

排ガス中のふっ素化合物分析方法

Methods for determination of
fluorine compounds in flue gas

1. **適用範囲** この規格は、排ガス中のガス状無機ふっ素化合物⁽¹⁾をふっ化物イオンとして分析する方法について規定する。

注⁽¹⁾ 孔径0.8 μ mのろ過材を通過したものを無機ふっ化物とする。

備考1. この規格において、排ガスとは、廃棄物などの燃焼、アルミニウム製錬工程、化学肥料の製造工程、ガラス製造工程などにおいて、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. この規格の引用規格を、**付表 1**に示す。

2. **共通事項** 化学分析に共通する事項、排ガス試料採取方法、吸光光度分析方法及びイオン電極分析方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 0122** による。

3. **分析方法の種類と概要** 分析方法の種類と概要などは、**表 1**のとおりとする。

表 1 分析方法の種類と概要

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 _N)	
ランタン—アリザリンコンプレキソン吸光光度法	試料ガス中のふっ素化合物を吸収液に吸収させた後、緩衝液を加えてpHを調節し、ランタン溶液、アリザリンコンプレキソン溶液及びアセトンを加えて発色させ、吸光度を測定する。	吸収瓶法 吸収液：0.1mol/l 水酸化ナトリウム溶液 吸収液量：50ml×2 標準採取量：40l	0.9～1 200 (0.8～1 000)	6.1.1 による。
イオン電極法	試料ガス中のふっ素化合物を吸収液に吸収させた後、イオン強度調整用緩衝液を加え、ふっ化物イオン電極を用いて測定する。	吸収瓶法 吸収液：0.1mol/l 水酸化ナトリウム溶液 吸収液量：50ml×2 標準採取量：40l	0.7～1 200 (0.6～1 000)	6.2.1 による。

4. **試料ガス採取方法** 試料ガスの採取方法は、次による。

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2回以上試料ガスを採取し、それぞれ分析する。

4.1 **試薬及び試薬溶液の調製方法**

(1) 試薬

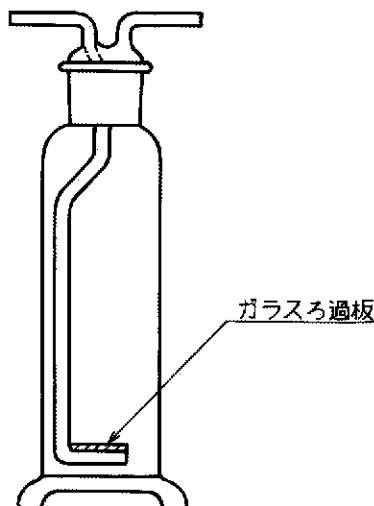
- (a) 水 JIS K 0557 に規定する種別 A2 のもの。
- (b) 水酸化ナトリウム JIS K 8576 に規定するもの。

(2) 試薬溶液の調製

- (a) 吸収液 水酸化ナトリウム 4.0g をとり、水を加えて 1 000ml としたもの。

4.2 器具及び装置

- (1) 吸収瓶 容量 250ml 程度で図 1 に例示するものを二つ連結して用いる。

図 1 吸収瓶（一例）

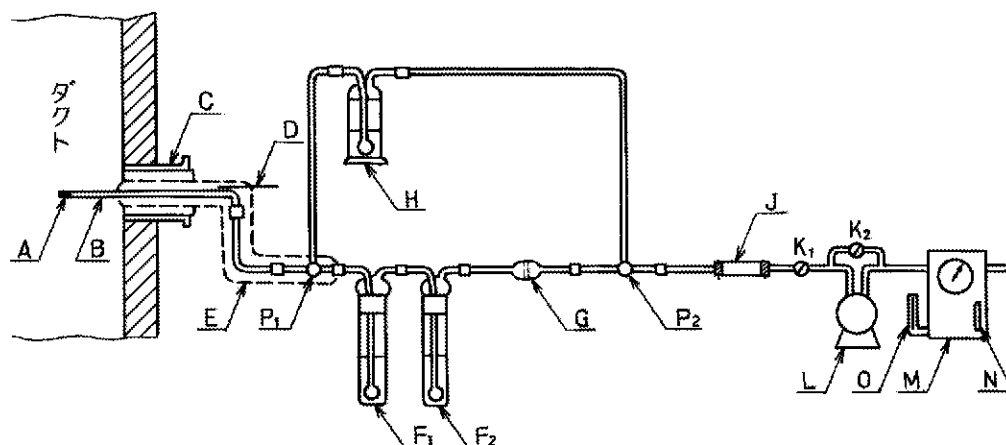
- (2) 試料ガス採取装置 図 2 に例示する構成で、次の条件を備えなければならない。

- (2.1) 試料ガス採取管は、排ガス中の腐食性ガスによって侵されない材質、例えば、ステンレス鋼管、硬質ガラス管、四ふっ化エチレン樹脂管などを用いる。
- (2.2) 試料ガス採取中に、ばいじんなどが混入することを防ぐため、試料ガス採取管の先端にろ過材を⁽¹⁾、また、途中に四ふっ化エチレン樹脂製フィルタ(0.8 μ m)を入れる。
- (2.3) 試料ガス中の水分が凝縮することを防ぐため、試料ガス採取管(B)から三方コック(P₁)までの間を加熱できる構造とする⁽²⁾。
- (2.4) 試料ガス採取管 (B) から三方コック (P₁) までの加熱される接続部分は、ステンレス鋼管、硬質ガラス管、四ふっ化エチレン樹脂管、ふっ素ゴム管、シリコーンゴム管などを用いる。

注⁽¹⁾ 排ガス中の化学成分と化学反応を起こさない材質のものを用いる。排ガス成分と反応するようなセルローズ製やアルカリ分を含むガラスファイバーなどを用いてはならない。

- ⁽²⁾ 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 (B) から三方コック (P₁) の間を 120℃程度に加熱する。

図2 試料ガス採取装置の一例



A: ろ過材	F ₁ , F ₂ : 吸収瓶(容量50 ml) (4)	L: 吸引ポンプ
B: 試料ガス採取管	G: ガラスフィルタ	M: ガスメータ
C: 保温材	H: 洗浄瓶(容量50 ml)	N: 温度計
D: 温度計	J: 乾燥管	O: マノメータ
E: ヒーター	K ₁ , K ₂ : 流量調節コック	P ₁ , P ₂ : 流路切換三方コック

4.3 採取操作 採取操作は、次のとおり行う。ここに示す装置の記号は図2による。

- (1) 吸収瓶 (F₁, F₂) に、吸収液 50ml ずつを入れる。
- (2) 切換三方コック (P₁, P₂) をバイパス側に回した後、吸引ポンプ (L) を作動させて、採取管 (B) から三方コック (P₁) 内を試料ガスで置換する。
- (3) 吸引ポンプ (L) を停止した後、三方コック (P₁, P₂) を吸収瓶 (F₁, F₂) 側に回す。次にガスメータの指示 (V₁) を 0.01l のけたまで読み取る。
- (4) 吸引ポンプ (L) を作動し、試料ガスを吸収瓶 (F₁, F₂) (4)に通す。このとき流量調節コック (K₁, K₂) を操作して、流量 1l/min 程度にする(5)。試料ガスを約 40l(6)採取した後、吸引ポンプ (L) を停止し、三方コック (P₁, P₂) を閉じ、ガスメータ (M) の指示 (V₂) を 0.01l のけたまで読み取る。同時にガスメータ (M) の温度計 (N) とマノメータ (O) によってガスの温度とゲージ圧を測定する。また、大気圧を測定しておく。
- (5) 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(4) 吸収液が暖まるおそれがあるときは、吸収瓶を冷却槽に入れて冷却する。

(5) ふっ素化合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となるときは、流量を 2l/min としてもよい。

(6) ふっ素化合物濃度に応じて適宜増加してもよい。

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

4.4.1 乾きガス量を求める場合

(1) 湿式ガスメータを用いたとき

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

(2) 乾式ガスメータを用いたとき

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

4.4.2 湿りガス量を求める場合

(1) 湿式ガスメータを用いたとき

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

(2) 乾式ガスメータを用いたとき

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

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)

t : ガスメータにおける温度 (°C)

P_a : 大気圧 (kPa)

P_m (⁷): ガスメータにおけるゲージ圧 (kPa)

P_v : t °Cにおける飽和蒸気圧 (kPa)

a (⁷): 吸収液に捕集された分析対象ガス (mol)

b (⁷): 吸収液に捕集された分析対象ガス以外のガス (mol)

c (⁷): 4.3(5)で求めた水分の量 (mol)

273.15: 0°Cに対応する絶対温度 (°C)

101.32: 1気圧に対応する圧力 (kPa)

22.41: 標準状態 (0°C, 101.32kPa) における気体 1mol の体積 (l/mol)

注(⁷) 無視しても差し支えない場合が多い。

5. 分析用試料溶液の調製 分析用試料溶液の調製は、次のとおり行う。

5.1 試薬

(1) 水 JIS K 0557 に規定する種別 A2 のもの。

(2) 塩酸 JIS K 8180 に規定するもの。

(3) リン酸 JIS K 9005 に規定するもの。

(4) 過塩素酸 JIS K 8223 に規定するもの。

(5) 水酸化ナトリウム JIS K 8576 に規定するもの。

(6) 二酸化けい素 JIS K 8885 に規定する、粒度 100~150μm のもの。

(7) エタノール JIS K 8102 に規定するもの。

(8) フェノールフタレイン JIS K 8799 に規定するもの。

(9) 1, 1, 2, 2-テトラクロロエタン JIS K 9520 に規定するもの (蒸留容器に使用)。

5.2 試薬溶液の調製

(1) 塩酸 (0.1mol/l)

(2) 水酸化ナトリウム溶液 (0.1mol/l) 水酸化ナトリウム 4.0g をとり、水を加えて 1 000ml としたもの。

(3) フェノールフタレイン溶液 (5g/l) フェノールフタレイン 0.5g をエタノール 50ml に溶かし、水を加

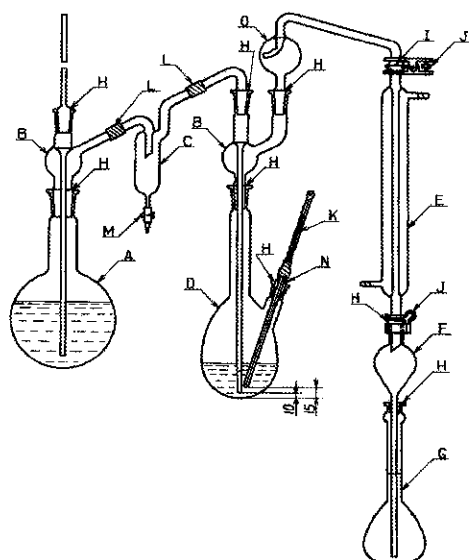
えて 100ml とする。

5.3 器具及び装置

(1) 蒸留装置 蒸留装置の例を図 3 及び図 4 に示す。

図3 蒸留装置 A (一例)

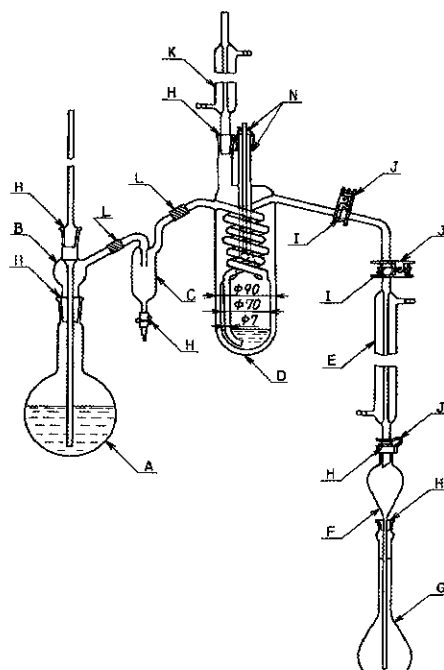
単位 mm



- A : 水蒸気発生フラスコ
 B : 連結導入管
 C : トラップ
 D : ケルダールフラスコ500 ml
 E : リービッヒ冷却器300 mm
 F : 逆流止め
 G : 受器(全量フラスコ250 ml)
 H : 共通テーパースリ合わせ
 I : 共通球面すり合わせ
 J : 押さえばね
 K : 温度計200 ℃
 L : ゴム管
 M : ピンチコック
 N : 温度計差込み栓
 O : トラップ球

図4 蒸留装置 B (一例)

単位 mm



- A : 水蒸気発生フラスコ
 B : 連結導入管
 C : トラップ
 D : 蒸留容器(外筒に1, 1, 2, 2-
 テトラクロロエタンを入れる。)
 E : リービッヒ冷却器300 mm
 F : 逆流止め
 G : 受器(全量フラスコ250 ml)
 H : 共通テーパースリ合わせ
 I : 共通球面すり合わせ
 J : 押さえばね
 K : リービッヒ冷却管200 mm
 L : ゴム管
 M : ピンチコック
 N : スプリングフック

5.4 調製操作 調製操作は、次のとおり行う。

5.4.1 ランタン・アリザリンコンプレキソン吸光光度法

(1) 妨害イオンが共存しない場合

- (a) 4.3 の操作を終えた後、吸収瓶 (F_1, F_2) 内の吸収液をビーカー300mlに移し入れる。さらに、吸収瓶などを水で洗浄する。
- (b) 全量フラスコ 250ml に、ビーカーの内容液を水で洗い移す。
- (c) フェノールフタレイン溶液 (5g/l) 1 滴を加え、液の色が無色になるまで 0.1mol/l 塩酸を滴加した後、水を標線まで加える。これを分析用試料溶液とする。
- (d) 全量フラスコ 250ml に、4.1(2)(a)の吸収液 100ml をとり、(a)～(b)に準じて操作し、分析用空試験溶液とする。

(2) 妨害イオンが共存する場合

- (a) 磁器蒸発皿 300ml (又はビーカー300ml) に、(1)(a)～(c)の操作を行った溶液の全量を取りフェノールフタレイン溶液 (5g/l) 2～3 滴を加えた後、0.1mol/l 水酸化ナトリウム溶液を滴加して微アルカリ性とする。
- (b) 磁器蒸発皿を加熱して液量を約 30ml に濃縮する。
- (c) 濃縮した溶液を図 3 のケルダールフラスコ (D) 又は図 4 の蒸留容器 (D) 中に移し入れ、更に磁器蒸発皿を水約 10ml で洗い、ケルダールフラスコ (D) 又は蒸留容器 (D) に移し入れる。
- (d) 次に、二酸化けい素約 1g、りん酸 1ml 及び過塩素酸 40ml を加える。受器の全量フラスコ 250ml (G) には水 20ml を入れ、逆流止め (F) の先端を水面下に保つ。
- (e) 図 3 のケルダールフラスコ (D) を用いる場合には、水蒸気発生フラスコ (A) 及びケルダールフラスコ (D) を直接加熱する。また、図 4 の蒸留容器 (D) を使用する場合には、水蒸気発生フラスコ (A) 及び外筒を加熱する。
- (f) 図 3 のケルダールフラスコ (D) を用いる場合には、ケルダールフラスコ (D) 内の液温が約 140℃に達してから、また、図 4 の蒸留容器 (D) を使用する場合には、外筒中の 1, 1, 2, 2-テトラクロロエタンが沸騰し始めてから、水蒸気を通す。
- (g) 蒸留温度を $145 \pm 5^\circ\text{C}$ 、留出速度を 3～5ml/min に調節し、受器 (G) の液量が約 220ml になるまで蒸留を続ける。
- (h) 冷却器 (E) と逆流止め (F) を取り外し、冷却器 (E) の内部及び逆流止め (F) の内部を少量の水で洗い、洗液も受器 (G) に加え、更に水を標線まで加える。これを分析用試料溶液とする。
- (i) (1)(d)の分析用空試験溶液 250ml をとり、(a)～(h)に準じて操作して、分析用空試験溶液とする。

5.4.2 イオン電極法

(1) 妨害イオンが共存しない場合

- (a) 4.3 の操作を終えた後、吸収瓶 (F_1, F_2) 内の試料ガスを吸収した溶液をビーカー300mlに移し入れる。さらに、吸収瓶などを水で洗浄して同様にビーカーに移し入れる。
- (b) 0.1mol/l 塩酸を滴加して、pH を 5.0～6.0 に調節する。
- (c) 全量フラスコ 250ml に移し入れ、水を標線まで加える。これを分析用試料溶液とする。
- (d) 全量フラスコ 250ml に、4.1(2)(a)の吸収液 100ml をとり、(a)～(b)に準じて操作し、分析用空試験溶液とする。

(2) 妨害イオンが共存する場合

- (a) (1)の(a)～(c)の操作を行った溶液の 100ml について、5.4.1(2)の(a)～(h)の操作を行い、これを分析用試料溶液とする。
- (b) (1)(d)の操作を行った溶液 100ml について、5.4.1(2)の操作を行い、これを分析用空試験溶液とする。

6. 定量方法

6.1 ランタンーアリザリンコンプレキソン吸光光度法

6.1.1 適用条件 この方法は、試料ガス中に微量のアルミニウム (III) , 鉄 (III) , 銅 (II) , 亜鉛 (II) などの重金属イオンやりん酸イオンなどが共存すると影響を受けるので、ふっ化物イオンを水蒸気蒸留によって分離した後、定量する。

6.1.2 試薬

- (1) 水 JIS K 0557 に規定する種別 A2 のもの。
- (2) 塩酸 JIS K 8180 に規定するもの。
- (3) 酢酸 JIS K 8355 に規定するもの。
- (4) アンモニア水 JIS K 8085 に規定するもの。
- (5) ふっ化ナトリウム JIS K 8821 に規定するもの。
- (6) 酸化ランタン
- (7) 酢酸ナトリウム・三水和物 JIS K 8371 に規定するもの。
- (8) 酢酸アンモニウム JIS K 8359 に規定するもの。
- (9) アセトン JIS K 8034 に規定するもの。
- (10) 1,2-ジヒドロキシアントラキノニル-3-メチルアミン-N,N-二酢酸(アリザリンコンプレキソン)

6.1.3 試薬溶液の調製

- (1) 塩酸 (1+5)
- (2) アンモニア水 (1+10)
- (3) 酢酸ナトリウム溶液 酢酸ナトリウム・三水和物 41g を水 100ml に溶かし、酢酸 24ml を加えたもの。
- (4) 酢酸アンモニウム溶液 酢酸アンモニウム 20g を水 100ml に溶かしたもの。
- (5) ランタン溶液 酸化ランタン 0.163g に塩酸 (1+5) 10ml を加え、加熱溶解したもの。
- (6) ランタンーアリザリンコンプレキソン溶液 1,2-ジヒドロキシアントラキノニル-3-メチルアミン-N,N-二酢酸 (アリザリンコンプレキソン) 0.192g をアンモニア水 (1+10) 4ml と酢酸アンモニウム溶液 4ml に溶かす。この溶液を酢酸ナトリウム溶液 100ml 中にかき混ぜながら加える。

この溶液にアセトン 400ml をかき混ぜながら徐々に加え、さらにランタン溶液 10ml を加えてかき混ぜる。放冷後、酢酸又はアンモニア水で pH4.7 に調節する。全量フラスコ 1 000ml に水で洗い移し、水を標線まで加える。

参考 ランタンーアリザリンコンプレキソン溶液として、市販のアルフッソン 2.5g を水に溶かして 50ml とした溶液を用いてもよい。使用の都度調製する。

- (7) ふっ化物イオン標準原液 (0.1mgF⁻/ml) ふっ化ナトリウムを白金皿にとり 500～550℃で 40～50 分間加熱し、デシケータ中で放冷する。その 0.221g をとり、水に溶かす。全量フラスコ 1 000ml に水で洗い移し、水を標線まで加える。この溶液はポリエチレン瓶に入れて保存する。
- (8) ふっ化物イオン標準液 (0.002mgF⁻/ml) 全量フラスコ 500ml にふっ化物イオン標準原液を正しく 10ml とり、水を標線まで加える。

6.1.4 定量操作 定量操作は、次のとおり行う。

- (1) 全量フラスコ 50ml に、5.4.1 の(1)又は(2)で得た分析用試料溶液の 30ml 以下の適量 (F^- として 0.004 ~0.05mg) をとる。
- (2) ランタン-アリザリンコンプレキソン溶液 20ml を加え、更に水を標線まで加えてよく振り混ぜ、1 時間放置する。
参考 市販のアルフッソン溶液を用いるときは、その 5ml とアセトン 10ml を加えた後、水を標線まで加える。
- (3) 別の全量フラスコ 50ml に、5.4.1 の(1)又は(2)で得た分析用空試験溶液 30ml を(1)~(2)と同じ操作を行って空試験溶液とする。
- (4) (2)で発色させた溶液の一部を吸収セルに移し、(3)の空試験溶液を対照液として波長 620nm 付近の吸光度を測定する。
- (5) 6.1.5 の操作であらかじめ作成した検量線からふっ化物イオン濃度 (mgF^-/l) を算出する。

6.1.5 検量線の作成 数個の全量フラスコ 50ml に、ふっ化物イオン標準液 ($0.002\text{mgF}^-/\text{ml}$) 2~25ml を段階的にとり、6.1.4 の(1)~(4)の操作を行って吸光度を測定し、ふっ化物イオン量 (mgF^-) と吸光度との関係線を作成して検量線とする。

6.1.6 計算 次の式によって試料ガス中のふっ化物イオン濃度を算出する。

$$C = \frac{A \times \frac{250}{V} \times 1000}{V_s}$$

ここに、
 C : ふっ化物イオン濃度 ($\text{mgF}^-/\text{m}^3_{\text{N}}$)
 A : 検量線から求めたふっ化物イオンの質量 (mg)
 V : 分析用試料溶液の分取量 (ml)
 V_s : 試料ガス採取量 (l)
 (乾きガス量の場合 V_{SD} , 湿りガス量の場合 V_{SW})

6.2 イオン電極法

6.2.1 適用条件 この方法は、試料ガス中にアルミニウム (III) , 鉄 (III) などの重金属イオンが共存すると影響を受ける。そこで、2 種類のイオン調整用緩衝液を加えたときの電位差が 3mV を超える場合は、水蒸気蒸留によってふっ化物イオンを分離した後、定量する。

6.2.2 試薬

- (1) 水 JIS K 0557 に規定する種別 A2 のもの。
- (2) 塩酸 JIS K 8180 に規定するもの。
- (3) 酢酸 JIS K 8355 に規定するもの。
- (4) 水酸化ナトリウム JIS K 8576 に規定するもの。
- (5) 塩化ナトリウム JIS K 8150 に規定するもの。
- (6) 塩化カリウム JIS K 8121 に規定するもの。
- (7) ふっ化ナトリウム JIS K 8821 に規定するもの。
- (8) 硝酸カリウム JIS K 8548 に規定するもの。
- (9) くえん酸ナトリウム

6.2.3 試薬溶液の調製

- (1) 塩酸 (0.1mol/l)
- (2) 塩化カリウム飽和溶液

- (3) **硝酸カリウム溶液 (1mol/l)** 硝酸カリウム 10g を水 100ml に溶かしたもの (参照電極の外筒内部液)。
- (4) **水酸化ナトリウム溶液 (0.1mol/l)** 水酸化ナトリウム 4.0g をとり、水を加えて 1 000ml としたもの。
- (5) **水酸化ナトリウム溶液 (5mol/l)** 水酸化ナトリウム 200g をとり、水を加えて 1 000ml としたもの。
- (6) **イオン強度調整用緩衝液(I) (pH5.2)** 塩化ナトリウム 58g, くえん酸ナトリウム 1.0g 及び酢酸 50ml を水約 500ml に溶かし、これに 5mol/l 水酸化ナトリウム溶液を静かに加えて pH を 5.2 に調節した後、水を加えて 1 000ml とする。
- (7) **イオン強度調整用緩衝液(II) (pH5.2)** 塩化ナトリウム 58g, くえん酸ナトリウム 10.0g 及び氷酢酸 50ml を水約 500ml に溶かし、これに 5mol/l 水酸化ナトリウム溶液を静かに加えて pH を 5.2 に調節した後、水を加えて 1000ml とする。
- (8) **ふっ化物イオン標準原液 (0.1mgF⁻/ml)** ふっ化ナトリウムを白金皿にとり 500～550℃で 40～50 分間加熱し、デシケータ中で放冷する。その 0.221g をとり、水に溶かした後、全量フラスコ 1 000ml に、水で洗い移し、水で標線とする。この溶液はポリエチレン瓶に入れて保存する。
- (9) **ふっ化物イオン標準液 (0.01mgF⁻/ml)** 全量フラスコ 250ml にふっ化物イオン標準原液を正しく 25ml とり、水を標線まで加える。使用の都度調製する。
- (10) **ふっ化物イオン標準液 (0.001mgF⁻/ml)** 全量フラスコ 1 000ml にふっ化物イオン標準原液を正しく 10ml とり、水を標線まで加える。使用の都度調製する。

6.2.4 装置

- (1) pH 計
- (2) 電位差計
- (3) ふっ化物イオン電極
- (4) **参照電極** 二重液絡形参照電極 (ダブルジャンクションのスリープ形参照電極又はセラミック形参照電極で抵抗の小さいもの)。内筒内部液には塩化カリウム飽和溶液を用いる。外筒内部液には塩化カリウム溶液又は硝酸カリウム溶液を用いる。
- (5) **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。

6.2.5 定量操作 次のとおり行う。

- (1) 2 個のビーカー 200ml (A), (B) に、5.4.2 の(1)又は(2)で得た分析用試料溶液 50ml をとり、それぞれにふっ化物イオン標準液 (0.01mgF⁻/ml) 10ml を加え、更にビーカー (A) にイオン強度調整用緩衝液 (I) を 40ml, ビーカー (B) にはイオン強度調整用緩衝液 (II) を 40ml 加える。
- (2) ビーカー (A) の溶液に、あらかじめふっ化物イオン標準液 (0.001mgF⁻/ml) 中に 5 分間以上浸しておいたふっ化物イオン電極⁽⁸⁾及び参照電極⁽⁹⁾(¹⁰)とを浸し、マグネチックスターラー⁽¹¹⁾を用いて、泡が電極に触れない程度に強くかき混ぜる⁽¹²⁾。
- (3) 検量線作成時の液温の±0.5℃以内に液温を調節してから、電位差計で安定した電位を読み取る。
- (4) 次に、ビーカー (B) の溶液について(2)(3)の操作を行う。
- (5) ビーカー (A) とビーカー (B) の溶液についての電位の差が 3mV 以下であれば、あらかじめ作成した検量線からビーカー (B) の溶液についての電位に対応するふっ化物イオン濃度 a (mgF⁻/ml) を求める。

なお、電位の差が 3mV を超えるときは、5.4.2(2)で調製した分析用試料溶液 50ml について(1)～(3)のビーカー (B) の操作を行い、ふっ化物イオン濃度 a (mgF⁻/ml) を求める。

- (6) 別に 5.4.1 の(1)又は(2)で得られた分析用空試験溶液 50ml をビーカー 200ml にとり、ふっ化物イオン標準液 (0.01mgF⁻/ml) 10ml, イオン強度調整用緩衝液 (II) 40ml を加え、(2)及び(3)の操作を行い、ふっ

化物イオン濃度 a_0 (mgF⁻/ml) を求める。

注⁽⁹⁾ ふっ化物イオン電極の感応膜が傷つくと、検量線のこう配（電位こう配）が小さくなり、応答速度も遅くなるので注意する。

また、イオン電極の感応膜が汚れると、反応速度が遅くなるので、脱脂綿にエタノールを含ませて汚れをふき取るか、アルカリ性のりん酸塩（3%）入りの界面活性剤に5分間程度浸すか、又は柔らかい紙（ティシュペーパーなど）で汚れをふき取り、水で洗淨する。

(9) 参照電極は、抵抗の少ないものを選ぶ。一般にスリーブ形、セラミック形を用いる。スリーブ形は取扱い方に注意すれば抵抗も小さく最適であるが、スリーブを絞めすぎると抵抗が大きくなり、緩すぎると外筒内部液が流出するので、適度の締付けが必要である。セラミック形は抵抗の大きい製品もあるので、イオン電極用を用いる。セラミック形は乾燥したり、汚れると抵抗が大きくなるので注意する。

参照電極は、いずれの場合も外筒内部液と同じ溶液中に浸しておく。

(10) 内筒内部液及び外筒内部液に塩化カリウム飽和溶液を用いる場合は、液温が下がると塩化カリウムの結晶が析出し、固着して抵抗が大きくなるので注意する。

(11) マグネチックスターラーを長時間使用すると、発熱して液温に変化を与えることがあるので、液温の変化に注意する。

(12) かき混ぜ速度で電位差計の指示が不安定になる場合には、参照電極の抵抗が大きくなっていることが多い。

6.2.6 検量線の作成 検量線の作成は、次によって行う。

(1) 3個のビーカー200mlに、ふっ化物イオン標準原液（0.1mgF⁻/ml）、ふっ化物イオン標準液（0.01mgF⁻/ml）、ふっ化物イオン標準液（0.001mgF⁻/ml）をそれぞれ50mlずつとり、イオン強度調整用緩衝液（II）40mlを加えて、更に水10mlを加える。

(2) 次に、あらかじめふっ化物イオン標準液（0.001mgF⁻/ml）中に5分間以上浸しておいたふっ化物イオン電極及び参照電極とを浸して、マグネチックスターラーで泡が電極に触れない程度に強くかき混ぜる。

(3) 液温をはかり、電位差計で安定した電位を読み取る。

(4) 片対数方眼紙の対数軸にふっ化物イオン標準液の濃度を、均等軸に電位をとり、ふっ化物イオン標準液の濃度（mgF⁻/ml）と電位との関係線を作成して検量線とする。

6.2.7 計算 試料ガス中のふっ化物濃度を次の式によって算出する。

(1) 蒸留を行わなかった場合

$$C = \frac{(a - a_0) \times 250 \times 1000}{V_s}$$

(2) 蒸留を行った場合

$$C = \frac{(a - a_0) \times 250 \times \frac{250}{100} \times 1000}{V_s}$$

ここに、
 C : ふっ化物濃度 ($\text{mgF}^-/\text{m}^3_{\text{N}}$)
 a : 検量線から求めたふっ化物イオンの濃度 (mgF^-/ml)
 a_0 : 空試験液中のふっ化物イオンの濃度 (mgF^-/ml)
 V_s : 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})

7. 分析結果の記録

7.1 分析値のまとめ方 分析は、試料採取ごとに同一分析用試料溶液又は試験溶液について 2 回以上行い、その平均値を求め、有効数字 2 けたに丸める。ただし、連続して 2 回以上試料を採取した場合には、各測定値のすべての平均値を求める。

7.2 記入項目 記入項目は、次のとおりとする。

(1) 分析値

(2) 分析方法の種類

(3) 試料ガス採取日時

(4) その他必要と認められる事項

備考 試料ガス中のガス状無機ふっ化物濃度をふっ素濃度以外で記録するときは、表 2 の計算式によって求めることができる。

表 2 試料ガス中のガス状無機ふっ化物濃度の
計算式

表示	単位	計算式
ふっ素 (F^-)	volppm	$C' = C \times \frac{22.41}{19}$
ふっ化水素 (HF)	$\text{mg}/\text{m}^3_{\text{N}}$	$C' = C \times \frac{20}{19}$
ふっ化水素 (HF)	volppm	$C' = C \times \frac{22.41}{19}$

付表 1 引用規格

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 0122 イオン電極測定方法通則
 JIS K 0557 用水・排水の試験に用いる水
 JIS K 8034 アセトン (試薬)
 JIS K 8085 アンモニア水 (試薬)
 JIS K 8102 エタノール (95) (試薬)
 JIS K 8121 塩化カリウム (試薬)
 JIS K 8150 塩化ナトリウム (試薬)
 JIS K 8180 塩酸 (試薬)
 JIS K 8223 過塩素酸 (試薬)
 JIS K 8355 酢酸 (試薬)
 JIS K 8359 酢酸アンモニウム (試薬)

- JIS K 8371** 酢酸ナトリウム三水和物 (試薬)
JIS K 8548 硝酸カリウム (試薬)
JIS K 8576 水酸化ナトリウム (試薬)
JIS K 8799 フェノールフタレイン (試薬)
JIS K 8821 ふっ化ナトリウム (試薬)
JIS K 8885 二酸化けい素 (試薬)
JIS K 9005 リン酸 (試薬)
JIS K 9520 1, 1, 2, 2-テトラクロロエタン (試薬)
JIS Z 8808 排ガス中のダスト濃度の測定方法

JIS K 0105 排ガス中のふっ素化合物分析方法改正原案作成委員会 構成表

(所属は当時)

	氏名			所属
(委員長)	荒	木	峻	東京都立大学名誉教授
(分科会長)	飯	田	芳 男	成蹊大学名誉教授
	倉		剛 進	工業技術院標準部繊維化学規格課
	浦	島	将 年	通商産業省立地公害局公害防止指導課
	田	坂	勝 芳	通商産業省通商産業検査所化学工業品課
	柳	下	正 治	環境庁大気保全局大気規制課
	小野川	和	延	環境庁大気保全局特殊公害課
	田	中	敏 之	工業技術院資源環境技術総合研究所大気計測研究室
	堀		雅 宏	横浜国立大学工学部
	金	子	幹 宏	神奈川県横須賀・三浦地区行政センター環境部
	野々村		誠	東京都立工業技術センター無機化学部
	岩	崎	好 陽	東京都環境科学研究所大気部
	星	野	充	千葉県公害研究所大気部
	木	村	康	社団法人日本鉄鋼連盟環境管理課
	勝	部	博 光	電気事業連合会立地環境部
	今	田	誠 二	石油連盟
	石	岡	修	財団法人日本品質保証機構環境センター
	大	木	正 巳	財団法人化学品検査協会東京事業所環境事業部
	秋	山	重 之	社団法人日本分析機器工業会
	八	木	孝 夫	株式会社島津製作所応用技術部東京分析センター
	鈴	木	弘 七	新日本環境調査株式会社
	西	海	里	株式会社環境管理センター
	加	山	英 男	財団法人日本規格協会
	世	良	昇	社団法人日本環境測定分析協会
(事務局)	計	良	敏 雄	社団法人日本環境測定分析協会
	北	村	哲	社団法人日本環境測定分析協会

環境・リサイクル部会 大気企画専門委員会 構成表

	氏名			所属
(委員長)	飯	田	芳 男	成蹊大学名誉教授
	飯	島	孝	環境庁大気保全局
	岩	崎	好 陽	東京都環境科学研究所
	大	木	正 巳	財団法人化学品検査協会
	金	子	幹 宏	神奈川県横須賀・三浦地区行政センター
	興	嶺	清 志	財団法人日本環境衛生センター環境科学部

(事務局)	世	良	昇	社団法人日本環境測定分析協会
	田	中	敏之	工業技術院資源環境技術総合研究所
	土	屋	悦輝	東京都立衛生研究所環境保健部
	西	出	徹雄	工業技術院標準部
	藤	富	正晴	通商産業省環境立地局
	保	母	敏行	東京都立大学
	岡	本	康男	工業技術院標準部消費生活規格課
	橋	田	安弘	工業技術院標準部消費生活規格課