg/mL)を求める。
- d) 本体の 5.1.2 b)2)で調製した吸収液 50 mL を全量フラスコ 100 mL にとり、水を標線まで加えた後、本体の 7.1.4 b)の注入量と同じ量を用い、a)～c)に準じて操作し、吸収液中の硫酸イオンと塩化物イオンの空試験値(mg/mL)を求める⁽⁵⁾。

注⁽⁵⁾ 容量 250 mL の吸収瓶を用いた場合には、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。

- 5. 検量線の作成 附属書 4.1.2 f)の硫酸イオン及び塩化物イオン混合標準液を用い、本体の 7.1.5 によって検量線を作成する。

- 6. 計算 試料ガス中の硫黄酸化物及び塩化水素の濃度を、次の式によって算出する。

- a) 試料ガス中の硫黄酸化物濃度は、本体 7.1.6 の式 (5), (6), (7)を用いて算出する。
- b) 試料ガス中の塩化水素の濃度を、次の式によって算出する。

$$C_v = \frac{0.632 \times (a - b) \times v}{V_s} \times 1000$$

$$C_w = \frac{1.03 \times (a - b) \times v}{V_s} \times 1000$$

$$C_w = C_v \times 1.63$$

ここに,	C_v :	試料ガス中の塩化水素の体積濃度(volppm)
	C_w :	試料ガス中の塩化水素として表したときの質量濃度(mg/m ³)
	a :	4.3 c)で求めた塩化物イオンの濃度(mg/mL)
	b :	4.3 d)の空試験で求めた塩化物イオンの濃度(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 :	本体 5.4 によって算出した試料ガス採取量(L) (乾きガス量の場合は V_{SD} , 湿りガス量の場合は V_{SW})
0.632 :		塩化物イオン(Cl ⁻)1 mg に相当する塩化水素 (HCl) の体積 (mL) (標準状態)
1.03 :		塩化物イオン(Cl ⁻)1 mg に相当する塩化水素(HCl)の質量(mg)
1.63 :		塩化水素 1 volppm に相当する塩化水素の質量濃度(mg/m ³)

附属書 5 (規定) イオンクロマトグラフ法による硫黄酸化物、塩化水素及び窒素酸化物の同時分析法

1. 適用範囲 この附属書は、イオンクロマトグラフ法によって、排ガス中の塩化硫黄酸化物、塩化水素及び窒素酸化物を同時に分析する方法について規定する。本体の 7.1 のイオンクロマトグラフ法によって、硫黄酸化物と同時に塩化水素及び窒素酸化物を測定することができる。この場合は、JIS K 0104 の 4.1 又は 4.2 によって試料ガスを採取及び分析用試料溶液を調製した後、次の方法で定量する。この方法は、高濃度の硫化物などの還元性ガスの影響を受けるので、その影響を無視又は除去できる場合に適用する。

2. 分析方法の概要 分析方法の概要は、附属書 5 表 1 による。

附属書 5 表 1 分析方法の概要

要 旨	試料採取	定量範囲 Volppm (mg/m ³)		
		硫黄酸化物	塩化水素	窒素酸化物
試料ガス中の硫黄酸化物、塩化水素及び窒素酸化物を真空フラスコ又は注射筒中の過酸化水素水に吸収させた後、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。	真空フラスコ法 吸収液：過酸化水素水(1+9) 液量：20 mL 標準採取量：1 L	5～1 100 ⁽³⁾ (14～3 100)	4～630 ⁽³⁾ (6～1000)	4～1 400 ⁽³⁾ (8～2 800)
	注射筒法 吸収液：過酸化水素水(1+9) 液量：20 mL ⁽¹⁾ 標準採取量：400 mL ⁽¹⁾ 150 mL ⁽²⁾	24～5800 ⁽³⁾ (69～16 000)	16～3 100 ⁽³⁾ (26～5 000)	19～7 200 ⁽³⁾ (39～14 000)

注⁽¹⁾ 容量 500 mL の注射筒を用いたときの試料ガス採取量。

⁽²⁾ 容量 200 mL の注射筒を用いたときの試料ガス採取量。

⁽³⁾ 試料ガスを捕集した吸収液 (20 mL) を 100 mL に希釈して分析用試料溶液とした場合。濃縮カラムを使用すれば、この表に示した定量下限を下げることができる。

備考 この方法は、JIS K 0104 (排ガス中の窒素酸化物分析方法) の附属書 (規定) と同じ方法である。

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、JIS K 0104 の 4.による。

3.2 試薬及び試薬溶液の調製 本体の 7.1.2 に記載された試薬でイオンクロマトグラフ法で用いるもの及び JIS K 0104 の 4.1.1 に記載された試薬を用いる。

a) **吸収液 [過酸化水素水(1+99)]** 過酸化水素 10 mL をとり、水 990 mL を加える。冷暗所に保存する。

b) **器具及び装置** JIS K 0104 の 4.1.2 又は 4.2.2 による。

c) **採取操作** JIS K 0104 の 4.1.3 又は 4.2.3 による。

d) **分析用試料溶液の調製** 排ガス中の硫黄酸化物、塩化水素及び窒素酸化物を同時に 3.2.a) の吸収液に捕集した後、JIS K 0104 の 4.1.4.c) 又は 4.2.4.c) の方法で調製する。

e) **試料ガス採取量の算出** JIS K 0104 の 4.1.5 又は 4.2.5 による。

4. 定量方法

4.1 試薬及び試薬溶液の調製

4.1.1 試薬 特に定めなければ、本体の 7.1.2.a), JIS K 0107 の 7.1.2.1 及び JIS K 0104 の 5.3 に規定された試薬を用いる。

- a) 塩化物イオン標準液 (1 000 mg/L) JIS K 0029 に規定する種別 Cl^-1000 のもの。
- b) 硝酸イオン標準液 (1 000 mg/L) JIS K 0031 に規定する種別 NO_3^-1000 のもの。
- c) 亜硝酸イオン標準液 (1 000 mg/L) JIS K 0032 に規定する種別 NO_2^-1000 のもの。

4.1.2 試薬溶液の調製 特に定めなければ、本体 7.1.2 b), JIS K 0107 の 7.1.2.2 及び JIS K 0104 の 5.3.1 による。

- a) 溶離液 本体 7.1.2 b)1)による。
- b) 再生液 (除去液) 本体 7.1.2 b)2)による。
- c) 塩化物イオン標準原液 (1 mg/mL) JIS K 0107 の 7.1.2.2.3 による。
- d) 塩化物イオン標準液 (0.1 mg/mL) JIS K 0107 の 7.1.2.2.4 による。
- e) 硝酸イオン標準原液 (1 mg/mL) JIS K 0104 の 5.3.1b)3)による。
- f) 硝酸イオン標準液 (0.1 mg/mL) JIS K 0104 の 5.3.1b)4)による。
- g) 亜硝酸イオン標準原液 (1 mg/mL) JIS K 0104 の 5.3.1b)5)による。
- h) 亜硝酸イオン標準液 (0.1 mg/mL) JIS K 0104 の 5.3.1b)6)による。
- i) 硫酸イオン、塩化物イオン及び硝酸イオン混合標準液(0.05 mg, 0.01 mg, 0.04 mg/mL) 全量フラスコ 100 mL に、本体の 7.1.2 b)4)硫酸イオン標準液(0.2 mg/mL)25 mL, 4.1.2 d)の塩化物イオン標準液(0.1 mg/mL)10 mL 及び 4.1.2. f)硝酸イオン標準液 (0.1 mg/mL) 40 mL を正確にとり、水を標線まで加える。使用時に調製する⁽⁴⁾。これを適宜希釈して使用する。

注⁽⁴⁾ 分析用試料溶液中に亜硝酸イオンが存在する場合には、4.1.2 h)亜硝酸イオン標準液 (0.1 mg/mL) の一定量を加えた混合標準液を調製する。

4.2 装置

4.2.1 イオンクロマトグラフ 本体 7.1.3 による。

4.3 定量操作 次のとおり行う。

- a) 本体の 7.1.4 によって操作する。
- b) 試料導入器を用いて本体の 6.1 で調製した分析用試料溶液の一定量(10~250 μL)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硫酸イオン、塩化物イオン及び硝酸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) 5.によって作成した検量線から、硫酸イオン(mg/mL)、塩化物イオン(mg/mL)及び硝酸イオン (mg/mL) の濃度を求める⁽⁵⁾。
- e) 全量フラスコ 100 mL に 3.2 a)で調製した吸収液 20 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、b)~d)に準じて操作し、硫酸イオン(mg/mL)、塩化物イオン(mg/mL)及び硝酸イオン (mg/mL) の空試験値を求める⁽⁵⁾。

注⁽⁵⁾ 亜硝酸イオンが存在する場合には、亜硝酸イオン (mg/mL) の濃度を求める。

5. 検量線の作成 4.1.2 i)の硫酸イオン、塩化物イオン及び硝酸イオン混合標準液を用い、本体 7.1.5 に準じて検量線を作成する。

6. **計算** 試料ガス中の塩化水素、硫黄酸化物及び窒素酸化物の濃度を、次の式によって算出する。

a) 試料ガス中の硫黄酸化物濃度は、本体 7.1.6 の式を用いて算出する。

b) 試料ガス中の塩化水素濃度は、**附属書 4 の 6.b)**又は **JIS K 0104 の附属書 (規定) の 5.6 b) 2)**の式を用いて算出する。

c) 試料ガス中の窒素酸化物の濃度を、次の式によって算出する。

$$C_v = \frac{[0.361 \times (a_1 - b_1) + 0.487 \times (a_2 - b_2)] \times 100}{V_s} \times 10^6$$

$$C_w = \frac{[0.742 \times (a_1 - b_1) + 1.000 \times (a_2 - b_2)] \times 100}{V_s} \times 10^6$$

$$C_w = C_v \times 2.05$$

ここに、
 C_v : 試料ガス中の窒素酸化物の体積濃度 (volppm)
 C_w : 試料ガス中の窒素酸化物を二酸化窒素として表したときの質量濃度 (mg/m³)
 a_1 : 4.3 d)で求めた硝酸イオンの濃度(mg/mL)
 b_1 : 4.3 e)の空試験で求めた硝酸イオンの濃度(mg/mL)
 a_2 : 4.3 d)で求めた亜硝酸イオンの濃度(mg/mL)⁽⁶⁾
 b_2 : 4.3 e)の空試験で求めた亜硝酸イオンの濃度(mg/mL)⁽⁶⁾
 V_s : JIS K 0104 の 4.1.5 又は 4.2.5 によって算出した標準状態の試料ガス採取量 (mL)
 (乾きガス量の場合は V_{SD} , 湿りガス量の場合は V_{SW})
 100 : 分析用試料溶液の全量を 100 mL とした場合(mL)
 0.361 : 硝酸イオン (NO₃⁻) 1 mg に相当する窒素酸化物の体積 (mL) (標準状態)
 0.487 : 亜硝酸イオン (NO₂⁻) 1 mg に相当する窒素酸化物の体積 (mL) (標準状態)
 0.742 : 硝酸イオン (NO₃⁻) 1 mg に相当する二酸化窒素 (NO₂) としての質量(mg)
 1.000 : 亜硝酸イオン (NO₂⁻) 1 mg に相当する二酸化窒素 (NO₂) としての質量(mg)
 2.05 : 窒素酸化物 1 volppm に相当する二酸化窒素 (NO₂) としての質量濃度(mg/m³)

注⁽⁶⁾ 亜硝酸イオンが存在しない場合には、無視することができる。

附属書 6（参考）JIS と対応する国際規格との対比表

（主に試験・分析方法規格用）

JIS K 0103 : 200x 排ガス中の硫黄酸化物分析方法					ISO 7934 : 1989, 固定発生源からの排出二酸化硫黄の質量濃度の定量—過酸化水素／過塩素酸バリウム／トリン法 ISO 11632 : 1998, 固定発生源からの排出二酸化硫黄の質量濃度の定量—イオンクロマトグラフ法		
(I) JIS の規定		(II) 国際規格番号	(III) 国際規格の規定		(IV) JIS と国際規格との技術的差異の項目ごとの評価及びその内容		(V) JIS と国際規格との技術的差異の理由及び今後の対策
項目番号	内容		項目番号	内容	項目ごとの評価	技術的差異の内容	
1.適用範囲	排ガス中の硫黄酸化物を分析する方法について規定する。	ISO 11632		燃焼施設及び技術工程から排出される二酸化硫黄の質量濃度を定量するための方法を規定する。	MOD/ 変更	JIS は硫黄酸化物 (SO ₂ + SO ₃) を対象とし、 ISO 規格は二酸化硫黄 (SO ₂) を対象としている。	測定対象成分の表記法を統一した方がよいが、大気汚染防止法との関係もあり、 JIS では硫黄酸化物とする。
2.引用規格	JIS の引用規格 45 件を規定。	ISO 7934 ISO 11632		ISO に引用規格の規定あり。 2 件 5 件	MOD/ 追加 MOD/ 削除	ISO 規格を追加した。	JIS 及び ISO に引用されている規格のほか、必要な規格を追加。
3.共通事項	化学分析方法、排ガス試料採取方法、吸光光度法及びイオンクロマトグラフ法など。						
4.分析方法の種類及び概要 a) 化学分析法 イオンクロマトグラフ法 要旨	試料ガス中の硫黄酸化物を過酸化水素水に吸収させて硫酸にした後、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。	ISO 11632		試料ガス中の二酸化硫黄を過酸化水素水に吸収させて硫酸とする。この液中の硫酸イオン濃度をイオンクロマトグラフ法で定量する。	IDT	技術的内容は同じ。	

(Ⅰ) JIS の規定		(Ⅱ) 国際規格番号	(Ⅲ) 国際規格の規定		(Ⅳ) JIS と国際規格との技術的差異の項目ごとの評価及びその内容		(Ⅴ) JIS と国際規格との技術的差異の理由及び今後の対策
項目番号	内容		項目番号	内容	項目ごとの評価	技術的差異の内容	
沈殿滴定法要旨	アルセナゾⅢ法 試料ガス中の硫黄酸化物を過酸化水素水に吸収させて硫酸にした後、2-プロパノールと酢酸を加え、アルセナゾⅢを指示薬として酢酸バリウム溶液で滴定する。			ISO では規定されていない。	MOD/ 追加	トリン法 試料ガス中の二酸化硫黄を過酸化水素水に吸収させ、pH3.5 に調節した後、トリンを指示薬として過塩素酸バリウム溶液で滴定する。	トリン指示薬よりもアルセナゾⅢ指示薬の方が、終点での色変化が明瞭であるので、アルセナゾⅢ法を ISO に提案する。
測定対象成分	SO ₂ +SO ₃			SO ₂	MOD/ 変更	JIS では硫黄酸化物 (SO ₂ +SO ₃) を対象としているが、ISO では、二酸化硫黄 (SO ₂) を対象としている。	JIS と ISO は、同じ吸収液を用い、測定している成分は同じであるので、実質的な濃度は同じである。ISO では、吸収された SO ₃ を妨害物質としているが、SO ₃ の一部も吸収されているので、JIS の表現を ISO に提案する。
試料採取	吸収瓶法 (容量 100 mL, 250 mL) 吸収液：過酸化水素水(1+99) ：過酸化水素水(1+9) 液量：25mL 又は 50 mL, 2 本 ガス採取量：20 L (1 L/分, 20 分)			吸収瓶法 (容量 125 mL) 吸収液：過酸化水素水(3%) 液量：40 mL, 2 本 ガス採取量：30 L(1L/分, 30 分)	MOD/ 変更	吸収瓶の形状、容量、吸収液の濃度、液量、ガス採取量が異なる。	軽微な差異。
定量範囲	イオンクロマトグラフ法 0.5 - 58 volppm (1.4 - 160 mg/m ³) 12 - 290 volppm (34 - 830 mg/m ³) アルセナゾⅢ法 140 - 700 volppm (400 - 2000 mg/m ³)			イオンクロマトグラフ法 6 - 333 mg/m ³	MOD/ 変更	JIS では、濃度表示は volppm と mg/m ³ であるが、ISO では、mg/m ³ である。	ガス濃度表示が異なるが、日本の大気汚染防止法では、ppm で表示しているので、JIS の濃度表示を ISO に提案する。
b) 自動分析法	測定対象成分：SO ₂	ISO 7935			MOD/ 追加	ISO7935 と JIS B 7981 は整合化された。	ISO7935 は JIS B 7981 で規定されているので、これを引用する。

(Ⅰ) JIS の規定		(Ⅱ) 国際規格番号	(Ⅲ) 国際規格の規定		(Ⅳ) JIS と国際規格との技術的差異の項目ごとの評価及びその内容		(Ⅴ) JIS と国際規格との技術的差異の理由及び今後の対策
項目番号	内容		項目番号	内容	項目ごとの評価	技術的差異の内容	
5. 試料ガス採取方法 5.1 試薬及び吸収液の調製		ISO 7934 ISO 11632			MOD/ 変更	採取器具や採取方法は異なるが、基本的には同じである。	試料ガス採取方法は、 JIS K 0095 と ISO 10396 で規定しているので、これらの整合化をする。
5.1.1 試薬 a) 水 b) 過酸化水素水	JIS K 0557 に規定するもの。 JIS K 8230 に規定するもの。		4.	ISO 3696 に規定するもの 27 %～30 % のもの		技術的な差異は軽微	軽微な差異。
5.1.2 吸収液の調製 a) イオンクロマトグラフ法 b) 沈殿滴定法	過酸化水素水(1+9) 過酸化水素水(1+99) 過酸化水素水(1+9)	ISO 11632 ISO 7934	4.1	過酸化水素水(3 %)		過酸化水素水の濃度が異なるが、試験結果に差異はない。	日本での排ガス中の硫黄酸化物濃度は低いので、 $H_2O_2(1+99)$ 吸収液でも十分に捕集できる。 $H_2O_2(1+99)$ の方が分離カラムに対する影響が小さいので、 ISO にこの吸収液の追加を提案する。
5.2 器具及び装置 a) 試料ガス採取装置						ガス採取装置の構成は、基本的にはほとんど同じで試験結果に影響はない。	ISO の試料ガス採取装置を JIS の採取装置の一例に追加する。
1) 採取管	排ガス中の腐食性ガスによって侵されない材質のもの。 ガラス管、石英管、四ふっ化エチレン樹脂管など。		5.1	球状の接続管をもつほうけい酸ガラス、熔融シリカ。		材質は異なるが、差異はない。	軽微な差異。
ろ材保持管	規定なし		5.1.2	球状の接続管をもつほうけい酸ガラス、熔融シリカ。		JIS では規定なし	軽微な差異。

(Ⅰ) JIS の規定		(Ⅱ) 国際規格番号	(Ⅲ) 国際規格の規定		(Ⅳ) JIS と国際規格との技術的差異の項目ごとの評価及びその内容		(Ⅴ) JIS と国際規格との技術的差異の理由及び今後の対策
項目番号	内容		項目番号	内容	項目ごとの評価	技術的差異の内容	
2)ろ過材	排ガスの成分と化学反応を起こさない材質のもの。		5.1.3	シリカウールを詰めたほうけい酸ガラス，熔融シリカ。	MOD/変更	ろ過材の材質は同じ。	軽微な差異。
吸収瓶			5.1.5	容量 125mL，2 個		吸収瓶の形状は異なるが，試験結果に差異はない。	軽微な差異。
イオンクロマトグラフ法	容量 100mL 又は 250mL，2 個		5.1.6	加熱テープ（200℃に加熱）		加熱温度が異なる。	軽微な差異。
沈殿滴定法	容量 250mL，2 個		5.1.7	電圧調節器		JIS では規定されていないが，ヒーターについている。	軽微な差異。
保温材	ヒーター（160℃に加熱）					試験結果に影響なし。	
温度調節器	規定なし					同じ	
トラップ	規定なし		5.1.8	ドレッセル形の吸収瓶		JIS では吸引性能を規定していない。	軽微な差異。
乾燥管	シリカゲル		5.1.9	シリカゲル入りのガラス管又は吸収瓶		JIS では規定していないが，ガスメータに付属している。	軽微な差異。
ポンプ	吸引ポンプ		5.1.10	0.02～0.2 m ³ /h の吸引力のあるもの		構造が異なる。	軽微な差異。
ロタメータ（流量計）			5.1.11	誤差±2 %以内のもの		同じ	差異はなし
調節バルブ	流量調節コック		5.1.12	ニードルバルブ			
ガスメータ	ガスメータ（湿式，乾式）		5.1.13	ガスメータ（湿式，乾式）			
3)接続管	すり合わせ継ぎ手管，シリコーンゴム管又は四ふっ化エチレン樹脂管など。		5.1.14	ポリエチレン，シリコーンゴム，四ふっ化エチレン樹脂管など。		材質が異なる。	軽微な差異。
温度計	温度計		5.1.15	-5℃～+50℃を測定できるもの		JIS では温度範囲を規定していない。	軽微な差異。
圧力計	マノメータ		5.1.16	大気圧を測定できるもの		JIS のマノメータはゲージ圧測定用。	JIS では大気圧測定用の圧力計を規定していないが，ガス量を算出するために使用している。
ストップウォッチ	規定なし		5.1.17			JIS では規定なし。	ガス流量測定で使用している。

(Ⅰ) JIS の規定		(Ⅱ) 国際規格番号	(Ⅲ) 国際規格の規定		(Ⅳ) JIS と国際規格との技術的差異の項目ごとの評価及びその内容		(Ⅴ) JIS と国際規格との技術的差異の理由及び今後の対策
項目番号	内容		項目番号	内容	項目ごとの評価	技術的差異の内容	
5.3 採取操作	a) 分析法ごとに定められた吸収瓶に吸収液を入れる。 b) 採取管からコック内を試料ガスで置換する。 c) コックを切り替え、ガスメータの目盛りを読む。 d) 試料ガスを 1 L/分で吸収瓶に通す。 e) ガス温度、ゲージ圧、大気圧を測定する。 f) ガス採取前後のガス量を読みとる。試料ガスは 20 L 採取する。 g) 必要に応じてガス中の水分を測定する。	ISO 7934 ISO 11632	6.	サンプリング ガス採取装置を組み立て、2 個の吸収瓶に吸収液を入れる。 採取装置の漏れ試験を行う。 測定孔に試料ガス採取管を挿入する。 採取管を加熱する。 温度及び気圧計を記録する。 採取時間は 30 分。 ガス採取後のガス量、時間を記録する。 吸収瓶中の液を移し替える。	MOD/ 変更	ガス採取操作は、JIS、ISO 共、ほとんど同じである。 ガス採取量と採取時間が異なる。	軽微な差異。
5.4 試料ガス採取量							
5.4.1 乾きガス量	計算式より、標準状態における乾きガス量、湿りガス量を求める。	ISO 7934 ISO 11632		標準状態における乾きガス量を求める。	MOD/ 追加	ガス濃度を求める計算式が異なる。	軽微な差異。
5.4.2 湿りガス量							
ガス採取量	20 L			30 L	MOD/ 変更	ガス採取量が異なるが、JIS では、硫黄酸化物の濃度に応じて採取量を増減できる。	軽微な差異。

(Ⅰ) JIS の規定		(Ⅱ) 国際規格番号	(Ⅲ) 国際規格の規定		(Ⅳ) JIS と国際規格との技術的差異の項目ごとの評価及びその内容		(Ⅴ) JIS と国際規格との技術的差異の理由及び今後の対策
項目番号	内容		項目番号	内容	項目ごとの評価	技術的差異の内容	
6. 分析用試料溶液 6.1 イオンクロマトグラフ法 6.2 沈殿滴定法	吸収液と吸収瓶の洗浄液を 100 mL 又は 250 mL の全量フラスコに移し入れる。 吸収液と吸収瓶の洗浄液を 250 mL の全量フラスコに移し入れる。	ISO 11632	6.8	吸収瓶中の液を 250 mL の試料瓶に移し入れる。	MOD/ 変更 MOD/ 追加	 ISO では規定されていない。	JIS のアルセナゾⅢ法を ISO に提案する。
7. 化学分析法 7.1 イオンクロマトグラフ法 7.1.1 適用条件 7.1.2 試薬及び試薬溶液の調製 a) 試薬 b) 試薬溶液の調製 1) 溶離液 1.1) サプレッサ方式	規定あり 硫化水素などの還元性ガスの影響を受けるので、この影響を無視、又は除去できる場合に適用する。 炭酸水素塩－炭酸塩溶液（分離カラムにあったものを使用する）	ISO 11632		規定あり 定量範囲と妨害物質を規定している。 溶離液の選択は、分離カラムと検出器の製造業者の指示を参照。	MOD/ 変更 MOD/ 変更	技術的内容に大きな差異はない JIS では適用条件を明示しているが、ISO では、妨害物質を明示している。 JIS では、溶離液の代表例を明記しているが、ISO では、製造業者の指示を参照としている。	軽微な差異。 軽微な差異。 軽微な差異。

(Ⅰ) JIS の規定		(Ⅱ) 国際規格番号	(Ⅲ) 国際規格の規定		(Ⅳ) JIS と国際規格との技術的差異の項目ごとの評価及びその内容		(Ⅴ) JIS と国際規格との技術的差異の理由及び今後の対策
項目番号	内容		項目番号	内容	項目ごとの評価	技術的差異の内容	
1.2) ノンサプレッサ方式	分離カラムにあったものを使用する			規定なし	MOD/追加		ノンサプレッサ方式でも測定が可能なので、この方式の詳細を ISO に提案する。
2) 再生液	12.5 mmol/L 硫酸(サプレッサ方式の場合に使用する) JIS K 0028 に規定するもの			12.5 mmol/L 硫酸。	MOD/変更	同じ	差異はなし
3) 硫酸イオン標準原液	硫酸イオン標準液 (1000mg/L)又は硫酸イオン(1 mg/mL)			硫酸イオン標準液 (0.0104 mmol/L)(硫酸イオン 1mg/mL)	MOD/追加	濃度はほとんど同じである。	軽微な差異。
4) 硫酸イオン標準液	0.2 mg/mL				MOD/追加	ISO では、規定していない。	軽微な差異。
7.1.3 イオンクロマトグラフ	サプレッサ方式、ノンサプレッサ方式のいずれでもよい。			主としてサプレッサ方式		ISO では、主としてサプレッサ方式を規定している。	日本ではサプレッサ方式、ノンサプレッサ方式の両方式が普及しており、また詳細に規定しているので、JIS を ISO に提案する。
a) 試料導入器	オートサンプラ、シリンジなど			細かい規定はない。	MOD/追加		軽微な差異。
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管又は金属の管に、陰イオン交換体を充てんしたもの。			細かい規定はない。 ピークの分離度 1.3 以上のもの。	MOD/追加		軽微な差異。
c) プレカラム	内径 2～6 mm、長さ 5～50 mm の不活性な合成樹脂管又は金属の管に、分離カラムと同種類の陰イオン交換体を充てんしたもの。			使用を推奨している。	MOD/変更		軽微な差異。

(Ⅰ) JIS の規定		(Ⅱ) 国際規格番号	(Ⅲ) 国際規格の規定		(Ⅳ) JIS と国際規格との技術的差異の項目ごとの評価及びその内容		(Ⅴ) JIS と国際規格との技術的差異の理由及び今後の対策
項目番号	内容		項目番号	内容	項目ごとの評価	技術的差異の内容	
d) サプレッサ	溶離液を電氣的又は化学的に変化させて電気伝導率を低減させる器具で、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。			細かい規定はない。	MOD/追加		軽微な差異、。
e) 検出器	電気伝導度検出器			電気伝導度検出器	IDT		差異はない
7.1.4 定量操作	JIS では、吸収効率についての規定はない。 分析用試料溶液の一定量をイオンクロマトグラフに注入し、硫酸イオンのピーク面積又はピーク高さを求める。検量線から硫酸イオンの濃度を求める。		7. 7.1	吸収効率の試験 2 個の吸収瓶の吸収率が 95 % 以上であること。	MOD/削除	ISO では、吸収効率を確認する操作を規定している。	吸収効率を求める試験を行ったほうがよいので、検証試験を実施する。
			7.2	分析用試料溶液の一定量をイオンクロマトグラフに注入し、硫酸イオンのピーク面積又はピーク高さを求める。検量線から硫酸イオンの濃度を求める。	IDT		
7.1.5 検量線作成	硫酸イオン標準液の一定量を取り、硫酸イオンの濃度とピーク面積又はピーク高さとの関係線を作成する。		7.4	少なくとも 3 種類の濃度と吸収液（ゼロ液）を用いて検量線を作成する。	MOD/変更		軽微な差異。
7.1.6 計算	定められた計算式に基づいて硫黄酸化物の濃度を算出する。		8.	定められた計算式に基づいて二酸化硫黄の濃度を算出する。	MOD/変更	JIS では、硫黄酸化物の濃度、ISO では、二酸化硫黄の濃度を算出する。	軽微な差異。

(Ⅰ) JIS の規定		(Ⅱ) 国際規格番号	(Ⅲ) 国際規格の規定		(Ⅳ) JIS と国際規格との技術的差異の項目ごとの評価及びその内容		(Ⅴ) JIS と国際規格との技術的差異の理由及び今後の対策
項目番号	内容		項目番号	内容	項目ごとの評価	技術的差異の内容	
7.1.7 妨害物質							
三酸化硫黄	規定なし		7.3.1	三酸化硫黄は吸収液に吸収されて硫酸を生成するが、その濃度は、二酸化硫黄濃度の 5 % 以下なので、無視できる。	MOD/ 削除	JIS では、硫黄酸化物 ($\text{SO}_2 + \text{SO}_3$) を測定対象、ISO では、二酸化硫黄 (SO_2) を測定対象にしている。	軽微な差異。
揮発性硫酸塩	規定なし		7.3.2	揮発性硫酸塩は、吸収液中で硫酸イオンを生成するので、妨害する。	MOD/ 削除		軽微な差異。
アンモニア	規定なし		7.3.3	排ガス中のアンモニアは亜硫酸アンモニウムの微粒子を生成し、負の誤差となる	MOD/ 削除		軽微な差異。
汚染物質	規定なし		7.3.4	試薬や試料調製中の汚染物質	MOD/ 削除		軽微な差異。
7.2 沈殿滴定法 (アルセナゾⅢ法)	規定あり				MOD/ 追加	ISO ではアルセナゾⅢ法は規定されていないが、トリン法 (附属書 1) が規定されている。	指示薬、滴定剤が異なるが、技術的な差異は小さい。アルセナゾⅢ法を ISO に提案する。
8. 自動分析法	JIS B 7981 に規定する計測器により測定する。				IDT	ISO 7935 と整合化。	
9. 分析結果の記録							
9.1 記録項目	分析値、分析方法の種類、試料ガスの採取日時、その他必要事項	ISO 11632	10.	試料名、装置及び工程の説明、測定場所、試験結果、採取日時、測定者など。	MOD/ 変更	項目は異なるが、大きな違いはない、	軽微な差異。

(I) JIS の規定		(II) 国際規格番号	(III) 国際規格の規定		(IV) JIS と国際規格との技術的差異の項目ごとの評価及びその内容		(V) JIS と国際規格との技術的差異の理由及び今後の対策
項目番号	内容		項目番号	内容	項目ごとの評価	技術的差異の内容	
9.2 排ガス分析値のまとめ方 9.2.1 化学分析法の場合	分析は、試料採取ごとに同一分析試料溶液について2回行い、その平均値を有効数字2桁に丸める。				MOD/ 追加	ISO では、規定されていない。	
附 属 書 1. (規定) 沈殿滴定法 (トリン法)	試料ガス中の二酸化硫黄を過酸化水素水に吸収させて硫酸にした後、pH3.5 に調節する。トリンを指示薬として過塩素酸バリウム 溶液で滴定する。	ISO 7934			IDT	ISO11632 を翻訳	
附 属 書 2. (規定) 比濁法 (光散乱法)	試料ガス中の硫黄酸化物を過酸化水素水に吸収させて硫酸にした後、グリセリン溶液と塩化ナトリウム溶液とを加え、さらに塩化バリウムを加え硫酸バリウムの白濁を生じさせ、吸光度を測定する。				MOD/ 追加	ISO では、規定されていない。	日本では、低濃度の硫黄酸化物の分析方法として用いられており、使用者の利便性を考慮して付属書とした。
附 属 書 3. (規定) 中和滴定法	試料ガス中の硫黄酸化物を過酸化水素水に吸収させて硫酸にした後、水酸化ナトリウム溶液で滴定する。				MOD/ 追加	ISO では、規定されていない。	日本では、高濃度の硫黄酸化物の分析方法として用いられており、使用者の利便性を考慮して付属書とした。

(Ⅰ) JIS の規定		(Ⅱ) 国際規格番号	(Ⅲ) 国際規格の規定		(Ⅳ) JIS と国際規格との技術的差異の項目ごとの評価及びその内容		(Ⅴ) JIS と国際規格との技術的差異の理由及び今後の対策
項目番号	内容		項目番号	内容	項目ごとの評価	技術的差異の内容	
附 属 書 4 (規定) イオンクロマトグラフ法による硫黄酸化物及び塩化水素の同時分析方法	試料ガス中の硫黄酸化物と塩化水素を過酸化水素水に吸収させた後、イオンクロマトグラフに注入し、硫酸イオンと塩化物イオンのクロマトグラムを記録する。				MOD/ 追加	ISO では、規定されていない。	JIS の同時分析法を ISO に提案する。
附 属 書 5 (規定) イオンクロマトグラフ法による硫黄酸化物、塩化水素及び窒素酸化物の同時分析方法	試料ガス中の硫黄酸化物、塩化水素、窒素酸化物を真空フラスコ又は注射筒中の過酸化水素水に吸収させた後、イオンクロマトグラフに注入し、硫酸イオン、塩化物イオン、亜硝酸イオン及び硝酸イオンのクロマトグラムを記録する。				MOD/ 追加	ISO では、規定されていない。	JIS K 0104, JIS K 0107 で同時分析法として規定されているので、利用者の利便性を考慮し附属書とした。

JIS と国際規格との対応の程度の全体評価：MOD

備考1. 項目ごとの評価欄の記号の意味は、次のとおりである。

- IDT..... 技術的差異がない。
- MOD/削除..... 国際規格の規定項目又は規定内容を削除している。
- MOD/追加..... 国際規格にない規定項目又は規定内容を追加している。
- MOD/変更..... 国際規格の規定内容を変更している。

2. JIS と国際規格との対応の程度の全体評価欄の記号の意味は、次のとおりである。

- IDT..... 国際規格と一致している。
- MOD..... 国際規格を修正している。
- NEQ..... 技術的内容及び構成において、国際規格と同等でない。

排ガス中の硫黄酸化物分析方法

正 誤 票

区分	位 置	誤	正
本体	附属書 2 3.5	排ガス中の硫黄酸化物を 4.2 c)の吸収液に捕集した後、本体の 6.2 と同様の操作で調製する。	排ガス中の硫黄酸化物を 3.2 c)の吸収液に捕集した後、本体の 6.2 と同様の操作で調製する。
	附属書 5 1.	この附属書は、イオンクロマトグラフ法によって、排ガス中の塩硫黄酸化物、…	この附属書は、イオンクロマトグラフ法によって、排ガス中の硫黄酸化物、…
	附属書 6 共通事項	化学分析方法、排ガス試料採取方法、吸光光度法及びイオンクロマトグラフ法など。	化学分析方法、排ガス試料採取方法、イオンクロマトグラフ法など。

平成 17 年 11 月 1 日作成