

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 0107 : 1995** は改正され、この規格に置き換えられる。

JIS K 0107 には、次に示す附属書がある。

- 附属書 1 (規定) イオンクロマトグラフ法による塩化水素及び硫黄酸化物同時分析方法
- 附属書 2 (規定) イオンクロマトグラフ法による塩化水素、硫黄酸化物及び窒素酸化物の同時分析方法
- 附属書 3 (規定) チオシアン酸水銀 (II) 吸光光度法

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 試薬及び試薬溶液の調製	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	5
6. 分析用試料溶液の調製	6
7. 定量方法	6
7.1 イオンクロマトグラフ法	6
7.2 硝酸銀滴定法	10
7.3 イオン電極法	11
7.4 イオン電極連続分析法	14
8. 分析結果の記録	15
8.1 記録項目	15
8.2 排ガス分析値のまとめ方	15
附属書 1 (規定) イオンクロマトグラフ法による塩化水素及び 硫黄酸化物の同時分析方法	21
附属書 2 (規定) イオンクロマトグラフ法による塩化水素, 硫黄酸化物 及び窒素酸化物の同時分析方法	24
附属書 3 (規定) チオシアン酸水銀 (II) 吸光光度法	27

排ガス中の塩化水素分析方法

Methods for determination of hydrogen chloride in flue gas

1. 適用範囲 この規格は、排ガス中の塩化水素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、化学反応などに伴って煙道、煙突、ダクト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、排ガス試料採取方法、イオンクロマトグラフ法、イオン電極法及び吸光度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 0127, JIS K 0122 及び JIS K 0115 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)	
イオンクロマト グラフ法	試料ガス中の塩化水素を水に吸収させた後、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：水 液量：25mL ⁽¹⁾ ×2 本 又は 50mL ⁽²⁾ ×2 本 標準採取量：20L	0.4～7.9 ⁽³⁾ (0.6～13) 6.3～160 (10～260)	7.1.1 による。
硝酸銀滴定法	試料ガス中の塩化水素を水酸化ナトリウム溶液に吸収させた後、微酸性にして硝酸銀溶液を加え、チオシアン酸アンモニウム溶液で滴定する。	吸収瓶法 吸収液：0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 液量：50mL ⁽²⁾ ×2 本 標準採取量：80L	140～2 800 ⁽⁴⁾ (230～4 600)	7.2.1 による。
イオン電極法	試料ガス中の塩化水素を硝酸カリウム溶液に吸収させた後、酢酸緩衝液を加え、塩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 硝酸カリウム溶液 液量：50mL ⁽²⁾ ×2 本 標準採取量：40L	40～40 000 ⁽⁴⁾ (64～64 000)	7.3.1 による。
イオン電極連続 分析法	試料ガス中の塩化水素を連続的に吸収液に吸収させた後、塩化物イオン電極を用いて測定する。	吸収瓶法 吸収液：フタル酸塩緩衝液、又は水	0～50, 0～100 0～500, 0～1 000	7.4.1 による。

注(1) 容量100mLの吸収瓶を用いたときの吸収液量。

(2) 容量 250mL 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 50mL を 100mL 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。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。

(4) 試料ガスを通した吸収液 100mL を 250mL 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や滴定量の最適範囲から求めたものである。

備考1. この規格に示す volppm 及び mg/m^3 は標準状態 (0°C 101.32kPa) における体積濃度及び重量濃度である。

2. これらの方法のほかに、附属書 1 (規定) にイオンクロマトグラフ法による塩化水素及び硫黄酸化物の同時分析方法、附属書 2 (規定) にイオンクロマトグラフ法による塩化水素、硫黄酸化物及び窒素酸化物の同時分析方法、附属書 3 (規定) にチオシアン酸水銀 (II) 吸光光度法を規定している。

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原則として 2 回以上試料ガスを採取し、それぞれ分析に用いる。

5.2 試薬及び試薬溶液の調製

5.2.1 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) 過酸化水素 JIS K 8230 に規定するもの。
- c) 酢酸 JIS K 8355 に規定するもの。
- d) 水酸化ナトリウム JIS K 8576 に規定するもの。
- e) 硝酸カリウム JIS K 8548 に規定するもの。
- f) 酢酸ナトリウム三水和物 JIS K 8371 に規定するもの。

5.2.2 試薬溶液の調製

5.2.2.1 吸収液 吸収液は、次による。

a) イオンクロマトグラフ法の場合

水 5.2.1a) の水。

b) 硝酸銀滴定法の場合

水酸化ナトリウム溶液 (0.1mol/L) 水酸化ナトリウム 4.0g をはかりとり、水に溶かして 1L とする。

c) イオン電極法の場合

硝酸カリウム溶液 (0.1mol/L) 硝酸カリウム 10.1g をはかりとり、水に溶かして 1L とする。

5.2.2.2 水酸化ナトリウム溶液 (40g/L) 洗浄瓶に入れるためのもので、水酸化ナトリウム 4g を水に溶かして 100mL とする。

5.2.2.3 酢酸緩衝液(5) ビーカー 500mL に酢酸ナトリウム三水和物 100g と硝酸カリウム 50g をとり、水を加えて約 300mL とし、酢酸を加えて pH を 5.1~5.2 に調整した後、水を加えて 500mL とする。

注(5) 緩衝液は、測定の際分析用試料溶液の pH を約 5 に調整し、イオン強度を一定にするものである。

5.3 器具及び装置

5.3.1 吸収瓶 吸収瓶は、次による。

a) 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 100mL 又は 250mL) を 2 個連結して用いる(6)。

b) 硝酸銀滴定法及びイオン電極法の場合 図 1 に例示する吸収瓶 (容量 250mL) を 2 個連結して用いる

(⁹)。

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

- a) 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ない材質、例えば、ガラス管、石英管、四ふつ化エチレン樹脂管などを用いる。
- b) 試料ガス中にダストなどが混入することを防ぐため、試料ガス採取管の先端又は適切な位置に適切なろ過材(⁹)を詰める。
- c) 試料ガス中の水分が凝縮することを防ぐため、試料ガス採取管からコック (P₁) までの間を加熱できる構造とする(⁹)。

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、又は四ふつ化エチレン樹脂管などを用いる。

- d) 装置各部の接続に漏れがないように組み立てる。

注(⁹) 塩化水素が完全に捕集されることが確認された場合には、吸収瓶は1個でもよい。

(⁹) 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。

(⁹) 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、試料ガス採取管からコック (P₁) の間を 120℃程度に加熱する。

なお、排ガス中の硫黄酸化物を同時に採取する場合には、160℃程度に加熱する。

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) 次のいずれかの操作を行う。

1) **イオンクロマトグラフ法の場合** 吸収瓶 (容量 100mL) (F₁, F₂) に、5.2.2.1a)の吸収液 (水) 25mL をそれぞれ入れる(⁹)。容量 250mL の吸収瓶を用いた場合は、吸収液 50mL をそれぞれ入れる。

2) **硝酸銀滴定法及びイオン電極法の場合** 吸収瓶 (容量 250mL) (F₁, F₂) に、分析方法ごとに規定された 5.2.2.1b)又は 5.2.2.1c)の吸収液 50mL をそれぞれ入れる(⁹)。

- b) 切換コック (P₁, P₂) をバイパス側に回した後、あらかじめ流量を 1~2L/min に調節した吸引ポンプ (L) 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 試料ガス採取管から吸収瓶までの距離が短く、採取装置内に漏れがなく、一定流量に調整が可能であれば、図 2 の P₁~P₂間のバイパスを付けなくてもよい。また、系の漏れがないことを、他の手法で確認できる場合には、水銀マンオメータ Q は付けなくてもよい。

- c) 吸引ポンプ (L) を停止した後、切換コック (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 0.01L のけたまで読み取る。
- d) 吸引ポンプ (L) を作動させ、試料ガスを吸収瓶 (F₁, F₂) (⁹)に通す。このとき流量調節コック (K₁, K₂) を調節して、流量を 1L/min 程度にする(¹⁰)。試料ガスを約 20L(¹¹)採取した後、吸引ポンプ (L) を停止し、切換コック (P₁, P₂) を閉じ、ガスメータの指示 (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) とマンオメータ (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。
- e) 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(⁹) 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 の a)に示す吸収瓶を用いたほうがよい。

(¹⁰) イオンクロマトグラフ法 (容量 250mL の吸収瓶を用いた場合)、硝酸銀滴定法及びイオン電極法で、塩化水素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 2L/min ま

で上げてよい。

(¹¹) 塩化水素濃度に応じて適宜増減してもよい。

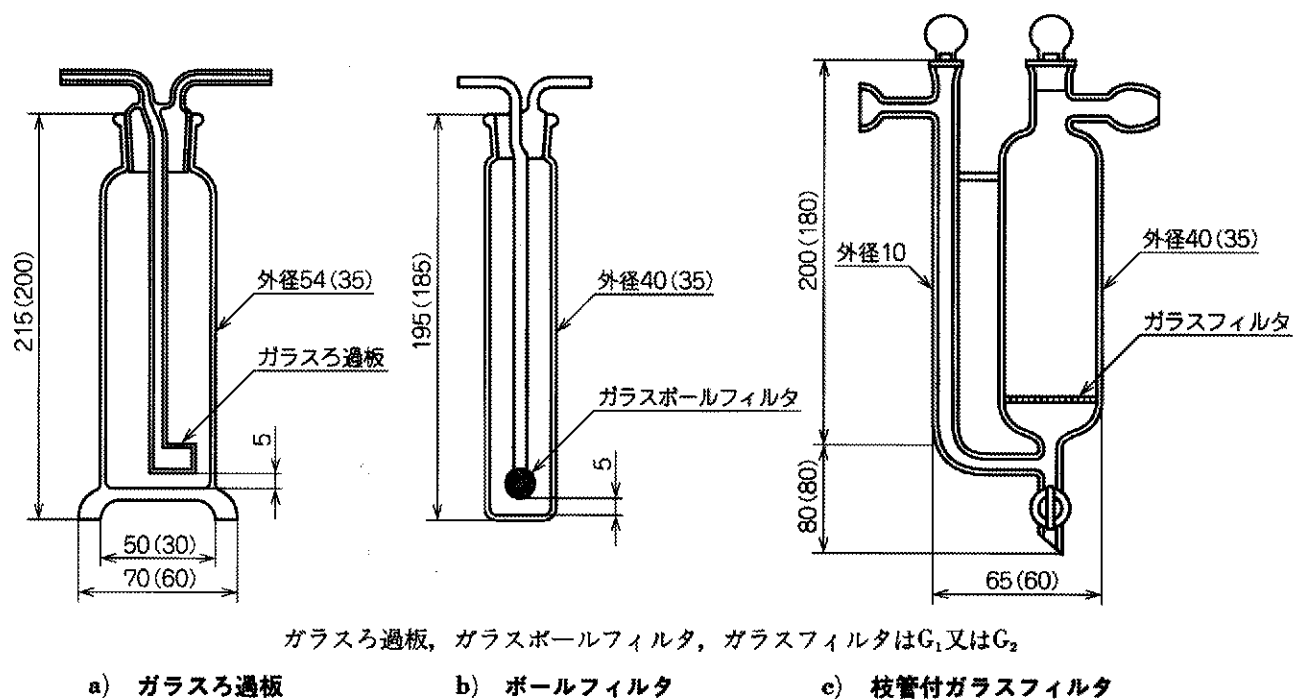


図1 吸収瓶 (100mL, 250mL) の一例

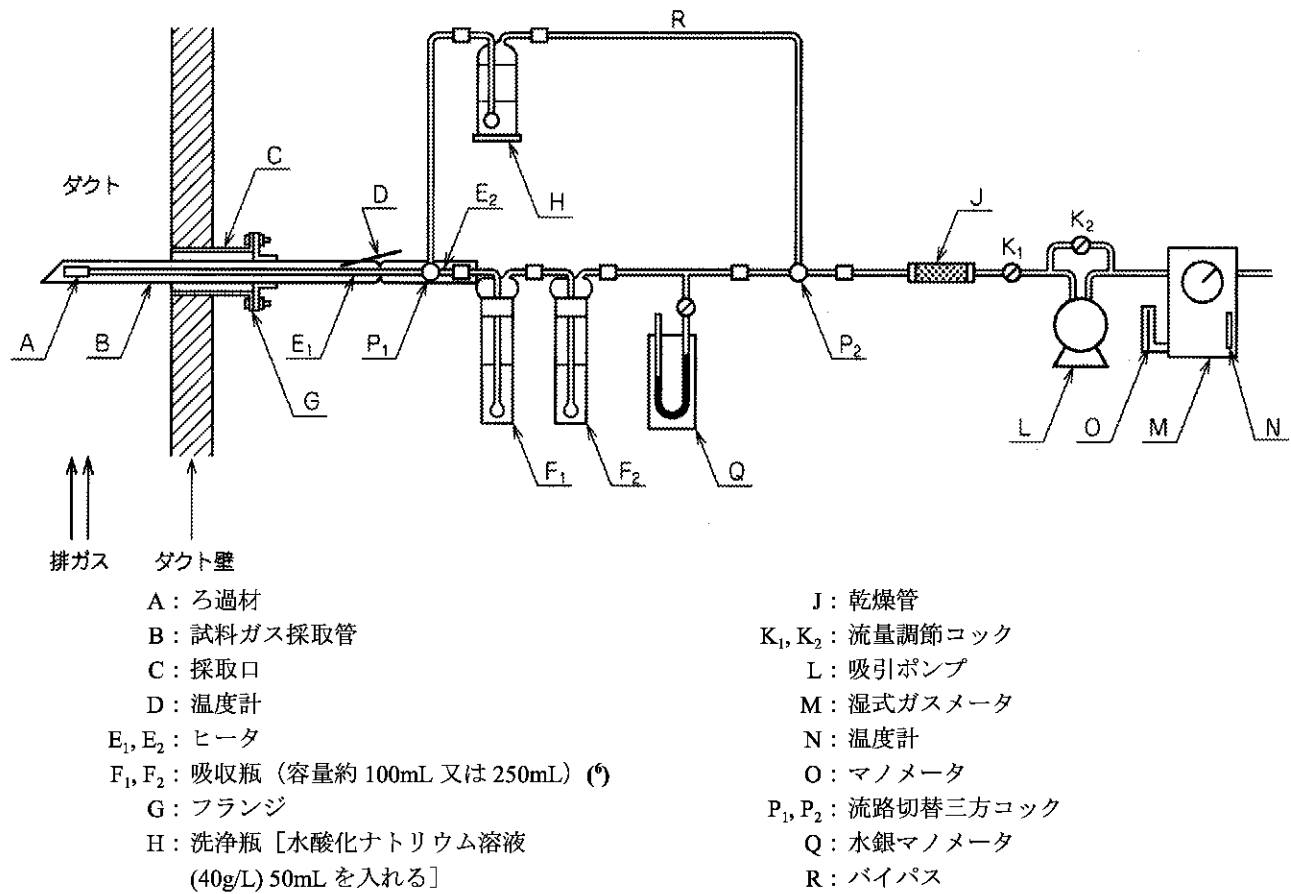


図2 試料ガス採取装置の一例

5.5 試料ガス採取量 次の式によって、標準状態 (0°C, 101.32kPa) 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

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

2) 乾式ガスメータを用いた場合

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

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)

[5.4c)~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 : ガスメータにおけるゲージ圧 (kPa) ⁽¹³⁾
- P_v : t °Cにおける飽和水蒸気圧 (kPa) (付表 2 参照)
- $a^{(10)}$: 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.によって求めた水分の量 (mol)
- 273.15 : 0°Cに対応する絶対温度 (K)
- 101.32 : 1 気圧に対応する圧力 (kPa)
- 22.41 : 標準状態における気体 1mol の体積 (L)

注⁽¹³⁾ 無視して差し支えない場合が多い。

参考 圧力に mmHg を用いる場合には、式中の 101.32 を 760 とする。

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。

a) イオンクロマトグラフ法の場合

- 1) 5.4 の操作を終えた後、ビーカー300mL 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。
- 2) 容量 100mL の吸収瓶を用いたときは、全量フラスコ 100mL に、ビーカーの内容液を水で洗い移し⁽¹³⁾、水を標線まで加える。これを分析用試料溶液とする。
- 3) 容量 250mL の吸収瓶を用いたときは、全量フラスコ 250mL に、ビーカーの内容液を水で洗い移し⁽¹³⁾、水を標線まで加える。これを分析用試料溶液とする。

注⁽¹³⁾ 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 μ m 以下のフィルタでろ過して除去する。

b) 硝酸銀滴定法の場合

- 1) 5.4 の操作を終えた後、ビーカー300mL 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。
- 2) 全量フラスコ 250mL 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。

c) イオン電極法の場合

- 1) 5.4 の操作を終えた後、ビーカー300mL 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。
- 2) 全量フラスコ 250mL に、ビーカーの内容液を水で洗い移し、酢酸緩衝液 5mL を加え、吸収液を標線まで加える。これを分析用試料溶液とする。

7. 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 試薬及び試薬溶液の調製

7.1.2.1 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) 硫酸 JIS K 8951 に規定するもの。
- c) 炭酸ナトリウム JIS K 8625 に規定するもの。
- d) 炭酸水素ナトリウム JIS K 8622 に規定するもの。
- e) ほう酸 JIS K 8863 に規定するもの。
- f) 四ほう酸ナトリウム十水和物 JIS K 8866 に規定するもの。
- g) 硫酸ナトリウム JIS K 8987 に規定するもので、純度が特によいもの。
- h) 硫酸カリウム JIS K 8962 に規定するもので、純度が特によいもの。
- i) グルコン酸カリウム
- j) *p*-ヒドロキシ安息香酸
- k) 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
- l) フタル酸
- m) 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。
- n) アセトニトリル JIS K 8032 に規定するもの。
- o) グリセリン JIS K 8295 に規定するもの。
- p) 塩化ナトリウム JIS K 8005 に規定する容量分析用標準物質。
- q) 塩化物イオン標準液 (1 000mg/L) JIS K 0029 に規定する種別 Cl⁻1000 のもの。
- r) 吸収液 5.2.2.1a)で調製したもの。

7.1.2.2 試薬溶液の調製

7.1.2.2.1 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いう。次に代表的な例を示す⁽¹⁴⁾。

a) サプレッサを備えた装置を用いる場合 次による。

- 1) 炭酸水素塩-炭酸塩溶液 I 炭酸水素ナトリウム 0.336g (4mmol) と、炭酸水素ナトリウム(無水) 0.424g (4mmol) とを水に溶かし、全量フラスコ 1 000mL に水で洗い移し、水を標線まで加える。
- 2) 炭酸水素塩-炭酸塩溶液 II 炭酸水素ナトリウム 0.025g (0.3mmol) と、炭酸ナトリウム(無水) 0.286g (2.7mmol) とを水に溶かし、全量フラスコ 1 000mL に水で洗い移し、水を標線まで加える。

b) 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) 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 (1.3mmol), 四ほう酸ナトリウム十水和物 0.496g (1.3mmol), ほう酸 1.855g (30mmol), アセトニトリル 100mL 及びグリセリン 5mL 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。
- 2) *p*-ヒドロキシ安息香酸-ビス(2-ヒドロキシメチル)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 1.105g (8.0mmol) 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 0.669g (3.2mmol) 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。
- 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 0.415g (2.5mmol) 及び2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 0.290g (2.4mmol), 又はフタル酸 0.382g (2.3mmol) 及び2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 0.303g (2.5mmol) 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。

7.1.2.2.2 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、電気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。

a) 電氣的に再生する場合

- 1) **水** 7.1.2.1a)の水を再生液とする。
- 2) **溶離液** 検出器を通過した溶離液を電氣的膜透析形の再生液とする。

b) 化学的に再生する場合

- 1) **硫酸 (15mmol/L) 溶液** 硫酸 (1mol/L) (硫酸 60mL を少量ずつ水 500mL に加え、冷却後水で 1L とする。) 15mL を水で 1L とする。
- 2) **硫酸 (12.5mmol/L) 溶液** 硫酸 (1mol/L) 12.5mL を水で 1L とする。
- 3) **イオン交換樹脂粒子** 陽イオン交換体⁽¹⁵⁾。

7.1.2.2.3 塩化物イオン標準原液 (1mg/mL) 7.1.2.1q)の塩化物イオン標準液 (1 000mg/L) のもの。又は容量分析用標準物質の塩化ナトリウムをあらかじめ約 600℃で約 1 時間加熱し、デンケータ中で放冷する。その 1.648g をはかりとり、少量の水に溶かす。全量フラスコ 1 000mL に水で洗い移し、水を標線まで加える。

7.1.2.2.4 塩化物イオン標準液 (0.1mg/mL) 全量フラスコ 100mL に 7.1.2.2.3 で調製した塩化物イオン標準原液 (1mg/mL) を正確に 10mL とり、水を標線まで加える。使用時に調製する。

7.1.2.2.5 塩化物イオン標準液 (0.01mg/mL) 全量フラスコ 100mL に 7.1.2.2.4 で調製した塩化物イオン標準液 (0.1mg/mL) を正確に 10mL 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。塩化物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。

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内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 (10~250 μ L の一定量) に、1~10mL のシリンジを用いて注入する手動式のものの。
- b) **分離カラム** 内径 2~8mm、長さ 30~300mm 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 2~6mm、長さ 5~50mm 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⁽¹⁶⁾** 試料溶液中のイオン種を電気伝導度検出器で高感度で測定するために、溶離液を電気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⁽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。

7.1.4 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、1~2mL/min) で流しておく。サプレッサ付の装置の場合には、分離カラムとサプレッサの内側に溶離液

を流し、更にサブ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.a)** で調製した分析用試料溶液の定量 (10~250 μ L) ⁽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。
- d) **7.1.5** によって作成した検量線から、塩化物イオン濃度 (mg/mL) を求める。
- e) 全量フラスコ 100mL に吸収液 50mL 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、塩化物イオンの空試験値 (mg/mL) 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。

⁽¹⁸⁾ 容量 250mL の吸収瓶を用いた場合には、全量フラスコ 250mL に吸収液 100mL 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 100mL に、塩化物イオン標準液 (0.01mg/mL) 1.0~25.0mL⁽¹⁹⁾ を段階的にとり、水を標線まで加え、その濃度を求めておく。
- b) **7.1.4b)~d)** の操作を行い、それぞれの塩化物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 **7.1.4b)~d)** の操作を行い、塩化物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 (空試験値)。
- d) 空試験値を補正したピーク面積又はピーク高さ と 塩化物イオン濃度 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⁽²⁰⁾。

注⁽¹⁹⁾ 予想される試料濃度に応じ、塩化物イオン標準液 1~25mL の範囲の数点をとる。

⁽²⁰⁾ 容量 250mL の吸収瓶を用いた場合には、数個の全量フラスコ 250mL に塩化物イオン標準液 (0.1mg/mL) 2.0~50.0mL 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 次の式によって、試料ガス中の塩化水素濃度を算出する。

$$C_v = \frac{0.632 \times (a - b) \times 100}{V_s} \times 1000$$

$$C_w = \frac{1.03 \times (a - b) \times 100}{V_s} \times 1000$$

$$C_w = C_v \times 1.63$$

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の質量濃度 (mg/m³)

a : **7.1.4** 操作 **d)** で求めた塩化物イオンの濃度 (mg/mL)

b : **7.1.4** 操作 **e)** の空試験で求めた塩化物イオンの濃度 (mg/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})

100 : **6.a)** で分析用試料溶液の全量を 100mL とした場合⁽²¹⁾

0.632 : 塩化物イオン (Cl⁻) 1mg 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⁻) 1mg に相当する塩化水素 (HCl) の質量 (mg)

1.63 : 塩化水素 1volppm に相当する塩化水素 (HCl) としての質量濃度 (mg/m³)

注⁽²¹⁾ 6.a) で分析用試料溶液の全量を250mL とした場合は、250とする。

7.2 硝酸銀滴定法

7.2.1 適用条件 この方法は、試料ガス中に二酸化硫黄、他のハロゲン化物、シアン化物、硫化物など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。

7.2.2 試薬及び試薬溶液の調製

7.2.2.1 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) 硝酸 JIS K 8541 に規定するもの。
- c) 過塩素酸 JIS K 8223 に規定するもの。
- d) 硝酸銀 JIS K 8550 に規定するもの。
- e) 硫酸アンモニウム鉄 (III) ・12 水 JIS K 8982 に規定するもの。
- f) チオシアン酸アンモニウム 12 水 JIS K 9000 に規定するもの。
- g) ニトロベンゼン JIS K 8723 に規定するもの。
- h) ウラニン JIS K 8830 に規定する指示薬。
- i) 吸収液〔水酸化ナトリウム溶液 (0.1mol/L)〕 5.2.2.1b) で調製したもの。

7.2.2.2 試薬溶液の調製 試薬溶液の調製は、次による。

- a) 硝酸 (100g/L)
- b) 硫酸アンモニウム鉄 (III) 溶液 硫酸アンモニウム鉄 (III) ・12 水 6.0g を過塩素酸 (1+2) 100mL に溶かす。褐色瓶に保存する。
- c) ウラニン指示薬 ウラニン 0.20g を水に溶かして 100mL とする。褐色瓶に保存する。
- d) 0.1mol/L 硝酸銀溶液 硝酸銀 17g を水 1L に溶かす。褐色瓶に保存する。標定は、次による。

標定 容量分析用標準物質塩化ナトリウムを 600℃で約 60 分間加熱した後、デシケータ中で放冷する。その 0.14~0.17g を 0.1mg のけたまではかりとり、コニカルビーカー200mL に移し、水 50mL を加えて溶かす。ウラニン指示薬数滴を加え、ここで調製した硝酸銀溶液で滴定し、溶液の色が赤みを帯びた点を終点とする。

次の式によって、ファクタを算出する。

$$f = \frac{m}{a' \times 0.005844}$$

ここに、

- f : 0.1mol/L 硝酸銀溶液のファクタ
- m : 塩化ナトリウムの採取量 (g)
- a' : 滴定に要した 0.1mol/L 硝酸銀溶液の量 (mL)
- 0.005844: 0.1mol/L 硝酸銀溶液 1mL に相当する塩化ナトリウムの量 (g)

- e) 0.1mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液 チオシアン酸アンモニウム 8g を水 1L に溶かす。標定は、次による。

標定 コニカルビーカー200mL に d) で調製した 0.1mol/L 硝酸銀溶液を正確に 25mL とり、水 25mL 及び硝酸 2mL を加える⁽²²⁾。指示薬として硫酸アンモニウム鉄 (III) 溶液数滴を加え、よく振り混ぜながら、ここで調製した 0.1mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液で滴定し、溶液の微赤色が消えなくな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。

注⁽²²⁾ 終点が見分けにくい場合には、ニトロベンゼン10mL を加える。ただし、使用済み廃液には、ニ

トロベンゼンが含まれているので、廃液の処理に注意する。

$$f'' = \frac{f \times 25}{a''}$$

ここに、
 f'' : 0.1mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液のファクタ
 f : 0.1mol/L 硝酸銀溶液のファクタ
 a'' : 滴定に要した 0.1mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液の量 (mL)

7.2.3 定量操作 定量操作は、次による。

- コニカルビーカーに **6.b)** で調製した分析用試料溶液 v mL (通常, 25~50mL) を分取し、硝酸 (100g/L) を加えて酸性とする。
- 0.1mol/L 硝酸銀溶液を正確に 25mL 加え、硫酸アンモニウム鉄 (III) 溶液 1mL を加えて振り混ぜる⁽²³⁾。
- 0.1mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液で滴定し、溶液の微赤が消えなくなった点を終点とする。
- 別に、吸収液を 2.5 倍に希釈したもの v mL について **a)~c)** に準じて操作し、空試験値を求める。

注⁽²³⁾ 終点が見分けにくい場合には、ニトロベンゼン 3mL を加える。ただし、使用済み廃液には、ニトロベンゼンが含まれているので、廃液の処理に注意する。

7.2.4 計算 次の式によって、試料ガス中の塩化水素の濃度を算出する。

$$C_V = \frac{2.24 \times (b-a) \times f \times 250 / v}{V_S} \times 1000$$

$$C_V = \frac{3.65 \times (b-a) \times f \times 250 / v}{V_S} \times 1000$$

$$C_W = C_V \times 1.63$$

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の質量濃度 (mg/m³)
 a : **7.2.3 操作 c)** で滴定に要した 0.1mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液の量 (mL)
 b : **7.2.3 操作 d)** で空試験に要した 0.1mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液の量 (mL)
 f : 0.1mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液のファクタ
 v : 分析用試料溶液 250mL に対する分取量 (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})
2.24 : 0.1mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液 1mL に相当する塩化水素 (HCl) の体積 (mL) (標準状態)
3.65 : 0.1mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液 1mL に相当する塩化水素 (HCl) の質量 (mg)
1.63 : 塩化水素 (HCl) 1volppm に相当する質量濃度 (mg/m³)

7.3 イオン電極法

7.3.1 適用条件 この方法は、試料ガス中に他のハロゲン化物、シアン化物、硫化物など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。

備考 排ガス中の塩化水素と塩素が共存する場合には、三酸化ひ素 (1g/L) を加えた水酸化ナトリウム溶液 (0.1mol/L) を吸収液として試料ガスの採取を行い、塩化物イオン濃度 (a mg/mL) を求める。同時に **JIS K 0106** に規定する吸光光度法などによって試料ガス中の塩素濃度を測定し、塩化物イオン濃度から塩素濃度に相当する塩化物イオン濃度 (b mg/mL) を差し引き、 $a-b$ から試料ガス中の塩化水素濃度 (mg/m³) を求める。

シアン化物の場合は、pH5 に調整することによって 10^{-5}mol/L 程度まで、硫化物の場合は、当量の過マンガン酸カリウムを添加することによって妨害を避けることができる。

有害な三酸化ひ素及びその廃液の取扱いに注意する。

7.3.2 試薬及び試薬溶液の調製

7.3.2.1 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) 硝酸カリウム JIS K 8548 に規定するもの。
- c) 塩化ナトリウム JIS K 8005 に規定する容量分析用標準物質。
- d) 酢酸塩緩衝液 5.2.2.3 で調製したもの。
- e) 塩化物イオン標準液 (1 000mg/L) JIS K 0029 に規定する種別 Cl^-1000 のもの。
- f) 吸収液 [硝酸カリウム溶液 (0.1mol/L)] 5.2.2.1c) で調製したもの。

7.3.2.2 試薬溶液の調製 試薬溶液の調製は、次による。

- a) 塩化カリウム 約 3mol/L ～飽和溶液。
- b) 硝酸カリウム 100g/L, 約 1mol/L。
- c) 塩化物イオン標準原液 (10mg/mL) 容量分析用標準物質の塩化ナトリウムをあらかじめ約 600°C で約 1 時間加熱し、デシケータ中で放冷する。その 16.48g をはかりとり、適量の吸収液に溶かす。全量フラスコ 1 000mL に吸収液で洗い移し、吸収液を標線まで加える。
- d) 塩化物イオン標準液 I (1mg/mL) 7.3.2.1c) の塩化物イオン標準液 (1 000mg/L) 。又は全量フラスコ 250mL に c) で調製した塩化物イオン標準原液 25mL 及び吸収液 25mL をとり、酢酸塩緩衝液 5mL を加えた後、水を標線まで加える。
- e) 塩化物イオン標準液 II (0.1mg/mL) 全量フラスコ 250mL に d) で調製した塩化物イオン標準液 I (1mg/mL) 25mL 及び吸収液 25mL をとり、酢酸塩緩衝液 5mL を加えた後、水を標線まで加える。
- f) 塩化物イオン標準液 III (0.01mg/mL) 全量フラスコ 250mL に e) で調製した塩化物イオン標準液 II (0.1mg/mL) 25mL 及び吸収液 25mL をとり、酢酸塩緩衝液 5mL を加えた後、水を標線まで加える。

7.3.3 器具及び装置 器具及び装置は、次による。

- a) 電位差計 最小目盛 1mV 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) 塩化物イオン電極 指示電極として用いる。例えば、塩化銀固体膜電極。
- c) 参照電極 内部液絡部がセラミックス製で、外部液絡部がスリーブ製の二重液落形のものを用い、内部液には塩化カリウム溶液、外部液には硝酸カリウム溶液を用いる。スリーブは、外部液が適度に流出するよう締め付けを調節する。外部液と同じ溶液中に保存する⁽²⁴⁾。
- d) マグネチックスターラ モータの発熱で液温に変化を与えないもの。

注⁽²⁴⁾ 長期保存する場合は、内部液、外部液ともに塩化カリウム溶液とする。

7.3.4 検量線の作成 検量線の作成は、次による。

- a) ビーカー 300mL に塩化物イオン標準液 III (0.01mg/mL) 100mL をとり、これに塩化物イオン電極⁽²⁵⁾と参照電極を浸し、マグネチックスターラを用い定速度でかき混ぜ、指示が安定した後電位を測定する⁽²⁶⁾⁽²⁷⁾⁽²⁸⁾。
- b) 塩化物イオン標準液 II (0.1mg/mL) 及び塩化物イオン標準液 I (1mg/mL) についても a) の操作を行い、電位を測定する⁽²⁶⁾⁽²⁷⁾⁽²⁸⁾⁽²⁹⁾。
- c) 片対数方眼紙の対数軸に塩化物イオン濃度を取り、均等軸に電位差をとって、塩化物イオン濃度

(mg/mL) と電位 (mV) との関係をプロットし⁽²⁷⁾, 検量線を作成する。

注⁽²⁵⁾ 感応膜が汚れると応答速度が遅くなるので, 研磨紙で感応膜を研磨する。

- (26) 取扱説明書によって行う。塩化物イオン濃度の高い液を測定した後で濃度の低い液を測定する場合には, 電極を水で洗った後, 新しい吸収液 [6.c)2) に準じて操作し, pH 約 5 に調整したもの。] にしばらく浸してから測定を行う。

なお, 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ある。

- (27) 塩化物イオン電極の応答時間は, 塩化物イオン濃度が 0.01mg/mL で約 1 分間, 0.1mg/mL 以上では約 30 秒間である。

- (28) 一連の操作中に, 液温が 1℃以上変化しないようにする。

- (29) 塩化物イオン標準液 0.01mg/mL と 1mg/mL との電位差は 110~120mV の範囲に入り, 塩化物イオンの濃度 0.01mg/mL から 10mg/mL の間の検量線は直線になる。

備考 濃度直読式計器の場合は, 検量線を作成する代わりに, 塩化物イオン標準液 III 及び I を用い, 目盛校正 (スパン調整) を数回繰り返して行う。

7.3.5 定量操作 操作は, 次による。

- a) ビーカー300mL に 6.c) で調製した分析用試料溶液 100mL をとり, 7.3.4a) と同様に操作して電位を測定し, 7.3.4c) で作成した検量線から, 塩化物イオン濃度 (mg/mL) を求める。
- b) 吸収液 100mL について a) に準じて操作し, 塩化物イオン濃度の空試験値 (mg/mL) 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。

ビーカーに分析用試料溶液 100mL をとり, 7.3.4a) と同様の操作を行い, 電位差 E_0 を読み取る。次に検量線から目的としている試料の 100~1 000 倍の塩化物イオン標準液 (C) (mg/mL) を順次 1mL 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 $\Delta E_1, \Delta E_2, \Delta E_3$ とする。次に検量線から現在測定されている濃度付近の電位こう (勾) 配 S ⁽³⁰⁾ を求め, 次の式によって塩化物イオン濃度 (a) (mgCl⁻/mL) を求める。

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

$$a_2 = \frac{C}{102 \times 10^{\Delta E_1 / S} - 100}$$

$$a_3 = \frac{C}{103 \times 10^{\Delta E_1 / S} - 100}$$

$$a = \frac{1}{3}(a_1 + a_2 + a_3)$$

ここに, $\Delta E_1, \Delta E_2, \Delta E_3$: 7.3.5b) の $\Delta E_1, \Delta E_2, \Delta E_3$

別に吸収液 100mL についても同様の操作を行い, 塩化物イオン濃度の空試験値 (b) (mg/mL) を求める。

注⁽³⁰⁾ 電位こう配とは塩化物イオン濃度が10倍変化したときの電位変化のことをいい, 塩化物イオン電極の場合は通常25℃で55~57mV である。

7.3.6 計算 次の式によって, 試料ガス中の塩化水素濃度を算出する。

$$C_V = \frac{0.632 \times (a - b) \times 250}{V_S} \times 1000$$

$$C_w = \frac{1.03 \times (a - b) \times 250}{V_s} \times 1000$$

$$C_w = C_v \times 1.63$$

- 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の質量濃度 (mg/m³)
 - a : 7.3.5 操作 a) で求めた塩化物イオンの濃度 (mg/mL)
 - b : 7.3.5 操作 b) の空試験で求めた塩化物イオンの濃度 (mg/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})
 - 0.632: 塩化物イオン (Cl⁻) 1mg 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⁻) 1mg に相当する塩化水素 (HCl) の質量 (mg)
 - 1.63: 塩化水素 1volppm に相当する塩化水素 (HCl) としての質量濃度 (mg/m³)

7.4 イオン電極連続分析法

7.4.1 適用条件 この方法は、試料ガス中に他のハロゲン化物、シアン化物、硫化物など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。

7.4.2 試薬及び試薬溶液の調製

7.4.2.1 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) フタル酸水素カリウム JIS K 8809 に規定するもの。
- c) 塩化ナトリウム JIS K 8005 に規定する容量分析用標準物質。

7.4.2.2 試薬溶液の調製 試薬溶液の調製は、次による。

- a) フタル酸塩緩衝液 フタル酸水素カリウム 10.2g を水に溶かして 1L とする。
- b) 吸収液 フタル酸塩緩衝液又は水⁽¹⁾を用いる。
- c) 校正用等価液 次による。

1) ゼロ校正用等価液 b) の吸収液を用いる。

2) スパン校正用等価液 塩化ナトリウムを吸収液に溶かし、指示値が最大目盛長の約 90% になるように調節する。

注⁽¹⁾ 吸収液として水を用いても試料ガス中の共存物質の溶解によって一定の導電性及び pH 緩衝作用が生じるが、この場合には、あらかじめ試料ガス組成の変動などを考慮し、支障がないことを確認しておく必要がある。

7.4.3 装置 装置は、次による。

- a) 試料ガス採取部 図 3 に例示する。採取管、ろ過材及び導入管からなり、次の条件を備えていなければならない。

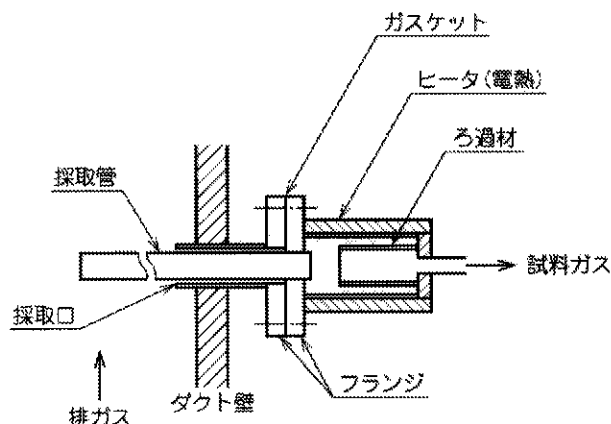


図3 試料採取部構成の一例

- 1) 採取管の材質は、排ガス中の塩化水素その他の共存ガスによって腐食されない材質、例えば、チタン管などを用いる。
 - 2) ろ過材は、ガス成分と反応しない材質、例えば、ガラスファイバなどを用いる。
 - 3) 試料ガス中の水分が凝縮することを防ぐため、採取管、ろ過材及び導管を 120℃以上に加熱保温する。
- b) **連続測定装置** 連続測定装置の基本的構成の一例を図4に示す。次の事項を確認しなければならない。
- 1) 試料ガスと吸収液との体積混合比は、測定精度に直接影響するので、両者の流量が一定に保たれていることを定期的に確認する。
 - 2) 塩化物イオン電極の性能が変化していないことを、校正用等価液を用いて定期的に確認する。
- 7.4.4 **測定操作** 測定操作は、取扱説明書に従って行う。

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 **排ガス分析値のまとめ方** 7.4 のイオン電極連続分析法を除き、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。

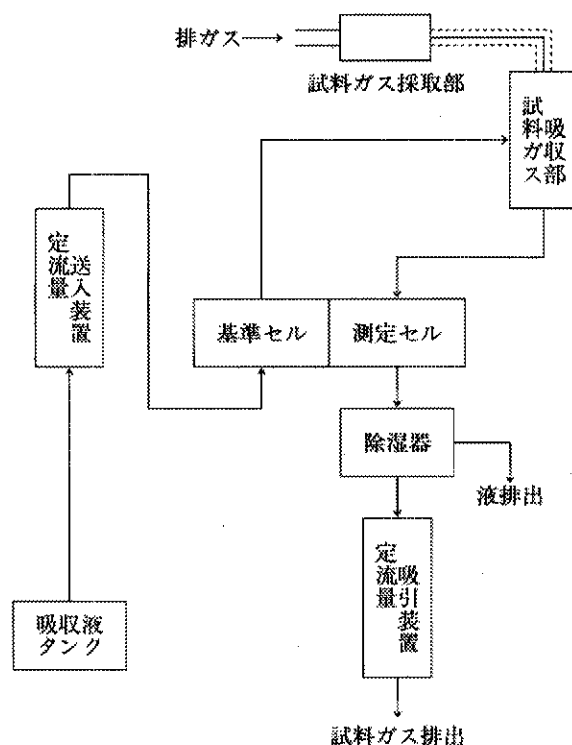


図 4 連続測定装置の基本的構成の一例

付表 1 引用規格

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 0095	排ガス試料採取方法
JIS K 0103	排ガス中の硫黄酸化物分析方法
JIS K 0104	排ガス中の窒素酸化物分析方法
JIS K 0106	排ガス中の塩素分析方法
JIS K 0115	吸光光度分析方法通則
JIS K 0122	イオン電極測定方法通則
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 8032	アセトニトリル（試薬）
JIS K 8223	過塩素酸（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 8371	酢酸ナトリウム三水和物（試薬）

- JIS K 8541** 硝酸 (試薬)
- JIS K 8548** 硝酸カリウム (試薬)
- JIS K 8550** 硝酸銀 (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 8723** ニトロベンゼン (試薬)
- JIS K 8809** フタル酸水素カリウム (試薬)
- JIS K 8830** ウラニン (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 8891** メタノール (試薬)
- JIS K 8951** 硫酸 (試薬)
- JIS K 8962** 硫酸カリウム (試薬)
- JIS K 8982** 硫酸アンモニウム鉄 (III) ・ 12 水 (試薬)
- JIS K 8987** 硫酸ナトリウム (試薬)
- JIS K 9000** チオシアン酸アンモニウム (試薬)
- JIS K 9519** チオシアン酸水銀 (II) (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

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

单位 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

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) イオンクロマトグラフ法による塩化水素及び 硫黄酸化物の同時分析方法

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、排ガス中の塩化水素及び硫黄酸化物を同時に分析する方法について規定する。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 1 表 1 による。

附属書 1 表 1 分析方法の概要

要旨	試料採取	定量範囲 volppm (mg/m ³)	
		塩化水素	硫黄酸化物
試料ガス中の塩化水素と硫黄酸化物を吸収瓶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。	吸収瓶法	0.4~79 ^(f)	1~110 ^(f)
	吸収液：過酸化水素水 (1+9)	(0.6~13)	(3~310)
	液量：25mL ^(f) ×2 本	6.3~160 ^(f)	2.5~275 ^(f)
	又は 50mL ^(f) ×2 本 標準採取量：20L	(10~260)	(7.5~775)

注^(f) 容量100mL の吸収瓶を用いたときの吸収液量。

^(f) 容量 250mL の吸収瓶を用いたときの吸収液量。

^(f) 試料ガスを通した吸収液 50mL を 100mL 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。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。

^(f) 試料ガスを通した吸収液 100mL を 250mL 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。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。

備考 この方法は、JIS K 0103 の附属書 4 (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、本体 5.1 による。

3.2 試薬及び試薬溶液の調製 本体 5.2 に規定された試薬でイオンクロマトグラフ法で用いるものによる。

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

3.3 器具及び装置 本体 5.3 による。

3.4 採取操作 本体 5.4 による。

3.5 分析用試料溶液の調製 排ガス中の塩化水素及び硫黄酸化物を同時に 3.2a) の吸収液に捕集した後、本体 6.a) の方法で調製する。

3.6 試料ガス採取量の算出 本体 5.5 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 特に定めがなければ、本体 7.1.2.1 に規定された試薬を用いる。

a) 過酸化水素水 JIS K 8230 に規定するもの。

b) 硫酸イオン標準液 (1 000mg/L) JIS K 0028 に規定する種別 SO_4^{2-} 1 000 のもの。

4.1.2 試薬溶液の調製 試薬溶液の調製は、次による。

a) 溶離液 本体 7.1.2.2.1 による。

b) 再生液(除去液) 本体 7.1.2.2.2 による。

c) 硫酸イオン標準原液 (1mg/mL) JIS K 0103 の 6.2.2b)3)による。

d) 硫酸イオン標準液 (0.2mg/mL) JIS K 0103 の 6.2.2b)4)による。

e) 塩化物イオン及び硫酸イオン混合標準液 (0.01mg, 0.05mg/mL) 全量フラスコ 100mL に、本体 7.1.2.2.4 の塩化物イオン標準液 (0.1mg/mL) 10mL 及び 4.2.1d) の硫酸イオン標準液 (0.2mg/mL) 25mL を正確にとり、水を標線まで加える。使用時に調製する。これを適宜希釈して使用する。

5. イオンクロマトグラフ 本体 7.1.3 による。

6. 定量操作 定量操作は、次による。

a) 本体 7.1.4 によって操作する。

b) 試料導入器を用いて 3.5 で調製した分析用試料溶液の一定量 (10~250 μ L) 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塩化物イオンと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によって作成した検量線から、分析用試料溶液中の塩化物イオン (mg/mL) と硫酸イオン (mg/mL) の濃度を求める。

e) 全量フラスコ 100mL に 3.2a)で調製した吸収液 50mL 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、塩化物イオン (mg/mL) と硫酸イオン (mg/mL) の空試験値を求める⁶⁾。

注⁶⁾ 容量250mL の吸収瓶を用いた場合には、全量フラスコ250mL に吸収液100mL をとり、水を標線まで加えた後、同様の操作を行う。

7. 検量線の作成 4.1.2e)の塩化物イオン及び硫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。

8. 計算 次によって、試料ガス中の塩化水素及び硫黄酸化物の濃度を算出する。

a) 試料ガス中の塩化水素濃度は、本体 7.1.6 の式を用いて算出する。

b) 次の式によって、試料ガス中の硫黄酸化物濃度を算出する。

$$C_V = \frac{0.233 \times (a - b) \times 100}{V_S} \times 1000$$

$$C_W = \frac{0.667 \times (a - b) \times 100}{V_S} \times 1000$$

$$C_w = C_v \times 2.86$$

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 : 6.操作 c)で求めた硫酸イオンの濃度 (mg/mL)
 b : 6.操作 d)の空試験で求めた硫酸イオンの濃度 (mg/mL)
 V_s : 本体 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})
100 : 本体 6.a) で分析用試料溶液の全量を 100mL とした場合⁽⁶⁾
0.233 : 硫酸イオン (SO_4^{2-}) 1mg 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-}) 1mg に相当する二酸化硫黄 (SO_2) としての質量 (mg)
2.86 : 硫黄酸化物 1volppm に相当する二酸化硫黄 (SO_2) としての質量濃度 (mg/m^3)
注⁽⁶⁾ 本体 6.a) で分析用試料溶液の全量を 250mL とした場合は, 250 とする。

附属書 2（規定） イオンクロマトグラフ法による塩化水素、硫黄酸化物及び窒素酸化物の同時分析方法

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、排ガス中の塩化水素、硫黄酸化物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。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 2 表 1 による。

附属書 2 表 1 分析方法の概要

要旨	試料採取	定量範囲 volppm (mg/m ³)		
		塩化水素	硫黄酸化物	窒素酸化物
試料ガス中の塩化水素、硫黄酸化物、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：20mL 標準採取量：1L	4～600 ^(a) (7～970)	5～1 100 ^(a) (14～3 100)	4～1 400 ^(a) (8～2 900)
	注射筒法 吸収液：過酸化水素水 (1+9) 液量：20mL ^(b) 標準採取量：400mL ^(b) 150mL ^(c)	20～3 000 ^(a) (35～4 850)	25～5 500 ^(a) (70～15 500)	20～7 000 ^(a) (40～14 500)

注^(a) 容量500mL の注射筒を用いたときの試料ガス採取量。

^(b) 容量 200mL の注射筒を用いたときの試料ガス採取量。

^(c) 試料ガスを捕集した吸収液 (20mL) を 100mL 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ができる。

備考 この方法は、JIS K 0104 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.（試料ガス採取方法）による。

3.2 試薬及び試薬溶液の調製 本体 7.1.2 に規定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 に規定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 10mL をとり、水 990mL 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 排ガス中の塩化水素、硫黄酸化物及び窒素酸化物を同時に 3.2a) の吸収液に捕集した後、JIS K 0104 の 4.1.4c)（イオンクロマトグラフ法の場合）又は 4.2.4c)（イオンクロマトグラフ法の場合）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（試料ガス採取量）又は 4.2.5（試料ガスの採取量）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 7.1.2.1, JIS K 0103 の 6.2.2 (試薬及び試料溶液の調製) 及び JIS K 0104 の 5.3 (イオンクロマトグラフ法) に規定された試薬を用いる。

- a) 硫酸イオン標準液 (1 000mg/L) JIS K 0028 に規定する種別 SO_4^{2-} 1000 のもの。
- b) 硝酸イオン標準液 (1 000mg/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 000mg/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 7.1.2.1, JIS K 0103 の 6.2.2 (試薬及び試料溶液の調製) 及び JIS K 0104 の 5.3.1 (試薬及び試料溶液の調製) による。

- a) 溶離液 本体 7.1.2.2.1 による。
- b) 再生液 (除去液) 本体 7.1.2.2.2 による。
- c) 硫酸イオン標準原液 (1mg/mL) JIS K 0103 の 6.2.2b)3) による。
- d) 硫酸イオン標準液 (0.2mg/mL) JIS K 0103 の 6.2.2b)4) による。
- e) 硝酸イオン標準原液 (1mg/mL) JIS K 0104 の 5.3.1b)3) による。
- f) 硝酸イオン標準液 (0.1mg/mL) JIS K 0104 の 5.3.1b)4) による。
- g) 亜硝酸イオン標準原液 (1mg/mL) JIS K 0104 の 5.3.1b)5) による。
- b) 亜硝酸イオン標準液 (0.1mg/mL) JIS K 0104 の 5.3.1b)6) による。
- i) 塩化物イオン、硫酸イオン及び硝酸イオン混合標準液 (0.01mg, 0.05mg, 0.04mg/mL) 全量フラスコ 100mL に、本体 7.1.2.2.4 の塩化物イオン標準液 (0.1mg/mL) 10mL 及び 4.1.2d) 硫酸イオン標準液 (0.2mg/mL) 25mL 及び 4.1.2.f) 硝酸イオン標準液 (0.1mg/mL) 40mL を正確にとり、水を標線まで加える。使用時に調製する^(*)。これを適宜希釈して使用する。

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

5. イオンクロマトグラフ 本体 7.1.3 による。

6. 定量操作 次のとおり行う。

- a) 本体 7.1.4 によって操作する。
- b) 試料導入器を用いて本体 6.a) で調製した分析用試料溶液の一定量 (10~250 μ L) 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塩化物イオン、硫酸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) 7.によって作成した検量線から、塩化物イオン (mg/mL) と硫酸イオン (mg/mL) 及び硝酸イオン (mg/mL) の濃度を求める^(*)。
- e) 全量フラスコ 100mL に 3.2a) で調製した吸収液 20mL 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、塩化物イオン (mg/mL)、硫酸イオン (mg/mL) 及び硝酸イオン (mg/mL) の空試験値を求める^(*)。

注^(*) 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。

7. 検量線の作成 4.1.2i) の塩化物イオン、硫酸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。

8. 計算 次の式によって、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算出する。

a) 試料ガス中の塩化水素濃度は、本体 7.1.6 の式を用いて算出する。

b) 試料ガス中の硫黄酸化物濃度は、附属書 1 の 8.又は JIS K 0104 附属書（規定）の 5.6b)1)（硫黄酸化物濃度）の式を用いて算出する。

c) 次の式によって、試料ガス中の窒素酸化物の濃度を算出する。

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

$$C_W = \frac{[0.742 \times (a_1 - b_1) + 0.487 \times (a_2 - b_2)] \times 100}{V_S} \times 10^6$$

$$C_W = C_V \times 2.05$$

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 : 6.操作 d)で求めた硝酸イオンの濃度 (mg/mL)

b_1 : 6.操作 e)の空試験で求めた硝酸イオンの濃度 (mg/mL)

a_2 : 6.操作 d)で求めた亜硝酸イオンの濃度 (mg/mL)⁽⁶⁾

b_2 : 6.操作 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 : 本体 6.a) で分析用試料溶液の全量を 100mL とした場合

0.361 : 硝酸イオン (NO₃⁻) 1mg 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⁻) 1mg 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⁻) 1mg 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⁻) 1mg に相当する酸化窒素 (NO₂) としての質量 (mg)

2.05 : 窒素酸化物 1volppm 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 3 (規定) チオシアン酸水銀 (II) 吸光光度法

1. 適用範囲 この附属書は、チオシアン酸水銀 (II) 吸光光度法によって、排ガス中の塩化水素を分析する方法について規定する。この方法は、試料ガス中に二酸化硫黄、他のハロゲン化物、シアン化物、硫化物など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。

排ガス中の塩素の影響が無視できない場合は、**本体 7.3 イオン電極法の 7.3.1 適用条件の備考**を参照する。

2. 分析方法の種類及び概要 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)
試料ガス中の塩化水素を水酸化ナトリウム溶液に吸収させた後、チオシアン酸水銀 (II) 溶液と硫酸アンモニウム鉄 (III) 溶液を加えて発色させ、吸光度 (460nm) 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 液量 : 50mL ⁽¹⁾ × 2 本 標準採取量 : 40L	2~80 ⁽²⁾ (3~130)

注⁽¹⁾ 容量250mLの吸収瓶を用いたときの吸収液量。

⁽²⁾ 試料ガスを通した吸収液 100mL を 250mL に希釈して分析用試料溶液とした場合。

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 試薬及び試薬溶液の調製 試薬及び試薬溶液の調製は、次による。

a) 水 JIS K 0557 に規定する種別 A2 のもの。

b) 水酸化ナトリウム JIS K 8576 に規定するもの。

c) 吸収液 [水酸化ナトリウム (0.1mol/L)] 水酸化ナトリウム 4.0g をはかりとり、水に溶かして 1L とする。

3.3 器具及び装置 **本体 5.3** による。

3.4 採取操作 **本体 5.4** による。

3.5 分所用試料溶液の調製 排ガス中の塩化水素を **3.2c)**の吸収液に捕集した後**本体 6.b)**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 5.5** 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 試薬は、次による。

a) 水 JIS K 0557 に規定する種別 A2 のもの。

b) 過塩素酸 JIS K 8223 に規定するもの。

- c) チオシアン酸水銀 (II) JIS K 9519 に規定するもの。
- d) 硫酸アンモニウム鉄 (III) ・ 12 水 JIS K 8982 に規定するもの。
- e) メタノール JIS K 8891 に規定するもの。
- f) 塩化ナトリウム JIS K 8005 に規定する容量分析用標準物質。
- g) 塩化物イオン標準液 (1 000mg/L) JIS K 0029 に規定する種別 Cl^- 1000 のもの。
- b) 吸収液 [水酸化ナトリウム (0.1mol/L)] 3.2c) で調製したもの。

4.1.2 試薬溶液の調製 試薬溶液の調製は、次による。

- a) チオシアン酸水銀 (II) メタノール溶液 チオシアン酸水銀 (II) 0.4g をメタノール 100mL に溶かす。褐色瓶に保存する。
- b) 硫酸アンモニウム鉄 (III) 溶液 硫酸アンモニウム鉄 (III) ・ 12 水 6.0g を過塩素酸 (1+2) 100mL に溶かす。褐色瓶に保存する。
- c) 塩化物イオン標準原液 (1mg/mL) 4.1.1g) の塩化物イオン標準液 (1 000mg/L) のもの。又は容量分析用標準物質の塩化ナトリウムをあらかじめ約 600℃ で約 1 時間加熱し、デシケータ中で放冷する。その 1.648g をはかりとり、少量の水に溶かす。全量フラスコ 1 000mL に水で洗い移し、水を標線まで加える。
- d) 塩化物イオン標準液 (0.02mg/mL) 全量フラスコ 1 000mL に c) で調製した塩化物イオン標準原液 (1mg/mL) を正確に 20mL とり、水を標線まで加える。使用の都度調製する。

5. 装置 装置は、次による。

- a) 分光光度計又は光電光度計

6. 定量操作 次による。

- a) 共栓付試験管に 3.5 で調製した分析用試料溶液 5mL をとる。
- b) 硫酸アンモニウム鉄 (III) 溶液 2mL とチオシアン酸水銀 (II) メタノール溶液 1mL 及びメタノール 10mL を加えて栓をして振り混ぜる。
- c) 約 20℃ で 5～30 分の間に吸収セル 10mm に移し、波長 460nm 付近における吸光度を測定する。
- d) 7.によって作成した検量線から塩化物イオン (Cl^-) の量 (mg) を求める^(*)。
- e) 共栓付試験管に吸収液を 2mL とり、水を加えて 5mL とし、b)～d) に準じて操作し、空試験値 (mg) を求める。

注^(*) 使用済み吸収発色液には、水銀化合物が含まれているので、廃液の処理には特に注意が必要である。

7. 検量線の作成 検量線の作成は、次による。

- a) 数個の共栓付試験管に塩化物イオン標準液 (0.02mg/mL) 0～5mL を段階的にとり、水を加えて 5mL とする。
- b) 6.の b)～c) の操作を行う。吸光度の測定は、塩化物イオン標準液を含まないものについて操作した液を対象とする。
- c) 塩化物イオンの量 (mg) と吸光度との関係線を作成する。

8. 計算 次の式によって、試料ガス中の塩化水素の濃度を算出する。

$$C_V = \frac{0.632 \times (a - b) \times 250 / 5}{V_S} \times 1000$$

$$C_W = \frac{1.03 \times (a - b) \times 250 / 5}{V_S} \times 1000$$

$$C_W = C_V \times 1.63$$

- 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の質量濃度 (mg/m³)
 - a : 6.操作 d)で求めた塩化物イオンの濃度 (mg)
 - b : 6.操作 e)の空試験で求めた塩化物イオンの濃度 (mg)
 - V_S : 本体 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})
 - 0.632 : 塩化物イオン (Cl⁻) 1mg 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⁻) 1mg に相当する塩化水素 (HCl) の質量 (mg)
 - 1.63 : 塩化水素 1volppm に相当する塩化水素 (HCl) としての質量濃度 (mg/m³)

日本工業標準調査会標準部会 環境・資源循環専門委員会 構成表

	氏名	所属
(委員長)	二 瓶 好 正	東京理科大学理工学部
(委員)	間 邦 彦	日本製紙連合会
	稲 葉 敦	独立行政法人産業技術総合研究所
	指 宿 堯 嗣	独立行政法人産業技術総合研究所
	今 城 高 之	社団法人日本自動車工業会
	大 谷 郁 二	社団法人プラスチック処理促進協会
	川 合 正 剛	社団法人日本化学工業協会
	久 米 猛	財団法人化学物質評価研究機構
	小 林 珠 江	株式会社西友
	酒 井 伸 一	独立行政法人国立環境研究所
	佐 野 真理子	主婦連合会
	竹 居 照 芳	日本経済新聞社
	辰 巳 菊 子	社団法人日本消費生活アドバイザー・コンサルタント協会
	永 田 勝 也	早稲田大学理工学部
	中 山 哲 男	社団法人産業環境管理協会
	服 部 重 彦	社団法人日本分析機器工業会
	福 田 輝 夫	社団法人日本電機工業会
	松 田 美夜子	生活環境評論家リサイクル研究家（富士常葉大学環境防災学部）
	山 岸 千 丈	社団法人日本建材産業協会
	山 田 範 保	環境省大臣官房