

排ガス中の硫化水素分析方法

Analytical Methods for Determination of
Hydrogen Sulfide in Exhaust Gas

1. **適用範囲** この規格は、排ガス中の硫化水素を分析する方法について規定する。

備考 この規格の中で { } を付けて示してある単位及び数値は、国際単位系 (SI) によるものであって、**参考**として併記したものである。

2. **共通事項** 共通事項は、JIS K 0050 (化学分析通則)、JIS K 0095 (排ガス試料採取方法)、JIS K 0113 (電位差・電流・電量滴定方法通則)、JIS K 0114 (ガスクロマトグラフ分析のための通則) 及び JIS K 0122 (イオン電極方法通則) による。

3. **分析方法の種類** 分析方法是、硝酸銀電位差滴定法、イオン電極法、メチレンブルー吸光光度法及びガスクロマトグラフ法の4種類とする。

4. **硝酸銀電位差滴定法**

4.1 **概要** 排ガスを吸収液に吸収させた後、硝酸銀メタノール溶液を用いて電位差滴定を行い、硫化水素を定量する。定量範囲は、試料ガス採取量 20l の場合、試料ガス中の硫化水素濃度 10～500ppm である。

4.2 **試薬** 試薬は、次のとおりとする。

(1) **吸収液** JIS K 8574 [水酸化カリウム (試薬)] に規定する水酸化カリウムの特級 60g を水 50ml に溶かした後、メスフラスコ 1 000ml に移し、JIS K 8891 [メタノール (メチルアルコール) (試薬)] に規定するメタノールの特級を標線まで加えたもの。

(2) **アンモニア水 (1+14)** JIS K 8085 [アンモニア水 (試薬)] に規定するアンモニア水の特級を用いて調製したもの。

(3) **N/100 塩化ナトリウム溶液** JIS K 8005 (容量分析用標準試薬) に規定する塩化ナトリウムを 130～150℃で3時間加熱乾燥し冷却後、5.844g をとり、水 約 20ml に溶かした後、メスフラスコ 100ml に移し、水を標線まで加える。更に、この溶液 10ml をメスフラスコ 100ml に分取し、水を標線まで加えたもの。

(4) **N/100 硝酸銀メタノール溶液** JIS K 8550 [硝酸銀 (試薬)] に規定する硝酸銀の特級 0.17g をとり、JIS K 8891 に規定するメタノールの特級 100ml を加え完全に溶かした後、メタノールを標線まで加えたもの。この溶液の標定は次による⁽¹⁾。

N/100 塩化ナトリウム溶液 10ml をビーカー250ml に正確にとり、メタノール約 40ml を加え、イオン電極及び参照電極⁽²⁾を浸し、N/100 硝酸銀溶液で電位差滴定を行う。横軸に N/100 硝酸銀溶液添加

量 (ml), 縦軸に電位差 (V) をとり, 対応する数値を方眼紙上にプロットし, 滴定曲線を作成する。滴定曲線から滴定に要した N/100 硝酸銀溶液の量 (ml) を求め, 次の式によってファクター (f) を算出する。

$$f = \frac{b}{a}$$

ここに, f : ファクター
 a : 滴定に要した N/100 硝酸銀溶液の量 (ml)
 b : N/100 塩化ナトリウム溶液の量 (ml)

注(1) 電位差滴定の代わりに, 吸着指示薬滴定を用いてもよい。

(2) 滴定液中に塩化カリウム溶液が入らないように, 硝酸カリウムの塩橋を用いるか, 又は二重液絡形の電極を用いる。

(5) メタノール JIS K 8891 に規定する特級のものを。

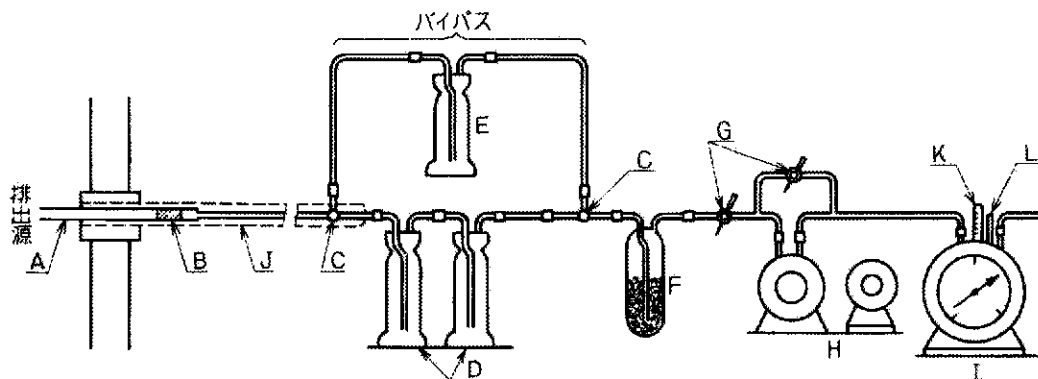
(6) 酢酸鉛紙

4.3 装置及び器具 装置及び器具は, 次のとおりとする。

(1) 試料ガス採取装置 試料ガス採取装置は, 図 1 に示す機構をもち, 次の条件を備えたものとする。

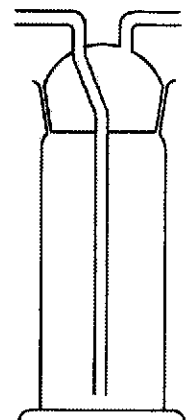
- (a) 試料ガス採取管は, 排ガス中の硫化水素により腐食されないような材質のもの, 例えばガラス管, 石英管, ふっ素樹脂管, ステンレス鋼管を用いる。
- (b) 試料ガス中にダストが混入することを防ぐため, 試料ガス採取管の適当な箇所, ろ過材 (例えば無アルカリガラスウール, ガラスフィルター) を入れる。
- (c) 試料ガス中の水分が凝縮することを防ぐために, 配管はできるだけ短くし, 試料ガス採取管及び試料ガス採取管から吸収びんの間を 120℃以上に加熱する。ただし, 水分が凝縮するおそれがない場合は, 加熱を省略してもよい。
- (d) 吸収びんは図 2 のものを用い, 直射日光を避けて置く。

図 1 試料ガス採取装置 (一例)



- | | | |
|---|-------------------------|--------|
| A: 試料ガス採取管 | F: トラップ (ガラスウール充てん) | J: ヒータ |
| B: ろ過材 | G: 流量調節バルブ (コック) | K: 温度計 |
| C: 三方コック | H: 密閉式吸引ポンプ (1~5 l/min) | L: 圧力計 |
| D: 吸収びん | I: 湿式ガスメータ (1回転1~5 l) | |
| E: 洗浄びん [水酸化ナトリウム (20% v/v) 50 ml を入れる] | | |

図 2 吸収びん（一例）



(2) **電位差計** 高入力抵抗 ($10^{10}\Omega$ 以上) のもので、+600mV から -600mV の範囲の電位変化を 1mV まで正確に読み取ることのできる装置（例えば、デジタル式 pH-mV 計又は目盛拡大付 pH-mV 計）。

(3) **イオン電極** 硫化銀形銀イオン電極。

(4) **参照電極** 銀-塩化銀電極又は飽和カロメル電極。

4.4 試料ガスの採取及び分析用試料溶液の調整 試料ガスの採取及び分析用試料溶液の調製は、次のとおりとする。

- (1) 試料ガスの採取位置は、代表的な排ガスが容易に採取できる位置とする。
- (2) 吸収びんを 2 個用意し、それぞれに吸収液 50ml を入れる。
- (3) 吸収びんに試料ガスを導入する前に、バイパスなどを用いて導管中を試料ガスで十分に置換する。
- (4) 試料ガス採取量及び吸引速度は、表 1 による。

表 1 試料ガス採取量及び吸引速度

採取量と吸引速度 硫化水素濃度	採取量 l	吸引速度 l/min
100ppm 未満	20～30	約 1
100～1 000ppm	10～20	約 1

- (5) 採取ガス量の測定と同時に、温度及び圧力を測っておく。
- (6) 試料ガスの吸引終了後、吸収びん内の溶液をメスフラスコ 200ml に吸収液で洗い移し、更に吸収液を標線まで加えて、これを分析用試料溶液とする⁽⁴⁾。

注⁽⁴⁾ 操作は、すべて直射日光を避けて行う。

4.5 操作

4.5.1 滴定 滴定は、次のとおり行う。

- (1) 分析用試料溶液の適量⁽⁴⁾をビーカー250ml に分取する。
注⁽⁴⁾ 酢酸鉛紙の変色が暗褐色の場合1～5ml、褐色の場合5～15ml、淡褐色の場合25～50ml をとる。
- (2) アンモニア水 (1+14) 2.5ml⁽⁵⁾を加えた後、全量を水で約 50ml とする。
注⁽⁵⁾ アンモニア水の最終濃度を N/20に調整する。
- (3) イオン電極及び参照電極⁽⁵⁾を浸し、これらを電位差計に接続し、電位が安定した後、N/100 硝酸銀メタノール溶液をビュレットから滴下する。
- (4) このときの滴下量に対応する電位差を読み取り、この操作を滴定終点を過ぎるまで続ける。
- (5) 空試験として吸収液を(1)でとった分析用試料溶液と同量だけビーカー250ml にとる。

(6) (2)～(4)の操作を行う。

4.6 作図 作図は、次のとおり行う。

(1) 硫化水素濃度が 100ppm 以上の場合

- (a) 試料溶液及び空試験溶液について、横軸に N/100 硝酸銀メタノール溶液添加量 (a_x)、縦軸に電位差 (E) をとり、対応する数値を方眼紙上にプロットして、滴定曲線を作成する。
- (b) 作図によって滴定曲線を求め、それぞれ試料溶液及び空試験溶液に対する滴定に要した N/100 硝酸銀メタノール溶液の量 (a 及び b) とする。

(2) 硫化水素濃度 100ppm 未満の場合 (グランプロット法)

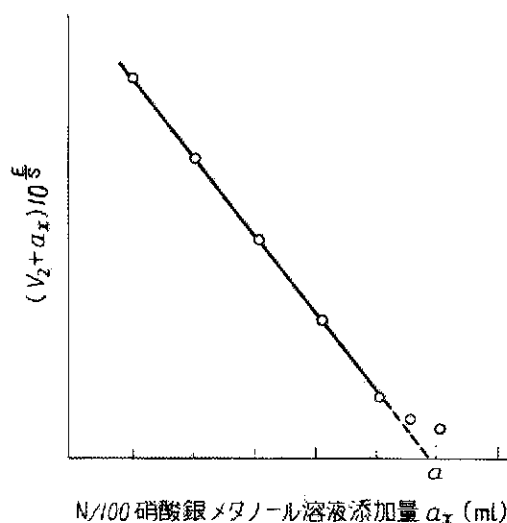
- (a) N/100 硝酸銀メタノール溶液添加量 (a_x) と、これに対応する電位差 (E) ($V_2 + a_x$) $10^{\frac{E}{S}}$ を計算する⁽⁶⁾。

注⁽⁶⁾ V_2 は試料溶液分取量, S は硫化銀イオン電極の電位こう配で、滴定に使用した N/100硝酸銀溶液の電位差 (E_1) とその10倍希釈溶液の電位差 (E_2) との差 ($|E_1 - E_2|$)。通常, 25°Cで57～59mV である。

- (b) 横軸に a_x (ml), 縦軸に ($V_2 + a_x$) $10^{\frac{E}{S}}$ をとり、対応する数値を方眼紙上にプロットして各点を通る直線を引く。
- (c) この直線を延長して横軸と交わる点を求めて滴定終点とし、滴定に要した N/100 硝酸銀溶液の量 (a) を求める⁽⁷⁾。

注⁽⁷⁾ この場合は、空試験は行わない。

図3 グランプロット法 (一例)



4.7 計算 次の式によって、排ガス中の硫化水素濃度を算出し、有効数字2けたに丸める。

$$C = \frac{0.112 \times (a - b)}{V_s \times r} \times f \times 1000$$

ここに、

C : 排ガス中の硫化水素の濃度 (ppm)

a : 4.5 で求めた N/100 硝酸銀メタノール溶液の量 (ml)

b : 4.5 で求めた空試験値 (ml)

V_s : 4.4 で求め, JIS K 0095 の 4.1.4 で換算した試料ガス採取量 (l)

r : 分取比 [分析用試料溶液の量 (ml) に対する分取した液量 (ml) の比]

f : N/100 硝酸銀メタノール溶液のファクター

0.112: N/100 硝酸銀メタノール溶液 1ml は, 0.112ml の硫化水素に相

当する。

5. イオン電極法

5.1 概要 排ガスを吸収液に吸収させた後、イオン電極を用いてその電位差を測定し、硫化水素を定量する。定量範囲は、試料ガス採取量 1l の場合、試料ガス中の硫化水素濃度 0.05~1 000ppm である。

5.2 試薬 試薬は、次のとおりとする。

- (1) **吸収液** JIS K 8576 [水酸化ナトリウム (試薬)] に規定する水酸化ナトリウムの特級 4g, JIS K 8295 [グリセリン (試薬)] に規定するグリセリンの特級 200ml, JIS K 8107 [エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム (試薬)] に規定するエチレンジアミン四酢酸二ナトリウムの特級 4g 及び JIS K 9502 [L-アスコルビン酸 (試薬)] に規定する L-アスコルビン酸の特級 10g を水に溶かして 1l としたもの。
- (2) **硫化物イオン検量線用原液** JIS K 8949 [硫化ナトリウム (試薬)] に規定する硫化ナトリウムの特級 3g, JIS K 8295 に規定するグリセリンの特級 200ml, JIS K 8576 に規定する水酸化ナトリウムの特級 4g を水に溶かして 1l としたもの。

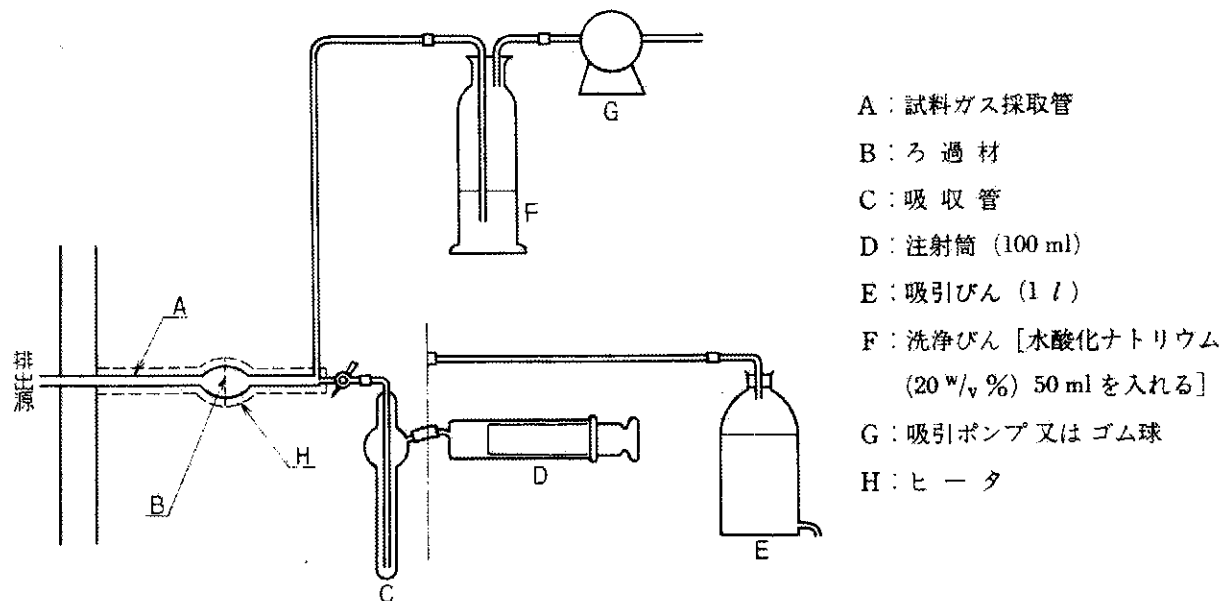
この原液の濃度は、4.の方法によって求める。

5.3 装置及び器具 装置及び器具は、次のとおりとする。

- (1) **試料ガス採取装置** 試料ガス採取装置は、試料ガス採取量が 1l 以上の場合は図 1, 1l 未満の場合は図 4 に示す機構をもつものとし、4.3(1)(a)~(c)の条件を備えたものとする。

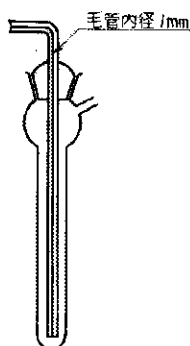
また、吸引びんは試料ガス採取量が 1l 以上の場合は図 2, 1l 未満の場合は図 5 のものを用い、直射日光を避けて置く。

図 4 試料ガス採取装置 (一例)



備考 Eを用いる場合はCとEを接続する。

図 5 吸収びん（一例）



- (2) 電位差計 4.3(2)と同じ。
- (3) イオン電極 4.3(3)と同じ。
- (4) 参照電極 4.3(4)と同じ。ただし、液絡部は、二重液絡形とする。
- (5) マグネチックスターラ

5.4 試料ガスの採取及び分析用試料溶液の調製 試料ガスの採取及び分析用試料溶液の調製は、次のとおりとする。

- (1) 試料ガスの採取位置は、代表的なガスが容易に採取できる位置とする。
- (2) 試料ガス採取量 1l 以上の場合には図 2 の吸収びん 2 個を用意し、それぞれ吸収液 50ml ずつを入れる。
また、試料ガス採取量が 1l 未満の場合は、図 4 の吸収びん 1 個を用意し、吸収液 10ml を入れる。
- (3) 吸収びんに試料ガスを導入する前に、バイパスなどを利用して導管中を試料ガスで十分に置換する。
- (4) 試料ガス採取量及び吸引速度は、表 2 による。

表 2 試料ガス採取量及び吸引速度

採取量と吸引速度 硫化水素濃度	採取量 l	吸引速度 l/min
100ppm 未満	1 ～4.5	約 0.1
100～1 000ppm	0.1～1	約 0.1

- (5) 採取ガス量の測定と同時に温度及び圧力を測定しておく。
- (6) 試料ガスの吸引終了後、吸収びん内の溶液を、図 2 の吸収びんを用いた場合はメスフラスコ 200 ml、図 5 の吸収びんを用いた場合はメスフラスコ 20ml に吸収液で洗い移し、更に吸収液を標線まで加えて、これを分析用試料溶液とする^(*)。

5.5 検量線の作成 検量線の作成は、次のとおりとする。

- (1) 硫化物イオン検量線用原液の適量を 2 個のメスフラスコ 50ml にそれぞれとり、吸収液を標線まで加えて、1mg/l 及び 10mg/l の検量線用溶液を調製する。この溶液 0.50ml をそれぞれ別の 2 個のメスフラスコ 50ml に分取し、吸収液を標線まで加えて、0.01mg/l 及び 0.1mg/l の検量線用溶液を調製する。
- (2) (1)で調製した溶液の一部をそれぞれ乾いたビーカー 50ml に移し、イオン電極及び参照電極を浸し、電位差計に接続した後、一定速度でかき混ぜながら電位差を測定する。
- (3) 片対数方眼紙の対数軸に硫化物イオン濃度、均等軸に電位差をとり、硫化物イオン濃度と電位差との関係をプロットし、検量線を作成する。

5.6 操作 操作は、次の手順によって行う。

- (1) 分析用試料溶液を乾いたビーカー 50ml に移し^(*)、5.5(2)と同様に操作して電位差 (E_0) を測定する。

注^(*) 分析用試料溶液が 200ml の場合はその一部を、20ml の場合はその全量をビーカーに移し、水洗

はしない。

- (2) 5.5 によって作成した検量線から試料溶液中の硫化物イオン濃度の概略値を求め、その濃度の 100～1 000 倍の硫化物イオン検量線用溶液 (Cmg/l) を 5.5(1) に準じて調製する。
- (3) (1) で測定した試料溶液に (2) で調製した硫化物イオン検量線用溶液 0.2ml を加えて (1) と同様に電位差 (E_1) を測定する。
- (4) (3) で測定した溶液に (2) で調製した硫化物イオン検量線用溶液 0.2ml を加えて (3) と同様に電位差 (E_2) を測定し、更に、同様の操作を再度行い、電位差 (E_3) を測定する。

5.7 計算 計算は、次のとおりとする。

- (1) 次の式によって、分析用試料溶液中の硫化物イオン濃度 (a) を求める。

$$a_1 = \frac{C}{101 \times 10^{\frac{\Delta E_1}{S}} - 100}, a_2 = \frac{C}{102 \times 10^{\frac{\Delta E_2}{S}} - 100},$$

$$a_3 = \frac{C}{103 \times 10^{\frac{\Delta E_3}{S}} - 100}, a = \frac{1}{3}(a_1 + a_2 + a_3)$$

ここに、

- a : 試料溶液中の硫化物イオン濃度の測定値の平均値 (mg/l)
- a_1, a_2, a_3 : 試料溶液に硫化物イオン検量線用溶液をそれぞれ 0.2, 0.4, 0.6ml 加えて求めた試料溶液中の硫化物イオン濃度 (mg/l)
- C : 5.6(2) で調製した硫化物イオン検量線用溶液の濃度 (mg/l)
- $\Delta E_1, \Delta E_2, \Delta E_3$: 5.6(1) で求めた電位差 E_0 と 5.6(3), (4) でそれぞれ求めた電位差 E_1, E_2, E_3 との差 ($\Delta E_1 = E_0 - E_1, \Delta E_2 = E_0 - E_2, \Delta E_3 = E_0 - E_3$)
- S : 5.5 で求めた検量線における試料溶液の濃度付近の電位こう配で、10 倍の濃度変化に対する電位差 (V)。

- (2) 次の式によって、排ガス中の硫化水素濃度を算出し、有効数字 2 けたに丸める。

$$C = \frac{0.659 \times a \times v}{V_s}$$

ここに、

- C : 排ガス中の硫化水素の濃度 (ppm)
- a : (1) で求めた分析用試料溶液中の硫化水素濃度の平均値 (mg/l)
- V_s : 5.4 で求め、JIS K 0095 の 4.1.4 で換算した試料ガス採取量 (l)
- 0.659 : 硫化水素 1mg は 0.659ml の硫化水素に相当する。
- v : 5.4(6) で調製した分析用試料溶液量 (ml)

6. メチレンブルー吸光光度法

6.1 概要 排ガスを吸収液に吸収させた後、 p -アミノジメチルアニリン溶液及び塩化鉄 (III) 溶液を加え、生成したメチレンブルーの吸光度を測定し、硫化水素を定量する。定量範囲は、試料ガス採取量 1l の場合、試料ガス中の硫化水素濃度が 5～1 000ppm である。

6.2 試薬 試薬は、次のとおりとする。

- (1) **吸収液** JIS K 8953 [硫酸亜鉛七水和物 (試薬)] に規定する硫酸亜鉛七水和物の特級 5g を水約 500ml に溶かし、JIS K 8576 に規定する水酸化ナトリウムの特級 6g を水約 300ml に溶かした溶液を加える。更に JIS K 8960 [硫酸アンモニウム (試薬)] に規定する硫酸アンモニウムの特級 70g をかき混ぜながら加え、水酸化亜鉛の沈殿が溶けた後、水を加えて全量を 1l としたもの。

- (2) **p-アミノジメチルアニリン溶液** JIS K 8891 に規定したメタノールの特級を用いて再結晶した *p*-アミノジメチルアニリン二塩酸塩 0.2g を JIS K 8951 [硫酸 (試薬)] に規定した硫酸の特級を用いて調製した硫酸 (1+3) 100ml に溶かしたものを。
- (3) **塩化鉄 (III) 溶液** JIS K 8142 [塩化第二鉄 (試薬)] に規定する塩化第二鉄 (六水和物) の特級 1g を JIS K 8951 に規定した硫酸を用いて調製した硫酸 (1+99) 100ml に溶かしたものを。
- (4) **硫化水素検量線用溶液 (0.5 μ lH₂S/ml)** JIS K 8949 に規定する硫化ナトリウムの特級約 1g を水に溶かして 100ml とする。この溶液 10ml をとり、よう素溶液 (N/10) [JIS K 8913 [よう化カリウム (試薬)]] に規定するよう化カリウムの特級 40g に水約 25ml を加えて溶かした後、JIS K 8920 [よう素 (試薬)] に規定するよう素の特級約 13g を加え、更に、水約 1l と JIS K 8180 [塩酸 (試薬)] に規定した塩酸の特級 3 滴を加える。] 25ml 及び JIS K 8180 に規定する塩酸の特級 1ml を加え、栓をして 10 分間放置した後、でんぷん指示薬を加え、JIS K 8637 [チオ硫酸ナトリウム (試薬)] に規定するチオ硫酸ナトリウムの特級を用いて調製した N/10 チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する (滴定値 *a*)。別に空試験 (滴定値 *b*) を行う硫化ナトリウム溶液 $\left\{ \frac{89.3}{(b-a)f} \right\}$ ml (*f* は N/10 チオ硫酸ナトリウム溶液のファクター) をとり、水で 100ml とした後、更にその 5ml を分取し吸収液を加えて 1l とし、これを硫化水素検量線用溶液とする。この方法の代わりに 4.の方法によってこの溶液の濃度を求めてもよい。

6.3 装置 装置は、次のとおりとする。

(1) 試料ガス採取装置 5.3(1)と同じ。

(2) 光電分光光度計又は光電光度計

6.4 試料ガスの採取及び分析用試料溶液の調整 試料ガスの採取及び分析用試料溶液の調製は、次のとおりとする。

(1) 5.4(1)～(3)の操作を行う。

(2) 試料ガス採取量及び吸引速度は、表 3 のとおりとする。

表 3 試料ガス採取量及び吸引速度

採取量と吸引速度 硫化水素濃度	採取量 l	吸引速度 l/min
100ppm 未満	1 ～10	0.1～0.5
100～1 000ppm	0.1～ 1	0.1～0.5

(3) 5.4(5), (6)の操作を行う。調製した溶液中の硫化水素の濃度が 0.5 μ l/ml 以上の場合、溶液の一部をとり、吸収液で更に薄めて分析用試料溶液とする(°)。

6.5 操作 操作は、次の手順によって行う。

(1) 分析用試料溶液 20ml をメスフラスコ 25ml に分取する。

(2) *p*-アミノジメチルアニリン溶液 2ml を加え、栓をして静かに転倒して液を混ぜ(°), 直ちに塩化鉄 (III) 溶液 1ml を加え、再び栓をして静かに転倒して液を混ぜた後(°), 水を標線まで加える。

注(°) 振り混ぜてはいけない。

(3) 常温付近の一定温度で 30 分間放置する。

(4) 溶液の一部を吸収セルに移し、波長 670nm 付近の吸光度を測定する。対照液は、吸収液 20ml をメスフラスコ 25ml にとり、(2), (3)の操作を行ったものを用いる。

(5) あらかじめ作成した検量線から硫化水素の体積を求める。

6.6 検量線の作成 硫化水素検量線用溶液 5～20ml を数個のメスフラスコ 25ml に段階的にとり、6.5(2)～(4)の操作を行い、硫化水素量 (μ l) と吸光度との関係線を作成する

6.7 計算 次の式によって、排ガス中の硫化水素濃度を算出し、有効数字2けたに丸める。

$$C = \frac{A}{V_s \times r}$$

ここに、
C: 排ガス中の硫化水素の濃度 (ppm)
A: 検量線から求めた硫化水素の体積 (μl)
V_s: 6.4 で求め、JIS K 0095 の 4.1.4 で換算した試料ガス採取量 (l)
r: 分取比 [分析用試料溶液の量 (ml) に対する分取した液量 (ml) の比]

7. ガスクロマトグラフ法

7.1 概要 排ガスをガスクロマトグラフに導入し、得られたクロマトグラムから硫化水素を定量する。定量範囲は試料ガス 1ml を導入した場合、熱伝導検出器では 20ppm～10%程度、炎光光度検出器では 0.05～3ppm である。

7.2 装置及び器具 装置及び器具は、次のとおりとする。

- (1) 試料ガス採取装置 5.3(1)と同じ。ただし、図4に示す機構をもつもので、C, Eを除いたものとする。
(2) 注射筒 よく洗浄した、容量1～5mlの硬質ガラス製のもので、約0.1Nりん酸による処理を行った後、水洗、乾燥したもの。
(3) ガスクロマトグラフ ガスクロマトグラフは、次のとおりとする。

(a) 検出器 熱伝導検出器又は炎光光度検出器。

(b) カラム用管 内面を酸でよく洗浄したガラス管を約0.1Nりん酸で処理を行った後水洗、乾燥したもの、又はふっ素樹脂管⁽¹⁰⁾。

注⁽¹⁰⁾ ふっ素樹脂管を使用する場合には、ガス漏れのないように接続などに注意する。

(c) カラム充てん剤 粒径74～104μmのポリマービーズ、中性のけいそう土担体⁽¹¹⁾又は不活性材料⁽¹²⁾から成る担体に適当な固定相液体を含浸させたもの。

注⁽¹¹⁾ 高純度の褐色けいそう土担体をジメチルジクロロシラン処理したもの。

(12) テレフタル酸粒、ふっ素樹脂粉など。

(d) キャリヤーガス 熱伝導度検出器の場合はヘリウム、炎光光度検出器の場合は窒素

(e) 燃料ガス JIS K 0512 (水素) に規定する1級又は2級のもの。

(f) 助燃ガス 硫黄分を含まない清浄な空気。

7.3 試料ガスの採取 試料ガスの採取は、次のとおりとする。

- (1) 図4の試料ガス採取管に注射筒Dを接続し、注射筒のポンピングを繰り返して流路内のガスを十分に置換する。
(2) 排ガスを吸引した後、注射筒を試料ガス採取管から外し、直ちにふっ素樹脂の栓などで先端を密栓する。

この状態で分析装置の設置場所まで運ぶ。試料ガス採取量は表4のとおりとする。

表4 試料ガス採取量

硫化水素濃度	採取量 ml
100ppm 未満	0.5～5
100～1 000ppm	0.5～1

7.4 操作 操作は、次の手順によって行う。

(1) 分析条件の設定 ガスクロマトグラフの分析条件は、表 5 のとおりとする。

表 5 ガスクロマトグラフの分析条件（一例）

充てん剤	ポリマービーズ	1, 2, 3- (2-シアノエトキシ) -プロパン (25%) ⁽¹³⁾
カラム寸法	内径 3mm, 長さ 75cm	内径 3mm, 長さ 3~5m
カラム温度	80~100℃	60~80℃
キャリアーガス流量	40~60ml/min	10~50ml/min

注⁽¹³⁾ 二酸化硫黄が共存し、分離が不可能な場合はポリフェニルエーテル（6リング）を用いる。

(2) 定量 定量は、次のとおり行う。

- (a) ガスクロマトグラフの条件を検量線作成時と同一条件に保ち、7.3 で得た分析用試料ガスの定量をガスクロマトグラフに注入し、クロマトグラムを記録する。
- (b) 試料ガス中の硫化水素によるピークの高さ又はピークの面積を測定し、あらかじめ作成した検量線から硫化水素の量を求める。

7.5 検量線の作成 検量線の作成は、次のとおりとする。

- (1) ポリふっ化ビニリデンバッグ（1~5l）中に適当な濃度の検量線用ガスを調製し、気体試料採取用シリンジを用い、種々の量をガスクロマトグラフに注入し、ガスクロマトグラムを記録する。
- (2) 検量線用ガス中の硫化水素によるピークの高さ又はピークの面積を測定し、硫化水素量（ng）とピーク高さ又はピーク面積の関係線を作成する。

7.6 計算 次の式によって試料ガス中の硫化水素濃度を算出し、有効数字 2 けたに丸める。

$$C = \frac{0.659 \times A}{V}$$

ここに、
 C： 排ガス中の硫化水素の濃度（ppm）
 A： 検量線から求めた硫化水素の量（ng）
 V： 試料ガス注入量（ml）
 0.659： 硫化水素 1ng は 0.659ml の硫化水素に相当する。

引用規格：

- JIS K 0050 化学分析通則
- JIS K 0095 排ガス試料採取方法
- JIS K 0113 電位差・電流・電量滴定方法通則
- JIS K 0114 ガスクロマトグラフ分析のための通則
- JIS K 0122 イオン電極方法通則
- JIS K 0512 水素
- JIS K 8005 容量分析用標準試薬
- JIS K 8085 アンモニア水（試薬）
- JIS K 8107 エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム（試薬）
- JIS K 8142 塩化第二鉄（試薬）
- JIS K 8180 塩酸（試薬）
- JIS K 8295 グリセリン（試薬）
- JIS K 8550 硝酸銀（試薬）
- JIS K 8574 水酸化カリウム（試薬）

- JIS K 8576** 水酸化ナトリウム（試薬）
JIS K 8637 チオ硫酸ナトリウム（試薬）
JIS K 8891 メタノール（メチルアルコール）（試薬）
JIS K 8913 よう化カリウム（試薬）
JIS K 8920 よう素（試薬）
JIS K 8949 硫化ナトリウム（試薬）
JIS K 8951 硫酸（試薬）
JIS K 8953 硫酸亜鉛七水和物（試薬）
JIS K 8960 硫酸アンモニウム（試薬）
JIS K 9502 L-アスコルビン酸（試薬）

化学分析部会排ガス中の硫化水素分析方法専門委員会 構成表

	氏名	所属
(委員長)	飯 田 芳 男	成蹊大学
	鈴 木 繁 喬	東京都立大学
	吉 枝 正 明	工業技術院標準部
	咲 山 忠 男	通商産業省立地公害局
	加 藤 三 郎	環境庁大気保全局
	矢田部 照 夫	財団法人電力中央研究所
	多 田 治	財団法人労働科学研究所
	平 松 哲 也	国永紙業株式会社
	別 能 恒 夫	日本化学繊維協会
	梶 川 正 雄	社団法人日本分析化学会
	高 橋 昭	電気化学計器株式会社
	坂 田 衛	株式会社島津製作所
(事務局)	黒 河 亀千代	工業技術院標準部繊維化学規格課
	恒 吉 洋	工業技術院標準部繊維化学規格課