

固定発生源からの排ガス分析マニュアル
(2021年版)

一般社団法人日本環境測定分析協会
大気技術委員会編

発行

一般社団法人日本環境測定分析協会

序

大気汚染に関連する発生源は工場等の固定発生源，自動車等の移動発生源，植物・動物・火山活動などの天然起源の発生源と事故や災害による発生源などに大別される。昭和30年～40年代にかけて社会問題となった公害では固定発生源と移動発生源の対策に重点がおかれ，公害対策基本法（現，環境基本法）が制定されて公害防止対策がとられた。これに伴い大気汚染物質の分析方法が定められ，排ガス基準の監視・汚染の低減に用いられてきた。公害対策と研究が進むにつれて大気汚染物質が環境や人体に与える影響も多様化して環境全般の問題へと変化し，これに伴う法整備も進められてきた。1990年後半には長期暴露による健康リスクの懸念から新たに固定発生源からの排ガス基準が定められ，有害大気汚染物質が規制された。また，光化学オキシダント被害低減のために揮発性有機化合物の排出量の規制と低減対策が進められた。

（一社）日本環境測定協会の大気技術委員会では，原案作成団体として排ガス関係の18項目の日本産業規格（JIS）について協会員へのアンケート調査や要望，最新分析技術の調査等を基に新しい技術の進歩に合わせて見直し・改正と新規提案を行っている。JIS改定・制定時には必要に応じて室内及び工場現場での基礎検討を行い，その成果を協会員に提供してきた。

2011年には規格の記述が専門的で難しい，新しく導入された分析方法の解説が欲しいという要望やJISが使われる根拠や背景，環境分析の技術継承に役立つ解説が欲しいという要望に応じてJISで規定している排ガス分析方法を簡便に理解できるようマニュアルを作成し，排ガスを含む環境測定の実験者や技術者，行政の担当者の参考とするために発行した。この発行から10年が経ち，技術の進歩に伴い改定されたJISも多く，また，近年の国際標準化機構が定めた国際規格（ISO）や多成分の一斉分析に合わせた新しい考え方に基づく規格の必要性も増してきたことから大気技術委員会で実施したJIS改正と新規規格制定を含めて前回のマニュアルを改定する企画を立て本書の発行に至った。環境測定分析機関で排ガス測定を行っている環境計量士や測定技術者，工場や事業所で排ガス処理や管理を行っている公害防止管理者，国や地方自治体で工場排ガスの規制や調査を行っている職員，技術者，研究者，企業や大学等で排ガス測定に関する分析方法の開発や研究に携わっている技術者や研究者のリファレンスとなるような内容で構成した。

2011年の時から改定されたJISは排ガス中の金属分析方法（JIS K 0083），排ガス中の臭素化合物分析方法（JIS K 0085），排ガス中の一酸化炭素分析方法（JIS K 0098），排ガス中のアンモニア分析方法（JIS K 0099），排ガス中の硫酸化合物分析方法（JIS K 0103），排ガス中の窒素化合物分析方法（JIS K 0104），排ガス中のふっ素化合物分析方法（JIS K 0105），排ガス中の塩化水素分析方法（JIS K 0107），排ガス中のシアン化水

素分析方法(JIS K 0109),排ガス中の酸素分析方法(JIS K 0301),排ガス中のホルムアルデヒド分析方法(JIS K 0303),排ガス中のダスト濃度の測定方法(JIS Z 8808)である。この他に自動分析計のJISはあるが化学分析法がなかった一酸化二窒素について2018年に新規格(JIS K 0110)を提案し制定された。また,排ガス中の揮発性有機化合物(VOC)の測定の要求は多いが,国の規制は全揮発性有機化合物(TVOC)でありこの測定法しか示されていない。個別のVOC測定にはガスクロマトグラフ法又はガスクロマトグラフ質量分析法で分離・検出するが,発生源毎に成分が異なり共存成分も多様である。さらに,発生源の種類が多く利用する試料採取方法と検出器の種類も多いので濃度範囲や定量範囲を個別に定める事が困難であり個別規格とすることが適当でない事等から協会の要請に答えられる形で分析方法を組み立てていくよう検討を行った。ここで,関連するISO・JISを参照し環境省の告示法等を併せて検討を行い,分離例や試料採取方法の実験などを実施して多様な発生源から排出されるVOC全体の測定に適用でき発生源特有の個別成分を分析する新しい方法について規格原案を立案した。今後,JISになるには審議を経て公開される事になるが,審議前の段階なので本書で原案全文の紹介を行う。これに伴い,確認のみで対応してきた排ガス中のベンゼン分析方法(JIS K 0098)と排ガス中のトリクロロエチレン及びテトラクロロエチレン分析方法(JIS K 0305)を廃止する事になる。本マニュアルの利用者は新規格制定までは(一社)日本環境測定分析協会が推奨する分析方法とし,これに基づく方法に沿って標準作業手順書を作成し,個別分析の要請やISO/IEC 17025の認定申請に利用できるよう解説原案も含めて収録した。

構成は,固定発生源からの大気汚染物質及び有害物質の規制(第1編),排ガスの採取方法(第2編),JISの排ガス分析方法等(第3編),共通事項(第4編)からなる。付属として機器分析に用いる装置の概要を紹介する。実際に現場で試料採取や測定を行う人が理解できるよう装置・器具,試料ガスの採取方法を写真,図などで示し分析操作はフローチャートで示すなどJISを理解しやすいよう心がけた。

執筆は,大気技術委員会の委員が分担した。このマニュアルが広く測定機関や環境分析に係る現場のみならず行政にも利用され,環境測定の改善に寄与する事を期待している。

最後に,執筆いただいた委員の皆様,出版にご尽力いただいた本協会の関係者の皆様に感謝いたします。

大気技術委員会委員長 前田恒昭

日本環境測定分析協会大気技術委員会編
「固定発生源からの排ガス分析マニュアル」執筆者一覧

元（国研）産業技術総合研究所（大気技術委員長）	前田 恒昭
千葉県環境研究センター	石井 克巳
（一財）電力中央研究所	伊藤 茂男
（一財）上越環境科学センター	加藤 正博
J F E テクノリサーチ（株）	川井 得吉
（株）環境管理センター	桑原 岳人
J F E テクノリサーチ（株）	早乙女 雅博
川崎市環境局環境総合研究所	時岡 泰孝
環境技術評価研究所	野々村 誠
光明理化学工業（株）	本間 弘明
（株）環境科学研究所	牧原 大
川崎市環境局環境総合研究所	山田 大介
（一財）上越環境科学センター	横田 清士
（一社）埼玉県環境検査研究協会	横濱 直樹
（一社）日本環境測定分析協会（事務局）	赤木 利晴
	高井 淳
	西村 貴洋

目 次

序

執筆者一覧

第 1 編 固定発生源からの大気汚染物質及び有害物質の規制

第 1 章 大気汚染の規制

- 1.1.1 環境関連法体系
- 1.1.2 環境基準
- 1.1.3 大気汚染防止法の概要

第 2 章 大気汚染物質に対する規制

- 1.2.1 大気汚染物質に対する規制方式とその概要
- 1.2.2 酸素濃度補正

第 3 章 環境計量

- 1.3.1 計量法
- 1.3.2 計量証明事業
- 1.3.3 環境計量士
- 1.3.4 計量証明書
- 1.3.5 品質管理
- 1.3.6 環境関連の計量単位の新たな方向性

第 2 編 排ガスの採取方法

第 1 章 事前調査

第 2 章 対象設備

- 2.2.1 ボイラー
- 2.2.2 廃棄物焼却炉
- 2.2.3 電気炉

第 3 章 測定準備

- 2.3.1 採取機材リスト及び点検
- 2.3.2 使用前点検
- 2.3.3 採取機材の選定と吸収液，吸収剤等の準備
- 2.3.4 測定者の役割分担
- 2.3.5 前回データ等の確認
- 2.3.6 野帳（採取記録表）への記入例
- 2.3.7 酸素濃度，二酸化炭素濃度，一酸化炭素濃度の測定
- 2.3.8 検知管法

第4章 排ガスの採取

- 2.4.1 排ガス採取方法
- 2.4.2 試料ガスの採取位置, 採取点, 採取口
- 2.4.3 試料採取装置
- 2.4.4 試料ガスの採取
- 2.4.5 試料ガス採取時の注意事項
- 2.4.6 試料の採取
- 2.4.7 試料ガス採取量

第3編 JISの排ガス分析方法

- 3.1 排ガス中の金属分析方法(JIS K 0083)
- 3.2 排ガス中のベンゼン分析方法(JIS K 0088)
- 3.3 排ガス中の一酸化炭素分析方法(JIS K 0098)
- 3.4 排ガス中のアンモニア分析方法(JIS K 0099)
- 3.5 排ガス中の硫黄酸化物分析方法(JIS K 0103)
- 3.6 排ガス中の窒素酸化物分析方法(JIS K 0104)
- 3.7 排ガス中のふっ素化合物分析方法(JIS K 0105)
- 3.8 排ガス中の塩素分析方法(JIS K 0106)
- 3.9 排ガス中の塩化水素分析方法(JIS K 0107)
- 3.10 排ガス中の硫化水素分析方法(JIS K 0108)
- 3.11 排ガス中のシアン化水素分析方法(JIS K 0109)
- 3.12 排ガス中の水銀分析方法(JIS K 0222)
- 3.13 排ガス中の酸素分析方法(JIS K 0301)
- 3.14 排ガス中のホルムアルデヒド分析方法(JIS K 0303)
- 3.15 排ガス中のトリクロロエチレン及びテトラクロロエチレン
分析方法(JIS K 0305)
- 3.16 排ガス中のダイオキシン類の測定方法(JIS K 0311)
- 3.17 排ガス中のダスト濃度の測定方法(JIS Z 8808)
- 3.18 排ガス中のほう素分析方法(JIS K 0081)
- 3.19 排ガス中の臭素化合物分析方法(JIS K 0085)
- 3.20 排ガス中の一酸化二窒素分析方法(JIS K 0110)
- 3.21 排ガス中のフェノール類分析方法(JIS K 0086)
- 3.22 排ガス中のピリジン分析方法(JIS K 0087)
- 3.23 排ガス中のアクロレイン分析方法(JIS K 0089)
- 3.24 排ガス中のホスゲン分析方法(JIS K 0090)
- 3.25 排ガス中の二硫化炭素分析方法(JIS K 0091)
- 3.26 排ガス中のメルカプタン分析方法(JIS K 0092)

3.27 排ガス中の揮発性有機化合物分析方法

第4編 共通事項

第1章 排ガスの分析用語

第2章 物性

4.2.1 水の飽和蒸気圧（JIS Z 8806）

4.2.2 等速吸引計算（JIS Z 8808）

第3章 燃焼計算

4.3.1 燃焼計算で使用する数値・用語

4.3.2 燃焼計算の基礎事項

4.3.3 液体・固体燃料の燃焼計算

4.3.4 気体燃料の燃焼計算

第4章 報告書の例

第5章 ばい煙発生施設等の設置の届出

第6章 排ガス分析等に関する JIS , ISO 等一覧

第7章 参考資料（排ガス測定に係る関係法令等）

第5編 参考文献

第1章 除害設備

第2章 共通機器（分析機器の手引き 2019 より抜粋）

第3章 共通機器（科学機器入門より抜粋）

第 1 編 固定発生源からの大気汚染物質及び有害物質の規制

第 1 章 大気汚染の規制

1.1.1 環境関連法体系

1.1.2 環境基準

1.1.3 大気汚染防止法の概要

第 2 章 大気汚染物質に対する規制

1.2.1 大気汚染物質に対する規制方式とその概要

1.2.2 酸素濃度補正

第 3 章 環境計量

1.3.1 計量法

1.3.2 計量証明事業

1.3.3 環境計量士

1.3.4 計量証明書

1.3.5 品質管理

1.3.6 環境関連の計量単位の新たな方向性

第1章 大気汚染の規制

1.1.1 環境関連法体系

環境の保全についての具体的な実現に向け、環境基本法は制定されている。環境基本法に規定された3つの基本的理念（環境の恵沢の享受と継承等）（環境への負荷の少ない持続的発展が可能な社会の構築等）（国際的協調による地球環境保全の積極的推進）の下に、各種の環境関連法令が位置づけられている。

ここでは、公害関係に主眼を置いて、主な環境関連法令について環境基本法から環境分野別に分けて一覧にした。なお、複数の環境分野に関わる法令もある。



図 1.1.1 環境関連法体系図

1.1.2 環境基準

環境基本法では、環境汚染の改善目標として環境基準を定めている。

環境基準は、大気の汚染、水質の汚濁、土壌の汚染及び騒音に係る環境上の条件について、「人の健康を保護し、及び生活環境を保全する上で維持されることが望ましい基準」を定めたものであり、汚染等防止に関する施策について、汚染等が進行している地域にあつては、汚染等の改善の目標となり、汚染等が進行していない地域にあつては、汚染等の未然防止の指針となるべきものである。

また、環境基準は、現に得られる限りの科学的知見を基礎として定められているものであり、常に新しい科学的知見の収集に努め、適切な科学的判断が加えられ必要な改定がなされなければならないものである。

環境基本法

第三節 環境基準

第十六条 政府は、大気の汚染、水質の汚濁、土壌の汚染及び騒音に係る環境上の条件について、それぞれ、人の健康を保護し、及び生活環境を保全する上で維持されることが望ましい基準を定めるものとする。

2 前項の基準が、二以上の類型を設け、かつ、それぞれの類型を当てはめる地域又は水域を指定すべきものとして定められる場合には、その地域又は水域の指定に関する事務は、次の各号に掲げる地域又は水域の区分に応じ、当該各号に定める者が行うものとする。

一 二以上の都道府県の区域にわたる地域又は水域であつて政令で定めるもの 政府

二 前号に掲げる地域又は水域以外の地域又は水域 次のイ又はロに掲げる地域又は水域の区分に応じ、当該イ又はロに定める者

イ 騒音に係る基準（航空機の騒音に係る基準及び新幹線鉄道の列車の騒音に係る基準を除く。）の類型を当てはめる地域であつて市に属するもの その地域が属する市の長

ロ イに掲げる地域以外の地域又は水域 その地域又は水域が属する都道府県の知事

3 第一項の基準については、常に適切な科学的判断が加えられ、必要な改定がなされなければならない。

4 政府は、この章に定める施策であつて公害の防止に係るもの（以下「公害の防止に関する施策」という。）を総合的かつ有効適切に講ずることにより、第一項の基準が確保されるように努めなければならない。

1.1.2.1 大気汚染に係る環境基準

物質	環境上の条件	測定方法
二酸化いおう (SO ₂) (S48.5.16 告示)	1 時間値の 1 日平均値が 0.04 ppm 以下であり，かつ， 1 時間値が 0.1 ppm 以下であ ること	溶液導電率法又は紫外線蛍 光法
一酸化炭素 (CO) (S48.5.8 告示)	1 時間値の 1 日平均値が 10 ppm 以下であり，かつ， 1 時間値の 8 時間平均値が 20 ppm 以下であること	非分散型赤外分析計を用い る方法
浮遊粒子状物質 (SPM) (S48.5.8 告示)	1 時間値の 1 日平均値が 0.10 mg/m ³ 以下であり，かつ， 1 時間値が 0.20 mg/m ³ 以下で あること	濾過捕集による重量濃度測 定方法又はこの方法によっ て測定された重量濃度と直 線的な関係を有する量を得 られる光散乱法，圧電天びん 法若しくはベータ線吸収法
二酸化窒素 (NO ₂) (S53.7.11 告示)	1 時間値の 1 日平均値が 0.04 ppm から 0.06 ppm までの ゾーン内又はそれ以下である こと	ザルツマン試薬を用いる吸 光光度法又はオゾンを用い る化学発光法
光化学オキシダント (Ox) (S48.5.8 告示)	1 時間値が 0.06 ppm 以下であ ること	中性ヨウ化カリウム溶液を 用いる吸光光度法若しくは 電量法，紫外線吸収法又はエ チレンを用いる化学発光法
微小粒子状物質 (PM _{2.5}) (H21.9.9 告示)	1 年平均値が 15 μg/m ³ 以下 であり，かつ，1 日平均値が 35 μg/m ³ 以下であること	濾過捕集による質量濃度測 定方法又はこの方法によっ て測定された質量濃度と等 価な値が得られると認めら れる自動測定機による方法

ベンゼン (H9.2.4 告示)	1年平均値が 0.003 mg/m ³ 以下であること	キャニスター若しくは捕集管により採取した試料をガスクロマトグラフ質量分析計により測定する方法又はこれと同等以上の性能を有すると認められる方法
トリクロロエチレン (H30.11.19 告示)	1年平均値が 0.13 mg/m ³ 以下であること	
テトラクロロエチレン (H9.2.4 告示)	1年平均値が 0.2 mg/m ³ 以下であること	
ジクロロメタン (H13.4.20 告示)	1年平均値が 0.15 mg/m ³ 以下であること	

1.1.2.2 ダイオキシン類に係る環境基準

物質	環境上の条件	測定方法
ダイオキシン類 (H11.12.27 告示)	1年平均値が 0.6 pg-TEQ/m ³ 以下であること	ポリウレタンフォームを装着した採取筒をろ紙後段に取り付けたエアサンプラーにより採取した試料を高分解能ガスクロマトグラフ質量分析計により測定する方法

1.1.2.3 大気汚染に係る指針

光化学オキシダントの生成防止のための大気中炭化水素濃度の指針 (S51.8.13 答申)	光化学オキシダントの日最高1時間値 0.06ppm に対応する午前6時から9時までの非メタン炭化水素の3時間平均値は、0.20ppmC から 0.31ppmC の範囲にある。
---	---

1.1.3 大気汚染防止法の概要

1.1.3.1 目的

大気汚染防止法（以下、大防法という。）は、昭和43年に制定された。この法律は「大気の汚染に関し、国民の健康を保護するとともに生活環境を保全するため」、次の事項を実施する。

工場及び事業場における事業活動並びに建築物等の解体等に伴うばい煙、揮発性有機化合物及び粉じんの排出等を規制

水銀に関する水俣条約の的確かつ円滑な実施を確保するため工場及び事業場における事業活動に伴う水銀等の排出を規制

有害大気汚染物質対策の実施を推進

自動車排出ガスに係る許容限度を定めること

これらとともに大気の汚染に関して人の健康に係る被害が生じた場合における事業者の損害賠償の責任について定めることにより、被害者の保護を図ることを目的としている。

1.1.3.2 制度の概要

人の健康を保護し生活環境を保全する上で維持されることが望ましい基準として、「環境基準」が環境基本法において設定されており、大気環境に係る環境基準を達成することを目標に、大防法に基づいて規制を実施している。

大防法では固定発生源（工場や事業場）における対策として、固定発生源から排出又は飛散する大気汚染物質について、物質の種類ごと、施設の種類・規模ごとに排出基準が定められており、大気汚染物質の排出者等はこの基準を守らなければならない。

1.1.3.3 ばい煙の排出規制

「ばい煙」とは、物の燃焼等に伴い発生するいおう酸化物、ばいじん、有害物質（1）カドミウム及びその化合物、2）塩素及び塩化水素、3）弗素、弗化水素及び弗化珪素、4）鉛及びその化合物、5）窒素酸化物）をいう。大防法では、ばい煙を排出する一定規模以上の施設を「ばい煙発生施設」として次のとおり定めて届出制を設け、ばい煙の排出規制を実施している。

1.ボイラー、2.ガス発生炉、加熱炉、3.金属精錬又は無機化学工業品製造用の焙焼炉、焼結炉、煅焼炉、4.金属精錬用の溶鉱炉、転炉、平炉、5.金属精製又は鑄造用の溶解炉、6.金属の鍛造、圧延、熱処理用の加熱炉、7.石油製品製造用の加熱炉、8.流動接触分解装置の触媒再生塔、8の2.硫黄回収装置の燃焼炉、9.窯業用焼成炉、溶解炉、10.無機化学工業品又は食料品製造用反応炉、

直火炉，11.乾燥炉，12.製鋼用等の電気炉，13.廃棄物焼却炉，14.銅，鉛又は亜鉛の精錬用の焙焼炉，焼結炉，溶鋅炉，転炉，溶解炉，乾燥炉，15.カドミウム系顔料等製造用の乾燥施設，16.塩素化工チレン製造用の塩素急速冷却装置，17.塩化第二鉄製造用の溶解槽，18.活性炭製造用の反応炉，19.化学製品製造用塩素反応施設，塩化水素反応施設，塩化水素吸収施設，20.アルミニウム精錬用の電解炉，21.燐，燐酸質肥料等製造用の反応施設，濃縮施設，焼成炉，溶解炉，22.弗酸製造用の凝縮施設，吸収施設，蒸留施設，23.トリポリ燐酸ナトリウム製造用の反応施設，乾燥炉，焼成炉，24.鉛の第二次精錬等用の溶解炉，25.鉛蓄電池製造用の溶解炉，26.鉛系顔料製造用の溶解炉，反射炉，反応炉，乾燥施設，27.硝酸製造用の吸収施設，漂白施設，濃縮施設，28.コークス炉，29.ガスタービン，30.ディーゼル機関，31.ガス機関，32.ガソリン機関

- ・ばい煙の排出基準には，次の四種類の基準がある。

一般排出基準	ばい煙発生施設ごとに国が定める基準
特別排出基準	大気汚染の深刻な地域において，新設されるばい煙発生施設に適用されるより厳しい基準（いおう酸化物，ばいじん）
上乘せ排出基準	一般排出基準，特別排出基準では大気汚染防止が不十分な地域において，都道府県が条例によって定めるより厳しい基準（ばいじん，有害物質）
総量規制基準	工場又は事業場が集合している地域で，排出基準のみでは環境基準の確保が困難な地域において，都道府県知事が定める大規模工場に適用される工場ごとの基準（いおう酸化物及び窒素酸化物）

- ・排出基準に係る都道府県知事の権限

改善命令等	<p>都道府県知事は，ばい煙排出者が，そのばい煙量又はばい煙濃度が排出口において排出基準に適合しないばい煙を継続して排出するおそれがあると認めるときは，その者に対し，期限を定めて，当該ばい煙発生施設の構造若しくは使用の方法若しくは当該ばい煙発生施設に係るばい煙の処理の方法の改善を命じ，又は当該ばい煙発生施設の使用の一時停止を命ずることができる。</p> <p>都道府県知事は，総量規制基準に適合しない指定ばい煙（いおう酸化物又は窒素酸化物）が継続して排出されるおそれがある</p>
-------	---

	ると認めるときは、当該指定ばい煙に係る特定工場等の設置者に対し、期限を定めて、当該特定工場等における指定ばい煙の処理の方法の改善、使用燃料の変更その他必要な措置を採るべきことを命ずることができる。
報告及び検査	都道府県の職員は、ばい煙発生施設の状況等必要な事項の報告を求め、又は工場若しくは事業場に立ち入り、ばい煙発生施設等その他の物件を検査することができる。
緊急時の措置	大気汚染が深刻な状態（政令で定めるレベル）になったときは、都道府県知事は、一般にその事態を周知させるとともに、ばい煙排出者に対して、排出量の削減を要請する。

注） 大防法の都道府県知事の権限に属する事務の一部は、政令市の長等に関する規定として、政令市の長等に適用がある。

・ ばい煙排出者に対する測定義務

ばい煙排出者は、定められた頻度、測定方法により、ばい煙発生施設に係るばい煙量又はばい煙濃度を測定し、その結果を記録し、これを3年間保存しなければならない。

・ 事故時の措置

故障、破損その他の事故が起こり、ばい煙又は特定物質が大気中に多量に排出されたとき、排出者は直ちに応急の措置を講じ、速やかな復旧に努めるとともに事故の状況を都道府県知事に通報しなければならない。都道府県知事は、事故により周辺の区域における人の健康に影響があると認めるときは、排出者に対して、必要な措置をとるよう命ずることができる。

「特定物質」とは、物の合成、分解その他の化学的処理に伴い発生する物質のうち、人の健康又は生活環境に係る被害が生ずるおそれがある物質： (1)アンモニア、(2)弗化水素、(3)シアン化水素、(4)一酸化炭素、(5)ホルムアルデヒド、(6)メタノール、(7)硫化水素、(8)燐化水素、(9)塩化水素、(10)二酸化窒素、(11)アクロレイン、(12)二酸化硫黄、(13)塩素、(14)二硫化炭素、(15)ベンゼン、(16)ピリジン、(17)フェノール、(18)硫酸（三酸化硫黄を含む）、(19)弗化珪素、(20)ホスゲン、(21)二酸化セレン、(22)クロルスルホン酸、(23)黄燐、(24)三塩化燐、(25)臭素、(26)ニッケルカルボニル、(27)五塩化燐、(28)メルカプタン

1.1.3.4 有害大気汚染物質の対策の推進（平成9年から）

「有害大気汚染物質」とは、低濃度であっても長期的な摂取により健康影響が生ずるおそれのある物質のことをいい、該当する可能性のある物質として現在、248種類

の物質があり，そのうち特に優先的に対策に取り組むべき物質（優先取組物質）として23種類がリストアップされている。優先取組物質のうち，ベンゼン，トリクロロエチレン，テトラクロロエチレンが指定物質とされ，それぞれ指定物質抑制基準が定められている。また，この3つの指定物質にジクロロメタンを加えた4物質について，環境基準値が定められている。

1.1.3.5 揮発性有機化合物の排出の規制等（平成18年から）

浮遊粒子状物質及び光化学オキシダント対策の一環として，その原因物質の一つである「揮発性有機化合物（VOC）」の排出及び飛散の抑制を図ることを目的に，VOCの排出規制が追加された。

VOCとは，大気中に排出され，又は飛散した時に気体である有機化合物（浮遊粒子状物質及びオキシダントの生成の原因となる物質）をいう。大防法では，塗装施設，印刷施設など9の項目に分けて，一定規模以上の施設が「揮発性有機化合物排出施設」として定められている。

VOCの排出及び飛散の抑制に関する施策は，VOCの排出の規制と事業者が自主的に行うVOCの排出及び飛散の抑制のための取組とを適切に組み合わせて効果的に実施することとされている。「揮発性有機化合物排出施設」は，届出制とするとともに，排出基準の遵守，測定の義務などの事業者の責務が課せられている。

1.1.3.6 水銀等の排出の規制等（平成30年から）

水銀等が人の健康及び環境に及ぼすリスクを低減させるため，水銀等に対して産出，使用，環境への排出，廃棄等そのライフサイクル全般にわたって包括的な規制を行う条約である「水銀に関する水俣条約」の大気への排出規制の的確かつ円滑な実施を確保するため，大防法に水銀等の排出規制が追加された。

工場又は事業場に設置される施設で水銀等を大気中に排出するもののうち，水俣条約の規定に基づきその規制を行うことが必要なものを「水銀排出施設」として定め，届出制とするとともに，排出基準の遵守，水銀濃度の測定及び測定結果の保存等を義務付けた。

第2章 大気汚染物質に対する規制

1.2.1 大気汚染物質に対する規制方式とその概要

表 1.2.1 工場・事業場から排出される大気汚染物質に対する規制方式とその概要

物質名		主な発生の形態等	規制の方式と概要	上乘せ基準設定	基準詳細参照先	
	硫黄酸化物(SO _x)	ボイラー、廃棄物焼却炉等における燃焼や鉱石等の燃焼	1)排出口の高さ(He)及び地域ごとに定める定数Kの値に応じて規制値(量)を設定 許容排出量(Nm ³ /h)=K*10 ⁻³ *He ² 一般排出基準: K=3.0~17.5 特別排出基準: K=1.17~2.34	-	【大気汚染防止法】 ・第3条第2項第1号、第3条第3項 ・施行令第5条、別表第3 ・施行規則第3条、第7条第1項 ・施行規則別表第1、別表第4	
			2)季節による燃料使用基準 燃料中の硫黄分を地域ごとに設定 硫黄含有率:0.5~1.2%	-	【大気汚染防止法】 ・第15条第3項 ・施行令第9条、別表第4 ・施行規則第14条 ・S46厚生省・通商産業省告示第1号 【都道府県・政令指定都市告示】	
			3)総量規制 総量削減計画に基づき地域・工場ごとに設定	-	【大気汚染防止法】 ・第5条の2 ・施行令第7条の2、第7条の3 ・施行令別表第3の2 ・施行規則第7条の2、第7条の3 【都道府県告示】	
	ばいじん	同上及び電気炉の使用	施設・規模ごとの排出基準(濃度) 一般排出基準:0.04~0.5g/m ³ 特別排出基準:0.03~0.2g/m ³	可	【大気汚染防止法】 ・第3条第2項第2号、第3条第3項 ・施行規則第4条、第7条第2項 ・施行規則別表第2、別表第5 【都道府県条例】	
ばい煙	有害物質	カドミウム及びその化合物	銅、亜鉛、鉛の精錬施設等における燃焼、化学的処理	施設ごとの排出基準 一般排出基準:1.0mg/m ³	可	【大気汚染防止法】 ・第3条第2項第3号、第4条第1項 ・施行令第7条 ・施行規則第5条第1項第1号 ・施行規則別表第3 【都道府県条例】
		塩素、塩化水素	化学製品反応施設や廃棄物焼却炉等における燃焼、化学的処理	施設ごとの排出基準 塩素(一般排出基準):30mg/m ³ 塩化水素(一般排出基準):80.700mg/m ³	可	同上
	弗素、弗化水素及び弗化珪素	アルミニウム製錬用電解炉やガラス製造用溶解炉等における燃焼、化学的処理	施設ごとの排出基準 一般排出基準:1.0~20mg/m ³	可	同上	
	鉛及びその化合物	銅、亜鉛、鉛の精錬施設等における燃焼、化学的処理	施設ごとの排出基準 一般排出基準:1.0~30mg/m ³	可	同上	
	窒素酸化物(NO _x)	ボイラー、廃棄物焼却炉等における燃焼、合成、分解等	1)施設・規模ごとの排出基準 一般排出基準:60~950mg/m ³ 2)総量規制 総量削減計画に基づき地域・工場ごとに設定	可 -	【大気汚染防止法】 ・第3条第2項第3号、第4条第1項 ・施行令第7条 ・施行規則第5条第1項第2号 ・施行規則別表第3の2 【都道府県条例】 【大気汚染防止法】 ・第5条の2 ・施行令第7条の2、第7条の3 ・施行令別表第3の3 ・施行規則第7条の2、第7条の4 【都道府県告示】	
	特定有害物質(未制定)	燃料その他の物の燃焼	排出口の高さに応じて定める許容限度	-	【大気汚染防止法】 ・第3条第2項第4号	
	揮発性有機化合物(VOC)	化学製品製造用乾燥施設、塗装施設、塗装・接着・印刷の用に供する乾燥施設、洗浄施設、貯蔵タンク	施設・規模ごとの排出基準 排出基準:400~60,000ppmC	-	【大気汚染防止法】 ・第17条の4 ・施行令第2条の3、別表第1の2 ・施行規則第15条の2、別表第5の2	
	水銀等	石炭燃焼ボイラー、非鉄精錬及び焙焼工程、廃棄物焼却炉、セメントクリンカー製造施設	施設・規模ごとの排出基準 排出基準:8~100µg/m ³	-	【大気汚染防止法】 ・第18条の22 ・施行令第3条の5 ・施行規則第11条の11、別表第3の3	
有害大気汚染物質	指定物質	ベンゼン	ベンゼン乾燥施設等	施設・規模ごとの抑制基準 新設:50~600mg/m ³ 既設:100~1,500mg/m ³	-	【大気汚染防止法】 ・附則第9項 ・施行令附則第3項、附則第4項 ・施行令別表第6 ・H09環境庁告示第5号 ・H09環境庁告示第6号
		トリクロロエチレン	トリクロロエチレンによる洗浄施設等	施設・規模ごとの抑制基準 新設:150~300mg/m ³ 既設:300~500mg/m ³	-	同上
		テトラクロロエチレン	テトラクロロエチレンによるドライクリーニング機等	施設・規模ごとの抑制基準 新設:150~300mg/m ³ 既設:300~500mg/m ³	-	同上

注) 設置時期により、別途経過措置が規定されている場合がある。

1.2.2 酸素濃度補正

【標準酸素濃度補正について】

ばいじん、窒素酸化物、塩化水素（廃棄物焼却炉のみ）及び水銀等の排出基準は、温度が零度であって圧力が1気圧の状態における排出ガス1立方メートル中の量に換算したものと定められているが、排出ガスを空気で薄めて排出することによって排出基準に適合させることを防ぐために、次式に表される標準酸素濃度補正方式が取り入れられている。

ばいじん

$$C = \frac{21 - O_n}{21 - O_s} \times C_s$$

C：補正後のばいじんの量（g）

O_n：施設ごとに定める標準酸素濃度（%）

O_s：排出ガス中の酸素の濃度（%） 20%を超える場合は20%

C_s：定める方法により測定されたばいじんの量（g）

窒素酸化物

$$1 \quad C = \frac{21 - O_n}{21 - O_s} \times C_s \times \frac{1}{4}$$

$$2 \quad C = C_s$$

$$3 \quad C = \frac{21 - O_n}{21 - O_s} \times C_s$$

C：補正後の窒素酸化物の量（立法センチメートル）

O_n：施設ごとに定める標準酸素濃度（%）

O_s：排出ガス中の酸素濃度（%） 20%を超える場合は20%

C_s：定める方法により測定された窒素酸化物の量（立法センチメートル）

塩化水素

$$C = \frac{9}{21 - O_s} \times C_s$$

C：補正後の塩化水素の量（mg）

O_s：排出ガス中の酸素の濃度（%）

C_s：定める方法により測定された塩化水素の量（mg）

水銀等

1 $C = C_s$

2 $C = \frac{21 - O_n}{21 - O_s} \times C_s$

C ：補正後の水銀等の量（ μg ）

O_n ：施設ごとに定める標準酸素濃度（％）

O_s ：排出ガス中の酸素濃度（％） 20％を超える場合は20％

C_s ：定める方法により測定された水銀等の量（ μg ）

注）窒素酸化物又は水銀等で使用する式は施設によって決まる。窒素酸化物にあっては大気汚染防止法施行規則別表第3の2備考，水銀等にあっては大気汚染防止法施行規則別表第3の3備考3を参照。

注）施設ごとに定める標準酸素濃度（ O_n ％）は，巻末の参考資料に掲載。

大気汚染防止法施行規則別表第2備考1

大気汚染防止法施行規則別表第3備考2

大気汚染防止法施行規則別表第3の2備考

大気汚染防止法施行規則別表第3の3備考3

第3章 環境計量

1.3.1 計量法（目的，取引等抜粋）

計量法の目的は，その第1条に，「計量の基準を定め，適正な計量の実施を確保し，もって経済の発展及び文化の向上に寄与すること。」とあり，その目的は，崇高かつ明快である。その目的に応えるべく，計量証明事業者ならびにそこで働くすべての人は，適正な計量の実施を確保するため，高い自覚のもとで事業者の高い倫理と分析者の正しい規範に基づいて業務にあたる必要がある。

そして「もって経済の発展及び文化の向上に寄与すること。」のために，グローバル化した社会に通ずる計量が求められ，計量単位は，国際的な決定及び慣行に従い，SI単位系などの法定計量単位を使用することを義務づけ，最近ではISOなどの国際規格も取り入れている。また具体的な施策として，取引又は証明行為を行う事業者に，正確にその物象の状態の量の計量をする必要性から，計量法で使用する計量器について様々なことを規定し，事業者はその責務を課している。特に取引又は証明に使用される「特定計量器」は，適正な計量の実施を確保するために，その構造又は器差に係わる基準を定めており，適正な計量の継続性は，定期検査等で確保するしくみを構築している。

1.3.2 計量証明事業（設備，人材，事業規定，事業登録）

計量証明の事業を行おうとする者は，事業区分（一般計量，環境計量）に従い，事業所ごとにその所在地を管轄する都道府県知事の登録を受けなければ事業を行うことができない。この登録申請書には，法人にあっては，代表者の氏名，住所，事業区分，事業所の所在地，設備（特定計量器等の名称，性能及び数量），事業区分に応じた計量士の氏名の記載が必要であり，登録を受けた計量証明事業者は，事業の実施方法を定めた事業規程作成し，遅滞なく都道府県知事への届け出が必要になる。

環境計量の事業規程，計量証明の対象となる分野により，大気，水又は土壌中の濃度や音圧レベル，振動加速度レベルに分かれており，さらに平成15年度からはダイオキシン類の極微量物質の濃度の計量が特定計量証明事業として加わり，大気，水又は土壌中のダイオキシン類濃度の測定として規定され，区分されている。

環境計量の事業規定の一例として濃度の計量では，その対象物質を確定しておくこと，事業所内の組織構成の中で，対象物質の計量実施部門とその責任体制を明確にしておくことが必要となる。組織内には計量管理者を選任し，その職務として，各工程の管理，設備機器及び試薬（標準物質等）の適正な管理，計量方法の選定，計量結果の確認等，適正な計量を実施するために必要な措置を講ずることが義務づけられている。

現在，国内で環境計量証明事業所登録機関数は，1,495（2018年11月末現在での日環協調べ）で，その数は，国内外の過当競争や景気後退の要因もあり拡大から縮小へと推移している状況である。

今後、環境計量証明事業者は、自社測定を行う水質汚濁防止法の特定事業者や大気汚染防止法のばい煙発生施設を有する事業者へ、測定を外部委託することによるコストダウンや第三者測定による計量結果の独立性の確保などのメリットを積極的に働きかけ、需要拡大に繋げていくことが必要である。そのため計量結果の客観性と信頼性を確保することが重要であり、事業所全体による技術の研鑽と精度の向上の取り組みが必要である。

1.3.3 環境計量士

事業規定の中で規定している計量管理者は、事業区分毎に必要な環境計量士（濃度、騒音・振動）が担うことになる。環境計量士は、国家試験に合格し、各計量に関する実務に一年以上従事している又は環境計量講習を修了する必要がある、これが登録の条件となっている。計量管理者は、特定計量器だけでなく、使用する機械、器具全般の点検・校正の責任を負う。また、計量室のインフラ整備やその管理の責任、計量方法の選定、計量方法の改善、指導と計量結果の確認、その他適正な計量証明の実施を確保するために必要な措置を講ずる責任と権限を有するため、任務と責任は重大である。そのため事業所の中には、環境計量士が業務遂行上可能な範囲で、その責任を負うことができる様に、事業所の規模に併せて複数の環境計量士を配置し、業務分担することで適正な計量を確保する体制を構築している。

1.3.4 計量証明書

計量証明書は、計量証明事業者による証明書であることを明示するため、標章を付し、試料採取者、試料採取日時、試料形態及び試料採取場所等の試料名と試料採取時の状況（天候、気温、水温等）など、試料の履歴を明確にして計量値を表記することが必要である。また、計量項目毎に計量方法を付記することで、その妥当性を明らかにしている。

なお、計量操作の一部又は全てを他の計量証明事業者に外注する際は、その外注事業者名及び所在地を明記することで責任範疇を明確にしている。

最近、国際間の取引で計量の一元化がクローズアップされており、One Stop Testingの実現に向け、相互に国際間の計量結果を受け入れる相互認証制度（MRA）を得ている証明書もある。

1.3.5 品質管理

計量値に対する信頼性の確保は、計量証明事業の最も重要な根幹であり、日常の業務の中に品質管理手法を取り入れて、計量値の信頼性を担保することが不可欠である。

具体的には、特定計量器の場合、検定や定期検査によりその性能や器差が許容できる範囲内であることを確認した上で、使用することが適当であると計量法で規定して

いるが、事業所内では、日常的に様々な管理手法を取り入れて計量器の品質管理を実施している。例えば、内部で独自に行う自主検査では、検査工程を設備・機器等のハード面だけでなく、人的要因（ヒューマンファクター）に係わる部分も含めた管理を導入する等、様々な取り組みにより精度向上に努めている。

他の計量証明事業所と同一のサンプルを使って計量する、クロスチェックや技能試験は、計量値の妥当性を客観的に判断する機会として多くの計量証明事業所が積極的に参加し、信頼性を確保する取り組みとして活用している。その結果、計量値に異常が確認されたときは、その原因を特定し、是正するための対策を立て、精度向上に役立てる機会としている。また、使用する標準物質（標準ガスを含む）は、国家計量標準にトレーサブルな校正に関する制度（JCSS制度）から供給されたものを使用することにより計量値の信頼性の向上に大きく寄与している。

これらの取り組みの他に、近年、計測値の信頼性を表す尺度である「不確かさ」が用いられるようになり、計測値の信頼性が重要な意味をもつ様々な技術的、学術的文書の中で利用されている。特に ISO/IEC 17025 や特定計量証明事業者認定制度（MLAP）の一般要求事項の中でその評価が必須なものとして要求されているため、不確かさの評価結果を要求される機会が増えている。

1.3.6 環境関連の計量単位の新たな方向性

計量単位規則で定められた計量単位である「ppm」等の単位記号の使用はできるだけ避け、質量分率か体積分率のどちらかがわかるように「mg/kg」や「cm³/m³」等を用いて表すこととし、「ppm」等を使用する場合にあっては備考欄等に質量百万分率か体積百万分率のどちらであるか文章や言葉で明記する。また単位を指す記号ではない注釈記号は単位に付加しないこととし、その付随情報は備考欄等に文章や言葉で明記する。

【計量証明書の単位表記について】

原則として法定計量単位のみ使用する。但し、単位記号の適用範囲は計量証明事業に限定されるものではなく、あらゆる分野に適用されているため、ISO等の国際的動向も勘案して運用する。

a. 記号の文字等について

「記号・文字」の表記体については、環境法令で用いられている等、解釈に誤解が生じない場合は、計量単位規則以外の記号・文字も使用できることとする。例えばリットルを示す文字の「ℓ」は濃度計量証明に用いる限り誤解を生じることはなく、かつ計量法においても記号の表記に関して禁止されていないので問題はない。

また単位の文字の字体に関して、計量証明書ではイタリック体やローマン体等の特別な字体に特にこだわる必要はない。

b 無次元量について

単位の中でも特に無次元量である「質量分率」や「体積分率」等について、計量証明書において使用する場合は無次元が何を指しているのかを明確にすることが必要である。また SI や IUPAC によると「%」や「ppm」等の記号の使用は避けるべきであるとされていることを踏まえ、例えば「ppm」について質量百万分率であれば「mg/kg」等、体積百万分率であれば「cm³/m³」等の他の単位表記を用いるか、備考欄等に質量分率、体積分率、モル分率の何れであるかを文章や言葉で明記する(但し「%」に対してのみ、基本的に文章や言葉で明記することとし、他の単位表記を用いて表さないこととする)。

一方、無次元ではない質量対体積の場合で水質に用いる単位である「mg/L」については、分率ではないため「ppm」の単位表記を用いてはならない。

c. 単位に付加する注釈記号について

証明する数値に関わる付随情報として注釈を加えるために、次に示す例のような単位ではない「注釈記号」や「添字」を単位の前後に付すことがあるが、SI や IUPAC によると「単位」に単位以外のその他の記号を付加することは避けるべきとされているため、計量証明書においても基本的に付加しないこととし、必要に応じて備考欄等に文章や言葉で注釈内容を明記することとする。

【表記例】

- ・ dB(A) : (A)は A 特性の聴感補正值を意味する。

単位表記は「dB」とし、(A)等の付加は避け、備考欄等に「聴感補正(周波数重み付け特性): A」等を明記する。

- ・ g/m³ N : N は Normal の頭文字で、標準状態を意味する。g/m³ (N), g/Nm³ 等のような表記例もある。

単位表記は「g/m³」とし、N 等の付加は避け、備考欄等に「標準状態 [0 , 101.32 kPa] における乾きガス中の濃度」等を明記する。

- ・ ppm C : C は C1 のメタンの換算値を意味する。

単位表記は「ppm」とし、C 等の付加は避け、備考欄等に「体積百万分率(メタン換算値)」等を明記する。もしくは単位表記は「cm³/m³」として表し、備考欄等に「メタン換算値」等を明記する。

- ・ wt% : wt は質量分率を意味する。mass% や % (w/w), % (m/m) 等のような表記例もある。

単位表記は「%」とし、wt 等の付加は避け、備考欄等に「質量百分率」を明記する。また「%」に対してのみ他の単位表記を用いては表さない。

- ・ vol ppm : vol は体積分率を意味する(計量単位規則に基づく表記)。ppm(v/v) 等のような表記例もある。

単位表記は「ppm」とし、vol 等の付加は避け、備考欄等に「体積百万分率」を明記する。もしくは単位表記を「cm³/m³」や「μL/L」等として表す。

これらの「注釈記号」や「添字」は、環境関連の各関係法令等で用いられている表記や、計量単位規則で示されている表記もあり、長年の運用で国内に定着しているが、計量証明書では基本的に用いないこととする。

d. 計量法に定められていない単位について他

濃度のように扱われるが計量法に定められていない単位、例えば石綿濃度の「繊維/L」は「濃度」ではなく、また計量単位では表現できない物象の状態の量となっている(計量法の規制は受けない)。

計量法に定められた単位があるにも関わらず、やむを得ず「法定外の変換単位(当量濃度(eq/L)他)」を用いた結果を「参考値」として計量証明書に記載する場合は、法定計量単位(g/L, mol/L等)による結果を記載した上で、参考値を併記し、併記した数値は法定計量単位ではなく「計量証明対象外」である旨の注釈も記載する。

一方、SI単位に定められていないが計量法で定められている水素イオン濃度の「pH」や、振動の「dB」については、今後も計量証明書において使用する。

第 2 編 排ガスの採取方法

第 1 章 事前調査

第 2 章 対象設備

2.2.1 ボイラー

2.2.2 廃棄物焼却炉

2.2.3 電気炉

第 3 章 測定準備

2.3.1 採取機材リスト及び点検

2.3.2 使用前点検

2.3.3 採取機材の選定と吸収液，吸収剤等の準備

2.3.4 測定者の役割分担

2.3.5 前回データ等の確認

2.3.6 野帳（採取記録表）への記入例

2.3.7 酸素濃度，二酸化炭素濃度，一酸化炭素濃度の測定

2.3.8 検知管法

第 4 章 排ガスの採取

2.4.1 排ガスの採取

2.4.2 試料ガスの採取位置，採取点，採取口

2.4.3 試料採取装置

2.4.4 試料ガスの採取

2.4.5 試料ガス採取時の注意事項

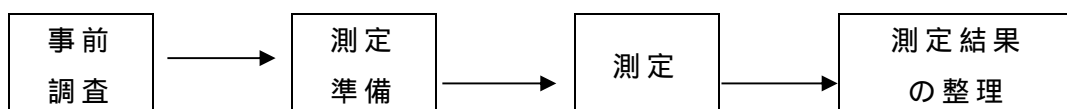
2.4.6 試料の採取

2.4.7 試料ガス採取量

第2編 排ガスの採取方法

排ガス中の特定ガス状成分分析に供する排ガスを試料ガスといい、その採取方法はJIS K 0095に規定されている。試料ガスの採取方式には、捕集部に試料ガスを吸引捕集した後、化学分析を行うものと、試料ガス中の水分を除去した後、連続分析計で測定する連続採取方式がある。

排ガス測定は次のフローシートに示す順序に従って実施する。



第1章 事前調査

測定する試料ガス発生源は、その種類と規模及び処理方法等によって排ガスの性状が異なり、測定場所も一般に測定作業をする上で危険な場所が多いため、あらかじめ測定場所を調査して排ガス性状及び作業の安全性等を確認しておく必要がある。試料採取担当者は必ず測定前日までに測定場所を下見しておき、試料採取計画を立案するために事前調査を実施する。

事前調査に当たっては、以下の項目に関して確認する。

(1) 排ガスの性状

排ガス温度，流速，組成，圧力，水分量等

(2) 測定位置

地上からの高さ，測定孔の状況，送排風機の位置等

(3) ダクト

ダクトの形状，大きさ，測定孔（フランジ）のボルトの固定状況等

(4) 作業の安全性

測定ステージの高さ及び広さ，階段，はしごの状況，作業場所の気温（輻射熱等），有害又は爆発性ガスの有無等

(5) 電源

電源容量，コンセントの位置及び数

(6) 水道

水道の蛇口の有無，位置等

(7) 測定施設の概要

施設規模（処理能力等），稼動状況，使用燃料の種類，除塵・排ガス処理装置の有無など

(8) 前回の測定データ

測定対象成分の濃度，排ガス基礎データ（排ガス温度，流速，組成，圧力，水分量等），測定時間

試料採取担当者は事前調査の結果を「排ガス試料事前調査票」に記録する。
排ガス試料事前調査票の例を表 2.1.1 に示す。

表 2.1.1 排ガス試料事前調査票

No.								
排ガス試料事前調査票								
試料番号								
依頼者								
件名								
調査年月日及び時刻	令和 年 月 日() 時 分 ~ 時 分							
採取予定場所								
予定試料採取数								
調査者								
調査項目								
測定方法								
ダクトの形状及び大きさ	形状：	大きさ： m ²						
測定ステージの有無	有	無						
電源・水道の有無	有	無						
既存データ	有	無						
排ガス温度								
流速	m/s							
ガス組成	CO ₂ ： % O ₂ ： % CO： % N ₂ ： %							
圧力（全圧及び動圧）	全圧： Pa	動圧： Pa						
水分量	%							
ダスト量	g/m ³							
その他								
<p>採取地点の場所に係る地図及びその周辺状況に関する記述 なお，測定位置（地上からの高さ，測定孔の状況，送排風機の位置など）も記入する。</p>								
		<table border="1" style="border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 33%;">技術管理者</td> <td style="width: 33%;">監督者</td> <td style="width: 33%;">担当者</td> </tr> <tr> <td style="height: 40px;"></td> <td></td> <td></td> </tr> </table>	技術管理者	監督者	担当者			
技術管理者	監督者	担当者						

第2章 対象設備

工場や事業場の固定発生源から排出されるばい煙や揮発性有機化合物及び粉じんは、大気汚染防止法や各自治体の条例等で排出施設の種類・規模ごとに排出基準などが定められている。大気汚染防止での排出施設は、物の燃焼に伴うばい煙を排出する一定規模以上の施設を「ばい煙発生施設」とし、ボイラー、廃棄物焼却炉など32種類に分類されている。

ばい煙発生施設は、燃焼及び加熱対象物、燃料の種類、燃焼方式・ガス処理方法などの設備構造が種類ごとに異なり、その例として(1)ボイラー、(2)廃棄物焼却炉、(3)製鋼用等電気炉の設備を紹介する。

2.2.1 ボイラー

ボイラーは、燃料を燃焼させて得た熱を水に伝え水蒸気や温水に換える装置で火炉、ボイラー本体、付属品、付属装置などからなっている。利用する媒体と使用温度で表 2.2.1 のように一般的な名称が付けられている。

表 2.2.1 ボイラーの種類

ボイラー名称	媒体	媒体温度（一般使用）
温水ボイラー	水	～ 80 °C
蒸気ボイラー	蒸気	100～180 °C
熱媒ボイラー	熱媒油	200～350 °C

労働安全衛生法に基づくボイラー及び圧力容器安全規則により、一定以上の伝熱面積、最高圧力のボイラーは設置・定期検査・取り扱い等が規制されている。

表 2.2.2 法的ボイラーの名称

法的ボイラーの名称	概要
簡易ボイラー	温水ボイラー，蒸気ボイラー 缶内圧力が概ね 0.1 Mpa 以下の小型ボイラー
小型ボイラー	温水ボイラー，蒸気ボイラー 缶内圧力が概ね 0.2 Mpa 以下

(1) ボイラーの分類

ボイラー本体は水部とこれから発生した蒸気部からなり、伝熱面積の大小と蒸気量などボイラーの構造に密接な関係がある。構造上の分類は水部の大きい丸ボイラー、水部の小さい水管ボイラー、その他特殊ボイラーなどがある。

表 2.2.3 ボイラーの分類

ボイラーの分類	主なボイラー
丸ボイラー	炉筒ボイラー，煙管ボイラー，炉筒煙管ボイラー，立てボイラー
水管ボイラー	自然循環式水管ボイラー，強制循環式水管ボイラー，貫流ボイラー
特殊ボイラー	鋳鉄製ボイラー，廃熱ボイラー，特殊燃料（RDF，RPF）ボイラー

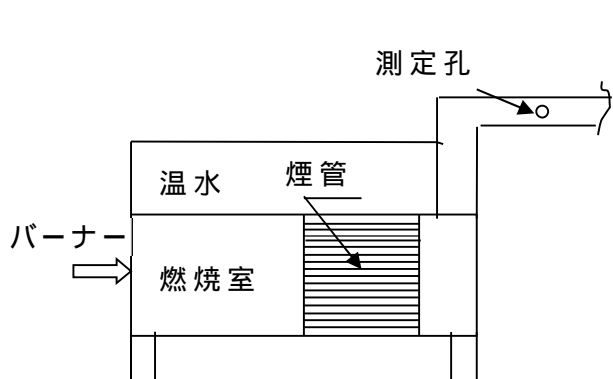


図 2.2.1 炉筒煙管ボイラーの例

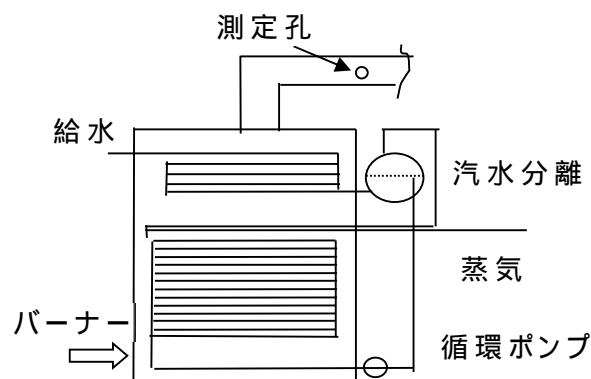


図 2.2.2 強制循環式水管ボイラーの例

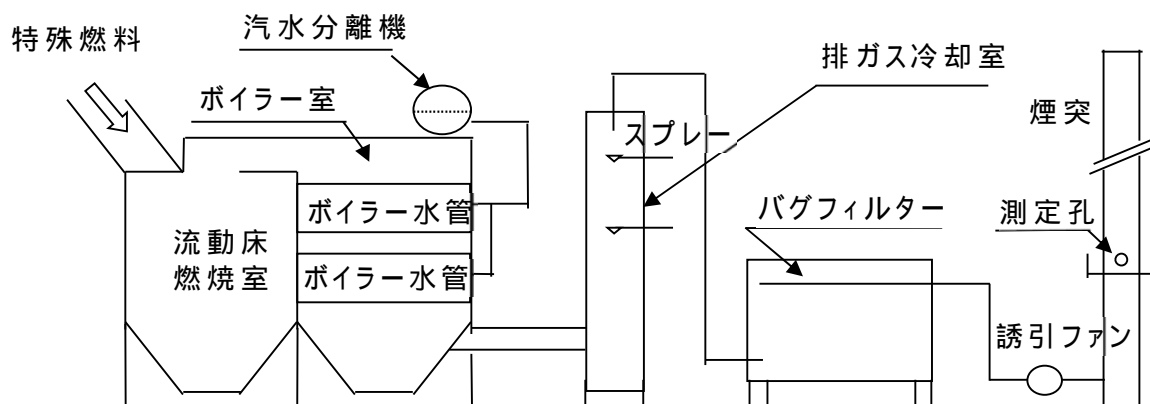


図 2.2.3 特殊燃料ボイラーの例

(2) ボイラーの燃料

ボイラーの燃料には液体燃料，気体燃料，固体燃料，特殊燃料があり燃料消費量に対し最適な燃焼空気量（空気比）で燃焼されボイラーの熱源とされる。

表 2.2.4 ボイラーの燃料

ボイラーの分類	主な燃料
液体燃料	A・B・C重油，灯油，軽油
気体燃料	都市ガス，天然ガス，液化天然ガス，液化石油ガス，発生炉ガス（コークス炉ガス），高炉ガス
固体燃料	石炭（微粉炭），褐炭，コークス，練炭，木材
特殊燃料	木屑，一般廃棄物（ごみ），廃棄物固形化燃料（RDF，RPF） 廃タイヤ他

(3) ボイラーの排ガス測定の留意点

排ガス測定は大気汚染防止法で規定され，ばいじん，窒素酸化物（NO_x），硫黄酸化物（SO_x）が定められている。但し，硫黄酸化物（SO_x）については燃料からの燃焼計算でも良いとされている。測定分析上の留意する点は測定位置，燃料の種類及び消費量，稼動状況など安全作業と精度管理良く測定できることを確認する。

表 2.2.5 排ガス測定の留意点

項目	留意事項	目的
測定位置	測定孔，排ガス温度，直管部，ステージの確保	精度管理，安全
燃料	燃料の種類，測定時の燃料消費量	単純誤り，精度管理，
稼動	連続運転，間欠運転	単純誤り，精度管理
温度・湿度	燃焼用空気の水分量	精度管理，安全（雰囲気）
測定中	定常的な運転確認	精度管理

2.2.2 廃棄物焼却炉

廃棄物は廃棄物処理法により産業廃棄物と一般廃棄物に分類される。産業廃棄物は事業活動に伴って生じた廃棄物で，燃え殻，汚泥など 20 種類に分類されている。一般廃棄物は産業廃棄物以外の廃棄物で日常生活に伴って産業廃棄物に含まれない家庭，工場，ビル，商店からの排出されるごみ，し尿，紙くずなどがある。廃棄物の処理において，焼却は主要な処理方法であり，廃棄物焼却炉は事業系の産業廃棄物や産業廃棄物の中間処理を行なう産業廃棄物焼却炉と一般廃棄物を自治体や広域化組合などで焼却処理を行なう一般廃棄物焼却炉からなっている。

表 2.2.6 廃棄物の分類

産業廃棄物	事業活動で発生した産業廃棄物，20種類
特別管理廃棄物	産業廃棄物のうち，特に指定された有害なもの
一般廃棄物	産業廃棄物以外のもの
事業系廃棄物	事業活動で発生した，産業廃棄物以外のもの
家庭廃棄物	一般家庭の日常生活から発生したもの
特別管理廃棄物	一般廃棄物のうち，特に指定された有害なもの

その他： 指定有害廃棄物（硫酸ピッチ）については特別な規定がある。

除外： ・放射性物質及びこれによって汚染されたもの
 ・漁業活動で網に掛かった水産動植物等
 ・港湾，河川等の浚渫（しゅんせつ）に伴って生じる土砂，その他これに類するもの
 ・土砂砂及びもっぱら土地造成の目的となる土砂に準ずるもの

(1) 廃棄物焼却炉の分類

廃棄物焼却炉は処理能力（数十 kg/h～数 t/h）と火床面積（0.5 m²程度～）で小型，中型，大型などに分類され，排ガス中のばいじん等は大気汚染防止法（大防法）、ダイオキシン類はダイオキシン類対策特別措置法（DXN法）など、処理能力で規制値が異なっている。また，廃棄物焼却炉は廃棄物焼却量によりバッチ炉，機械バッチ炉，准連続炉（10時間～/日 運転），連続炉（24時間運転）などに便宜上分類されている。

表 2.2.7 廃棄物焼却炉の分類

処理能力	分類	主な操業
4 t/h 以上	大型焼却炉	連続炉
2 t/h 以上 4 t/h 未満	中型・大型焼却炉	准連続炉，連続炉，機械バッチ炉
200 kg/h 以上 2 t/h 未満	小型・中型焼却炉	准連続炉，機械バッチ炉，バッチ炉
50 kg/h 以上 200 kg/h 未満	小型焼却炉	バッチ炉

(2) 廃棄物焼却炉の種類

廃棄物焼却炉は廃棄物の種類と焼却能力により構造などが異なる。焼却炉の構造は廃棄物を燃焼空気で酸化焼却方法が大半であるが，近年はダイオキシン類を発生が抑制できる還流ガス化炉（小型・中型），ガス化熔融炉が増加している。また，廃棄物の焼却から生じた燃え殻，ばいじんは減容化，無害化，再資源化を目的として高温で熔融する熔融炉の導入も多くなっている。

表 2.2.8 廃棄物の種類

廃棄物の種類	主な焼却炉の種類
一般廃棄物	バッチ炉，機械バッチ炉，ロータリーキルン炉，ストーカー式焼却炉，流動床式炉，乾留ガス化炉，ガス化溶融炉
汚泥	多段燃焼炉，流動床式炉
廃油	液中燃焼炉
廃酸・廃アルカリ	液中燃焼炉
廃プラスチック	バッチ炉，ロータリーキルン炉，ストーカー式焼却炉
その他焼却炉（木くずなど）	バッチ炉，機械バッチ炉，ロータリーキルン炉，ストーカー式焼却炉，流動床式炉，
燃え殻，ばいじんの溶融	直接溶融炉，電気式溶融炉，燃料式溶融炉

廃棄物焼却炉は「廃棄物処理法」，「大気汚染防止法」，「悪臭防止法」，「騒音規正法」，「振動規正法」，「ダイオキシン類対策特別措置法」により法的規制がされ，特に，2002年12月施行の改正「廃棄物処理法」では次の焼却炉の構造基準が定められている。

- 1) 空気取り入れ口及び煙突の先端以外に焼却設備内と外気が接することなく，燃焼室において発生するガスの温度が800℃以上の状態で廃棄物を焼却できるもの。
- 2) 燃焼に必要な量の空気の通風が行なわれること。
- 3) 外気と遮断された状態で，定量ずつ廃棄物を燃焼室に投入できること。
- 4) 燃焼室中の燃焼ガスの温度を測定できる装置が設けられていること。
- 5) 燃焼ガスの温度を高温に保つことができるよう，助燃装置が設けられていること。

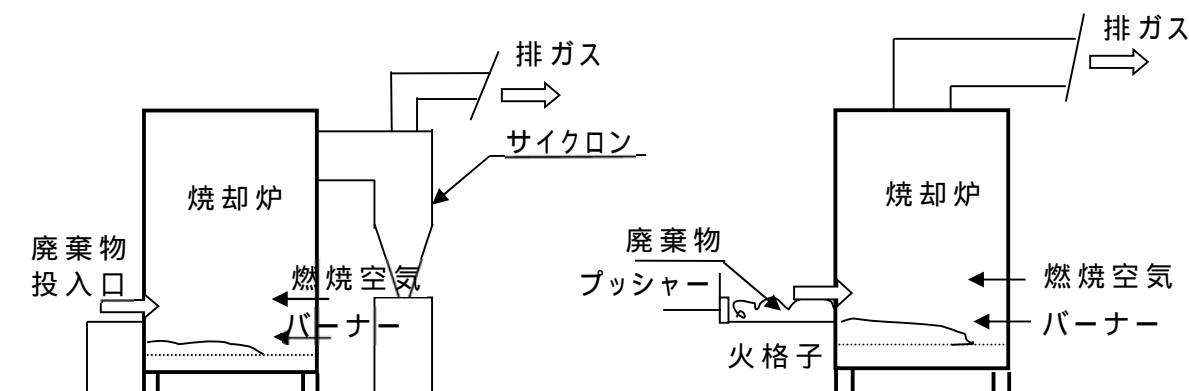


図 2.2.4 バッチ焼却炉の例

図 2.2.5 機械バッチ焼却炉の例

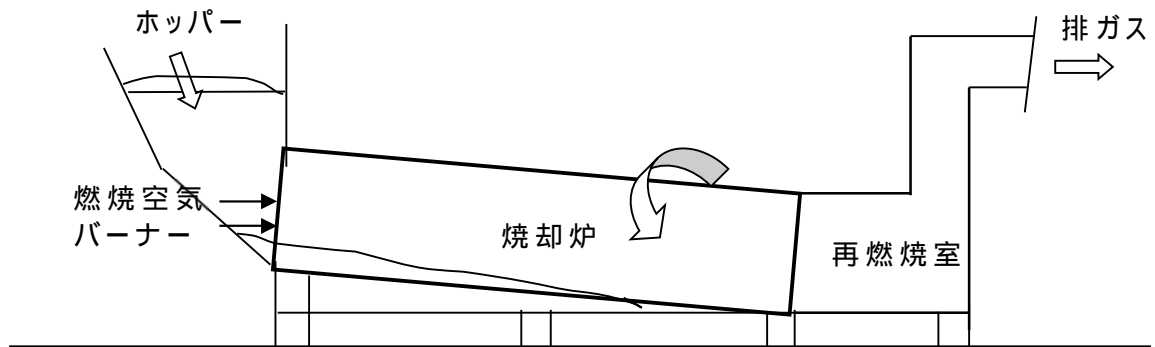


図 2.2.6 ロータリーキルン焼却炉の例

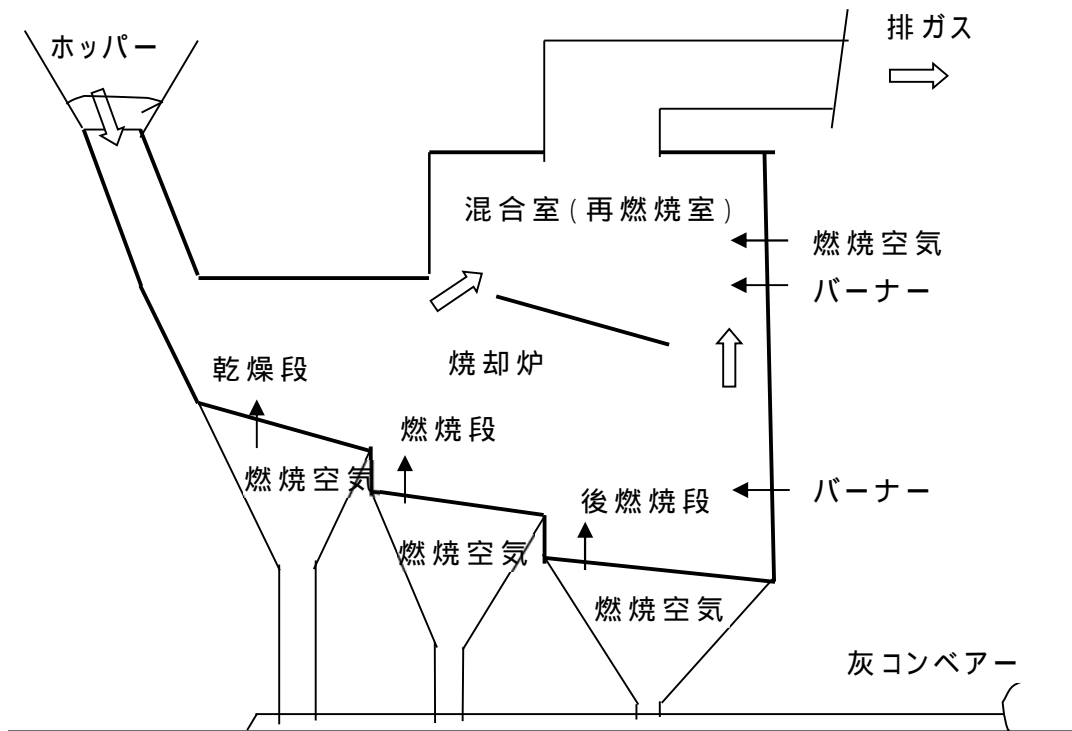


図 2.2.7 ストーカー式焼却炉（2回流）の例

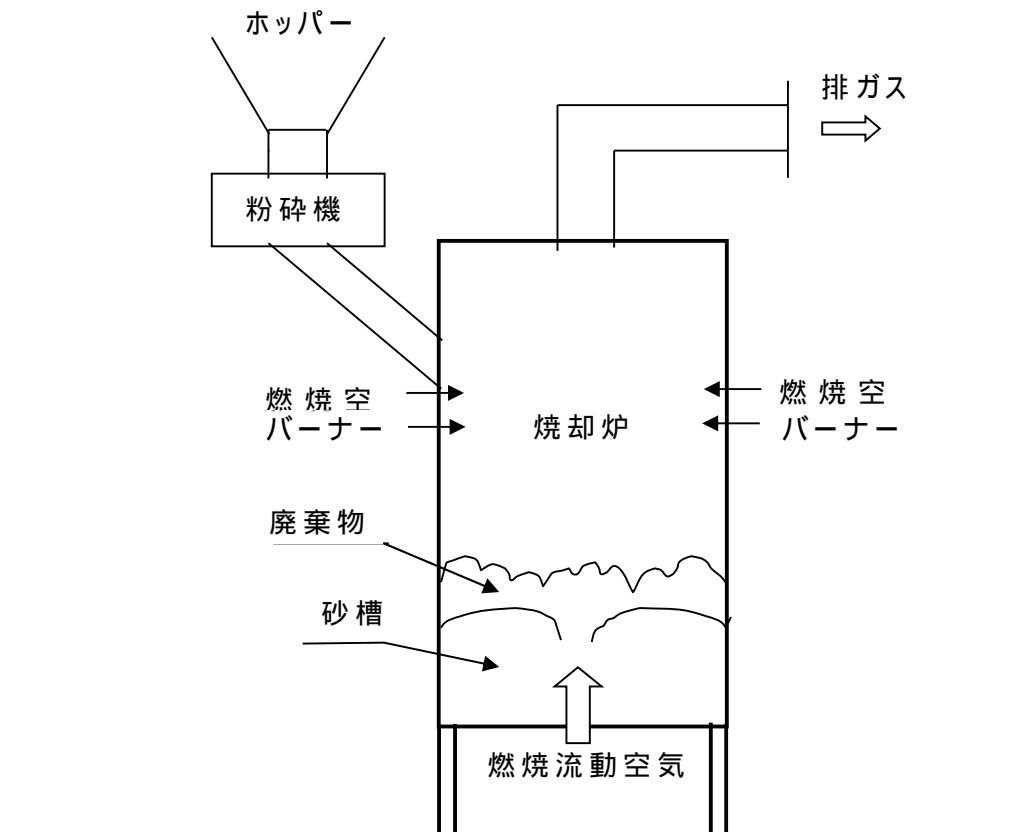


図 2.2.8 流動床式焼却炉の例

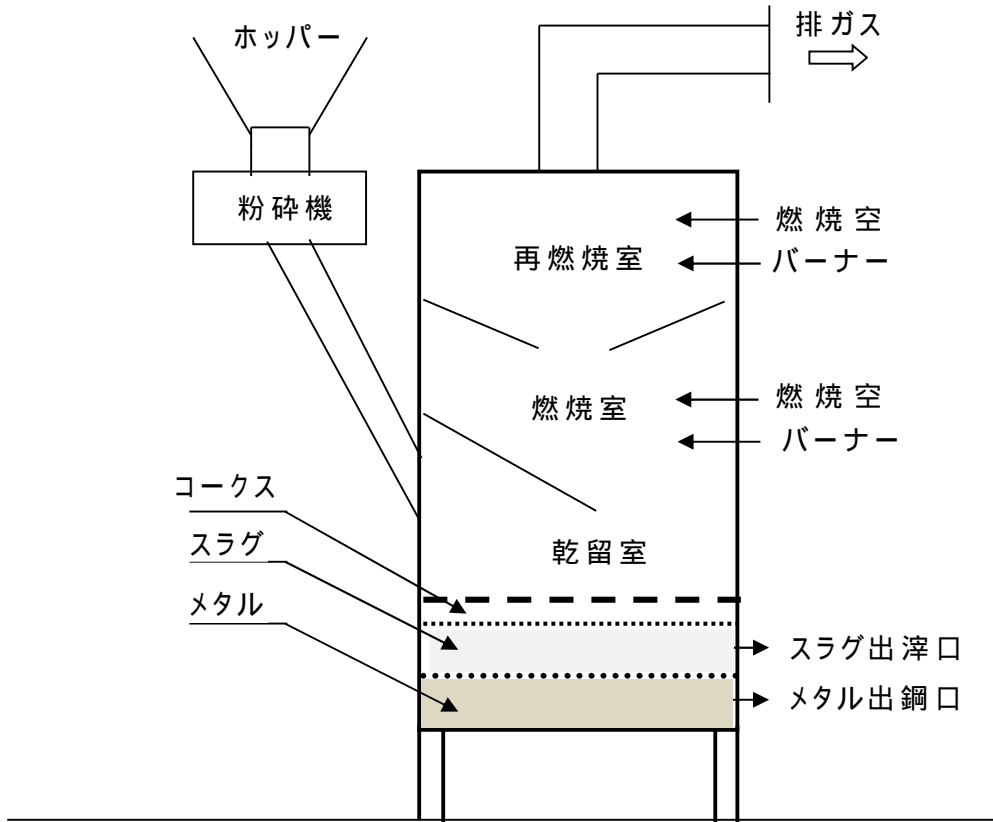


図 2.2.10 ガス化溶融焼却炉の例

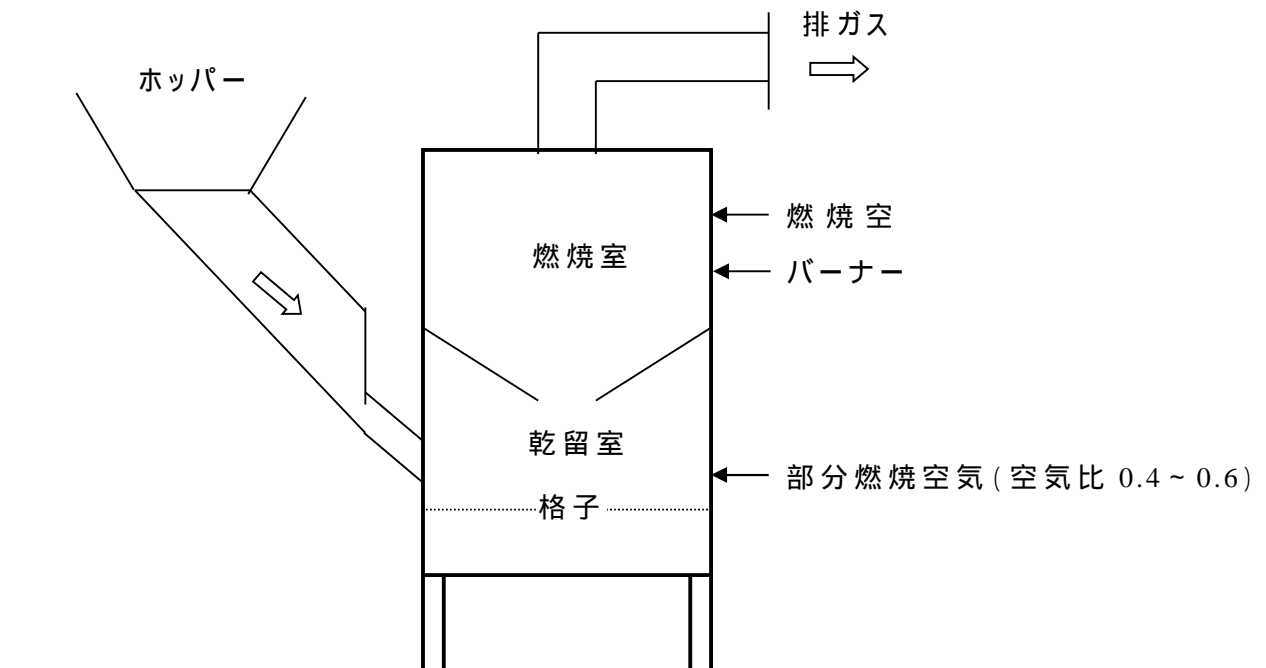


図 2.2.9 乾留ガス化焼却炉の例

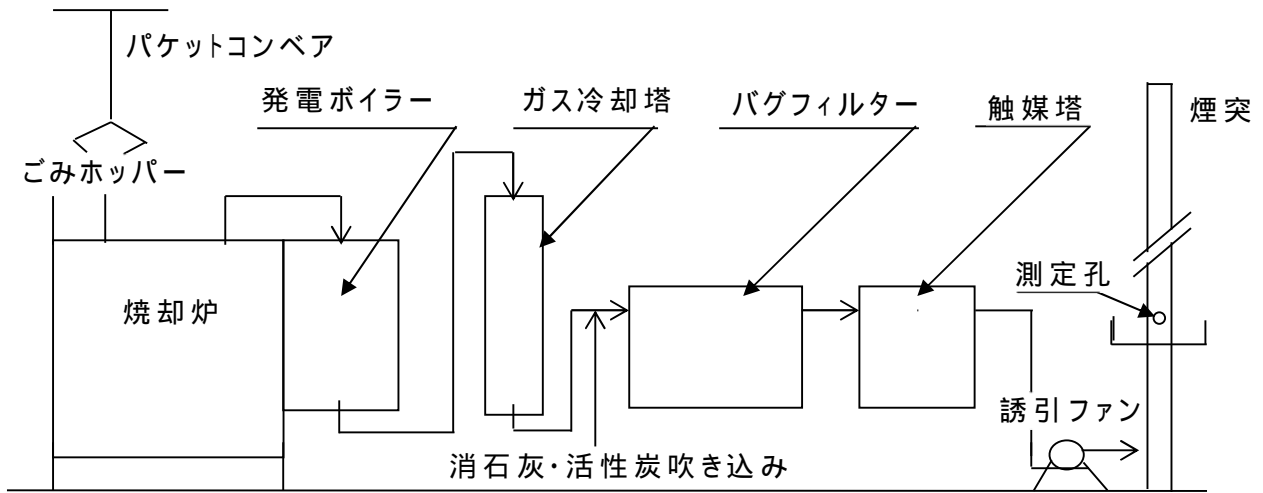


図 2.2.11 排ガス除去装置等の例

(3) 廃棄物焼却炉排ガス測定の留意点

排ガス測定は大気汚染防止法・ダイオキシン類対策特別措置法で規定され、ばいじん、窒素酸化物（NO_x）、硫黄酸化物（SO_x）、塩化水素（HCl）、ダイオキシン類（DXN）が定められている。測定分析上の留意する点は、測定位置、廃棄物の種類及び焼却能力、廃棄物の発熱量などの性状、有害ガス処理装置、集塵装置の稼働状況などがあり、安全作業の確保と精度管理された状況で測定できることを確認する。特に、有害ガス処理装置、集塵装置の性能確認試験の測定分析においては、排ガスの温度、組成、ばいじんの濃度など予め十分に装置を理解しておくことにより精度の良いサンプリングが実現する。

表 2.2.9 排ガス測定の留意点

項目	留意事項	目的
焼却炉の分類	小型・中型・大型焼却炉	DXNの規制値他
焼却炉の稼働	バッチ式、准連続、連続	測定のタイミング他
焼却炉の種類	燃焼焼却炉（バッチ、ロータリーキルン式、ストーカー式、流動床式）、乾留ガス化焼却炉	データの特徴、精度管理
排ガス設備	有害ガス処理装置、集塵装置、DXN除去装置（触媒）他	データの特徴、精度管理
測定位置	測定孔、排ガス温度、直管部、ステージの確保	精度管理、安全確保
廃棄物	廃棄物の種類、測定時の焼却量	データの特徴、精度管理
温度・湿度	燃焼用空気の水分量	精度管理、安全（雰囲気）
測定中	定常的な運転確認、燃料の有無	精度管理

2.2.3 電気炉

製鋼用電気炉は電気アーク熱を使い鉄スクラップを溶かし製鋼する工業炉で、操業は鉄スクラップの数回の装入（初装から2～3回追装）から溶解・出鋼までバッチで行なわれる。鉄スクラップはくず鉄、新断クズ、塊（甲山）などが原料で特殊金属（副原料鉱石）を入れることもある。

電気炉の操業はスクラップヤードからバケットコンベアーでスクラップを電気炉に装入する。通電開始で電気アーク（熱）と酸素でスクラップを溶断しながら溶け落ちてから電気アーク熱と燃料で溶解し、その後1回～2回のスクラップを追装し続けて溶解する。鉄溶解物は脱炭素（酸化期）、加炭（還元期）などで成分調整を行ない約1500℃で電気炉を傾動させスラグを排出し、目的成分が調整できたら通電停止で再び電気炉を傾動させ出鋼となる。ここまでが1バッチ（1チャージ）で電気炉の種類（鋼種）にもよるが約1時間で、次の装入まで数分～10分程度の合間がある。

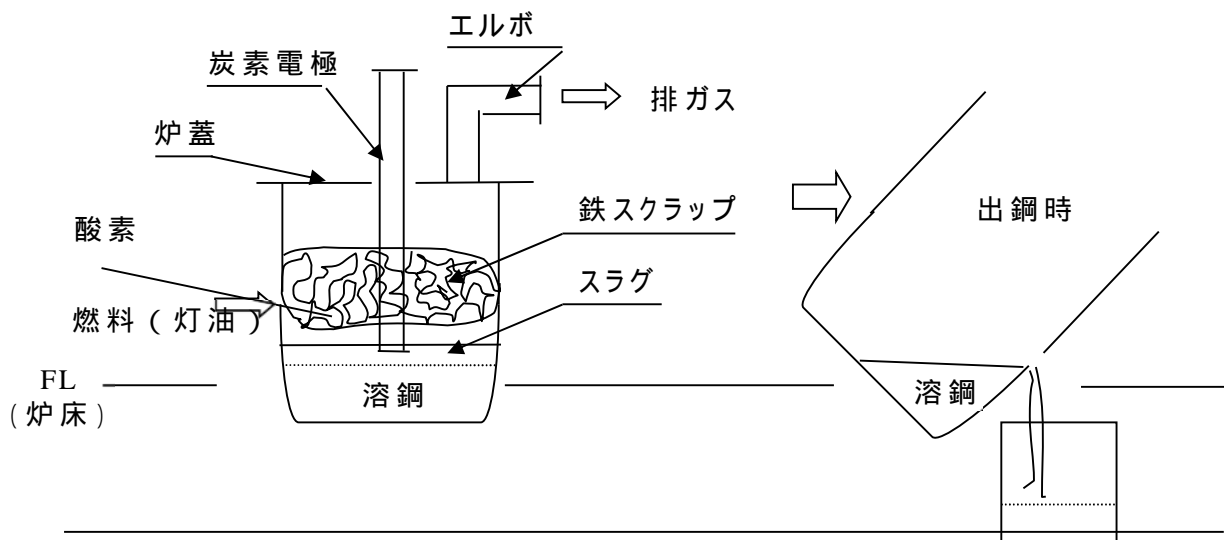


図 2.2.12 製鋼用電気炉の例

(1) 設備の種類

電気炉からの排ガスは、燃焼塔(緩衝塔)を経て冷却塔からバグフィルター等集塵機から排出される。

近年の設備はダイオキシン類対策でバグフィルターを通過する温度を下げるため、建屋集塵ガスとの合流式の設備が主流となっている。

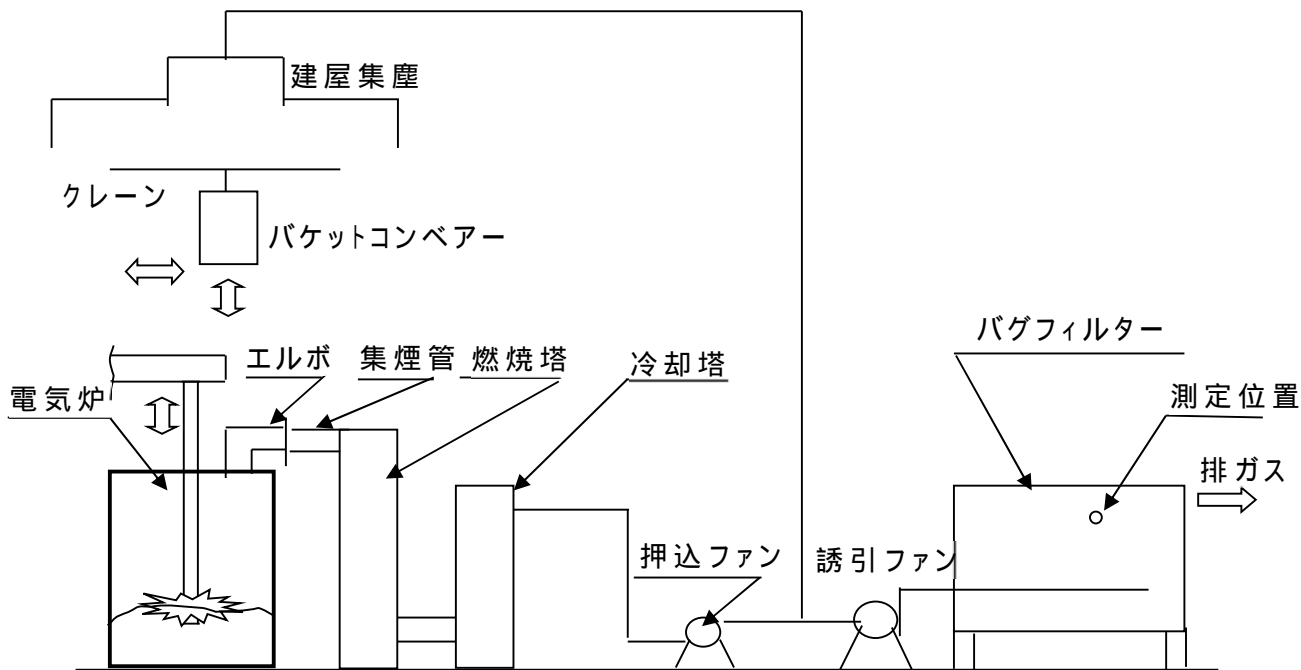


図 2.2.13 電気炉直引系，建屋系合流式の排ガス設備の例

(2) 電気炉排ガス測定の留意点

排ガス測定は大気汚染防止法・ダイオキシン類対策特別措置法で規定され、ばいじん、窒素酸化物（NO_x）、ダイオキシン類（DXN）が定められている。測定分析上の留意する点は、設備全体の確認（直引系、建屋系合流式の排ガス）、測定位置、製鉄原料の種類及び出鋼能力・時間、集塵装置方式、煙突の有無などがあり、安全作業と精度管理良く測定できることを確認する。集塵装置は押し込み型と吸引型の両者があり、前者は煙突がなく流量測定は集塵機前で測定する必要がある。また、1チャージの操業の時間が短く排ガス組成、窒素酸化物濃度などが激しく変動するので、如何に代表的なサンプリングを操業時に行うかが重要である。また、還元期の排ガスは一酸化炭素（CO）濃度が非常に高くなることもあり、集塵機周辺、正圧の測定孔などは十分な注意が必要である。

表 2.2.10 排ガス測定の留意点

項目	留意事項	目的
電気炉の設備	直引系、建屋系合流式の排ガス、煙突の有無	データの特徴、安全確保
電気炉の稼動	バッチの時間・連続稼動、追装回数等測定時間の確保	測定のタイミング他
測定位置	測定項目と測定位置の確保（ガス量、DXN等の測定位置）、測定孔、排ガス温度、直管部、ステージの確保、CO検知器常時携帯、安全帯、保護メガネ着装	データの特徴、精度管理 安全確保
温度・湿度	燃焼用空気の水分量	精度管理、安全（雰囲気）
測定中	定常的な運転確認、燃料の有無	精度管理

< 廃棄物の参考資料 >

廃棄物は、廃棄物の処理及び清掃に関する法律上「一般廃棄物」と「産業廃棄物」の二つに分類されており、産業廃棄物とは、事業活動に伴って排出される、がれき類、汚泥、廃プラスチック類などで表 2.2.11 に示す廃棄物で定義されている。ここでいう「事業活動」とは、製造業や建設業等に限定されるものではなく、オフィス、商店等の行う商業活動や地方自治体、学校等の公共活動も含めた広義の概念として捉えられている。また、一般廃棄物とは、産業廃棄物以外の廃棄物をいい、主に家庭から排出される生ごみや粗大ごみ、オフィスから排出される紙くずなどで、各市町村がそれぞれの廃棄物処理計画に従い、収集・運搬し、及び処分することとされている。

表 2.2.11 産業廃棄物の種類

種類	具体的な例
燃えがら	石炭がら、コークス灰、重油灰、廃活性炭（不純物が混在すること等により泥状のものは汚泥）、産業廃棄物の焼却残灰・炉内掃出物（集塵装置に補足されたものは、ばいじんとして扱う。）
汚泥	工場廃水等処理汚泥、各種製造業の製造工程で生じる泥状物、ベントナイト汚泥等の建設汚泥、生コン残さ、下水道汚泥、浄水場汚泥

廃油	廃潤滑油，廃洗浄油，廃切削油，廃燃料油，廃食用油，廃溶剤（シンナー，アルコール類），タールピッチ類
廃酸	廃硫酸，廃塩酸，廃硝酸，廃クロム酸，廃塩化鉄，廃有機酸，写真定着廃液，酸洗浄工程その他の酸性廃液
廃アルカリ	廃ソーダ液，写真現像廃液，アルカリ洗浄工程その他のアルカリ性廃液
廃プラスチック類	合成樹脂くず，合成繊維くず，合成ゴムくずなど，固形状及び液状のすべての合成高分子系化合物，廃タイヤ（合成ゴム），廃イオン交換樹脂なども該当する。
紙くず	建設業に係るもの（工作物の新築，改築又は除去に伴って生じたものに限る。），パルプ，紙又は紙加工品の製造業，新聞業（新聞巻取紙を使用して印刷発行を行うものに限る。），出版業（印刷出版を行うものに限る。），製本業，印刷物加工業に係るもの PCB が塗布され又は染み込んだもの（全業種）
木くず	建設業に係るもの（工作物の新築，改築又は除去に伴って生じたものに限る。），木材又は木製品製造業（家具製造業を含む。）パルプ製造業及び輸入木材卸売業に係るもの，PCB が染み込んだもの（全業種）
繊維くず	建設業に係るもの（工作物の新築，改築又は除去に伴って生じたものに限る。），繊維工業（衣服その他の繊維製品製造業を除く。）PCB が染み込んだもの（全業種）
動植物性残さ	（食料品製造業，医薬品製造業，香料製造業）原料として使用した動物又は植物に係る固形状の不要物・醸造かす，発酵かす，ぬか，ふすま，パンくず，おから，コーヒーかす，ハムくず，その他の製造くず，原料かす，（なお，卸小売業，飲食店等から排出される動植物性の固形状不要物，厨芥類は，事業系一般廃棄物となる。）
動物系固形不要物	と畜場において屠殺し，又は解体した獣畜及び食鳥処理場において処理をした食鳥に係る固形状不要物
ゴムくず	天然ゴムくず（合成ゴムくずは廃プラスチック類）
金属くず	切削くず，研磨くず，空缶，スクラップ
ガラスくず・コンクリートくず及び陶磁器くず	ガラスくず，耐火レンガくず，陶磁器くず，セメント製造くず
鉱さい	高炉，転炉，電気炉等のスラグ，キューポラのノロ，鋳物廃砂，不良鉱石
工作物の新築，改築又は除去に伴って生じたコンクリートの破片その他これに類する不要物	コンクリート破片（セメント，アスファルト），レンガの破片，かわら片などの不燃物
動物のふん尿	畜産農業に係るもの
動物の死体	畜産農業に係るもの
ばいじん	大気汚染防止法に規定するばい煙発生施設，汚泥，廃油，廃酸，廃アルカリ廃プラスチック類の焼却施設において発生するばいじんであって集塵施設（乾式，湿式）によって捕捉したもの
処分するために処理したもの（政令第2条第13号廃棄物）	上記に掲げる産業廃棄物又は輸入された廃棄物のうち航行廃棄物及び携帯廃棄物を除いたものを処分するために処理したものであって，これらの産業廃棄物に該当しないもの・コンクリート固形化物など

産業廃棄物のうち、爆発性、毒性、感染性その他の人の健康又は生活環境に係る被害が生ずるおそれのある性状を有するものは、特別管理産業廃棄物として別に定められており、その種類及び内容を表2.2.12に示す。特別管理産業廃棄物は、排出されてから処理されるまでの間、常に注意して取り扱うこととされており、排出事業者に対しては、特別管理産業廃棄物管理責任者の選任など、通常の産業廃棄物と比べ特別な管理及び処理方法が義務付けられている。

表2.2.12 特別管理産業廃棄物

種 類	具体的な例
廃 油	産業廃棄物である揮発油類，灯油類及び軽油類（タールピッチ類及びその他の廃油を除く。引火点 70 未満のもの）
廃 酸	水素イオン濃度指数（pH）が 2.0 以下の廃酸
廃アルカリ	水素イオン濃度指数（pH）が 12.5 以上の廃アルカリ
感染性産業廃棄物	医療機関等から排出される，血液，使用済みの注射針などの，感染性病物原体を含む又はそのおそれのある産業廃棄物 < 下記施設から排出されるもの > ア．病院，イ．診療所，ウ．衛生検査所，エ．介護老人保健施設，オ．助産所，動物の診療施設及び試験研究所（医学，歯学，薬学及び獣医学に係るものに限る。）
(1) 廃 PCB 等 (2) PCB 汚染物 (3) PCB 処理物	(1) 廃 PCB 及び PCB を含む廃油 (2) PCB が塗布され若しくは染み込んだ紙くず，PCB が染み込んだ木くず若しくは繊維くず又は PCB が付着し又は封入された廃プラスチック類若しくは金属くず，PCB が付着した陶磁器くず，若しくはがれき類 (3) 廃 PCB 等又は PCB 汚染物を処分するために処理したもの
廃石綿等	・ 建築物その他の工作物から除去した飛散性の吹付け石綿，石綿含有保温材，断熱材，耐火被覆材及びその除去工事から排出されるプラスチックシート等で，石綿が付着しているおそれのあるもの ・ 大気汚染防止法の特定粉じん発生施設を有する事業場の集塵装置で集められた飛散性の石綿等
その他の有害産業廃棄物	水銀，カドミウム，鉛，有機燐化合物，六価クロム，砒素，シアン，PCB，トリクロロエチレン，テトラクロロエチレン，ジクロロメタン，四塩化炭素，1,2-ジクロロエタン，1,1-ジクロロエチレン，シス-1,2-ジクロロエチレン，1,1,1-トリクロロエタン，1,1,2-トリクロロエタン，1,3-ジクロロプロペン，チウラム，シマジン，チオベンカルブ，ベンゼン，セレン，1,4-ジオキサン，ダイオキシン類が基準値を超えて含まれる汚泥，鉍さい，廃油，廃酸，廃アルカリ，燃え殻，ばいじん等

第3章 測定準備

事前調査の結果から，測定現場の実態に合わせて必要な測定機材を選定，整備するとともに，測定の前に行わなければならない種々の準備をする。

2.3.1 採取機材リスト及び点検

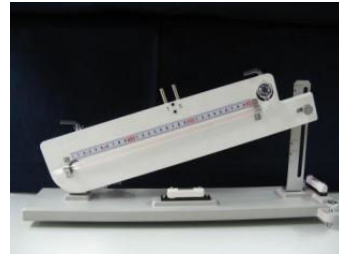
試料採取担当者は試料採取機材を「試料採取器具類管理記録」に登録し，器具類の整備及び管理を実行する。試料採取器具類管理記録表（例）を表 2.3.1，主要な装置を写真 2.3.1 に示す。

表 2.3.1 試料採取器具類管理記録（例）

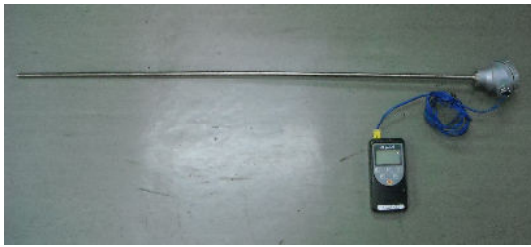
点検日						
点検者						
装置名	メーカー名	型式	製造番号	点検項目		異常の内容
【排ガス】						
ピトー管				外観（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常）	ホース（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常）	
傾斜マンオメーター				外観（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常）		
温度計				外観（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常）	電源（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常）	
オルザットガス分析装置				外観（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常）	液漏れ（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常） ジョイントの漏れ（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常）	
天秤				外観（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常）	電源（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常） ゼロ戻りの確認（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常）	
吸湿瓶				外観（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常）	吸湿剤（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常） ジョイントの漏れ（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常）	
真空ポンプ （大）1				外観（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常）	電源（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常） 真空度（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常）	
真空ポンプ （大）2				外観（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常）	電源（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常） 真空度（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常）	
真空ポンプ （小）				外観（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常）	電源（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常） 真空度（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常）	
ガスマーター （大）1				外観（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常）	針の作動確認（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常） 水平器の確認（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常）	
ガスマーター （大）2				外観（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常）	針の作動確認（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常） 水平器の確認（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常）	
ガスマーター （小）				外観（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常）	針の作動確認（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常） 水平器の確認（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常）	
CO・O ₂ 計				外観（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常）	電源（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常） ゼロ・スパンの確認（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常）	
記録計				外観（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常）	電源（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常） 0・100確認（ <input type="checkbox"/> 正常・ <input type="checkbox"/> 異常）	



ピトー管



傾斜マンノメーター



温度計



電子天秤



吸湿瓶



真空ポンプ（大）



湿式ガスメーター（大）



乾式ガスメーター（大）



真空ポンプ（小）



湿式ガスメーター（小）



乾式ガスメーター（小）

写真 2.3.1 試料採取主要装置の一例

2.3.2 使用前点検

試料採取器具の外観点検を行い，破損等がないことを確認する。採取管，フィルター捕集部及び液体捕集部は使用前に洗浄し，乾燥する。温度計，天秤，ガスマーターは，事前に作動確認する。ピトー管，傾斜マンノメーター及びガス用採取管は，管内が詰まっていないことを確認し，ガス採取管に関しては先端のダスト除去用ウールを交換する。オルザットガス分析装置は，ガラス器具であるので，破損がないことを確認する。使用頻度 10 回あるいは吸収液調整日より 1 ヶ月経過した場合は，新たに吸収液を調製することが望ましい。点検記録は「試料採取器具点検記録」及び「ガスマーター点検記録」に記録する。記録表例を表 2.3.2 及び表 2.3.3 に示す。

表 2.3.2 試料採取器具点検記録例

試料採取器具点検記録					
試料 形態	器 具 名	管 理 番 号	点 検 日	年 月 日	
			点 検 者		
			点 検 基 準	判 定	不 良 時 の 対 処
	フィルター捕集部			良・不良	
	液体捕集部			良・不良	
	温度計		破 損 が ない 作 動 す る	良・不良	
	天秤			良・不良	
	真空ポンプ			良・不良	
	傾斜マンノメーター		破 損 が ない 管 内 の 詰 ま り	良・不良	
	ガス用採取管			良・不良	
	ピトー管			良・不良	
	オルザットガス分析装置		破 損 が ない 作 動 す る	良・不良	
	吸収管			良・不良	

表 2.3.3 ガスメータ日常記録例

No. _____				
<u>ガスメータ日常点検記録</u>				
ガスメータ No.		型	式	
実施日				
実施者				
点検対象部分	点検基準	判定		不良時の対処
外觀	汚れ・破損がない	良	不良	
水平器	水平が取れている	良	不良	
液量	適正量である	良	不良	
指針	動作異常がないか	良	不良	
ガラス温度計	汚れ・破損がない	良	不良	
U字管	汚れ・破損がない	良	不良	
項目	1回目		2回目	
開始時刻	:		:	
終了時刻	:		:	
ガスメータの種類	標準ガスメータ	点検ガスメータ	標準ガスメータ	点検ガスメータ
ガスメータ読み(後)				
ガスメータ読み(前)				
吸引量	L	L	L	L
評価	%		%	
判定基準	±2%以内		±2%以内	
判定	良 否		良 否	
総合判定	良 否			
<p>: 下式により計算する。 (点検ガスメータの吸引量・標準ガスメータの吸引量) / 標準ガスメータの吸引量 × 100</p> <p>備考</p> <ul style="list-style-type: none"> ・吸引は、吸引速度 5 L/min で 30 分行う。 				
			技術管理者	監督者
			担当者	

2.3.3 採取器材の選定と吸収液，吸収剤等の準備

試料ガス採取装置は試料採取管，導管，捕集部，ガス吸引装置，吸引ガス体積測定装置の各要素で構成される。ここでは，採取器材の選定として，試料採取管から捕集部までを紹介する。

(1) 試料採取管，導管

試料採取管には，排気ガス中のばいじんを除去するろ過材を取り付ける。採取管，ろ過材，接手管，さらに導管の材質には，化学反応や吸着作用などで，排ガスの分析結果に影響を与えないもの，排ガスの腐食成分により腐食されにくいもの，燃焼排ガスなどの高温に対して，十分な機械的強度を保つものを選択する。写真 2.3.2 に試料採取管，導管の一例を示す。



上：ステンレス鋼製採取管
下：ガラス製採取管



上：シリコン製導管
下：テフロン製導管

写真 2.3.2 試料採取管（左），導管（右）の一例

(2) 捕集部

吸収瓶を用いる場合

排ガス採取は捕集部に吸収瓶を用いガス吸引装置に接続する。吸収瓶，洗浄瓶には分析対象ガスに応じた吸収液を入れ，排ガスを通気させ，有害ガスを吸収させる。吸収ピンの形状・体積は，分析対象ガスごとに定められており，規定のものを使用する。吸収瓶の一例を写真 2.3.3 示す。

なお，吸収瓶はあらかじめ十分に洗浄し，ガラスフィルターの目詰まりや破損等がないか，事前に確認したものを準備する。



写真 2.3.3 吸収瓶の一例

真空フラスコを用いる場合

真空フラスコをポンプで真空にさせて，コックを調整して分析対象ガスを採取する。真空フラスコはあらかじめ内容積を求めておく必要がある。また，フラスコの気密度を確保するため，コックやテーパー部分にグリースを使い，漏れこみがないように注意する。なお，真空フラスコによる採取は，規定にある対象ガスとする。

真空フラスコの一例を写真 2.3.4 に示す。



写真 2.3.4 真空フラスコ

捕集バッグを用いる場合

捕集バッグを機密容器にいれ，導管を排ガスに接続し，機密容器内を減圧させて，試料ガスを採取する。捕集バッグは合成樹脂フィルム製のもので，容積は分析対象ガスに応じたものとする。なお，捕集バッグによる採取は，分析対象ガスによって吸着などの恐れがあるため，規定で対応可能な成分を対象とする。

気密容器の一例を写真 2.3.5 に示す。



写真 2.3.5 気密容器の一例

2.3.4 測定者の役割分担

試料採取は，原則として二人以上で一組となり，作業を行う。

主な役割分担は，「ガスメーター周り」，及び「測定孔周り」の作業が中心となる。

「ガスメーター周り」とは、分析対象ガスを吸引するために真空ポンプ及びガスメーターなどの操作を行う作業を指す。

「測定孔周り」とは、測定地点の測定孔の開閉、ならびにそこに挿入している採取管から、吸収瓶、及び捕集バッグなどを接続させ、分析対象ガスを採取する作業を指す。なお、「ガスメーター周り」の作業者と距離がある場合、無線などで合図を確認しながら試料採取を行う。それぞれの役割分担を以下の表 2.3.4 に、また、その作業風景を写真 2.3.6 に示す。

表 2.3.4 試料採取における役割分担の一例

	「ガスメーター周り」	「測定孔周り」
作業内容	<ul style="list-style-type: none"> ・ 真空ポンプ操作，調整 ・ ガスメーター読み，記録 ・ オルザット分析 ・ 水分量測定（秤量） ・ 各種計算（等速吸引等）など 	<ul style="list-style-type: none"> ・ 測定孔の開閉 ・ 採取管等セッティング ・ 試料採取作業 ・ 吸収液等交換など



「ガスメーター周り」

「測定孔周り」

写真 2.3.6 作業風景

特に、「測定孔周り」の作業は、高所、高圧、高温及び有毒ガスなど危険を伴う作業があるため、適正な保護具の着用など、十分な安全配慮が必要になる。

2.3.5 前回データ等の確認

前回データ等の確認は、作業安全確保、ならびに試料採取の設定を行ううえで重要になるため、対象施設の過去のデータ、あるいはメーカースペックの設計数値などを事前に情報収集しておくことが望ましい。

作業の安全確保については、高所作業の有無、対象の排ガスの有毒性や、高温、高圧であるかを確認し、必要に応じて、高所、防毒、高温、高圧などに耐えられる装備を準備しなければならない。写真 2.3.7 に保護具の一例を示す。

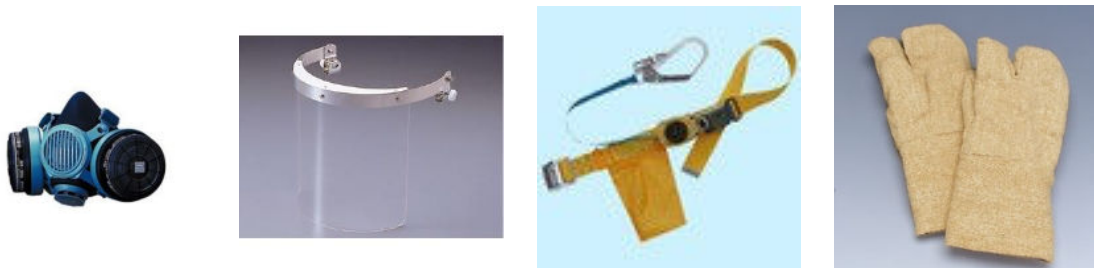


写真 2.3.7 保護具の一例（右から防毒マスク，保護面，安全帯，耐熱手袋）

また、試料採取の設定では、分析対象ガスの性状により吸引ガス量、吸収液、吸収剤などの選択を行い、より適切な試料採取を行ううえで、重要な作業となる。

2.3.6 野帳（採取記録表）への記入例

現場野帳への記入は下記の採取記録表 2.3.5 にならって、必要事項を記入する。

表 2.3.5 採取記録表例

測定記録						
測定年月日 年 月 日						
測定場所						
施設名						
測定者						
測定点:		大気圧: kPa (mmHg)		f =		分析者
測定 者 記 入	試料番号		1	2	3	
	採取時刻	時分	: ~ :	: ~ :	: ~ :	
	ガスマーター温度		~	~	~	
	ガスマーター読み		~	~	~	
	吸引ガス流量	L/min				
	ガスマーター圧力	kPa				
	吸引ガス量	L				
分 析 者 記 入	換算ガス量	L _N				
	試料定容量	mL				
	試料分取量	mL				
	検量線の読み	mg				
	空試験	mg				
	希釈倍率					
	個別濃度	ppm				
平均濃度	ppm					
記事						

2.3.7 酸素濃度，二酸化炭素濃度，一酸化炭素濃度の測定

煙道，煙突排ガス中の酸素と二酸化炭素の体積百分率(%)を測定値は，特にばい煙発生施設の運転状況を管理する目安として重要である。二酸化炭素の量は同じ空気比でも燃料の種類によって変わるが，酸素の量はほとんど変わらないので酸素を測定する。

なお，排ガス組成では一般的に化学分析方法であるオルザット式が使用されている。また，簡易的な自動計測器として赤外線吸収式ガス分析計について，あわせてここに紹介する。

(1) オルザットガス分析装置(JIS K 0301)

ダクト排ガス中の酸素，二酸化炭素，一酸化炭素の体積百分率(%)を測定するのに使用されている，携帯形の化学的ガス分析装置で，手動で酸素，二酸化炭素，一酸化炭素を各吸収液に吸収させてその体積の減少から各項目の割合(%)を確認する。オルザット分析装置の例を写真2.3.8に示す。

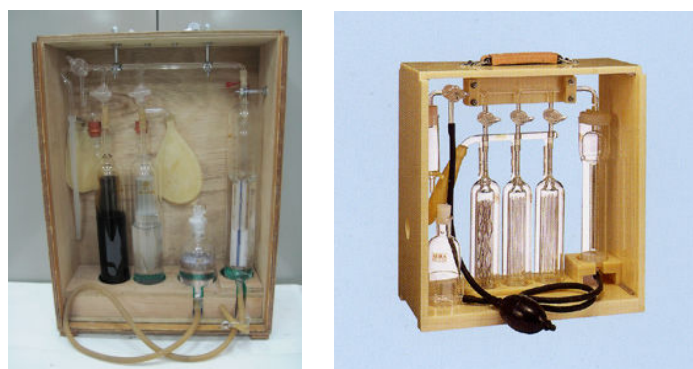


写真 2.3.8 オルザット分析装置

(2) 赤外線吸収式ガス分析計

赤外線吸収式分析計は，酸素，二酸化炭素，一酸化炭素の赤外線領域の特定波長の光吸収を利用し，試料ガス中の酸素，二酸化炭素，一酸化炭素濃度を測定する。赤外線吸収式分析計の一例を写真2.3.9に示す。



写真 2.3.9 赤外線吸収式ガス分析計

2.3.8 検知管法

(1) 原理

検知管(図 2.3.10, 図 2.3.11)とは内径一定の細いガラス管に検知剤を充填し, ガラス管の両端を溶封したものである。

使用する直前にガラス管の両端を切って, 検知管内に試料ガス採取器(図 2.3.12)を使用し, ガスを通気すると検知剤と試料ガス中のある特定ガスとの化学反応により検知剤が変色する。その時現れる変色は, 通気量を一定にするとガス濃度に応じた長さとなり, 再現性は極めてよい。したがって, あらかじめ検知管に濃度目盛を印刷することにより, 簡単にガス濃度を測定できる。

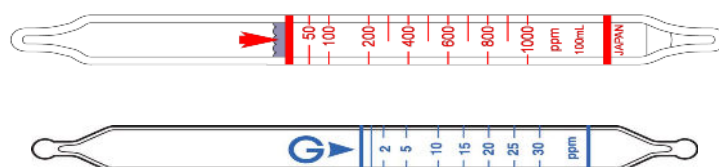


図 2.3.10 一般的な検知管

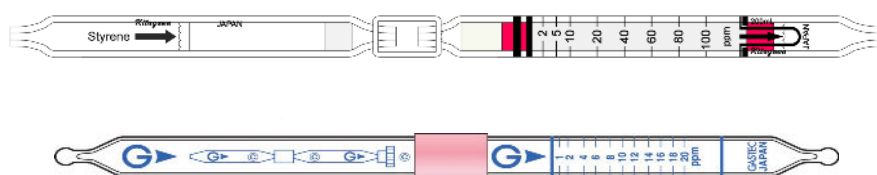


図 2.3.11 前処理管を接続した検知管



図 2.3.12 試料ガス採取器

(2) 特長

検知管には次のような特長がある。

化学分析器具・試薬などを必要としないので測定の準備がいらす, いつでもすぐに測定できる。

軽量で携帯に便利であり, わずかな試料ガスで微量濃度を定量でき, 現場での

測定に適している。

測定操作が非常に簡単で誰にでも測定でき、測定結果に個人差が生じない。

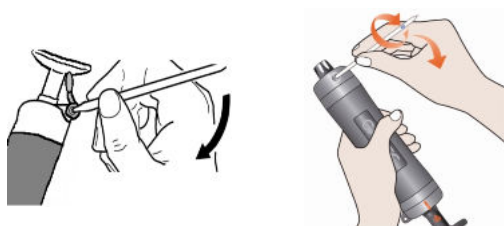
測定結果は数分で得られ、結果に基づく対応が速やかに行える。

電源や熱源を必要とせず、引火爆発性のガスが存在しても安全に測定できる。

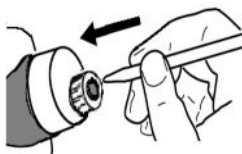
ガスの種類及び測定範囲に応じて種々の型式があり、それらを選択することにより、ppb から % オーダーまでの幅広い濃度測定ができる。

(3) 操作方法

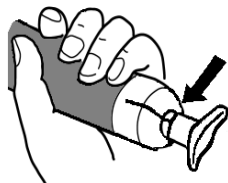
測定操作



検知管の両端をチップカッターでカットする。



矢印を採取器に向けて取り付け。



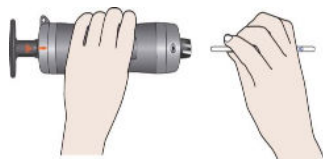
ハンドルを押し戻し、本体の赤線とハンドルの赤線(又はガイドマークマーク)を合わせる。



ハンドルを引いてロックする。



規定時間(使用説明書)放置し、試料を採取する。

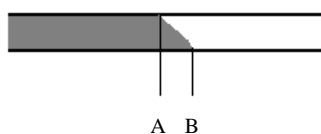


測定が終了したら採取器から検知管を取り外し、変色の先端で濃度を読み取る。

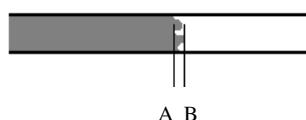
読取方法

検知管の変色は明瞭に現れ、その変色の先端で濃度を読み取ることが基本であるが、反応する薬剤の特性等で下記のような変色状態を示す場合がある。各状態での読み取り方を示す。

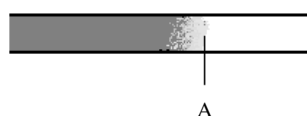
() 変色先端がナナメに変色している場合：AとBの間を読み取る。



() 変色先端が波を打っている場合：AとBの間を読み取る。



() 変色先端が薄い場合：色が確実に識別できる先端Aで読み取る。



注) 検知管メーカーにより読取方法が多少異なる場合があります。変色層の薄い先端と濃い先端の中を読み取る方法がある。

(4) 検知管の特性について

通気量

一般に検知管の濃度目盛りは通気量 100 mL(1ストローク)で校正されているが、中には 200 mL や 300 mL、またはそれ以上の通気量で校正されているものもある。

変色層の長さは、通気量に比例して長くなる傾向があり、検知管の最低目盛り以下の低濃度を測定する場合、数百 mL 通気後、測定値をストローク数で割り、概算の値を求めることもできる。ただし、試料ガスの吸着性や反応性により、通気量と変色層の長さが正比例しないものもあるので注意を要する。

温度

検知管指示値に対する温度の影響は、温度変化に伴う試料ガスの体積変化、検知剤に対するガス吸着量の変化、検知剤とガスの反応速度の差異、などによるものであるが、これらの影響は互いに重なり合い、温度変化に伴って検知管の変色層の長さが増減したり、あるいはこれらの影響が互いに打ち消し合っ

無関係であったりする。温度によって影響を受ける検知管については、温度補正表や温度補正係数が使用説明書に示されている。

湿度

ほとんどの検知管は水分の影響を受けないが、一部の検知管には水分の影響を除くため、一本の検知管に除湿剤と検知剤が充填されているものや、除湿管を連結して使用するものがある。

水分の影響のない検知管でも、水滴が検知管に入ったり、検知管の中で水分の凝縮が起こるような場合は、測定値や変色状態に大きな影響を与えるので避けなければならない。

共存ガス

検知管に充填されている検知剤は、測定対象ガスとの間に特異的な反応が起こるように作られているが対象ガスと類似の化学構造や性質を持つガスは同様の反応を起こすため、共存ガスの影響には注意が必要である。

共存ガスが検知管に与える影響には、それ自身では変色しないが測定結果にプラス又はマイナスの影響を与える、それ自身が測定対象ガスと類似の変色を示し測定値を高くする、異なった変色を与える、変色の境界を不明瞭にする、などがある。

有効期限

検知管は化学薬品を使用しているため、長期的には変化を避けることができない。したがって精度を維持する目的から有効期限が明示されている。ただし、有効期間は下記に示す適切な保存条件のもとで保証している期限である。

保存方法

検知管は冷暗所で保管するのが最適である。保存方法は検知管が入っている箱に表示されている。

「冷暗所保管」とは、特に温度の指定がない限り 0～25 の直接光の当たらない場所をいい、「冷蔵庫保管」とは 0～10 の冷蔵庫での保管を意味する。

直接日光に曝露したり、高温状態で保存すると有効期限内でも検知剤が変化する恐れがある。

(5) 廃棄

検知管及び前処理管には化学物質が使用され、中には有害物質である重金属も微量に含まれる場合がある。検知管の使用説明書には廃棄方法が記載されており、

廃棄する場合は廃棄方法にしたがって処理する。

(6) 検知管使用に当たっての注意事項

検知管法は、スクリーニングテストや事業所の自主的な環境管理測定を低コストで誰でも行うことができ、現場で濃度を把握できるため問題が生じた場合、精密法に比べ素早い対応が可能であるが、検知管法をさらに効果的かつ効率的に利用するためには(4)項に示したような事項に注意し、検知管の保存状態や測定現場、事業所の雰囲気（温度・湿度）、扱っている対象ガス以外の化学物質や副生成物等の情報を確認し、メーカーからの技術情報（ハンドブック等）を照らし合わせ、その検知管の特性等を十分知ることが大切である。

(7) 検知管法の各種基準について

JIS K 0804（2014）検知管式ガス測定器（要点のみ）

1) ガス採取器

内容積：設計値の±5%以内

気密性：漏れ量が内容積の±3%以内

耐久性：1000回使用後条規の規定を満足すること

2) 検知管（表示精度）

表 2.3.6 精度基準

試験用ガス濃度	個々の指示値	平均値
目盛範囲の 1/3 以上	±25% 以内	±15% 以内
目盛範囲の 1/3 以下	±35% 以内	±25% 以内

その他の検知管関連 JIS

表 2.3.7 検知管関連 JIS

JIS 番号	表 題
K 0098	排ガス中の一酸化炭素分析方法
A 1406	屋内換気量測定方法
K 1901	カーバイト
Z 3952	溶接作業環境におけるガス濃度測定法
T 8204	検知管式硫化水素測定器
K 0090	排ガス中のホスゲン分析法（検知管は参考法）
K 0306	空気中の揮発性有機化合物の検知管による測定法
K 0106	排ガス中の塩素分析法（検知管は参考法）

その他の基準

- 1) ANSI/ISEA 102-1990 for Gas Detector Tube Units-Short Term Type for Toxic Gases and Vapors in Working Environments : American National Standards Institute.
- 2) European Standard EN1231:1996 Work place atmospheres· Short term detector tube measurement systems· Requirements and test methods.
- 3) INTERNATIONAL UNION OF PURE AND APPLIED CHEMISTRY
Performance Standard for Detector Tube Units used monitor gases and vapors in working areas.
- 4) ISO 17621 : 2015
Workplace atmospheres· Short term detector tube measurement systems
· Requirements and test methods.

表 2.3.8 その他の基準（精度基準）

1)(米国)		2)(ヨーロッパ)		3)(IUPAC)		4)(ISO)
TLV の 1, 2, 5 倍	± 25% 以内	測定範囲の 20% 以上	± 30% 以内	設計濃度 (TLV) の 1, 2, 5 倍	± 25% 以内	拡張不確かさ
TLV の 1/2 倍	± 35% 以内	測定範囲の 下限	± 50% 以内	設計濃度 (TLV) の 1/2 倍	± 35% 以内	50% 以下

第4章 排ガスの採取

2.4.1 排ガス採取方法

排ガス試料の採取は、JIS K 0095 排ガス試料採取方法と個別の JIS に制定されている方法に基づいて行われる。

JIS K 0095 排ガス試料採取方法の規格は、煙道、煙突、ダクト(以下、ダクトという)に排出される排ガス中の特定ガス成分を分析するための試料ガス採取方法が定められている。試料ガス採取方法には、(1)試料ガス吸引採取と(2)試料ガス非吸引採取がある。(1)は捕集部で試料ガスを吸引捕集した後、化学分析を行うものと、試料ガス中の水分を除去した後、連続分析するものがある。(2)は現場採取方式で、連続分析するものがある。本章では、(1)の方式で化学分析する方法について紹介する。

2.4.2 試料ガスの採取位置、採取点、採取口

(1) 採取位置(測定位置)

排ガス試料を採取するには、煙突やダクトなどの煙道に設置された採取口(測定孔)から吸引装置を用いてガスを吸引する。

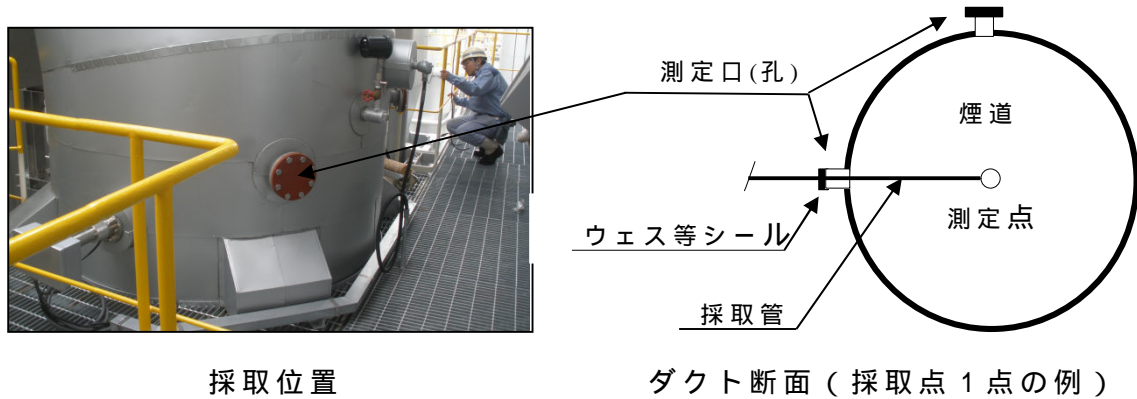
1) 採取位置は、ダクトの屈曲部分、断面形状の急激に変化する部分を避け、排ガスの流れが比較的一様に整流され、作業が安全かつ容易な場所を選ぶ。ただし、空気のダクト内への漏れ込みの著しいところ、及びダクト内にダストがたい積していたり、落下の著しいところは避ける。

2) 採取位置の周辺には、必要に応じて適切な高さに作業を行うに十分な広さで安全な足場を設け、安全かつ容易に足場に到達できる設備を設ける。

(2) 採取点(測定点)

採取点は、採取位置に選定したダクト断面内に JIS Z 8808 の 5.3 によって選ぶ。ただし、各採取点における分析結果の相違点が少なく、ガス濃度の変動が採取位置断面において 15%以下の場合には、任意の 1 点を採取点として差し支えない。

JIS Z 8808 排ガス中のダスト濃度の測定方法は、5.3 c)の注記 1~注記 3 の断面積、断面の流速分布等で測定点数が個別に規定されている。その測定点を表 2.1.1、表 2.1.2、図 2.2 に示す。



採取位置

ダクト断面（採取点1点の例）

図 2.1 ダクト採取位置

表 2.1.1 JIS Z 8808 円形断面測定点

適用ダクト直径 2R(m)	半径 区分 数 Z	測定 点数	測定点のダクト中心からの距離 (m)				
			r ₁	r ₂	r ₃	r ₄	r ₅
1 以下	1	4	0.707R
1 を超え 2 以下	2	8	0.500R	0.866R	.	.	.
2 を超え 4 以下	3	12	0.408R	0.707R	0.913R	.	.
4 を超え 4.5 以下	4	16	0.354R	0.612R	0.791R	0.935R	.
4.5 を超えた場合	5	20	0.316R	0.548R	0.707R	0.837R	0.949R

表 2.1.2 JIS Z 8808 円形断面測定点

適用ダクト断面積 A(m ²)	区分された一辺の長さ L(m)
1 以下	L 0.5
1 を超え 4 以下	L 0.667
4 を超え 20 以下	L 1

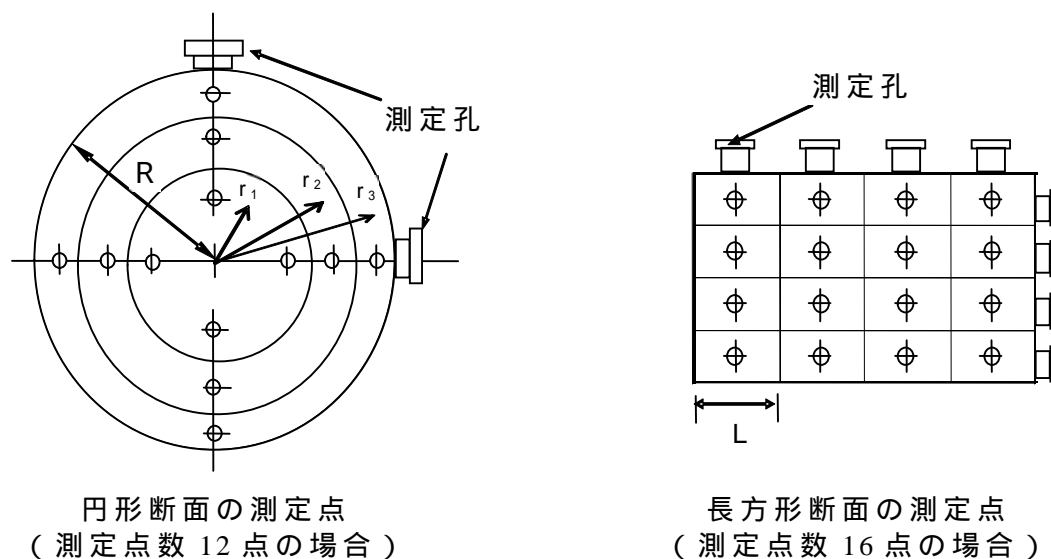


図 2.2 JIS Z 8808 測定点

(3) 採取口（測定孔）

- 1) 採取口は、ダクト内の排ガス流に対してほぼ直角に採取管を挿入できるような角度とする。
- 2) 採取口には、例えば、JIS G 3452 に規定する 1B (25A) 程度の太さ、また、排ガス流速（ピトー管）、ばいじんを 1 型（ろ紙をダクト内に入れる場合）で測定する場合は、最低 3B (75A) 以上の太さの採取口が、断面垂直方向に 2 個以上必要となる。
- 3) 採取口に用いる材質は、炭素鋼、ステンレス鋼又はプラスチック製とする。
- 4) 採取管を挿入していないときは、採取口にふた(蓋)をしておく。
- 5) 採取口は、煙突などの場合、高所に設置されることが多いため、作業エリアである足場(ステージ)での作業は、作業者の転落やボルト等の落下などの危険が伴うため、確実に安全対策を行う必要がある。
- 6) 採取口は、煙道から突き出た円筒形の筒の形をしており、その先端は、平板で蓋をされている。試料ガスの採取に際し、採取口を開ける場合は、高温の試料ガスが噴出してくる場合が多いことから、採取口の真正面に立つのではなく、サイドから作業を行った方が安全である。
- 7) 開放された採取口は、ウエスや耐熱テープなどで一時的に塞ぐが、開口部が大きい場合は、開口部に合わせる形で小さな開口部を取り付けて作業を行う。

2.4.3 試料採取装置

(1) 装置の構成

化学分析に用いる試料を採取する場合、採取管を煙道内部に挿入し、採取管後部に導管を取り付け、試料捕集部へガスを導入して採取を行う。

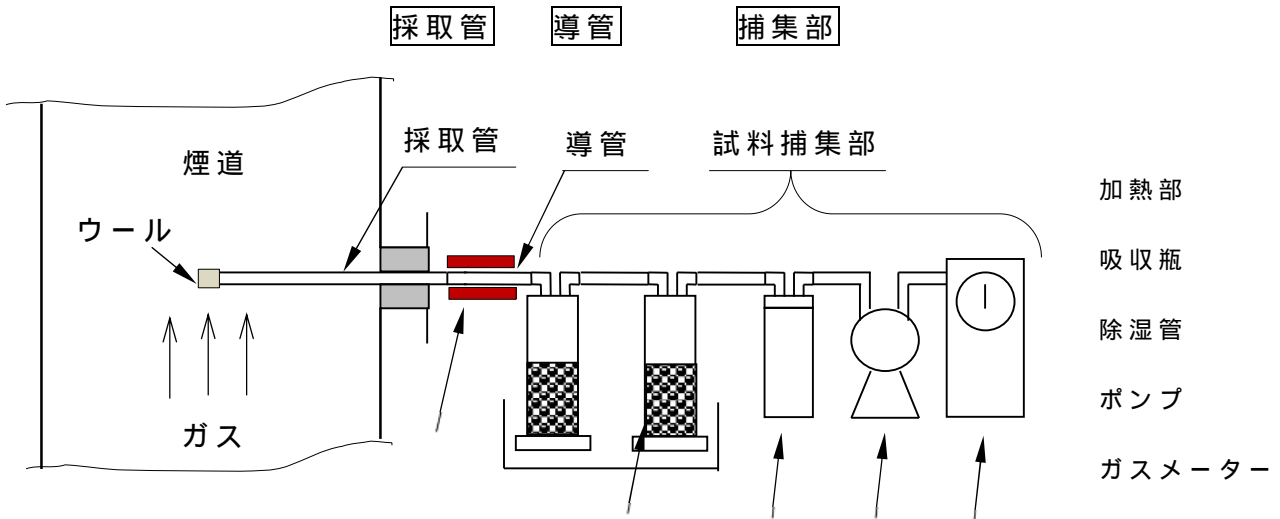


図 2.3 有害ガスの試料採取装置の例

(2) 採取管，導管等の材質

採取管，導管，接手管，ろ過材の材質は，排ガス組成，温度などを考慮して選定する。その使用例を表 2.3 に示す。

表 2.3 採取管，導管，ろ過材などの材質と使用例

部 品	採取管・分岐管						導管				継手管		ろ過材									
材質	ほうけい酸ガラス	シリカガラス	ステンレス鋼	チタン	セラミック	四ふっ化エチレン樹脂	ほうけい酸ガラス	シリカガラス	ステンレス鋼	四ふっ化エチレン樹脂	硬質塩化ビニル樹脂	ふっ素ゴム	シリコンゴム	クロロプレンゴム	無アルカリガラスウール	シリカウール	焼結ガラス	ステンレス鋼網	焼結ステンレス鋼	多孔質セラミック	四ふっ化エチレン樹脂	
最高使用温度(°C)	400	1000	800	800	1000	200	400	1000	800	200	70	180	150	80	400	1000	400	700	700	1000	200	
測定成分	硫黄化合物																					
	窒素化合物																					
	一酸化炭素																					
	硫化水素																					
	シアン化水素																					
	酸素																					
アンモニア																						
塩素																						
塩化水素																						
ふっ化水素																						
メルカプタン																						

試料採取管は，目的とするガス成分の物性やガス温度を考慮して，選択する必要がある。硫黄化合物の場合は，ステンレス製のものやシリカガラス製のものを用いるが，塩素や塩化水素などの腐食性のガスを採取する場合は，ほうけい酸ガラスま

たはシリカガラスを用いる。

(3) 保温又は加熱

採取管及び導管の保温又は加熱は，試料ガス中の水分及び露点の高いガス成分が採取管，導管中で凝縮，又は凝縮水が導管内で凍結することを避けるために行う。

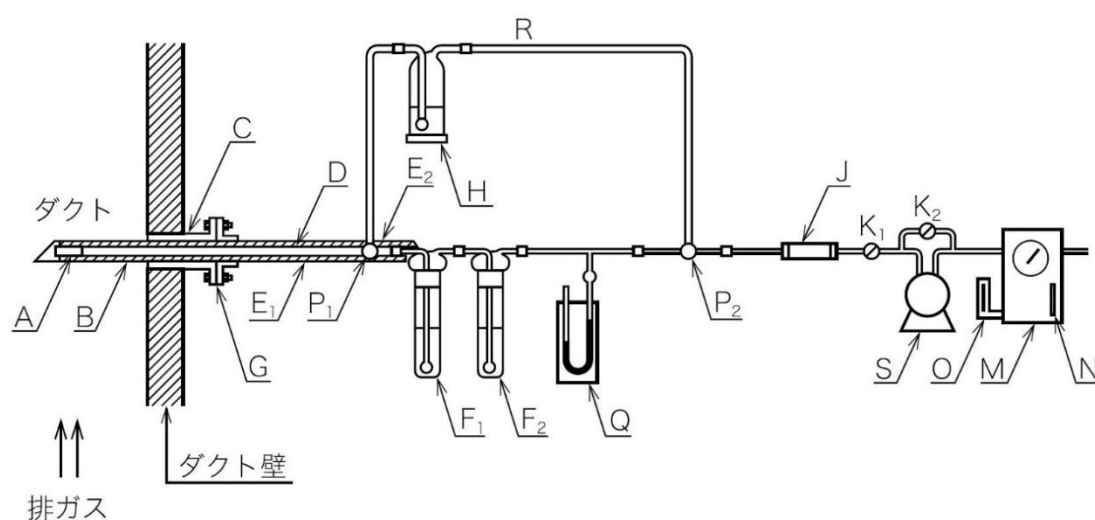
(4) 捕集方法

試料ガスを捕集するには，次の方法で行われる。

どの試料採取法を用いるかは，目的物質の物性を考慮して決めるが，第3編第1章の各成分のJIS分析法にその一例が記載されている。

1) 吸収瓶法：吸収瓶で目的成分を液体に吸収させる方法

捕集装置の構成を図2.4に示す。



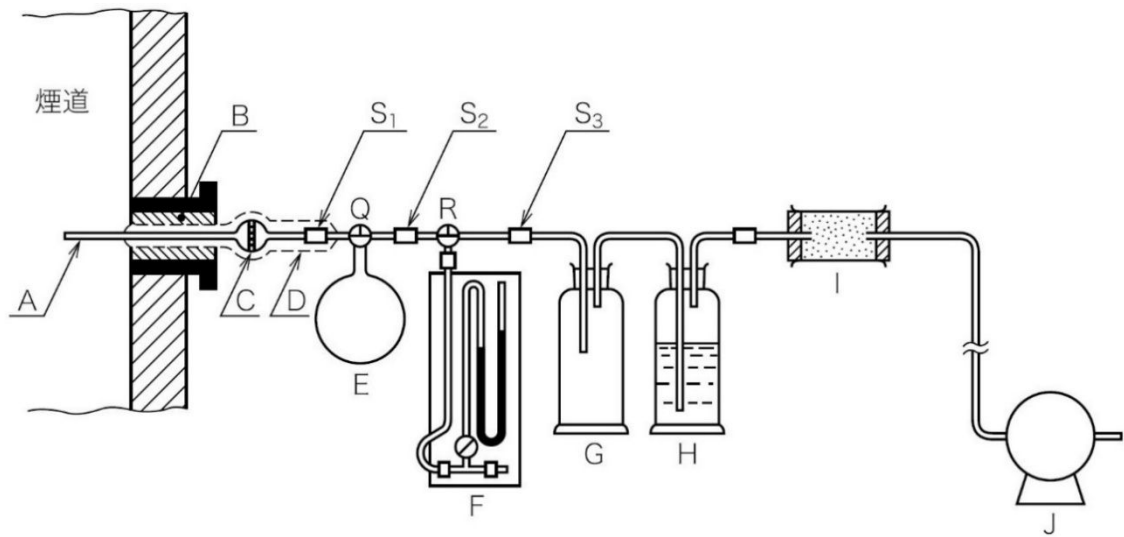
- | | |
|---------------------------------|------------------|
| A：ろ過材 | K1, K2：流量調節コック |
| B：試料ガス採取管 | M：ガスメーター |
| C：採取口 | N：温度計 |
| D：温度計 | O：マンメーター |
| E1, E2：ヒーター，リボンヒーター | P1, P2：流路切替三方コック |
| F1, F2：吸収瓶（容量 250 mL 又は 100 mL） | Q：マンメーター |
| G：フランジ | R：バイパス |
| H：洗浄瓶（吸収液 50 mL を入れる） | S：吸引ポンプ |
| J：乾燥管 | |

注：古いJISでは水銀マンメーターを用いている例があるが，水銀汚染防止法で製造・使用が禁じられたので代替品としてデジタルマンメーターや圧力計（負圧）を用いる。

図2.4 吸収瓶を用いた捕集装置の例(JIS K 0103 硫黄酸化物分析方法)

2) 真空フラスコ法又は真空捕集瓶法：真空フラスコに採取する方法

真空フラスコ法又は真空捕集瓶法の構成を図2.5に示す。

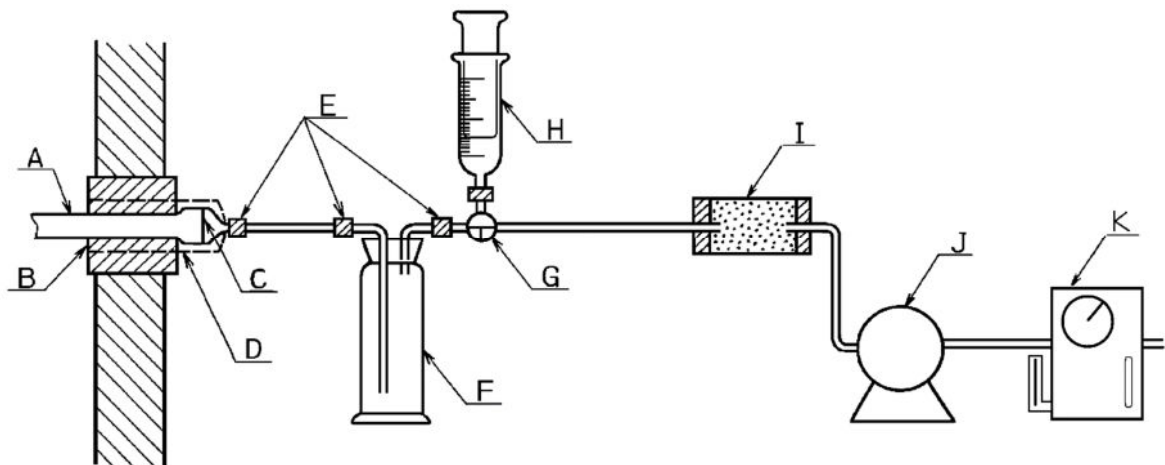


- | | |
|-----------------|-----------------------------------|
| A : 試料ガス採取管 | G : 空瓶（逆流防止用） |
| B : 保温材 | H : 洗浄瓶 [水酸化ナトリウム溶液（40 g/L）を入れる。] |
| C : ろ過材 | I : 乾燥管 a) |
| D : ヒーター | J : 吸引ポンプ |
| E : 試料ガス採取用フラスコ | Q, R : 流路切換弁 |
| F : マノメーター | S1, S2, S3 : シリコンゴム管 |
- 注 a) 乾燥剤には粒上のシリカゲル，塩化カルシウムなどを用いる。

図 2.5 真空フラスコを用いた捕集装置の例(JIS K 0104 窒素酸化物分析方法)

3) 注射筒法：注射筒に採取する方法

注射筒法は，真空フラスコの代わりに用いることがありその例を図 2.6 に示す。



- | | | |
|-------------|----------------|------------|
| A : 試料ガス採取管 | E : すり合わせ接合管など | I : 乾燥剤 |
| B : 保温材 | F : トラップ | J : 吸引ポンプ |
| C : ろ過材 | G : 三方コック | K : ガスメーター |
| D : ヒーター | H : 注射筒（ガラス製） | |

図 2.6 注射筒の例

- 4) 捕集バッグ法：気体のままバッグに捕集する方法
捕集バッグ法の構成を図 2.7 に示す。

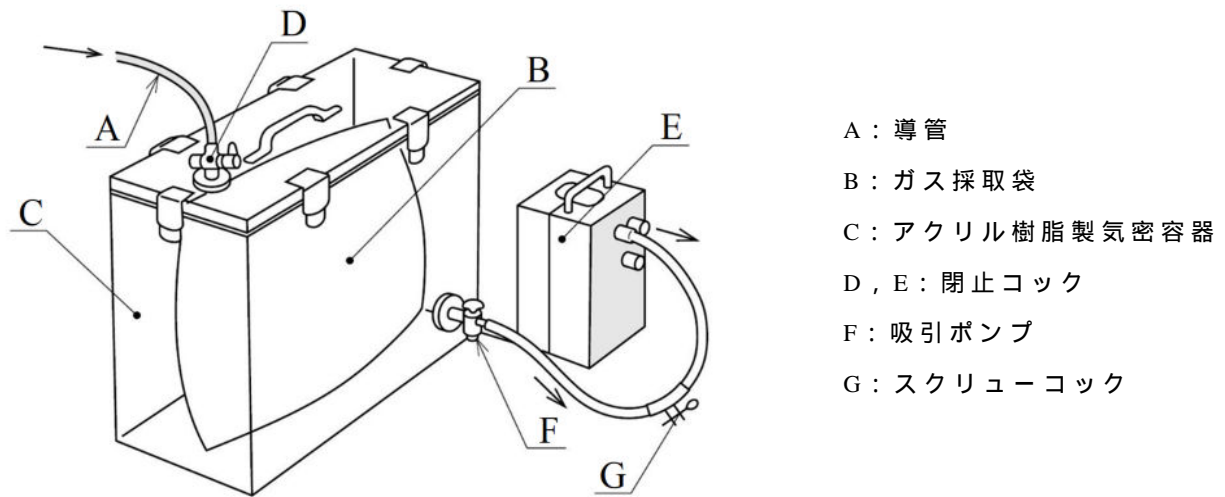


図 2.7 捕集バッグ法の例

- 5) 濃縮法：捕集剤を充てんした濃縮管により試料を捕集する方法
濃縮法の構成を図 2.8 に示す。

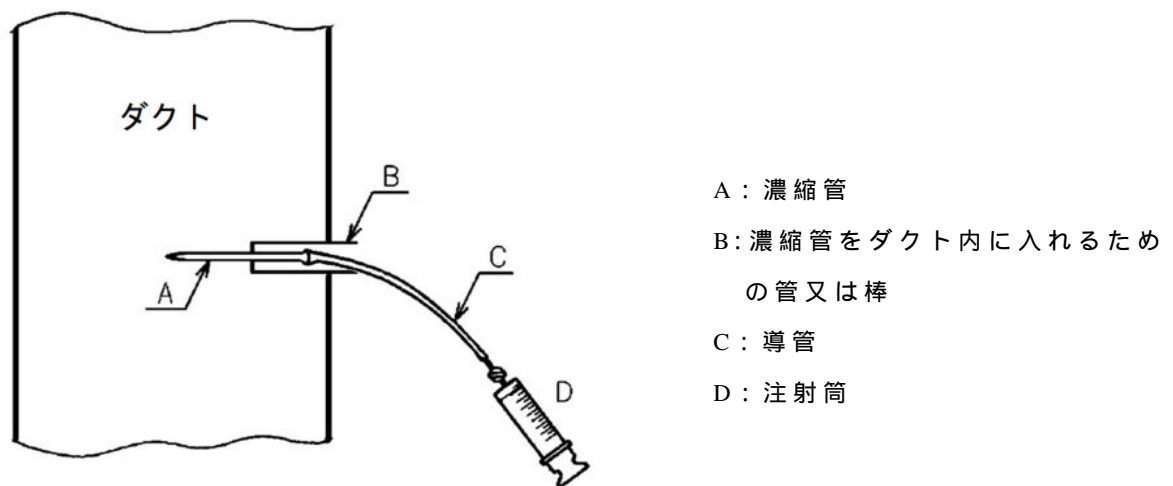


図 2.8 濃縮管を用いた試料採取の例

2.4.4 試料ガスの採取

(1) 吸収瓶法

採取操作は、次による。

吸収瓶（100 mL 又は 250 mL）2 本又は 1 本に吸収液を入れる

ガス採取管内を試料ガスで置換する

切り替えコックを吸収瓶側に回し、ガスメーターの指示値を読みとる

ポンプのスイッチを入れ、試料ガスを採取する

試料ガスの温度、ゲージ圧、大気圧を測定する

試料ガスを約 20 L 採取し、ポンプを止め、ガスメーターの指示値を読みとる

(2) 真空フラスコ法又は真空捕集瓶法

真空フラスコの場合の採取操作は、次による。

真空フラスコ内に吸収液を 20 mL 入れる
（吸収液は分析法ごとに定められたものを用いる）

真空フラスコ内を液が沸騰するまで減圧にして弁を閉じる

真空フラスコをガス採取装置に連結し、流路をマノメーター測にし、
ガスを吸引する

（まだ、ガス採取ではない）

流路を切り替え、フラスコ内の圧力を測定する

流路を元の位置に戻し、周囲の温度を測定する

試料ガスを真空フラスコに入れ（ガス採取）、ポンプを止める

試料ガス装置から真空フラスコを取り外し、1 分間振り混ぜる

真空フラスコを再度取り付け、フラスコ内の圧力、大気圧、室温を測定する

注射筒法及び吸収瓶による試料ガス採取方法は JIS K 0104 の本体を参照する。

(3) 捕集バッグ法

捕集バック法の採取操作は、次による。

捕集バッグをふっ素樹脂製コックに取り付け、アクリル製気密容器に入れる

捕集バッグ内を脱気した後、ふっ素樹脂製コックを閉じておく

ガス採取管内を試料ガスで置換する

流路を捕集バッグ側に切り替え、ふっ素樹脂製コックを開く

ポンプのスイッチを入れ、気密容器内の空気を抜きながら、
バッグを試料ガスを採取する

ポンプを止め、ふっ素樹脂製コック閉じる

減圧状態のアクリル製気密容器の内圧を常圧に戻す

捕集バッグを回収した後、捕集バッグの栓をする

(4) 濃縮法

濃縮法による採取操作は、次による。

捕集剤の充填された濃縮管を準備し、注射筒にセットする

煙道内に濃縮管を入れる

注射筒でガスを吸引する

注射筒のメモリから吸引ガス量を確認する

試料ガス吸引後、注射筒から濃縮管を外し、濃縮管を密栓する

2.4.5 試料ガス採取時の注意事項

試料ガス採取時は、全体装置の排ガスラインでの測定位置の確認、操業確認、測定内容の確認、作業者の労働衛生の確認、危険予知活動等を行い排ガス測定の準備を行う。排ガスの測定分析の品質管理は、試料採取時の要因が非常に大きく、下記の(1)~(5)に注意事項等を記載する。

(1) 採取管・導管の取付け

- 1) 排ガスを採取する際は、排ガス中のダストが混入しないようにろ過材を装着する。ろ過材に無アルカリガラスウール、シリカウールなどを用いる場合は、充てん長さ 50 mm ~ 150 mm 程度とする。ダクト内が負圧の場合など、導管の先端、吸引流量が多い場合・ダストが多い場合などは採取管の先端に入れ、ろ過材がダクト内に吸い込まれないように注意する。
- 2) 採取管は、排ガス流に対して直角に挿入し、採取管を取り付け具で固定する。
- 3) 導管は、できるだけ短くし、止むを得ない場合は支持金具等で固定する。
- 4) 採取管と導管、導管と捕集部などの接続は、共通球面すり合わせ接手、テフロン又はシリコンゴム製の接手などを用いる。

(2) 吸収瓶、洗浄液(バイパス用)などの準備

- 1) 吸収瓶は、個別規格に規定するものを予め良く洗浄して用意し、規定する吸収液の規定量を入れる。
- 2) 吸収液を入れた吸収瓶は、排ガス中の目的成分を吸収するので、2連(本)、バイパス等の組み立てで排ガス入口側及び出口側を確認しておく。
- 3) 排ガス温度が高い場合など、水(氷)を入れて排ガス温度を下げるために必要に応じて吸収瓶用冷却槽を準備する。

(3) 捕集部の組立て

- 1) 所定の本数の吸収瓶を支持棒、木箱で固定する。
- 2) 試料採取する吸収瓶、バイパス用の洗浄液(バイパス用)の流路切り替えは、三方コック、シリコンゴム製の接手などを用いる。流路切り替え等採取配管の圧力差で逆流することがあるのでマンオメーターで管理すると良い。
- 3) 捕集部は、なるべく採取位置の近くに置き、吸収瓶は排ガス温度が高い場合など必要に応じて冷却槽に入れる。
- 4) 湿式ガスメーターは、移動・運搬するときは必ず水を抜いておく。
- 5) ガスメーターの使用圧力は、大気圧に対してその圧力差が ± 1.0 kPa 以内で用いる。
- 6) 湿式ガスメーターを長時間使用する場合は、排ガスの性状によって水位の変化がみられることがあり、必要に応じて水を補給する。

(4) 試料採取装置の組立て

- 1) 採取管から捕集部に至るまでは、直線上に組み立てる。困難な場合は、L字形導管・接手等を用いて操作しやすいように組み立てる。
 - 2) 採取管からバイパス等を含め捕集部までの高さが一致するように、捕集部の高さを伸縮架台など用いて操作しやすいように組み立てる。
 - 3) 採取管又は導管と捕集部を接続する前にガス流の方向を確認し、(5)の漏れ試験を実施する。
 - 4) 漏れ試験終了後、採取管又は導管と捕集部を接続する。共通球面すり合わせ接手には、グリースは用いない。また、シリコンゴム管の使用は、導管としての使用、接手としても温度が高い場合は避ける。
 - 5) 水溶性成分・凝縮性など分析対象成分に応じて採取口から捕集部まで加熱する。温度が上昇するまでバイパス等を用いてガスを置換しておく。
- (5) 漏れ試験
- 1) 予め捕集部の漏れは、所定の流量でガスを吸引して捕集部内の負圧(大気圧との差の確認をマンメーターで確認する。又は、ガスメーターを取り付けガスメーターが停止することを確認する。
 - 2) 採取管又は導管と捕集部を接続し、バイパスのコック等で採取管を閉じてポンプを稼働して吸収液に泡が出ないことを確認する。

2.4.6 試料の採取

- 1) バイパス等を用いて吸引ポンプを稼働させ、採取管又は導管内を試料ガスで十分に置換する。
- 2) 吸引ポンプを停止させ、速やかに排ガス採取前のガスメーターの指示を記録する。
- 3) バイパス等の流路から吸収瓶の流路に切り替え、ガス成分所定の吸引流量(L/分)で試料を採取する。試料採取中にガスメーターの温度、圧力を記録し、採取時間が長い場合などは吸引流量(L/分)を確認する。
- 4) 規定の試料ガスを採取したら、バイパス流路を利用して吸引ポンプを停止しガスメーターの指示を記録する。導管等の負圧での吸収瓶の捕集液の逆流に注意をする。
- 5) 吸収瓶は、破損等に注意して吸収瓶用冷却槽から取り出し、汚染防止で吸収瓶の口をキャップなどで塞ぎ、破損などを防止した格納箱などで運搬し分析室に持ち込む。

2.4.7 試料ガス採取量

試料ガス採取量の計算は、次による。

標準状態における(273.15 K(0℃), 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。

1) 乾きガス量で求める場合

a) 湿式ガスメーターを用いた場合

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

b) 乾式ガスメーターを用いた場合

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

2) 湿りガス量で求める場合

a) 湿式ガスメーターを用いた場合

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

b) 乾式ガスメーターを用いた場合

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

ここで、

V_{SD} ： 乾きガス量（L）

V_{SW} ： 湿りガス量（L）

V ： ガスメーターで測定したガス量（L）

t ： ガスメーターにおける温度（ $^{\circ}\text{C}$ ）

P_a ： 大気圧（kPa）

P_m ： ガスメーターにおけるゲージ圧（kPa）

P_v ： t における飽和水蒸気圧（kPa）

a ： 吸収液に捕集された分析対象ガス（mol）

b ： 吸収液に捕集された分析対象ガス以外のガス（mol）

c ： 排ガス中の水分の量（mol）

273.15： 0 $^{\circ}\text{C}$ 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 1 mol の体積（L）

a 、 b 、 c 及び P_m は、無視しても差し支えない場合が多い。

第3編 JISの排ガス分析方法

- 3.1 排ガス中の金属分析方法 (JIS K 0083)
- 3.2 排ガス中のベンゼン分析方法 (JIS K 0088)
- 3.3 排ガス中の一酸化炭素分析方法 (JIS K 0098)
- 3.4 排ガス中のアンモニア分析方法 (JIS K 0099)
- 3.5 排ガス中の硫黄酸化物分析方法 (JIS K 0103)
- 3.6 排ガス中の窒素酸化物分析方法 (JIS K 0104)
- 3.7 排ガス中のふっ素化合物分析方法 (JIS K 0105)
- 3.8 排ガス中の塩素分析方法 (JIS K 0106)
- 3.9 排ガス中の塩化水素分析方法 (JIS K 0107)
- 3.10 排ガス中の硫化水素分析方法 (JIS K 0108)
- 3.11 排ガス中のシアン化水素分析方法 (JIS K 0109)
- 3.12 排ガス中の水銀分析方法 (JIS K 0222)
- 3.13 排ガス中の酸素分析方法 (JIS K 0301)
- 3.14 排ガス中のホルムアルデヒド分析方法 (JIS K 0303)
- 3.15 排ガス中のトリクロロエチレン及びテトラクロロエチレン
分析方法 (JIS K 0305)
- 3.16 排ガス中のダイオキシン類の測定方法 (JIS K 0311)
- 3.17 排ガス中のダスト濃度の測定方法 (JIS Z 8808)
- 3.18 排ガス中のほう素分析方法 (JIS K 0081)
- 3.19 排ガス中の臭素化合物分析方法 (JIS K 0085)
- 3.20 排ガス中の一酸化二窒素分析方法 (JIS K 0110)
- 3.21 排ガス中のフェノール類分析方法 (JIS K 0086)
- 3.22 排ガス中のピリジン分析方法 (JIS K 0087)
- 3.23 排ガス中のアクロレイン分析方法 (JIS K 0089)
- 3.24 排ガス中のホスゲン分析方法 (JIS K 0090)
- 3.25 排ガス中の二硫化炭素分析方法 (JIS K 0091)
- 3.26 排ガス中のメルカプタン分析方法 (JIS K 0092)
- 3.27 排ガス中の揮発性有機化合物分析方法

3.1 排ガス中の金属分析方法（JIS K 0083） 2017年

3.1.1 適用範囲，分析方法の種類と定量範囲

排ガスに含まれる金属成分のうち，粒子状物質中のカドミウム，鉛，ニッケル，マンガン，バナジウム，クロム，ベリリウム，ひ素，及びセレン，並びにガス状のひ素とセレンを分析する方法である。分析方法の種類と定量範囲を表 3.1.1 に示す。

表 3.1.1 分析方法の種類と定量範囲

物質名	分析方法	定量範囲 (繰返し分析精度：変動係数)
カドミウム (Cd)	フレイム原子吸光法	0.05 ~ 2 mg/L (2~10%)
	電気加熱原子吸光法	0.5 ~ 10 µg/L (2 ~ 10%)
	ICP 発光分光分析法	0.01 ~ 2 mg/L (2 ~ 10%)
	ICP 質量分析法	0.3 ~ 500 µg/L (2 ~ 10%)
鉛 (Pb)	フレイム原子吸光法	1 ~ 20 mg/L (2~10%)
	電気加熱原子吸光法	5 ~ 100 µg/L (2 ~ 10%)
	ICP 発光分光分析法	0.1 ~ 2 mg/L (2 ~ 10%)
	ICP 質量分析法	0.3 ~ 500 µg/L (2 ~ 10%)
ニッケル (Ni)	ジメチルグリオキシム吸光光度法	2 ~ 50 µg (2 ~ 10%)
	フレイム原子吸光法	0.3 ~ 6 mg/L (2 ~ 10%)
	電気加熱原子吸光法	5 ~ 50 µg/L (2 ~ 10%)
	ICP 発光分光分析法	0.04 ~ 2 mg/L (2 ~ 10%)
マンガン (Mn)	ICP 質量分析法	0.5 ~ 500 µg/L (2 ~ 10%)
	過よ素酸吸光光度法	40 ~ 500 µg (2 ~ 10%)
	フレイム原子吸光法	0.1 ~ 4 mg/L (2 ~ 10%)
	電気加熱原子吸光法	1 ~ 30 µg/L (2 ~ 10%)
バナジウム (V)	ICP 発光分光分析法	0.01 ~ 5 mg/L (2 ~ 10%)
	ICP 質量分析法	0.5 ~ 500 µg/L (2 ~ 10%)
	<i>N</i> -ベンゾイル- <i>N</i> -フェニルヒドロキシシルアミン吸光光度法	2 ~ 50 µg (3 ~ 10%)
	フレイム原子吸光法	1 ~ 20 mg/L (2 ~ 10%)
	電気加熱原子吸光法	10 ~ 200 µg/L (2 ~ 10%)
	ICP 発光分光分析法	0.02 ~ 2 mg/L (2 ~ 10%)
	ICP 質量分析法	0.5 ~ 500 µg/L (2 ~ 10%)

表 3.1.1 分析方法の種類と定量範囲（続き）

物質名	分析方法	定量範囲 (繰返し分析精度:変動係数)
クロム (Cr)	ジフェニルカルバジド吸光光度法	2 ~ 50 µg (3 ~ 10%)
	フレイム原子吸光法	0.2 ~ 5 mg/L (2 ~ 10%)
	電気加熱原子吸光法	5 ~ 100 µg/L (2 ~ 10%)
	ICP 発光分光分析法	0.02 ~ 4 mg/L (2 ~ 10%)
	ICP 質量分析法	0.5 ~ 500 µg/L (2 ~ 10%)
ベリリウム (Be)	フレイム原子吸光法	0.05 ~ 2 mg/L (2 ~ 10%)
	電気加熱原子吸光法	5 ~ 50 µg/L (2 ~ 10%)
	ICP 発光分光分析法	0.01 ~ 2 mg/L (2 ~ 10%)
	ICP 質量分析法	0.5 ~ 500 µg/L (2 ~ 10%)
ひ素 (As)	ジエチルジチオカルバミド酸銀吸光光度法	2 ~ 10 µg (2 ~ 10%)
	水素化合物発生原子吸光法	5 ~ 50 µg/L (3 ~ 10%)
	電気加熱原子吸光法	5 ~ 100 µg/L (2 ~ 10%)
	水素化合物発生 ICP 発光分光分析法	1 ~ 50 µg/L (3 ~ 10%)
	ICP 質量分析法	0.5 ~ 500 µg/L (2 ~ 10%)
セレン (Se)	3,3'-ジアミノベンジジン吸光光度法	2 ~ 50 µg (2 ~ 10%)
	水素化合物発生原子吸光法	2 ~ 12 µg/L (3 ~ 10%)
	電気加熱原子吸光法	20 ~ 200 µg/L (2 ~ 10%)
	ジアミノナフタレン蛍光光度法	0.1 ~ 1 µg (2 ~ 10%)
	水素化合物発生 ICP 発光分光分析法	1 ~ 20 µg/L (3 ~ 10%)
	ICP 質量分析法	0.5 ~ 500 µg/L (2 ~ 10%)
	水素化合物発生 ICP 質量分析法	0.1 ~ 100 µg/L (2 ~ 10%)

*一般に定量範囲は濃度で示されるが、複数の JIS で吸光光度法の定量範囲を質量で示している。

3.1.2 試料採取方法

3.1.2.1 粒子状物質の捕集

JIS Z8808 に従って測定位置，測定点を決定し，サンプリングプローブ，ダスト捕集部からなる試料採取装置を構成し，その下流にガス吸収部を接続する。ガス吸収部は分析成分が揮散したものを捕集するためのもので，排ガス温度が十分低く，ヒュームやミスト状化合物が流出していないことが本規格の方法で確認された場合は必要ない。

ダスト捕集部

JIS Z 8808 のダスト採取方法に従って粒子状物質を採取する。

ガス吸収部

ダスト捕集器からガス吸収瓶までの間をつなぐ導管は JIS K 0095 に従い，必要に応じて水分が凝縮しないよう保温，加熱を行う。ガス吸収部は吸収瓶と冷却槽で構成し，吸収瓶は 250～300 mL の吸収瓶を 2 本以上連結する。第 3 の吸収瓶を用いる場合，第 1 及び第 2 吸収瓶と同様の定量操作を行い，ガス，ヒューム，ミスト状の化合物が漏れ出していないことを確認する。第 3 の吸収瓶の定量値が空試験値よりも大きくなった場合には，その結果を第 1，第 2 吸収瓶の値に加える。また，ヒュームやミスト状の化合物が漏れ出している場合は，必要に応じて吸収瓶の後段にバックアップフィルタを設置して，これらの化合物を捕集し，同様に定量する。吸収瓶のそれぞれに 50 mL の吸収液を入れる。吸収液は捕集対象の成分によって異なり，以下のものを用いる。

表 3.1.2 吸収液の種類

金属成分	吸収液
カドミウム，鉛，ニッケル，マンガン，バナジウム，クロム，ベリリウム	硝酸(1+13)又は塩酸(1+11) (ICP 質量分析の場合硝酸を用いる)
ひ素	水
セレン	硝酸(1+13)

3.1.2.2 ガス状物質

水素化ひ素などのガス状ひ素化合物，セレン化水素などのガス状セレン化合物，及びガス状の二酸化セレンを採取する方法で，JIS K 0095 に従って採取位置，採取方法を決める。採取管には，ほうけい酸ガラス，シリカガラス，テフロンを用い，その先端又は途中にシリカウール又は無アルカリガラスウールを詰め，ろ過材とする。吸収瓶は 250～300 mL のほうけい酸ガラス瓶を 2 本以上連結し，それぞれに吸収液 50 mL，二酸化セレンを捕集する場合はそれぞれ 100 mL を入れる。吸収液は対象物質ごとに，次のように決められており，吸引流量は 1 L/min 程度とする。

また粒子状物質中のセレンとガス状の二酸化セレンなどを同時に採取する際，粒子状物質中のセレンの測定に必要な吸引ガス量又は採取流量が，ガス状セレン化合物の

測定に必要な吸引ガス量又は採取流量と異なる場合には，図 3.1.2 に示すサイドストリームサンプリングを使用してもよい。サイドストリームサンプリングでは，ダスト捕集器とガス洗浄瓶との間で導管を分岐し，ガス吸引部を接続する。ガス状セレン化合物を採取するための吸引ポンプ による採取流量を 1 L/min 程度にし，粒子状物質中のセレンを採取するための吸引ポンプ による採取流量は，等速吸引のための吸引流量からガス状セレン化合物を採取するための採取流量を引いた採取流量とする。

表 3.1.3 ガス状ひ素化合物，ガス状セレン化合物物質の吸収液

ガス状成分	吸収液
ガス状ひ素化合物（水素化ひ素）	過マンガン酸カリウム水溶液 (5g/L)
ガス状セレン化合物（セレン化水素）	臭化飽和臭化水素酸
二酸化セレン	硝酸-過酸化水素

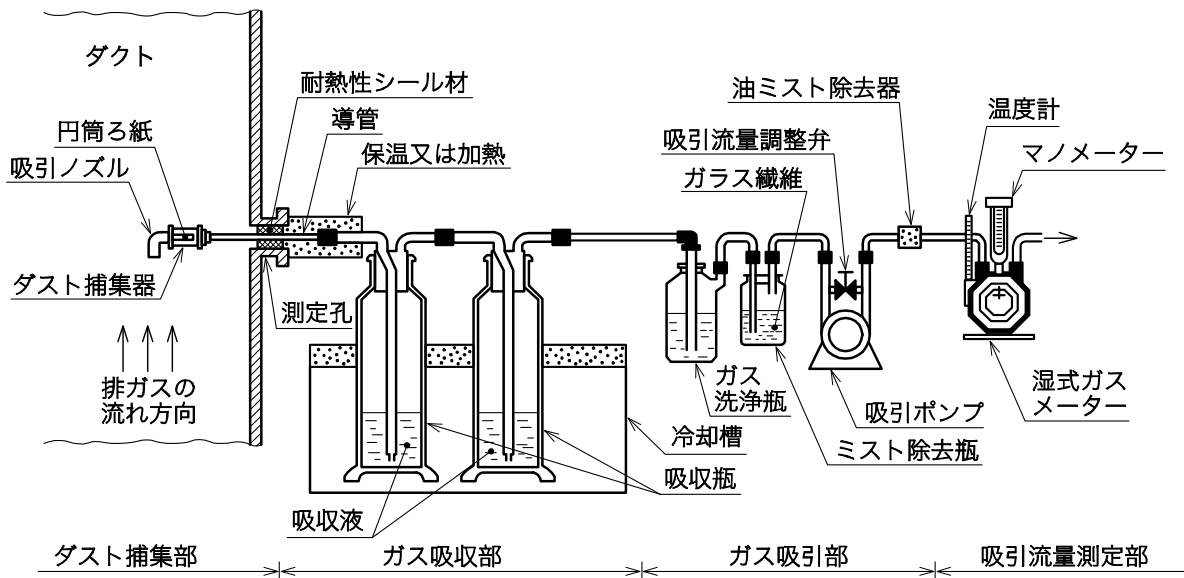


図 3.1.1 普通形試料採取装置の構成例

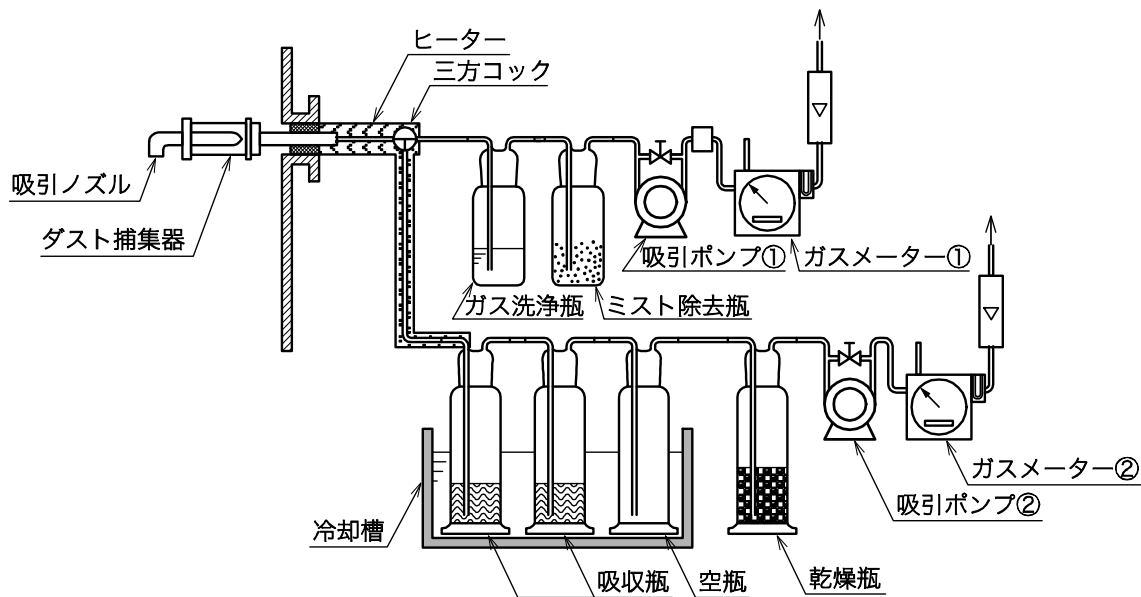


図 3.1.2 サイドストリームサンプリングの構成例

3.1.2.3 試料採取操作

採取操作は、次による。

導管の加熱を行い、所定の温度に設定する。吸収液は氷等で十分に冷却しておく。

ガスメーターの指示値を読む。

開始直後と終了前にガスメーター出口ガスの酸素濃度を測定し、ダクト内のガス中の酸素濃度との比較からリークがないことを確認しておくといよい。

吸引ポンプを始動し、バルブを開き所定の吸引流量に調整する。

ダクト内の圧力は負圧、又は正圧であることが多いため、吸収瓶内の溶液の逆流や吹きこぼれがないよう注意する。

所定の流量を吸引後、ポンプを停止し、ガスメーターの指示を読む。

温度計、マノメーター、大気圧を測定しておく。

3.1.2.4 排ガス吸引量の計算

標準状態(273.15 K (0°C), 101.32 kPa)における排ガスを乾きガス又は湿りガスとして算出する。

3.1.3 分析用試料溶液の調製

3.1.3.1 カドミウム，鉛，ニッケル，マンガン及びバナジウム

3.1.3.1.1 試薬

硝酸(1+1)，過酸化水素，硝酸(2+98)

3.1.3.1.2 操作

(1) 吸収瓶を設けないでろ紙だけで試料を採取した場合

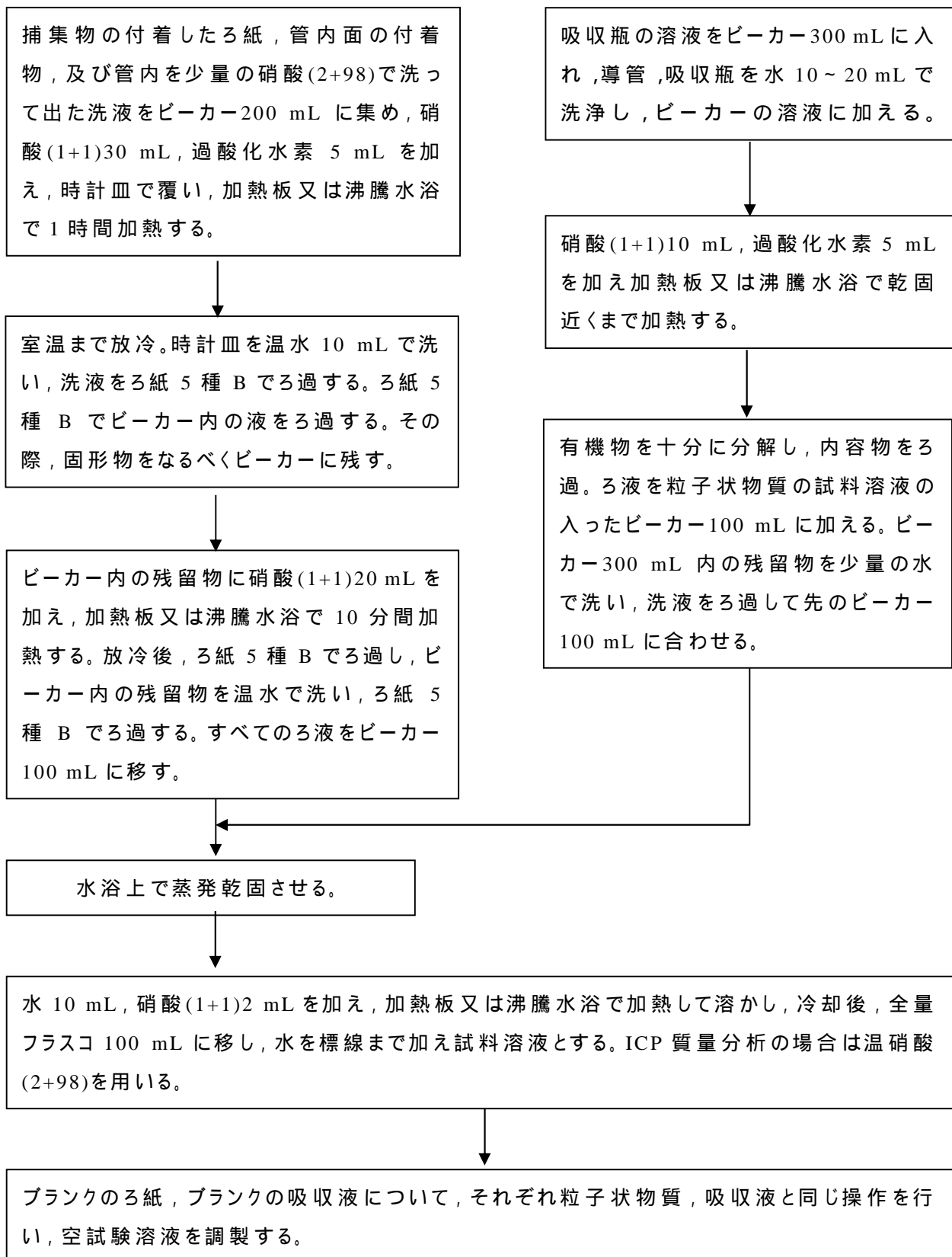
粒子状物を捕集したろ紙，吸引ノズルからろ紙までの管内から回収した付着物，さらに管内を少量の硝酸(2+98)で洗って出た洗液のすべてをビーカー(200 mL)に集め，下記の手順に従って試料溶液を調製する。ただしクロムの分析の場合，配管は洗浄しない。

(2) 吸収瓶を設けた場合

吸収液を回収し，導管と空になった吸収瓶を洗浄した水を加え，下記の手順に従って試料溶液を調製する。有機物が存在する場合は十分に分解しておく。ブランクのろ紙や吸収液についても試料調製の手順に従って，空試験溶液を調製する。物質によって調製の方法が異なるので，規定に従って調製する。

粒子状物質の処理

吸収液の処理



3.1.3.2 クロム

3.1.3.2.1 試薬

硫酸(1+2)，ふっ化水素酸，炭酸ナトリウム，硝酸ナトリウム，硝酸(1+1)

3.1.3.2.2 操作

粒子状物質の処理

捕集物の付着したろ紙と管内面の付着物を磁器るつぼに入れ，電気炉において550 で2時間加熱し，有機物を灰化分解する。分解後，るつぼの内容物を白金るつぼに移す。

白金るつぼにふっ化水素酸 20 mL，硫酸数滴を加え，ドラフト内において加熱板上で硫酸の白煙が発生するまで加熱する。

放冷後，ふっ化水素酸 10 mL を加え白煙がほとんど発生しなくなるまで加熱する。さらに直火で徐々に温度を上げ，硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱し，放冷する。

白金るつぼに炭酸ナトリウム 5 g，硝酸ナトリウム 0.3 g を加え，よく混合し，ふたをして直火で徐々に温度を上げ，900 で20分間加熱する。放冷後，白金るつぼに温水を加え，融成物をビーカー200 mL に移す。

水浴上でビーカーを加熱し，クロム酸を浸出させ，ろ紙 5 種 B でろ過する。ろ紙上の沈殿物を温水で洗浄し，ビーカー200 mL にろ液と洗浄液を合わせる。

吸収液の処理

吸収瓶の溶液をビーカー300 mL に入れ，導管，吸収瓶を水 10 ~ 20 mL で洗浄し，ビーカーの溶液に加える。

硝酸(1+1)10 mL，硫酸(1+2)1 mL を加え加熱板上で乾固近くまで加熱する。

有機物が十分に分解するまで，硝酸(1+1)10 mL を加えて加熱板上で乾固近くまで加熱することを繰り返す。冷却後，内容物を粒子状物質の試料を入れた白金るつぼに加える。

硫酸(1+2)を加えて中和し、これを煮沸して二酸化炭素を追い出すとともに液量を 80 mL 以下とする。冷却後、全量フラスコ 100 mL に移し、水を標線まで加え試料溶液とする。

吸光光度法以外によって定量するときは、硝酸(1+1) 20 mL を加え、これを煮沸して二酸化炭素を追い出すとともに、完全に溶解し、液量を 80 mL 程度以下とする。冷却後、全量フラスコ 100 mL に移し、水を標線まで加え、試料溶液とする。



ブランクのろ紙、ブランクの吸収液について、それぞれ粒子状物質、吸収液と同じ操作を行い、空試験溶液を調製する。

3.1.3.3 ベリリウム

3.1.3.3.1 試薬

硝酸，ふっ化水素酸，硫酸，過塩素酸(60%)，塩酸(2+1)

3.1.3.3.2 操作

粒子状物質の処理

捕集物の付着したろ紙，管内面の付着物と，管内を少量の硝酸(2+98)で洗って出た洗液を四ふっ化エチレン樹脂製ビーカー100 mL に集め，硝酸 30 mL，ふっ化水素酸 10 mL，硫酸 2 mL を加え，加熱板上で硫酸の白煙が発生するまで穏やかに加熱する。

放冷後，硝酸 10 mL，過塩素酸(60%)5 mL を加え，徐々に温度を上げて硫酸の白煙が発生するまで加熱する。有機物が十分に分解されるまで，本操作を繰り返し，蒸発乾固させる。

放冷後，塩酸(2+1)10 mL を加え，時計皿で覆い，水浴上で約 1 時間加熱溶解し，ろ紙 5 種 A でろ過する。ろ液を全量フラスコ 50 mL に移す。ろ紙上の残留物を水洗し，洗液をろ液に合わせて，水を標線まで加え試料溶液とする。ICP 質量分析の場合は硝酸(2+1)を用いる。

ブランクのろ紙，ブランクの吸収液について，それぞれ粒子状物質，吸収液と同じ操作を行い，空試験溶液を調製する。

吸収液の処理

吸収瓶の溶液をビーカー300 mL に入れ，導管，吸収瓶を水 10~20 mL で洗浄し，ビーカーの溶液に加える。加熱板上で蒸発させ，約 50 mL まで濃縮する。

内容物を粒子状物質を入れた四ふっ化エチレン樹脂製ビーカー100 mL に移し，少量の水で容器を洗い，同ビーカーに合わせる。

3.1.3.4 ひ素及びセレン

3.1.3.4.1 試薬

硝酸，硝酸(2+98)，硫酸(1+1)，過塩素酸(60%)

3.1.3.4.2 操作

粒子状物質の処理

捕集物の付着したろ紙，管内面の付着物と，管内を少量の硝酸(2+98)で洗った洗液をビーカー250 mL に入れ，硝酸 50 mL，硫酸(1+1)5 mL を加え 10 分間加熱分解する。温水 25 mL を加えて静置し，上澄み液を別のビーカー300 mL に移す。

ビーカー250 mL の残留物に硝酸 50 mL を加え，10 分間加熱後，温水 25 mL を加えてろ紙 5 種 A でろ過し，ろ液をビーカー300 mL に合わせる。

硝酸 5 mL，過塩素酸(60%)5 mL を加え，再び温度を上げ，過塩素酸の白煙が発生しはじめると時計皿で覆い，過塩素酸がビーカーの器壁を流下する状態を保って有機物を分解する。十分に分解するまでこの操作を繰り返す。

放冷後，水 100 mL を加えて可溶性塩を溶かし，ろ紙 5 種 A でろ過し，ろ液を全量フラスコ 250 mL に移す。ろ紙上の残留物を水洗し，洗液をろ液に合わせて水を標線まで加え，試料溶液とする。

ブランクのろ紙，ブランクの吸収液について，それぞれ粒子状物質，吸収液と同じ操作を行い，空試験溶液を調製する。

吸収液の処理

吸収瓶の溶液を粒子状物質の上澄み液のビーカー300 mL に入れ，導管，吸収瓶を水 10～20 mL で洗浄し，ビーカー300 mL の溶液に加える。

3.1.3.5 ガス状ひ素化合物及びガス状セレン化合物

3.1.3.5.1 試薬

塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(100g/L)，塩酸(1+120)，硝酸(1+120)

3.1.3.5.2 操作

吸収液の処理

吸収瓶の溶液を全量フラスコ 250 mL に移し，導管，吸収瓶を水で洗浄し，洗液をフラスコに入れる。

塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(100 g/L)を過マンガン酸カリウム又は臭素の色が消えるまで滴下し，塩酸(1+120)を標線まで加え，試料溶液とする。ICP 質量分析を行う場合は塩酸(1+120)の代わりに硝酸(1+120)を用いる。

添加した塩化ヒドロキシルアンモニウムに起因する分子イオン($^{40}\text{Ar}^{35}\text{Cl}$)の ^{75}As 信号強度に及ぼす影響が十分小さいことを確認して分析する。

ブランクの吸収液について，同じ操作を行い，空試験溶液を調製する。

3.1.3.6 焼排ガス中のガス状セレン化合物（二酸化セレンなど）

3.1.3.6.1 試薬

硫酸，過マンガン酸カリウム，硫酸(1.8 mol/L)，洗浄液(硫酸-過マンガン酸カリウム溶液)

3.1.3.6.2 操作

吸収液の処理

ビーカー300 mL に試料ガス採取後の吸収液を移し，吸収液で導管，空瓶及び吸収瓶を洗浄し，洗液をビーカーに入れる。

ガス採取後のダスト捕集器，導管及び吸収瓶を洗浄液 40 mL で洗浄し，洗液をビーカーに合わせる。全量フラスコ 500 mL に，ビーカーの内容液を吸収液で洗い移し，吸収液を標線まで加える。これを試料溶液とする。

ブランクの吸収液について，同じ操作を行い，空試験溶液を調製する。

3.1.4 各種分析方法と測定手順

検量線を使用する方法では，標準液を用いて試料測定時に検量線を作成すること。

3.1.4.1 フレーム原子吸光法（Cd,Pb,Ni,Mn,V,Cr,Beの分析）

試料溶液を JIS K0121 の操作方法に従ってフレームに噴霧し，物質ごとに決められた分析波長の指示値を読む。

分析波長：カドミウム 228.8 nm，鉛 283.3 nm，
ニッケル 232.0 nm，マンガン 279.5 nm，
バナジウム 318.4 nm，クロム 357.9 nm，
ベリリウム 234.9 nm

空試験溶液について試料溶液と同様の操作を行い，指示値を補正する。

検量線から元素量を求め，試料溶液中の元素濃度を算出する。

3.1.4.2 電気加熱式原子吸光分析法 (Cd, Pb, Ni, Mn, V, Cr, Be, As, Se の分析)

試料溶液の適量を全量フラスコ 20 mL にとり、標準液を加えないもの、0.1 ~ 2 mL の範囲で段階的に 3 濃度以上添加したものを調製し、それぞれの溶液の酸濃度が同じになるよう硝酸 (1+1) を加え、水を標線まで加える。

ベリリウムの場合、適量=15 mL
標準液：カドミウム 0.1 µg/mL, 鉛 1 µg/mL, ニッケル 0.1 µg/mL, マンガン 0.1 µg/mL, バナジウム 0.1 µg/mL, クロム 0.1 µg/mL, ベリリウム 0.1 µg/mL, ひ素 1 µg/mL, セレン 1 µg/mL

溶液の一定量と同体積の硝酸パラジウム() 溶液 (ひ素とセレンの場合、同体積の硝酸マグネシウム溶液も加える) をマイクロピペット又は自動注入装置で電気加熱炉に注入する。JIS K 0121 の操作に従って乾燥、灰化、原子化を行い、元素ごとに決められた波長の指示値を読む。少なくとも 3 回行い指示値が合うことを確認する。

分析波長：カドミウム 228.8 nm, 鉛 283.3 nm, ニッケル 232.0 nm, マンガン 279.5 nm, バナジウム 318.4 nm, クロム 357.9 又は 359.3 nm, ベリリウム 234.9 nm, ひ素 193.7 nm, セレン 196.0 nm

空試験溶液について試料溶液と同様の操作を行い、指示値を補正する。

3.1.4.3 ICP 発光分光分析法（Cd, Pb, Ni, Mn, V, Cr, Be の分析）

JIS K 0116 の ICP 発光分光分析に従って試料溶液をプラズマトーチ中に噴霧し、元素ごとに決められた波長の発光強度を測定する。

分析波長：カドミウム 214.439 nm，
鉛 220.351 nm，ニッケル 221.647 nm，
マンガン 257.610 nm，バナジウム 309.311 nm，
クロム 206.149 nm，ベリリウム 313.042 nm

空試験溶液について試料溶液と同様の操作を行い、試料溶液の発光強度を補正する。

検量線から元素量を求め、試料溶液中の元素濃度を算出する。

3.1.4.4 ICP 質量分析法（Cd, Pb, Ni, Mn, V, Cr, Be, As, Se の分析）

試料溶液の適量（元素 0.03 ~ 50 μg を含む）を全量フラスコ 100 mL にとり、イットリウム溶液（Y 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）1 mL 加え、硝酸の最終濃度 0.1 ~ 0.5 mol/L となるよう硝酸(1+1)を加え、水を標線まで加える。

ICP 質量分析装置の試料導入部からプラズマ中に噴霧し、対象元素とイットリウムの質量/荷電数における指示値を読み、対象元素の指示値とイットリウムの指示値の比を求める。

空試験として、空試験溶液について試料と同じ操作を行って対象元素の指示値とイットリウムの指示値との比を求め、試料とイットリウムの指示値の比を補正する。

検量線から元素量を求め、試料溶液中の元素濃度を算出する。

3.1.4.5 ジメチルグリオキシム吸光光度法（Niの分析）

試料溶液の適量（Ni 2～50 μgを含む）を分液漏斗にとり、クエン酸水素二アンモニウム溶液（100 g/L）5 mLとフェノールフタレイン溶液（5 g/L）2, 3滴を加え、次に溶液の色がわずかに赤になるまでアンモニア水（1+5）を滴加する。さらにアンモニア水（1+5）2, 3滴と水を加え 100 mLにする。

ジメチルグリオキシムのエタノール溶液（10 g/L）2 mL、クロロホルム 10 mLを加え 1分間激しく振り混ぜ、放置した後、クロロホルム層を別の分液漏斗に移す。水層にクロロホルムを 5 mL加え 1分間激しく振り混ぜ、抽出し、放置後、クロロホルム層をとり先の分液漏斗に合わせる。この操作をもう一度繰り返す

クロロホルム層を入れた分液漏斗にアンモニア水（1+50）10～20 mL加え、30秒間振り混ぜ、放置後クロロホルム層を別の分液漏斗に移す。

クロロホルム層を入れた分液漏斗に塩酸（1+20）10 mLを加え、1分間激しく振り混ぜ、ニッケルを逆抽出する。放置後、クロロホルム層を別の分液漏斗に移し、塩酸（1+20）5 mLを加え逆抽出を繰り返す。クロロホルム層は捨て、塩酸層は先の塩酸層に合わせて、全量フラスコ 25 mLに入れる。

飽和臭素水 2 mLを加えて振り混ぜ、約 1分間放置する。次にアンモニア水（1+1）を加えて中和し、さらにアンモニア水（1+1）2 mLを過剰に加え、流水で室温以下に冷却する。

ジメチルグリオキシム水酸化ナトリウム溶液（10 g/L）2 mLを加えて振り混ぜ、ニッケルを発色させ、水を標線まで加える。

この溶液の一部を吸収セルに移し、波長 450 nm 付近の吸光度を測定する。

空試験溶液について試料溶液と同様の処理を行い、吸光度を測定し試料溶液の吸光度を補正する。



検量線からニッケルの量を求め、試料溶液中のニッケル濃度を算出する。

3.1.4.6 過よう素酸吸光光度法（Mnの分析）

試料溶液の適量（Mn 40～500 μg 含む）をとり硫酸（1+1）10 mL を加え、加熱して白煙を発生させ、ハロゲン化物を除去する。

放冷後、水約 20 mL とりん酸 1 mL を加え、加熱して内容物を溶かす。不溶解物がある場合、ろ過し、ろ紙と沈殿物を温水で洗浄し、洗液をろ液に合わせて水を加え約 45 mL にする。

過よう素酸カリウム 0.5 g を加え、沸騰水浴中で 30 分間加熱し発色させる。

流水で冷却し、全量フラスコ 50 mL に移して水を標線まで加える。

この溶液の一部を吸収セルに移し、波長 525 nm 付近又は 545 nm 付近の吸光度を測定する。

空試験溶液に硫酸（1+1）10 mL とりん酸 1 mL を加え、試料溶液に過よう素酸を加えて以降の操作と同じ操作を行い、吸光度を求め、試料溶液の吸光度を補正する。

検量線からマンガンの量を求め、試料溶液中のマンガン濃度を算出する。

3.1.4.7 *N*-ベンゾイル - *N*-フェニルヒドロキシルアミン吸光光度法 (V の分析)

試料溶液の適量 (V 2 ~ 50 μg 含む) をビーカー 100 mL にとり、銅溶液 (Cu 10 g/L) 1 mL を加える。

過マンガン酸カリウム溶液 (3 g/L) を溶液の色が薄い赤となるまで滴加し、さらに 1 滴過剰に加えて約 5 分間放置し、バナジウムを酸化する。

分液漏斗に移し、水で約 50 mL とする。BPHA - クロロホルム溶液 (2 g/L) 10 mL を加え、次に塩酸 20 mL を加えて過剰の過マンガン酸を還元し、直ちに約 1 分間振り混ぜてバナジウム錯体を抽出する。

放置した後、クロロホルム層を乾いたろ紙でろ過する。クロロホルム層の一部を吸収セルに移し、クロロホルムを対照液として波長 530 nm 付近の吸光度を測定する。

空試験溶液に銅溶液 (10 g/L) 1 mL を加え、試料溶液と同様の操作を行って吸光度を求め、試料溶液の吸光度を補正する。

検量線からバナジウムの量を求め、試料溶液中のバナジウム濃度を算出する。

3.1.4.8 ジフェニルカルバジド吸光度分析法（Crの分析）

試料溶液の適量（Cr 2～50 μgを含む）をビーカー100 mLにとり、硫酸(1+9)3 mLを加え、数分間煮沸する。

溶液を静かに加熱し、過マンガン酸カリウム溶液(3 g/L)を1滴ずつ加え着色させる。引き続き加熱し、溶液の赤色が消えそうになれば過マンガン酸カリウム溶液(3 g/L)を滴加し、常に赤い色を保ちながら数分間煮沸を続ける。

流水で冷却し、尿素溶液(200 g/L)10 mLを加え、激しくかき混ぜながら亜硝酸ナトリウム溶液(20 g/L)を1滴ずつ加え溶液の赤い色を消し、過剰の過マンガン酸と酸化マンガン()を分解する。

亜硝酸ナトリウム溶液(20 g/L)の代わりにアジ化ナトリウム溶液(50 g/L)を用いる場合、アジ化ナトリウム溶液(50 g/L)を注意して滴加しよく振り混ぜて過マンガン酸を分解し、続いて2～3分間煮沸して過剰のアジ化ナトリウムを分解する。

全量フラスコ50 mLに移し、液温を15℃に保ち、ジフェニルカルバジド溶液(10 g/L)1 mLを加え、直ちに振り混ぜる。水を標線まで加えて振り混ぜ、約5分間放置する。

溶液の一部を吸収セルに移し、波長540 nm付近の吸光度を測定する。

空試験溶液について、試料溶液と同様の操作を行って吸光度を求め、試料溶液の吸光度を補正する。

検量線からクロムの量を求め、試料溶液中のクロム濃度を算出する。

3.1.4.9 ジエチルジチオカルバミド酸銀吸光光度法 (As 及び水素化 As の分析)

試料溶液の適量 (As 2 ~ 10 μg を含む) を水素化ひ素発生瓶にとり、硫酸 3 mL を加えた後、水で約 40 mL とする。

塩酸 (1+1) 2 mL, よう化カリウム溶液 (200g/L) 15 mL, 及び塩化すず () 溶液 5 mL を加えて振り混ぜ、約 10 分間放置する。

水素化ひ素発生瓶、導管、ジエチルジチオカルバミド酸銀溶液 5 mL を入れた水素化ひ素吸尿管を連結し、水素化ひ素発生瓶に垂鉛約 3 g を手早く投入する。水素化ひ素発生瓶を約 25 の水浴中に入れ、約 1 時間放置し、ジエチルジチオカルバミド酸銀溶液に水素化ひ素を吸収、発色させる。

この溶液にクロロホルムを加えて 5 mL とする。

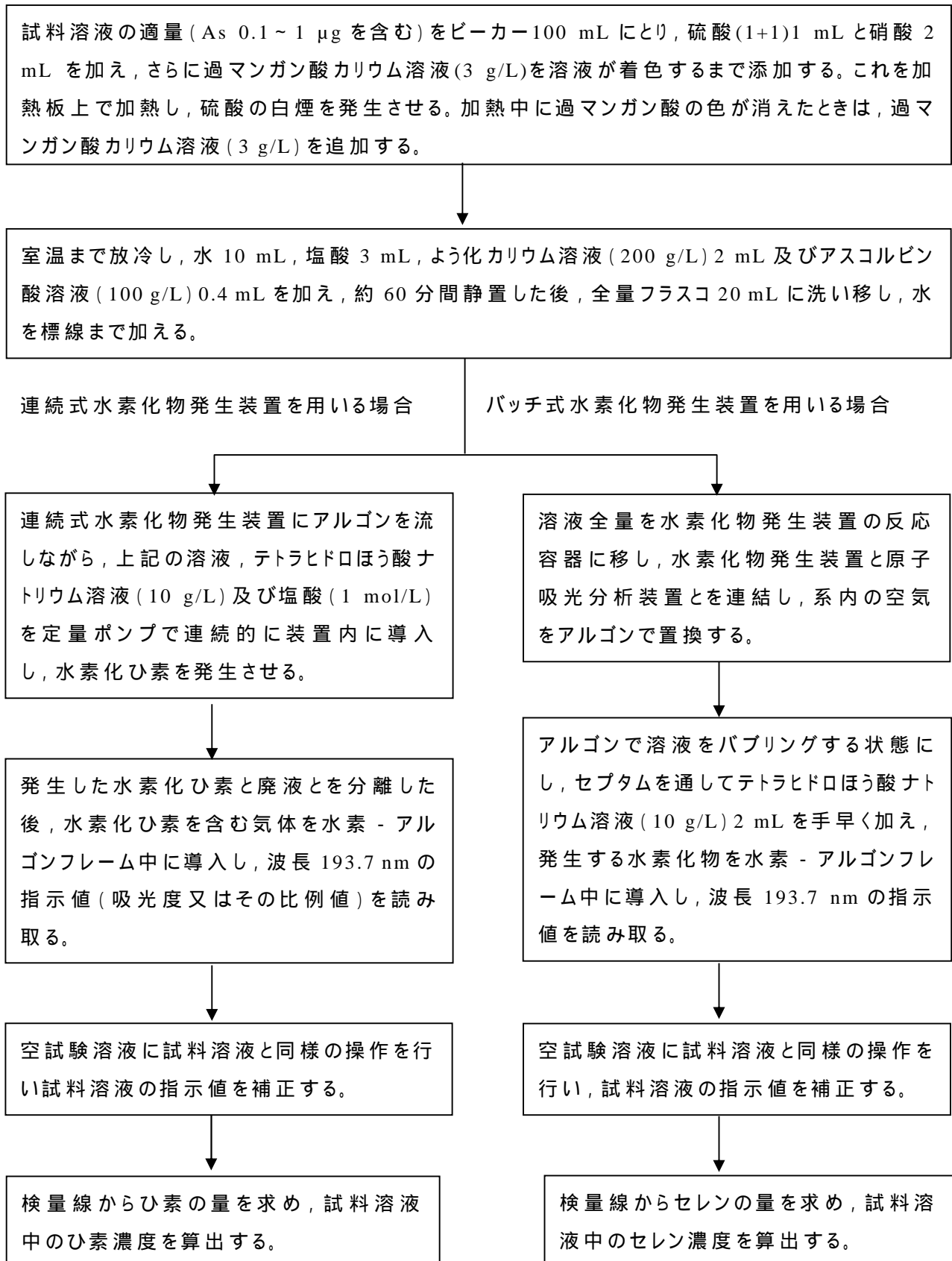
溶液の一部を吸収セルに移し、クロロホルムを対照液として波長 510 nm 付近の吸光度を測定する。

空試験溶液について、試料溶液と同様の操作を行って吸光度を求め、試料溶液の吸光度を補正する。

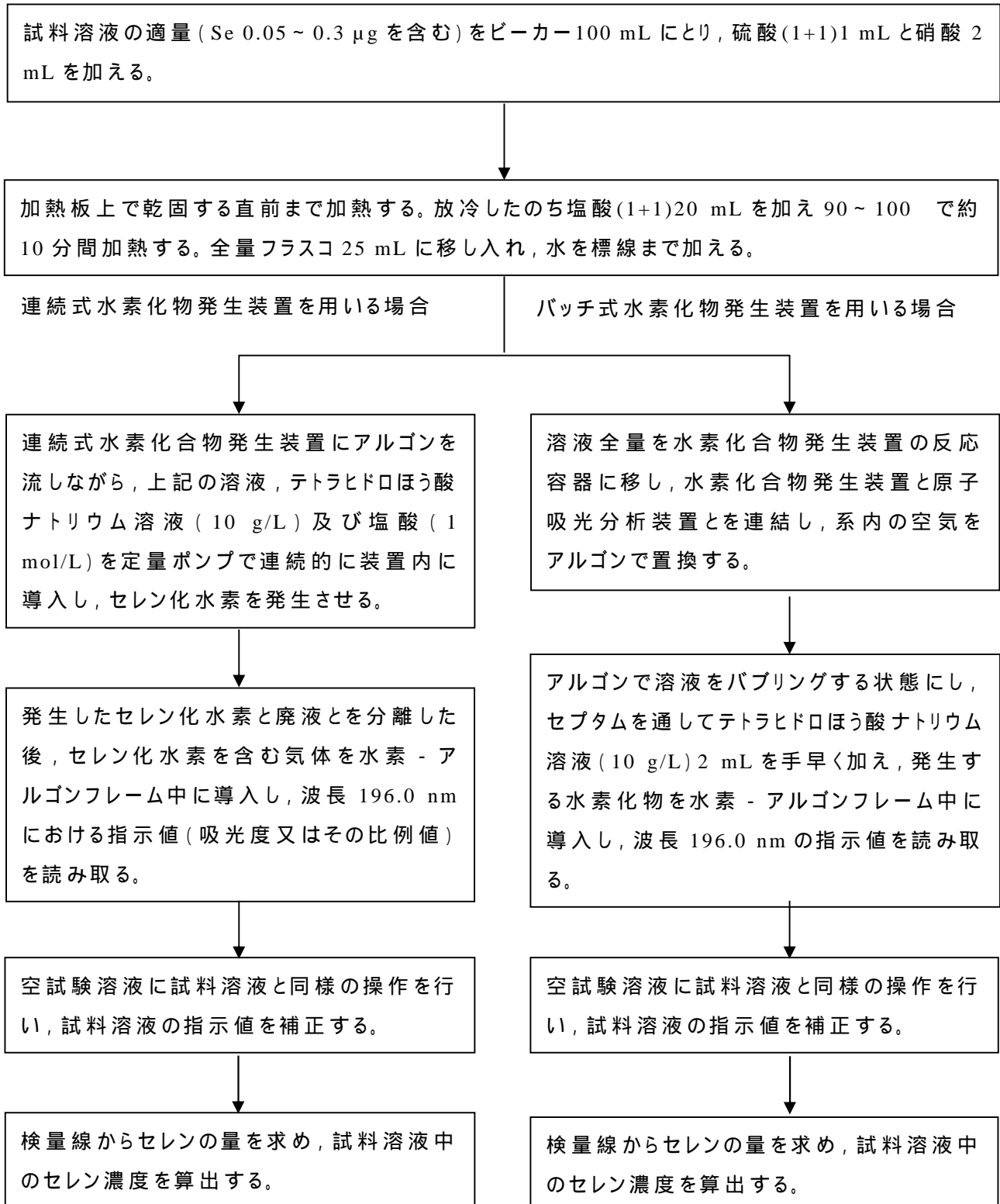
検量線からひ素の量を求め、試料溶液中のひ素濃度を算出する。

3.1.4.10 水素化合物発生原子吸光法（As, Se の分析）

As の分析



Se の分析



3.1.4.11 水素化合物発生 ICP 発光分光分析法（As, Se の分析）

As の分析

試料溶液の適量（As: 0.02 ~ 0.2 μg ）をビーカー100 mL にとり、硫酸（1 + 1）1 mL 及び硝酸 2 mL を加え、さらに過マンガン酸カリウム溶液（3 g/L）を溶液が着色するまで滴加する。

加熱板上で加熱して硫酸の白煙を発生させる。なお、加熱中に過マンガン酸の色が消えたときは、過マンガン酸カリウム溶液（3 g/L）を追加する。

室温まで放冷し、水 10 mL、塩酸 3 mL、よう化カリウム溶液（200 g/L）2 mL 及びアスコルビン酸溶液（100 g/L）0.4 mL を加え、約 60 分間静置した後、全量フラスコ 20 mL に洗い移し、水を標線まで加える。

連続式水素化物発生装置にアルゴンを流しながら、上記の溶液、テトラヒドロほう酸ナトリウム溶液（10 g/L）及び塩酸（1 mol/L）を定量ポンプで連続的に装置内に導入し、水素化ひ素を発生させる。

発生した水素化ひ素と廃液とを分離した後、水素化ひ素を含む気体をプラズマ中に導入し、波長 193.696 nm の発光強度を測定する。

空試験溶液に試料溶液と同様の操作を行い、試料溶液の発光強度を補正する。

検量線から元素の量を求め、試料溶液中の元素濃度を算出する。

Se の分析

試料溶液の適量（Se: 0.025 ~ 0.5 μg ）をビーカー 100 mL にとり，硫酸（1+1）1 mL と硝酸 2 mL を加える。

加熱板上で乾固する直前まで加熱し，放冷した後，塩酸（1+1）20 mL を加え，90~100 °C で約 10 分間加熱する。

放冷した後，全量フラスコ 20 mL に洗い移し，水を標線まで加える。

連続式水素化物発生装置にアルゴンを流しながら，上記の溶液，テトラヒドロほう酸ナトリウム溶液（10 g/L）及び塩酸（1 mol/L）を定量ポンプで連続的に装置内に導入し，セレン化水素を発生させる。

発生したセレン化水素と廃液とを分離した後，セレン化水素を含む気体をプラズマ中に導入し，波長 196.026 nm の発光強度を測定する。

空試験溶液に試料溶液と同様の操作を行い，試料溶液の発光強度を補正する。

検量線からセレンの量を求め，試料溶液中のセレン濃度を算出する。

3.1.4.12 3,3'-ジアミノベンジジン吸光光度法（Seの分析）

試料溶液の適量（Se 2～50 μgを含む）をビーカー200 mLにとり、塩酸(1+3)10 mLを加え、沸騰水浴上で10分間加熱する。

水を加えて液量を約100 mLとし、硫酸アンモニウム鉄()溶液2 mLとプロチモールブルー溶液(1g/L)1 mLを加え、溶液をかき混ぜながらアンモニア水(1+1)を溶液が青になるまで加えた後、静かに加熱して煮沸し、液が黄色くなるまで約30分間煮沸を続ける。ただし、溶液中に鉄を20 mg以上含む場合は硫酸アンモニウム鉄()は加えない。

生成した沈殿が沈降するまで静置し、沈殿をろ紙5種Aでろ過し、温水で洗浄する。沈殿は元のビーカーに洗い落とし、ろ紙に付着した沈殿は温塩酸(1+1)約2 mLを滴加して溶かし、沈殿の入っているビーカーに受け、ろ紙は水洗する。加熱して沈殿を溶かし水で液量を約30 mLとする。

放冷後、EDTA溶液(40 g/L)10 mLを加え、アンモニア水(1+2)を加えて溶液のpHを1.5～2.0に調整したのち、3,3'-ジアミノベンジジン溶液(5 g/L)2 mLを加えて振り混ぜ、沸騰水浴上で約10分間加熱する。

流水で冷却後、アンモニア水(1+2)を用いて溶液のpHを約6に調整し、分液漏斗に移してトルエン10 mLを加えて約30秒間振り混ぜて静置する。

トルエン層の一部を吸収セルに移し、トルエンを対照液として波長420 nm付近の吸光度を測定する。

空試験溶液について、試料溶液と同様の操作を行って吸光度を求め、試料溶液の吸光度を補正する。

検量線からセレンの量を求め、試料溶液中のセレン濃度を算出する。

3.1.4.13 ジアミノナフタレン蛍光光度法（Seの分析）

試料溶液の適量（Se 0.1～1 μgを含む）をビーカー200 mLにとり、塩酸(1+3)10 mLを加え、水浴上で10分間加熱する。

EDTA溶液(40 g/L)2 mLを加え、アンモニア水(1+1)を加えて溶液のpHを1.0～1.5に調整した後、ふっ化ナトリウム溶液0.5 mLを加え、さらに塩酸(1+120)を加えて液量を約100 mLとする。

2,3-ジアミノナフタレン溶液5 mLを加え、時計皿でビーカーを覆い50℃の水浴上で30分間加熱する。

放冷後、分液漏斗に入れ、シクロヘキサン10 mLを加え5分間激しく振り混ぜる。有機層に塩酸(1+120)25 mLを加え30秒間振り混ぜて分離した水層を捨て、さらに有機物層に塩酸(1+120)25 mLを加え、30秒間振り混ぜ水層を分離する。

有機層を乾燥させたろ紙を用いてろ過し、ろ液の一部をセルに入れる。

励起波長378 nmに設定し、蛍光波長520 nm付近における蛍光強度を測定する。

空試験溶液について、試料溶液と同様の操作を行って蛍光強度を求め、試料溶液の蛍光強度を補正する。

検量線からセレンの量を求め、試料溶液中のセレン濃度を算出する。

3.1.5 計算

排ガス中の金属濃度は，次の式で算出する。

$$C = A \times \frac{v}{1000} \times \frac{1}{V_s}$$

ここに，

C ：標準状態における排ガス中の金属濃度（ mg/m^3 ）

A ：各種試料溶液中の金属濃度（ mg/L ）

v ：試料溶液の量（ mL ）

V_s ：標準状態における排ガス量（ m^3 ）

サイドストリームサンプリングの場合は，次の式による。

$$C = C_s + C_g$$

$$C_s = A_s \times \frac{v_s}{1000} \times \frac{1}{V_{sSD} + V_{gSD}}$$

$$C_g = A_{gR} \times \frac{v_{gR}}{1000} \times \frac{1}{V_{sSD} + V_{gSD}} + A_{gA} \times \frac{v_{gA}}{1000} \times \frac{1}{V_{gSD}}$$

ここに，

C ：標準状態における排ガス中の金属濃度（ mg/m^3 ）

C_s ：標準状態における乾き排ガス中の粒子状物質中のセレン濃度（ mg/m^3 ）

C_g ：標準状態における乾き排ガス中のガス状セレン濃度（ mg/m^3 ）

$A_s, A_{gR}, A_{gR}, A_{gA}$ ：各試料溶液中のセレン濃度（ mg/L ）

v_s, v_{gR}, v_{gA} ：各試料溶液の量（ mL ）

V_{sSD}, V_{gSD} ：粒子状物質中セレン,ガス状セレンを採取した際の吸引排ガス量（ m^3 ）

であり，詳細は規格本体を参照すること。

3.2 排ガス中のベンゼン分析方法 (JIS K 0088)1997年

3.2.1 分析方法の種類と概要

排ガス中のベンゼンを測定するための分析方法の種類と概要を表3.2.1に示す。

本規格は改定の予定が無く、最新の分析技術に対応しておらず、類似成分の一斉分析にも対応していない。最新技術を利用した一斉分析方法は本マニュアルの3.27 排ガス中の揮発性有機化合物分析方法に紹介しているのでこちらを参照して利用して頂きたい。本規格との対比は3.27のAnnex Mに記載している。

また、本協会のアンケート調査結果でジニトロベンゼン吸光光度法は使用されていなかったのを削除した。

表 3.2.1 分析方法の種類と概要

分析方法種類	概要	定量範囲 mg/m ³ (ppm)
ガスクロマトグラフ法* ¹	試料ガスを直接、又は常温吸着濃縮した後、水素炎イオン化検出器付ガスクロマトグラフに導入してクロマトグラムを記録する。 分離には充填カラム又はキャピラリーカラムを用いる。	捕集バッグ法 0.2- ~ 8700 (0.06- ~ 2500) 濃縮法 0.005- ~ 175 (0.0015- ~ 50)

*¹:濃度が低い場合、試料採取に濃縮法を用いる。

3.2.2 試料ガス採取方法

3.2.2.1 試料ガスの採取

試料ガスの採取は、JIS K 0095(試料ガス採取方法)に準じて行う。又は、分析方法ごとに定められた方法による。第2編第4章を参考にするとよい。

(1) ガスクロマトグラフ法

- 1) 検量線用ガス捕集瓶：写真3.2.1に示す内容量1000 mL程度のガラス製の瓶。



写真 3.2.1 検量線用ガス捕集瓶の例

2) ガスクロマトグラフ法：捕集バック法，濃縮管法

捕集バッグ：容積 1～5 L のふっ素樹脂又はポリエステル系フィルム製でふっ素樹脂製のスリーブ及びシリコンゴムパッキン付き栓を備えたもの。図 2.4.3 及び写真 2.3.5 に示す吸引用気密容器に入れて試料を採取する。試料採取量は 1～2 L とする。

濃縮管：図 3.2.1 に示す，長さ 180 mm のガラス製の管に多孔性ポリマービーズを 0.6 g (充填長さ 130 mm) 詰めたもの。20 たでベンゼン 50 ppm を含む試料ガスを毎分 200 mL で 1 L 吸引してもベンゼンが溶出せず，200 もで加熱脱離した時回収率が 95 % 以上のものを用いる。

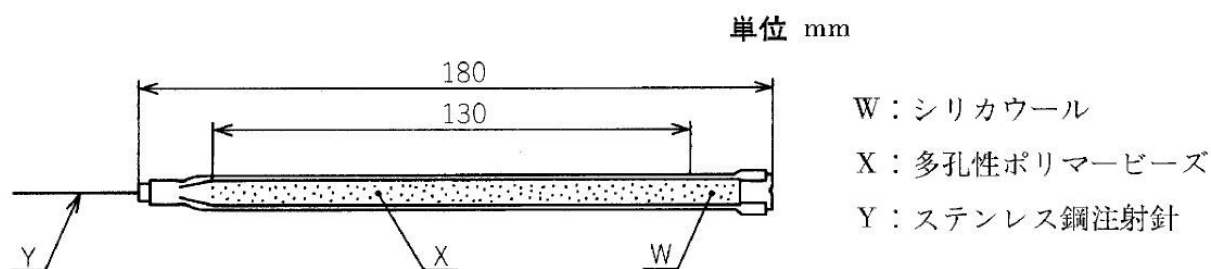


図 3.2.1 濃縮管の例

3.2.2.2 試料ガスの採取及び分析用試料溶液の調製

(1) ガスクロマトグラフ法の場合

1) 捕集バッグによる場合

図 2.7 に示す装置で捕集バッグに試料を 1 L 程度採取する。

2) 濃縮管による場合

注射筒のコックに注射針を装着した濃縮管を取り付け，試料採取装置に取り付ける。

約 0.2 L/min の吸引速度で注射筒のピストンを引き試料を採取する。

ベンゼン濃度に応じて 20～200 mL 吸引する。この量が試料量となる。

ガスメーターの温度，マノメーターのゲージ圧と大気圧を記録する。

濃縮管の両端にふっ素樹脂栓をはめ密封する。

3.2.3 ガスクロマトグラフ法

3.2.3.1 試薬及びガス類

(1) 検量線用ガス

ベンゼンをヘキサン（ベンゼン又は妨害成分が検出されないもの）で希釈し検量線用原液とする。窒素で置換したガス捕集瓶にマイクロシリンジで原液の一定量を注入して揮発させ標準ガスとする。

(2) ガスクロマトグラフ用ガス

窒素又はヘリウム，水素，空気

3.2.3.2 装置及び器具

1) 試料導入器具

2) ガスクロマトグラフ装置

ガスクロマトグラフは水素炎イオン化検出器を備えたもので，表 3.2.2 に示す充填カラム又はキャピラリーカラムを用いる。

表 3.2.2 ガスクロマトグラフの条件

検出器	水素炎イオン化検出器
キャリアーガス	窒素又はヘリウム(99.999%)
燃料ガス	水素
助燃ガス	空気
充填カラム	内面をよく洗浄した内径 3～4 mm，長さ 3～5 m のほうけい酸ガラス管，ステンレス鋼管又はふっ素樹脂管
カラム充填剤	内面を塩酸で十分に洗浄した後，水洗，乾燥した白色けいそう土担体(粒径 149～250 μm)に固定相液体(N,N'-ピス(2-シアノエチル)ホルムアミド，1,2,3-トリス(2-シアノエトキシ)・プロパン，ポリエチレングリコール 1500，シリコーン油などでベンゼンが単離できるものを 20-30%含浸したもの
キャピラリーカラム	内径 0.1 mm～1 mm 程度，長さ 10～60 m 程度
キャピラリーカラムの固定相液相	メチルシリコン，フェニルメチルシリコン系などの無極性又は微極性もしくはポリエチレングリコール系の中極性で，試料中のベンゼンが単離できるもの

3) 気化導入装置

濃縮管に捕集したベンゼンをガスクロマトグラフに導入するための装置で，図 3.2.2 に示す加熱器，温度調節器及び切替コックから成る。

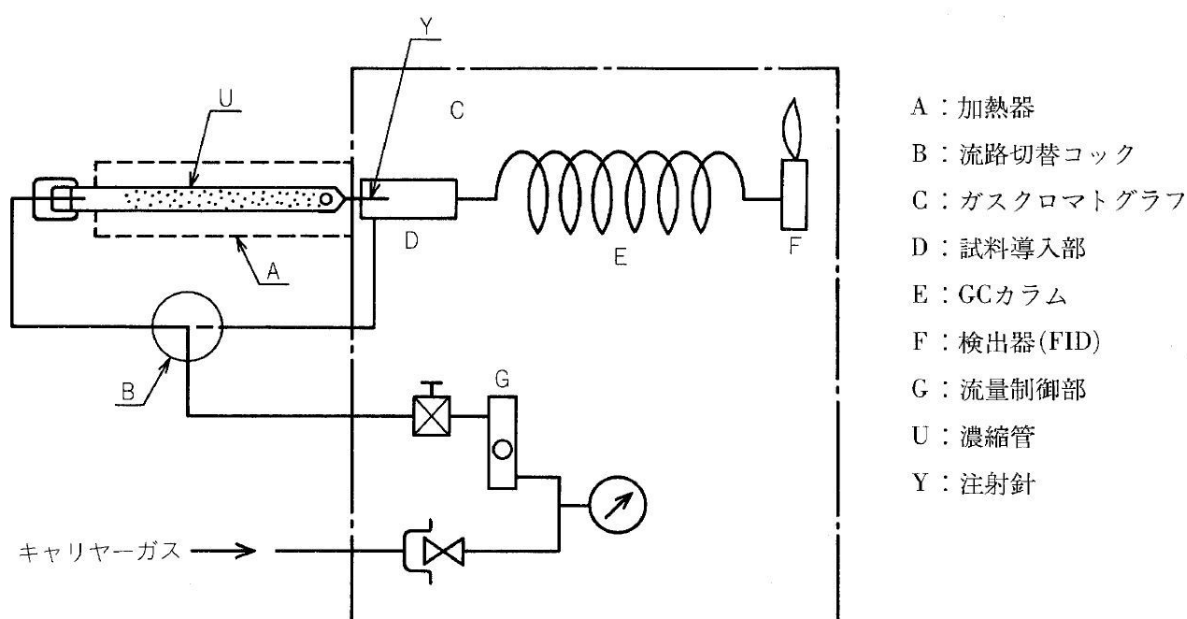


図 3.2.2 気化導入装置の例（充填カラムを備えたガスクロマトグラフに取り付け）

3.2.3.3 ガスクロマトグラフの分析条件

分析条件は、使用するカラムの種類及び機器によって最適条件が異なるので、各機器の操作手引書を参考にして操作する。

FID 付きのガスクロマトグラフにカラムを装着して作動状態とし、以下の操作条件で測定する。

表 3.2.3 ガスクロマトグラフの測定条件

	充填カラム	キャピラリーカラム
カラム槽温度	70 ~ 80	50 ~ 80 (昇温は 40 ~ 120)
キャリアーガス流量	35 ~ 60 mL/min	0.1 ~ 30 mL/min
スプリット比		1:10 ~ 1:40
付加ガス流量		35 ~ 60 mL/min
燃料ガス流量	35 ~ 50 mL/min	30 ~ 50 mL/min
助燃ガス流量	0.4 ~ 0.6 L/min	0.4 ~ 0.6 L/min

(1) 検量線の作成

- a) 捕集バッグによる場合：検量線用標準ガスの入ったガス捕集瓶から、気体用シリンジを用いて一定量（0.2～5 mL）をとり、全量をガスクロマトグラフに導入して分析し、空試験の値を差し引いたピーク面積との関係線を作成する。キャピラリーカラムの場合、カラム内径に応じたスプリット比で試料を導入する。

b) 濃縮管による場合：濃縮管をあらかじめ窒素気流中で 230 に約 2 時間加熱して分析上の妨害となる不純物を除去しておく。この濃縮管に検量線用標準ガスの入ったガス捕集瓶から、気体用シリンジを用いて一定量(0.2~5 mL)をとり、全量を注入する。これを図 3.2.2 の気化導入装置に接続する。しばらくキャリアガスを流した後、切換コックを切り替えて濃縮管にキャリアガスを流す。キャピラリーカラムを用いる場合スプリット比をカラムの内径に合わせて設定しておく。記録計の指示が安定した後、濃縮管を 200 まで約 1 分間で加熱昇温させ、試料をガスクロマトグラフに導入し、クロマトグラムを記録する。空試験の値を差し引いたピーク面積との関係線を作成する。

(2) 定量操作

- a) 捕集バッグによる場合：気体用シリンジを捕集バッグのシリコーンゴム栓に刺して、試料ガスを正確に一定量(2~5 mL)とる。この全量をガスクロマトグラフに導入し、クロマトグラムを記録する。
- b) 濃縮管による場合：濃縮管にシリコーンゴム栓と注射針を取り付け、これを図 3.2.2 の気化導入装置に接続する。しばらくキャリアガスを流した後、切換コックを切り替えて濃縮管にキャリアガスを流す。キャピラリーカラムを用いる場合スプリット比をカラムの内径に合わせて設定しておく。記録計の指示が安定した後、濃縮管を 200 まで約 1 分間で加熱昇温させ、試料をガスクロマトグラフに導入し、クロマトグラムを記録する。

3.2.3.4 濃度の算出

次の式によってベンゼン濃度を算出する。

$$C_v = (V_s - V_b) \times \frac{1000}{V_g}$$

ここで、 C_v ：試料ガス中のベンゼンの体積分率 (ppm)

V_s ：検量線から求めた気体ベンゼンの体積 (μL)

V_b ：空試験で得られた気体ベンゼンの体積 (μL)

V_g ：試料ガス量 (mL)

3.3 排ガス中の一酸化炭素分析方法（JIS K 0098）2016年

3.3.1 分析方法の種類及び概要

排ガス中の一酸化炭素を測定するための分析方法，概要及び定量範囲を表3.3.1に示す。

表 3.3.1 分析方法の種類，概要及び定量範囲

分析方法の種類	分析方法の概要		
	要旨	試料採取	定量範囲
ガスクロマトグラフ法	a) 熱伝導度検出器（TCD） b) 光イオン化検出器（PID） c) メタン化反応装置及び水素炎イオン化検出器（FID）	注射筒法，捕集バッグ法又は捕集瓶法による。 試料ガス採取量： 100 mL～10 L程度	a) TCD：0.05 %以上 b) PID：1～1000 ppm c) FID：1～2000 ppm
検知管法	a) パラジウム塩が還元され，金属パラジウムを析出し，黄色から黒褐色に変色する。 b) 五酸化二よう素が還元され，よう素を遊離し，白から褐色に変色する。	捕集バッグ法又は直接採取法による。 試料ガス採取量（捕集バッグ法）： 5～10 L程度	a) 1～50 ppm 2.5～2000 ppm b) 0.1～40 %
自動計測法	a) 赤外線吸収方式 b) 定電位電解方式	捕集バッグ法又は連続測定	a) 0～50 ppm から 0～5 000 ppm まで b) 0～200 ppm から 0～2 000 ppm まで

定量範囲の単位は体積分率と体積百万分率

3.3.2 試料ガス採取方法

3.3.2.1 ガスクロマトグラフ法の場合

試料ガスの採取方法の種類は注射筒法，捕集バック法及び捕集瓶法がある。ここでは捕集バック法を紹介する。試料ガス採取装置の例を図3.3.1に示す。

捕集瓶法は第2編第4章又は第3編3.13 排ガス中の酸素分析方法を参照。

(1) 捕集バック

四ふっ化エチレン樹脂製，ポリプロピレン製など，ガスの透過性の小さいガス採取用のもので内容積1 L以上の袋。使用前に漏れがないことを確認しておく。

- (2) 試料ガスの採取操作
次の手順で行う。

吸引ポンプを用いて、捕集バッグ内を
脱気して栓をする。

吸引ポンプを用いて、試料ガス採取管から捕集バッグ直前の
コックまでの導管の内部を試料ガスに置換し、コックを閉じる。

採取装置を図 3.3.1 のようにつなぎ、コック（図中 J, K）を開いて
吸引ポンプを作動させ、捕集バッグに試料ガスを採取する。

コック（図中 J）を閉じ、吸引ポンプを止めて、
捕集バッグを取り出し、栓をしておく。

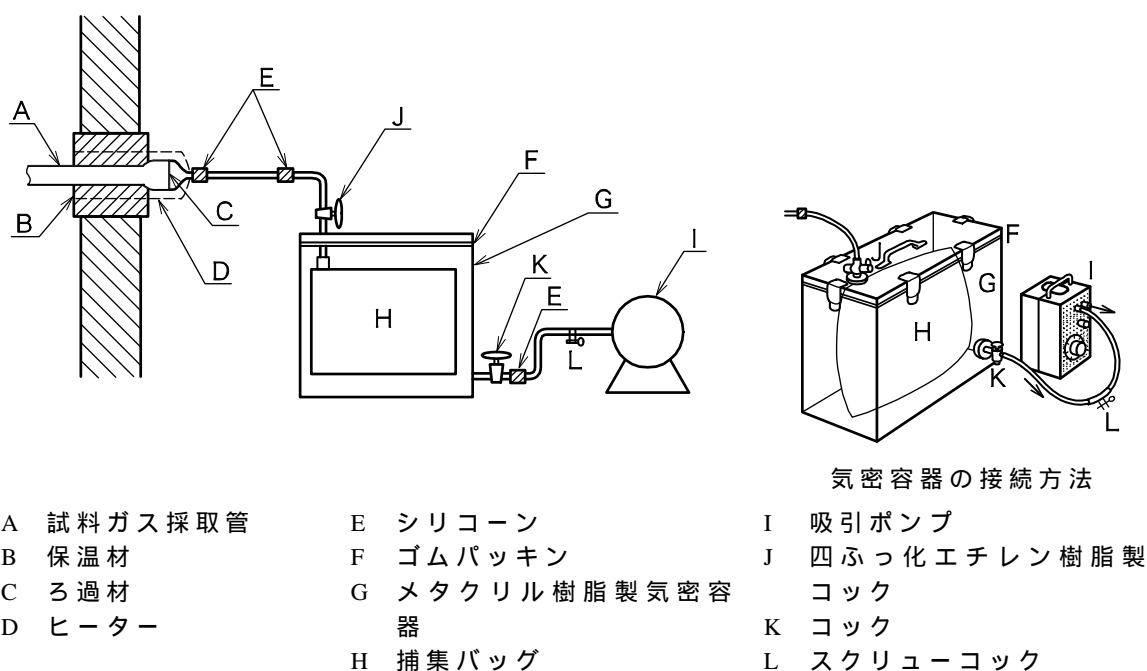


図 3.3.1 試料ガス採取装置（捕集バッグ法）の例

3.3.2.2 検知管法の場合

(1) 試料ガス採取装置及び器具

試料ガス採取装置の例を図 3.3.2 に示す。検知管法で用いる器具及び装置は、次による。

- 検知管 JIS K 0804 に規定するもので、測定範囲が適切な範囲にあるもの。
- ガス採取器 JIS K 0804 に規定するシリンダー形真空方式のもの。
- 試料ガス採取装置 図 3.3.2 に例示する構成で行うことが望ましい。

(2) 試料ガスの採取操作
次の手順で行う。

測定点における温度を測定し、
検知管の使用範囲内であることを確認する。

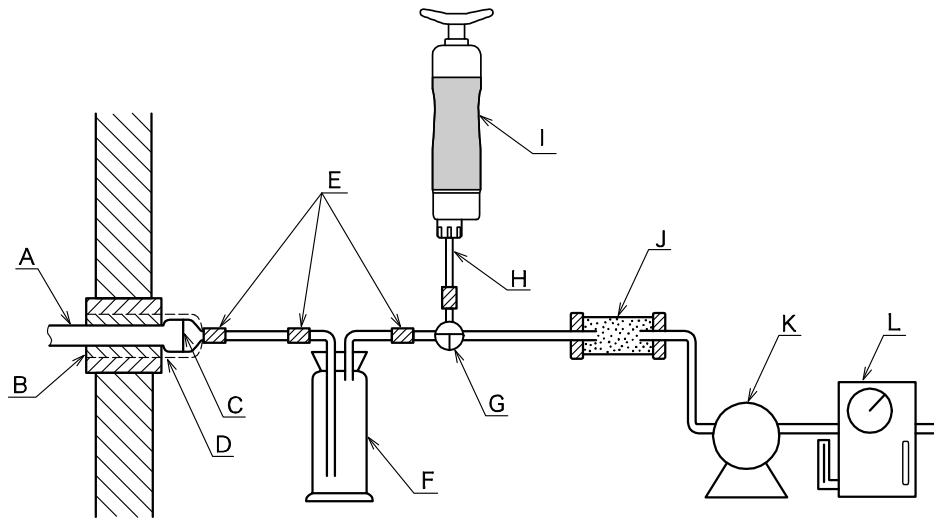
使用する検知管は遮光し、
温度が測定場所の温度と同温になってから使用する。

ガス採取器の漏れ試験を行う。

検知管の両端を折り取り、検知管表面の矢印の向きに試料ガスが
流れるようにガス採取器の検知管取付口へ接続する。

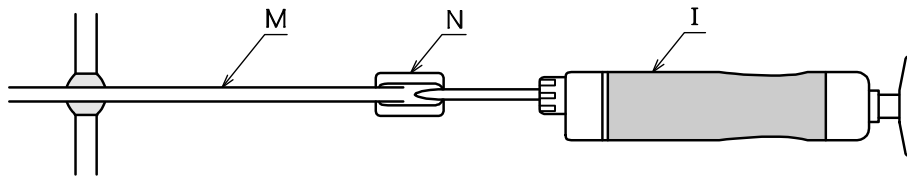
ガス採取器のハンドルを引いてロックさせ、
その検知管について規定された時間放置する。

煙道内が負圧の場合、検知管に規定量の試料ガスを採取できず、検知管指示値は低めの値を示すので注意する。検知管での試料ガス採取時に、ガスメーターの指針又はカウンターが作動している状態であることを確認しながら採取する。負圧の大きい場合は注射筒法、又は捕集バック法を参照して適用する。



- | | | |
|-----------|-------------|-----------|
| A 試料ガス採取管 | E シリコン | I 試料ガス採取器 |
| B 保温材 | F トラップ | J 乾燥剤 |
| C ろ過材 | G 流路切替三方コック | K 吸引ポンプ |
| D ヒーター | H ガス検知管 | L ガスメーター |

a) 試料ガス採取装置（燃焼排ガスなど）の例



- I 試料ガス採取器 M 四ふっ化エチレン樹脂製管 N シリコン製管（つなぐ）

四ふっ化エチレン樹脂製管（M）が長い場合は、デッドスペースが誤差要因になることがあるため、四ふっ化エチレン樹脂製管内を十分置換してから測定を行う。また、水分の凝縮がない排ガスが、採取する試料ガスであることが条件となる。

b) 試料ガス採取装置の例

図 3.3.2 試料ガス採取装置

3.3.3 定量方法

3.3.3.1 ガスクロマトグラフ法

(1) 装置及び器具

a) 試料導入器具及び装置

- 1) ガスタイトシリンジ 容量 0.1～5 mL のガラス製のもので，あらかじめ水洗，乾燥したもの。
- 2) 気体試料導入装置 容量 0.1～5 mL の試料計量管を取り付けることができるもの。試料ガスをガスクロマトグラフに導入するときは，試料ガスの温度及び圧力を一定にしてから導入する。充填カラム用は，全量導入方式が可能な方式を選び，キャピラリーカラム用は，スプリット注入又は全量導入が可能な方式を選ぶ。図 3.3.3 に気体試料導入装置の例を示す。

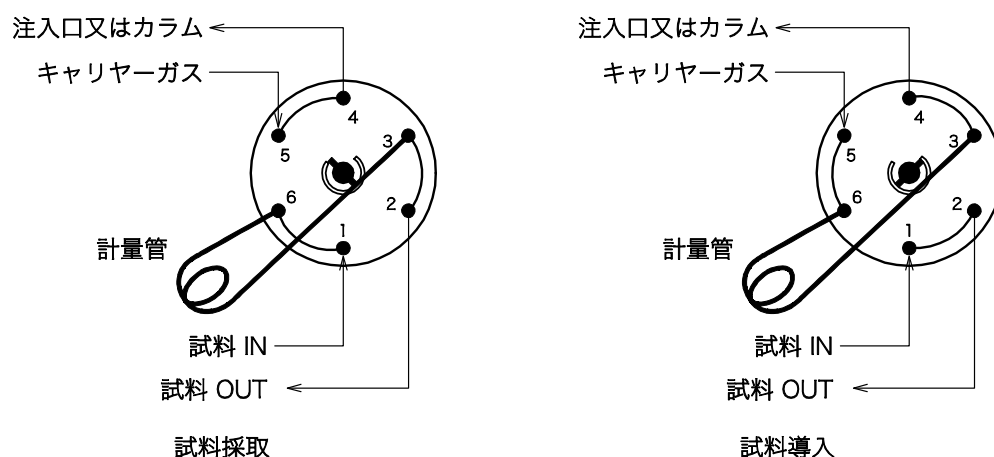


図 3.3.3 - 気体試料導入装置の例

b) カラム

カラムの例を表 3.3.2 に示す。

表 3.3.2 カラムの例

カラムの種類	カラム充填剤 ^{a)}		管	
	固定相	担体の粒径 μm	内径 mm	長さ m
充填カラム	合成ゼオライト 13X 形(Na 塩) 又は合成ゼオライト 5A 形(Ca 塩)	150 ~ 500	1 ~ 5	0.5 ~ 6
	カーボンモレキュラシープ			
吸着形キャピラリーカラム	合成ゼオライト 5A 形(Ca 塩)		0.32 ~	30 ~ 50
	カーボンモレキュラシープ		0.53	

注^{a)} 合成ゼオライトには，モレキュラシープ 13X 及びモレキュラシープ 5A がある。また，その他に活性炭，ポリマー系等の充填剤を用いてもよい。

- c) 検出器 熱伝導度検出器（TCD）、光イオン化検出器（PID）又はメタン化反応装置及び水素炎イオン化検出器（FID）を用いる。

放電型の光イオン化検出器には、ヘリウムプラズマ光イオン化検出器（HPID）、バリア放電光イオン化検出器（BID）などの種類がある。ランプ式光イオン化検出器は使用できない。

- d) キャリヤーガス及び検出器用ガス

キャリヤーガス及び各検出器に用いるガスを表 3.3.3 に示す。

表 3.3.3 キャリヤーガス及び各検出器に用いるガス

検出器	カラム	キャリヤーガス	検出器用ガス	助燃ガス	付加ガス
TCD	充填カラム	He, N ₂ 又は H ₂	.	.	.
	キャピラリーカラム		.	.	キャリヤーガスと同種のもの(必要に応じて)
PID	充填カラム	純度 99.999 9 vol % 以上の He	キャリヤーガスと同種のもの	.	.
	キャピラリーカラム			.	.
メタン化反応装置及び FID	充填カラム	He, N ₂ 又は H ₂	.	O ₂ 又は 高純度空気	.
	キャピラリーカラム		.		He 又は N ₂

(2) ガスクロマトグラフの操作条件

a) 試料導入部の条件

次の条件の範囲内で最適な状態に設定する。

- 1) ガスタイトシリンジによる場合 試料導入部温度は、50～200 程度に設定する。試料注入量は、0.1～3 mL 程度とする。キャピラリーカラムを使用する場合はカラムの内径に応じて適宜スプリット注入を行う。
- 2) 気体試料導入装置による場合 試料導入部温度及び気体試料導入装置の設定温度は、室温程度に設定する。カラム温度が試料導入部及び気体試料導入装置の温度に影響を与える場合は、200 程度まで設定してもよい。試料注入量は、0.1～3 mL 程度とする。キャピラリーカラムを使用する場合はカラムの内径に応じて適宜スプリット注入を行う。

b) カラムと分析条件の例

分離を最も考慮する成分は窒素である。空気中に窒素は約 80 %含まれており、分析する一酸化炭素濃度に比べてその濃度は非常に高いので、TCD、PID を用い

る際には実試料において分離に注意が必要である。一方，FID は窒素を検出しないため，窒素との分離は考慮しなくてよい。カラム条件の例を表 3.3.4 に示す。

表 3.3.4 カラム条件の例

カラムの種類	分析条件		
	カラム温度 ^{b)}	キャリアーガス ^{c)}	流量 mL/min
充填カラム ^{a)}	30 ~ 300	He, N ₂ 又は H ₂	5 ~ 60
吸着形キャピラリーカラム	30 ~ 300	He, N ₂ 又は H ₂	2 ~ 10
注 ^{a)} 流量 5 ~ 15 mL/min, 内径 2 mm 以下のものはマイクロパックドカラムとも呼ばれている。 ^{b)} PID で低濃度を分析する場合, 昇温分析が望ましい。 ^{c)} 検出器が PID の場合, キャリヤーガスはヘリウムを使用する。			

c) 検出器の操作条件

操作条件の例を表 3.3.5 に示す。表の条件の範囲内で最適な状態に設定する

表 3.3.5 検出器の操作条件

検出器	カラム	検出器温度	検出器ガス流量	助燃ガス流量	付加ガス流量
TCD	充填カラム	100 ~	.	.	.
	キャピラリーカラム	200	.	.	8 ~ 45 mL/min
PID	充填カラム	100 ~	20 ~ 100 mL/min	.	.
	キャピラリーカラム	350		.	.
メタン化反応装置*及びFID	充填カラム	100 ~	.	200 ~ 400 mL/min	.
	キャピラリーカラム	250	.		30 ~ 45 mL/min

メタン化反応装置 温度：350 ~ 450 ，水素ガス流量：30 ~ 50 mL/min

(3) 定量操作

定量操作は，次による。

ガスクロマトグラフの条件を設定する。

ガスタイトシリンジあるいは気体試料導入装置を用いて，
分析用試料をガスクロマトグラフに導入する。

試料ガスを導入後，適切な時間のクロマトグラムを記録する。

クロマトグラム上の一酸化炭素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。

(4)の検量線から、試料ガス中の一酸化炭素の質量（ng）を求める。

濃度が高く検量線の範囲を超える場合、気体試料の導入量を減らす、試料の希釈を行うなどの手段を講じ検量線の範囲内に入れる。

(4) 検量線の作成

捕集バッグ、真空捕集瓶などに適切な濃度の検量線用ガスを調製したもの、又は市販の標準ガスを試料ガスと同様の操作によって導入し、クロマトグラムを記録する。検量線用ガス中の一酸化炭素のピーク面積又はピーク高さを測定し、一酸化炭素の質量（ng）とピーク面積又はピーク高さとの検量線を作成する。

この操作は、1日の分析の始め又は分析条件が変わったときには、少なくとも1回行うことが望ましい。

(5) 一酸化炭素濃度の算出

試料ガス中の一酸化炭素の濃度算出は、次の式による。

$$C_v = \frac{0.800 \times A \times 10^{-6} \times 10^6}{V \times \frac{273.15}{273.15 + t} \times \frac{P}{101.32}}$$

$$C_w = \frac{A}{V \times \frac{273.15}{273.15 + t} \times \frac{P}{101.32}} = 1.25 \times C_v$$

ここに、

C_v ：試料ガス中の一酸化炭素の体積分率（ppm）

C_w ：試料ガス中の一酸化炭素の質量濃度（mg/m³）

A ：検量線で求めた分析用試料ガス中の一酸化炭素の質量（ng）

V ：試料ガス注入量（mL）

t ：試料ガス測定時の温度（℃）

P ：試料ガス測定時の大気圧（kPa）

0.800：一酸化炭素 1 mg に相当する一酸化炭素の体積（mL）

1.25：一酸化炭素 1 vol ppm に相当する質量濃度（mg/m³）

10⁻⁶：質量の単位を ng から mg に変換する係数

10⁶：mL/mL を vol ppm へ変換する係数

273.15：0℃ に対応する絶対温度（K）

101.32：標準大気圧（kPa）

3.3.3.2 検知管法

(1) 操作

- a) 試料ガスの吸引終了後、速やかに検知管を取り外し、変色層先端の濃度目盛を読み取る。なお、検知管によっては、通気終了後の時間経過によって変色した層が退色したり、変色層の長さが変化する場合があるので、通気終了後に変色層の先端に印を付け、速やかに読み取る。また、変色層先端面が斜めの場合には、中間点を濃度として読み取る。濃度表式の場合は、検知管を添付の濃度表上に合わせ、変色層の境界を読み取る。
- b) 濃度単位の換算が必要な場合は、次の式によって行う。

$$C = \frac{C' \times 28.01}{22.41 \times \frac{273.15}{273.15 + t} \times \frac{P}{101.32}}$$

ここに、
 C ：一酸化炭素の質量濃度（ mg/m^3 ）
 C' ：検知管の読取値（ ppm ）
28.01：一酸化炭素の分子量
 t ：測定点の温度（ $^{\circ}\text{C}$ ）
 P ：測定点の大気圧（ kPa ）

(2) 注意事項

検知管の反応には大きく分けてパラジウム塩との反応と五酸化二よう素との反応の2種類がある。前者は感度が良いため低濃度領域で使用し、後者は高濃度領域又は水素との共存時に使用する。反応試薬の種類によって、妨害成分又は干渉成分が異なるので、検知管の指示事項に従って使用する。これらは概略の分析値を得るときに適用する。

3.4 排ガス中のアンモニア分析方法 (JIS K 0099) 2020年

3.4.1 分析方法の種類及び概要

排ガス中のアンモニアを測定するため分析方法,その概要及び定量範囲を表3.4.1に示す。

表 3.4.1 分析方法,概要及び定量範囲

分析方法の種類	概要	定量範囲
インドフェノール青吸光光度法	試料ガス中のアンモニアをほう酸溶液に吸収させた後,フェノールペンタシアノニトロシル鉄()酸ナトリウム溶液及び次亜塩素酸ナトリウム溶液を加えて,インドフェノール青を生成させ,吸光度(640 nm)を測定し,試料ガス中のアンモニア濃度を算出する。	吸収瓶: 250 mL 1.2 ~ 11.8 mg/m ³ (1.6 ~ 15.5 ppm)
イオンクロマトグラフ法	試料ガス中のアンモニアをほう酸溶液に吸収させた後,分析用試料溶液をイオンクロマトグラフに注入し,アンモニウムイオンのクロマトグラムを得る。アンモニウムイオンの濃度から,試料ガス中のアンモニア濃度を算出する。	吸収瓶: 100 mL 0.5 ~ 11.8 mg/m ³ (0.6 ~ 15.5 ppm) 吸収瓶: 250 mL 4.7 ~ 236 mg/m ³ (6.2 ~ 310 ppm)

* 定量範囲の()内は体積分率

3.4.2 試料ガス採取方法

3.4.2.1 試料ガスの採取

試料ガスの採取は,JIS K 0095(試料ガス採取方法)に準じて行う。又は,分析方法ごとに定められた方法による。第2編第4章を参考にするとよい。

- 1) インドフェノール青吸光光度法: 吸収瓶(250 mL)を2個連結して用いる。
- 2) イオンクロマトグラフ法: 吸収瓶(100 mL又は250 mL)を2個連結して用いる。
- 3) 吸収液: ほう酸溶液(5 g/L)

3.4.2.2 分析用試料溶液の調製

- 1) 試料ガスの採取後,吸収瓶内の吸収液をビーカーに移し,吸収瓶内を洗浄する。インドフェノール青吸光光度法の場合は,吸収液で洗浄する。イオンクロマトグラフ法の場合は水で洗浄する。
- 2) 100 mLの吸収瓶を用いた時は,100 mLの全量フラスコに1)の吸収液を入れ,水を標線まで加える。
- 3) 250 mLの吸収瓶を用いた時は,250 mL全量フラスコに1)の吸収液を入れ,吸収液又は水を標線まで加える。

3.4.3 インドフェノール青吸光光度法

3.4.3.1 適用条件

排ガス中に二酸化窒素がアンモニアの100倍以上、アミン類が数十倍以上、二酸化硫黄が10倍以上、硫化水素が等量以上のいずれかが共存すると影響を受けるので、その影響を無視又は除去できる場合に適用する。

3.4.3.2 使用する試薬

水酸化ナトリウム、次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素 50~120 g/L)、塩化アンモニウム、硫酸アンモニウム、フェノール、ペンタシアノニトロシル鉄()酸ナトリウム二水和物、ほう酸、でんぷん(溶性)、酢酸、よう化カリウム、よう素酸カリウム、過塩素酸マグネシウム、アンモニウムイオン標準液(1000 mg/L)

3.4.3.3 試薬溶液の調製

- 1) 次亜塩素酸ナトリウム溶液: 次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素 30~100 g/L)の一定量を取り、水酸化ナトリウム 15 g を水に溶かして 1 L とする。次亜塩素酸ナトリウム溶液の有効塩素濃度を求めておく。
- 2) フェノール-ペンタシアノニトロシル鉄()酸ナトリウム溶液: フェノール 5 g 及びペンタシアノニトロシル鉄()酸ナトリウム二水和物 25 mg を水に溶かして 500 mL としたものを。冷暗所に保存し、調製後 1 か月以内に使用する。
- 3) アンモニウムイオン標準液(1000 mg/L): 国家標準に規定するトレーサビリティが確保されたアンモニウムイオン標準液。又は、乾燥した塩化マグネシウム 2.965 g を取り、水に溶かして全量フラスコ 1000 mL に移し入れ、水を標線まで加えて調製する。これらを適宜希釈して使用する。

3.4.3.4 装置及び器具

分光光度計及び吸収セルを写真 3.4.1 及び写真 3.4.2 に示す。



写真 3.4.1 分光光度計

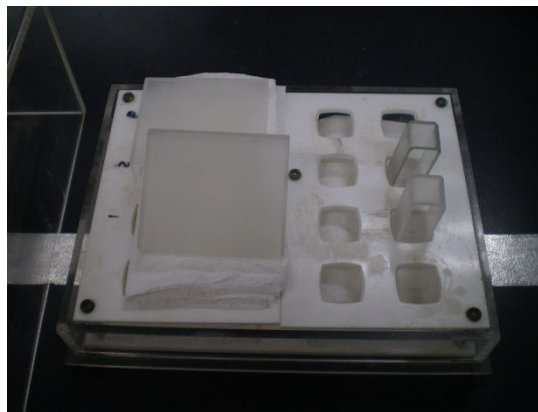


写真 3.4.2 吸収セル

3.4.3.5 定量操作

1) 検量線の作成

数個の全量フラスコ 25 mL に NH₄⁺標準液 (0.001 mg/L) 1.0 ~ 10 mL を入れ、吸収液を加えて 10 mL とする

フェノール-ペンタシアノニトロシル鉄 ()
酸ナトリウム溶液, 5 mL
次亜塩素酸ナトリウム溶液, 5 mL
水

全量 25 mL, 25 ~ 30 分で 1 時間放置

空試験液を対照液として、NH₄⁺標準液の吸光度 (640 nm) を測定する

アンモニウムイオンの質量 (mg) と吸光度の関係線を作成する

2) 定量操作

全量フラスコ 25 mL に分析用試料溶液 10 mL を入れる

フェノール-ペンタシアノニトロシル鉄 ()
酸ナトリウム溶液, 5 mL
次亜塩素酸ナトリウム溶液, 5 mL
水

全量 25 mL, 25 ~ 30 分で 1 時間放置

空試験液を対照液として、吸光度 (640 nm) を測定

検量線から分析用試料溶液中のアンモニウムイオンの質量 a (mg) を求める

3.4.3.6 濃度の算出

次の式により、試料ガス中のアンモニア濃度を算出する。

$$C_w = \frac{0.944 \times a \times \frac{250}{10}}{V_s} \times 1000$$

$$C_v = \frac{1.24 \times a \times \frac{250}{10}}{V_s} \times 1000$$

$$C_w = C_v \times 0.760$$

ここで、 C_w : 試料ガス中のアンモニアの質量濃度 (mg/m³)

C_v : 試料ガス中のアンモニアの体積百万分率 (ppm)

a : 分析用試料溶液中のアンモニウムイオンの質量 (mg)

V_s : 標準状態の試料ガス採取量 (L)

3.4.4 イオンクロマトグラフ法による分析

3.4.4.1 適用条件

特になし

3.4.4.2 使用する試薬

使用するイオンクロマトグラフ(サブレッサー方式,ノンサブレッサー方式等)によって使用する試薬が異なるので,装置に合った試薬を準備する。

3.4.4.3 試薬溶液の調製

1) 溶離液:装置や分離カラムの種類によって異なるので,使用する装置や分離カラムに最適なものを用いる。次にその一例を示す。

a) サブレッサー方式の場合

メタンスルホン酸溶液(15 mmol/L):メタンスルホン酸 1 mL を水に溶かし,全量フラスコ 1000 mL に水で洗い移し,水を標線まで加える。

b) ノンサブレッサー方式の場合

硝酸溶液(1.6~5.0 mmol/L):硝酸溶液(0.1 mol/L)(硝酸 7.2 mL を水に溶かし,全量を 1000 mL にする)16~50 mL の一定量を水に溶かし,全量フラスコ 1000 mL に水で洗い移し,水を標線まで加える。

しゅう酸溶液(3.5 mmol/L):しゅう酸二水和物 442 mg を図りとり,少量の水で溶かして全量フラスコ 1000 mL に移し入れ,水を標線まで加える。

2) 再生液(除去液):サブレッサー方式のイオンクロマトグラフを用いた時に使用するが,サブレッサーの種類によって異なるので,装置に最適なものを用いる。次にその例を示す。

a) 電氣的に再生する場合

水を電解して再生液とする。

溶離液:検出器を通過した溶離液を電気透析形サブレッサーの再生液とする。

b) 化学的に再生する場合

水酸化テトラメチルアンモニウム(40 mmol/L)溶液:水酸化テトラメチルアンモニウム溶液(15%)24.2 mL を水に溶かし,全量を,水で 1000 mL とする。

3) アンモニウムイオン標準液(1000 mg/L):3.4.3.3)に同じ。

3.4.4.4 装置及び器具

測定装置については,イオンクロマトグラフ分析通則(JIS K 0127)で規定されている。装置には,サブレッサー方式とノンサブレッサー方式等があり,いずれを用いてもよい。装置は 3.5 排ガス中の硫黄酸化物分析方法を参照。カラムは陽イオン分析用カラムを用いる。

3.4.4.5 定量操作

1) 検量線の作成

数個の全量フラスコ 100 mL に、NH₄⁺標準液 (0.01 mg/mL) 1.0 ~ 25.0 mL をとる

水

全量を 100 mL とする

この溶液の一部をイオンクロマトグラフに注入する

アンモニウムイオンのクロマトグラムを得る

同様に吸収液（空試験液）中のアンモニウムイオンを測定する

アンモニウムイオン濃度 (mg/mL) と空試験値を補正したピーク面積又はピーク高さとの関係線を作成する

2) 定量操作

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する

アンモニウムイオンのクロマトグラムを得る

検量線から分析用試料溶液中のアンモニウムイオン濃度 a (mg/mL) を求める

吸収液(空試験液)中のアンモニウムイオンの濃度 b (mg/mL) を測定する

3.4.4.6 濃度の算出

次の式により、排ガス中のアンモニア濃度を算出する。

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

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

$$C_w = C_v \times 0.760$$

ここで、 C_w : 試料ガス中のアンモニアの質量濃度 (mg/m³)

C_v : 試料ガス中のアンモニアの体積百万分率 (ppm)

a : 分析用試料溶液中のアンモニウムイオン濃度 (mg/mL)

b : 吸収液（空試験液）中のアンモニウムイオン濃度 (mg/mL)

v : 分析用試料溶液の液量 (100 mL 又は 250 mL)

V_s : 標準状態の試料ガス採取量 (L)

3.5 排ガス中の硫酸化物分析方法（JIS K 0103）2011年

3.5.1 分析方法の種類及び概要

排ガス中の硫酸化物を測定するための分析方法，概要及び定量範囲を表 3.5.1 に示す。

表 3.5.1 分析方法の種類，概要及び定量範囲

分析方法の種類	概要	定量範囲
イオンクロマトグラフ法	試料ガス中の硫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，硫酸イオンのクロマトグラムを得る。硫酸イオンの濃度から，試料ガス中の硫酸化物濃度を算出する。	吸収瓶：100 mL 1.4 ~ 160 mg/m ³ (0.5~58 ppm) 吸収瓶：250 mL 34 ~ 830 mg/m ³ (12~290 ppm)
沈殿滴定法（アルセナゾ法）	試料ガス中の硫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，アルセナゾを指示薬として酢酸バリウム溶液で滴定する。この硫酸イオンの濃度から，試料ガス中の硫酸化物濃度を算出する。	吸収瓶：250 mL 400 ~ 2000 mg/m ³ (140~700 ppm)

* 定量範囲の（ ）内は体積分率

3.5.2 試料ガス採取方法

3.5.2.1 試料ガスの採取

試料ガスの採取は，JIS K 0095（試料ガス採取方法）に準じて行う。又は，分析方法ごとに定められた方法による。第2編第4章を参考にするとよい。

- 1) イオンクロマトグラフ法：吸収瓶（100 mL 又は 250 mL）を2個連結し，3) の吸収液を用いる。
- 2) アルセナゾ法：吸収瓶（250 mL）を2個連結し，3) の吸収液を用いる。
- 3) 吸収液：

過酸化水素水(1+9) 水 900 mL に過酸化水素 100 mL を加える。冷暗所に保存する。

過酸化水素水(1+99) 水 990 mL に過酸化水素 10 mL を加える。冷暗所に保存する。

3.5.2.2 分析用試料溶液の調製

- 1) 試料ガスの採取終了後，吸収瓶内の内容液をビーカーに移し，吸収瓶内を水で洗浄する。
- 2) 100 mL の吸収瓶を用いた時は，全量フラスコ 100 mL に 1) の内容液を入れ，水

で 100 mL とする。

- 3) 250 mL の吸収瓶を用いた時は、全量フラスコ 250 mL に 1) の内容液を入れ、水で 250 mL とする。

注 アルセナゾ 法の内容液をイオンクロマトグラフ法で測定する場合には、内容液を 10 倍に希釈して用いる。

3.5.3 イオンクロマトグラフ法による分析

3.5.3.1 適用条件

試料ガス中に硫化水素などの高濃度の還元性ガス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。排ガス中の硫黄酸化物濃度が低い場合に適用する。また、濃度が高い場合には、希釈して測定する。

3.5.3.2 使用する試薬

使用するイオンクロマトグラフ(サプレッサー方式、ノンサプレッサー方式等)によって使用する試薬が異なるので、装置に合った試薬を準備する。

3.5.3.3 試薬溶液の調製

- 1) 硫酸イオン標準液(1000 mg/L): 国家標準に規定するトレーサビリティが確立された硫酸イオン標準液。又は、硫酸カリウムをあらかじめ約 700 °C で約 30 分間加熱し、デシケータ中で放冷する。その 1.479 g をとり、少量の水に溶かして全量フラスコ 1000 mL に移し入れ、水を標線まで加える。これを適宜希釈して使用する。これらの標準液を用いて検量線用の標準液を調製する。
- 2) 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用いる。次にその一例を示す。
 - a) サプレッサー方式の場合
炭酸水素塩 炭酸塩溶液。
 - b) ノンサプレッサー方式の場合
グルコン酸塩-四ほう酸塩-ほう酸溶液。
p-ヒドロ安息香酸-2- {ビス(2-ヒドロキシエチル)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-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。
- 3) 再生液(除去液): 装置及びサプレッサー方式の種類に最適なものを用いる。次にその例を示す。
 - a) 電氣的に再生する場合
水を電解して再生液とする。
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ーの再生液とする。
 - b) 化学的に再生する場合
硫酸(12.5 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。) 12.5 mL を水で 1 L とする。
陽イオン交換樹脂。

3.5.3.4 装置及び器具

測定装置については、イオンクロマトグラフ分析通則（JIS K 0127）で規定されている。装置には、サプレッサー方式とノンサプレッサー方式等があり、いずれを用いてもよい。装置の例を写真 3.5.1 に示す。



写真 3.5.1 イオンクロマトグラフ分析装置の例

装置には、一般的に試料計量管（サンプルループ）、プレカラム、分離カラム、（サプレッサー）、電気伝導度検出器が内蔵されており、試料導入器で分析用試料溶液の一定量を装置内に注入する。

3.5.3.5 定量操作

1) 検量線の作成

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 をとる
水
全量を 100 mL とする

この溶液の一部をイオンクロマトグラフに注入する

硫酸イオンのクロマトグラムを得る

同様に吸収液（空試験液）中の硫酸イオンの濃度を求める

硫酸イオン濃度（mg/mL）と空試験値を補正した
硫酸イオンのピーク面積又はピーク高さとの関係線を作成する

2) 定量操作

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する

硫酸イオンのクロマトグラムを得る

検量線から分析用試料溶液の硫酸イオン濃度 a(mg/mL)を求める

吸収液（空試験液）中の硫酸イオンの濃度 b(mg/mL)を求める

3.5.3.6 濃度の算出

次の式により，試料ガス中の硫酸化物濃度を算出する。

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

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

$$C_w = C_v \times 2.86$$

ここで，
 C_w ：試料ガス中の硫酸化物の質量濃度（mg/m³）
 C_v ：試料ガス中の硫酸化物の体積百万分率（ppm）
 a ：分析用試料溶液中の硫酸イオン濃度（mg/mL）
 b ：吸収液（空試験液）中の硫酸イオン濃度（mg/mL）
 v ：分析用試料溶液の液量（100 mL 又は 250 mL）
 V_s ：標準状態の試料ガス採取量（L）

3.5.4 沈殿滴定法(アルセナゾ 法)

3.5.4.1 適用条件

排ガス中の硫酸化物濃度が比較的高い場合に適用する。

3.5.4.2 使用する試薬

酢酸, 酢酸鉛三水和物, 酢酸バリウム, アルセナゾ, 2-プロパノール

3.5.4.3 試薬溶液の調製

- 1) アルセナゾ 溶液: アルセナゾ 0.2 g を水 100 mL に溶かした後, ろ過する。
褐色瓶に入れて保存する。1 か月は使用できる。
- 2) 5mmol/L 酢酸バリウム溶液: 酢酸バリウム 1.1 g と酢酸鉛()三水和物 0.4 g を水 200 mL に溶かし, 酢酸 3 mL と 2-プロパノールを加えて 1L とする。あらかじめファクターを求めた溶液を使用する。

3.5.4.4 装置及び器具

滴定で使用するマイクロビュレット及び三角フラスコの一例を写真 3.5.2 示す。



写真 3.5.2 ミクロビュレット及び三角フラスコの一例

3.5.4.5 定量操作

三角フラスコ 200 mL に分析用試料溶液 10 mL を入れる

2-プロパノール, 40 mL

酢酸 1 mL

アルセナゾ 溶液, 4~6 滴

5 mmol/L 酢酸バリウム溶液で滴定

終点(青色が1分間継続)(a mL)

同量の吸収液中の硫酸イオンの空試験値を測定する(b mL)

3.5.4.6 濃度の算出

次の式より，試料ガス中の硫黄酸化物の濃度を算出する。

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

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

$$C_w = C_v \times 2.86$$

ここで， C_w ：試料ガス中の硫黄酸化物の質量濃度（mg/m³）

C_v ：試料ガス中の硫黄酸化物の体積百万分率（ppm）

a ：分析用試料溶液 10 mL 中の 5 mmol/L 酢酸バリウム溶液の
滴定量 a （mL）

b ：吸収液（空試験液）10 mL 中の 5 mmol/L 酢酸バリウム溶液の
滴定量 b （mL）

10：分析用試料溶液の分取量（10 mL）

V_s ：標準状態の試料ガス採取量（L）

f ：5 mmol/L 酢酸バリウム溶液のファクター

3.5.4.7 注意

この廃液には，鉛及びヒ素が含まれているので取り扱いに注意する。

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

3.5.5.1 概要

試料ガス中の硫酸化物及び塩化水素を吸収液に吸収させて、イオンクロマトグラフに注入し、クロマトグラムを得る。硫酸イオン、塩化物イオンの濃度から、試料ガス中の硫酸化物、塩化水素の濃度を算出する。

3.5.5.2 適用条件

試料ガス中に硫化水素などの高濃度の還元性ガス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。

3.5.5.3 使用する試薬

使用するイオンクロマトグラフ（サプレッサー方式、ノンサプレッサー方式等）によって使用する試薬が異なるので、装置に合った試薬を準備する。

3.5.3のイオンクロマトグラフ法に準じる。

- 1) 硫酸イオン標準液：3.5.3.3 1)による。
- 2) 塩化物イオン標準液：国家標準に規定するトレーサビリティが確立された塩化物イオン標準液。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600℃で約1時間加熱し、デシケーター中で放冷する。NaCl 100%に対してその1.648gをとり、少量の水に溶かして全量フラスコ1000 mLに移し入れ、水を標線まで加える。これを適宜希釈して使用する。これらの標準液を用いて検量線用の標準液を調製する。

3.5.4.4 装置及び器具

3.5.3.4のイオンクロマトグラフの装置及び器具に準じる。

3.5.4.5 定量操作

3.5.3.5のイオンクロマトグラフの定量操作に準じるが、クロマトグラム上の硫酸イオン、塩化物イオンのピークから分析用試料溶液中の濃度を求める。

3.5.4.6 濃度の算出

- 1) 硫酸化物濃度

3.5.3.6の式から算出する。

- 2) 塩化水素濃度

次の式により、試料ガス中の塩化水素の濃度を算出する。

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

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

$$C_w = C_v \times 2.86$$

ここで、
 C_w ：試料ガス中の塩化水素の質量濃度（ mg/m^3 ）
 C_v ：試料ガス中の塩化水素の体積百万分率（ppm）
 a ：分析用試料溶液中の塩化物イオン濃度（ mg/mL ）
 b ：吸収液（空試験液）中の塩化物イオン濃度（ mg/mL ）
 v ：分析用試料溶液の液量（100 mL 又は 250 mL）
 V_s ：標準状態の試料ガス採取量（L）

3.6 排ガス中の窒素酸化物分析方法（JIS K 0104）2011年

3.6.1 分析方法の種類及び概要

排ガス中の窒素酸化物を測定するため分析方法,その概要及び定量範囲を表3.6.1に示す。

表 3.6.1 分析方法の種類,概要及び定量範囲

分析方法の種類	概要	定量範囲
亜鉛還元ナフチルエチレンジアミン吸光光度法（Zn-NEDA法）	試料ガス中の窒素酸化物をオゾンで酸化し,吸収液に吸収させて硝酸イオンとする。亜鉛粉末で亜硝酸イオンに還元した後,スルファニルアミド及びナフチルエチレンジアミン二塩酸塩溶液を加えて発色させ,吸光度(545nm)を測定し,試料ガス中の窒素酸化物の濃度を算出する	真空フラスコ法： 2～100 mg/m ³ (1～5 ppm) 注射筒法： 10～510 mg/m ³ (5～250 ppm)
ナフチルエチレンジアミン吸光光度法（NEDA法）	試料ガス中の窒素酸化物をアルカリ性吸収液に吸収させて亜硝酸イオンとし,スルファニルアミド及びナフチルエチレンジアミン二塩酸塩溶液を加えて発色させ,吸光度(545nm)を測定し,試料ガス中の窒素酸化物の濃度を算出する。	真空フラスコ法： 5～1000 mg/m ³ (3～500 ppm) 注射筒法： 13～2500 mg/m ³ (7～1200 ppm)
イオンクロマトグラフ法（IC法）	試料ガス中の窒素酸化物をオゾン又は酸素で酸化し,吸収液に吸収させて硝酸イオンとした後,イオンクロマトグラフに注入し,硝酸イオンのクロマトグラムを得る。硝酸イオンの濃度から,試料ガス中の窒素酸化物の濃度を算出する。	真空フラスコ法： 8～2800 mg/m ³ (4～1400 ppm) 注射筒法： 39～14000 mg/m ³ (19～7200 ppm)
フェノールジスルホン酸吸光光度法（PDS法）	試料ガス中の窒素酸化物をオゾン又は酸素で酸化し,吸収液に吸収させて硝酸イオンとし,フェノールジスルホン酸溶液を加えて発色させ吸光度(400nm)を測定し,試料ガス中の窒素酸化物の濃度を算出する。	真空フラスコ法： 20～620 mg/m ³ (10～300 ppm) 注射筒法： 24～8400 mg/m ³ (12～4200 ppm)
ザルツマン吸光光度法（ザルツマン法）	試料ガス中の二酸化窒素を吸収発色液に通して発色させ,吸光度(545nm)を測定し,試料ガス中の二酸化窒素の濃度を算出する。	10～400 mg/m ³ (5～200 ppm)

* 定量範囲の()内は体積分率

3.6.2 試料ガス採取方法

3.6.2.1 試料ガスの採取

試料ガスの採取は、JIS K 0095(試料ガス採取方法)に準じて行う。又は、分析方法ごとに定められた方法による。第2編第4章を参考にするとよい。

- 1) 真空フラスコ法：Zn-NEDA法，NEDA法，IC法(同時分析法)，PDS法に適用する。
- 2) 注射筒法：Zn-NEDA法，NEDA法，IC法(同時分析法)，PDS法に適用する。
- 3) 吸収瓶法：ザルツマン法に適用する。

3.6.2.2 吸収液

1) Zn-NEDA法の場合

硫酸(5 mmol/L)：全量フラスコ 1000 mL に約水 800 mL を入れ，硫酸(1+17)5 mL を加え，水を標線まで加える。

2) NEDA法の場合

アルカリ性過酸化水素-ギ酸ナトリウム溶液：水酸化ナトリウム 48 g，炭酸ナトリウム 40 g，ギ酸ナトリウム 5mg を水約 800 mL に溶かし，過酸化水素(30%) 20 mL を加えた後，全量フラスコ 1000 mL に入れ，水を標線まで加える。

3) IC法の場合

硫酸(5 mmol/L) 過酸化水素水(1+99)：全量フラスコ 1000 mL に約水 800 mL を入れ，硫酸(1+17)5 mL 及び過酸化水素(30%) 10 mL を加えた後，水を標線まで加える。

4) PDS法の場合

硫酸(0.05 mol/L) 過酸化水素水(1+99)：全量フラスコ 1000 mL に約水 800 mL を入れ，硫酸(1+17)50 mL 及び過酸化水素(30%) 10 mL を加えた後，水を標線まで加える。

3.6.2.3 分析用試料溶液の調製

1) Zn-NEDA法の場合

オゾン発生装置から発生したオゾンを含む酸素 100 mL を注射筒にとり，試料ガスの入った真空フラスコに入れて弁を閉じる。真空フラスコを1分間振り混ぜ，約5分間放置する。これを分析用試料溶液とする。

2) NEDA法の場合

吸収液 50 mL と 0.1 g/L 硫酸銅() 溶液 5 mL を注射筒にとり，真空フラスコに入れる。注射筒を外し，直ちに真空フラスコを激しく3分間振り混ぜるか，1分間激しく振った後，振とう器で2分間振る。真空フラスコの内容液を 100 mL の全量フラスコに移し，フラスコ内の洗浄液も加える。全量フラスコを 80 °C の水浴中で 30 分間静置し，流水で冷やした後，水を標線まで加える。

3) IC法の場合

オゾンで酸化する場合

オゾン発生装置から発生したオゾンを含む酸素 100 mL を注射筒にとり、試料ガスの入った真空フラスコに入れて弁を閉じる。真空フラスコを1分間振り混ぜ、約5分間放置する。真空フラスコの内容液を100 mLの全量フラスコに移し、フラスコ内の洗浄液も加えた後、水を標線まで加える。

酸素で酸化する場合

と同様に操作する。但し、オゾンを含む酸素の代わりに酸素を150 mL用い、放置時間を2時間とする。

残存酸素で酸化する場合

試料ガスの入った真空フラスコをそのまま16時間以上放置した後、1分間振り混ぜ、約5分間放置する。真空フラスコの内容液を100 mLの全量フラスコに移し、フラスコ内の洗浄液も加えた後、水を標線まで加える。

4) PDS法の場合

オゾンで酸化する場合

Zn-NEDA法の場合と同様に操作する。

酸素で酸化する場合

と同様に操作する。但し、オゾンを含む酸素の代わりに酸素を150 mL用い、放置時間を2時間とする。

残存酸素で酸化する場合

試料ガスの入った真空フラスコをそのまま16時間以上放置した後、1分間振り混ぜ、約5分間放置する。

5) ザルツマン法の場合

吸収発色液 25 mL を吸収瓶に入れ、試料ガス 100 mL を注射筒を用いて吸引する。この吸収瓶に窒素 200 mL の入った注射筒を接続し、吸収瓶の空間に残存する一酸化窒素を追い出す。この溶液を分析用試料溶液とする。

3.6.3 亜鉛還元ナフチルエチレンジアミン吸光光度法 (Zn-NEDA法)

3.6.3.1 適用条件

試料ガス中の一酸化窒素と二酸化窒素の測定に適用できる。真空フラスコ法と注射筒法がある。排ガス中の窒素酸化物濃度が低い場合に適用する。また、濃度が高い場合には、希釈して測定する。

3.6.3.2 使用する試薬

塩酸、酢酸、水酸化ナトリウム、酢酸ナトリウム三水和物、スルファニルアミド、N-1-ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩、硝酸カリウム、硝酸イオン標準液(1000 mg/L)、亜鉛粉末、ろ紙

3.6.3.3 試薬溶液の調製

- 1) 塩酸(1+1)
- 2) 水酸化ナトリウム(100 g/L)
- 3) スルファニルアミド溶液: スルファニルアミド 3.33 g をビーカーにとり, 塩酸(1+1)10 mL と水 50 mL を加えて溶かす。別に酢酸ナトリウム三水和物 250 g を水 400 mL に溶かした溶液を加える。さらに, 酢酸又は水酸化ナトリウム(100 g/L) を加えて, pH7±0.1 に調節した後, 水を加えて 1000 mL とする。
- 4) *N*-1-ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩溶液(1g/L): *N*-1-ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩 0.1 g を水 100 mL に溶かす。
- 5) 窒素酸化物標準液(NO₂:1 μL/mL): 乾燥した硝酸カリウム 0.451 g をとり, 水に溶かして全量フラスコ 1000 mL に移し入れ, 水を標線まで加える。これを 100 倍に希釈する。

国家標準に規定するトレーサビリティが確保された硝酸イオン標準液(1000 mg/L)を希釈して用いてもよい。

3.6.3.4 定量操作

1) 検量線の作成

数個の全量フラスコ 100 mL に窒素酸化物標準液(NO₂:1 μL/mL)

1~50 mL をとり, 吸収液 20 mL を加える

スルファニルアミド溶液, 15 mL, 混合

亜鉛粉末 0.5 g

水

100 mL, 1 分間振り混ぜる

る過, 最初の 20 mL は捨てる

全量フラスコ 25 mL にろ液 20 mL をとる

塩酸(1+1), 3 mL

N-1-ナフチルエチレンジアミン溶液, 1 mL

水

全量 25 mL, 振り混ぜ, 15~30 °C で 15 分間放置

空試験液を対照液にして, 吸光度(545 nm)を測定

窒素酸化物の体積(μL)と吸光度との関係線を作成する

2) 定量操作

全量フラスコ 100 mL に分析用試料溶液を入れる

スルファニルアミド溶液, 15 mL, 混合

亜鉛粉末 0.5 g

水

100 mL, 1 分間振り混ぜる

ろ過, 最初の 20 mL は捨てる

全量フラスコ 25 mL にろ液 20 mL をとる

塩酸(1+1), 3 mL

N-1-ナフチルエチレンジアミン溶液, 1 mL

水

25 mL, 振り混ぜ, 15 ~ 30 °C で 15 分間放置

空試験液を対照液にして, 吸光度(545 nm)を測定

検量線から分析用試料溶液中の窒素酸化物の体積(μL)を求める

3.6.3.5 濃度の算出

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。

$$C_w = \frac{2.05 \times V \times n}{V_s} \times 1000$$

$$C_v = \frac{V \times n}{V_s} \times 1000$$

$$C_w = C_v \times 2.05$$

ここで, 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)

C_v : 試料ガス中の窒素酸化物の体積百万分率 (ppm)

V : 検量線から求めた窒素酸化物の体積 (μL)

n : 液量補正(ろ液量が 20 mL の時は 1, 10 mL の時は 2, 5 mL の時は 4 とする)

v : 分析用試料溶液の液量 (100 mL 又は 250 mL)

V_s : 試料ガス採取量 (mL)

3.6.4 ナフチルエチレンジアミン吸光光度法(NEDA法)

3.6.4.1 適用条件

試料ガス中の一酸化窒素と二酸化窒素の測定に適用できる。真空フラスコ法と注射筒法がある。排ガス中の窒素酸化物濃度が低い場合に適用する。また、濃度が高い場合には、希釈して測定する。

3.6.4.2 使用する試薬

塩酸，水酸化ナトリウム，スルファニルアミド，*N*-1-ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩，亜硝酸カリウム，亜硝酸イオン標準液(1000 mg/L)

3.6.4.3 試薬溶液の調製

- 1) 塩酸(1+1)
- 2) 水酸化ナトリウム(100 g/L)
- 3) 塩酸酸性スルファニルアミド塩酸溶液(5 g/L): ピーカーに水 50 mL を入れ，スルファニルアミド 1.0 g を溶かし，200 mL の全量フラスコに移し入れ，塩酸 112 mL を加えた後，水を標線まで加える。
- 4) *N*-1-ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩溶液(1 g/L): *N*-1-ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩 0.1 g を水 100 mL に溶かす。
- 5) 亜硝酸イオン標準液(NO_2^- :250 mg/L): 亜硝酸ナトリウム 0.375 g と水酸化ナトリウム 0.2 g を水に溶かして全量フラスコ 1000 mL に入れ，水を標線まで加える。これを適宜希釈して使用する。使用時に調製する。

国家標準に規定するトレーサビリティが確保された亜硝酸イオン標準液(1000 mg/L)を希釈して用いてもよい。

3.6.4.4 定量操作

1) 検量線の作成

数個の全量フラスコ 100 mL に亜硝酸イオン標準液
(NO_2^- :20 mg/L 又は 100 mg/L) 1~5 mL をとる

真空フラスコに吸収液 50 mL と硫酸銅溶液 5 mL

真空フラスコを 3 分間振る

真空フラスコの内用液を全量フラスコ 100 mL に移す

真空フラスコ内を水で洗浄し，上の 100 mL に入れる

全量フラスコの栓を開いて 80 °C の水浴中で 30 分間静置

水浴から取り出し，室温まで冷やし，水を標線(100 mL)まで加える

別の全量フラスコ 100 mL に上の検量線用溶液 20 mL (v) を入れる

スルファニルアミド塩酸塩溶液，10 mL

N-1-ナフチルエチレンジアミン溶液，5 mL

水

全量 100 mL, 振り混ぜる

15 ~ 30 °C, 15 分間放置

空試験液を対照液にして, 吸光度(545 nm)を測定

二酸化窒素の質量(mg)と吸光度との関係線を作成する

2) 定量操作

全量フラスコ 100 mL に分析用試料溶液 20 mL (v) を入れる

スルファニルアミド塩酸塩溶液, 10 mL

N-1-ナフチルエチレンジアミン溶液, 5 mL

水

全量 100 mL, 振り混ぜる

15 ~ 30 °C, 15 分間放置

空試験液を対照液にして, 吸光度(545 nm)を測定

検量線から分析用試料溶液中の二酸化窒素の質量 (mg) を求める

3.6.4.5 濃度の算出

次の式によって, 試料ガス中の窒素酸化物の濃度を求める。

$$C_w = \frac{V}{V_s} \times \frac{100}{v} \times 10^6$$

$$C_v = \frac{0.487 \times V}{V_s} \times \frac{100}{v} \times 10^6$$

$$C_w = C_v \times 2.05$$

ここで, 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)

C_v : 試料ガス中の窒素酸化物の体積百万分率 (ppm)

V : 検量線から求めた二酸化窒素の質量 (mg)

v : 分析用試料溶液の採取量 (20 mL)

V_s : 試料ガス採取量 (mL)

3.6.5 イオンクロマトグラフ法(IC法)

3.6.5.1 適用条件

試料ガス中の一酸化窒素と二酸化窒素の測定に適用できる。真空フラスコ法と注射筒法がある。排ガス中の窒素酸化物濃度が低い場合に適用する。また、濃度が高い場合には、希釈して測定する。

3.6.5.2 使用する試薬

硝酸カリウム，亜硝酸ナトリウム，硝酸イオン標準液，亜硝酸イオン標準液，その他，使用するイオンクロマトグラフ(サブレッサー方式，ノンサブレッサー方式等)によって使用する試薬が異なるので，装置に合った試薬を準備する。

3.6.5.3 試薬溶液の調製

- 1) 硝酸イオン標準液(1000 mg/L): 国家標準に規定するトレーサビリティが確保された硝酸イオン標準液。又は，乾燥した硝酸カリウム 1.631 g を水に溶かし，全量フラスコ 1000 mL に移し入れ，水を標線まで加える。これを適宜希釈して使用する。これらの標準液を用いて検量線用の標準液を調製する。なお，イオンクロマトグラフ分析用陰イオン混合標準液を用いることもできる。
- 2) 亜硝酸イオン標準液(1000 mg/L): 国家標準に規定するトレーサビリティが確保された亜硝酸イオン標準液。又は，亜硝酸ナトリウム 1.500 g を水に溶かし，全量フラスコ 1000 mL に移し入れ，水を標線まで加える。これを適宜希釈して検量線用の標準液を調製する。
- 3) 溶離液: 分析装置の方式及び分離カラムの種類によって異なるので，メーカーが推奨する方法によって調製する。
- 4) 再生液: サブレッサー方式のイオンクロマトグラフを用いた時に使用するが，サブレッサーの種類によって異なるので，メーカーが推奨する方法によって調製する。

3.6.5.4 装置及び器具

測定装置については，イオンクロマトグラフ分析通則(JIS K 0127)で規定されている。装置には，サブレッサー方式とノンサブレッサー方式等があり，いずれを用いてもよい。装置の一例は 3.5 排ガス中の硫黄酸化物分析方法を参照する。

3.6.5.5 定量操作

- 1) 検量線の作成

数個の全量フラスコ 100 mL に，NO₃⁻ 標準液 (0.1 mg/mL) 0.1 ~ 40 mL をとる
水

全量を 100 mL とする

この溶液の一部をイオンクロマトグラフに注入する

硝酸イオンのクロマトグラムを得る

同様に空試験液中の硝酸イオンを測定する

硝酸イオン濃度 (mg/mL) と空試験値を補正した硝酸イオンのピーク面積又はピーク高さとの関係線を作成する

なお、分析用試料溶液中に亜硝酸イオンが存在する場合は、亜硝酸イオンの検量線も作成する。硝酸イオンと亜硝酸イオン混合標準液を用いることもできる。

2) 定量操作

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する

硝酸イオン及び亜硝酸イオンのクロマトグラムを得る

検量線から硝酸イオン (a_1) 及び亜硝酸イオン (a_2) 濃度を求める

空試験液中の硝酸イオン (b_1) 及び亜硝酸イオン (b_2) の濃度を測定する

3.6.5.6 濃度の算出

次の式から、試料ガス中の窒素酸化物の濃度を算出する。

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

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

$$C_w = C_v \times 2.05$$

ここで、 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/m^3)

C_v ：試料ガス中の窒素酸化物の体積百万分率 (ppm)

a_1 ：分析用試料溶液中の硝酸イオン濃度 (mg/mL)

b_1 ：吸収液 (空試験液) 中の硝酸イオン濃度 (mg/mL)

a_2 ：分析用試料溶液中の亜硝酸イオン濃度 (mg/mL)

b_2 ：吸収液 (空試験液) 中の亜硝酸イオン濃度 (mg/mL)

V_s ：試料ガス採取量 (mL)

3.6.6 フェノールジスルホン酸吸光光度法(PDS法)

3.6.6.1 適用条件

試料ガス中の一酸化窒素と二酸化窒素の測定に適用するが、試料ガス中に多量のハロゲン化合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。真空フラスコ法と注射筒法がある。排ガス中の窒素酸化物濃度が低い場合に適用する。また、濃度が高い場合には、希釈して測定する。

3.6.6.2 使用する試薬

硫酸、発煙硫酸、アンモニア水、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、フェノール、硝酸イオン標準液(1000 mg/L)、ろ紙

3.6.6.3 試薬溶液の調製

- 1) 水酸化ナトリウム溶液(250 g/L)
- 2) 水酸化カリウム溶液(56 g/L)
- 3) フェノールジスルホン酸溶液：フェノール 25g を硫酸 150 mL の入ったビーカーに加え、水浴中で加熱して溶かし、冷却後、発煙硫酸 75 mL を注意して加え、水浴中で2時間加熱し、冷却後褐色瓶に入れて保存する。
- 4) 窒素酸化物標準液(NO_2 :10 $\mu\text{L}/\text{mL}$)：乾燥した硝酸カリウム 0.451 g をとり、水に溶かして 1000 mL とする。これを 10 倍に希釈する。

国家標準に規定するトレーサビリティが確保された硝酸イオン標準液(1000 mg/L)を希釈して用いてもよい。

3.6.6.4 定量操作

- 1) 検量線の作成

数個の蒸発皿に窒素酸化物標準液(NO_2 :10 $\mu\text{L}/\text{mL}$) 0~30 mL をとり、それぞれに吸収液 20 mL を加える

蒸発皿内の溶液に KOH 溶液を加え、蒸発乾固の前処理を行う

フェノールジスルホン酸溶液, 2 mL

水, 1 mL

硫酸, 4 滴

3 分間水浴上で加熱

水, 10 mL

アンモニア又は水酸化ナトリウム溶液

ろ過し、褐色の全量フラスコ(100 mL)に入れる

蒸発皿の洗浄液を加える

水

全量を 100 mL とする

空試験液を対照液として、吸光度(400 nm)を測定

窒素酸化物の体積(μL)と吸光度との関係線を作成する

2) 定量操作

蒸発皿に分析用試料溶液を移し入れ、前処理を行う

フェノールジスルホン酸溶液, 2 mL

水, 1 mL

硫酸, 4 滴

3 分間水浴上で加熱

水, 10 mL

アンモニア又は水酸化ナトリウム溶液

ろ過し、褐色の全量フラスコ(100 mL)に入れる

蒸発皿の洗浄液を加える

水

全量を 100 mL とする

空試験液を対照液として、吸光度(400 nm)を測定

検量線から分析用試料溶液中の窒素酸化物の体積(μL)を求める

3.6.6.5 濃度の算出

次の式から、試料ガス中の窒素酸化物の濃度を算出する。

$$C_w = \frac{2.05 \times V \times n}{V_s} \times 1000$$

$$C_v = \frac{V \times n}{V_s} \times 1000$$

$$C_w = C_v \times 2.05$$

ここで、 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)

C_v ：試料ガス中の窒素酸化物の体積百万分率 (ppm)

V ：検量線から求めた窒素酸化物の体積 (μL)

n ：液量補正 (分析用試料溶液を全量用いた時は 1,
1/2 量用いた時は 2, 1/4 量用いた時は 4 とする)

V_s ：試料ガス採取量 (mL)

3.6.7 ザルツマン吸光光度法(ザルツマン法)

3.6.7.1 適用条件

試料ガス中の二酸化窒素の測定に適用するが、試料ガス中に多量の一酸化窒素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。吸収瓶を用いて採取する。

3.6.7.2 使用する試薬

亜硝酸ナトリウム，亜硝酸イオン標準液(1000 mg/L)

3.6.7.3 試薬溶液の調製

- 1) 二酸化窒素標準液(NO_2 :4 $\mu\text{L}/\text{mL}$): 乾燥した亜硝酸ナトリウム 0.259 g をとり、水に溶かして全量フラスコ 1000 mL に移し入れ、水を標線まで加える。これを 25 倍に希釈する。

国家標準に規定するトレーサビリティが確保された亜硝酸イオン標準液を用いてもよい。

3.6.7.4 定量操作

- 1) 検量線の作成

数個の全量フラスコ 25 mL に二酸化窒素標準液 (NO_2 :4 $\mu\text{L}/\text{mL}$) 0~5 mL とる

発色吸収液を標線まで加える

20 分間放置

吸収発色液を対照液として、吸光度(545 nm)を測定する

二酸化窒素の体積 (μL) と吸光度との関係線を作成する

- 2) 定量操作

試料採取後、分析用試料溶液を 20 分間放置

吸収発色液を対照液として、吸光度(545 nm)を測定する

検量線から分析用試料溶液中の二酸化窒素の体積 (μL) を求める

3.6.7.5 濃度の算出

次の式によって、試料ガス中の二酸化窒素の濃度を算出する。

$$C_w = \frac{2.05 \times V}{V_s} \times 1000$$

$$C_v = \frac{V}{V_s} \times 1000$$

$$C_w = C_v \times 2.05$$

ここで、
 C_w ：試料ガス中の二酸化窒素の質量濃度（ mg/m^3 ）
 C_v ：試料ガス中の二酸化窒素の体積百万分率（ppm）
 V ：検量線から求めた二酸化窒素の体積（ μL ）
 V_s ：試料ガス採取量（ mL ）

この方法では、ザルツマン係数を 0.84 とする。

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

3.6.8.1 概要

試料ガス中の窒素酸化物，硫黄酸化物，塩化水素を吸収液に吸収させて，イオンクロマトグラフに注入しクロマトグラムを得る。硝酸イオン，硫酸イオン，塩化物イオンの濃度から，試料ガス中の窒素酸化物，硫黄酸化物，塩化水素の濃度を算出する。亜硝酸イオンが存在する場合は，その濃度を測定して合算する。

3.6.8.2 適用条件

試料ガス中の窒素酸化物，硫黄酸化物，塩化水素の測定に適用できる。真空フラスコ法と注射筒法がある。

3.6.8.3 分析用試料溶液の調製

3.6.2.3 3)と同じ。

3.6.8.4 使用する試薬

使用するイオンクロマトグラフ(サプレッサー方式，ノンサプレッサー方式等)によって使用する試薬が異なるので，装置に合った試薬を準備する。

3.6.8.5 試薬溶液の調製

3.6.5.3のイオンクロマトグラフ法に準じる。これ以外の試薬溶液の調製を示す。

- 1) 硫酸イオン標準液(1000 mg/L): 硫黄酸化物の3.5.3.3 1)による。
- 2) 塩化物イオン標準液(1000 mg/L): 塩化水素の3.9.3.3 1)による。

3.6.8.6 装置及び器具

3.6.5.4のイオンクロマトグラフに準じる。

3.6.8.7 定量操作

3.6.5.5のイオンクロマトグラフ法に準じるが，クロマトグラム上の硝酸イオン，亜硝酸イオン，硫酸イオン，塩化物イオンのピーク面積又はピーク高さから分析用試料溶液中のそれぞれのイオン種の濃度を求める。

3.6.8.8 濃度の算出

- 1) 窒素酸化物濃度
3.6.5.6による。
- 2) 硫黄酸化物濃度

次の式により，試料ガス中の硫黄酸化物の濃度を算出する。

$$C_w = \frac{0.667 \times (a - b) \times 100}{V_s} \times 10^6$$

$$C_v = \frac{0.233 \times (a - b) \times 100}{V_s} \times 10^6$$

$$C_w = C_v \times 2.86$$

ここで、 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の
質量濃度（ mg/m^3 ）

C_v ：試料ガス中の硫黄酸化物の体積百万分率（ppm）

a ：分析用試料溶液中の硫酸イオン濃度（ mg/mL ）

b ：吸収液（空試験液）中の硫酸イオン濃度（ mg/mL ）

V_s ：標準状態の試料ガス採取量（ mL ）

3) 塩化水素濃度

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。

$$C_w = \frac{1.03 \times (a - b) \times 100}{V_s} \times 10^6$$

$$C_v = \frac{0.632 \times (a - b) \times 100}{V_s} \times 10^6$$

$$C_w = C_v \times 1.63$$

ここで、 C_w ：試料ガス中の塩化水素の質量濃度（ mg/m^3 ）

C_v ：試料ガス中の塩化水素の体積百万分率（ppm）

a ：分析用試料溶液中の塩化物イオン濃度（ mg/mL ）

b ：吸収液（空試験液）中の塩化物イオン濃度（ mg/mL ）

V_s ：標準状態の試料ガス採取量（ mL ）

3.7 排ガス中のふっ素化合物分析方法（JIS K 0105） 2012年

3.7.1 分析方法の種類及び概要

排ガス中のふっ素化合物を測定するための分析方法、概要及び定量範囲を表3.7.1に示す。

表 3.7.1 分析方法の種類，概要及び定量範囲

分析方法の種類	概要	定量範囲
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（620 nm）を測定し，試料ガス中のふっ素化合物の濃度を算出する。	1.0 ~ 13.2 mg/m ³ (1.2~14.8 ppm)
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電位を測定し，試料ガス中のふっ素化合物の濃度を算出する。	6.6 ~ 658 mg/m ³ (7.4~737 ppm)
イオンクロマトグラフ法	試料ガス中のふっ素化合物を吸収液に吸収させた後，吸収液の一定量に陽イオン交換樹脂を加え，空気を通気して前処理を行う。この液をイオンクロマトグラフに注入し，ふっ化物イオンのクロマトグラムを得る。ふっ化物イオンの濃度から，試料ガス中のふっ素化合物の濃度を算出する。	{ 吸収瓶 100 mL } 0.3 ~ 13.2 mg/m ³ (0.3~14.8 ppm) { 吸収瓶 250 mL } 2.7 ~ 132 mg/m ³ (3.0~148 ppm)

* 定量範囲の（ ）内は体積分率

3.7.2 試料ガス採取方法

3.7.2.1 試料ガスの採取

試料ガスの採取は，JIS K 0095（試料ガス採取方法）に準じて行う。又は，分析方法ごとに定められた方法による。第2編第4章を参考にするとよい。

- 1) ランタン・アリザリンコンプレキソン吸光光度法及びイオン電極法の場合：吸収瓶（250 mL）2個連結し，3)の吸収液を用いる。
- 2) イオンクロマトグラフ法の場合：吸収瓶（100 mL 又は 250 mL）2個連結し，3)の吸収液を用いる。
- 3) 吸収液：水酸化ナトリウム溶液（0.1 mol/L）。

3.7.2.2 分析用試料溶液の調製

1) ランタン・アリザリンコンプレキソン吸光光度法の場合

妨害イオンが共存しない場合

- a) 試料ガスの採取終了後, 吸収瓶内の吸収液をビーカーに移し, 水で吸収瓶内を洗浄し, ビーカーに移し入れる。
- b) 全量フラスコ 250 mL にビーカーの内溶液を水で洗い移す。
- c) フェノールフタレイン溶液(5 g/L) 1 滴を加え, 液の色が無色になるまで塩酸(0.1 mol/L)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 250 mL に吸収液 100 mL をとり, a)~b)に準じて操作し, 分析用空試験溶液を調製する。

妨害イオンが共存する場合

- a) a)の分析用試料溶液の全量を磁器蒸発皿にとり, 前処理操作を行う。
- b) 濃縮した液の水蒸気蒸留操作を行い, 全量フラスコ 250 mL にふっ化物イオンを蒸留分離した後, 全量を 250 mL とする。これを分析用試料溶液とする。なお, ふっ化物イオンの水蒸気蒸留分離操作は, JIS K 0102 の 34.1(3)を参照。
- c) d)の分析用空試験溶液 250 mL をとり, 同様に水蒸気蒸留操作を行って, 分析用空試験溶液を調製する。

2) イオン電極法の場合

妨害イオンが共存しない場合

- a) 試料ガスの採取終了後, 吸収瓶内の吸収液をビーカーに移し, 水で吸収瓶内を洗浄し, ビーカーに移し入れる。
- b) 塩酸(0.1mol/L)を滴加して, pH を 5.0~6.0 に調節する。
- c) 全量フラスコ 250 mL にビーカーの内溶液を移し入れ, 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 に吸収液 100 mL をとり, a)~b)に準じて操作し, 分析用空試験溶液を調製する。

妨害イオンが共存する場合

- a) a)の分析用試料溶液の全量を磁器蒸発皿にとり, 前処理操作を行う。
- b) 濃縮液の水蒸気蒸留操作を行い, 全量フラスコ 250 mL にふっ化物イオンを蒸留分離した後, 全量を 250mL とする。
- c) d)の分析用空試験溶液 250 mL をとり, 同様に水蒸気蒸留操作を行って, 分析用空試験溶液を調製する。

3) イオンクロマトグラフ法の場合

妨害イオンが共存しない場合

- a) 試料ガスの採取終了後，吸収瓶内の吸収液をビーカーに移し，水で吸収瓶内を洗浄し，ビーカーに移し入れる。
 - b) 吸収瓶(容量 100 mL)を用いた場合は，全量フラスコ 100 mL に，吸収瓶(容量 250 mL)を用いた場合は，全量フラスコ 250 mL に，ビーカーの内溶液を移し入れ，水を標線まで加える。
 - c) b)の溶液の一定量を(10 mL)をガス洗浄瓶 50 mL に入れ，この中に強酸性陽イオン交換樹脂 1 g を加え，二酸化炭素を除いた空気又は窒素を 10 分間通気する。これを分析用試料溶液とする。
 - d) 吸収液 10 mL をとり，c)の操作を行い，分析用空試験溶液を調製する。
- 妨害イオンが共存する場合
- a) 3)の a)~ b)の操作を行った溶液の 100 mL について，3.7.2.2 1) の操作を行い，これを分析用試料溶液とする。
 - b) 3)の c)の操作を行った溶液の 100 mL について，3.7.2.2 1) の操作を行い，これを分析用空試験溶液とする。

3.7.3 ランタン・アリザリンコンプレキソン吸光光度法

3.7.3.1 適用条件

この方法は、試料ガス中に微量のアルミニウム(),鉄(),銅(),亜鉛()などの重金属イオン及びりん酸イオンなどが共存すると影響を受けるので、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。

3.7.3.2 使用する試薬

塩酸、酢酸、アンモニア水、ふっ化ナトリウム、酸化ランタン、酢酸ナトリウム三水和物、酢酸アンモニウム、アセトン、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)、ふっ化物イオン標準液(1000 mg/L)

3.7.3.3 試薬溶液の調製

- 1) 塩酸(1+5)
- 2) 酢酸ナトリウム溶液：酢酸ナトリウム三水和物 41 g を水 100 mL に溶かし、酢酸 24 mL を加える。
- 3) 酢酸アンモニウム溶液(200 g/L)：酢酸アンモニウム 20 g を水 100 mL に溶かす。
- 4) ランタン溶液：酸化ランタン 0.163 g に塩酸(1+5)10 mL を加え、加熱溶解したもの。
- 5) ランタン・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) 0.192 g をアンモニア水(1+10) 4 mL と酢酸アンモニウム溶液 4 mL に溶かす。この溶液を酢酸ナトリウム溶液 100 mL にかき混ぜながら加える。この溶液にアセトン 400 mL をかき混ぜながら徐々に加え、さらにランタン溶液 10 mL を加えて混ぜる。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 1000 mL に水で洗い移し、水を標線まで加える。

参考：ランタン・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 2.5 g を水に溶かして 50 mL とした溶液を用いてもよい。使用時に調製する。

- 6) ふっ化物イオン標準液(1000 mg/L)：国家標準に規定するトレーサビリティが確立されたふっ化物イオン標準液。又は、ふっ化ナトリウムを白金皿にとり 500~550 °C で 40~50 分間加熱し、デシケーター中で放冷する。その 2.21 g をとり、水にとかず。全量フラスコ 1000 mL 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。これらの標準液を適宜希釈して、検量線用の標準液を調製する。

3.7.3.4 装置及び器具

分光光度計又は光電光度計を用いる。(写真 3.4.1 及び写真 3.4.2 参照)

3.7.3.5 定量操作

1) 検量線の作成

数個の全量フラスコ 50 mL にふっ化物イオン標準液 (2 μg/mL) 2 ~ 25 mL をとる

ランタン - アリザリンコンプレキソン溶液, 20 mL
水

全量 50 mL, 1 時間放置

空試験液を対照液として, 吸光度 (620 nm) を測定

ふっ化物イオンの質量 (mg) と吸光度との関係線を作成する

2) 定量操作

3.7.2.2 1) の分析用試料溶液の一定量 (30 mL 以下) を全量フラスコ 50 mL に入れる

ランタン - アリザリンコンプレキソン溶液, 20 mL
水

全量 50 mL とし, 1 時間放置

空試験液を対照液として, 吸光度 (620 nm) を測定

検量線からふっ化物イオンの質量 A (mg) を求める

3.7.3.6 濃度の算出

次の式から, 試料ガス中のふっ化水素の濃度を算出する。

$$C_w = \frac{1.053 \times A \times \frac{250}{v}}{V_s} \times 1000$$

$$C_v = \frac{1.179 \times A \times \frac{250}{v}}{V_s} \times 1000$$

$$C_w = C_v \times 0.893$$

ここで, C_w : 試料ガス中のふっ化水素の質量濃度 (mg/m³)

C_v : 試料ガス中のふっ化水素の体積百万分率 (ppm)

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 : 標準状態の試料ガス採取量 (L)

3.7.4 イオン電極法

3.7.4.1 適用条件

この方法は、試料ガス中にアルミニウム(), 鉄()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種類のイオン強度調整用緩衝液を加えたときの電位差が3 mV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。

3.7.4.2 使用する試薬

塩酸，酢酸，水酸化ナトリウム，塩化ナトリウム，塩化カリウム，硝酸カリウム，くえん酸三ナトリウム，ふっ化物イオン標準液(1000 mg/L)。

3.7.4.3 試薬溶液の調製

- 1) 塩酸(0.1 mol/L): 塩酸 8.3 mL をとり、水を加えて1 L とする。
- 2) 塩化カリウム溶液(飽和): 塩化カリウムで約 3.3 mol/L の飽和溶液を調製する。
- 3) 硝酸カリウム溶液(1 mol/L): 硝酸カリウム 10 g を水に溶かし、100 mL とする(参照電極の外筒内部液)。
- 4) 水酸化ナトリウム溶液(0.1 mol/L): 水酸化ナトリウム 4.0 g をとり、水に溶かして1 L とする。
- 5) 水酸化ナトリウム溶液(5 mol/L): 水酸化ナトリウム 200 g をとり、水に溶かして1 L とする。
- 6) イオン強度調整用緩衝液()(pH5.2): 塩化ナトリウム 58 g, くえん酸三ナトリウム 1.2 g 及び酢酸 50 mL を水約 500 mL に溶かし、これに水酸化ナトリウム溶液(5 mol/L)を静かに加えて pH5.2 に調節した後、水を加えて1 L とする。
- 7) イオン強度調整用緩衝液()(pH5.2): 塩化ナトリウム 58 g, くえん酸三ナトリウム 11.4 g 及び酢酸 50 mL を水約 500 mL に溶かし、これに水酸化ナトリウム溶液(5 mol/L)を静かに加えて pH5.2 に調節した後、水を加えて1 L とする。
- 8) ふっ化物イオン標準液(1000 mg/L): 3.7.3.3 6)による。適宜希釈して検量線の作成に用いる。

3.7.4.4 装置及び器具

- 1) 電位差計: 最小メモリ 1 mV の高入力抵抗電位差計, 又はイオンメーター
- 2) ふっ化物イオン電極
- 3) 参照電極
- 4) マグネチックスターラー



写真 3.7.1 イオン電極装置（イオンメーター）

3.7.4.5 定量操作

1) 検量線の作成

ビーカー200 mL にふっ化物イオン標準溶液 (0.001 mg/mL) 50 mL を入れる
(低濃度のふっ化物イオン濃度から測定する)

イオン強度調整用緩衝液 (), 40mL
水, 10 mL

ふっ化物イオン電極と参照電極を浸し, 電位を測定する

同様に次のふっ化物イオン標準溶液 (0.01 ~ 0.1 mg/mL) の電位を測定する

片対数方眼紙にふっ化物イオン濃度 (mg/mL) と電位 (mV) の関係線を作成する

2) 定量操作

ビーカー300 mL(A), (B)に 3.7.2.2 2)の分析用試料溶液 50 mLを入れる

ふっ化物イオン標準液(0.01 mg/L), 10mL

(ビーカー-A)

イオン強度調整用緩衝液

() 40 mL

(ビーカー-B)

イオン強度調整用緩衝液

() 40 mL

ふっ化物イオン電極と参照電極を浸し, (A)及び(B)の電位を読みとる

(A)と(B)の電位の差が 3mV 以内であれば

検量線から(B)の溶液のふっ化物イオン濃度 a (mg/mL) を求める

分析用空試験液について上記の操作を行い, ふっ化物イオン濃度 b (mg/mL) を求める

(A)と(B)の電位の差が 3 mV 以上であれば, 3.7.2.2 2) の操作を行い,

検量線から(B)の溶液のふっ化物イオン濃度 a (mg/mL) を求める

3.7.4.6 濃度の算出

次の式により, 試料ガス中のふっ化水素濃度を算出する。

1) 蒸留を行わなかった場合

$$C_w = \frac{1.053 \times (a - b) \times 250}{V_s} \times 1000$$

$$C_v = \frac{1.179 \times (a - b) \times 250}{V_s} \times 1000$$

2) 蒸留を行なった場合

$$C_w = \frac{1.053 \times (a - b) \times 250 \times \frac{250}{100}}{V_s} \times 1000$$

$$C_v = \frac{1.179 \times (a - b) \times 250 \times \frac{250}{100}}{V_s} \times 1000$$

$$C_w = C_v \times 0.893$$

ここで、 C_w ：試料ガス中のふっ化水素の質量濃度（ mg/m^3 ）
 C_v ：試料ガス中のふっ化水素の体積百万分率（ppm）
 a ：分析用試料溶液中のふっ化物イオンの濃度（ mg/mL ）
 b ：空試験液中のふっ化物イオンの濃度（ mg/mL ）
 V_s ：標準状態の試料ガス採取量（L）

3.7.5 イオンクロマトグラフ法

3.7.5.1 適用条件

この方法は、試料ガス中にアルミニウム()が共存すると影響を受けるので、水蒸気蒸留によってふっ化物イオンを分離した後、定量するか、又はその濃度を確認してから定量する。

3.7.5.2 使用する試薬

使用するイオンクロマトグラフ(サプレッサー方式、ノンサプレッサー方式等)によって使用する試薬が異なるので、装置の方式にあった試薬を準備する。

3.5.3.4を参照。

3.7.5.3 試薬溶液の調製

- 1) ふっ化物イオン標準液(1000 mg/L): 3.7.3.3 6)による。適宜希釈して検量線の作成に用いる。
- 2) 溶離液: 分析装置の方式及び分離カラムの種類によって異なるので、メーカーが推奨する方法によって調製する。
- 3) 再生液: サプレッサー方式のイオンクロマトグラフを用いた時に使用するが、サプレッサーの種類によって異なるので、メーカーが推奨する方法によって調製する。

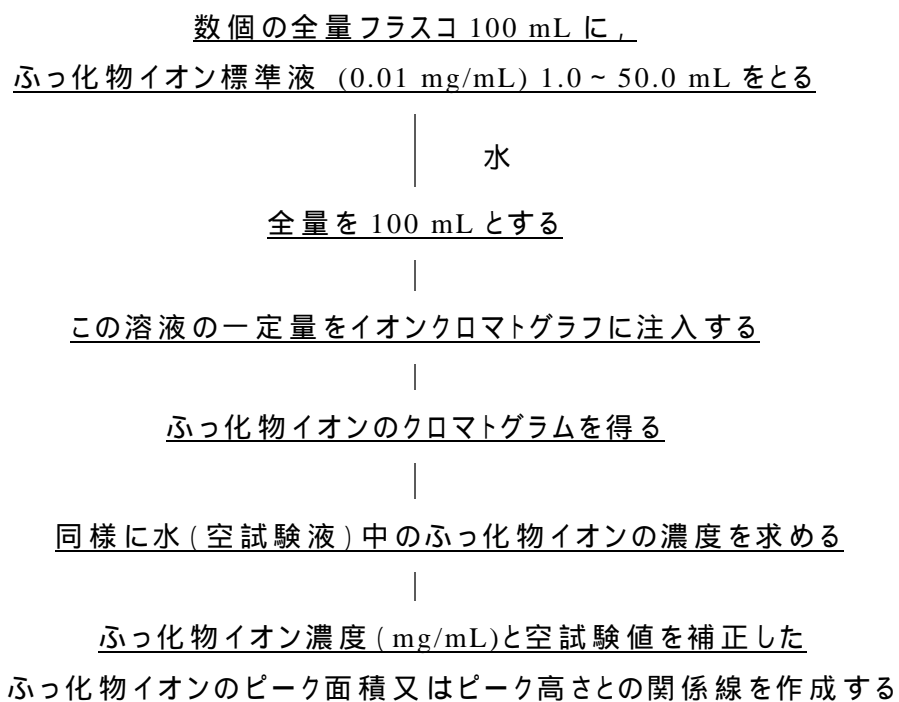
3.7.5.4 装置及び器具

測定装置については、イオンクロマトグラフ分析通則(JIS K 0127)で規定されている。装置には、サプレッサー方式とノンサプレッサー方式等があり、いずれを用いてもよい。その装置の例を写真 3.5.1 に示す。

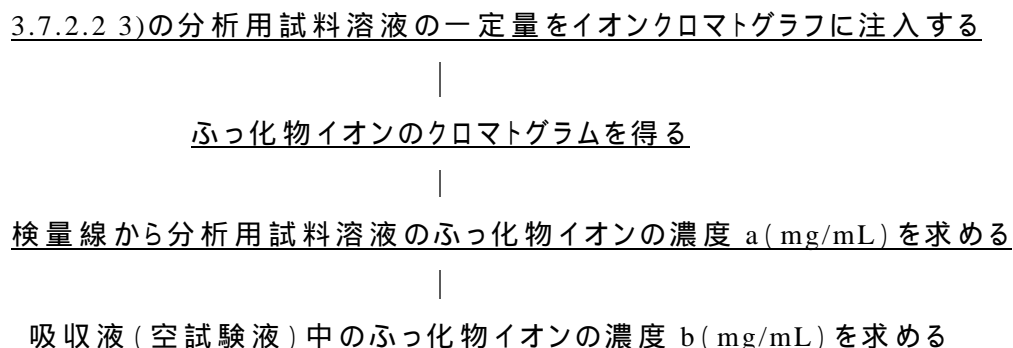
装置には、一般的に試料計量管(サンプルループ)、プレカラム、分離カラム、(サプレッサー)、電気伝導度検出器が内蔵されており、試料導入器で分析用試料溶液の一定量を装置内に注入する。

3.7.5.5 定量操作

1) 検量線の作成



2) 定量操作



3.5.3.6 濃度の算出

次の式により，試料ガス中のふっ化水素濃度を算出する。

$$C_w = \frac{1.053 \times (a - b) \times v}{V_s} \times 1000$$

$$C_v = \frac{1.179 \times (a - b) \times v}{V_s} \times 1000$$

$$C_w = C_v \times 0.893$$

ここで、 C_w ：試料ガス中のふっ化水素の質量濃度（ mg/m^3 ）
 C_v ：試料ガス中のふっ化水素の体積百万分率（ppm）
 a ：分析用試料溶液中のふっ化物イオンの濃度（ mg/mL ）
 b ：吸収液（空試験液）中のふっ化物イオン濃度（ mg/mL ）
 V_s ：標準状態の試料ガス採取量（L）

3.8 排ガス中の塩素分析方法 (JIS K 0106) 2010 年

3.8.1 分析方法の種類及び概要

排ガス中の塩素を測定するための分析方法，概要及び定量範囲を表 3.8.1 に示す。

表 3.8.1 分析方法の種類，概要及び定量範囲

分析方法の種類	概要	定量範囲
2,2'-アジノビス(3-エチルベンゾチアゾリン-6-スルホン酸)吸光光度法 (ABTS法)	試料ガス中の塩素を 2,2'-アジノビス(3-エチルベンゾチアゾリン-6-スルホン酸) 吸収液に吸収して，発色させ，吸光度(400 nm)を測定し，試料ガス中の塩素濃度を算出する。	0.1 ~ 2.0 mg/m ³ (0.03 ~ 0.63 ppm)
4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン吸光光度法 (PCP法)	試料ガス中の塩素を <i>p</i> -トルエンスルホンアミド吸収液に吸収する。これに少量のシアン化カリウム溶液を加えて塩化シアンとした後，4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン溶液で発色させ，吸光度(638 nm)を測定し，試料ガス中の塩素濃度を算出する。	0.25 ~ 5.0 mg/m ³ (0.08 ~ 1.6 ppm)
イオンクロマトグラフ法 (IC法)	試料ガス中の塩素を <i>p</i> -トルエンスルホンアミド吸収液に吸収する。これに少量のシアン化カリウム溶液と水酸化カリウム溶液を加えシアン酸イオンとした後，イオンクロマトグラフに注入し，クロマトグラムを得る。シアン酸イオンの濃度から，試料ガス中の塩素の濃度を算出する。	1.3 ~ 25 mg/m ³ (0.4 ~ 7.9 ppm)

* 定量範囲の () 内は体積分率

3.8.2 試料ガスの採取方法

3.8.2.1 試料ガスの採取

試料ガスの採取は，JIS K 0095(試料ガス採取方法)に準じて行う。又は，分析方法ごとに定められた方法による。第2編第4章を参考にするとよい。

- 1) 2,2'-アジノビス(3-エチルベンゾチアゾリン-6-スルホン酸)吸光光度法：吸収瓶(50mL)を2個連結して用いる。
- 2) 吸収液 ABTS 溶液(0.1 g/L)：2,2'-アジノビス(3-エチルベンゾチアゾリン-6-スルホン酸アンモニウム (ABTS アンモニウム) 0.1 g を緩衝液 (pH7) 100 mL に溶かし，硫酸(0.02 mol/L)を加えて 1L とする。この溶液の保存期間は，冷暗所で 2 日間である。

- 3) 4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン吸光光度法及びイオンクロマトグラフ法: 吸収瓶(50 mL)を2個連結して用いる。
- 4) 吸収液(*p*-トルエンスルホンアミド溶液)(1.0 g/L): *p*-トルエンスルホンアミド 0.1 g を水 100 mL に加え、水浴上で 50 ~ 60 ℃ に加熱し、よく振り混ぜて溶かした後、室温に戻す。

3.8.2.2 分析用試料溶液の調製

1) ABTS 吸光光度法の場合

試料採取操作を終了後、全量フラスコ 50 mL に吸収瓶の内容液を直ちに移し、更に吸収瓶などを水で洗浄し、全量フラスコに加える。

水を標線まで加えて密栓する。これを分析用試料溶液とする。

2) PCP 吸光光度法及び IC 法の場合

試料採取操作を終了後、全量フラスコ 50 mL に吸収瓶の内容液を直ちに移し、更に吸収瓶などを水で洗浄し、全量フラスコに加える。

水を標線まで加えて密栓する。これを分析用試料溶液とする。この溶液は、PCP 吸光光度法及びイオンクロマトグラフ法の両方に用いることができる。

3.8.3 2,2'-アジノビス(3-エチルベンゾチアゾリン-6-スルホン酸)吸光光度法

3.8.3.1 適用条件

この方法は、窒素酸化物(特に二酸化窒素)の影響を大きく受けるので、燃焼排ガス中の塩素の分析には適用できない。塩素の濃度が高い場合は、分析用試料溶液を希釈して測定する。

3.8.3.2 試薬

酢酸、次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素 50~120 g/L)、チオ硫酸ナトリウム五水和物、炭酸ナトリウム、よう化カリウム、でんぷん(溶性)、よう素酸カリウム(容量分析用標準試薬)

3.8.3.3 試薬溶液の調製

- 1) 酢酸 (1+1)
- 2) 0.05mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液：チオ硫酸ナトリウム五水和物 13 g 及び炭酸ナトリウム 0.2 g を、溶存酸素を含まない水 1 L に溶かし、気密容器に入れて 2 日間放置する。その後、よう素酸カリウムを用いて標定する。
- 3) でんぷん溶液：でんぷん(溶性) 1 g を水約 10 mL とよく混和し、熱水 200 mL 中にかき混ぜながら加える。約 1 分間煮沸し、冷却する。使用時に調製する。
- 4) 塩素(Cl₂)標準液(1.0 mg/mL)：全量フラスコ 100 mL に、次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素 50~120 g/L) 100/N mL (N:有効塩素 g) をとり、水を標線まで加える。使用時に調製する。適宜希釈して検量線の作成に用いる。
有効塩素質量濃度(N')の求め方は、JIS K 0106 の本文参照。
- 5) 吸収液：ABTS 溶液：3.8.2.1 2)に同じ。

3.8.3.4 定量操作

- 1) 検量線の作成

数個の全量フラスコ 25 mL に塩素標準液 (0.01 mg/mL) 0.1~2.0 mL をとる

吸収液, 20 mL

水

全量を 25 mL とする

この溶液の一部を吸収セルにとる

吸収液を対照液として吸光度(400 nm)を測定する

塩素の濃度(mg/mL)と吸光度との関係線を作成する

2) 定量操作

分析用試料溶液の一部を吸収セルにとる

吸収液を対照液として吸光度（400 nm）を測定する

検量線から塩素の濃度 a(mg/mL)を求める

3.8.3.5 塩素濃度の算出

次の式によって、試料ガス中の塩素の濃度を算出する。

$$C_w = \frac{a \times 50}{V_s} \times 1000$$

$$C_v = \frac{0.316 \times a \times 50}{V_s} \times 1000$$

$$C_w = C_v \times 3.16$$

ここに、
 C_w ：試料ガス中の塩素の質量濃度（mg/m³）
 C_v ：試料ガス中の塩素の体積分率（ppm）
a：分析用試料溶液中の塩素の濃度（mg/mL）
 V_s ：標準状態の試料ガス採取量（L）

3.8.4 4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン吸光光度法

3.8.4.1 適用条件

この方法は、二酸化窒素が共存しても、その影響を受けない。塩素の濃度が高い場合は、分析用試料溶液を希釈して測定する。

3.8.4.2 試薬

次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素 50~120 g/L)、シアン化カリウム、りん酸水素二ナトリウム、りん酸二水素カリウム、3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロン、4-ピリジンカルボン酸ナトリウム、*N,N*-ジメチルホルムアミド

3.8.4.3 試薬溶液の調製

- 1) シアン化カリウム溶液(10 g/L) シアン化カリウム 1 g を水 100 mL に溶かしたもの。冷蔵庫に保存すれば1ヶ月間使用できる。
- 2) りん酸緩衝液(pH7.2) りん酸水素二ナトリウム 17.8 g を水約 300 mL に溶かした溶液に、りん酸二水素カリウム溶液(200 g/L)を pH 値が 7.2 になるまで加えた後、水で 500 mL にする。
- 3) 4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン溶液 3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロン 0.3 g を *N,N*-ジメチルホルムアミド 20 mL に溶かす。別に 4-ピリジンカルボン酸ナトリウム 1.8 g を水約 50 mL に溶かし、両液を合わせ水を加えて 100 mL とする。
注 この溶液は冷蔵庫に保存すれば約 2 週間は安定であるが、黄色に着色した場合は使用しない。
- 4) 塩素(Cl₂)標準液(1.0 mg/mL) 3.8.3.3 4)に同じ。
- 5) 吸収液(*p*-トルエンスルホンアミド溶液): 3.8.2.1 4)に同じ。

3.8.4.4 定量操作

1) 検量線の作成

数個の全量フラスコ 25 mL に塩素標準液(0.01 mg/mL) 0.1~2.0 mL をとる

吸収液, 8mL

シアン化カリウム溶液(10 g/L), 0.5 mL

栓をして2回静かに転倒した後、室温で約5分間放置する(CNCl)

りん酸緩衝液(pH7.2), 5 mL

4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン溶液, 5 mL

水

全量を 25 mL とする

栓をして2回静かに転倒した後、25±2℃の水浴中で約30分放置する

この溶液の一部を吸収セルにとる

吸収液から同様に調製した液を対照液として吸光度(638 nm)を測定する

塩素の濃度(mg/mL)と吸光度との関係線を作成する

2) 定量操作

全量フラスコ 25 mL に, 分析用試料溶液を正確に v mL とる

シアン化カリウム溶液(10 g/L), 0.5 mL

栓をして 2 回静かに転倒した後, 室温で約 5 分間放置する(CNCl)

りん酸緩衝液(pH7.2), 5 mL

4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン溶液, 5 mL

水

全量を 25 mL とする

栓をして 2 回静かに転倒した後, 25 ± 2 °C の水浴中で約 30 分間放置する

この溶液の一部を吸収セルにとる

吸収液から同様に調製した液を対照液として吸光度(638 nm)を測定する

検量線から塩素の濃度 a(mg/mL)を求める

3.8.4.5 塩素濃度の算出

次の式によって, 試料ガス中の塩素の濃度を算出する。

$$C_w = \frac{a \times 25 \times \frac{50}{v}}{V_s} \times 1000$$

$$C_v = \frac{0.316 \times a \times 25 \times \frac{50}{v}}{V_s} \times 1000$$

$$C_w = C_v \times 3.16$$

ここに, C_w : 試料ガス中の塩素の質量濃度 (mg/m³)

C_v : 試料ガス中の塩素の体積百万分率 (ppm)

a ：分析用試料溶液中の塩素の濃度（mg/mL）

v ：分析用試料溶液の分取量（mL），通常 10 mL

V_S ：標準状態の試料ガス採取量（L）

3.8.4.6 注意

この廃液には，有害なシアン化物イオンを含んでいるので次亜塩素酸ナトリウム溶液で分解処理をするか，シアン含有廃液として処分する。

3.8.5 イオンクロマトグラフ法

3.8.5.1 適用条件

この方法は、二酸化窒素が共存しても、その影響を受けない。塩素の濃度が高い場合は、分析用試料溶液を希釈して測定する。

3.8.5.2 試薬

次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素 50~120 g/L)、シアン化カリウム、水酸化カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、硫酸

3.8.5.3 試薬溶液の調製

- 1) シアン化カリウム溶液(10 g/L): 3.8.3.4 1)に同じ。
- 2) 水酸化カリウム溶液(0.1 mol/L): 水酸化カリウム 1.4 g を水 250 mL に溶かしたものの。
- 3) 塩素(Cl₂)標準液(1.0 mg/mL): 3.8.3.3 4)に同じ。
- 4) 吸収液(p-トルエンスルホンアミド溶液)(1.0 g/L): 3.8.2.1 4)に同じ。
- 5) 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用いる。溶離液は、3.5.3.3 2)溶離液を参照。
- 6) 再生液(除去液): 装置及びサプレッサの種類に最適なものを用いる。再生液は、3.5.3.3 3)再生液を参照。

3.8.5.4 イオンクロマトグラフ

測定装置については、イオンクロマトグラフ分析通則(JIS K 0127)で規定されている。装置には、サプレッサー方式とノンサプレッサー方式等があり、いずれを用いてもよい。その一例を写真 3.5.1 に示す。

装置及び器具は、3.5.3.4 装置及び器具を参照。

3.8.5.5 定量操作

1) 検量線の作成

数個の全量フラスコ 25 mL に塩素標準液(0.01 mg/mL) 0.5~10.0 mL をとる

吸収液, 8 mL

シアン化カリウム溶液(10 g/L), 0.5 mL

室温で約 5 分間放置する(CNCl)

水酸化カリウム溶液(0.1 mol/L), 5 mL

水

全量を 25 mL とする

25 ± 2 °Cの水浴中で約 10 分間放置する (CNO⁻にする)

この溶液の一部をイオンクロマトグラフに注入する

シアン酸イオン(CNO⁻)のクロマトグラムを得る

同様に空試験液中の CNO⁻のクロマトグラムを得る

塩素の濃度(mg/mL)と空試験値を補正した CNO⁻のピーク面積又はピーク高さ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。

2) 定量操作

全量フラスコ 25 mL に、分析用試料溶液を正確に v mL とる

シアン化カリウム溶液(10 g/L), 0.5 mL

室温で約 5 分間放置する(CNCl)

水酸化カリウム溶液(0.1 mol/L), 5 mL

水

全量を 25 mL とする

25 ± 2 °Cの水浴中で約 10 分間放置する (CNO⁻にする)

この溶液の一部をイオンクロマトグラフに注入し、クロマトグラムを得る

シアン酸イオン(CNO⁻)の濃度 a(mg/mL)を求める

同様に空試験液中の CNO⁻の濃度 b(mg/mL)を求める

検量線から塩素の濃度 (mg/mL) を求める

3.8.5.6 塩素濃度の算出

次の式によって、試料ガス中の塩素の濃度を算出する。

$$C_w = \frac{(a - b) \times 25 \times \frac{50}{v}}{V_s} \times 1000$$

$$C_v = \frac{0.316 \times (a - b) \times 25 \times \frac{50}{v}}{V_s} \times 1000$$

$$C_w = C_v \times 3.16$$

- ここに、
- C_w ：試料ガス中の塩素の質量濃度 (mg/m³)
 - C_v ：試料ガス中の塩素の体積百万分率 (ppm)
 - a ：分析用試料溶液中の塩素の濃度 (mg/mL)
 - b ：空試験液中の塩素の濃度 (mg/mL)
 - v ：分析用試料溶液の分取量(mL)，通常 10 mL
 - V_s ：標準状態の試料ガス採取量 (L)

3.8.5.7 注意

この廃液には、有害なシアン化物イオンを含んでいるので次亜塩素酸ナトリウム溶液で分解処理をするか、シアン含有廃液として処分する。

3.9 排ガス中の塩化水素分析方法（JIS K 0107）2012年

3.9.1 分析方法の種類及び概要

排ガス中の塩化水素を測定するための分析方法、概要及び定量範囲を表3.9.1に示す。

表3.9.1 分析方法の種類，概要及び定量範囲

分析方法の種類	概要	定量範囲
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，塩化物イオンのクロマトグラムを得る。塩化物イオンの濃度から試料ガス中の塩化水素の濃度を算出する。	吸収瓶：100 mL 0.6 ~ 13 mg/m ³ (0.4 ~ 7.9 ppm) 吸収瓶：250 mL 10 ~ 260 mg/m ³ (6.3 ~ 160 ppm)
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，チオ硫酸アンモニウム溶液で滴定し，試料ガス中の塩化水素の濃度を算出する。	230 ~ 4600 mg/m ³ (140 ~ 2800 ppm)

* 定量範囲の（ ）内は体積分率

3.9.2 試料ガス採取方法

3.9.2.1 試料ガスの採取

試料ガスの採取は，JIS K 0095（試料ガス採取方法）に準じて行う。又は，分析方法ごとに定められた方法による。第2編第4章を参考にするとよい。

- 1) イオンクロマトグラフ法：吸収瓶(100 mL又は250 mL)を2個連結して用いる。
- 2) 吸収液：水
- 3) 硝酸銀滴定法：吸収瓶（250 mL）を2個連結して用いる。
- 4) 吸収液：水酸化ナトリウム溶液（0.1 mol/L）

3.9.2.2 分析用試料溶液の調製

- 1) 試料ガスの採取が終了したら，吸収瓶内の吸収液をビーカーに移し，吸収瓶内を洗浄する。
- 2) 100 mLの吸収瓶を用いた時は，全量フラスコ100 mLフラスコに1)の内容液25 mLを入れ，水を標線まで加える。
- 3) 250 mLの吸収瓶を用いた時は，全量フラスコ250 mLに1)の内容液50 mLを入れ，水を標線まで加える。

3.9.3 イオンクロマトグラフ法による分析

3.9.3.1 適用範囲

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。排ガス中の塩化水素濃度が比較的低い場合に適用する。

3.9.3.2 使用する試薬

塩化ナトリウム(容量分析用標準試薬)、塩化物イオン標準液(1000 mg/L) 使用するイオンクロマトグラフ(サプレッサー方式、ノンサプレッサー方式等)によって使用する試薬が異なるので、装置に合った試薬を準備する。

3.9.3.3 試薬溶液の調製

- 1) 塩化物イオン標準液(1000 mg/L): 国家標準に規定するトレーサビリティが確立された塩化物イオン標準液。又は、容量分析用標準物質の塩化ナトリウム 1.648 gを水に溶かし、全量フラスコ 1000 mLに移し入れ、水を標線まで加える。これらの標準液を適宜希釈して検量線用の標準液を調製する。
- 2) 溶離液: 分析装置の方式及び分離カラムの種類によって異なるので、メーカーが推奨する方法によって調製する。
- 3) 再生液: サプレッサー方式のイオンクロマトグラフを用いた時に使用するが、サプレッサーの種類によって異なるので、メーカーが推奨する方法によって調製する。

3.9.3.4 装置及び器具

測定装置については、イオンクロマトグラフ分析通則(JIS K 0127)で規定されている。装置には、サプレッサー方式とノンサプレッサー方式等があり、いずれを用いてもよい。装置の例を写真 3.5.1 に示す。

装置には、一般的に試料計量管(サンプルループ)、プレカラム、分離カラム、(サプレッサー)、電気伝導度検出器が内蔵されており、試料導入器で分析用試料溶液の一定量を装置内に注入する。

3.5 排ガス中の硫黄酸化物分析方法のイオンクロマトグラフ法の装置及び器具を参照。

3.9.3.5 定量操作

- 1) 検量線の作成

数個の全量フラスコ 100 mL に、塩化物イオン標準液 (0.01 mg/mL) 1.0 ~ 25.0 mL をとる
水

全量を 100 mL とする

この溶液の一部をイオンクロマトグラフに注入する

塩化物イオンのクロマトグラムを得る

同様に吸収液（空試験液）中の塩化物イオンを測定する

塩化物イオン濃度 (mg/mL) と塩化物イオンのピーク面積又はピーク高さとの関係線を作成する

2) 定量操作

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する

塩化物イオンのクロマトグラムを得る

検量線から分析用試料溶液中の塩化物イオン濃度 a (mg/mL) を求める

吸収液（空試験液）中の塩化物イオンの濃度 b (mg/mL) を求める

3.9.3.6 濃度の算出

次の式により，試料ガス中の塩化水素濃度を算出する。

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

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

$$C_w = C_v \times 1.63$$

ここで， C_w ：試料ガス中の塩化水素の質量濃度 (mg/m³)

C_v ：試料ガス中の塩化水素の体積百万分率 (ppm)

a ：分析用試料溶液中の塩化物イオン濃度 (mg/mL)

b ：吸収液（空試験液）中の塩化物イオン濃度 (mg/mL)

v ：分析用試料溶液の液量 (100 mL 又は 250 mL)

V_s ：標準状態の試料ガス採取量 (mL)

なお，附属書で吸収液に過酸化水素水（1+99）を用いて捕集，陰イオン混合標準液を用いて測定すれば，硫酸化物も同時に測定できる。（3.5.5 参照）

3.9.4 硝酸銀滴定法

3.9.4.1 適用条件

排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。排ガス中の塩化水素濃度が比較的高い場合に適用する。

3.9.4.2 使用する試薬

硝酸，過塩素酸，硝酸銀，硫酸アンモニウム鉄()・12水，チオシアン酸アンモニウム，ニトロベンゼン，ウラニン

3.9.4.3 試薬溶液の調製

- 1) 硝酸(1.6 mol/L)：硝酸 120 mL を水に溶かして 1 L とする。
- 2) 硫酸アンモニウム鉄() 溶液：硫酸アンモニウム鉄()・12水 6.0 g を過塩素酸(1+2) 100 mL に溶かす。褐色瓶に保存する。
- 3) ウラニン溶液：ウラニン 0.20 g を水に溶かして 100 mL とする。褐色瓶に保存する。
- 4) 0.1 mol/L 硝酸銀溶液：硝酸銀 17 g を水 1 L に溶かす。褐色瓶に保存する。標定して，ファクターを求める。
- 5) 0.1 mol/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 8 g を水 1 L に溶かす。標定して，ファクターを求める。

3.9.4.4 装置及び器具

滴定で使用するマイクロビュレット及び三角フラスコを準備する。3.5 排ガス中の硫黄酸化物分析方法を参照。

3.9.4.5 定量操作

三角フラスコに分析用試料溶液 v mL (25~50 mL) を入れる

硝酸(1.6 mol/L) で，酸性にする。

0.1 mol/L 硝酸銀溶液，25 mL

硫酸アンモニウム鉄() 溶液，1 mL

0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液で滴定

終点(微赤色が消えなくなった点)(a mL)

同量の吸収液(2.5倍希釈液 v mL)中の塩化物イオンの空試験値を測定する(b mL)

3.9.4.6 濃度の算出

次の式によって、試料ガス中の塩化水素濃度を算出する。

$$C_w = \frac{3.65 \times (b - a) \times f \times \frac{250}{v}}{V_s} \times 1000$$

$$C_v = \frac{2.24 \times (b - a) \times f \times \frac{250}{v}}{V_s} \times 1000$$

$$C_w = C_v \times 1.63$$

ここで、 C_w : 試料ガス中の塩化水素の質量濃度 (mg/m³)

C_v : 試料ガス中の塩化水素の体積百万分率 (ppm)

a : 分析用試料溶液を滴定したときの 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液の滴定量 (mL)

b : 吸収液(空試験液)を滴定したときの 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液の滴定量 (mL)

v : 分析用試料溶液 250 mL に対する分取量 (mL)

V_s : 標準状態の試料ガス採取量 (mL)

f : 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液のファクター

3.9.4.7 注意

終点が見分けにくい場合は、ニトロベンゼン 3 mL を加える。この場合、廃液には、ニトロベンゼンが含まれているので取り扱いに注意する。

3.10 排ガス中の硫化水素分析方法 (JIS K 0108) 2010年

3.10.1 分析方法の種類及び概要

排ガス中の硫化水素を測定するための分析方法，概要及び定量範囲を表 3.10.1 に示す。

表 3.10.1 分析方法の種類，概要及び定量範囲

分析方法の種類	概要	定量範囲
ガスクロマトグラフ法	採取した試料ガスをガスクロマトグラフに導入し，充填カラム又はキャピラリーカラムによって分離した後，検出器によって得られたクロマトグラムから試料ガス中の硫化水素の濃度を算出する。	熱伝導度検出器： 300 mg/m ³ ~ 300 g/m ³ 200 ppm ~ 20 % 炎光光度検出器： 0.3 ~ 76 mg/m ³ 0.2 ~ 50 ppm 原子蛍光検出器： 0.08 ~ 76 mg/m ³ 0.05 ~ 50 ppm
メチレンブルー吸光光度法	試料ガス中の硫化水素を吸収液に吸収させた後， <i>N,N</i> -ジメチル- <i>p</i> -フェニレンジアンモニウム及び鉄()によって生成したメチレンブルーの吸光度を測定し，試料ガス中の硫化水素の濃度を算出する。	2.6 ~ 10 mg/m ³ 1.7 ~ 6.9 ppm
イオン電極法	試料ガス中の硫化水素を吸収液に吸収させた後，硫化物イオン電極を用いて電位を測定する。この硫化物イオンの濃度から，試料ガス中の硫化水素の濃度を算出する。	0.02 ~ 1500 mg/m ³ 0.01 ~ 1000 ppm

* 定量範囲の () 内は体積分率

3.10.2 試料ガス採取方法

3.10.2.1 試料ガスの採取

試料ガスの採取は，JIS K 0095(試料ガス採取方法)に準じて行う。又は，分析方法ごとに定められた方法による。第2編第4章、又は第3編 3.3、3.13、3.20を参考にするとよい。

- 1) ガスクロマトグラフ法：気体採取用シリンジ，ガス採取袋，ガス捕集瓶，ガス捕集缶

- 2) メチレンブルー吸光光度法, イオン電極法: 試料採取装置及び吸収瓶は試料ガス採取量によって異なり, 次のものを用いる

採取量が1L以上の場合: 吸収瓶2個を連結して用い, ポンプで吸引する。

採取量が1L未満の場合: 毛管吸収瓶1個を用い, 注射筒100mLで吸引する。

- 3) 吸収液:

メチレンブルー吸光光度法の場合: 硫酸亜鉛七水和物5gを水約500mLに溶かし, 水酸化ナトリウム6gを水約300mLに溶かした溶液を加える。さらに硫酸アンモニウム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とする。

イオン電極法の場合: 水酸化ナトリウム4g, グリセリン200mL, エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物4g及びL-アスコルビン酸10gを水約300mLに溶かした後, 水を加えて全量を1Lとする。

3.10.2.2 試料ガスの採取及び分析用試料溶液の調製

- 1) ガスクロマトグラフ法の場合

ガスクロマトグラフ法の採取操作による。

- 2) メチレンブルー吸光光度法及びイオン電極法の場合

試料ガスの採取終了後, 吸収瓶内の吸収液をビーカーに移し, 水で吸収瓶内を洗浄し, ビーカーに加える。

採取量が1L以上の場合の吸収瓶を用いた時は, 全量フラスコ200mLにの吸収液を入れ, 吸収液を標線まで加える。

採取量が1L未満の場合の吸収瓶を用いた時は, 全量フラスコ20mLにの吸収液を入れ, 吸収液を標線まで加える。

3.10.3 ガスクロマトグラフ法による分析

3.10.3.1 適用範囲

排ガス中の硫化水素濃度が低い場合に適用する。試料採取後、直ちに分析する場合は、気体採取用シリンジを用いる。試料採取後、分析室に運搬して分析する場合は、ガス採取袋、ガス捕集瓶又はガス捕集缶を用いる。

3.10.3.2 使用する試薬及びガス

りん酸、ヘリウム(純度99.999%以上)、窒素(JIS K 1107に規定する1級又は2級)、アルゴン(JIS K 1105に規定する1級又は2級)、水素(JIS K 0512に規定する1~3級)、酸素(JIS K 1101に規定する純度99.99%以上)高純度空気(清浄にして、かつ、乾燥したもの)

3.10.3.3 装置及び器具

- 1) 試料導入器具：気体採取用シリンジ、気体試料導入装置
- 2) ガスクロマトグラフ
- 3) カラム：充填カラム、キャピラリーカラム

3.10.3.4 ガスクロマトグラフの分析条件

分析条件は、使用するカラムの種類及び機器によって最適条件が異なるので、各機器の操作手引書を参考にして操作する。

3.10.3.5 定量操作

- 1) 検量線の作成

検量線用標準ガスを装置に注入し、クロマトグラムを得る

硫化水素の質量(ng)とピーク面積又はピーク高さとの関係線を作成する

- 2) 定量操作

分析用試料ガスを装置に注入し、クロマトグラムを得る

検量線から硫化水素の質量 A (ng) を求める

3.10.3.6 濃度の算出

次の式により、試料ガス中の硫化水素濃度を算出する。

$$C_w = \frac{A \times 10^{-6} \times 10^6}{V_s}$$

$$C_v = \frac{0.657 \times A \times 10^{-6} \times 10^6}{V_s}$$

$$C_w = C_v \times 1.521$$

- ここで、 C_w ：試料ガス中の硫化水素の質量濃度（ mg/m^3 ）
 C_v ：試料ガス中の硫化水素の体積百万分率（ppm）
 A ：検量線で求めた分析用試料ガス中の硫化水素の質量（ng）
 V_s ：試料ガス注入量（mL）
0.657：硫化水素 1mg に相当する硫化水素の体積（mL）
1.521：硫化水素 1ppm の質量濃度（ mg/m^3 ），34.086/22.41
 10^{-6} ：質量の単位を ng から mg に変換する係数
 10^6 ：mL/mL を ppm へ変換する係数

3.10.4 メチレンブルー吸光光度法

3.10.4.1 適用条件

排ガス中の硫化水素濃度が低い場合は、試料ガス採取量を1 L以上とし、比較的高い場合は、試料ガス採取量を1 L未満とする。

3.10.4.2 使用する試薬

二塩化 *N,N*-ジメチル-*p*-フェニレンジアンモニウム、塩化鉄()六水和物、硫酸、よう化カリウム、よう素、塩酸、チオ硫酸ナトリウム五水和物、炭酸ナトリウム、よう素酸カリウム、でんぷん(溶性)、硫化ナトリウム九水和物

3.10.4.3 試薬溶液の調製

- 1) *N,N*-ジメチル-*p*-フェニレンジアンモニウム溶液：二塩化 *N,N*-ジメチル-*p*-フェニレンジアンモニウム 0.2 g を硫酸(1+3) 100 mL に溶かしたものを。
- 2) 塩化鉄()溶液：塩化鉄()六水和物 1.0 g を硫酸(1+99) 100 mL に溶かしたものを。
- 3) よう素溶液(0.05 mol/L)：よう化カリウム 40 g を水約 25 mL に溶かした後、よう素 13 g を加えて溶かし、水を加えて 1 L とする。これに塩酸 3 滴を加えて混合し、遮光した気密容器に入れて暗所に保存する。
- 4) 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液：チオ硫酸ナトリウム五水和物 13 g 及び炭酸ナトリウム 0.1 g を、溶存酸素を含まない水 500 mL に溶かした後、気密容器に入れて 2 日間放置する。その後、よう素酸カリウムを用いて標定して、ファクターを求める。
- 5) でんぷん溶液：でんぷん(溶性) 1 g を水約 10 mL とよく混和し、熱水 90 mL 中にかき混ぜながら加える。約 1 分間煮沸し、冷却する。使用時に調製する。
- 6) 硫化物イオン標準液(1000 mg/L)：硫化ナトリウム九水和物の結晶 3.8 g をとり、少量の水で表面を洗い、これをろ紙上にとって水を除いた後、溶存酸素を含まない水に溶かして 500 mL とする。この濃度は、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定して求める。これを、適宜希釈して検量線の作成に用いる。

3.10.4.4 装置及び器具

分光光度計又は光電光度計を用いる。

3.10.4.5 定量操作

- 1) 検量線の作成

数個の全量フラスコ 25 mL に硫化物イオン標準液(10 μ g/mL) 0.5 ~ 2.0 mL を入れる
吸収液, 20 mL

N,N-ジメチル-p-フェニレンジアンモニウム溶液, 2 mL
栓をして静かに転倒して液を混ぜる

塩化鉄()溶液, 1 mL
栓をして静かに転倒して液を混ぜる

溶存酸素を含まない水
全量 25 mL, 30 分間放置

空試験液を対照液にして吸光度(670 nm)を測定

硫化物イオンの質量(mg)と吸光度との関係線を作成する

2) 定量操作

全量フラスコ 25 mL に分析用試料溶液 20 mL を入れる

N,N-ジメチル-p-フェニレンジアンモニウム溶液, 2 mL
栓をして静かに転倒して液を混ぜる

塩化鉄()溶液, 1 mL
栓をして静かに転倒して液を混ぜる

溶存酸素を含まない水
全量 25 mL, 30 分間放置

吸収液(空試験液)を対照液にして吸光度(670 nm)を測定

検量線から硫化物イオンの質量 a (mg) を求める

3.10.4.6 濃度の算出

次の式から, 試料ガス中の硫化水素の濃度を算出する。

$$C_w = \frac{1.063 \times a \times \frac{200}{20}}{V_s} \times 1000$$

$$C_v = \frac{0.698 \times a \times \frac{200}{20}}{V_s} \times 1000$$

$$C_w = C_v \times 1.521$$

ここで, C_w : 試料ガス中の硫化水素の質量濃度 (mg/m³)

C_v : 試料ガス中の硫化水素の体積百万分率 (ppm)

- a : 検量線から求めた硫化物イオンの質量 (mg)
- 20 : 分析用試料溶液の分取量 (20 mL)
- V_s : 標準状態の試料ガス採取量 (L)
- 0.698 : 硫化物イオン (S^{2-}) 1mg に相当する硫化水素の体積 (mL)
- 1.063 : 硫化物イオン (S^{2-}) 1mg に相当する硫化水素の質量 (mg)
- 1.521 : 硫化水素 1ppm の質量濃度 (mg/m^3), 34.086/22.41

3.10.5 イオン電極法

3.10.5.1 適用条件

排ガス中の硫化水素濃度が低い場合は、試料ガス採取量を1L以上とし、比較的高い場合は、試料ガス採取量を1L未満とする。

3.10.5.2 使用する試薬

チオ硫酸ナトリウム五水和物，硫化ナトリウム九水和物，グリセリン，水酸化ナトリウム

3.10.5.3 試薬溶液の調製

- 1) 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液：3.10.4.3 4)による。
- 2) でんぷん溶液：3.10.4.3 5)による。
- 3) 硫化物イオン標準液(1000 mg/L)：3.10.4.3 6)による。

3.10.5.4 装置及び器具

- 1) 電位差計：最小メモリ 1 mV の高入力抵抗電位差計
- 2) 硫化物イオン電極
- 3) 参照電極
- 4) マグネチックスターラー

3.10.5.5 定量操作

- 1) 検量線の作成

数個のビーカー50 mL に硫化物イオン標準溶液(0.01~10 mg/L) 20 mL を入れる
(低濃度の硫化物イオン濃度から測定する)

硫化物イオン電極と参照電極を浸し、電位を測定する

同様に次の硫化物イオン標準溶液の電位を測定する

片対数方眼紙に硫化物イオン濃度(mg/L)と電位(mV)との関係線を作成する

- 2) 定量操作

ビーカー50 mL に分析用試料溶液 20 mL を入れる

硫化物イオン電極と参照電極を浸し、電位を読みとる

検量線から硫化物イオン濃度(mg/L)を求める

10.5.6 濃度の算出

次の式により，試料ガス中の硫化水素濃度を算出する。

$$C_w = \frac{1.063 \times a \times v}{V_s}$$

$$C_v = \frac{0.698 \times a \times v}{V_s}$$

$$C_w = C_v \times 1.521$$

ここで， C_w ：試料ガス中の硫化水素の質量濃度（ mg/m^3 ）

C_v ：試料ガス中の硫化水素の体積百万分率（ppm）

a ：分析用試料溶液中の硫化物イオンの濃度（ mg/L ）

v ：調製した分析用試料溶液の量（20 mL 又は 200 mL）

V_s ：標準状態の試料ガス採取量（L）

0.698：硫化物イオン（ S^{2-} ）1mg に相当する硫化水素の体積（mL）

1.063：硫化物イオン（ S^{2-} ）1mg に相当する硫化水素の質量（mg）

1.521：硫化水素 1ppm の質量濃度（ mg/m^3 ）， $34.086/22.41$

3.11 排ガス中のシアン化水素分析方法（JIS K 0109）2014年

3.11.1 分析方法の種類及び概要

排ガス中の硫化水素を測定するための分析方法，概要及び定量範囲を表 3.11.1 に示す。

表 3.11.1 分析方法種類，概要及び定量範囲

分析方法の種類	概要	定量範囲
ガスクロマトグラフ法 (GC法)	試料ガスを熱イオン化検出器付きガスクロマトグラフに直接導入し，得られたクロマトグラムから，試料ガス中のシアン化水素の濃度を算出する。	0.3 ~ 41.7 mg/m ³ (0.2~34.4 ppm)
4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン吸光光度法 (PCP法)	試料ガス中のシアン化水素を水酸化ナトリウム吸収液に吸収させた後，4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン溶液を加えて発色させ，吸光度（638 nm）を測定し，試料ガス中のシアン化水素の濃度を算出する。	0.6 ~ 10.4 mg/m ³ (0.5~8.6 ppm)

* 定量範囲の（ ）内は体積分率

3.11.2 試料ガス採取方法

3.11.2.1 試料ガスの採取

試料ガスの採取は，JIS K 0095（試料ガス採取方法）に準じて行う。又は，分析方法ごとに定められた方法による。第2編第4章を参考にするとよい。

- 1) ガスクロマトグラフ法：注射筒を用いて採取する。
- 2) 4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン吸光光度法：吸収瓶(250 mL)を2個連結して用いる。

吸収液（5 mol/L 水酸化ナトリウム溶液）

3.11.2.2 試料ガスの採取，分析用試料ガス及び分析用試料溶液の調製

- 1) ガスクロマトグラフ法の場合

ガスクロマトグラフ法の採取操作で得られた注射筒内の試料ガスを分析用試料ガスとする。

- 2) 4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン吸光光度法の場合

試料ガスの採取終了後，吸収瓶内の吸収液をビーカー300 mLに移し，水で吸収瓶内を洗浄し，ビーカーに加える。

ビーカーの内容液を全量フラスコ250 mLに入れ，水を標線まで加える。これを分析用試料溶液とする。

3.11.3 ガスクロマトグラフ法（GC法）

3.11.3.1 適用条件

この方法は、試料採取時に水分が凝縮しない場合に適用する。

3.11.3.2 使用する試薬，ガス

塩酸，水酸化ナトリウム，シアン化カリウム，塩化ナトリウム，硝酸銀，デキストリン水和物，ウラニン，*p*-ジメチルアミノベンジリデンロダニン，アセトン

3.11.3.3 試薬溶液の調製

- 1) 塩酸（0.24 mol/L）：塩酸 2 mL を水に溶かして 100 mL とする。
- 2) 水酸化ナトリウム溶液（0.1 mol/L）：水酸化ナトリウム 4 g を水に溶かして 1 L とする。シアン化物イオン標準液の希釈に用いる。
- 3) デキストリン溶液（20 g/L）：デキストリン 2 g を水に溶かし，100 mL とする。使用時に調製する。
- 4) ウラニン溶液（2 g/L）：ウラニン 0.2 g を水に溶かし，100 mL とする。
- 5) *p*-ジメチルアミノベンジリデンロダニン溶液：（0.2 g/L）：*p*-ジメチルアミノベンジリデンロダニン 0.02 g をアセトン 100 mL に溶かす。
- 6) 硝酸銀溶液（0.1 mol/L）：硝酸銀 8.5 g を少量の水に溶かした後，褐色の全量フラスコ 500 mL にとり，水を標線まで加える。塩化物イオン標準液を用いて標定する。標定は，JIS の本文参照。
- 7) シアン化物イオン標準液（1.0 mg/mL）：シアン化カリウム 0.63 g を適量の水に溶かし，全量フラスコ 250 mL に入れ，水酸化ナトリウム溶液（0.1 mol/L）25 mL を加え，水を標線まで加える。適宜希釈して検量線を作成する。冷蔵庫に保存すれば 1 か月は安定である。また，使用時に標定して用いるとよい。
標定は，*p*-ジメチルアミノベンジリデンロダニン溶液を指示薬とし，*p*-ジメチルアミノベンジリデンロダニン溶液で滴定する。JIS の本文参照。
- 8) シアン化物イオン標準液（0.04 mg/mL）：全量フラスコ 250 mL に 7) のシアン化物イオン標準液（1 mg/mL）10 mL をとり，水酸化ナトリウム溶液（0.1 mol/L）を標線まで加える。使用時に調製する。
- 9) シアン化物イオン標準液（0.004 mg/mL）：全量フラスコ 100 mL に 8) のシアン化物イオン標準液（0.04 mg/mL）10 mL をとり，水酸化ナトリウム溶液（0.1 mol/L）を標線まで加える。使用時に調製する。

3.11.3.4 装置及び器具

- 1) 試料導入器具（気体用シリンジ）
- 2) ガスクロマトグラフ装置

- 3) カラム：充てんカラム，キャピラリーカラム
- 4) 熱イオン化検出器

3.11.3.5 ガスクロマトグラフの分析条件

分析条件は，使用するカラムの種類及び機器によって最適条件が異なるので，各機器の操作手引書を参考にして操作する。

3.11.3.6 定量操作

- 1) 検量線の作成

数個の全量フラスコ 10 mL に CN 標準液 (0.004 ~ 0.04 mg/mL) の一定量 (1 ~ 4 mL) をとり，NaOH (0.1 mol/L) を加えた後，塩酸 (0.24 mol/L) を標線まで加える

検量線用標準液 10 μL を装置に導入し，クロマトグラムを得る

シアン化物イオンの質量 (ng) とピーク面積又はピーク高さとの関係線を作成する

- 2) 定量操作

分析用試料ガスを装置に導入し，クロマトグラムを得る

検量線からシアン化物イオンの質量 a(ng)を求める

同様に空試験ガス中のシアン化物イオンの質量 b(ng)を求める

3.11.3.7 濃度の算出

次の式により，試料ガス中のシアン化水素の濃度を算出する。

$$C_w = \frac{1.04 \times (a - b)}{V_s}$$

$$C_v = \frac{0.861 \times (a - b)}{V_s}$$

$$C_w = C_v \times 1.21$$

ここで， C_w ：試料ガス中のシアン化水素の質量濃度 (mg/m³)

C_v ：試料ガス中のシアン化水素の体積分率 (ppm)

a ：分析用試料ガス中のシアン化物イオンの質量 (ng)

b ：空試験ガス中のシアン化物イオンの質量 (ng)

V_s ：試料ガス導入量 (mL)

3.11.4 4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン吸光光度法（PCP法）

3.11.4.1 適用条件

この方法は、ハロゲンなどの酸化性ガス及びアルデヒド類、硫化水素、二酸化硫黄などの還元性ガスが共存すると影響を受けるので、その影響を無視できる場合に適用する。

3.11.4.2 使用する試薬

酢酸，りん酸水素二ナトリウム，りん酸二水素カリウム，*p*-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物（クロラミン T），3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロン，4-ピリジンカルボン酸ナトリウム四水和物，*N,N*-ジメチルホルムアミド，フェノールフタレイン，エタノール（95），シアン化カリウム

3.11.4.3 試薬溶液の調製

- 1) 酢酸（1+1）
- 2) 酢酸（1+8）
- 3) りん酸緩衝液（pH7.2）：りん酸水素二ナトリウム 17.8 g を水約 300 mL に溶かした溶液に，りん酸二水素カリウム溶液（200 g/L）を pH 値が 7.2 になるまで加えた後，水で 500 mL にする。
- 4) フェノールフタレイン溶液（1 g/L）：フェノールフタレイン 0.1 g をエタノール 50 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とする。
- 5) *p*-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物（クロラミン T）溶液（10 g/L）：*p*-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物 0.62 g を水に溶かして 50 mL とする。この溶液は，10 °C以下の冷蔵庫に保存すれば約 1 週間は使用できる。
- 6) 4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン溶液：3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロン 0.3 g を *N,N*-ジメチルホルムアミド 20 mL に溶かす。別に 4-ピリジンカルボン酸ナトリウム 1.8 g を水約 50 mL に溶かし，両液を合わせ水を加えて 100 mL とする。

注 この溶液は冷蔵庫に保存すれば約 2 週間は安定であるが，黄色に着色した場合は使用しない。

- 7) シアン化物イオン標準液（1.0 mg/mL） 3.11.3.3 7)に同じ。適宜希釈して検量線の作成に使用する。

3.11.4.4 装置及び器具

分光光度計又は光電光度計を用いる。

3.11.4.5 定量操作

1) 検量線の作成

数個の全量フラスコ 50 mL に CN-標準液 (0.001 mg/mL)0.5 ~ 10 mL をとる

水

約 25 mL とする

フェノールフタレイン溶液 (1 g/L) ,1 滴

酢酸 (1+1)

栓をして静かに液を混ぜる

りん酸緩衝液 (pH7.2),10 mL

クロラミン T 溶液 (10g/L) ,0.5mL

栓をして室温で 5 分間放置

4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン溶液,10 mL

水を標線まで加える

25 °C , 水浴中で 30 分間放置

空試験液を対照として吸光度 (638 nm) を測定

シアン化物イオンの質量(mg)と吸光度との関係線を作成する

2) 定量操作

分析用試料溶液 v mL を全量フラスコ 50 mL に入れる

フェノールフタレイン溶液 (1 g/L) ,1 滴

酢酸 (1+1) で中和

栓をして静かに液を混ぜる

りん酸緩衝液 (pH7.2),10 mL

クロラミン T (10 g/L) 溶液,0.5 mL

栓をして室温で 5 分間放置

4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン溶液,10 mL

水を標線まで加える

25 °C , 水浴中で 30 分間放置

空試験液を対照として吸光度 (638 nm) を測定

検量線からシアン化物イオンの質量 a(mg)を求める

3.11.4.6 濃度の算出

次の式により，試料ガス中のシアン化水素の濃度を算出する。

$$C_w = \frac{1.04 \times a \times \frac{250}{v}}{V_s} \times 1000$$

$$C_v = \frac{0.861 \times a \times \frac{250}{v}}{V_s} \times 1000$$

$$C_w = C_v \times 1.21$$

ここで， C_w ：試料ガス中のシアン化水素の質量濃度（ mg/m^3 ）

C_v ：試料ガス中のシアン化水素の体積百万分率（ppm）

a ：分析用試料溶液中のシアン化物イオンの質量（mg）

v ：分析用試料溶液 250 mL に対する分取量（mL）

V_s ：標準状態の試料ガス採取量（L）

3.12 排ガス中の水銀分析方法 (JIS K 0222) 1997年

現行の JIS K 0222 は燃料などの燃焼，鉱石のばい焼，金属製錬，汚泥や廃棄物の処理などの排ガス中のガス状水銀を分析する方法であり，湿式吸収・還元気化原子吸光分析法によるガス状全水銀の分析，金アマルガム法を用いたガス状金属水銀の分析，及びガス状二価水銀を湿式還元するガス状全水銀の連続測定法から成る。2018年4月の改正大気汚染防止法の施行によって，水銀排出施設に排ガス中の水銀測定が義務付けられ，環境省告示第94号に JIS K 0222 の吸収液を用いた分析法を拡張した方法が定められた。主な拡張のポイントは，ダストとして排出される水銀(粒子状)とガスとして排出される水銀を並行して採取し，それぞれを分析し排ガス中の全水銀濃度とするもので，前者は JIS Z 8808 に基づきダストをサンプリングしダスト中の水銀を分析するのに対し，後者は JIS K 0222 の吸収液による分析のサンプリング時間，吸引ガス量を拡大し，測定下限値を引き下げている。

水銀排出規制の決定の際には，5年を目処に種々の見直しを行うことが定められ，2020年現在，水銀測定法の再検討が進んでいる。2021年度以降に，環境省告示法の見直し，JIS K 0222 の改正に反映される計画となっている。

測定法に関する主な見直しのポイントは，粒子状水銀とガス状水銀を一括でサンプリングするもので，ダストを濾紙で捕集したのち，フィルターを通過したガスの全量を吸収液に導入するメインストリームサンプリング，メインストリームサンプリングでは吸収液に導入するガス量が多すぎる場合，フィルターを通過したガスの一部を分岐し吸収液に導入するサイドストリームサンプリングの導入であり，環境省告示法，JIS 改正のいずれにも採用される見込みである。さらに JIS では，金アマルガム法の全水銀の測定への対応，自動分析計の JIS B7994 排ガス中の水銀濃度自動計測器への移行，及び最新の JIS 様式への適合が予定されている。

3.12.1 分析方法の種類と概要

JIS K 0222-1997 の分析方法の種類と概要を表 3.12.1 に示す。

表 3.12.1 分析方法の種類及び概要

分析方法の種類	概要	定量範囲
湿式吸収・還元気化原子吸光分析法	排ガス中のガス状全水銀の定量	水銀量として 1 ~ 1000 ng
金アマルガム捕集・加熱気化原子吸光分析法	排ガス中のガス状金属水銀の定量	水銀量として 0.01 ~ 1000 ng
連続測定法	排ガス中のガス状全水銀の連続分析	水銀濃度として 1 μm^3 ~ 5 mg/m^3

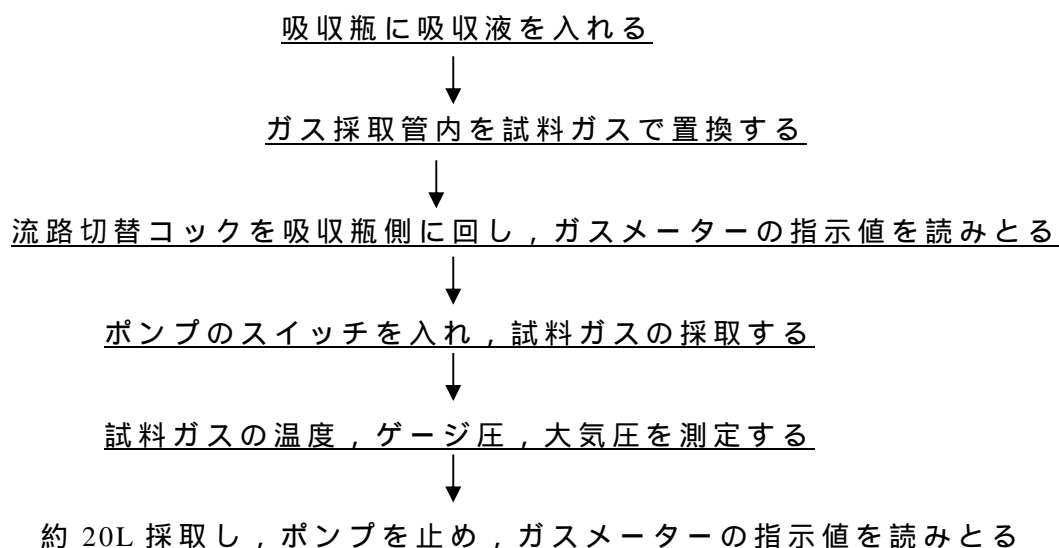
3.12.2 湿式吸収 - 還元気化原子吸光分析法

3.12.2.1 試料ガス採取方法

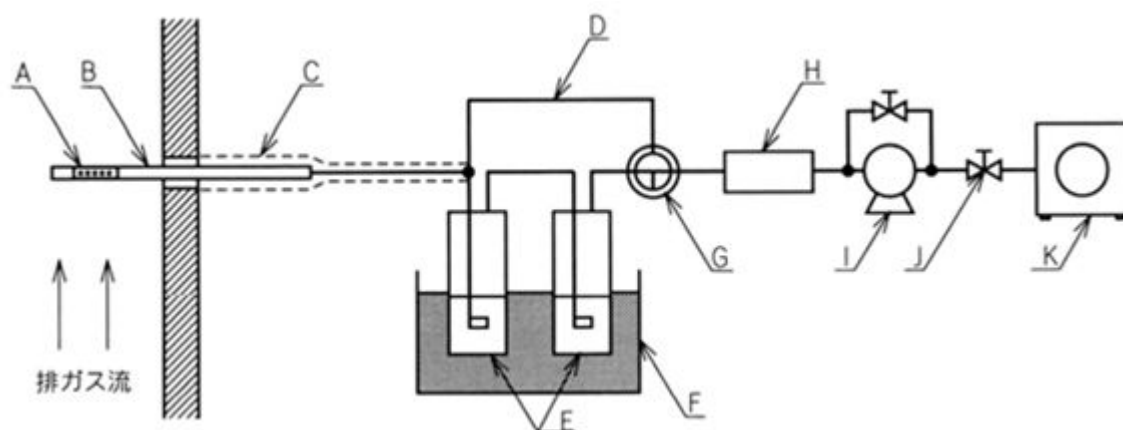
- (1) 試料ガス採取の一般的な事項は JIS K 0095 による。流速の分布が均一な位置を採取位置に選ぶ。
- (2) 採取管：ほうけい酸ガラス，石英ガラス，チタン又はセラミック製とし，その先端または途中にシリカウールまたは無アルカリガラスウールを詰め，ろ過材とする。排ガス中の水分が凝縮しないように，必要に応じて加熱又は保温する。
- (3) 導管：四ぶつ化エチレン樹脂製とする。排ガス中の水分が凝縮しないように，必要に応じて加熱又は保温する。(加熱の必要がない場合には，特殊塩化ビニル樹脂製の導管を用いることができる。)
- (4) 吸収液：等溶の過マンガン酸カリウム溶液(3 g/L)と硫酸(1+15)とを混合する。着色ガラス瓶に保存する。
- (5) 吸収瓶：あらかじめ硝酸(1+9)及び水で洗浄し乾燥した，容量 250 mL のものを用いる。吸収液を 100 mL 入れ，2 本直列につなぎ，冷却槽に入れて冷却する。
- (6) 吸引量：吸引流量を 0.5 ~ 1.0 L/分とし，吸引量は 20 L 程度とする。ただし，吸収液の色が消失するまで吸引してはならない。

3.12.2.2 試料採取操作

採取操作は，次による。



※この間に液の色が消失する場合は、吸引を停止する。



- | | | | |
|---------|-----------|------------|--------|
| A:ろ過材 | B:試料ガス採取管 | C:保温ヒーター | D:バイパス |
| E:吸収瓶 | F:冷却槽 | G:流路切替コック | H:乾燥管 |
| I:吸引ポンプ | J:流量調節コック | K:湿式ガスメーター | |

図 3.12.1 試料採取装置の構成の例

3.12.2.3 分析試料の調製

試料の調製は、次による。

試料ガスを通じた吸収液をフラスコに移す

吸収瓶を少量の塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(20 g/L)及び水で洗い、フラスコに加える

還流冷却器を取り付け、静かに加熱する

1時間煮沸する

※この間に液の色が消失する場合は温度を約 60 °C に下げ過マンガン酸カリウム溶液(50 g/L) 2 mL を加えて再煮沸する。色が 10 分間残るまでこの操作を繰り返す。

温度を 40 °C 以下に冷却

← 溶液を振り混ぜながら塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(200 g/L)を滴加

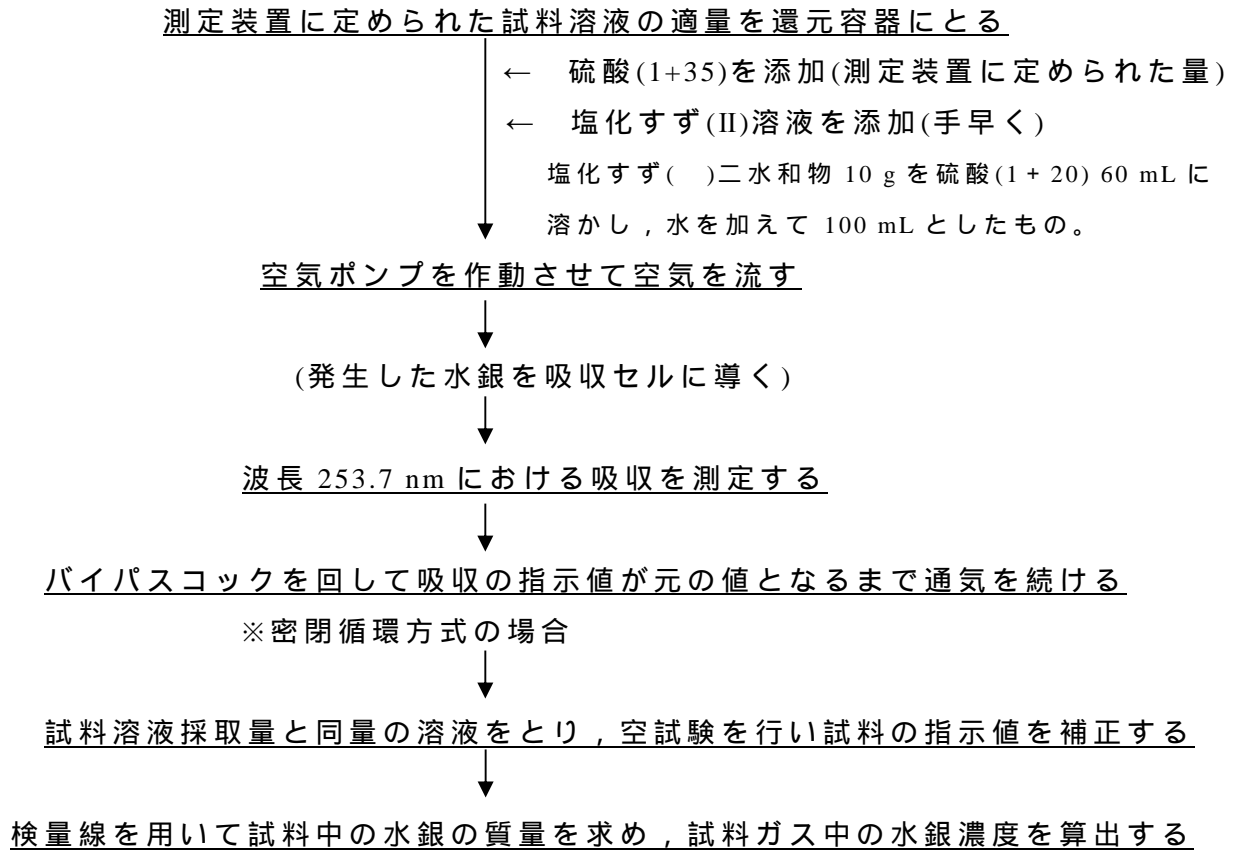
過剰の過マンガン酸カリウムを分解する

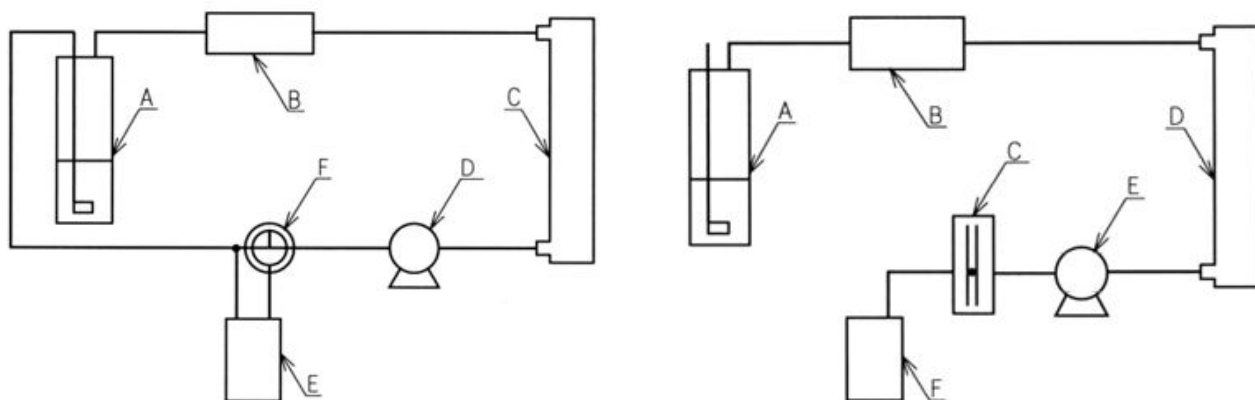
冷却後、溶液を全量フラスコ 500 mL に移し水を標線まで加え分析用試料溶液とする

試料溶液と同量の吸収液について同様の操作を行い、空試験用溶液とする

3.12.2.4 分析方法

試料の分析は、次による。





A:還元容器
B:乾燥管
C:吸収セル
D:空気ポンプ
E:水銀除去装置
F:バイパスコック

密閉循環方式の例

A:還元容器
B:乾燥管
C:流量計
D:吸収セル
E:空気ポンプ
F:水銀除去装置

開放送気方式の例

図 3.12.2 分析装置の構成

3.12.2.5 検量線の作成

- ・水銀標準液を段階的に還元容器にとり，試料溶液と同様の操作を行う。
- ・使用した水及び硫酸(1+35)について，試料溶液と同様の操作を行って空試験値を求め，指示値を補正する。
- ・補正された指示値と水銀の質量との関係線を作成し，検量線とする。検量線の作成は試料測定時に行う。

3.12.2.6 濃度の算出

水銀の濃度は次の式により算出する。

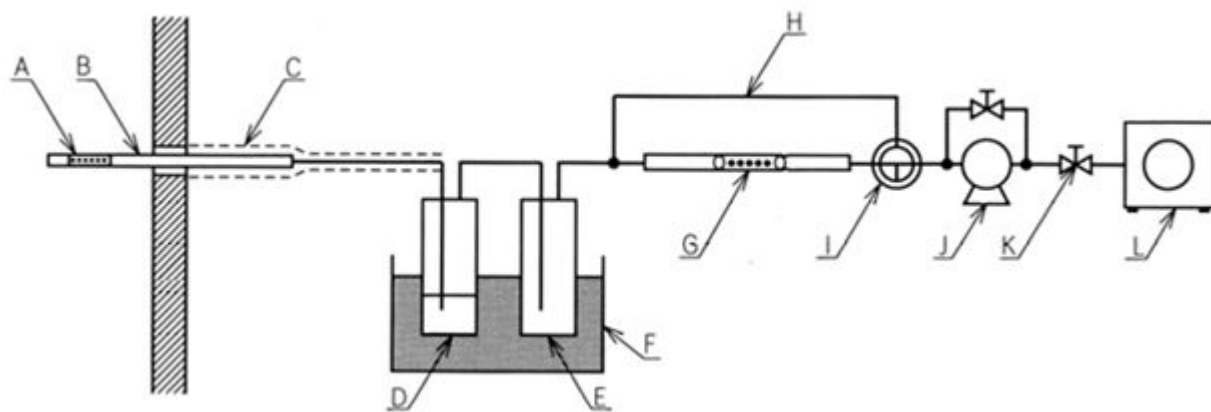
$$C = A \times \frac{v}{v_1} \times \frac{1}{V_S}$$

ここで C：水銀の質量濃度 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
 A：検量線から求めた水銀の質量 (ng)
 v：試料溶液の体積 (mL)
 v_1 ：分取した試料溶液の体積 (mL)
 V_S ：標準状態の試料ガス採取量 (L)

3.12.3 金アマルガム捕集 - 加熱気化原子吸光分析法

3.12.3.1 試料ガス採取方法

- (1) 試料ガス採取の一般的な事項は JIS K 0095 による。流速の分布が均一な位置を採取位置に選ぶ。
- (2) 採取管：ほうけい酸ガラス，石英ガラス，チタン又はセラミック製とし，その先端または途中にシリカウールまたは無アルカリガラスウールを詰め，ろ過材とする。排ガス中の水分が凝縮しないように，必要に応じて加熱又は保温する。
- (3) 導管：四ふっ化エチレン樹脂製とする。排ガス中の水分が凝縮しないように，必要に応じて加熱又は保温する。(加熱の必要がない場合には，特殊塩化ビニル樹脂製の導管を用いることができる。)
- (4) ガス洗浄瓶：緩衝液 100 mL を入れたガス洗浄瓶。
- (5) 除湿瓶：容量 250 mL の空のガス洗浄瓶。
- (6) 水銀捕集管：石英ガラス管に石英ガラスウール，捕集剤 80 ~ 200 mg，石英ガラスウールの順に充填したもの。
- (7) 試料採取：試料採取装置を用いて，洗煙後の試料ガスを一定時間，0.5 ~ 1.0 L/分の流量で水銀捕集管に通し，水銀の捕集量が 1 μg 以下となるように，通気量を調節する。採取後は速やかに捕集管をガラス製試験管に入れ，ブチルゴム製栓で密封する。空試験値測定のため，試料ガスを通してない水銀捕集管を用意する。



- | | | | |
|------------|------------|------------|-------------|
| A: ろ過材 | B: 試料ガス採取管 | C: 保温材 | D: ガス洗浄瓶 |
| E: 除湿瓶 | F: 冷却水槽 | G: 水銀捕集管 | H: パイパス |
| I: 流路切換コック | J: 吸引ポンプ | K: 流量調節コック | L: 湿式ガスメーター |

図 3.12.3 試料採取装置の構成の例

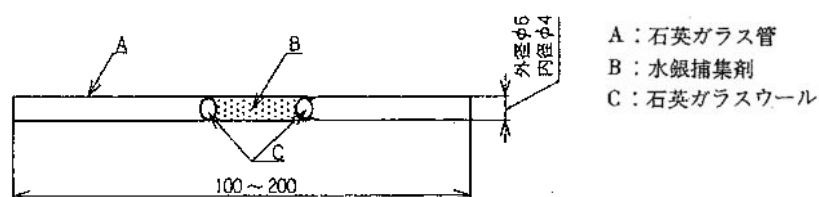


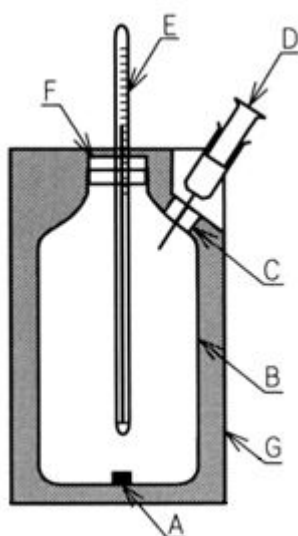
図 3.12.4 水銀捕集管の例 単位 mm



写真 3.12.1 水銀捕集管の例

3.12.3.2 試薬及び装置

- ・活性炭：840 μm 程度のもの
- ・緩衝液：中性りん酸塩 pH 標準液（JIS K 8802 に規定するもの）
- ・キャリアーガス：水銀を除去した空気又は不活性ガス
- ・水銀標準ガス：図 3.12.5 に水銀標準ガス調製装置の例を示す。容器に少量の水銀を入れ，一定温度の室内に 1 時間以上放置する。容器内の温度を温度計で読み取り，表 3.12.2 によって容器内の水銀濃度を求める。この一定量をガスタイトシリンジで採取し，水銀標準ガスとする。



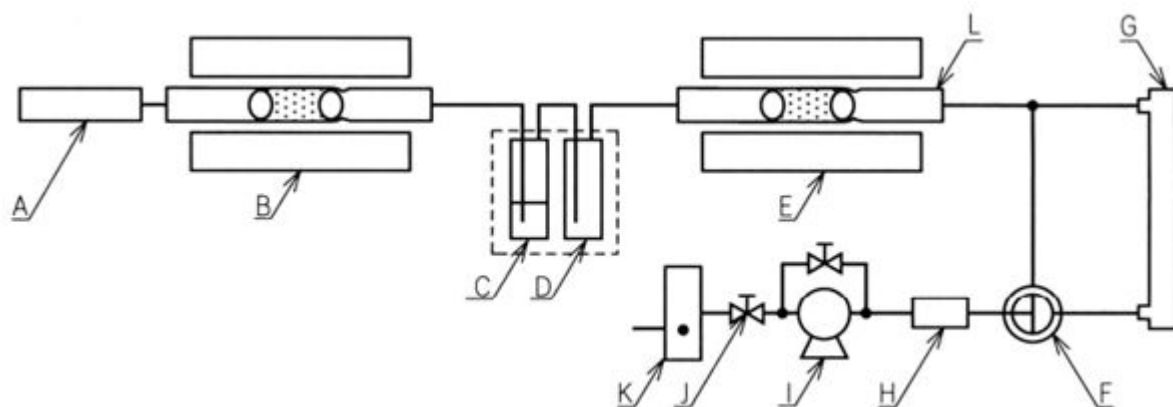
- A:水銀
- B:容器(500 ~ 1000 mL)
- C:シリコン栓
- D:ガスタイトシリンジ
- E:温度計(最小目盛 0.1)
- F:シリコン栓
- G:断熱材

図 3.12.5 水銀標準ガス調製装置の例

表 3.12.2 温度 - 飽和水銀濃度の例

温度 °C	水銀濃度 ng/mL
0.0	2.179
5.0	3.516
10.0	5.567
15.0	8.630
20.0	13.179

・装置：水銀除去フィルター，加熱気化炉，除湿瓶，ガス洗淨瓶，水銀再捕集炉，流路切換コック，吸収セル，吸引ポンプ，流量計，水銀除去装置，水銀再捕集管などによって構成する。装置の構成の例を図 3.12.6 に示す。

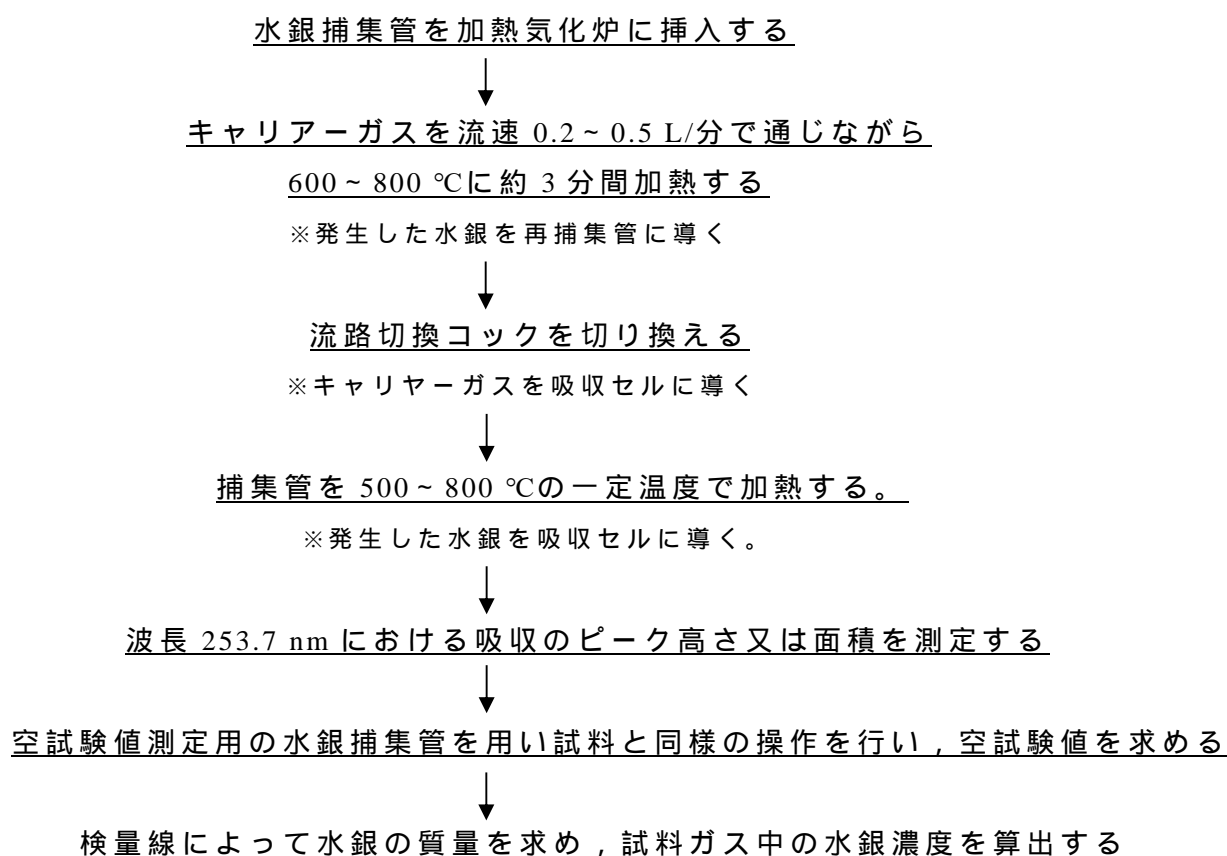


- A：水銀除去フィルター B：加熱気化炉 C：ガス洗淨瓶 D：除湿瓶
E：水銀再捕集炉 F：流路切換コック G：吸収セル H：水銀除去装置
I：吸引ポンプ J：流量調節コック K：流量計 L：水銀再捕集管

図 3.12.6 加熱気化装置の構成の例

3.12.3.3 分析操作

試料の分析操作は、次による。



3.12.3.4 検量線の作成

- ・水銀除去フィルターを外し、水銀標準ガス 0.1～10 mL をガスタイトシリンジで段階的にとり、吸引ポンプを作動させながら水銀捕集管に導き、水銀を捕集する。
- ・3.12.3.3 の操作を行う。
- ・標準ガスを導入した後、水銀除去フィルターを装着する。
- ・水銀の質量と測定値との関係線を作成し、検量線とする。検量線の作成は定量時に行う。

3.12.3.5 濃度の算出

水銀の濃度は次の式により算出する。

$$C = (A - A_0) \times \frac{1}{V_S}$$

- ここに
- C：水銀の質量濃度(μg/m³)
 - A：検量線から求めた水銀の質量(ng)
 - A₀：空試験値(ng)
 - V_S：標準状態の試料ガスの採取量(L)

3.12.4 連続測定法

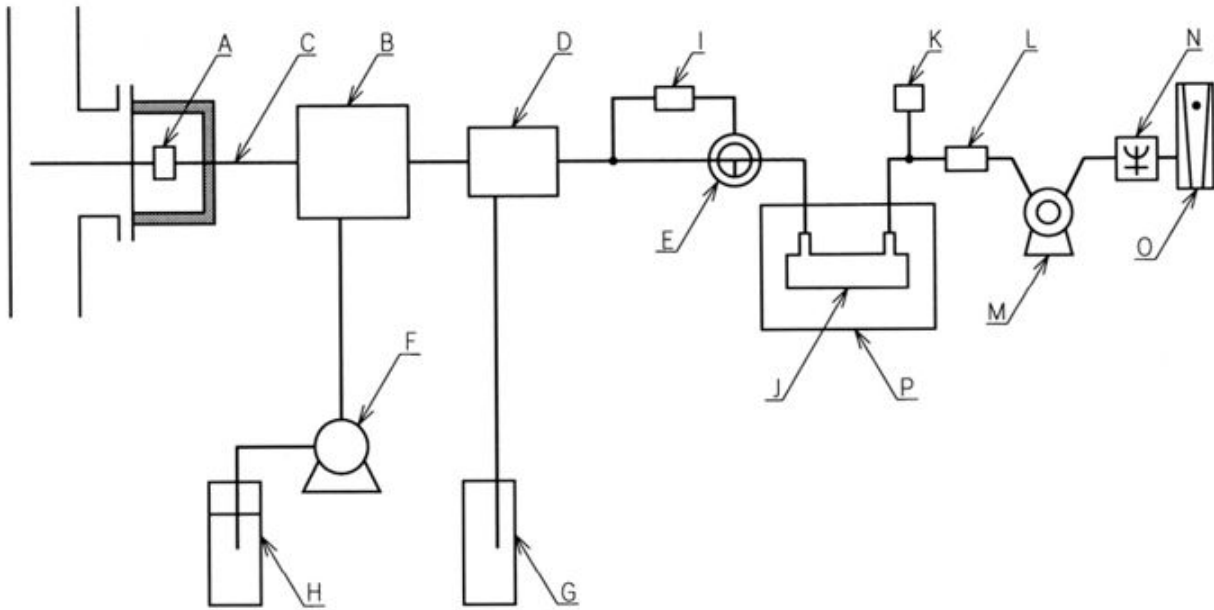
3.12.4.1 採取位置

- (1) 試料ガス採取の一般的な事項は JIS K 0095 による。流速の分布が均一な位置を採取位置に選ぶ。

3.12.4.2 装置

装置は試料採取部，還元気化部，気液分離部及び冷原子吸光装置で構成する。図 3.12.7 に連続測定装置の構成の例を示す。

- (1) 採取管：ほうけい酸ガラス，石英ガラス，チタン又はセラミック製とし，その先端または途中にシリカウールまたは無アルカリガラスウールのろ過材を詰め，排ガス中のダストへの水銀の吸着を防ぐために 200℃ 以上に加熱する。導管は排ガスからダストを除去した試料ガスを導くための管で，ふっ化エチレン樹脂製のもの。水分の凝縮を防ぐため，保温又は加熱し，水銀の吸着を防ぐため，なるべく短くする。
- (2) 還元気化部：ダストを除去した試料ガスと還元液を連続的に接触させ，試料ガス中の水銀を連続的に還元気化させるもので，反応生成物への水銀の付着や管の閉塞に注意する。
- (3) 気液分離部：気体と液体との分離及び除湿を行う。
- (4) 冷原子吸光装置：冷原子吸光装置は，光源としての低圧水銀放電管，石英ガラス製吸収セル，検出器及び圧力センサーによって構成する。
- (5) 還元剤溶液：精密分析用塩化すず(Ⅱ)二水和物 90 g を精密分析用又は有害金属測定用の硫酸(1+30)に溶かし，3 L とする。又は，JIS K 9502 に規定する L-アスコルビン酸 50 g に水 700 mL を加え，かき混ぜて溶し，水を加えて 1 000 mL としたもの。
- (6) 水銀標準ガス：水銀標準液を還元気化法によって気化させ，水銀を除去した空気希釈したガスを四ふっ化エチレン樹脂袋に採取する方法，還元容器に水銀標準液を連続的に定量注入しながら，同時に空気を通気する方法，3.12.3.2 の水銀標準ガスをシリンジで必要量採取し，四ふっ化エチレン樹脂袋に注入し、水銀を除去した空気希釈する方法で，必要な水銀標準ガスを調製する。空気の体積は標準状態での体積に換算する。
- (7) ゼロガス：3.12.3 の水銀捕集管，活性炭などを通して水銀を除去した空気。

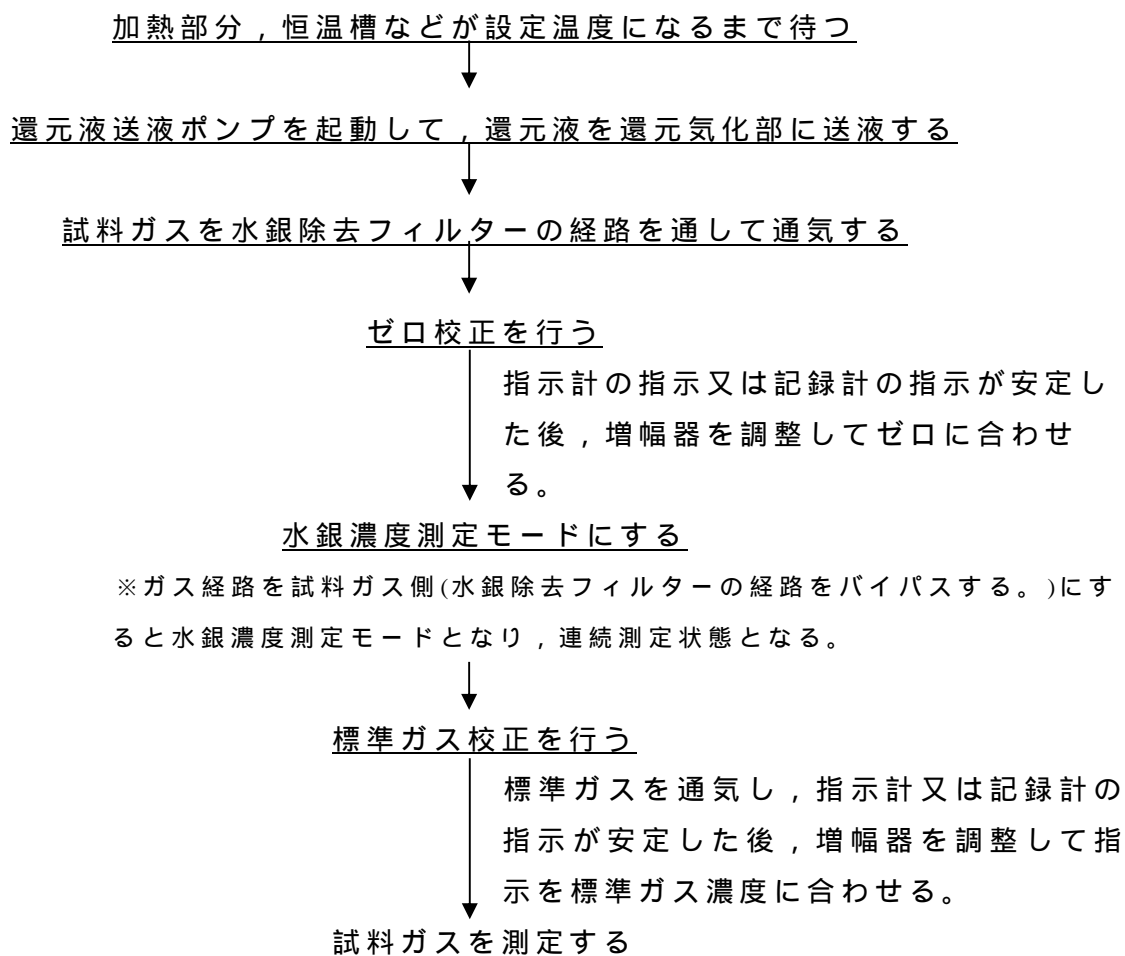


- | | | | |
|------------------|---------|----------|-------------|
| A：ろ過材 | B：還元気化部 | C：導管 | D：気液分離部 |
| E：流路切換コック | F：送液ポンプ | G：排液タンク | H：還元液タンク |
| I：ゼロガス用水銀除去フィルター | J：吸収セル | K：圧力センサー | L：水銀除去フィルター |
| M：空気ポンプ | N：流量調整器 | O：流量計 | P：恒温槽 |

図 3.12.7 連続測定装置の構成の例

3.12.4.3 操作

測定操作は次による。



3.12.4.4 記録計

記録計は連続濃度、任意の時間ごとの積分値又は平均濃度を記録する。

3.12.5 環境省告示法と改正に向けた取り組み

環境省告示第94号では、粒子状水銀とガス状水銀を並行して採取し、それぞれを定量して、排ガス中の濃度を求め、合算して全水銀とする。

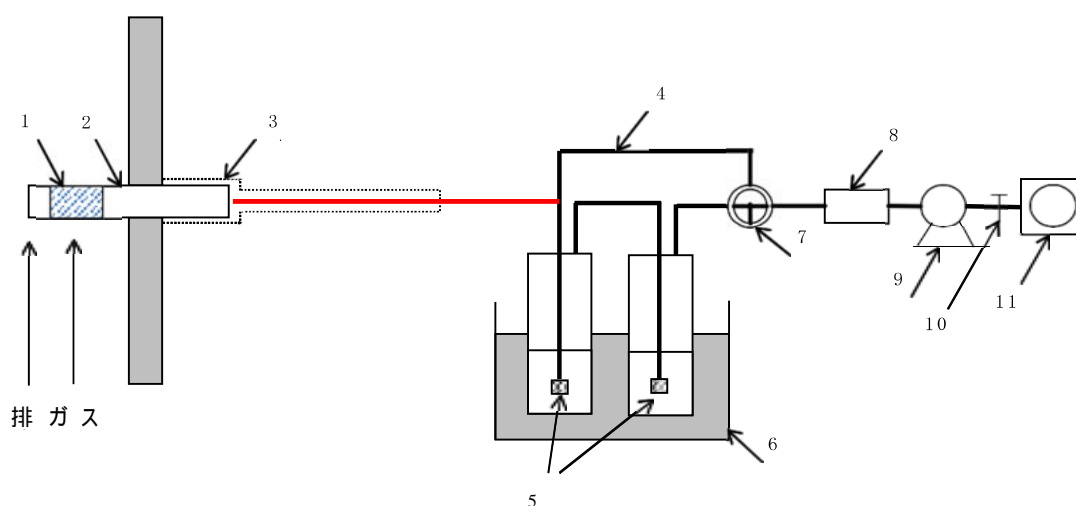
ガス状水銀及び粒子状水銀の試料採取は、可能な限り同じ開始時間とする。試料採取時の状況は、異常値や特異値が検出された際の測定結果の検証に必要な情報であるため、必ず記録する。

3.12.5.1 試料の採取

(1) ガス状水銀

a) 器具及び装置

試料採取に当たっては、JIS K 0095 の6(試料採取装置)に規定するほか、次のとおりとする。試料採取装置の構成の例を下図に示す。なお、器具及び装置は、5%硝酸で十分洗浄し、空試験によって測定に支障がないことを確認する。



- | | | | |
|---------|------------|-----------|--------|
| 1：ろ過材 | 2：採取管 | 3：保温ヒーター | 4：バイパス |
| 5：吸収液 | 6：冷却槽 | 7：流路切換コック | 8：乾燥管 |
| 9：吸引ポンプ | 10：流量調整コック | 11：流量計 | |

図 3.12.8 試料採取装置の構成の例

採取管や導管は、排出ガス温度に応じてほうけい酸ガラス、石英ガラス、四ふっ化エチレン樹脂製など水銀の付着しにくいものを用いる。吸収瓶は容量 250 mL のものを用い、0.5～1 L/分の流量でガスを吸引する。流量計には湿式又は乾式ガスメーターを用い、ガス流量を 0.1 L/分の単位まで測定できるものとする。

b) 採取方法

試料採取方法の一般的事項は、JIS K 0095 による。また、試料採取に当たっては、JIS K 0095 の 6.8 吸収瓶法(試料ガス量をガスメーターで計測する場合)によるほか、次のとおりとする。

- ・試料採取位置は流速の分布が均一な位置を選ぶ。
- ・あらかじめ 5% 硝酸及び水で洗浄し乾燥した吸収瓶に吸収液を 100 mL 入れ、冷却槽に入れて冷却する。吸収瓶は、ろ過型又は円筒ろ過型のバブラー付きのものが望ましい。採取に当たっては、吸収瓶は 2 本以上を直列に連結する。
- ・二酸化硫黄濃度の高い排出ガスや有機物の多い排出ガスでは、硝酸(5%) / 過酸化水素水(10%) 溶液などによる洗浄を行い、洗浄に用いた溶液についても水銀の定量を行う。
- ・排出ガスの洗浄を行う場合は、洗浄のための瓶と吸収瓶との間に空瓶を 1 本置く。
- ・最終の吸収液中の水銀濃度が、直前の吸収液中の水銀濃度の 5% 以下であること。また、2 本の吸収瓶では吸収能力が不足する場合、1 本目の吸収瓶の交換によって、吸収液の水銀吸収能力を維持してもよい。
- ・吸収流速を 0.5 ~ 1.0 L/分とし、吸引量は 100 L 程度とする。吸収液の過マンガン酸カリウムの色が消失するまで吸引してはならない。

(2) 粒子状水銀

a) 器具及び装置

JIS Z 8808 に基づき、等速吸引(相対誤差 -5 ~ +10% の範囲内)でダストをサンプリングする。器具及び装置は、あらかじめ 5% 硝酸で十分洗浄し、空試験によって測定に支障がないことを確認しておく。また、ダスト捕集器の位置は、JIS Z 8808 の 9.2(ダスト試料採取装置の構成)の 1 形とする。採取管及びダスト捕集器の温度を煙道の排出ガスの温度と同じにすることが可能な場合には、JIS Z 8808 の 9.2 の 2 形でもよい。

採取管は、排出ガス温度に応じてほうけい酸ガラス、石英ガラス、四ふっ化エチレン樹脂など水銀の付着しにくいものを用いる。吸引ノズルの内径は 4 mm 以上とし、あらかじめ 5% 硝酸で洗浄し、乾燥して保存する。

ダスト捕集器は、JIS Z 8808 の 9.3.1.2b(ダスト捕集器)に規定するろ紙を用いるダスト捕集器とし、ろ紙には、JIS K 0901 に規定する気体中のダスト試料捕集用ろ過材の性能試験方法によって捕集率、圧力損失、吸湿率、加圧強度及び JIS K 0901 の 5.6 において規定された金属の含有量が明らかなものを選定する。

採取管から吸収瓶までの器具を装着した状態で、10 ~ 40 L/分の流量で排出ガスを吸引することができるポンプ、排出ガスの流量を 10 ~ 40 L/分の範囲で 0.1 L/分まで測定できる湿式または乾式ガスメーターを用いる。

b) 採取方法

試料採取方法の一般的事項は、JIS K 0095 による。また、試料の採取方法は、JIS Z 8808 の 10(ダスト試料の採取方法)の規定によることとし、1000 L 程度以上採取する。

- ・試料の採取位置は代表的な性状のガスが採取できる位置とし、JIS Z 8808 の 5(測定位置、測定孔及び測定点)に規定する測定点のうち、可能な限り平均流速に近い地点(等速吸引が可能な地点)とする。

- ・JIS Z 8808 に準じて、測定点における排出ガス流速を計算し、試料ガスの採取量及び採取時間を考慮して吸引流量を算出する。また等速吸引となるようにノズルの内径を決定する。

- ・採取装置の漏れ試験は採取管のノズルの口をふさいで吸引ポンプを作動させ、ガスメーターの指針が停止していることを確認し、記録する。

- ・採取管のノズルを、排出ガスの流れと逆向きにして測定孔から測定点まで挿入し、ガスメーターの指示値を読み取る。吸引ポンプの作動とともに採取管のノズル方向を排出ガスの流れに正しく直面させ、等速吸引によって排出ガスを吸引する。

- ・採取管のノズルから吸引するガスの流速は、測定点の排出ガス流速に対して相対誤差 -5 ~ +10 % の範囲内とする。等速吸引を行っているうちに吸引流量が低下し、等速吸引が困難な場合には、吸引を一時停止し、捕集部のろ過材などを交換する。

- ・試料採取中少なくとも 1 回は、試料採取点の酸素濃度と採取装置のポンプ出口の酸素濃度とに差がないことにより漏れがないことを確認し、結果を記録しておく。また、フィルター捕集部のろ過材の交換などでラインが外された場合には、復帰後に必ず行う。

- ・試料ガスの必要量を採取した後、採取管のノズルを再び排出ガスの流れと逆向きにして吸引ポンプを停止し、ガスメーターの指示値を読み取った後、採取管を取り出す。

なお、ダクト内が負圧の場合は、吸引ポンプを作動させたまま速やかに採取管をダクト外に取り出し、ポンプを停止する。

3.12.5.3 分析試料の調製

(1) ガス状水銀

a) 試薬

試薬は必要に応じ、有害金属分析用又は精密分析用の試薬と水 A4(又は A3)を用い、硫酸(1 + 1)、過マンガン酸カリウム溶液(50 g/L)、塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(200 g/L)、塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(20 g/L)、硝酸(5 %) (洗浄用)を調製する。

b) 器具及び装置

分析試料の調製に当たっては、500 mL フラスコ、還流冷却器を用いる。なお、器具及び装置は、5 % 硝酸で十分洗浄し、空試験によって測定に支障がないことを確認す

る。

3.12.5.4 操作

(1) ガス状水銀

試料ガスを通じた吸収液を吸収瓶(空瓶を含む。以下同じ)ごとに別々のフラスコに移す。吸収瓶を少量の塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(20 g/L)及び水で洗浄し、それぞれのフラスコに加える。試料採取に用いた採取管、導管及び吸収瓶について、5%硝酸で洗い、それぞれのフラスコに加える。以下、フラスコごとに操作を行う。

還流冷却器を取り付け、突沸を避けながら静かに加熱し、1時間煮沸する。この間に、過マンガン酸カリウムの色が消失する場合には、温度を約60℃に下げ、過マンガン酸カリウム溶液(50 g/L) 2 mLを加え、再び煮沸し、過マンガン酸カリウムの色が約10分間残るまでこの操作を繰り返す。温度を40℃以下に冷却する。試料ガス中に有機物を含まない場合には、この操作は省略できる。

溶液を振り混ぜながら塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(200 g/L)を滴加し、過剰の過マンガン酸カリウムを分解する。冷却後、溶液を全量フラスコ 300 mLに移し、水を標線まで加え、分析用試料溶液とする。

分析用試料溶液に用いたものと同量の吸収液について、同様な操作を行い、空試験用溶液とする。

(2) 粒子状水銀

以下の方法により、ろ紙全量を湿式酸分解して分析用試料溶液とする。加熱気化・原子吸光法を用いる場合は、分析用試料溶液の調製を省略できる。

- ・ろ紙を分解フラスコに入れ、水を加えて約50 mLとする。
- ・分解フラスコを冷水で冷やししながら、硝酸 20 mLを少しずつ加え、静かに混合した後、硫酸(1+1)20 mLを少しずつ加える。
- ・フラスコ内の反応が止むまで冷水中で放置した後、過マンガン酸カリウム溶液(30 g/L)20 mLを加えて振り混ぜ、室温で約15分間放置する。
- ・過マンガン酸カリウムの色が消えたときは、溶液の赤紫色が15分間持続するまで、マンガン酸カリウム溶液(30 g/L)を少量ずつ加える。
- ・ペルオキシ二硫酸カリウム溶液(50 g/L)10 mLを加え、約95℃以上の水浴中に分解フラスコ溶液部分を浸して2時間加熱する。

(注)この加熱操作中に過マンガン酸の色が消えた場合は過マンガン酸カリウム溶液(30 g/L)を追加してもよい。

・液温を約40℃とし、尿素溶液(10g/L)10mLを加え、溶液を振り混ぜながら、塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(20g/L)を滴加し、過剰の過マンガン酸カリウムを分解する。

・これをガラス繊維又はガラス繊維ろ紙でろ過し、全量フラスコ 200 mLに入れ、水を標線まで加え、これを分析用試料溶液とする。

3.12.5.5 濃度測定

(1) ガス状水銀

a) 試薬

試薬は必要に応じ、有害金属分析用又は精密分析用の試薬と水 A4(又は A3)を用い、硫酸(1+35)、塩化すず(II)溶液、水銀希釈用溶液、水銀標準液(100 mg/L)を調製する。

b) 器具及び装置

原子吸光分析装置又は水銀用原子吸光分析装置を用いる。流量計は 0.5～3 L/分の流速が測定できるもの。

c) 操作手順

- ・分析用試料溶液の適量を還元容器にとり、硫酸を試料に添加する。
- ・上記溶液の 1/20 量の塩化すず(II)溶液を手早く添加し、空気ポンプを作動させてあらかじめ設定した最適流速で空気を流し、発生した水銀を吸収セルに導く。
- ・波長 253.7 nm における吸収を測定する。
- ・空試験溶液について、分析用試料溶液採取量と同量の溶液をとり、上記と同様の操作を行って吸収の指示値を求め、試料について得られた指示値を補正する。
- ・検量線を用いて試料中の水銀の質量を求め、試料ガス中の水銀濃度を式 1 によって算出する。

$$C = A \times \frac{v}{v_1} \times \frac{1}{V_S} \quad \text{式 1}$$

C：水銀の質量濃度(μg/m³)

A：検量線から求めた水銀の質量(ng)

v：分析用試料溶液の体積(mL)

v₁：分取した分析用試料溶液の体積(mL)

V_S：試料ガス採取量(0℃, 101.32 kPa) (L)

d) 検量線の作成

水銀標準液を段階的に還元容器にとり、水銀分析に使用した試料溶液量と同量の水及び硫酸を添加し、試料分析と同様の操作を行う。使用した水及び硫酸についても空試験値を求め、指示値を補正する。補正された指示値と水銀の質量との関係線を作成し、検量線とする。検量線の作成は試料測定時に行う。

(2) 粒子状水銀

粒子状水銀の濃度の測定方法には、3.12.5.5(1)に準じた方法又は加熱気化・原子吸光法を用いる。ただし、加熱気化・原子吸光法の場合は、粒子状水銀が付着したろ紙全量を用いて測定する。

3.12.5.6 水銀等の濃度の算出

- ・ガス状水銀及び粒子状水銀の濃度を合算する。
- ・酸素の濃度による補正が必要な場合には，式2によって所定の酸素の濃度に換算したものを濃度とする。

$$C = \frac{(21 - O_n)}{(21 - O_s)} \times C_s \quad \text{式 2}$$

C ：酸素の濃度 O_n における水銀濃度(0°C，101.32 kPa) ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)

O_n ：施設ごとに定める標準酸素濃度(%)

O_s ：排出ガス中の酸素の濃度(%)。ただし，排出ガス中の酸素の濃度が 20 % を超える場合は， $O_s = 20$ とする。

C_s ：排出ガス中の実測水銀濃度(0 °C，101.32 kPa) ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)

表 3.12.3 施設ごとに定める標準酸素濃度

施設の種類	O_n (%)
一の項，二の項(石炭燃焼ボイラー等)	6
七の項(セメント製造施設)	10
八の項，九の項(廃棄物焼却炉等)	12

(注) 「施設の種類」は，大気汚染防止法施行規則別表第三の三に掲げる項を示す。

上表に記載のない項に掲げる施設については，酸素濃度補正は不要。

・濃度については，ガス状水銀及び粒子状水銀それぞれについて，有効数字 2 桁として 3 桁目以降を切り捨て，検出下限未満の場合には，検出下限未満であったことを表示する。ただし，表示する桁は，試料ガスにおける検出下限の桁までとし，それより下の桁は表示しない。なお，試料ガス採取量については，JIS Z 8401 の規定によって数字を丸め，有効数字 3 桁で表示する。

・検出下限については，ガス状水銀及び粒子状水銀それぞれについて JIS Z 8401 の規定によって数値を丸め，有効数字 1 桁で表示する。

3.12.5.7 検出下限及び定量下限

a) 分析装置の検出下限及び定量下限

最低濃度の検量線作成用標準液を測定し，定量する。この操作を 5 回以上繰り返し，得られた測定値から式 3 により標準偏差を求め，その 3 倍を装置の検出下限，10 倍を装置の定量下限とする。ここでは，測定値の丸めを行わずに標準偏差を算出し，得られた検出下限は，有効数字 1 桁で表し，定量下限は検出下限と同じ桁まで丸める。

ここで得られた装置の検出下限が，1 ng より大きいときには，器具，機器などを確認して，この値以下になるよう調節する。

$$S = \sqrt{\frac{\sum(X_i - X)^2}{(n - 1)}} \quad \text{式 3}$$

S ：標準偏差

X_i ：測定値 (ng)

X ：測定値の平均値 (ng)

n ：測定回数

b) 測定方法の検出下限及び定量下限

試料ガスを通じず 3.12.5.4(1)までの操作を行った吸収液及び試料ガスを通じず 3.12.5.4(2)までの操作を行ったろ紙に式 4 によって算出した量の水銀溶液を添加し，測定に用いるのと同量調製し，それぞれ 3.12.5.5 により測定する。この操作を 5 回以上繰り返し，得られた測定値から式 3 により標準偏差をガス状水銀及び粒子状水銀についてそれぞれ求め，その 3 倍を測定方法の検出下限，10 倍を測定方法の定量下限とする。ここでは，測定値の丸めを行わずに標準偏差を算出し，得られた検出下限は有効数字 1 桁で表し，定量下限は検出下限と同じ桁まで丸める。

$$Q = QL' \times \frac{v}{v_i} \quad \text{式 4}$$

Q ：水銀の添加量 (ng)

QL' ：分析装置の定量下限 (ng)

v ：測定用試料の液量 (mL)

v_i ：分析装置への注入量 (mL)

c) 試料ガスにおける検出下限及び定量下限

試料ガスにおける検出下限及び定量下限は，試料ガスの採取量などによって異なってくるため，式 5 及び式 6 によってガス状水銀及び粒子状水銀についてそれぞれ試料ごとに求める。

$$C_{DL} = DL \times \frac{v}{v_i} \times \frac{1}{V_s} \quad \text{式 5}$$

$$C_{QL} = QL \times \frac{v}{v_i} \times \frac{1}{V_S} \quad \text{式 6}$$

C_{DL} : 試料ガスにおける検出下限(0°C, 101.32 kPa) ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)

C_{QL} : 試料ガスにおける定量下限(0°C, 101.32 kPa) ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)

DL : 測定方法の検出下限 (ng)

QL : 測定方法の定量下限 (ng)

v : 測定用試料の液量 (mL)

v_i : 分析装置への注入量 (mL)

V_S : 試料ガスの採取量(0°C, 101.32 kPa) (L)

3.12.5.8 空試験

空試験は、捕集剤、吸収液、前処理時等に使用する試薬などの汚染のレベルを確認する空試験(以下「操作ブランク試験」という。)と試料ガス採取及び試料の運搬における汚染を確認するための空試験(以下「トラベルブランク試験」という。)の2種類とする。

(1) 操作ブランク試験

操作ブランク試験は、測定用試料の調製又は分析装置への導入操作などに起因する汚染を確認し、測定に支障のない測定環境を設定するために行うものである。試料採取用と同一ロットの捕集剤及び吸収液を用意し、3.12.5.3 から 3.12.5.5 の操作を試料と同様に行う。

この試験は、試薬のロットが変わるときなど一定の周期で定期的に行う。

(2) トラベルブランク試験

トラベルブランク試験は、試料ガス採取準備時から採取試料の運搬までの汚染の有無を確認するためのものであり、採取操作以外は試料と全く同様に扱い、持ち運んだものについて、3.12.5.3 から 3.12.5.5 の操作を試料と同様に行う。

この試験は、試料採取から採取試料の運搬までに汚染が考えられる場合(電気集じん機で集められた灰などによる汚染)には必ず行わなければならないが、それ以外の場合には、汚染防止が確実に行われていることが確認できれば毎回行わなくてもよい。

トラベルブランク試験を行う場合には、少なくとも3 試料以上行い、その結果の平均値(e)を求めて、次のように測定値の補正を行う。

1) トラベルブランク試験の結果の平均値(e)(以下「トラベルブランク値(e)」という。)が操作ブランク試験の結果(a)(以下「操作ブランク値(a)」という。)と同等(等しいか、小さい)とみなせる(e = a)ときには、移送中の汚染は無視できるものとする。

2)トラベルブランク値(e)が操作ブランク値(a)より大きい($e > a$)場合には、次のようにする。

・トラベルブランク値(e)が、試料の測定値(d)以下であり($e \leq d$)、測定値(d)がトラベルブランク試験結果の標準偏差の10倍から算出した濃度値(f)以上($d \geq f$)の場合には、測定値(d)からトラベルブランク値(e)を差し引いて濃度を計算する。

・測定値(d)がトラベルブランク試験結果の標準偏差の10倍から算出した濃度値(f)より小さい($d < f$)、又はトラベルブランク値(e)が試料の測定値(d)より大きい($e > d$)場合には、測定の信頼性に問題があるため、通常欠測扱いとする。このような場合には、汚染の原因を発見して取り除いた後、再度試料ガスの採取を行う。

3.12.6 環境省告示法の見直し、JIS K 0222 改正のポイント

環境省告示法の見直し、JIS K 0222 改正に共通するポイントは、粒子状水銀とガス状水銀の一括サンプリングである。これまでの JIS K 0095 に基づくガス状物質のサンプリングでは排ガス採取流量を 1 L/分前後としているのに対し、JIS Z 8808 のダストのサンプリングでは、等速吸引、ならびにノズルの最小径を 4 mm としているため吸引ガス量はガス状物質のサンプリング流量を大きく上回ることが多く、ガスと粒子を一括でサンプリングするには流量の整合がとれなかった。また、ガス状物質の吸収液は 250 mL の吸収瓶に 100 mL 程度の吸収液であったため、ここにダストサンプリングの排ガス量を通させると吸収効率の低下、吸収液のキャリーオーバーなどを引き起こし、吸収操作そのものが困難となるものであった。欧米では大型の吸収瓶を用いて、ダストのサンプリングとガス状物質のサンプリングを一括で行うメインストリームサンプリングが主流であり、また欧州ではダストサンプリングの吸引流量とガス状物質の吸引流量が整合しない場合に、ダストを除いた排ガスの一部を吸収液に導くサイドストリームサンプリングが規定されている。そのため、我が国においてもメインストリームサンプリング、及びサイドストリームサンプリングを規定し、粒子状水銀とガス状水銀を同時に一括でサンプリングできるよう検討が行われている。具体的には、吸収瓶の大きさ、吸収液の濃度や量、吸収を妨害する物質をあらかじめ除去する前処理とそこで捕集された水銀の定量方法などが改正される見込みである。

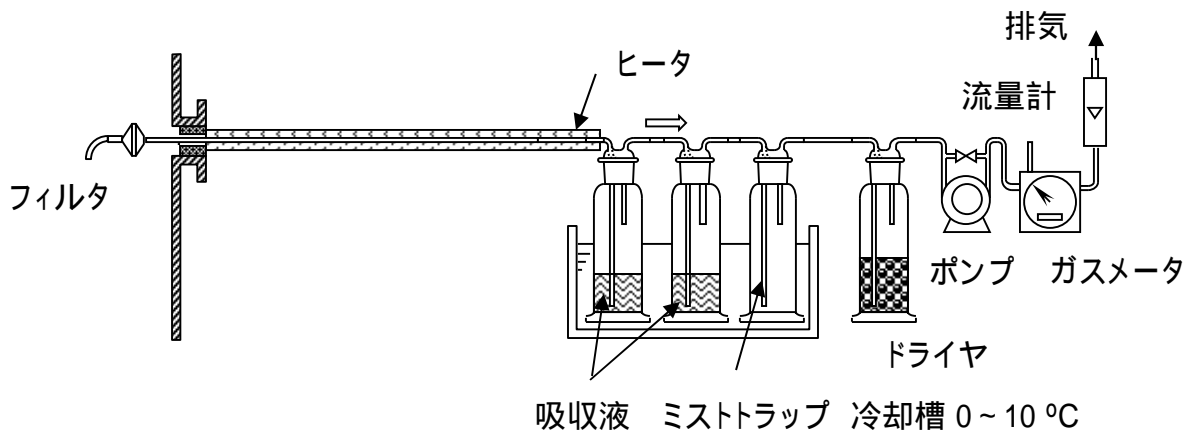


図 3.12.9 メインストリームサンプリングの構成の例

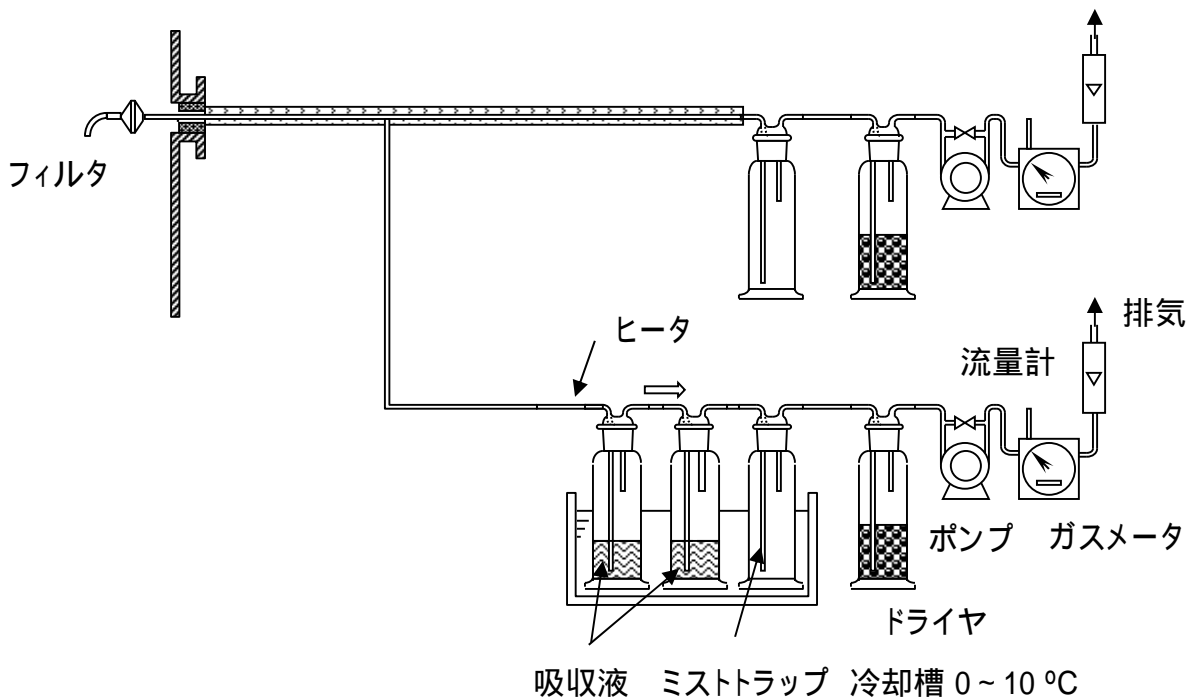


図 3.12.10 サイドストリームサンプリングの構成の例

さらに、JIS K 0222 の金アマルガム法は元素状水銀蒸気を測定するものであるが、ISO ではガス状全水銀の測定に対応するため、サンプリングノズル直後でガス状 2 価水銀をガス状金属水銀に還元する方法、ならびにダストの捕集と組み合わせた粒子上水銀とガス状水銀を合わせた全水銀の測定法に拡張した方法が審議されている。JIS K 0222 の改正の際には、ISO 規格に整合した方法に改正をされると考えられる。また、排ガス中のガス状全水銀の自動分析計は JIS B 7994 排ガス中の水銀濃度自動計測器が規定されている。JIS B 7994 はガス状 2 価水銀を乾式で還元する方法に基づくもので

あるが、JIS K 0222 に規定されていた自動分析計は湿式の還元である。JIS K 0222 の改正に当たり、自動分析計は B シリーズに移行することとなり、JIS B 7994 に統合される方向で審議中である。

3.13 排ガス中の酸素分析方法（JIS K 0301）2016年

3.13.1 分析方法の種類及び概要

排ガス中の酸素を測定するための分析方法，概要及び定量範囲を表 3.13.1 に示す。

表 3.13.1 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		
	要旨	試料採取	定量範囲（体積分率）
ガス吸収法（オルザット式） ¹⁾	試料ガス中の酸素を酸素吸収液によって吸収させ，試料ガスの体積の減少量から試料ガス中の酸素濃度を求める。	直接採取	0.2～25% ²⁾
		捕集バッグ	0.2～25%
ガスクロマトグラフ法	熱伝導度検出器（TCD）又は光イオン化検出器（PID）を備えたガスクロマトグラフを用い，絶対検量線法によって酸素濃度を求める。	注射筒法，捕集バッグ法又は捕集瓶法による。 試料ガス採取量： 100 mL～10 L 程度	TCD：0.1～20% PID：0.1～20%
自動計測法	a) 磁気式 b) 電気化学式	捕集バッグ法又は連続測定	0～5% 0～10% 0～25%

濃度の概略値を簡便に求める場合，測定条件が合えば検知管法を用いる方法もある。

（JIS 附属書 A 参照）

注 ¹⁾ 酸素吸収液は，試料ガスに含まれる二酸化炭素も吸収するため，酸素の測定前に二酸化炭素吸収液を用いて二酸化炭素を吸収させて除き，試料ガスの体積の減少量を測定しておく必要がある。

²⁾ 酸素と二酸化炭素との合計の体積である。

3.13.2 試料ガス採取方法

3.13.2.1 ガス吸収法（オルザット式）の場合

JIS K 0095 に例示する図 3.13.1 の方法によって，吸引ポンプ又はスプレー用二連球によって吸引する試料ガスを直接分析装置に送り込む。

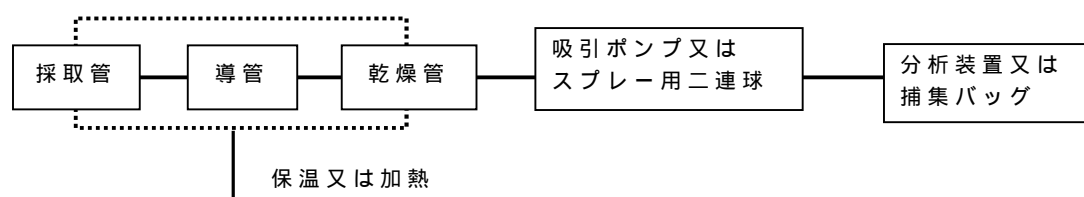


図 3.13.1 試料ガス採取方法の例

3.13.1.2 ガスクロマトグラフ法の場合

試料ガスの採取方法の種類は注射筒法，捕集バッグ法及び捕集瓶法がある（第4章、JIS K 0095 参照）。ここでは捕集瓶法を紹介する。

捕集バッグ法は 3.3 排ガス中の一酸化炭素分析方法を参照。

(1) 捕集瓶

試料ガスをガスの状態で捕集するガラス製の容器で、コックが二つ付いた流通採取用捕集瓶（300～500 mL）又はコックが一つ付いた真空採取用捕集瓶（100～1000 mL）とする。

(2) 試料ガスの採取操作

図 3.13.2 に例を示すガス捕集瓶に、その容量の 10 倍以上のガスを通過させた後に採取するか、又はガス捕集瓶をあらかじめ真空ポンプを用いて真空にしておき、これに試料ガスを導入して採取する。このとき、試料ガス採取管は、採取前に試料ガスで十分に置換しておく。

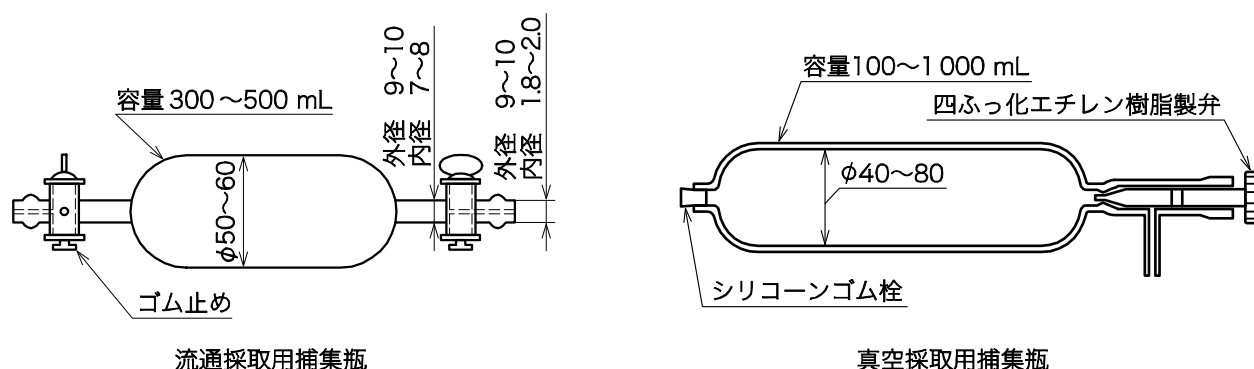


図 3.13.2 試料ガス採取装置（捕集瓶法）の例

3.13.3 定量方法

3.13.3.1 オルザット式分析装置

(1) 試薬

水，塩化ナトリウム，塩酸，メチルオレンジ，水酸化カリウム，ピロガロール

(2) 試薬溶液の調製

- a) 封液：水 200 mL に塩化ナトリウム 44 g を溶かし，これに塩酸(2+98)2 mL を加え，メチルオレンジ溶液 1～2 mL を加えて赤色に着色したもの。
- b) メチルオレンジ溶液：水 100 mL にメチルオレンジ 1 g を溶かす。
- c) 塩酸(2+98)：塩酸 2，水 98 の割合で混合したもの。
- d) 吸収液
 - 1) 二酸化炭素吸収液：水 200 mL に水酸化カリウム 60 g を溶かしたもの。
 - 2) 酸素吸収液：水 100 mL に水酸化カリウム 60 g を溶かしたものと，水 100 mL にピロガロール 12 g を溶かしたものとを等体積ずつ吸収ピペット内に混合して用いる。

(3) オルザット式分析装置の構成

a) ガスビュレット及び水準瓶

ガスビュレットは図 3.13.3-1 に示すような容量 100 mL のガラス製で 0~25 mL の間は 0.1 mL ごとに目盛を刻み, 1 mL ごとに目盛を示す数字を記入したもので, 外側に水ジャケット管を取り付ける。ガスビュレットと水準瓶は図 3.13.3-2 に示すように約 1 mL のゴム管で連結し, ビュレットを台に固定して分配管(S)と接続する。水準瓶は 250 mL 以上の容量のガラス瓶を用い, この中に封液を約 200 mL 入れる。

b) ガス吸収ピペット

ガス吸収ピペットは図 3.13.3-3 に示すような 2 連瓶で, 一方のガス接触部に細いガラス管を充てんした約 200 mL のものとする。図 3.13.3-2 に示す吸収ピペット(C)に二酸化炭素吸収液を約 180 mL 入れ, コック(c)と接続する。同じく吸収ピペット(D)には酸素吸収液を約 180 mL 入れ, コック(d)と接続する。次に吸収ピペットの後方側とゴム袋(R)を付けた連結管とそれぞれ接続する。

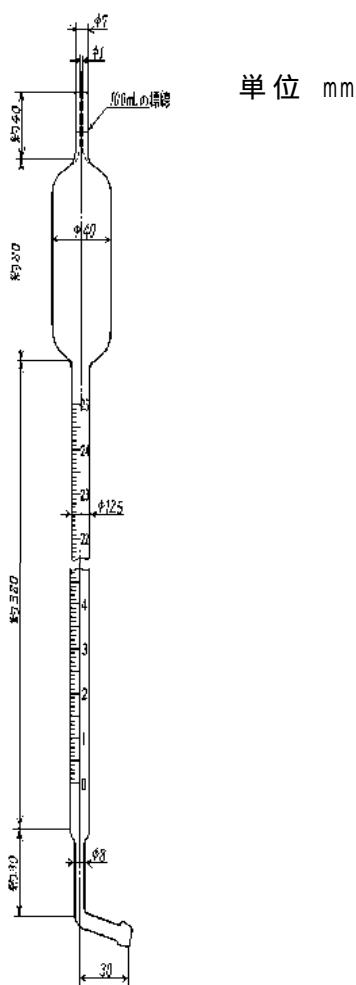
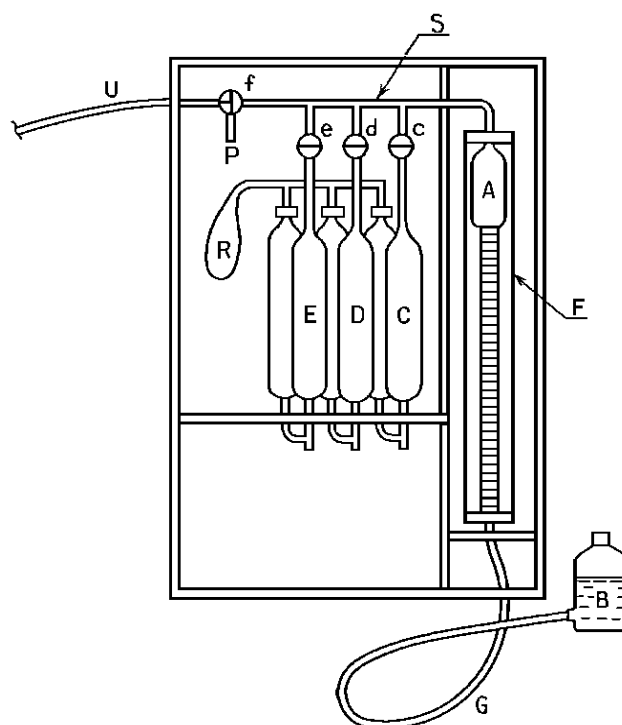


図 3.13.3-1

オルザット式ガスビュレットの例



- | | |
|----------------|------------------------|
| A: ガスビュレット | P: 吐出管 |
| B: 水準瓶 | R: ゴム袋 |
| C: 二酸化炭素吸収ピペット | S: 分配管(内径 1~1.2mm の毛管) |
| D: 酸素吸収ピペット | U: 導管(内径 1~1.2mm の毛管) |
| E: 一酸化炭素吸収ピペット | c,d,e: 二方コック |
| F: 水ジャケット管 | f: 三方コック |
| G: ゴム管 | |

図 3.13.3-2

オルザット式分析装置の例

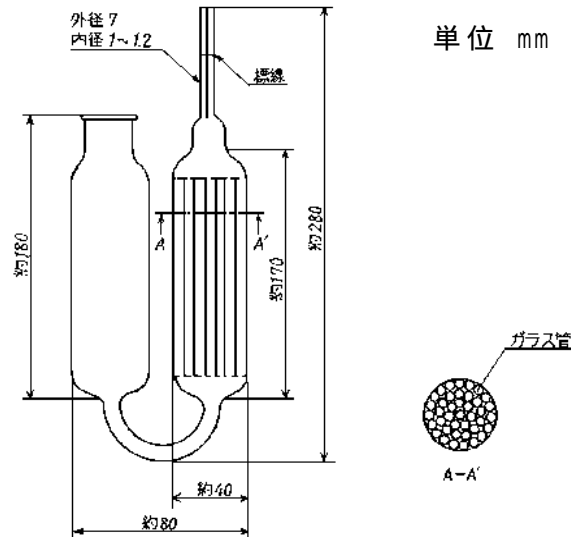


図 3.13.3-3 オルザット式ガス吸収ピペットの一例

(4) オルザット分析操作

操作手順の概要を次に示す。

標線合わせ

分析用試料ガスの採取

二酸化炭素の吸収

酸素の吸収

濃度の計算

a) 標線合わせ（図 3.13.3-2 参照）

f を開き [⊕], B を上げて A 中の空気を追い出して

f を閉じる [⊕]

B を下げつつ c を開いて吸収液の液面を C の標線に合わせて

c を閉じる。D についても同様に行う

f を開き [⊕], B を上げて A の標線に封液の液面を合わせて、

f を閉じる [⊕]

b) 分析用試料ガスの採取（図 3.13.3-2 参照）

オルザット式分析装置の導管に接続された状態のまま B を下げ、
f を開いて [⊖], A に試料ガス約 100 mL を採取し、
捕集バッグのコックを閉じた後、f を閉じる [⊕] (1)

B を上げた後、f を P 側に開いて [⊕],
1 回目の試料ガスを追い出し、S 中の空気を試料ガスと置換する(2)

(1)、(2)の操作を繰り返し、S 内の空気を完全に試料ガスと置換する(3)

(1)、(2)と同様な操作で試料ガスを A に 100 mL よりやや過剰に採取して
f を閉じる [⊕] (4)

B の高さを調節して A のゼロ目盛に封液面を合わせ、
G を指で押さえるなどして f を開き [⊕],
過剰の試料ガスを追い出して、速やかに f を閉じる [⊕]
G を押さえていた指を離す(5)

A の封液面と B の封液面と同一のレベルにして
A の目盛を 0.1 mL の単位まで読み取る(6)
1 回の操作で追出し不十分なときは、この操作を繰り返す

c) 二酸化炭素の吸収 (図 3.13.3-2 参照)

B を上げ、c を開いて試料ガスを C に送り込み、
B を上下して試料ガスを C と A の間を数回往復させ、
二酸化炭素を吸収させる(1)

吸収後、B を下げ、
二酸化炭素吸収液の液面を C 上部の標線に合わせて c を閉じ、
A の封液面と B の封液面を同一レベルにして
吸収されずに残った試料ガス体積を測定し、
試料ガス体積の減少量を求める(2)

(1)の操作では吸収が不十分な場合があるので、
試料ガス体積の減少が認められなくなるまで(1)、(2)の操作を繰り返す(3)

この吸収による試料ガス体積の減少量 a mL を求める(4)

d) 酸素の吸収（図 3.13.3-2 参照）

二酸化炭素による吸収減少量を読み取る

B を上げ，d を開いて，試料ガスを D に送り込み，
二酸化炭素の吸収と同様に操作を行う

吸収後の全減少量 b mL を求める

e) 酸素濃度の算出

次の式によって試料ガス中の酸素濃度（体積分率）を算出する。

$$C = \frac{b - a}{V} \times 100$$

C：酸素濃度（%）

a：二酸化炭素吸収後のガス体積減少量(mL)

b：酸素吸収後のガス体積の全減少量(mL)

V：採取した試料ガス量(mL)

なお，二酸化炭素濃度は次の式によって求めることができる。

$$C' = \frac{a}{V} \times 100$$

C'：二酸化炭素濃度（%）

3.13.3.2 ガスクロマトグラフ法

(1) 装置及び器具

a) 試料導入器具及び装置

3.3 一酸化炭素分析方法の 3.3.3.1(1)a)による。

b) カラム

カラムの例を表 3.13.2 に示す。

表 3.13.2 カラムの例

カラムの種類	カラム充填剤 ^{a)}		管	
	固定相	担体の粒径 μm	内径 mm	長さ m
充填カラム	合成ゼオライト 13X 形(Na 塩) 又は合成ゼオライト 5A 形(Ca 塩)	150 ~ 500	1 ~ 5	0.5 ~ 6
吸着形キャピラリーカラム	合成ゼオライト 5A 形 (Ca 塩)		0.32 ~ 0.53	30 ~ 50

注^{a)} 合成ゼオライトには，モレキュラシーブ 13X 及びモレキュラシーブ 5A がある。

- c) 検出器 熱伝導度検出器（TCD）又は光イオン化検出器（PID）を用いる。放電型の光イオン化検出器には、ヘリウムプラズマ光イオン化検出器（HPID）、バリア放電光イオン化検出器（BID）などの種類がある。ランプ式光イオン化検出器は使用できない。
- d) キャリヤーガス及び検出器用ガス
キャリヤーガス及び各検出器に用いるガスを表 3.13.3 に示す。

表 3.13.3 キャリヤーガス及び各検出器に用いるガス

検出器	キャリヤーガス	付加ガス	検出器用ガス
TCD	He, N ₂ , H ₂ 又は Ar	キャリヤーガス と同種のもの(必要 な場合)	.
PID	純度 99.999 9 % 以上の He	.	キャリヤーガス と同種のもの

(2) ガスクロマトグラフの操作条件

a) 試料導入部の条件

設定条件は次の条件の範囲内で最適な状態に設定する。

- 1) ガスタイトシリンジによる場合 試料導入部温度は、50～200 程度に設定する。試料注入量は、0.1～3 mL 程度とする。キャピラリーカラムを使用する場合はカラムの内径に応じて適宜スプリット注入を行う。
- 2) 気体試料導入装置による場合 試料導入部温度及び気体試料導入装置の設定温度は、室温程度に設定する。カラム温度が試料導入部及び気体試料導入装置の温度に影響を与える場合は、200 程度まで設定してもよい。試料注入量は、0.1～3 mL 程度とする。キャピラリーカラムを使用する場合はカラムの内径に応じて適宜スプリット注入を行う。

b) 操作条件の例

操作条件はカラムの分離性能が十分発揮できるカラム温度及びキャリヤーガス流量とする。特に光イオン化検出器を使用する場合は共存物質の影響を受けやすいため、アルゴンと酸素との間で十分なピークの分離を確保しておく必要がある。操作条件の例を、表 3.13.4 に示す。

表 3.13.4 操作条件の例

カラムの種類	分析条件		
	カラム温度	キャリアーガス ^{b)}	流量 mL/min
充填カラム ^{a)}	50 ~ 40 ^{c)}	He, N ₂ , H ₂ 又は Ar	5 ~ 60
吸着形キャピラリーカラム	0 ~ 40 ^{d)}	He, N ₂ , H ₂ 又は Ar	2 ~ 10

注^{a)} 流量 5 ~ 15 mL/min, 内径 2 mm 以下のものはマイクロパックドカラムとも呼ばれている。
^{b)} 検出器が PID の場合, キャリヤーガスはヘリウムを使用する。
^{c)} 3 m カラムの場合, 50 程度でアルゴンと酸素とが分離できる。
^{d)} 30 m カラムの場合, 0 程度でアルゴンと酸素とが分離できる。

c) 検出器の操作条件

操作条件は下記の表の条件の範囲内で最適な状態に設定する。

表 3.13.5 検出器の操作条件

検出器	カラム	検出器温度	検出器ガス流量	助燃ガス流量	付加ガス流量
TCD	充填カラム	100 ~ 200	.	.	.
	キャピラリーカラム		.	.	8 ~ 45 mL/min
PID	充填カラム	100 ~ 350	20 ~ 100 mL/min	.	.
	キャピラリーカラム			.	.

(3) 定量操作

定量操作は、次による

ガスクロマトグラフの条件を設定する。

ガスタイトシリンジあるいは気体試料導入装置を用いて、
分析用試料をガスクロマトグラフに導入する。

試料ガスを導入後、適切な時間のクロマトグラムを記録する。

クロマトグラム上の酸素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。

(4)の検量線から、試料ガス中の酸素の質量 (ng) を求める。

濃度が高く検量線の範囲を超える場合，気体試料の導入量を減らす，試料の希釈を行うなどの手段を講じ検量線の範囲内に入れる。

(4) 検量線の作成

捕集バッグ，真空捕集瓶などに適切な濃度の検量線用ガスを調製したもの，又は市販の標準ガスを試料ガスと同様の操作によって導入し，クロマトグラムを記録する。検量線用ガス中の酸素のピーク面積又はピーク高さを測定し，酸素の質量(ng)とピーク面積又はピーク高さとの検量線を作成する。

この操作は，1日の分析の始め又は分析条件が変わったときには，少なくとも1回行うことが望ましい。

(5) 酸素濃度の算出

試料ガス中の酸素の濃度算出は，次の式による。

$$C_v = \frac{0.700 \times A \times 10^{-6} \times 10^2}{V \times \frac{273.15}{273.15 + t} \times \frac{P}{101.32}}$$

$$C_w = \frac{A}{V \times \frac{273.15}{273.15 + t} \times \frac{P}{101.32}} = 1.43 \times 10^4 \times C_v$$

ここに，

C_v ：試料ガス中の酸素の体積分率(%)

C_w ：試料ガス中の酸素の質量濃度(mg/m³)

A ：検量線で求めた分析用試料ガス中の酸素の質量(ng)

V ：試料ガス注入量(mL)

t ：試料ガス測定時の温度()

P ：試料ガス測定時の大気圧(kPa)

0.700：酸素1mgに相当する酸素の体積(mL)

1.43：酸素1ppmに相当する質量濃度(mg/m³)

10⁻⁶：質量の単位をngからmgに変換する係数

10²：mL/mLを%へ変換する係数

10⁴：%をppmへ変換する係数

273.15：0 に対応する絶対温度(K)

101.32：標準大気圧(kPa)

3.14 排ガス中のホルムアルデヒド分析方法（JIS K 0303）2012年

3.14.1 分析方法の種類及び概要

排ガス中のホルムアルデヒドを測定するための分析方法，概要，試料採取及び定量範囲を表 3.14.1 に示す。

表 3.14.1 分析方法の種類，概要及び定量範囲

分析方法の種類 (ガス捕集法)	概要	定量範囲 mg/m ³
AHMT 吸光光度法 (ほう酸吸収瓶捕集)	ほう酸溶液に捕集した後，塩基性とし AHMT を加えて発色させ，吸光光度を測定し定量する。	0.5 ~ 100 (0.4 ~ 75)
ガスクロマトグラフ (GC) 法 (DNPH 捕集剤の吸収瓶捕集法又はカートリッジ捕集法)	DNPH 溶液に捕集した後，クロロホルムなどによって抽出し，ガスクロマトグラフで分離定量する。	0.5 ~ 75 (0.4 ~ 56)
	DNPH の含浸捕集剤を詰めたカートリッジに捕集した後，アセトニトリルで溶離し，クロロホルムなどに再溶解してガスクロマトグラフで分離定量する。	0.5 ~ 60 (0.4 ~ 45)
高速液体クロマトグラフ(HPLC)法(DNPH 捕集剤の吸収瓶捕集法又はカートリッジ捕集法)	DNPH 溶液に捕集した後，クロロホルムなどに抽出し，アセトニトリルに再溶解後高速液体クロマトグラフで分離定量する。	0.3 ~ 75 (0.2 ~ 56)
	DNPH の含浸捕集剤を詰めたカートリッジに捕集した後，アセトニトリルで溶離し，高速液体クロマトグラフで分離定量する。	0.3 ~ 60 (0.2 ~ 45)
高速液体クロマトグラフ(HPLC)法 (CEBHA 捕集剤のカートリッジ捕集法)	CEBHA の含浸捕集剤を詰めたカートリッジに捕集した後，アセトニトリルで溶離し，高速液体クロマトグラフで定量する。	0.3 ~ 60 (0.2 ~ 45)
AHMT 吸光度：自動分析法 (水酸化カリウム吸収瓶法)	AHMT 吸光光度法の自動計測器によって，周期的に自動分析する。	0 ~ 27 (0 ~ 20)

* 定量範囲の () 内は体積百万分率 ppm

AHMT：4-アミノ-3-ヒドラジノ-5-メルカプト-1,2,4-トリアゾール

DNPH：2,4-ジニトロフェニルヒドラジン

CEBHA：O-(4-シアノ-2-エトキシベンジル)ヒドロキシルアミン

この他に附属書 A（規定）にイオンクロマトグラフ法と附属書 B（規定）にクロマトロープ酸吸光光度法がある。

3.14.2 試料ガス採取方法

3.14.2.1 試料ガスの採取

試料ガスの採取は、JIS K 0095（試料ガス採取方法）に準じて行うが、カートリッジ捕集法は、他の排ガスの試料採取方法と一部異なる。各分析方法での試料ガス採取の概略を示す。

- (1) AHMT 吸光光度法：吸収瓶捕集，吸収液：ほう酸溶液（5 g/L），液量 40 mL × 2 本，標準採取量：2～20 L，試料吸引流量：1 L/min 程度
- (2) ガスクロマトグラフ（GC）法：DNPH 吸収瓶捕集，吸収液：DNPH 塩酸溶液（2 g/L），液量 40 mL × 2 本，標準採取量：2～10 L，試料吸引流量：1 L/min 程度 DNPH 試料採取用カートリッジ捕集，標準採取量：2～10 L，試料採取流量：0.5～1 L/min（濃度が高い場合には 2 個連結するか，ガス採取量及び試料吸引流量を下げ調節する。）破過していないことを確認する。採取時のカートリッジ温度は 75 ± 5 程度が適当である。100 を越えると生成したヒドラゾンが分解する恐れがある。
- (3) 高速液体クロマトグラフ（HPLC）法：DNPH 吸収瓶捕集，吸収液：DNPH 塩酸溶液（2 g/L），液量 40 mL × 2 本，標準採取量：2～10 L，試料吸引流量：1 L/min 程度 DNPH 試料採取用カートリッジ捕集，標準採取量：2～10 L，試料吸引流量：0.5～1 L/min（濃度が高い場合には 2 個連結するか，ガス採取量及び試料吸引流量を下げ調節する。）破過していないことを確認する。採取時の温度は GC 法と同じ。
- (4) 高速液体クロマトグラフ（HPLC）法：CEBHA 試料採取用カートリッジ捕集法，標準採取量：2～10 L，試料吸引流量：0.5～1 L/min（濃度が高い場合には 2 個連結するか，ガス採取量及び試料吸引流量を下げ調節する。）破過していないことを確認する。
- (5) AHMT 自動分析法：吸収瓶捕集，吸収液：水酸化カリウム溶液（0.12 mol/L）

3.14.2.2 試料ガスの採取用吸収液，試料採取用カートリッジの調製

- (1) AHMT 吸光光度法（ほう酸吸収瓶捕集）：ほう酸吸収液（5 g/L）は JIS K 8863 に規定するほう酸 5 g を水に溶かして 1 L とする。この溶液は使用する直前に調製する。
- (2) GC 法又は HPLC 法（DNPH 吸収瓶捕集）：吸収液（DNPH 2 g/L）の調製は次による。

- a) DNPH の適量をろ紙上にとり，水分をろ紙によって除いた後，シリカゲル入りデシケーター中で乾燥し，使用時まで保管する。
 - b) 別に，密閉できる容器に塩酸（2 mol/L）1 L を入れ，容器内の空気を JIS K 1107 に規定する窒素 2 級で置換する。乾燥した後，DNPH 2 g を先の塩酸に加えて，溶かす。
 - c) 密閉して半日程度放置し，ガラスろ過器（G3）でろ過する。
 - d) ろ液 200 mL を分液漏斗 1000 mL にとり，ヘキサン 200 mL を加えて 5 分間激しく振り混ぜ，静置する。水相を別の分液漏斗に入れ，再びヘキサン 200 mL を加えて同様の洗浄操作を行った後，水相を分離し，有機相は捨てる。この溶液 40 mL について，空試験を行い，ホルムアルデヒド-DNPH 含有量が 0.4 μg を超えるときは，更にヘキサンによる洗浄操作を繰り返し，この値以下であることを確認しておく。
 - e) 残りのろ液についても同様の洗浄操作を行う。
 - f) 洗浄後の溶液は，塩酸及びヘキサンで洗浄したほうけい酸ガラスの着色瓶に速やかに移し，密栓して冷暗所に保存する。以上の操作は，カルボニル化合物が共存しない条件下，例えば，窒素置換したグローブボックス内で行う必要がある。
- (3) GC 法又は HPLC 法（DNPH 試料採取用カートリッジ捕集）：DNPH 試料捕集用カートリッジの調製は次による。
- a) DNPH アセトニトリル溶液：DNPH をろ紙上にとり，水分をろ紙によって除いたもの約 5 g を 60 のアセトニトリルに溶かし，保温ろ過後，窒素を流しながら徐々に冷却して再結晶を行う。この再結晶した DNPH 1 g をアセトニトリル 100 mL に溶かす。この溶液を原液とし，着色瓶に入れて，密栓をして冷暗所に保存する。約 2 週間は使用できる。使用の直前に，この原液 25 mL をアセトニトリルで 1 L に希釈し，塩酸 1 mL を加えて DNPH アセトニトリル溶液を調製する。（再結晶した DNPH が残った場合は，シリカゲルデシケーターに入れ，冷暗所に保存するとよい。）
 - b) DNPH 試料採取用カートリッジの調製：市販の HPLC 前処理用シリカゲルカートリッジ [内径約 10 mm，長さ約 30 mm の円筒にシリカゲル（粒径約 150 μm ）0.7 g を充填したもの] に，次の処理をして用いる。アセトニトリル約 10 mL を流して洗浄し，窒素を通して乾かす。a) で調製した DNPH アセトニトリル溶液 10 mL を流して含浸させた後，窒素を通して過剰のアセトニトリルを除去し，カートリッジを上口デシケーター中で 1 時間程度乾燥する。調製後は密栓して冷蔵庫中に保存する。（市販のホルムアルデヒド捕集用 DNPH 試料採取用カートリッジを用いてもよい。試料採取用カートリッジは，通常，使い捨てと

し、再生は行わない。試料採取用カートリッジの空試験はロットごとに行うとよい。)

(4) HPLC 法 (CEBHA 試料採取用カートリッジ捕集): CEBHA 試料採取用カートリッジの調製は次による。

- a) コーティング用 CEBHA の調製: アンモニア水 (6 mol/L) 300 mL 及び CEBHA の塩酸塩 20 g を反応器に入れ、更に酢酸エチル 200 mL を加えて 10 時間かき混ぜた後、分液漏斗に移し入れ、振り混ぜた後、放置する。分離した酢酸エチル層を分液し、塩化ナトリウム溶液 (飽和) 100 mL によって、次いで水 100 mL を用いて洗浄する。得られた酢酸エチル層は、無水硫酸マグネシウムによって脱水乾燥する。ろ過して硫酸マグネシウムを除去し、温浴 30~35 のロータリーエバポレーターを用いてる液の溶媒を気化する。さらに、真空ポンプを用いて十分に乾燥させて白色の固形物の CEBHA を得る。得られた CEBHA は、窒素シールで密栓して直射日光を避けた室温 (冷暗所) に保存する。約 1 か月間は使用できる。
- b) シリカゲルの調製: 反応器に、シリカゲル (中性で、直径 63~210 μm の球状のもの) 100 g 及びアセトニトリル 300 mL を入れ、シリカゲルが破壊されないようにして十分かき混ぜた後、ろ紙を用いてろ過し、アセトニトリルを除き、ろ紙上のシリカゲルを回収し、真空ポンプを用いて十分に乾燥する。
- c) CEBHA コーティングシリカゲルの調製: b) で得た乾燥したシリカゲル及びアセトニトリル 430 mL を反応器に入れ、a) で調製したコーティング用 CEBHA の 1.9 g をアセトニトリル 20 mL に溶解したものを滴加し、次に、JIS K 9005 に規定するりん酸 1.3 mL をアセトニトリル 20 mL に溶かしたものを滴加する。穏やかに還流するまで昇温し、1 時間かき混ぜた後に徐々に室温まで冷却する。室温にまで冷却した後、更に、5 以下に氷浴しながら 1 時間かき混ぜる。次に、ろ過してアセトニトリルを除き、得られた CEBHA でコーティングしたシリカゲルをアセトニトリル 430 mL で 3 回洗浄し、更に真空ポンプを用いて十分にアセトニトリルを気化し乾燥する。
- d) CEBHA 試料採取用カートリッジの組立: HPLC 前処理用の空カートリッジ (内径約 10 mm, 長さ約 30 mm の円筒形) に c) で得た CEBHA コーティングシリカゲル 0.5 g を充填したものを、窒素気流下のグローブボックス内でアセトニトリル 5 mL によって洗浄した後、真空ポンプで十分に乾燥する。試料採取用カートリッジ上下の吸引口に栓をし、更にアルミニウムラミネート袋に収めて密封し冷暗所に保存する。約 1 年間は使用できる。(市販のホルムアルデヒド用の CEBHA 試料採取用カートリッジを用いてもよい。このカートリッジは、通常、使い捨てとし、再生は行わない。CEBHA 試料採取用カートリッジの空試験はロットごとに行う。)

3.14.3 分析用試料溶液の調製

(1) AHMT 吸光光度法（ほう酸吸収瓶捕集）

- a) 試料ガスの採取終了後，全量フラスコ 100 mL に前段の吸収瓶の内容液を移し入れる。後段の吸収瓶の内用液を前段の吸収瓶に入れて洗浄し全量フラスコ 100 mL に加える。
- b) さらに，新しい吸収液約 15 mL を用いて前段の吸収瓶，後段の吸収瓶の順に洗い，洗液を a) の全量フラスコ 100 mL に移した後，吸収液を標線まで加える。これを分析用試料溶液とする。

(2) ガスクロマトグラフ（GC）法（DNPH 吸収瓶又は捕集カートリッジ）

1) 吸収瓶捕集（絶対検量線法）

- a) 試料ガスの採取終了後，ビーカー 200 mL に 2 本の吸収瓶の内容液を移し，更に吸収瓶内を少量の水で洗浄する。洗液は先のビーカーに移し入れる。
- b) 分液漏斗 100 mL に，ビーカーの内容液を少量の水と共に洗い移す。
- c) この分液漏斗にクロロホルム 9 mL を加え，5 分間以上振り混ぜた後，静置する。
- d) クロロホルム層を全量フラスコ 10 mL に移し入れ，クロロホルムを加えて正しく標線に合わせ，密栓する。これを，分析用試料溶液とする。分析用試料溶液の保存は，冷暗所において 1 週間を限度とする。

2) 吸収瓶捕集（内標準法）

- a) 試料ガスの採取終了後，ビーカー 200 mL に 2 本の吸収瓶の内容液を移し，更に吸収瓶内を少量の水で洗浄する。洗液は先のビーカーに移し入れる。
- b) 分液漏斗 100 mL に，ビーカーの内容液を少量の水と共に洗い移す。
- c) この分液漏斗にクロロホルム 9 mL を加え，5 分間以上振り混ぜた後，静置する。
- d) クロロホルム層を全量フラスコ 10 mL に移し入れる。3.14.5.3' 3) のアントラセン標準液（1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）1 mL を加えた後，クロロホルムを加えて正しく標線に合わせ，密栓する。これを，分析用試料溶液とする。

3) カートリッジ捕集（絶対検量線法）

- a) 試料ガスの採取終了後，試料採取用カートリッジの下に強酸性陽イオン交換樹脂管を接続し，注射器によりアセトニトリル約 7 mL を通して，ホルムアルデヒド-DNPH を 10 mL の遠沈管に溶離する。
- b) 遠沈管内のアセトニトリルに窒素を静かに吹き付けて，数 10 μL まで揮散する。気化に伴い試料溶液が冷えるとアセトニトリルが揮発しにくくなるので，水浴などで 30～45 程度に保温すると良い。溶媒を揮散する為の市販装置を用いてもよい。
- c) クロロホルムを数 mL ずつ用いて全量フラスコ 10 mL に洗い移し，標線までクロロホルムを加える。これを，分析用試料溶液とする。

- 4) カートリッジ捕集（内標準法）
 - a) 試料ガスの採取終了後，試料採取用カートリッジの下に強酸性イオン交換樹脂管を接続し，注射器によりアセトニトリル約 7 mL を通して，ホルムアルデヒド-DNPH を 10 mL の遠沈管に溶離する。
 - b) 遠沈管内のアセトニトリルに窒素を静かに吹き付けて，数 10 μ L まで揮散する。
 - c) 気化に伴い試料溶液が冷えるとアセトニトリルが揮発しにくくなるので，水浴などで 30～45 程度に保温すると良い。溶媒を揮散する為の市販装置を用いてもよい。
 - d) 遠沈管内の溶液をクロロホルム 2～3 mL ずつ用いて全量フラスコ 10 mL に洗い移し，3.14.5.3' 3)のアントラセン標準液（1000 μ g/mL）1 mL を加えた後，標線までクロロホルムを加える。これを，分析用試料溶液とする。
- (3) 高速液体クロマトグラフ（HPLC）法（吸収瓶捕集又はカートリッジ捕集）
 - 1) 吸収瓶捕集（DNPH 吸収瓶捕集法）
 - a) 試料ガスの採取終了後，ビーカー 200 mL に 2 本の吸収瓶の内容液を移し，更に吸収瓶内を少量の水で洗浄する。洗液は，先のビーカーに移し入れる。
 - b) 分液漏斗 100 mL に，ビーカーの内容液を少量の水で洗い移す。
 - c) この分液漏斗にクロロホルム 10 mL を加え，5 分間以上振り混ぜた後，静置する。
 - d) クロロホルム層を分離し，これをロータリーエバポレーターで減圧濃縮する。溶液が少量残っているときにアセトニトリル 5 mL を加えた後，再度，減圧濃縮により溶媒交換を行う。
 - e) その後，再び少量のアセトニトリルに溶かして全量フラスコ 5 mL に洗い移し，標線までアセトニトリルを加える。これを分析用試料溶液とする。
 - 2) カートリッジ捕集（DNPH 試料採取用カートリッジ捕集法）
 - a) 試料ガスの採取終了後，試料採取用カートリッジにアセトニトリル約 7 mL を通して，ホルムアルデヒド-DNPH を溶離し，流出液を全量フラスコ 5 mL に受ける。
 - b) 標線まで流出液の採取を続ける。これを分析用試料溶液とする。
 - 3) カートリッジ捕集（CEBHA 試料採取用カートリッジ捕集）
 - a) 試料採取を終了した試料採取用カートリッジは，上下にキャップを施し，保管容器及びアルミニウム袋に収納する。
 - b) 輸送時及び保管時の温度は 25 以下に保ち，高温環境（40 以上）の場合は，冷蔵輸送及び冷蔵保存する。
 - c) ガスを捕集したカートリッジの上下のキャップを外す。

- d) 注射器（5～10 mL）を用いて，アセトニトリル 5 mL をカートリッジの上部からゆっくり注入し，CEBHA・アルデヒド誘導体を流出させ，流出液を全量フラスコ 5 mL に移す。
 - e) アセトニトリルを標線まで加え，これを分析用試料溶液とする。
- (4) AHMT 自動分析法
- 試料ガスの採取及び分析は，自動分析装置内で行う。

3.14.4 AMHT 吸光光度法(ほう酸吸収瓶捕集)

3.14.4.1 適用条件

この方法は、試料ガス中に二酸化硫黄、二酸化窒素、硫化水素、アンモニアなどが共存しても影響しない。また、ホルムアルデヒド以外のアルデヒド類、例えば、アセトアルデヒド、プロパナール(プロピオンアルデヒド)、ブタナール(ブチルアルデヒド)、ベンズアルデヒドなどは2倍量程度共存しても影響しないが、塩素は同量でも影響する。

3.14.4.2 使用する試薬

塩酸、硫酸、水酸化カリウム、4-アミノ-3-ヒドラジノ-5-メルカプト-1,2,4-トリアゾール(AHMT)、過よう素酸カリウム、ホルムアルデヒド液(ホルマリン)、よう素、チオ硫酸ナトリウム五水和物、でんぷん(溶性)、よう化カリウム、炭酸ナトリウム、よう素酸カリウム

3.14.4.3 試薬溶液の調製

- a) 水酸化カリウム溶液：水酸化カリウム 28 g をポリエチレン瓶にとり水約 50 mL を徐々に加え、流水で冷却しながら振り混ぜて溶かした後、水を加えて 100 mL とする。
- b) AHMT 溶液：AHMT 0.5 g を塩酸(5+95) 100 mL に溶かす。この溶液は着色瓶に入れて冷暗所に保存する。1週間以上経過したものは使用しない。
- c) 過よう素酸カリウム溶液：過よう素酸カリウム 0.75 g をピ・カ・ 200 mL に入れ、a)の水酸化カリウム溶液 100 mL を加え、水浴上で加熱して溶かした後、冷却する。この溶液は着色瓶に入れて冷暗所に保存する。1週間以上経過したものは使用しない。
- d) ホルムアルデヒド標準液(HCHO 1 mg/mL)：ホルムアルデヒド液(ホルマリン) 約 3 mL を水 1 L に溶かす。このホルムアルデヒド標準液の濃度は次の方法によって求める。

ホルムアルデヒド標準液(1 mg/mL) 10 mL を共通すり合わせ三角フラスコ 200 mL にとり、0.05 mol/L よう素溶液 10 mL 及び水酸化カリウム溶液(1 mol/L) 5 mL を加え、15分間室温に放置する。硫酸(1 mol/L) 8 mL を加え、残留しているよう素を直ちに 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定し、溶液が淡黄色になってから、でんぷん溶液(5 g/L) 1 mL を指示薬として加え、更に滴定する。別に水 10 mL を用いて空試験を行う。

ホルムアルデヒド濃度は次の式により求める。この標準液は冷蔵庫内に保存すれば約1か月間安定である。

$$C = 1.501 \times (V_0 - V) \times f \times \frac{1}{10}$$

C：ホルムアルデヒド標準液（HCHO 1 mg/mL）中のホルムアルデヒドの濃度（mg/mL）

V：滴定に要した 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の体積（mL）

V₀：空試験の滴定に要した 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の体積（mL）

f：0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液のファクター

1.501：0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL に相当するホルムアルデヒドの質量（mg）

e) ホルムアルデヒド標準液（HCHO 2 μg/mL）：ホルムアルデヒド標準液（HCHO 1 mg/mL）10 mL を全量フラスコ 500 mL にとり，吸収液を標線まで加える。この溶液 10 mL を全量フラスコ 100 mL にとり，吸収液を標線まで加える。この標準液は使用時に調製する（500倍希釈）。この溶液の濃度は，d) ホルムアルデヒド標準液（HCHO 1 mg/mL）の濃度から算出する。

f) 0.05 mol/L よう素溶液：よう化カリウム 40 g を水 25 mL に溶かし，これによる素 13 g を溶かした後，塩酸 3 滴を加え，これを全量フラスコ 1000 mL に移し入れ，水を標線まで加える。

g) 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液：チオ硫酸ナトリウム五水和物 26 g と炭酸ナトリウム 0.2 g を，溶存酸素を含まない水 1000 mL に溶かし，2日間放置した後，よう素酸カリウムを用いて標定する（JIS K 8001 の JA.5.2（滴定用溶液の調製，標定及び計算）の t)2)による）。

h) でんぷん溶液（5 g/L）：でんぷん（溶性）1 g を水約 10 mL とよく混和し，熱水 200 mL 中にかき混ぜながら加える。約 1 分間煮沸し，放冷する。使用時に調製する。

3.14.4.4 装置及び器具

1) 分光光度計又は光電光度計

3.14.4.5 定量操作

a) 検量線の作成

数個の全量フラスコ 10 mL に，ホルムアルデヒド標準液（2 μg/mL）0.1～2.0 mL を段階的にとる

吸収液

約 2 mL とする

KOH 溶液，2 mL

AHMT 溶液，2 mL

栓をして静かにかき混ぜ，室温で 20 分間放置

過よう素酸カリウム溶液，2 mL

水

全量を 10 mL にする

ホルムアルデヒド添加量ゼロの液を対照液として吸光度（550 nm）を測定する

b) 定量操作

全量フラスコ 10 mL に，分析用試料溶液 2 mL をとる

KOH 溶液，2 mL

AHMT 溶液，2 mL

栓をして静かにかき混ぜ，室温で 20 分間放置

過よう素酸カリウム溶液，2 mL

水

全量を 10 mL にする

ホルムアルデヒド添加量ゼロの液を対照液として吸光度（550 nm）を測定する

検量線からホルムアルデヒドの質量 a (μg) を求める

（ホルムアルデヒド添加量ゼロの対照液：吸収液 2 mL に KOH 溶液，AHMT 溶液，過よう素酸カリウム溶液各 2 mL を加え水で全量を 10 mL としたもの）

3.14.4.6 濃度の算出

次の式により，排ガス中のホルムアルデヒド濃度を求める。

$$C_w = C_v \times 1.34$$

$$C_v = \frac{0.746 \times a}{V_s} \times \frac{100}{2}$$

ここに，

C_w ：試料ガス中のホルムアルデヒドの質量濃度 (mg/m^3)

C_v ：試料ガス中のホルムアルデヒドの体積百万分率 (ppm)

a ：分析用試料溶液中のホルムアルデヒドの量 (μg)

V_s ：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} ）

0.746：ホルムアルデヒド(HCHO)1 μg に相当する体積(μL)(標準状態)

1.34：ホルムアルデヒド(HCHO)1 ppm (体積百万分率) に相当する質量濃度 (mg/m^3)

3.14.5 ガスクロマトグラフ法 (DNPH 吸収瓶捕集)

3.14.5.1 適用条件

この方法で、キャピラリーカラムを用い、適切な温度条件で操作すれば、アセトアルデヒド、プロパナールなどを同時に定量することができる。

(絶対検量線法)

3.14.5.2 使用する試薬

クロロホルム, DNPH, 硫酸, エタノール(99.5), ホルムアルデヒド液(ホルマリ
ン)

3.14.5.3 試薬溶液の調製

- a) ホルムアルデヒド-DNPH: DNPH 1 g を硫酸 2 mL とエタノール(99.5) 15 mL とを混合した溶液に溶かし, これにホルムアルデヒド液(ホルマリ
ン) 2.5 mL をエタノール(99.5) 5 mL に溶かした溶液を加える。生成した沈殿をガラスろ過器(G4)で吸引ろ過し, 水とエタノール(99.5)で十分洗浄した後, 1時間程度, 上口デシケータ内で減圧乾燥する。このホルムアルデヒド-DNPHの融点が166~168であることを確認し, 乾燥剤としてシリカゲルを入れたデシケータ中で保存する(市販品もある)。
- b) ホルムアルデヒド-DNPH 標準液(HCHO 30 µg/mL): ホルムアルデヒド-DNPH 105 mg をクロロホルムに溶かし, 全量フラスコ 50 mL に移し入れ, クロロホルムを標線まで加える。さらに, この溶液 5 mL を全量フラスコ 50 mL にとり, クロロホルムを標線まで加える(10倍に希釈)。この溶液 1 mL は, ホルムアルデヒド 30 µg に相当する。

3.14.5.4 装置及び器具

- a) 装置 ガスクロマトグラフ(水素炎イオン化検出器付):カラムは, 充填カラム又はキャピラリーカラムを用いる。液相は 50%フェニルメチルシリコン又はこれと同等の性能のものを用いる。
- b) キャリヤーガス: JIS K 1107 に規定する 1 級若しくは 2 級の窒素又はヘリウム(純度 99.995 % 以上)。
- c) 燃料ガス: JIS K 0512 に規定する水素 1 級又は 2 級
- d) 助燃ガス: 清浄な空気
- e) 濃縮器: クデルナダニッシュ濃縮器又はエバポレーター

3.14.5.5 分析操作

a) 充填カラムの場合

カラム槽温度: 180~250

試料導入部及び検出器温度: 240~280

キャリヤーガス流量: 20~60 mL/min

b) キャピラリーカラムの場合

カラム槽温度：100～250 の間の適切な温度での恒温，又は40～280 の適切な範囲内での昇温

試料導入部温度：スプリット法，スプリットレス法及び直接導入法では240～280 ，コールドオンカラム法では40～280 の適切な範囲内で昇温，PTV法では0～300 の適切な範囲内で昇温（試料の導入方法がスプリット法及び直接導入法の場合は，恒温又は昇温のいずれでもよい。スプリットレス法，コールドオンカラム法，又はPTV法では，昇温とする。）

キャリアーガス流量：0.5～10 mL/min

注) クロマトグラムのピークが小さくて定量が困難な場合には濃縮を行ってもよい

1) 検量線の作成

数個の全量フラスコ 10 mL に，ホルムアルデヒド-DNPH 標準液 (HCHO 30 $\mu\text{g/mL}$) 0.2～5.0 mL を段階的にとる

クロロホルム

全量 10mL とする

これらの溶液 1～5 μL の一定量を GC 装置に注入し，クロマトグラムを得る

(試料導入量は導入方法によって調節する)

ホルムアルデヒド (HCHO) の質量 (μg) とそのクロマトグラムのピーク面積との関係線を作成する

(空試験値は差し引く)

2) 定量操作

分析用試料溶液の一定量を GC 装置に注入する

(検量線作成時の試料量と同一とする)

ホルムアルデヒド-DNPH のクロマトグラムを得る

クロマトグラムのピーク面積を求める

検量線からホルムアルデヒドの質量 a (μg) を求める

空試験値：100 mL の分液漏斗に吸収液 80 mL をとり，クロロホルム 10 mL を加え，5 分間以上ふり混ぜた後，静置し，クロロホルム層を全量フラスコ 10 mL に移し入れ，必要な場合クロロホルムを標線まで加える。このクロロホルム抽出液を上と同様に操作して吸収液の空試験値 b を求める。

3.14.5.6 濃度の算出

$$C_w = C_v \times 1.34$$

$$C_v = \frac{0.746 \times (a - b)}{V_s} \times \frac{1}{n}$$

ここに、

C_w ：試料ガス中のホルムアルデヒドの質量濃度（ mg/m^3 ）

C_v ：試料ガス中のホルムアルデヒドの体積百万分率（ppm）

a ：検量線から求めたホルムアルデヒドの質量（ μg ）

b ：空試験値のホルムアルデヒドの量（ μg ）

n ：濃縮した場合の濃縮倍率，濃縮しない場合は 1

V_s ：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} ）

0.746：ホルムアルデヒド（HCHO）1 μg に相当する体積（ μL ）（標準状態）

1.34：ホルムアルデヒド（HCHO）1 ppm（体積百万分率）に相当する質量濃度（ mg/m^3 ）

ガスクロマトグラフの（FID）一例を写真 3.14.1 に示す。

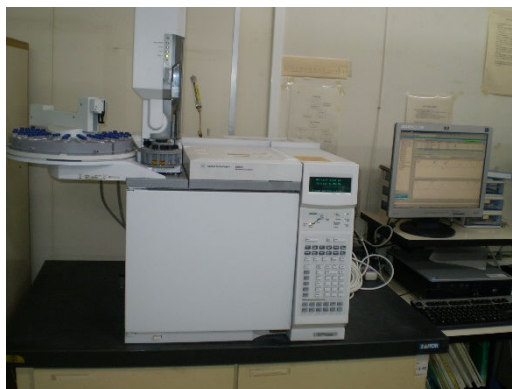


写真 3.14.1 ガスクロマトグラフの（FID）

（内標準法）

3.14.5.2' 使用する試薬

クロロホルム，DNPH，硫酸，エタノール（99.5），ホルムアルデヒド液（ホルマリ
ン），アントラセン（ホルムアルデヒド-DNPH の保持時間にピークを生じないもの）

3.14.5.3' 試薬溶液の調製

a) 3.14.5.3 a)と同じ。

b) 3.14.5.3 b)と同じ。

c) アントラセン標準液(1000 µg/mL): アントラセン 100 mg をクロロホルムに溶かして正しく 100 mL にする。この溶液は密栓して冷蔵庫に保存し、内標準として使用する。

3.14.5.4' 装置及び器具

3.14.5.4 と同じ

3.14.5.5' 分析操作

3.14.5.5 a)及び b)と同じ。

1) 検量線の作成

数個の全量フラスコ 10 mL に、ホルムアルデヒド-DNPH 標準液 (HCHO 30 µg/mL) 0.2 ~ 5.0 mL を段階的にとる

それぞれにアントラセン標準液(1000 µg/mL)(内標準) 1 mL を加える
クロロホルム
全量 10mL とする

これらの溶液 1 ~ 5 µL の一定量を GC 装置に注入し、クロマトグラムを得る
(試料導入量は導入方法によって調節する)

ホルムアルデヒド-DNPH 及びアントラセンのピーク面積から空試験のそれぞれのピーク面積を差し引いた後、そのピーク面積比(ホルムアルデヒド-DNPH/アントラセン(内標準))を求める

ホルムアルデヒド-DNPH 及びアントラセンのピーク面積比と、ホルムアルデヒド及びアントラセンの質量比との関係線を求める

2) 定量操作

分析用試料溶液 1 ~ 5 µL の一定量を GC 装置に注入する
(検量線作成時の試料量と同一とする)

ホルムアルデヒド-DNPH 及びアントラセンのクロマトグラムを得る

それぞれのクロマトグラムのピーク面積を求め空試験のそれぞれのピーク面積を差し引いた後、そのピーク面積比を求める

検量線からピーク面積比に対応するホルムアルデヒドとアントラセンの質量比を求め

る

空試験：100 mL の分液漏斗に吸収液 80 mL をとり，クロロホルム 10 mL を加え，5 分間以上ふり混ぜた後，静置し，クロロホルム層を全量フラスコ 10 mL に移し入れ，必要な場合クロロホルムを標線まで加える。このクロロホルム抽出液を上と同様に操作して吸収液のホルムアルデヒド-DNPH 及びアントラセンのピーク面積を求めそれぞれを空試験値とする。

3.14.5.6' 濃度の算出

$$C_w = C_v \times 1.34$$

$$C_v = \frac{0.746 \times R_m \times 1000}{V_s}$$

ここに，
 C_w ：試料ガス中のホルムアルデヒドの質量濃度 (mg/m³)
 C_v ：試料ガス中のホルムアルデヒドの体積百万分率 (ppm)

R_m ：検量線から求めたホルムアルデヒドとアントラセン(内標準)との質量比

V_s ：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})

1000：分析用試料溶液中のアントラセンの質量 (μg)

0.746：ホルムアルデヒド(HCHO)1 μg に相当する体積(μL)(標準状態)

1.34：ホルムアルデヒド(HCHO)1 ppm (体積百万分率) に相当する質量濃度 (mg/m³)

なお，検量線を作成せずに，あらかじめホルムアルデヒド-DNPH とアントラセン(内標準)との応答比 (F) を求めておけば，次の式によってホルムアルデヒドの濃度を算出できる。

$$C_w = C_v \times 1.34$$

$$C_v = \frac{0.746 \times \frac{R_a}{F} \times 1000}{V_s}$$

ここに、

C_w : 試料ガス中のホルムアルデヒドの質量濃度 (mg/m^3)

C_v : 試料ガス中のホルムアルデヒドの体積百万分率 (ppm)

F : ホルムアルデヒド-DNPHとアントラセン(内標準)との応答比
(同量の両物質(例えば $1\mu\text{g}$)から得られたピーク面積比)

R_a : クロマトグラムから求めたホルムアルデヒド-DNPHとアントラセン(内標準)とのピーク面積比

V_S : 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})

1000 : 分析用試料溶液中のアントラセンの質量 (μg)

0.746 : ホルムアルデヒド(HCHO) $1\mu\text{g}$ に相当する体積(μL)(標準状態)

1.34 : ホルムアルデヒド(HCHO) 1 ppm (体積百万分率) に相当する質量濃度 (mg/m^3)

3.14.6 ガスクロマトグラフ法 (DNPH 試料採取用カートリッジ捕集)

3.14.6.1 適用条件

排ガス採取時の水分濃度が 25 % 以下 , 二酸化窒素濃度が 10 ppm 以下の場合に適用する。

(絶対検量線法)

3.14.6.2 使用する試薬

3.14.5.2 と同じ。

3.14.6.3 試薬溶液の調製

3.14.5.3 と同じ。

3.14.6.4 装置及び器具

a) 装置 , ガス類は 3.14.5.4 と同じ。

b) 試料採取用カートリッジ

c) 強酸性陽イオン交換樹脂管 試料採取用カートリッジと接続し , 強酸性陽イオン交換樹脂 (多孔親水性ビニルポリマー) を 0.1 g 程度充填したもの。カートリッジ式の市販品を使用してもよい。

3.14.6.5 分析操作

1) 検量線の作成

3.14.5.5 1) と同じ

2) 定量操作

3.14.5.5 2) と同じ

空試験値 : 試料の捕集に用いた時と同じロットの試料採取用カートリッジについて , 分析用試料溶液の調製と同じ操作を行い , 定量操作に従って HCHO の質量を求め空試験値 b を得る。

3.14.6.6 濃度の算出

3.14.5.6 のとおり行う。

(内標準法)

3.14.6.2' 使用する試薬

3.14.5.2' と同じ。

3.14.6.3' 試薬溶液の調製

3.14.5.3' と同じ。

3.14.6.4' 装置及び器具

3.14.6.4 と同じ。

3.14.6.5' 分析操作

1) 検量線の作成

3.14.5.5' 1) と同じ

2) 定量操作

3.14.5.5' 2)と同じ

空試験：試料の捕集に用いた時と同じロットの試料採取用カートリッジについて、分析用試料溶液の調製と同じ操作を行い、ホルムアルデヒド-DNPH 及びアントラセン（内標準）のピーク面積を得る。

3.14.6.6' 濃度の算出

3.14.5.6'のとおり行う。

3.14.7 高速液体クロマトグラフ法(DNPH 吸収瓶捕集)

3.14.7.1 適用上の留意点

排ガス採取時の水分濃度が 25 % 以下, 二酸化窒素の体積百万分率が 10 ppm 以下の場合に適用する。グラジエント溶離法を用いれば, アセトアルデヒド, プロパナール, ベンズアルデヒドなどを同時に定量できる。

3.14.7.2 使用する試薬

アセトニトリル, DNPH, クロロホルム, ホルムアルデヒド液(ホルマリソ)

3.14.7.3 試薬溶液の調製

- a) 移動相(溶離液): アセトニトリルと水の体積比が 65 : 35 (アセトニトリル 650 mL と水 350 mL を混合) から 50 : 50 (アセトニトリル 500 mL と水 500 mL を混合) 程度のものを, カラムの分離特性に合わせて調製する。調製した移動層は脱気をして使用する。
- b) ホルムアルデヒド-DNPH 3.14.5.3 1)による。
- c) ホルムアルデヒド-DNPH 標準液(30 µg/mL): ホルムアルデヒド-DNPH 105 mg をアセトニトリルに溶かし, 全量フラスコ 50 mL に移し入れ, アセトニトリルを標線まで加える。さらに, この溶液 5 mL を全量フラスコ 50 mL にとり, アセトニトリルを標線まで加える(10 倍に希釈)。この溶液 1 mL は, ホルムアルデヒド 30 µg に相当する。

3.14.7.4 装置及び器具

- a) 装置: 恒温槽付きの高速液体クロマトグラフ(紫外吸光光度検出器付),
- b) カラム: 内径 4 ~ 6 mm, 長さ 150 ~ 300 mm 程度のオクタデシル基(ODS)を化学結合したもの。これと同等のものを用いてもよい。

3.14.7.5 分析操作

- a) 検出器波長: 350 ~ 360 nm
- b) カラム槽温度: 40 ~ 50
- c) 移動相流量: 0.7 ~ 1.2 mL/min

1) 検量線の作成

数個の全量フラスコ 5 mL に, ホルムアルデヒド-DNPH 標準液 (30 µg/mL) 0.1 ~ 5.0 mL (5.0 mL 以下が望ましい)をとる

アセトニトリル

全量 5 mL とする

これらの溶液の 2 ~ 20 µL を HPLC 装置に注入し, クロマトグラムを得る
(試料導入量はカラムサイズおよび導入法によって調節する)

ホルムアルデヒドの質量(µg)とそのクロマトグラムのピーク面積との関係線

を作成する

（空試験値は差し引く）

2) 定量操作

分析用試料溶液 2～20 μL を HPLC 装置に注入する

（試料導入量は検量線作成時と同じ量とする）

ホルムアルデヒド-DNPH のクロマトグラムを得る

クロマトグラムからホルムアルデヒド-DNPH のピーク面積を求める

検量線からホルムアルデヒドの質量（μg）を求める

空試験値：100 mL の分液漏斗に吸収液 80 mL をとり，クロロホルム 10 mL を加え，5 分間以上ふり混ぜた後，静置する。クロロホルム層を分離し，これをロータリーエバポレーターで減圧濃縮する。溶液が少量残っている時にアセトニトリル 5mL を加えた後，再度減圧濃縮によって溶媒交換を行う。その後，残分を再び少量のアセトニトリルに溶かして全量フラスコ 5 mL に洗い移しアセトニトリルを標線まで加える。この溶液を上と同様に操作して吸収液の空試験値 b を求める。

3.14.7.6 濃度の算出

3.14.5.6 のとおり行う。

高速液体クロマトグラフの一例を写真 3.14.2 に示す。



写真 3.14.2 高速液体クロマトグラフ

3.14.8 高速液体クロマトグラフ法（DNPH 試料採取用カートリッジ捕集）

3.14.8.1 適用条件

排ガス採取時の水分濃度が 25% 以下，二酸化窒素の体積百万分率が 10 ppm 以下の場合に適用する。この方法で，グラジエント溶離法を用いれば，アセトアルデヒド，プロパナール，ベンズアルデヒドなどを同時に定量することができる。

3.14.8.2 使用する試薬

3.14.7.2 と同じ。

3.14.8.3 試薬溶液の調製

3.14.7.3 と同じ。

3.14.8.4 装置及び器具

3.14.7.4 と同じ。

3.14.8.5 分析操作

1) 検量線の作成

3.14.7.5 1) と同じ。

2) 定量操作

3.14.7.5 2) と同じ。

3.14.8.6 濃度の算出

3.14.5.6 のとおり行う。

3.14.9 高速液体クロマトグラフ法(CEBHA 試料採取用カートリッジ捕集)

注意：規格本文では記述が不完全な為使用できない。ここでは改正のための準備として本手法が利用可能になるよう解説する。

3.14.9.1 適用条件

使用上の留意点：この方法に用いるカートリッジは、CEBHA を酸の共在下でシリカゲル粒体にコーティングしたものである。ホルムアルデヒド、アセトアルデヒドなどのカルボニル化合物と接触すると、*O*-(4-シアノ-2-エトキシベンジル)ヒドロキシシアルド(ケト)オキシム誘導体(以下、CEBHA-アルデヒド誘導体という。)が生成し、カルボニル化合物を濃縮・捕集する。

3.14.9.2 使用する試薬

アセトニトリル、ホルムアルデヒド液(ホルマリン)、ホルムアルデヒド-CEBHA

3.14.9.3 試薬溶液の調製

- a) アセトニトリル：JIS K 8032 に規定するもので、10 mL を約 1 mL に濃縮し、この 2~20 μ L を分析操作に従って測定した時に CEBHA-ホルムアルデヒド誘導体の保持時間にピークを生じないものを用いる。
- b) 移動相(溶離液)：アセトニトリルと水の体積比が 80：20(アセトニトリル 800 mL と水 200 mL を混合)から 40：60(アセトニトリル 400 mL と水 600 mL を混合)程度のもを、カラムの分離特性に合わせて調製する。調製した移動相は脱気をして使用する。
- c) ホルムアルデヒド-CEBHA：CEBHA 塩酸塩 1 g を水とメタノール = 1/1 の混合溶媒 10 mL に溶かし、これにホルムアルデヒド液(ホルマリン) 0.55 g を加えて、室温で 2 時間攪拌する。これに水 20 mL および酢酸エチル 20 mL を加えてしばらく攪拌し、酢酸エチル層を分液する。得られた酢酸エチル層を飽和食塩水 20 mL で洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥させ、溶媒をエバポレーターにて減圧下で除去する。得られた残渣をヘキサン/酢酸エチル = 3/1 の溶媒に溶かし、オープンカラムシリカゲルクロマトにて精製し、白色固形物のホルムアルデヒド-CEBHA 0.84 g(収率 95%)を得る。保存は、窒素充填下で冷蔵庫にて保存する。ホルムアルデヒド-CEBHA はアセトニトリル溶液として市販されているので、これを用いることもできる。
- d) ホルムアルデヒド-CEBHA 標準液(30 μ g/mL)：ホルムアルデヒド-CEBHA 102 mg をアセトニトリルに溶かし、全量フラスコ 5 mL に移し入れ、アセトニトリルを標線まで加える。さらに、この溶液 1 mL を全量フラスコ 100 mL にとり、アセトニトリルを標線まで加える。この溶液 1 mL は、ホルムアルデヒド 30 μ g に相当する。

3.14.9.4 装置及び器具

3.14.7.4 と同じ。

3.14.9.5 分析操作

- a) 検出器波長：240 nm
- b) カラム槽温度：40～50
- c) 移動相流量：0.7～1.2 mL/min
- 1) 検量線の作成

3.14.9.3 c) のホルムアルデヒド-CEBHA 標準溶液(30 µg/mL) 0.1～4.0 mL を数個の全量フラスコ 5 mL に段階的にとり、アセトニトリルを標線まで加える。

数個の全量フラスコ 5 mL に、ホルムアルデヒド-CEBHA 標準液 (30 µg/mL) 0.1～4.0 mL を段階的にとる

アセトニトリル
全量 5 mL とする

これらの溶液の 2～20 µL を HPLC 装置に注入し、クロマトグラムを得る
(試料導入量はカラムサイズおよび導入法によって調節する)

ホルムアルデヒドの質量(µg)とそのクロマトグラムのピーク面積との関係線を作成する

(空試験値は差し引く)

2) 定量操作

分析用試料溶液の 2～20 µL の一定量を正確に HPLC に導入する。試料導入量はカラムサイズおよび導入方法によって調節する。

分析用試料溶液 2～20 µL を HPLC 装置に注入する
(試料導入量は検量線作成時と同じ量とする)

ホルムアルデヒド-CEBHA のクロマトグラムを得る

クロマトグラムからホルムアルデヒド-CEBHA のピーク面積を求める

検量線からホルムアルデヒドの質量(µg)を求める

空試験値：100 mL の分液漏斗に吸収液 80 mL をとり、クロロホルム 10 mL を加え、5 分間以上ふり混ぜた後、静置する。クロロホルム層を分離し、これをロー

タリーエバポレーターで減圧濃縮する。溶液が少量残っている時にアセトニトリル 5 mL を加えた後，再度減圧濃縮によって溶媒交換を行う。その後，残分を再び少量のアセトニトリルに溶かして全量フラスコ 5 mL に洗い移しアセトニトリルを標線まで加える。この溶液を上と同様に操作して吸収液の空試験値 b を求める。

3.14.9.6 濃度の算出

3.14.5.6 のとおり行う。

3.15 排ガス中のトリクロロエチレン及びテトラクロロエチレン 分析方法（JIS K 0305）1997年

3.15.1 分析方法の種類及び概要

排ガス中のトリクロロエチレン及びテトラクロロエチレンを測定するための分析方法，概要及び定量範囲を表 3.15.1 に示す。

本規格は改定の予定が無く，最新の分析技術に対応しておらず，類似成分の一斉分析にも対応していない。最新技術を利用した一斉分析方法は本マニュアルの 3.27 排ガス中の揮発性有機化合物分析方法に紹介しているのでこちらを参照して利用して頂きたい。本規格との対比は 3.27 の Annex M に記載している。

表 3.15.1 分析方法の種類，概要及び定量範囲

分析方法の種類	概要	定量範囲 ppm	
		捕集瓶による場合 トリクロロエチレン 1以上 テトラクロロエチレン 1以上	濃縮管による場合 トリクロロエチレン 0.01以上 テトラクロロエチレン 0.01以上
水素炎イオン化検出器を用いるガスクロマトグラフ法	排ガスを直接捕集瓶に採取するか又は常温吸着法によって濃縮管に捕集した後，水素炎イオン化検出器を備えたガスクロマトグラフで定量する。	トリクロロエチレン 0.005～1 テトラクロロエチレン 0.001～1	
電子捕獲検出器を用いるガスクロマトグラフ法	排ガスを直接捕集瓶に採取し，電子捕獲検出器を備えたガスクロマトグラフで定量する。		

3.15.2 試料ガスの採取方法

3.15.2.1 試料ガスの採取

試料ガスの採取は，JIS K 0095（試料ガス採取方法）に準じて行う。又は，分析方法ごとに定められた方法による。第2編第4章を参考にするとよい。

3.15.2.2 試料ガス採取器具

- (1) 捕集瓶：内容量 1000 mL のガラス製の瓶（第3編 3.2 写真 3.2.1 参照）。
捕集瓶の代わりにトリクロロエチレン及びテトラクロロエチレンの吸着及び透過並びに変質を生じない材質のバッグを用いてもよい。バッグについては第3編 3.2.2.1(1)2)を参照。
- (2) 濃縮管：ガラス製のもの（第3編 3.2 図 3.2.1 参照）。
・捕集剤にはトリクロロエチレン及びテトラクロロエチレンを吸着し，かつ

200 前後で速やかにそれらを放出する性能をもつものを用いる。

- ・あらかじめ濃縮捕集効率を確認しておく。
- ・例えばポラスポリマービーズ 0.6 g を充填し，窒素気流中，230 で約 2 時間加熱処理するとよい。

3.15.2.3 試料ガス採取装置

濃縮管を用いる場合の試料ガス採取装置を図 3.15.1 に示す。

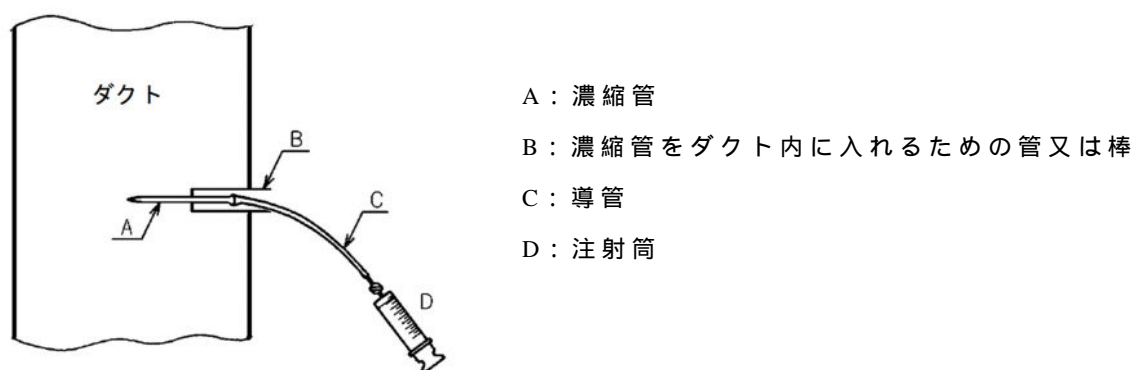


図 3.15.1 試料ガス採取装置の例

3.15.2.4 ガスクロマトグラフ

ガスクロマトグラフは表 3.15.2 のとおりとする。ただし，分離カラムとしてキャピラリーカラムを用いることができる。

表 3.15.2 ガスクロマトグラフの例

検出器	水素炎イオン検出器	電子捕獲検出器
キャリアーガス	窒素又はヘリウム(99.9%以上)	窒素(99.999%以上)
燃料ガス	水素	・
助燃ガス	空気又は酸素	・
カラム用管	内径 2~4 mm，長さ 2~5 m のガラス管，ステンレス鋼管又はふっ素樹脂管	
カラム充填剤	酸洗浄した白色けい藻土担体（粒径 180~250 μm）に適当な固定相液体を含浸させたもの。	

3.15.2.5 気化導入装置

濃縮管に捕集した試料ガスをガスクロマトグラフへ導入するために用いられるもの（第3編 3.2 図 3.2.2 参照）。

3.15.3 試薬及び試薬溶液の調製

- (1) ヘキサン：ガスクロマトグラフ分析の際にトリクロロエチレン及びテトラクロロエチレンの保持時間にピークを生じないもの。
- (2) トリクロロエチレン溶液（10％）：トリクロロエチレン（純度99.5％以上のもの）10 mLを全量ピペットで全量フラスコ100 mLにとり，ヘキサンを標線まで加えて，よく振り混ぜたもの。
- (3) テトラクロロエチレン溶液（10％）：テトラクロロエチレン（純度99.0％以上のもの）10 mLを全量ピペットで全量フラスコ100 mLにとり，ヘキサンを標線まで加えて，よく振り混ぜたもの。
- (4) 検量線用ガス：トリクロロエチレン，テトラクロロエチレンあるいはそのヘキサン溶液を検量線用ガス瓶に段階的（2～6 μL）に注入し揮発させたもの。電子捕獲検出器を用いる場合は，そのガスをさらに検量線用ガス瓶に段階的に注入し，希釈したガスを用いることもできる。

3.15.4 試料ガスの採取

試料ガスの採取方法は，次に規定するほか，JIS K 0095(試料ガス採取方法)による。

(1) 捕集瓶による場合

捕集瓶をあらかじめ1 kPa以下の真空に脱気しておき，ふっ素樹脂又はガラス製の導管を用いて試料ガスを採取する。

(2) 濃縮管による場合

濃縮管を直接ダクト内に入れ，濃縮管に接続した注射筒で試料ガスを吸引する。採取後，濃縮管を外し，ふっ素樹脂栓で密栓してシリカゲルデシケータの中に保存する。

3.15.5 定量操作

3.15.5.1 分析条件の設定

ガスクロマトグラフの分析条件を，表 3.15.3 に示す。

表 3.15.3 ガスクロマトグラフの分析条件

	水素炎イオン化検出器	電子捕獲検出器
カラム槽温度	60 ~ 100	60 ~ 100
試料気化室温度	150 ~ 250	150 ~ 250
検出器槽温度	150 ~ 250	150 ~ 250
キャリアーガス流量	20 ~ 80 mL/min	20 ~ 80 mL/min

燃料ガス流量	20 ~ 50 mL/min	.
助燃ガス流量	0.5 ~ 1.2 L/min	.

3.15.5.2 定量

(a) ガスクロマトグラフへの導入方法（捕集瓶による場合）

捕集瓶に採取した試料ガスの一定量を，気体用シリンジでとり，ガスクロマトグラフに導入してクロマトグラムを記録する。試料導入量は測定値が検量線の範囲内に入るように調節する。

(b) ガスクロマトグラフへの導入方法（濃縮管による場合）

3.2.3.3(2)b)に準拠する。

(c) 定量方法

得られた試料ガスのクロマトグラムからトリクロロエチレン又はテトラクロロエチレンのピーク面積（又は高さ）を測定し，あらかじめ作成した検量線から試料ガス中のトリクロロエチレン又はテトラクロロエチレン量を求める。

3.15.6 検量線の作成

(1) 捕集瓶による場合

検量線用ガス瓶から気体用シリンジを用いて，検量線用ガスを正確にとり，ガスクロマトグラフに導入してクロマトグラムを記録する。トリクロロエチレン又はテトラクロロエチレン量とピーク面積（又は高さ）との関係線を作成する。

(2) 濃縮管による場合

検量線用ガス瓶から気体用シリンジを用いて，検量線用ガスを正確にとり，栓をした濃縮管に注入する。この濃縮管に注射針を取り付け，気化導入装置に接続し，トリクロロエチレン又はテトラクロロエチレンをガスクロマトグラフに導入してクロマトグラムを記録する。トリクロロエチレン又はテトラクロロエチレン量とピーク面積（又は高さ）との関係線を作成する。

3.15.7 濃度の算出

試料ガス中のトリクロロエチレン又はテトラクロロエチレン濃度を，次の式によって算出する。

$$C_W = \frac{(W_a - W_b) \times 1000}{V_S}$$

$$C_V = \frac{(V_a - V_b) \times 1000}{V_S}$$

$$C_V = C_W \times K$$

ここに、
 C_w : 試料ガス中の測定対象物質の質量濃度 (mg/m³)
 C_v : 試料ガス中の測定対象物質の体積分率 (ppm)
 W_a : 検量線から求めた測定対象物質の質量 (μg)
 W_b : 空試験で得られた測定対象物質の質量 (μg)
 V_a : 検量線から求めた気体測定対象物質の体積 (μL)
 V_b : 空試験で得られた気体測定対象物質の体積 (μL)
 V_s : ガスクロマトグラフ分析に用いた試料ガス量 (mL)
 K : 測定対象物質 1 (mg/m³) 質量濃度に相当する体積分率 (ppm)

計算は、次式による。

$$K=22.41/M$$

なお、 M は、測定対象測定物質の 1 mol 当たりの質量 (g)

トリクロロエチレン (131.39 g)

テトラクロロエチレン (165.83 g)

22.41 は測定対象測定物質の 1 mol 当たりの体積 (L)

3.16 排ガス中のダイオキシン類の測定方法(JIS K 0311)2020

3.16.1 適用範囲

この規格は、燃焼、化学反応などによって煙道、煙突及びダクトに排出される排ガス中のダイオキシン類のガスクロマトグラフ質量分析計を用いた測定方法について規定する。

ダイオキシン類：テトラからオクタクロロジベンゾ・パラ・ジオキシン(以下、PCDDsという。)及びテトラからオクタクロロジベンゾフラン(以下、PCDFsという。)並びにダイオキシン様PCB(以下、DL-PCBsという。)

3.16.2 測定方法の概要

排ガス中のダイオキシン類を、円筒ろ紙などによる“ろ過捕集”，吸引瓶(インピンジャー)による“吸収捕集”又は吸着カラムによる“吸着捕集”で捕集し、捕集部から抽出後、クリーンアップしてガスクロマトグラフ質量分析計(以下、GC/MSという。)で同定、定量する。

測定の流れを図3.16.1に示す。

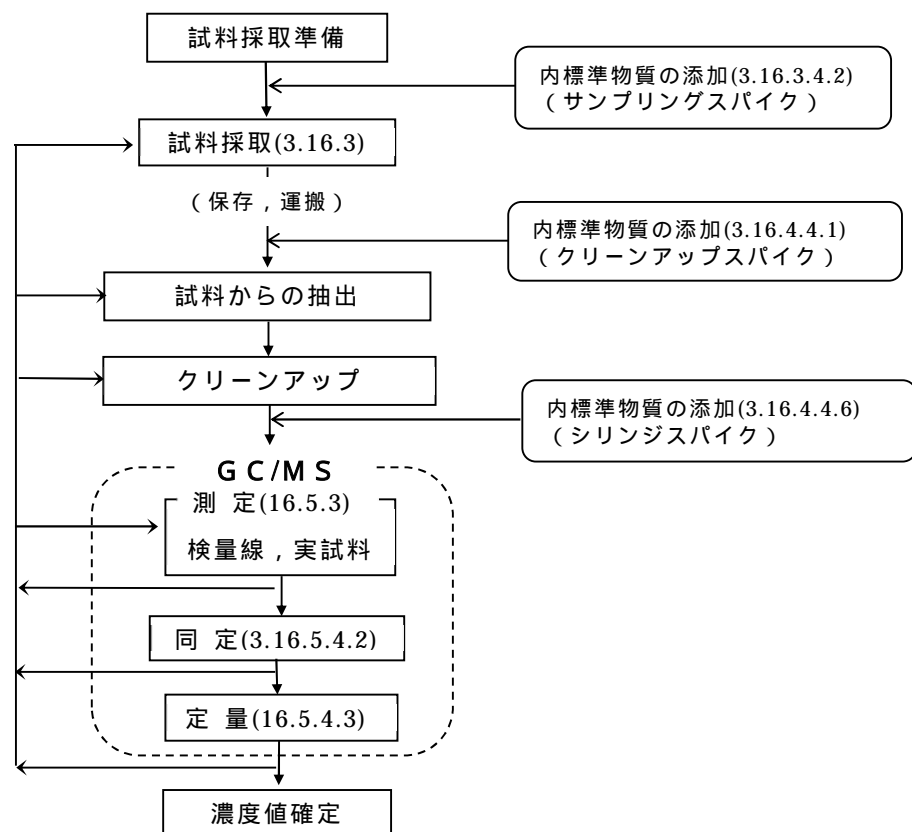


図 3.16.1 測定の流れ

3.16.3 試料ガスの採取

3.16.3.1 試料ガスの採取の概要

採取手順の概略を図 3.16.2 に示す。

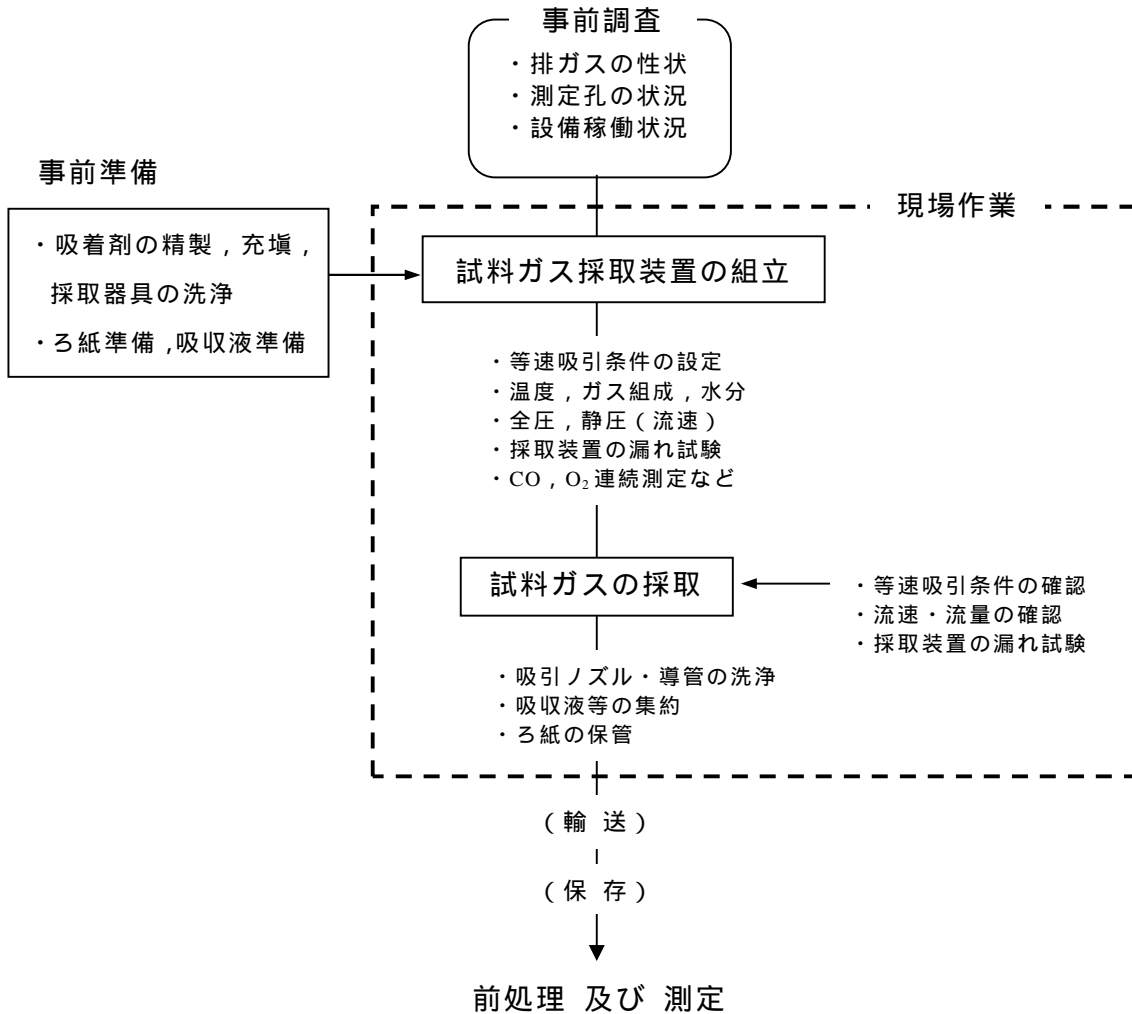


図 3.16.2 試料ガスの採取の作業手順

3.16.3.2 試料ガス採取装置

試料ガスの採取装置は採取管部，捕集部，吸引ポンプ及び流量測定部で構成する。

図 3.16.3-1 に採取装置の概略を図 3.16.3-2 に採取管部の概略をそれぞれ示す。



図 3.16.3-1 試料ガス採取装置の概略図

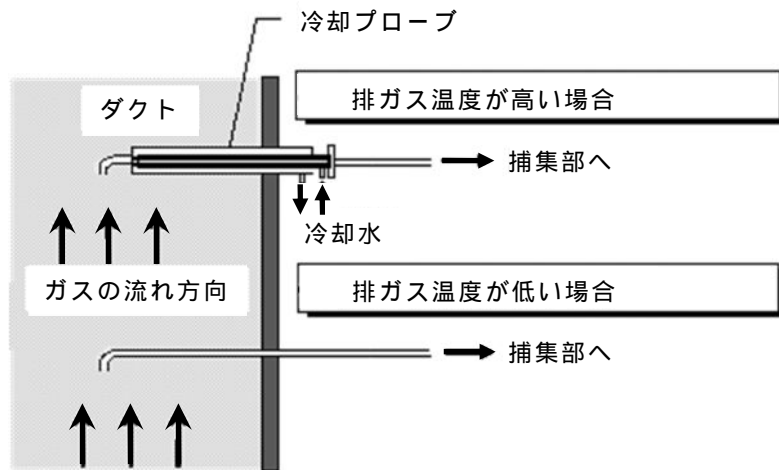


図 3.16.3-2 採取管部の概略図（JIS 本文 図 4 より）

< 試料ガス採取装置の例 >

これらの採取装置はダイオキシン類に対して実績のあるもの又は性能を満たすことが十分に確認されたものである。

表 3.16.1 採取装置の例

タイプ	適用範囲	使用条件
JIS 形	あらゆる排ガスに適用可能	.
JIS 形	一般及び産業廃棄物焼却炉の排ガス	水分量 42 % 以下 一酸化炭素濃度 670 ppm 以下 捕集部通過流量 35 L/min 以下
JIS 形	ほとんどの排ガスに適用可能	ダスト濃度が非常に高く、ダイオキシン類の濃度も非常に高いガスの場合は JIS K 0311 5.2 本文に規定された性能の確認を事前に行う必要がある。

a) JIS 形装置

排ガス中のダイオキシン類をフィルターによるろ過捕集，吸収瓶による液体捕集及び吸着カラムによる吸着捕集で捕集する採取装置の基本となる装置である。

吸着捕集部を液体捕集部()の後ろに接続しても問題はない。

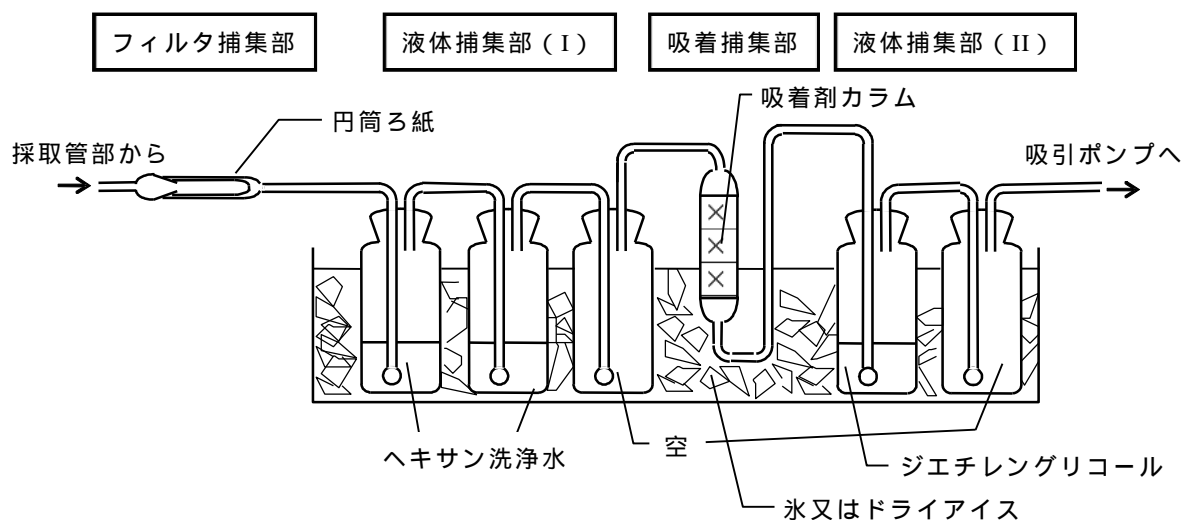


図 3.16.3-3 JIS 形採取装置の概要 (JIS 付属書 A 図 A.1 より)

b) JIS 形装置

フィルターによるろ過捕集部と，アルミナ系の吸着剤を特殊加工して成形した円筒フィルター状の吸着剤による吸着捕集部からなる採取装置である。

c) JIS 形装置

排ガスを冷却プローブ部、液体捕集部，ろ過吸着捕集部（ポリウレタンフォームとフィルター）からなる採取装置であり、欧州の規格（EN 1948）に規定されている装置である。

3.16.3.3 試薬

- a) 水, ジエチレングリコール(形), エチレングリコール(形)
- b) 溶剤: アセトン, トルエン, ヘキサン, メタノール, ジクロロメタン, ノナン
- c) ヘキサン洗浄水: 水をヘキサンで十分洗浄したもの
- d) サンプルングスパイク用内標準物質:

¹³C 又は ³⁷Cl で標識した PCDDs, PCDFs 及び PCBs のうち, 適正な種類を 1 種類以上, トルエン又はノナンで溶かした溶液。

このほかにクリーンアップスパイク用(前処理, 定量用)とシリンジスパイク用(GC/MS 測定用)がある。クリーンアップスパイク用は PCDDs, PCDFs については少なくとも塩素数ごとに 2,3,7,8-位塩素置換異性体を最低 1 種類ずつ使い, PCBs についてはノンオルト体の DL-PCBs を全種類、モノオルト体の DL-PCBs 又はその他の PCB を塩素化合物ごとに 1 種類ずつ選択する。毒性等価係数がゼロでない化合物は全て選択することが望ましい。

シリンジスパイク用はサンプルングスパイク用, クリーンアップスパイク用で使用したもの以外の内標準物質を用いる。使用例は付属書 B (JIS 本文)を参照。

3.16.3.4 試料ガスの採取の準備

3.16.3.4.1 事前調査

a) 事前調査

測定する排ガスは処理方法などによって性状が異なり, また, 作業場所も危険なケースが多い。事前に次の点を確認しておく。

< 事前調査すべき項目 >

- ・排ガスの性状(排ガスの温度, 流速, 組成, 圧力, 水分量など)
- ・測定位置(地上からの高さ, 測定孔の状況, 送排風機の位置など)
- ・ダクト(ダクトの形状, 寸法など)
- ・電源, 水道の有無
- ・作業の安全性(測定ステージの広さ, 梯子の状況等)
- ・その他

b) 採取位置

採取位置は代表的なガスが採取できる位置とし, JIS Z 8808 の箇条 5 に規定する流速測定点のうち, 可能な限り平均流速に近い地点とする。

3.16.3.4.2 内標準物質の添加(サンプルングスパイク)

ダイオキシン類採取装置の吸着捕集部にサンプルングスパイク用の内標準物質(1 ng ~ 20 ng 程度)を添加する。

3.16.3.5 試料ガスの採取

一般に, 連続運転の焼却炉などにおける排ガスの測定においては, 4 時間平均を基準とし, 炉

の燃焼状態が安定した時点から、最低1時間以上経過した後に試料ガスの採取を開始する。

間欠運転炉について、定常運転時の排ガスが代表試料と考えられる場合は、炉の立上げ及び停止時を除いた定常運転時に試料ガスを採取し、立上げ及び停止時が大きく影響すると考えられるような場合は、それらを含むような採取にするなど、その運転状況に応じて試料ガスを採取する。

3.16.3.6 測定に必要な最小の試料ガス量の算出

次の式によって測定に必要な最小の試料ガスの量を算出する。

$$V = \frac{DL}{1000} \times \frac{y}{x} \times \frac{V_E}{V'_E} \times \frac{1}{S_{DL}}$$

V : 測定に必要な最小の試料ガスの量 (0 , 101.32 kPa) (m³)

DL : 測定方法の検出下限値 (pg)

y : 測定用試料の液量 (μL)

x : GC/MS への注入量 (μL)

V_E : 抽出液量 (mL)

V'_E : 抽出液分取量 (mL)

S_{DL} : 設定した試料ガスにおける検出下限値 (0 , 101.32 kPa) (ng/m³)

3.16.3.7 採取操作

以下に採取手順を示す。

排ガスの温度、流速、圧力、水分量などを測定し、

測定点における排ガス流速を計算する

吸引流量を算出し、等速吸引となるようにノズルの内径を決定する

装置を組み立て、漏れ試験を行う

採取管のノズルを排ガスの流れと逆向きにした状態で測定点まで挿入し、

ガスメーターの指示値を記録する

吸引ポンプの作動と共に採取管のノズルの方向を排ガスの流れに直面させ、

等速吸引によって排ガスを吸引する

(この時の流速は測定点の排ガス流速に対して相対誤差-5~+10%の範囲内とする)

(この間、60分間ごとに流速を測定し、等速吸引量を調節することが望ましい)

（試料採取中少なくとも1回は採取装置の漏れ試験を行い記録する）

ガスメーターの温度及び圧力を記録しておく

必要量（算出された最小の試料ガス量以上）を吸引した後、

ノズルの方向を再び逆にし、吸引ポンプを停止し、

ガスメーター指示値を読み取った後、採取管を取り出す

一酸化炭素、酸素などの連続測定を同時に行う場合には、試料採取時間帯の1時間以上前から終了まで連続して行い、運転状態の同時確認を行う。

3.16.3.8 採取の記録

試料ガスの採取を行った場合は、通常、次の項目についてまとめて整理し、記録する。

- ・採取の日時
- ・採取場所の状況（発生源の種類、使用状況、採取位置、付近の状況、概略図など）
- ・採取対象の条件及び状況（温度、水分量、静圧、流速、湿り及び乾き流量、その他採取系の着色など）
- ・試料採取の条件（試料採取装置の構成、漏れ試験の結果、等速吸引流量、吸引時間、吸引ガス量及び必要に応じ捕集ダスト量など）

3.16.3.9 試料の回収及び保存

採取した試料は外気が混入しないようにして遮光し、試験室に運搬し遮光保存し、速やかに前処理の操作を行う。

3.16.3.10 試料ガス採取量（乾きガス量）の算出

標準状態における吸引した乾きガスの量は JIS Z 8808 の 10.5（吸引ガス量の測定方法）によって求める。

3.16.4. 試料の前処理

3.16.4.1 試料の前処理の概要

採取した試料は溶媒抽出液とした後、数回の精製操作を経て GC/MS 測定用検液とする。以下に前処理手順の概要を示す。

採取した試料

（ろ紙，吸着剤，吸収液，洗液）

内標準物質（クリーンアップスパイク）を添加する

ろ紙，吸着剤，吸収液などの形態ごとに抽出する

抽出液を合わせた後，必要に応じて分取し，
硫酸処理・シリカゲルカラムクロマトグラフ操作
又は多層シリカゲルカラムクロマトグラフ操作を行う

アルミナカラムクロマトグラフ操作，高速液体クロマトグラフ操作，
活性炭カラムクロマトグラフ操作のいずれか
又はこれらを組み合わせた精製操作を行う

(試料中に鉱物油などの油分が多いときなどは，必要に応じて
ジメチルスルホキシド分配処理操作を行う)

内標準物質を添加する
シリンジスパイク

試料を測定する。

3.16.4.2 試薬

- a) 水：JIS K 0557 に規定する A4 (又は A3) の水
- b) 溶剤：メタノール，アセトン，トルエン，ジクロロメタン，ヘキサン，ジメチルスルホキシド，デカン，ノナン，2,2,4-トリメチルペンタン
- c) 試薬：硫酸ナトリウム，塩酸，硫酸，水酸化カリウム，硝酸銀，
- d) ヘキサン洗浄水：水をヘキサンで十分洗浄したもの
- e) クリーンアップ及びシリンジスパイク用内標準物質：すべての炭素又は塩素原子が ^{13}C 又は ^{37}Cl で標識したダイオキシン類のうち，適正な種類及び濃度のノナン溶液 (JIS 本文付属書 B 参照)。クリーンアップ用はトルエン溶液でもよい。
- f) シリカゲル：シリカゲルをメタノールで洗浄し，130 で約 18 時間加熱し放冷したもの。
- g) 水酸化カリウム 2 %シリカゲル：シリカゲル 100 g に水酸化カリウム溶液 (50 g/L) 40 mL を加えた後，ロータリーエバポレータで減圧脱水して粉末状にする。
- h) 硫酸 22 %及び 44 %シリカゲル：シリカゲル 100 g に硫酸を 28.2 g を添加後，十分振とうして粉末状にする。なお，44 %のものは硫酸を 78.6 g 添加して同様に調製する。
- i) 硝酸銀 10 %シリカゲル：シリカゲル 100 g に硝酸銀溶液 (400 g/L) 28 mL を加えた後，ロータリーエバポレータで減圧脱水する。
- j) アルミナ：カラムクロマトグラフ用アルミナ (塩基性，活性度) は活性化したものであればそのまま用いる。活性化する必要がある場合は，加熱処理した後，速やかに使用する。
- k) 高速液体クロマトグラフ用カーボンカラム：

例) Hypercarb(内径 4.6 mm, 長さ 100 mm)(サーモフィッシャーサイエンティフィック(株))

l) 活性炭カラム充填剤:

例) 活性炭埋蔵シリカゲル(富士フィルム和光純薬(株)),
活性炭分散シリカゲル(関東化学(株))

m) ガラス繊維ろ紙: 孔径 0.5 μm 程度のもの。有機バインダーを含まないもの。

n) 窒素: JIS K 1107 に規定する高純度窒素 2 級又は同等の品質のもの。

%は質量分率。各種シリカゲル, 試薬の調製方法等の詳細は JIS 本文参照。

3.16.4.3 器具及び装置

前処理に使用する器具はメタノール, トルエン等で十分洗浄し, 空試験によって測定に支障がないことを確認する。カラムクロマトグラム管は内径 10 mm(又は内径 15 mm), 長さ 300 mm のものを用いる。また, ソックスレー抽出器, 各種濃縮器の接続部にはグリースを使用してはならない。

3.16.4.4 前処理操作

3.16.4.4.1 内標準物質の添加(クリーンアップスパイク)

回収した固体及び液体の抽出用試料にクリーンアップスパイクとして内標準物質を添加する。添加量は, 各抽出用試料に添加した合計量で, 通常, TeCDDs~HpCDDs 及び TeCDFs~HpCDFs では 0.1 ng~2 ng, OCDD 及び OCDF では 0.2 ng~4 ng 並びに DL-PCBs では 0.1 ng~2 ng となる。

3.16.4.4.2 各捕集部からの抽出

固体及び液体ごとに抽出操作を行い, それらの抽出液を混合して抽出液とする。液体捕集部の吸収液にダストが含まれる場合は, 孔径 0.5 μm 程度のガラス繊維ろ紙を用いてブフナー漏斗などでろ過する。ろ過残さは次の a) の塩酸処理を行ってから抽出用固体と合わせて抽出し, ろ液は b) の抽出用液体と合わせて抽出する。なお, 固体及び/又は液体を幾つかに分けて抽出してもよいが, 抽出用試料は全て, 3.16.4.4.1 に従ってクリーンアップスパイク用内標準物質を添加してから抽出操作を行わなければならない。

抽出液の調製までの分析フローの例を図 3.16.4 に示す。

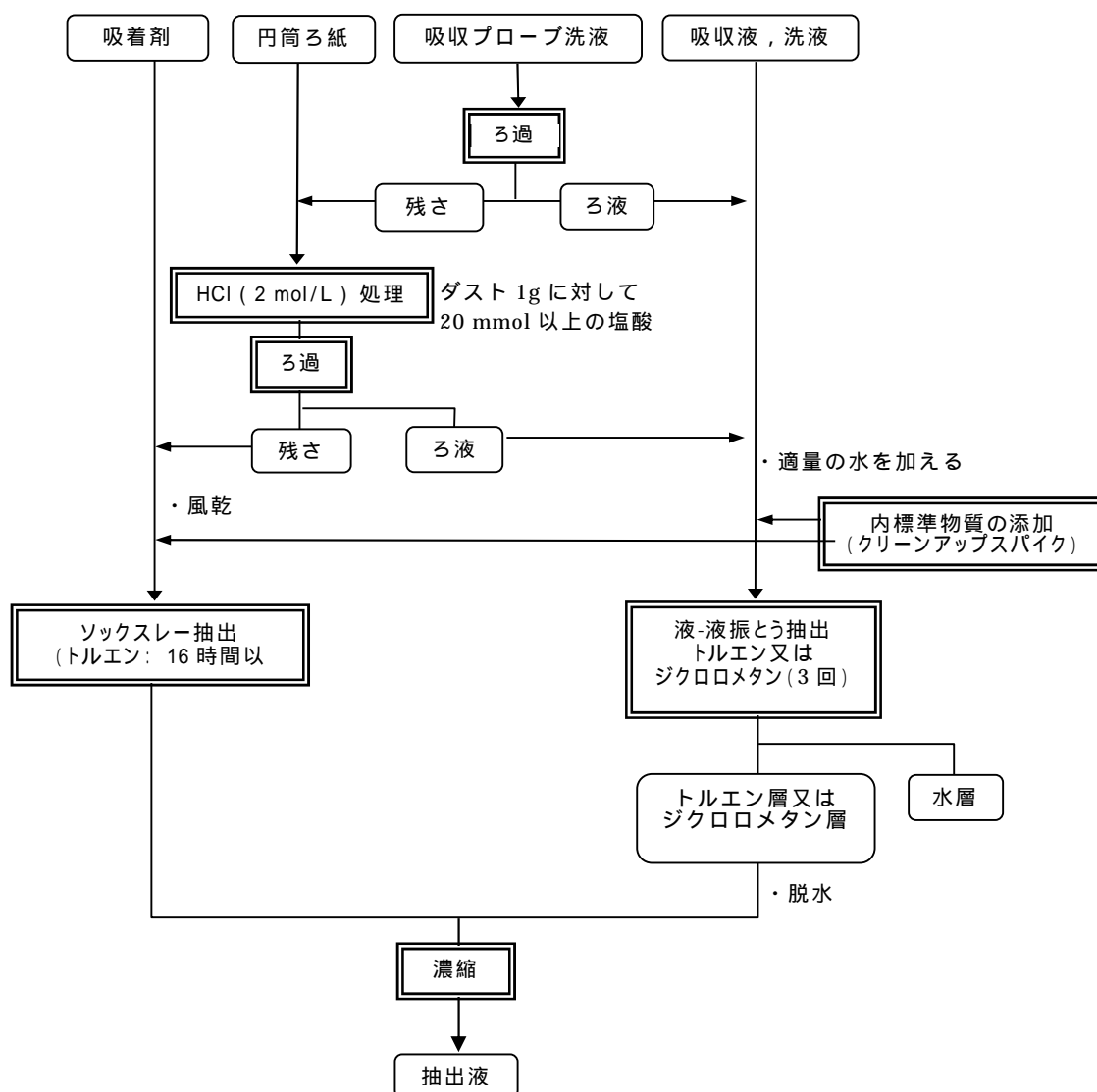


図 3.16.4 抽出液調製までのフローの例

a) 固体からの抽出（ろ過材，吸着剤など）

固体からの抽出についてはソックスレー抽出法等を用いて抽出する。ろ過材などに捕集されたダストについては次の操作を行う。

ダスト 1 g に対して塩酸が 20 mmol 以上になるように塩酸 (2 mol/L) を加える。

かき混ぜながら発泡を確認しつつ約 1 時間放置

（塩酸を加えても発泡しないことを確認する）

孔径 0.5 μm 程度のガラス繊維ろ紙を用いてブフナー漏斗などでろ過する。

ヘキサン洗浄水で洗浄後，更にメタノール又はアセトンで洗浄する

水分を除き風乾する。

ソックスレー抽出 16 時間（100 回転程度）以上

b) 液体からの抽出

a) の塩酸処理後のろ液、水溶液の吸収液及びその洗浄液並びにジエチレングリコール（附属書 A 参照）などの有機溶媒の吸収液及びその洗浄液などの液体については、次の操作を行う。

一つに合わせて分液漏斗に入れる

↓

溶液 1 L に対しトルエン又はジクロロメタン 100 mL の割合で添加する。

振とう幅約 5 cm，毎分 100 回以上で
約 20 分間振り混ぜて抽出する

この抽出を 3 回行い，抽出液を合わせる

硫酸ナトリウムを用いて脱水する

抽出用液体に、そこに含まれる有機溶媒を同量以上の水が含まれていない場合は、ヘキサン洗浄水を加えて同量以上とする。

3.16.4.4.3 抽出液の調製

各捕集部から得られた抽出液を合わせて濃縮してトルエンで一定量とし，抽出液とする。

3.16.4.4.4 硫酸処理 - シリカゲルカラムクロマトグラフ操作又は多層シリカゲルカラムクロマトグラフ操作

抽出液の適量を分取し（再測定の必要な場合があるため），濃縮器で約 5 mL に濃縮し，窒素気流によりトルエンを除去し，約 100 μ L の濃縮液とする。ヘキサン 2 mL ~ 3 mL を加え，窒素気流によって溶媒を除去し，約 100 μ L の濃縮液とする。この操作をもう 1 回繰り返す。

この濃縮液について，次に示す操作により精製する。

a) 硫酸処理・シリカゲルカラムクロマトグラフ操作

大部分のマトリックスの分解除去と，着色物質，多環芳香族炭化水素，強極性物質の除去を目的とする。

- (1) 濃縮液を分液漏斗（300 mL）にヘキサンで洗いこみながら移し入れる
↓ ← 硫酸 5 mL を加える
- (2) 穏やかに振とうし、静置後、硫酸層を除去する
(色が薄くなるまで3, 4回繰り返す)
- (3) ヘキサン層をヘキサン洗浄水で中性になるまで繰り返し洗浄した後、硫酸ナトリウムで脱水する
- (4) 濃縮器で約2 mLに濃縮する
- (5) シリカゲルカラムクロマトグラフ管（内径10又は15 mm、長さ300 mm）にシリカゲル3 gを、ヘキサンを用いて充填する
- (6) 濃縮液をカラムに移し入れ、ヘキサン150 mLを入れた円筒形滴下漏斗をカラムクロマトグラフ管の上部に装着し、ヘキサンを約2.5 mL/minの流量で流下させる
- (7) 溶出液は濃縮器で約2 mLに濃縮する

b) 多層シリカゲルカラムクロマトグラフ操作

フェノール類，酸性物質，脂質，タンパク質，含硫黄化合物，脂肪族炭化水素類，強極性物質，着色物質，多環芳香族炭化水素の除去を目的とする。

基本操作は a) の 6) ~ 7) と同様であるが，操作後，充填部の着色が多い場合はこの操作を繰り返す。多層シリカゲルカラムの例を図 3.16.5 に示す。

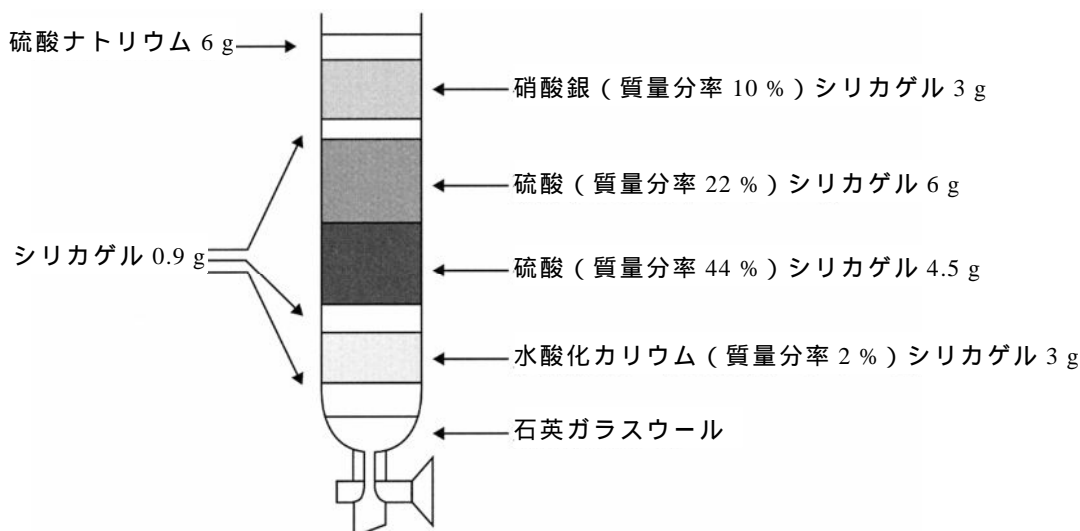


図 3.16.5 多層シリカゲルカラムクロマトグラムの例（JIS 本文 図 7 より）

3.16.4.4.5 その他の精製操作

3.16.4.4.4 で得られた濃縮液を，次に示すいずれかの操作又はそれらの組み合わせで精製を行い，PCDDs 及び PCDFs 測定用と DL-PCBs 測定用の濃縮液を調製する。

a) アルミナカラムクロマトグラフ操作（PCDDs 及び PCDFs 測定用）

低極性物質，有機塩素化合物の除去を目的とする。

3.16.4.3 のカラムにアルミナ 10 g をヘキサンを用いて充填する

濃縮液を正確に二分し，
そのひとつを窒素気流で約 0.5 mL に濃縮

カラムに移し入れる

< 第 1 画分 >（これは測定終了まで保管。）
ジクロロメタン 2 % ヘキサン溶液 100 mL を約 2.5 mL/min で流す

< 第 2 画分 >（PCDDs 及び PCDFs を含む。）
ジクロロメタン 50 % ヘキサン溶液 150 mL を約 2.5 mL/min で流す

第 2 画分を濃縮器で約 2 mL に濃縮する

%は体積分率

b) アルミナカラムクロマトグラフ操作（DL-PCBs 測定用）

低極性物質，有機塩素化合物の除去を目的とする。

3.16.4.3 のカラムにアルミナ 10 g をヘキサンを用いて充填する

濃縮液を正確に二分し，
そのひとつを窒素気流で約 0.5 mL に濃縮

カラムに移し入れる

ヘキサン溶液 40 mL を約 2.5 mL/min で流し鎖状炭化水素などを溶出させる。

< 第 1 画分 >（DL-PCBs を含む）
ジクロロメタン 5 % ヘキサン溶液 120 mL を約 2.5 mL/min で流す

< 第 2 画分 >（これは測定終了まで保管）
ジクロロメタン 50 % ヘキサン溶液 160 mL を約 2.5 mL/min で流す

第1画分を濃縮器で約2 mLに濃縮する

%は体積分率

c) 高速液体クロマトグラフ操作

PCDDs, PCDFs 及び DL-PCBs の分離精製を目的とする。

< 高速液体クロマトグラフの仕様 >

流路切替えバルブを装着した高速液体クロマトグラフにカーボンカラムを移動相の流れの向きが切替えられるように装着し、溶離液の流量を 2 mL/min に設定する。検出器は吸光度検出器とし、検出器出口から溶出液を分取できるようにしておく。

溶離液をトルエンとして通常の流れの向きで流し、
十分にカラムを洗浄する

溶離液をヘキサンにしてカラム及び装置の流路内をヘキサンで置換する
(検出器の指示値の変化でヘキサンに置換したかどうか判断する)

濃縮液を更に窒素気流によって 100 µL 程度に濃縮し、
高速液体クロマトグラフに注入する

< 第1画分 > (DL-PCBs 以外の PCB を含む)
溶離液をヘキサンのままで 4 分間流し、溶出液 8 mL を分取する

< 第2画分 > (DL-PCBs のモノオルト体を含む)
溶離液をジクロロメタン 50 % を含むヘキサン溶液として
20 分間流し、溶出液 40 mL を分取する

< 第3画分 > (DL-PCBs のノンオルト体を含む)
溶離液をトルエン 30 % を含むヘキサン溶液として
20 分間流し、溶出液 40 mL を分取する

< 第4画分 > (PCDDs 及び PCDFs を含む)
最後にオープン を 50 に加熱し、カラムでの移動相の流れの向きを逆にして
トルエンを 15 分間流し、溶出液 30 mL を分取する

第2画分と第3画分とを一つにし、DL-PCBs 測定用として濃縮器で約 2 mL に濃縮
第4画分を PCDDs 及び PCDFs 測定用として同様に濃縮する

%は体積分率

d) 活性炭カラムクロマトグラフ操作

PCDDs, PCDFs 及び DL-PCBs の分離精製を目的とする。

【注意事項】

操作条件は使用するカラムによって異なってくるので、あらかじめフライアッシュの抽出液などを用いて分画試験を行う必要がある。

3.16.4.3 のカラムに硫酸ナトリウムを
厚さ 10 mm, 活性炭カラム充填剤を 1 g, 硫酸ナトリウムを厚さ 10 mm に
積層して充填する

トルエンを流下させて十分洗浄した後, ヘキサンに置換する

濃縮液を更に窒素気流で約 100 μ L 程度に濃縮

カラムに移し入れ, ヘキサン 50 mL を 2.5 mL/min で流す

< 第 1 画分 > (DL-PCBs のモノオルト体を含む)
ジクロロメタン 25 % ヘキサン溶液 150 mL を 2.5 mL/min で流す

< 第 2 画分 >
(PCDDs, PCDFs 及び DL-PCBs のノンオルト体を含む)
トルエン 200 mL を 2.5 mL/min で流す

第 1 画分, 第 2 画分を濃縮器で約 2 mL にそれぞれ濃縮する

%は体積分率

e) ジメチルスルホキシド (DMSO) 分配処理操作

脂肪族炭化水素などの低極性物質の除去を目的とする。

【注意事項】

この操作は脂肪族炭化水素などの低極性物質の除去を目的として行うものであり, PCDDs 及び PCDFs 測定用, DL-PCBs 測定用に分けることはできないので, a) ~ d) の精製操作と組み合わせて行う。

分液漏斗



ヘキサン飽和の DMSO 25 mL
濃縮液
(ヘキサンで洗浄しながら移し入れる)

振とう抽出 (4 回)

DMSO 抽出液を合わせて (100 mL) 分液漏斗へ

(ヘキサン 40 mL による洗浄)



ヘキサン 75 mL
ヘキサン洗浄水 100 mL

振とう抽出 (3 回)

ヘキサン抽出液を合わせて (約 225 mL) 分液漏斗へ

(水酸化カリウム水溶液 (2 mol/L) 10 mL による洗浄)

（水 25 mL で 2 回洗浄）

（硫酸ナトリウムで脱水）

濃縮器で 2 mL に濃縮する

3.16.4.4.6 測定用試料の調製

3.16.4.4.5 の精製操作によって得られた各濃縮液にシリンジスパイク用内標準物質を検量線作成用標準液と同程度の濃度になるように添加し、ノナン、トルエン、デカン又は 2,2,4-トリメチルペンタン 0.5 mL を加え、再度、窒素気流下で一定液量にしたものを測定用試料とする。

3.16.5. 同定及び定量

3.16.5.1 概要

同定と定量は、MS の分解能 10000 以上の高分解能での測定を維持するため、質量校正用標準物質を測定用試料と同時にイオン源に導いて測定イオンに近い質量のイオンをモニターして質量の微小な変動を補正するロックマス方式の選択イオンモニタリング法（以下、SIM 法という。）を用いてダイオキシン類のピークを検出することにより行う。同定は保持時間及びイオン強度比の一致の程度によって行い、定量はクロマトグラム上のピーク面積から内標準法によって行う。

本規格の GC/MS の検出下限は、装置、測定条件によって変動はあるが、四塩素化物及び五塩素化物で 0.1 pg、六塩素化物及び七塩素化物で 0.2 pg、八塩素化物で 0.5 pg、DL-PCBs で 0.2 pg 以下である。

3.16.5.2 試薬及び装置

3.16.5.2.1 試薬

a) 校正用標準試料（MS の質量校正用）

ペルフルオロケロセン（PFK）などの質量分析用高沸点成分を使用する。

b) 標準物質

標準物質は表 3.16.2 に示すものを用いる。これらは国家計量標準にトレーサブル又は国家計量標準機関が認めた標準物質とする。

標準液はガラス製の密閉容器に入れて冷暗所に、厳重な管理下で保管する。

c) 内標準物質

内標準物質は 3.16.3.3d) に示すものを用いる。

d) 検量線作成用標準液

b) の標準物質と c) の内標準物質を混合して、GC/MS の定量範囲内で GC/MS の検出下限程度の低濃度から 5 段階程度をノナン、トルエン、デカン又は 2,2,4-トリメチルペンタンで希

釈して調製する。調製例は付属書B（JIS本文）を参照。

表 3.16.2 ダイオキシン類の標準物質（JIS本文 表 6 より）

		標準物質
PCDDs	TeCDD	2,3,7,8-TeCDD
	PeCDD	1,2,3,7,8-PeCDD
	HxCDD	1,2,3,4,7,8-HxCDD
		1,2,3,6,7,8-HxCDD
		1,2,3,7,8,9-HxCDD
	HpCDD	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD
	OCDD	1,2,3,4,6,7,8,9-OCDD
PCDFs	TeCDF	2,3,7,8-TeCDF
	PeCDF	1,2,3,7,8-PeCDF
		2,3,4,7,8-PeCDF
	HxCDF	1,2,3,4,7,8-HxCDF
		1,2,3,6,7,8-HxCDF
		1,2,3,7,8,9-HxCDF
		2,3,4,6,7,8-HxCDF
	HpCDF	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF
		1,2,3,4,7,8,9-HpCDF
	OCDF	1,2,3,4,6,7,8,9-OCDF
DL-PCBs	TeCB	3,3',4,4'-TeCB (#77)
		3,4,4',5-TeCB (#81)
	PeCB	2,3,3',4,4'-PeCB (#105)
		2,3,4,4',5-PeCB (#114)
		2,3',4,4',5-PeCB (#118)
		2',3,4,4',5-PeCB (#123)
		3,3',4,4',5-PeCB (#126)
	HxCB	2,3,3',4,4',5-HxCB (#156)
		2,3,3',4,4',5'-HxCB (#157)
		2,3',4,4',5,5'-HxCB (#167)
		3,3',4,4',5,5'-HxCB (#169)
	HpCB	2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (#189)
	注記 括弧内の数値は、IUPAC No.を示す。	

3.16.5.2.2 装置（GC-MS）

GC-MS の仕様と性能を表 3.16.3 と表 3.16.4 に、測定条件を表 3.16.5 に示す。

表 3.16.3 GC の仕様及び性能

試料導入部	スプリットレス方式，オンカラム方式又は大量注入方式で 250～300 で使用可能なもの
キャリアーガス	純度 99.999 %（体積分率）以上の高純度ヘリウム
カラム恒温槽	温度制御範囲 50～350 ，昇温プログラムの可能なもの
カラム	<p>内径 0.1～0.52 mm，長さ 25～60 m の熔融シリカ製のキャピラリーカラム。</p> <p>PCDDs 及び PCDFs の測定では，2,3,7,8-位塩素置換異性体が可能な限り単離でき，全ての化合物についてクロマトグラム上における溶出順位の判明しているカラムを使用する。全ての 2,3,7,8-位塩素置換異性体を他の異性体と完全に分離できるカラムは報告されていないので，溶出順位の異なる 2 種以上のカラムを併用して 2,3,7,8-位塩素置換異性体全てを単独に定量できるようにすることが望ましい。</p> <p>DL-PCBs の測定では，12 種類の DL-PCBs が他の PCB 化合物と可能な限り単離でき，TeCB～DeCB の PCB 化合物全てについてクロマトグラム上における溶出順位の判明しているカラムを使用する。</p> <p>PCDDs 及び PCDFs の溶出順位が報告されているカラムとしては，BPX-DXN（SGE），CP-Sil 88（Agilent J&W），DB-5（Agilent J&W），DB-17（Agilent J&W），DB-210（Agilent J&W），DB-225（Agilent J&W），007-17（Quadrex），RH-12ms（Inventx），SP-2331（Supelco）などがあり，PCB の溶出順位が報告されているカラムとしては，DB-5ms（Agilent J&W），HT8-PCB（SGE），RH-12ms（Inventx）などがある。</p>

表 3.13.4 MS の仕様及び性能

方式	二重収束方式
分解能	10000 以上。内標準物質として $^{13}\text{C}_{12}$ -OCDF を使用する場合，キャピラリーカラムによっては 12000 が必要
イオン検出方法	質量校正用標準物質を用いたロックマス方式による SIM 法
イオン化方法	電子イオン化（EI）法
イオン源温度	250～320
イオン化電流	0.5～1 mA
電子加速電圧	30～70 V
最大イオン加速電圧	5～10 kV

表 3.13.5 測定条件

GC	PCDDs 及び PCDFs	2,3,7,8-位塩素置換異性体のピークが他の異性体のものと良好な分離が得られ，各塩素化物の保持時間が適切な範囲にあり，安定した応答が得られるように GC の条件を設定する。
	DL-PCBs	DL-PCBs のピークが他の化合物のものとして良好な分離が得られ，各塩素化物の保持時間が適切な範囲にあり，安定した応答が得られるように GC の条件を設定する。
MS	分解能	分解能は 10 000 以上とする。ただし，内標準物質として $^{13}\text{C}_{12}$ -OCDF を使用する場合，GC のカラムの選択によっては 12 000 程度が必要になる。
	検出方法	質量校正用標準試料を用いたロックマス方式による SIM を用いる。
	質量/電荷数（m/z）	標準物質及び内標準物質の塩素化物ごとに，二つ以上の選択イオンの m/z 及びロックマス用の選択イオンの m/z を設定する。

GC の測定条件については，設定した条件における各化合物の分離状況を飛灰の抽出液などの試料を測定して確認しておく。

キャピラリーカラムによって得られるピークについては、一つのピークに対して十分な測定点を確保するため、ピークを構成する測定点が7点以上となるようにSIMのサンプリングの周期を設定しなければならない。クロマトグラム上の各ピークの保持時間を考慮して、時間分割によるグルーピング方式によって測定してもよいが、この場合にはグループごとに、適切な内標準物質ピークが出現するように条件を設定する。

3.16.5.3 測定操作

3.16.5.3.1 GC-MS 測定操作

GC-MSのSIM測定操作は次による。

MSの調整(質量校正用プログラムによって行う。)

質量校正結果は保存

GC-MSを所定の条件に設定する。

校正用標準試料を導入し、モニターイオンの応答の安定を確認。

測定試料の測定を行う。

測定終了。

データ処理作業に入る前に個々の試料ごとに校正用標準試料のモニターイオンのクロマトグラム、妨害成分の有無及び2,3,7,8-位塩素置換異性体の分離の確認を行う。

校正用標準試料のモニターイオンのクロマトグラムで、測定対象化合物の出現時間においてシグナルに $\pm 20\%$ を超えた変動が認められた場合には、その化合物については定量してはならない。主な要因として、試料の前処理が不十分な場合が考えられるので、試料の前処理を再度十分に行い、ロックマスの変動を最小限に抑える。

3.16.5.3.2 検量線の作成

a) 標準液のS/N比及び測定及びピーク面積の強度比の確認

1濃度に対し最低3回GC/MSに注入し、全濃度領域で合計15点以上のデータをとる。最も濃度の低い検量線作成用標準液のクロマトグラムにおいて、ベースラインのノイズ幅(N)に対する標準物質のピーク高さ(S)の比(S/N)が10以上であることを確認するとともに、各標準物質の対応する二つのイオンのピーク面積の強度比を求め、塩素原子の同位対存在比から推定されるイオン強度比(JIS本文表9参照)と $\pm 15\%$ 以内で一致することを確認する。

b) 相対感度の算出

各標準物質及び内標準物質のピーク面積を求め、各標準物質の対応するクリーンアップスパイク内標準物質(JIS本文付属書B参照)に対するピーク面積の比と注入した標準液中のその標準物質と内標準物質の濃度の比を用いて検量線を作成し、検量線の切片が限りなくゼロ(0)に近いことを確認する。

$$RR_{CS} = \frac{Q_{CS}}{Q_S} \times \frac{A_S}{A_{CS}}$$

- RR_{CS} : 測定対象物質のクリーンアップスパイク内標準物質との相対感度
 Q_{CS} : 標準液中のクリーンアップスパイク内標準物質の量(pg)
 Q_S : 標準液中の測定対象物質の量(pg)
 A_S : 標準液中の測定対象物質のピーク面積
 A_{CS} : 標準液中のクリーンアップスパイク内標準物質のピーク面積

RR_{CS} は測定ごとに求め、得られた全濃度域合計 15 点以上のデータを平均する。この場合、データの変動係数は 5 %を目安とし、10 %を超える化合物があってはならない。

同様に、クリーンアップスパイク内標準物質のシリンジスパイク内標準物質に対する相対感度(RR_{RS})、サンプリングスパイク内標準物質のクリーンアップスパイク内標準物質に対する相対感度(RR_{SS})もそれぞれ算出し(計算方法はJIS本文参照)、得られたそれぞれの全データを平均する。この場合、データの変動係数は 10 %を目安とし、20 %を超える化合物があってはならない。

3.16.5.3.3 試料の測定

a) 検量線の確認

1日に1回以上、検量線作成用標準液の中から一つ以上選び測定し、 RR_{CS} を求める。さらに、 RR_{RS} 及び RR_{SS} を求める。

これらの相対感度が検量線作成時の相対感度に対して、 RR_{CS} については $\pm 10\%$ 、 RR_{RS} 及び RR_{SS} については $\pm 20\%$ にあるとき、求めた相対感度を用いて測定を行う。この範囲を外れた場合には、その原因を取り除き、再測定を行うか、再度検量線を作成する。

保持時間についても、保持時間が1日に $\pm 5\%$ 、内標準物質との保持時間の比が $\pm 2\%$ を超えて変動する場合には、その原因を取り除き、その直前に行った一連の試料の再測定を行う。

b) 試料の測定

3.16.4で調製した測定用試料を測定し、各塩素化合物のモニターイオンについてクロマトグラムを得る。

3.16.5.4 同定及び定量

3.16.5.4.1 ピークの検出

ベースラインのノイズ幅(N)に対して3倍以上のピーク高さ(S)であるピーク、すなわち $S/N=3$ 以上(求め方はJIS本文参照)となるピークについて同定及び定量の操作を行う。

3.16.5.4.2 ダイオキシン類の同定

a) ダイオキシン類の同定

二つ以上のイオンにおけるクロマトグラム上のピーク面積の比が標準物質のものとはほぼ同じであり、塩素原子の同位体存在比(JIS本文表6)から推定されるイオン強度比に対して±15%以内(検出下限の3倍以下の濃度では±25%以内)であれば、そのピークはダイオキシン類又はPCBによるものであるとする。

b) 2,3,7,8-位塩素置換異性体の同定

同定されたPCDDs及びPCDFsの中の2,3,7,8-位塩素置換化合物はクロマトグラム上のピークの保持時間が標準物質とほぼ同じであり、対応する内標準物質との相対保持時間が標準物質と一致することで同定する。

c) DL-PCBの同定

同定されたPCBの中のDL-PCBはクロマトグラム上のピークの保持時間が標準物質とほぼ同じであり、対応する内標準物質との相対保持時間が標準物質と一致することで同定する。

3.16.5.4.3 ダイオキシン類の定量

a) 各化合物の定量

抽出液全量中の同定された各化合物の量は、それに対応するクリーンアップスパイク内標準物質(JIS本文付属書2参照)の添加量を基準にして内標準法で求める。

$$Q_i = \frac{A_i}{A_{CSi}} \times \frac{Q_{CSi}}{RR_{CS}}$$

- Q_i : 抽出液全量中の化合物の量(ng)
 A_i : クロマト上の化合物のピーク面積
 A_{CSi} : 対応するクリーンアップスパイク内標準物質のピーク面積
 Q_{CSi} : 対応するクリーンアップスパイク内標準物質の添加量(ng)
 RR_{CS} : 対応するクリーンアップスパイク内標準物質との相対感度

2,3,7,8-位塩素置換異性体及びDL-PCB以外の化合物の定量には、各塩素化物に用いている標準物質とクリーンアップスパイク内標準物質との相対感度の平均値を用いる。

b) 濃度の算出

得られた各化合物の量と採取ガス量などから試料中の濃度を算出し、JIS Z 8401の規定によって数値を丸め、有効数字2けたとする。

$$C_i = (Q_i - Q_t) \times \frac{1}{V_{SD}}$$

- C_i : 試料中の化合物の濃度(273.15 K(0), 101.32 kPa)(ng/m³)

Q_i : 抽出液全量中の化合物の量(ng)
 Q_t : 空試験での化合物の量(ng)
 V_{SD} : 273.15 K(0℃), 101.32 kPa における試料ガスの採取量(m³)

【注意】酸素の濃度による補正が必要な場合には、実測した濃度を JIS 本文 式(8) によって所定の酸素の濃度に換算したものを濃度とする。

3.16.5.5 検出下限及び定量下限

装置、測定方法及び試料ガスの検出下限、定量下限の求め方を表 3.16.5 に示す。

表 3.16.5 検出下限及び定量下限について

	装置の 検出下限及び定量下限	測定方法の 検出下限及び定量下限	試料ガスにおける 検出下限及び定量下限
算出 方法	最低濃度の検量線作成用標準液を測定し、各 2,3,7,8-位塩素置換異性体を定量する。これを 5 回以上繰り返し、標準偏差を求め、その 3 倍を装置の検出下限値、10 倍を装置の定量下限値とする。	測定と同じ量の吸収液、吸着剤、フィルター抽出液に標準物質(JIS 本文 式(8)より)を添加し、前処理、測定を行う。これを 5 回以上行い、標準偏差を求め、その 3 倍を測定方法の検出下限値、10 倍を測定方法の定量下限値とする。	試料採取量により異なるため、測定方法の検出下限及び定量下限、試料ガスの採取量等により、試料ごとに求める。JIS 本文 式(9)、(10)
検出 下限値	四塩素化物及び五塩素化物で 0.1 pg、六塩素化物及び七塩素化物で 0.2 pg、八塩素化物で 0.5 pg、DL-PCB で 0.2 pg 以下になるように調節する。	.	評価しなければならない濃度の 1/30 以下でなければならない。
管理 方法	ある一定の周期で確認し、常に十分な値が得られるように管理する。GC/MS 及び測定条件を変更した場合などは必ず確認する。	ある一定の周期で確認し、常に十分な値が得られるように管理する。前処理条件及び測定条件などを変更した場合などは必ず確認する。	.
丸め方	測定値の丸めを行わずに標準偏差を算出し、得られた検出下限は有効数字 1 けたとし、定量下限は、検出下限と同じけたまで丸める。		

< 試料測定時の検出下限の確認 >

実際の試料の測定の際、2,3,7,8-位塩素置換異性体及び DL-PCBs の中でピークが検出されなかったものについては、S/N 比より検出下限を推定し、算出される試料ガス中の濃度が“試料ガスにおける検出下限”以下であることを確認する。

その値が試料ガスにおける検出下限を超える場合は、前処理操作、測定操作に問題がなかったかどうかを確認し、その原因を除いて再測定し、少なくとも試料測定時の検出下限から算出される試料ガスの濃度が、評価しなければならない濃度の 1/30 以下になるようにする。

3.16.6 結果の報告

3.16.6.1 結果の表示方法

a) PCDDs 及び PCDFs

- ・ PCDDs 及び PCDFs の濃度の測定結果には次の3つを記載する
 - ・ 2,3,7,8-位塩素置換異性体の濃度
 - ・ 四塩素化物～八塩素化物（TeCDDs～OCDD 及び TeCDFs～OCDF）の同族体濃度
 - ・ それらの総和
- ・ 試料ガスにおける検出下限以上で定量下限未満のものは“定量下限値以上の値と同等の精度が保証できない値”であることが分かるような表示方法（例えば括弧付きにするとか別の欄にするとか）とする。
- ・ 単独で定量できなかった2,3,7,8-位塩素置換異性体については、それが分かるように結果表の2,3,7,8-位塩素置換異性体の欄に重なっている異性体の名称を明記する。
例 “1,2,3,7,8 + 1,2,3,4,8-PeCDF”
- ・ 各同族体の濃度及びそれらの総和は、検出された化合物の濃度で算出する。
- ・ これらの表示方法は表 3.16.6 のとおりとし、試料ガスにおける検出下限及び定量下限も明記する。また、表 3.16.7 の毒性当量（TEQ 濃度）を求めて結果をまとめる場合には、JIS 附属書 E を参考とする。

表 3.16.6 PCDDs, PCDFs の同族体及び化合物の表示方法（JIS 本文 表 10 より）

	PCDDs		PCDFs	
	同族体	化合物	同族体	化合物
化合物及び同族体	TeCDDs	2, 3, 7, 8-TeCDD その他	TeCDFs	2, 3, 7, 8-TeCDF その他
	PeCDDs	1, 2, 3, 7, 8-PeCDD その他	PeCDFs	1, 2, 3, 7, 8-PeCDF 2, 3, 4, 7, 8-PeCDF その他
	HxCDDs	1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDD 1, 2, 3, 6, 7, 8-HxCDD 1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDD その他	HxCDFs	1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDF 1, 2, 3, 6, 7, 8-HxCDF 1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDF 2, 3, 4, 6, 7, 8-HxCDF その他
	HpCDDs	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-HpCDD その他	HpCDFs	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-HpCDF 1, 2, 3, 4, 7, 8, 9-HpCDF その他
	OCDD	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8, 9-OCDD	OCDF	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8, 9-OCDF
総和	PCDDs	-	PCDFs	-
	PCDDs+PCDFs			

b) DL-PCB

- ・ DL-PCB の濃度の測定結果には各化合物の濃度とそれらの総和を a)と同様に記載する。
- ・ 表示方法は表 3.16.7 のとおりとし、試料ガスにおける検出下限及び定量下限も明記する。
- ・ 3.16.6.3 の毒性当量（TEQ 濃度）を求めて結果をまとめる場合には、JIS 附属書 E を参考

とする。

表 3.16.7 DL-PCB の化合物の表示方法（JIS 本文 表 11 より）

	ノンオルト体	モノオルト体
化合物	3, 3', 4, 4'-TeCB (#77) 3, 4, 4', 5-TeCB (#81)	.
	3, 3', 4, 4', 5-PeCB (#126)	2, 3, 3', 4, 4'-PeCB (#105) 2, 3, 4, 4', 5-PeCB (#114) 2, 3', 4, 4', 5-PeCB (#118) 2', 3, 4, 4', 5-PeCB (#123)
	3, 3', 4, 4', 5, 5'-HxCB (#169)	2, 3, 3', 4, 4', 5'-HxCB (#156) 2, 3, 3', 4, 4', 5-HxCB (#157) 2, 3', 4, 4', 5, 5'-HxCB (#167)
	.	2, 3, 3', 4, 4', 5, 5'-HpCB (#189)
総和	ノンオルト体	モノオルト体
	DL-PCBs	

3.16.6.2 濃度の単位

ダイオキシン類の実測値は， ng/m^3 （273.15 K(0)，101.32 kPa）で表示する。

3.16.6.3 毒性当量（TEQ）への換算

ダイオキシン類の濃度を毒性当量に換算する場合は，測定濃度に毒性等価係数（TEF）を乗じて ng-TEQ/m^3 （273.15 K(0)，101.32 kPa）として表示する。

a) 毒性等価係数（TEF）

毒性等価係数（TEF）（JIS 附属書 E 表 E.1-TEF：2006）を使用して毒性当量を求める。

b) 毒性当量（TEQ）の算出

各化合物の毒性当量を算出し，その合計を毒性当量とする。なお，計算の際，個々の化合物の毒性当量については数値の丸めの操作は行わず，その合計の値をもって有効数字2けたに数値を丸める。換算方法は次の中から選択し，換算値には用いた方法が分かるよう明記する。

- 1) 特に指定がない場合，確実にあるといえる値だけを使用する。つまり，定量下限以上の値はそのままその値を用い，それ以外をゼロとする。
- 2) 目的に応じて次の方法がある
 - 2.1) 最大に見積もられる値：検出下限以上の値はそのままの値を用い，検出下限未満のものは試料ガスにおける検出下限を用いて計算する。
 - 2.2) 確率的に真値に一番近いと推定される値：検出下限以上の値はそのままの値を用い，検出下限未満のものは試料ガスにおける検出下限の 1/2 の値を用いて計算する。

3.17 排ガス中のダスト濃度の測定方法（JIS Z 8808）2013年

3.17.1 測定方法の概要

排ガス中のダスト濃度の測定方法の概要について、図 3.17.1 に示す。

3.17.2 測定位置，測定孔及び測定点

3.17.2.1 測定位置

測定位置は，測定作業が容易かつ安全に行える場所で，排ガスの流れが比較的一様に整流されているところとする。

3.17.2.2 測定孔

内径 10～15 cm 程度のものをダクト壁面へ取り付け。

3.17.2.3 測定点

測定位置に選んだダクトの測定断面の形状及び大きさに応じて適当数の等面積に区分し，その区分面積ごとに測定点を選ぶ。

（1）円形断面の場合

測定断面において互いに直交する直径線上の，表 3.17.1 に示す位置に測定点を選ぶ。測定点の数は，ダクトの直径が 4.5 m を超える場合には，20 点までとする。

表 3.17.1 円形断面の測定点の取り方

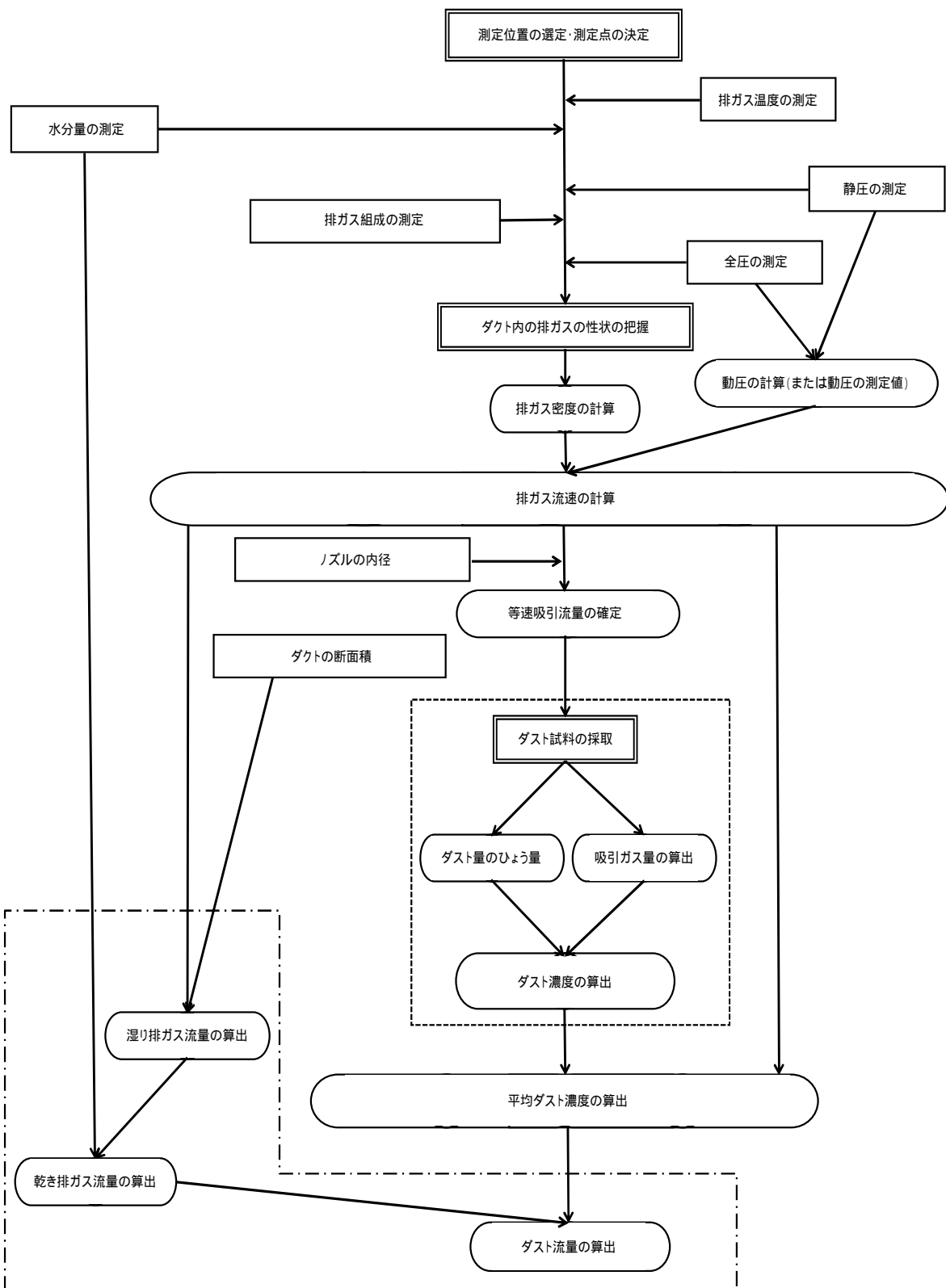
適用ダクト直径 2 R(m)	半径区 分数	測定点 の数	測定点のダクト中心からの距離(m)				
			r_1	r_2	r_3	r_4	r_5
1 以下	1	4	0.707R
1 を超え 2 以下	2	8	0.500R	0.866R	.	.	.
2 を超え 4 以下	3	12	0.408R	0.707R	0.913R	.	.
4 を超え 4.5 以下	4	16	0.354R	0.612R	0.791R	0.935R	.
4.5 を超えた場合	5	20	0.316R	0.548R	0.707R	0.837R	0.949R

（2）長方形及び正方形断面の場合

測定断面を一辺の長さが 1 m 以下の範囲で 4 個以上の等断面積の長方形又は正方形に区分し，その中心に測定点を選ぶ。適用寸法及び測定点の取り方は表 3.17.2 のとおりとする。ただし，ダクトの断面積が 20 m² を超える場合には，測定点の数は 20 点までとし，等断面積に区分する。

表 3.17.2 長方形及び正方形断面積の測定点の取り方

適用ダクト断面積 A(m ²)	区分された一辺の長さ L(m)
1 以下	$L \leq 0.5$
1 を超え 4 以下	$L \leq 0.667$
4 を超え 20 以下	$L \leq 1$



- 備考：1. □で囲んだものは測定値を，○で囲んだものは計算値を表す。
2. 破線で囲んだ部分は，平衡形試料採取装置を用いて測定を行う場合である。
3. 一点鎖線で囲んだ部分は，排ガス流量又はダスト流量を求める場合に必要である。

図 3.17.1 排ガス中のダスト濃度の測定方法の概要

3.17.3 排ガス温度の測定

3.17.3.1 測定点

排ガス温度の測定点は、3.17.2.3の説明で決定した測定点全てで行う。

ただし、温度分布が平坦な場合（±5%以内の時）は、測定点の数を減らしても良い。

3.17.3.2 測定装置

JIS B 7411 又は JIS Z 8704 に規定する温度計を用いる。

3.17.3.3 測定方法

JIS Z 8704 又は JIS Z 8705 により、各測定点で測定した温度の平均値を求める。

3.17.4 排ガス中の水分量の測定

水分量の測定には、吸湿管を用いる方法や計算により求める方法がある。ここでは、吸湿管を用いる方法について述べる。

3.17.4.1 測定点

ダクト断面の中心部に近い地点を選ぶ。

3.17.4.2 水分試料採取装置

装置は、「水分試料採取部 ガス吸引部 吸引流量測定部」から構成される。

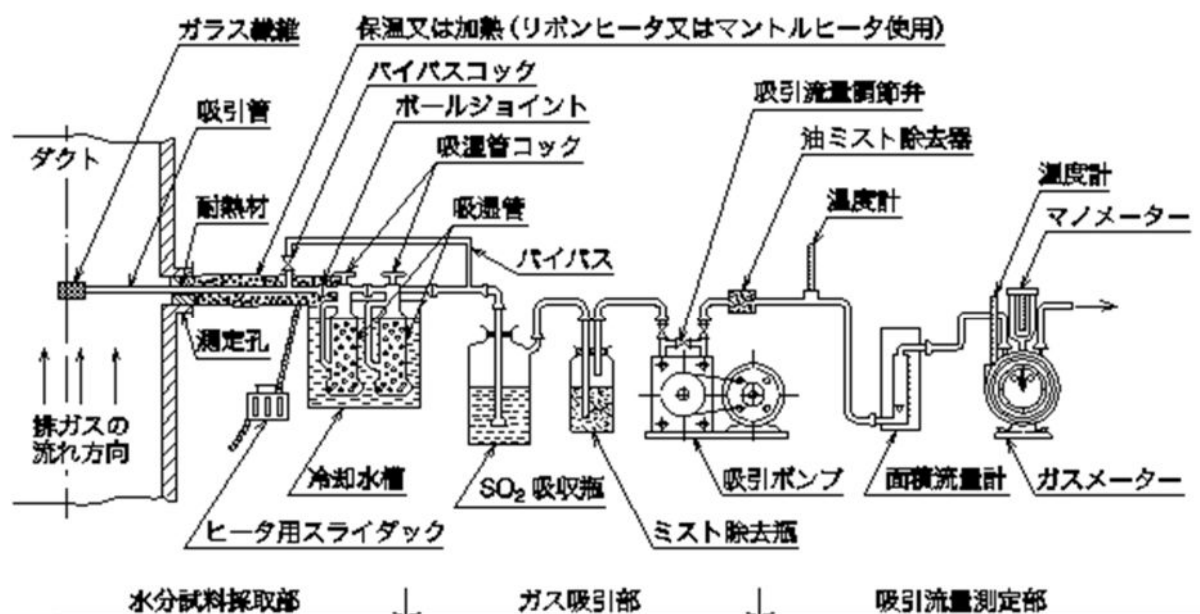


図 3.17.2 水分試料採取装置の例

表 3.17.3 水分試料採取装置の構成

水分試料捕集部	<p>(a) 吸引管 先端に無アルカリガラス繊維などを充填して，排ガスを吸引するときに，ダストが混入しないようにしたもので，硬質ガラス製又は金属製のもの。</p> <p>(b) 吸湿管 JIS R 3503 に規定する共通すり合わせ U 字管，又は JIS M 8813 に規定する吸収器に，JIS K 8125 に規定する塩化カルシウム（水分測定用）などの吸湿剤を充填し，吸湿剤の飛散を防ぐため無アルカリガラスウール又はシリカウールを詰めたもの。</p>
ガス吸引部	<p>ガス吸引部は，SO₂ 吸収瓶，ミスト除去瓶，吸引装置，及び吸引流量調整部からなる。</p> <p>(a) SO₂ 吸収瓶 JIS K 8230 に規定する過酸化水素を約 10 倍に希釈して吸収液（1+9）とする。吸引装置などが硫酸化物などによって腐食するおそれがある場合に用いる。</p> <p>(b) ミスト除去瓶 ガラス繊維又は脱脂綿を充填した瓶で，SO₂ 吸収液の同伴を防ぐために用いる。</p> <p>(c) 吸引装置 排ガスを吸引する装置で，ダクト内の負圧，試料採取装置各部の抵抗に十分打ち勝ち，所要の流量でガスを吸引できる吸引ポンプ，ブロワなどを用いる。吸引装置の吐出側には，必要に応じて流量計保護のための油ミスト除去器を設ける。</p> <p>(d) 吸引流量調整弁 排ガスの吸引流量を加減するために用いるもので，吸引装置又はガス吸引部の適当な箇所設ける。</p>
吸引流量測定部	<p>湿式又は乾式の積算流量計及び積算流量計により校正された面積流量計，並びに，絞り機構などの瞬間流量計からなる。</p>

3.17.4.3 測定方法

(1) 測定準備

- ・ 吸湿剤を充填後，表面の付着物などを拭き取り，吸湿管のコックを密閉してひょう量し，質量（ m_{al} ）を記録する。
- ・ 吸引管は，内部に水分が凝縮しないように保温又は加熱する。
- ・ 吸湿管は，冷却水槽を用いて冷却する。

(2) 測定

採取操作は、次による。

ガス採取管内を試料ガスで置換する

2つの吸湿管を連結したものを水槽内に入れて冷却する

吸湿管にガス採取管を接続する

吸湿管のコックを開いて、試料ガスを吸湿管へ通気させる

所要量のガス量を吸引したら、ポンプを止め、吸湿管のコックを閉じる

吸引ガス量を 0.1 L の単位まで読み取る

吸湿管表面の水分及び付着物を拭き取り、ひょう量し、その質量 (m_{a2}) を記録する

1. 吸引流量は、1本の吸湿管において、吸湿剤 1 g あたり 0.1 L/min 以下となること。
2. 吸引ガス量は、吸湿管に付着する水分量が 0.1 ~ 1 g 程度にする。

(3) 水分量の計算

・水分量は、吸湿管に付着した水分量と、吸引した試料ガスの体積から、次式により計算する。

$$X_w = \frac{\frac{22.41}{18.02} \times m_a}{V_m \times \frac{273.15}{273.15 + \theta_m} \times \frac{P_a + P_m - P_v}{101.32} + \frac{22.41}{18.02} \times m_a} \times 100$$

- ここで、
- X_w : 排ガス中の水蒸気の体積分率 (%)
 - m_a : 吸湿水分の質量 ($m_{a2} - m_{a1}$) (g)
 - V_m : 吸引したガス量 (ガスメーターの読み) (L)
 - θ_m : ガスメーターにおける吸引ガス温度 (°C)
 - P_a : 大気圧 (kPa)
 - P_m : ガスメーターにおけるゲージ圧 (kPa)
 - P_v : m °Cにおける水の飽和水蒸気圧 (kPa)

3.17.5 排ガス流速の測定方法

3.17.5.1 測定点

3.17.2.3にて決定した測定点で行う。

3.17.5.2 装置

装置は、ピトー管と圧力計により構成される。

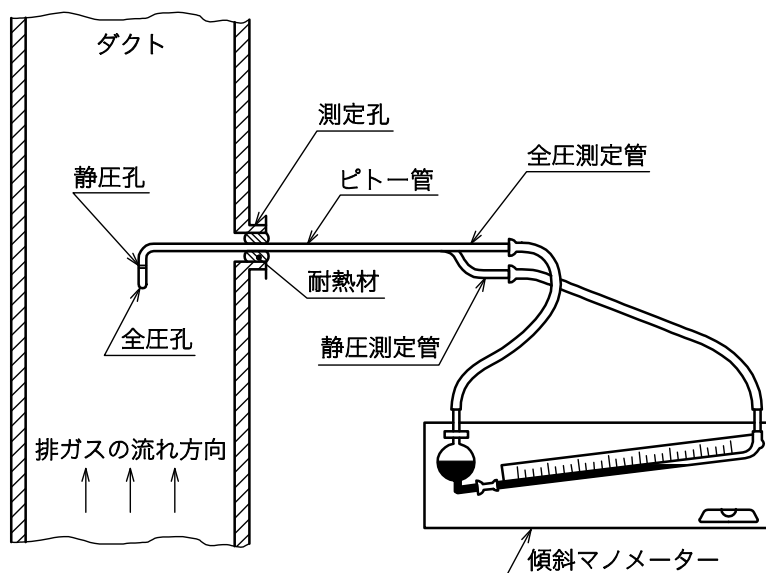


図 3.17.3 ピトー管による排ガス流速測定の例

(1) ピトー管

JIS B 8330に規定するL形ピトー管又はピトー管係数が分かっているピトー管を用いる。

(2) 圧力計

圧力計は、傾斜マンノメーターなどの微圧計、U字形マンノメーターまたは圧力を電氣量に変換、指示するものを用いる。

3.17.5.3 排ガス流速の測定方法

排ガス流速の測定は、ピトー管と圧力計を用いて、動圧及び静圧の測定を行い、さらに、オルザットガス分析計を用いて求めた排ガス組成から計算した排ガス密度を元に、各測定点での流速を計算する。

(1) 排ガス流速の測定

一般的に用いられる特殊ピトー管（ウェスタン形）の場合について述べる。

測定は、次の操作により行う。

ピトー管 T 側（全圧測定管）の差圧管をマンメータ-T 側へ接続

ピトー管 S 側（静圧測定管）の差圧管をマンメータ-S 側へ接続

ピトー管をダクト内に挿入する

全圧孔をダクト内の流れの面に向ける

傾斜マンメータの封液の目盛りを読みとる（差圧の計測）

静圧測定管（S 側）の差圧チューブをマンメータから取り外す

傾斜マンメータの封液の目盛りを読みとる（全圧の計測）

ピトー管をダクト内から引き抜く

次式により，排ガス静圧（ P_s ）を求める

$$P_s = P_t - c^2 P_d$$

ここで，
 P_s ：排ガスの静圧（kPa）
 P_t ：特殊ピトー管で測定された全圧の読み（kPa）
 c ：ピトー管係数
 P_d ：特殊ピトー管で測定された差圧の読み（kPa）

（2）排ガスの密度の計算

排ガスの密度は，排ガス組成を元に，次式により計算で求める。

$$\rho = \rho_0 \times \frac{273.15}{273.15 + \theta_s} \times \frac{P_a + P_s}{101.32}$$

ここで，
$$\rho_0 = \frac{1}{22.41 \times 100} \times \left\{ (M_1 x_1 + M_2 x_2 + \dots + M_n x_n) \times \left(1 - \frac{X_w}{100} \right) + 18.02 X_w \right\}$$

ρ ：ダクト内における排ガスの密度（kg/m³）
 ρ_0 ：標準状態における湿り排ガスの密度（kg/m³）

P_a : 大気圧 (kPa)

P_s : 各測定点における排ガスの静圧の平均値 (kPa)

θ_s : 各測定点における排ガスの平均温度 (°C)

M_1, M_2, \dots, M_n : 排ガスの各成分の分子量

x_1, x_2, \dots, x_n : 乾きガスの各成分の体積分率 (%)

X_w : 排ガス中の水蒸気の体積分率 (%)

(3) 排ガス流速の計算

排ガス流速の計算は、次式により計算する。

$$v = c \times \sqrt{\frac{2P_d}{\rho}}$$

ここで、 v : 流速 (m/s)

c : ピトー管係数

P_d : ピトー管による動圧測定値 (Pa)

ρ : ダクト内における排ガスの密度 (kg/m³)

(4) 排ガス流量の求め方

排ガスの流量は、次式により計算する。

$$Q_N = A \times \bar{v} \times \frac{273.15}{273.15 + \theta_s} \times \frac{P_a + P_s}{101.32} \times 60 \times 60$$

ここで、 Q_N : 標準状態における湿り排ガス流量 (m³/h)

A : ダクト断面積 (m²)

P_a : 大気圧 (kPa)

P_s : 各測定点における排ガスの静圧の平均値 (kPa)

θ_s : 各測定点における排ガスの温度の平均値 (°C)

\bar{v} : 各測定点の流速を平均したダクト断面の平均流速 (m/s)

また、乾きガス量は、次式により計算する。

$$Q_N = Q_N \times \left(1 - \frac{X_w}{100}\right)$$

ここで、 Q_N : 標準状態における乾き排ガス流量 (m³/h)

Q_N : 標準状態における湿り排ガス流量 (m³/h)

X_w ：排ガス中の水蒸気の体積分率（％）

3.17.6 ダスト試料採取装置

3.17.6.1 ダスト試料採取装置の種類

ダスト試料採取装置には，普通形試料採取装置と平衡形試料採取装置の2種類がある。

表 3.17.4 ダスト試料採取装置の種類と特徴

普通形試料採取装置	測定点における排ガス及び吸引ガスの諸条件（温度，圧力，水分量，密度，流速など）をあらかじめ測定し，等速吸引流量を求め，それに合わせてダスト試料をろ過捕集する。
平衡形試料採取装置	排ガスの動圧又は静圧を利用して，これらを吸引ガスの圧力と平衡させることにより，直ちに等速吸引によってダスト試料をろ過捕集する。

3.17.6.2 ダスト試料採取装置の構成

装置は，ダスト捕集部，ガス吸引部及び吸引流量測定部によって構成される。

また，試料採取装置のダスト捕集器の位置により，ダスト捕集器をダクト内に置くものを1形，ダスト捕集器をダクトの外側に置くものを2形として区別する。

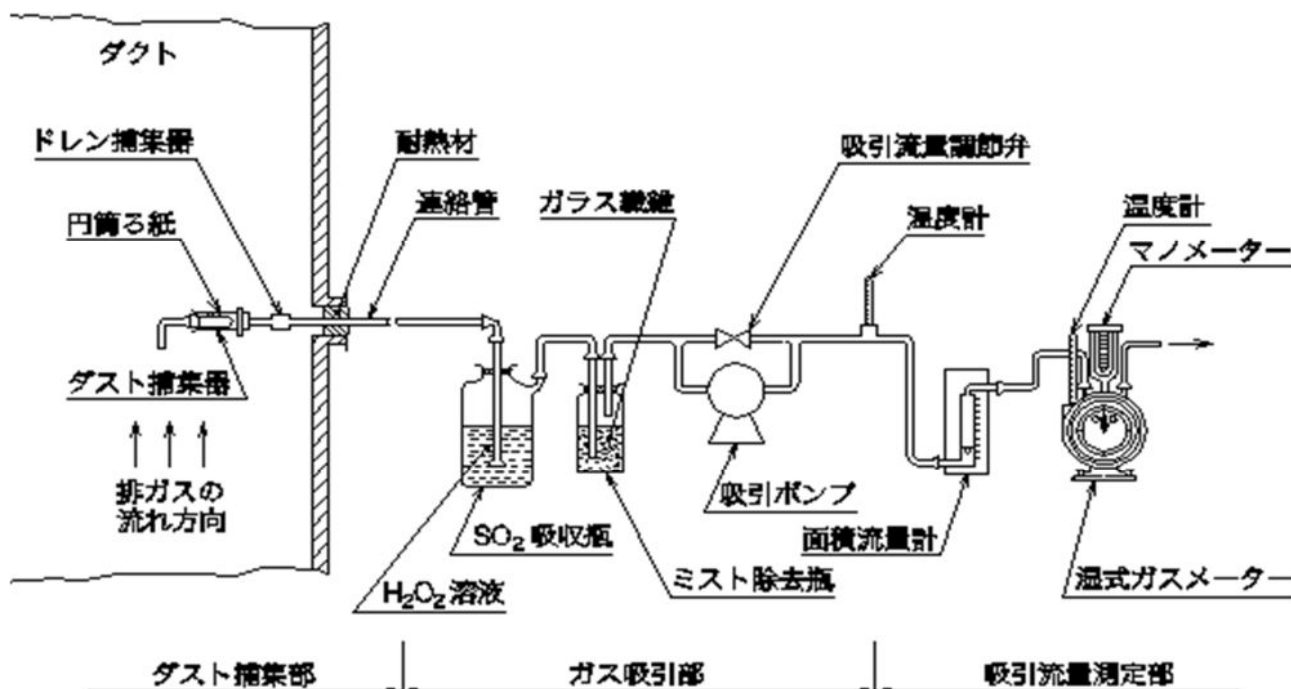


図 3.17.4 1形ダスト試料採取装置の例

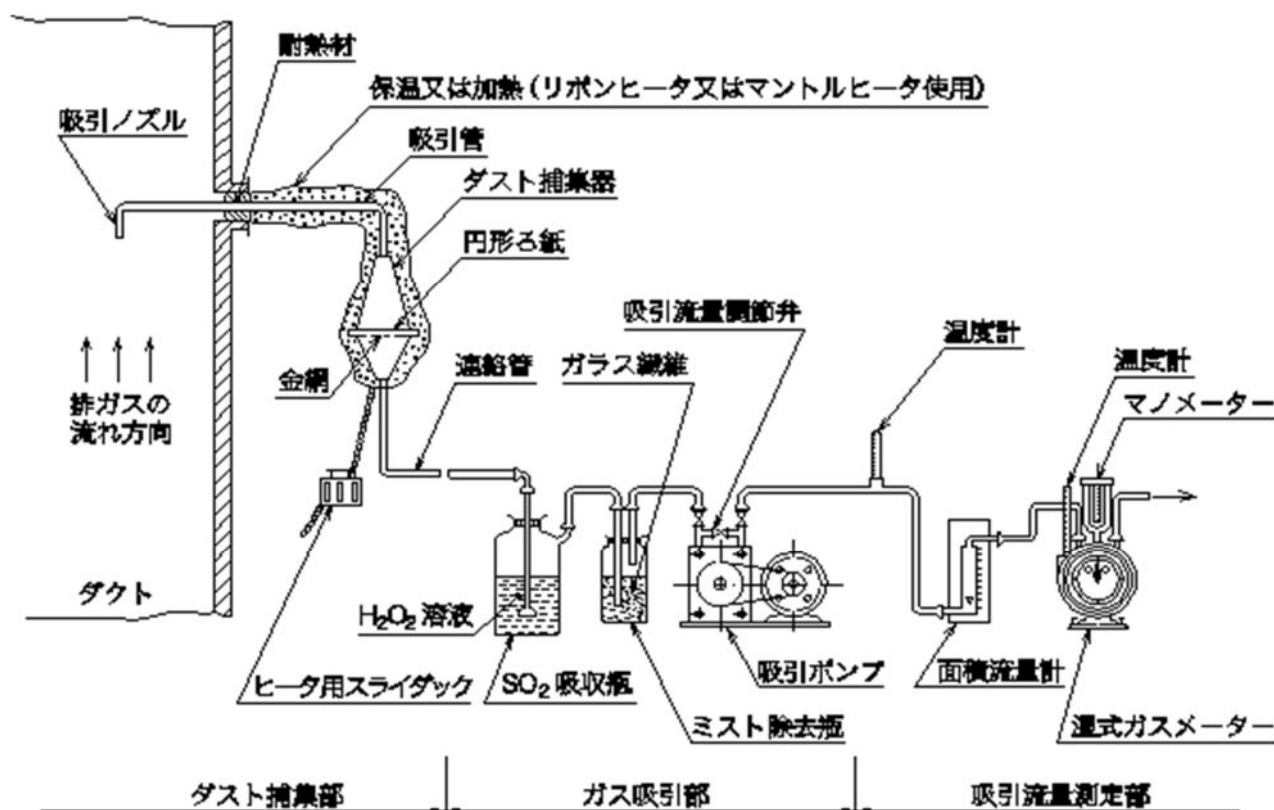


図 3.17.5 2形ダスト試料採取装置の例

3.17.6.3 試料採取装置

装置は、大まかに「ダスト捕集部 ガス吸引部 吸引流量測定部」から構成される。ここでは、普通形試料採取装置をもとに述べる。

(1) ダスト捕集部

ダスト捕集部は、吸引ノズル、ダスト捕集器、支持金具、ドレン捕集器により構成されている。

表 3.17.5 ダスト捕集部の構成条件

吸引ノズル	<p>内径 d は 4 mm 以上で 0.1 mm の単位まで求めておく。</p> <p>先端は、30 度以下の鋭角に仕上げられるか、なめらかな半球状のもの。</p> <p>ノズル内外部はなめらかになっていること。</p> <p>吸引ノズルからダスト捕集器までの吸引管は、内面がなめらかで、急激な断面の変化がないこと。</p> <p>材質は、ほうけい酸ガラス、シリカ、ステンレス鋼またはこれらと同等の性能を有するもの。</p>
ダスト捕集器	<p>ろ紙によってろ過捕集するものを用い、性能は JIS K 0901 によって 0.3μm の試験粒子を 99% 以上捕集し、使用状態で化学変化を起こさないもの。</p>

	<p>ダスト捕集器は、吸引ノズル、ろ紙及びろ紙ホルダからなる。ろ紙の形状には、円形と円筒形のものがあり、それぞれの形状に応じたろ紙ホルダを使用する。ただし、円形ろ紙は、有効直径 30 mm 以上のものを使用する。</p> <p>ろ紙ホルダは、ろ紙の形状に応じたものを使用し、ろ紙の脱着が容易に行えるもの。</p> <p>ろ紙を装着した部分から、空気の漏れこみのないもの。</p> <p>ミストが共存する場合は、強度の強いろ紙を用いるか、ろ紙後方に耐腐食性の金網などを装着し、ろ紙が破損しないようにするか、インパクト付ダスト捕集器を用いて、あらかじめミストを分離する。</p> <p>ダスト捕集器は、使用に際して、捕集するガスの性状に応じて、ろ過材の性能（使用温度、圧力損失、吸湿性）を考慮し選定する。</p>
支持金具	ダスト捕集器を装着するために使用。
ドレン捕集器	内部にガラス繊維又はシリカ繊維を充填したもので、吸引ガスによるドレンがダスト捕集器へ逆流することを防止する。
連結管	ダスト捕集器又はドレン捕集器からガス吸引用のゴム管に至るまでの連結部。

（2）ガス吸引部

3.17.4.1.2（2）に示されたもの。

（3）吸引流量測定部

3.17.4.1.3（3）に示されたもの。

3.17.7 ダスト試料の採取

3.17.7.1 ダスト試料の採取方法の種類

表 3.17.6 に示すいずれかの方法による。

表 3.17.6 ダスト試料の採取の方法

各点採取法	測定点ごとに 1 個のダスト捕集器を用いてダスト試料を採取する。
移動採取法	1 個のダスト捕集器で、測定点を移動し、それぞれ同じ吸引時間でダスト試料を採取する。
代表点採取法	代表点としての条件を満たす測定点とし、1 個又は数個のダスト捕集器を用いてダスト試料を採取する。

3.17.7.2 トラベルブランク試験

ダスト試料を採取する以外は、試料と全く同様な操作を行う。試料採取前に準備したろ紙の質量と、試料採取以外の一連の操作後のろ紙の質量との差を測定する。トラベルブランク試験を行う場合は、少なくとも3試料以上行い、一連の操作前後のろ紙の質量差の平均値をトラベルブランク値とする。

3.17.7.3 ダスト試料の採取準備

ダスト試料の採取準備として、等速吸引流量の計算と、ダスト捕集器の準備がある。

(1) 等速吸引の計算

これまでに計測された水分量、流速値、排ガス温度及び排ガス組成のデータを元に、各測定点における等速吸引のための吸引流量の計算を行い、試料採取に用いる吸引ノズル径を求め、吸引条件を決定する。

計算は、次式により行う。

$$q_m = \frac{\pi}{4} \times d^2 \times v \left(1 - \frac{X_w}{100}\right) \times \frac{273.15 + \theta_m}{273.15 + \theta_s} \times \frac{P_a + P_s}{P_a + P_m - P_v} \times 60 \times 10^{-3}$$

ここで、 q_m ：ガスメーターにおける等速吸引流量 (L/min)

d ：吸引ノズルの内径 (mm)

v ：排ガスの流速 (m/s)

X_w ：排ガス中の水蒸気の体積分率 (%)

θ_m ：ガスメーターにおける吸引ガスの温度 (°C)

θ_s ：排ガスの温度 (°C)

P_a ：大気圧 (kPa)

P_s ：測定点における静圧 (kPa)

P_m ：ガスメーターにおける吸引ガスのゲージ圧 (kPa)

P_v ： θ_m の飽和水蒸気圧 (kPa)

(2) ダスト捕集器の準備

等速吸引流量の計算により求めたノズル径のノズルを、ダスト捕集器に装着し、支持金具に取り付けて、試料採取装置を組み立てる。

3.17.7.4 ダスト試料の採取

(1) 組み立てられたダスト試料採取装置は、気密を確認した後、吸引ノズルを排ガスの流れに逆向きにして挿入し、吸引開始と同時に吸引ノズルを排ガスの流れに正しく直面させて、等速吸引によって試料ガスを吸引する。

吸引時には、以下の状況を満たすようにする。

排ガスの流れと吸引ノズルの偏りは、10度以下とする

吸引ノズルから吸引するガスの流速は、測定点における排ガス流速に対し、
-5~+10%の範囲とする

吸引時は、等速吸引に速やかに吸引流量を合わせて吸引を行うこと

- (2) 吸引ガス量は、ダストの捕集量が次のようになるように選ぶ。あらかじめダスト濃度が低いことが予想される場合は、適切なノズル口径の選定、排ガスの吸引時間の調整などから十分な吸引ガス量を確保する。

なお、それでも十分な排ガス量の吸引が困難で、標準状態における乾きガス量として1000L以上の排ガスを吸引してもダスト捕集量が次の又はに満たない場合は、濃度の計算は次のようにする。

トラベルブランク値の5倍の値をダスト捕集量としてダスト濃度を計算し、その値を検出下限値とする。実試料におけるダスト捕集量がトラベルブランク値の5倍以下の場合は、ダスト濃度は検出下限値以下とする。

円形ろ紙の場合は、捕集面積1cm²当り0.5mg程度とする

円筒ろ紙の場合は、全捕集量を5mg以上とする

- (3) 排ガスを吸引した後、吸引を止めて吸引ガス量を測定し、吸引ノズルを再び逆向きにして、速やかにダクト外にダスト捕集部を取り出す。
- (4) ダストを捕集したろ紙は、一般に105~110で1時間乾燥した後、デシケータ中で常温まで冷却し、ひょう量する。

作業の流れは、次による。

吸引ノズルを排ガスの流れに対して逆向きにダクト内に挿入する

吸引開始前のガスメーターの目盛りを読み取り、記録する

吸引開始と同時に吸引ノズルを排ガスの流れに正しく直面させる

等速吸引流量で吸引する

目的の吸引量のガスを採取したら、吸引を停止する

吸引ノズルを排ガスの流れと逆向きにし、直ちに吸引ノズルをダクトの外へ取り出す

ガスメーターの目盛りを読み取る

3.17.8 ダスト濃度の計算

排ガス中のダスト濃度は、標準状態(温度 273.15 K(0℃)、気圧 101.32 kPa)に換算した乾きガス量 1m³ 中に含まれるダストの質量で表し、測定により捕集したダストの質量と、標準状態に換算した乾き吸引ガス量から、計算により求める。

(1) 吸引ガス量の測定方法

次式により計算する。

$$V_N = V_m \times \frac{273.15}{273.15 + \theta_m} \times \frac{P_a + P_m - P_v}{101.32} \times 10^{-3}$$

ここで、
 V'_N : 標準状態における吸引した乾きガス量 (m³)
 V_m : 吸引したガス量 (湿式ガスメーターの読み) (L)
 θ_m : ガスメーターにおける吸引ガスの温度 (°C)
 P_a : 大気圧 (kPa)
 P_m : ガスメーターにおける吸引ガスのゲージ圧 (kPa)
 P_v : θ_m の飽和水蒸気圧 (kPa)

(2) ダスト濃度の計算

ダスト濃度は、次式により計算する。

$$C_N = \frac{m_d}{V'_N}$$

ここで、
 C_N : 標準状態における乾きガス中のダスト濃度 (g/m³)
 m_d : 捕集したダストの質量 (g)
 V'_N : 標準状態における吸引した乾きガス量 (m³)

3.17.9 測定値の記録

測定及び計算によって求めた結果は、表 3.17.7 に示す項目についてまとめて整理し、記録する。

表 3.17.7 測定値の記録項目

測定項目		
一般項目	1 測定日時	
	2 測定場所	
	3 発生源の条件 (1) 発生源の種類 (2) 使用燃料又は熱源の種類 (3) 燃料使用量，運転状況 (4) 測定位置，高さ (5) ダクト断面形状，概略寸法 (6) 測定点の位置及び数	
ダスト濃度の測定に係る項目	4 ダスト試料の採取条件 (1) 試料採取装置の種類 (2) 試料採取方法の種類 (3) 吸引ノズルの内径 (4) ろ過材質，形状，寸法	
	5 測定及び計算項目 (1) 大気圧 (2) 排ガス温度 (3) 排ガス水分量 (4) 排ガス組成 (5) 排ガス密度 (6) 排ガス動圧 (7) 排ガス静圧 (8) 排ガス流速 (9) 等速吸引流量 (10) ガスメーターの吸引ガス温度 (11) 同上温度の水の飽和蒸気圧 (12) ガスメーターのゲージ圧 (13) 吸引ガス量 (14) 吸引時間 (15) 捕集ダストの質量	
	6 ダスト濃度	
	その他	7 ダスト濃度以外の測定項目 (1) 湿り排ガス量 (2) 乾き排ガス量 (3) ダスト流量
		8 測定の精度 (1) ガスメーターの校正 (2) 天びんの校正 (3) リークテストの結果 (4) トラベルブランク試験の結果

3.18 排ガス中のほう素分析方法(JIS K 0081) 2012年

3.18.1 適用範囲, 分析方法

石炭, 廃棄物, バイオマスなどの燃焼によって, 煙道, 煙突, ダクトなどに排出されるガスに含まれる粒子状及びガス状ほう素を個別に採取分析し, 合算することによって, 排ガス中ほう素濃度を分析する方法である。

粒子状ほう素はろ紙を用いた試料採取装置で捕集した後に, ガス状ほう素は吸収液に吸収した後に, ICP 発光分光分析法又は ICP 質量分析法を用いて定量する。

粒子状ほう素及びガス状ほう素のそれぞれの定量下限値は, 試料ガス採取量を 120 L とした場合, いずれも ICP 発光分光分析法では 0.05 mg/m^3 , ICP 質量分析法では 0.001 mg/m^3 である。

表 3.18 分析方法の種類と定量下限値

分析方法の種類	概要	定量下限値
ICP 発光分光分析法	排ガス中の粒子状ほう素, ガス状ほう素を個別に定量し合算	粒子状, ガス状のそれぞれについて, ほう素量として 0.05 mg/m^3 (排ガス採取量 120 L)
ICP 質量分析法	排ガス中の粒子状ほう素, ガス状ほう素を個別に定量し合算	粒子状, ガス状のそれぞれについて, ほう素量として 0.001 mg/m^3 (排ガス採取量 120 L)

3.18.2 粒子状ほう素の試料採取方法

粒子状ほう素とは, $0.3 \mu\text{m}$ の粒子に対して 99.5 % 以上の捕集効率をもつフィルターに捕集される粒子状物質に含まれるほう素及びその化合物の総称である。

3.18.2.1 試料採取装置

JIS Z 8808 に従って測定位置, 測定点を決定する。JIS Z 8808 の 8.1 (ダスト試料採取装置の種類) の(1) (普通形試料採取装置) に規定した普通形試料採取装置又は(2) (平衡形試料採取装置) に規定した平衡形試料採取装置を用いる。ただし, アルミナを含むろ紙はガス状ほう素を吸着するので使用せず, シリカ繊維のろ紙を用いる。試料採取装置は, ダスト捕集器の位置によって 1 形と 2 形とに区別し, 1 形はダスト捕集器をダクト内に置き, 2 形はダスト捕集器をダクト外に置く。

3.18.2.2 試料採取操作

JIS Z 8808 に従い, 等速吸引でダストを吸引し, ろ紙にサンプルを捕集する。

3.18.3 ガス状ほう素の試料採取方法

ガス状ほう素とは、上記フィルターを通過するほう素及びその化合物の総称である。

3.18.3.1 試料採取装置

粒子状ほう素の試料採取と同じ位置に測定点を決定する。なお、ガス状ほう素と粒子状ほう素を別々に測定する場合、近接する測定点を用いる。煙道、煙突、ダクトなどが小さく、近接する測定点を設けることができない場合、排ガス組成、排ガス温度が安定していることを確認した上で、同一の測定点にてガス状ほう素と粒子状ほう素の各々の試料を続けて採取する。

a)採取管 シリカガラス又は四ふっ化エチレン樹脂製とする。採取管はあらかじめ硝酸(1+13)又は塩酸(1+11)、及び水で洗浄し、乾燥して保存する。ステンレス鋼製採取管は、ガス状ほう素が付着するので用いない。また、ほうけい酸ガラスは、ほう素を含むため使用しない。

b)ダスト捕集器 JIS Z 8808の8.3.1(2.2)(ダスト捕集器)に規定したダスト捕集器を使用する。ろ紙には、アルミナを含まないシリカ繊維のろ紙を用いる。

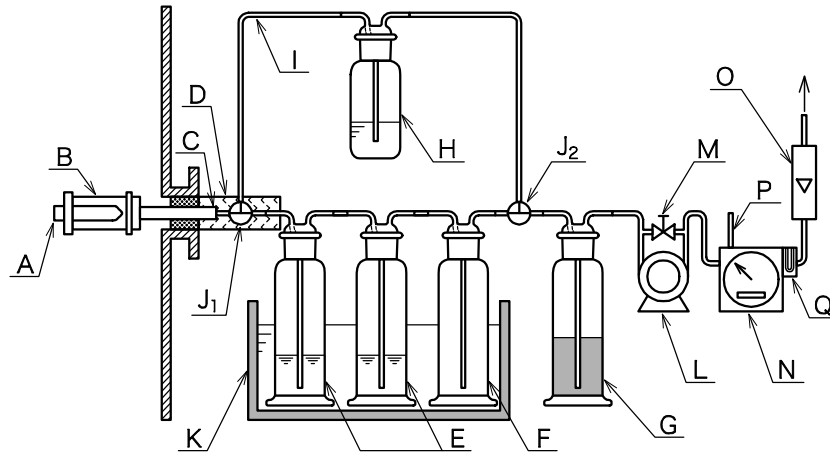
c)導管 導管は、ダスト捕集器から吸収瓶までの間を接続するもので、材質は、通常、シリカガラス又は四ふっ化エチレン樹脂を用い、ほうけい酸ガラスは、ほう素を含むため使用しない。導管はできるだけ短くする。

d)吸収瓶 吸収瓶、空瓶、乾燥瓶、洗浄瓶 容量は250~300 mLとし、材質はガラス、四ふっ化エチレン樹脂又はポリプロピレンとする。吸収瓶は、あらかじめ硝酸(1+13)又は塩酸(1+11)、及び水で洗浄し、乾燥しておく。吸収瓶は2本以上を用意する。

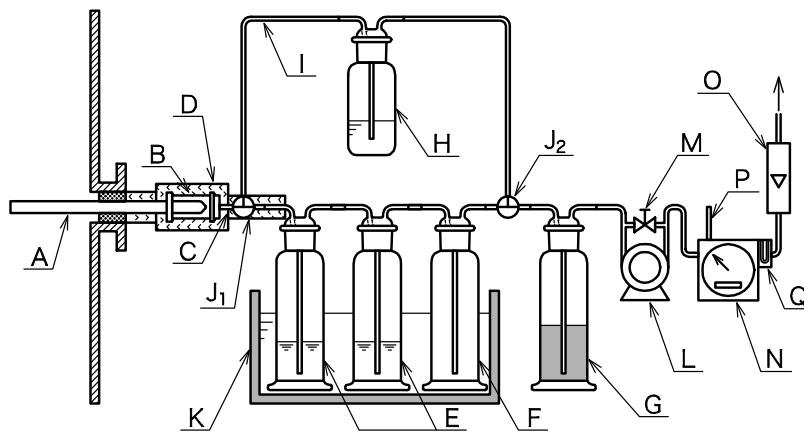
e)冷却槽 冷却槽は、吸収瓶と空瓶を収納し、吸収液を0~10℃に保つ能力をもつものとする。通常、氷を入れて冷却する。

f)吸収液 四ふっ化エチレン樹脂又はポリプロピレン容器に水約500 mLをとり、硝酸50 mLを加え十分にかくはんする。その溶液に、過酸化水素330 mLを加え、水を加えて全量1000 mLにする。

g)洗浄液 四ふっ化エチレン樹脂又はポリプロピレン容器に水約500 mLをとり、水酸化ナトリウム40 gを加えて溶かし、水を加えて全量1000 mLにする。



a) ダスト捕集器をダクト内に置く場合（1形）

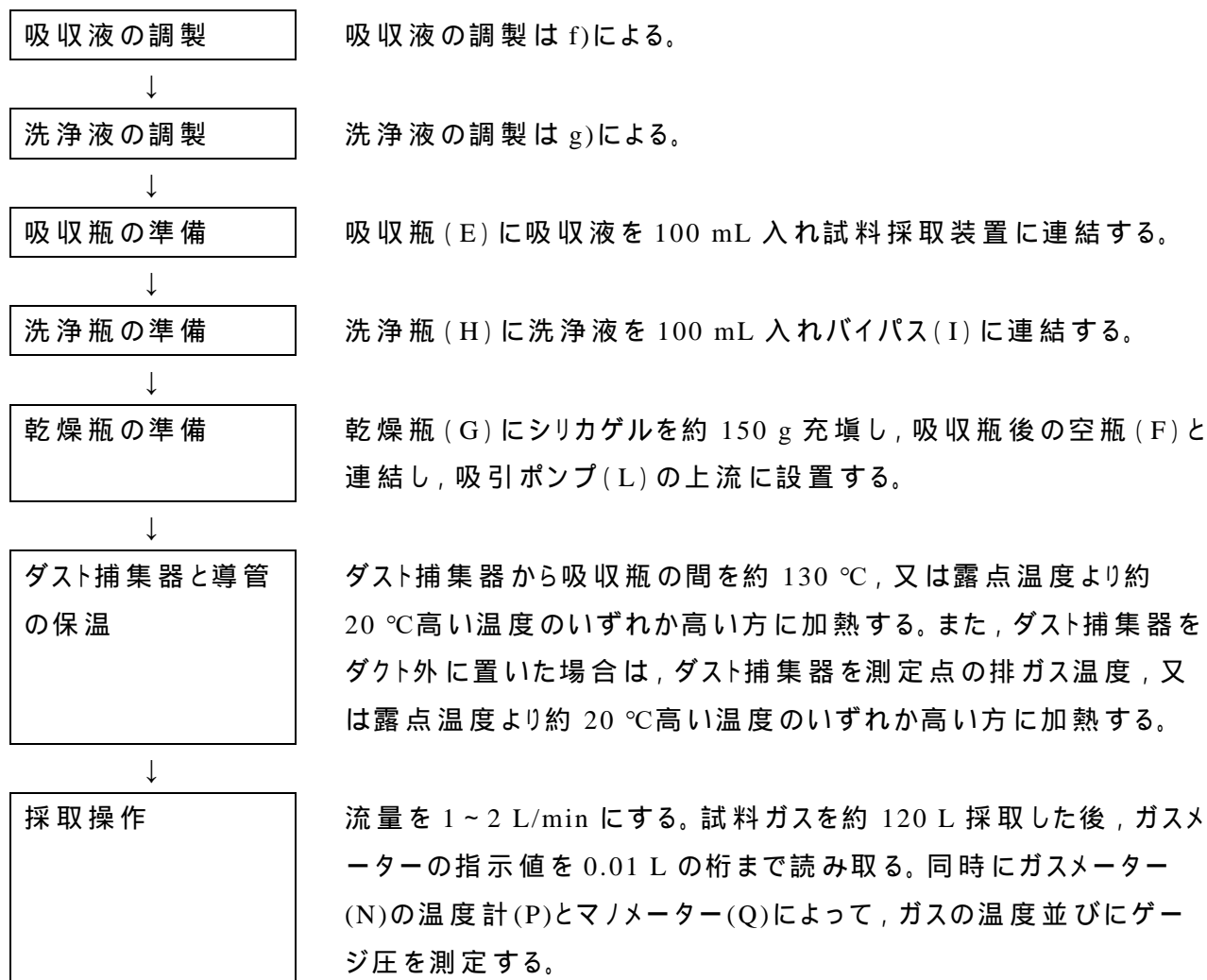


b) ダスト捕集器をダクト外に置く場合（2形）

- | | |
|--------------|---------------------------------------|
| A 採取管 | J ₁ , J ₂ 切替コック |
| B ダスト捕集器 | K 冷却槽 |
| C 導管 | L 吸引ポンプ |
| D ヒーター | M 流量調節コック |
| E 吸収瓶 | N 湿式ガスメーター又は乾式ガスメーター |
| F 空瓶 | O ローターメーター |
| G 乾燥瓶（シリカゲル） | P 温度計 |
| H 洗浄瓶 | Q マノメーター |
| I バイパス | |

図1. ガス状ほう素の試料採取装置の例

3.18.3.2 試料採取操作



3.18.4 試料溶液の調製

3.18.4.1 粒子状ほう素の試料溶液の調製

硝酸-ふっ化水素分解またはアルカリ溶融によって試料溶液を調製する。

(1) 硝酸-ふっ化水素分解

ガラス器具はシリカガラス製又はソーダ石灰ガラス製のものを使用する。ふっ化水素酸を含む溶液に対してはガラス器具は使用せず、耐性のあるポリエチレン製、ポリプロピレン製、四ふっ化エチレン樹脂製のものなどを使用する。試料の調製は次による。

試料溶液の調製

ろ紙上の捕集物の0.1~0.5 gを密閉式の四ふっ化エチレン樹脂製容器に0.1 mgの桁まではかりとる。ろ紙から捕集物が採取できない場合は、ろ紙を含む全量を分解試料とする。

↓

硝酸2 mL及びふっ化水素酸3 mLを加え容器を密閉し、電気炉にて110℃で1時間加熱分解する。

↓

放冷後、ろ過し、ろ液をふっ化水素酸に耐性がある全量フラスコ50 mLに受ける。容器の不溶解物を少量の水で洗浄し、洗液をろ紙上に移し入れ、先のろ液と合わせる。この操作を2~3回繰り返す。

↓ JIS P 3801のろ紙5種Bを用いる。

全量フラスコ50 mLに水を標線まで加え、これを試料溶液とする。

空試験溶液の調製

分析試料を入れない四ふっ化エチレン樹脂製容器に ~ の操作を行い、空試験溶液を調製する。ろ紙を含む全量を分解した場合、未使用のろ紙を用いて ~ の操作を行う。

↓

の操作を行い空試験溶液とする。

(2)アルカリ融解

a)器具 ガラス器具は、シリカガラス製若しくはソーダ石灰ガラス製又は、ポリエチレン製、ポリプロピレン製若しくは四ふっ化エチレン樹脂製を使用する。試料の調製は次による。

試料溶液の調製

ろ紙から、捕集物の 0.2～0.5 g 程度を白金容器に 0.1 mg の桁まではかりとる。ろ紙から捕集物が採取できない場合、ろ紙を含む全量を分解試料とする。



白金容器に炭酸ナトリウム 1 g を加え、よく混合し、炭酸ナトリウム 1.5 g で混合した試料を覆う。蓋をした後、電気炉にて約 1000 で約 1 時間加熱融解する。



放冷後、白金容器に水を加え熱板上で沸騰しないよう加熱し、融解物を四ふっ化エチレン樹脂製ビーカーへ移し入れる。白金容器に塩酸(1+1)を容器の 8 分目程度まで加え、約 150 の熱板上で加熱溶解し、溶解液を四ふっ化エチレン樹脂製ビーカーへ移し入れる。この操作を、白金容器に内容物がなくなるまで繰り返す。



四ふっ化エチレン樹脂製ビーカーに四ふっ化エチレン樹脂製時計皿で蓋をし、約 200 °C の加熱板上で乾固させないよう蒸発濃縮する。



放冷した後、JIS P 3801 に規定するろ紙 5 種 B でろ過し、ろ液を全量フラスコ 100 mL に受ける。塩酸(1+4)にて、ろ紙上の残さが完全に白くなるまで洗浄し、洗液を先のろ液と合わせる。それに塩酸(1+4)を標線まで加え、これを試料溶液とする。

空試験溶液の調製

分析試料を入れない白金容器を用いて ~ の操作を行い、空試験溶液を調製する。ろ紙を含む全量を分解した場合、未使用のろ紙を用いて ~ の操作を行い空試験溶液とする。

3.18.4.2 ガス状ほう素の試料溶液の調製

ビーカー 300 mL に試料ガス採取後の吸収液を移す。3.18.3.1 f) の吸収液で導管、切替コック、空瓶、吸収瓶を洗浄し、洗液をビーカーに入れる。



全量フラスコ 250 mL に、ビーカーの内容液を吸収液で洗い移し、更に吸収液を標線まで加えこれを試料溶液とする。

空試験液の調製

3.18.3.1 f) の吸収液を空試験溶液とする。

3.18.5 分析方法

(1)ICP 発光分光分析法

試料を高周波誘導結合プラズマ中に導入し、ほう素による発光を波長 249.773 nm で測定してほう素を定量する。

a)試薬 試薬は、次のものを用い、ポリエチレン製、ポリプロピレン製などの、ほう素の溶出や吸着のおそれのない瓶に保存する。

1)イットリウム溶液 (Y 50 $\mu\text{g}/\text{mL}$) 四ふっ化エチレン樹脂製容器に酸化イットリウム () (質量分率 99.9 % 以上) 0.318 g をとり、JIS K 9901 に規定する高純度試薬 - 硝酸 5 mL を加え、加熱して溶かし、煮沸して窒素酸化物を追い出す。冷却後、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 10 mL を全量フラスコ 200 mL にとり、水を標線まで加える。

2)ほう素標準液 (B 0.1 mg/mL) JIS K 8863 に規定するほう酸 0.572 g を全量フラスコ 1 000 mL にとり、水に溶かし、水を標線まで加える。

3)ほう素標準液 (B 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$) ほう素標準液 (B 0.1 mg/mL) 50 mL を全量フラスコ 250 mL にとり、水を標線まで加える。使用時に調製する。

b)装置及び器具

ICP 発光分光分析装置 粒子状ほう素の試料溶液を 3.18.4.1(1)で調製した場合には、ふっ化水素に耐久性のあるものを用いる。

c)定量操作。

3.18.4 で調製した試料溶液の適量 (B/ほう素として 2 ~ 800 μg を含む。) を全量フラスコ 100 mL にとり、水を標線まで加える。

↓

の溶液を JIS K 0116 の 5.8 (定量分析) によって、試料導入部を通してプラズマ中に噴霧し、波長 249.773 nm の発光強度を測定する

↓

空試験として、空試験溶液について 及び の操作を行って、試料溶液について得た発光強度を補正する。

↓

3.18.5 d)で作成した検量線からほう素の量を求め、希釈倍率を考慮して試料溶液中のほう素の濃度 (B mg/L) を算出する。

d)検量線の作成

ほう素標準液 (B 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$) 0.1 ~ 40 mL を全量フラスコ 100 mL に段階的にとり、3.18.4 で調製した試料溶液に応じて、次の 1) ~ 3)のいずれかの溶液の適量 [c)で全量フラスコ 100 mL に移し入れた試料溶液の量と等しい量] を加え、水を標線まで加え

る。この溶液について、c) の操作を行う。別に、空試験として水について c) の操作を行って、標準液について得た発光強度を補正し、ほう素の量と発光強度との関係線を作成する。検量線の作成は、試料測定時に行う。

1) 粒子状ほう素の硝酸-ふっ化水素酸分解の試料溶液を分析する場合は、硝酸 4 mL とふっ化水素酸 6 mL とを全量フラスコ 100 mL にとり、水を標線まで加えた溶液を使用する。

2) 粒子状ほう素のアルカリ融解の試料溶液を分析する場合は、塩化ナトリウム 2.76 g を全量フラスコ 100 mL にとり、塩酸(1+4)を標線まで加えた溶液を使用する。

3) ガス状ほう素の試料溶液を分析する場合は、3.18.3.2 a) の吸収液を使用する。

(注記：ほう素を含む溶液をプラズマ中に噴霧した場合にはメモリー効果が大きいので次の測定の前に水を十分な時間噴霧して前の試料の影響を除去するとよい。特に、検量線作成時には高濃度の標準液を噴霧するので注意が必要である。)

(2) ICP 質量分析法

試料に内標準元素のイットリウム又はインジウムを加え、試料導入部を通して誘導結合プラズマ中に噴霧し、ほう素及び内標準元素のそれぞれの質量を電荷数で除した値(以下質量/電荷数という)における指示値を測定し、ほう素の指示値と内標準元素の指示値との比を求めてほう素を定量する。

a) 試薬

1) イットリウム溶液(Y 50 µg/mL) ICP 発光分光分析と同じ。

2) インジウム溶液(In 50 µg/mL) インジウム(質量分率 99.9 %以上) 0.250 g をとり、JIS K 9901 に規定する高純度試薬-硝酸 10 mL を加え、加熱して溶かし、煮沸して窒素酸化物を追い出し、放冷後、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 を全量フラスコ 500 mL にとり、硝酸(1+1)(JIS K 9901 に規定する高純度試薬-硝酸を用いて調製する。) 10 mL を加え、水を標線まで加える。

3) 内標準液(1 µg/mL) 内標準元素としてイットリウム又はインジウムを用いる。内標準液の調製には、1)及び2)に規定する溶液のうち内標準とする元素の溶液 2 mL を全量フラスコ 100 mL にとり、硝酸(1+1)(JIS K 9901 に規定する高純度試薬-硝酸を用いて調製する。) 2 mL を加え、水を標線まで加える。使用時に調製する。

4) ほう素標準液(B 10 µg/mL) ICP 発光分光分析のほう素標準液(B 0.1 mg/mL) 25 mL を全量フラスコ 250 mL にとり、水を標線まで加える。使用時に調製する。

5) ほう素標準液(B 0.5 µg/mL) ほう素標準液(B 10 µg/mL) 5 mL を全量フラスコ 100 mL にとり、水を標線まで加える。使用時に調製する。

c) 定量操作

3.18.4 で調製した試料溶液の適量 (B として 0.05 ~ 50 μg を含む。) を全量フラスコ 100 mL にとり, 内標準液 (1 $\mu\text{g}/\text{mL}$) 1 mL を加え, 水を標線まで加える。



の溶液を試料導入部を通してイオン化部に導入し, ほう素 (質量数 11 又は質量数 10) 及び内標準元素 [イットリウム (質量数 89) 又はインジウム (質量数 115)] のそれぞれの質量 / 電荷数における指示値を読み取り, ほう素の指示値と内標準元素の指示値との比を求める。



空試験として, 空試験溶液について 及び の操作を行って, 試料溶液について得たほう素と内標準元素との指示値の比を補正する。



検量線からほう素の量を求め, 希釈倍率を考慮して, 試料溶液中のほう素の濃度 (B $\mu\text{g}/\text{L}$) を算出する。

d) 検量線の作成

ほう素標準液 (B 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$), 又はほう素標準液 (B 0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$) 0.1 ~ 5 mL を, 全量フラスコ 100 mL に段階的にとり, 内標準 (1 $\mu\text{g}/\text{mL}$) 1 mL を加え, 3.18.4 で調製した試料溶液に応じて, 次の 1) ~ 3) のいずれかの溶液を適量 [c) で全量フラスコ 100 mL に移し入れた試料溶液の量と等しい量] を加え, 水を標線まで加える。この溶液について c) の操作を行う。別に, 空試験として水について c) 及び c) の操作を行って標準液について得たほう素と内標準元素との指示値の比を補正し, ほう素の濃度に対する, ほう素の指示値と内標準元素の指示値との比の関係線を作成する。検量線の作成は, 試料測定時に行う。

1) 粒子状ほう素の硝酸-ふっ化水素酸分解の試料溶液を分析する場合は, 硝酸 4 mL とふっ化水素酸 6 mL とを全量フラスコ 100 mL にとり, 水を標線まで加えた溶液を使用する。

2) 粒子状ほう素のアルカリ融解の試料溶液を分析する場合は, JIS K 8150 に規定する塩化ナトリウム (質量分率 99.9 % 以上) 2.76 g を全量フラスコ 100 mL にとり, 塩酸 (1+4) 及び水を標線まで加えた溶液を使用する。

3) ガス状ほう素の試料溶液を分析する場合は, 3.18.3.2 a) の吸収液を使用する。

(注記: ほう素を含む溶液をプラズマ中に噴霧した場合にはメモリー効果が大きいので次の測定の前に水を十分な時間噴霧して前の試料の影響を除去するとよい。特に, 検量線作成時には高濃度の標準液を噴霧するので注意が必要である。)

主成分元素又は有機物の含有量が少なく，非スペクトル干渉が無視できる試料の場合には内標準元素の転嫁を省略し，検量線法によって定量しても良い。))

3.18.6 排ガス中濃度の計算方法

排ガス中の粒子状ほう素及びガス状ほう素濃度を次の式によって算出する。排ガス中ほう素濃度は，粒子状ほう素濃度とガス状ほう素濃度の和として算出する。

$$C = C_g + C_s \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$C_g = A_g \times \frac{v_g}{1\,000} \times \frac{1}{V_{gSD}} \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$C_s = A_s \times \frac{v_s}{1\,000} \times \frac{m_d}{m_s} \times \frac{1}{V_{sSD}} \quad \dots\dots\dots (3)$$

ここに，

C ：標準状態における乾き排ガス中のほう素濃度 [mg/m³ (273.15 K, 101.32 kPa)]

C_g ：標準状態における乾き排ガス中のガス状ほう素濃度 [mg/m³ (273.15 K, 101.32 kPa)]

C_s ：標準状態における乾き排ガス中の粒子状ほう素濃度 [mg/m³ (273.15 K, 101.32 kPa)]

A_g ：ガス状ほう素の試料溶液中のほう素濃度 [mg/L]

A_s ：粒子状ほう素の試料溶液中のほう素濃度 [mg/L]

m_d ：捕集したダストの質量 [g]

m_s ：3.18.4.1 にてひょう量したダストの質量 [g]

v_g ：3.18.4.2 にて調製した試料溶液の量 [mL]

v_s ：3.18.4.1 にて調製した試料溶液の量 [mL]

V_{gSD} ：ガス状ほう素を採取した標準状態における乾き排ガス量 [m³ (273.15 K, 101.32 kPa)]

V_{sSD} ：粒子状ほう素を採取した標準状態における乾き排ガス量 [m³ (273.15 K, 101.32 kPa)]

3.18.7 分析結果の記録

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桁に丸める。ただし，連続して2回以上試料を採取した場合には，各測定値の全ての平均値を求める。

測定対象設備，試験目的，実施日，実施者，測定設備の運転状況，測定位置と試料採取点，試料採取方法，分析方法，測定結果，測定の品質などを記録する。

3.19 排ガス中の臭素化合物分析方法 (JIS K 0085) 2014年

3.19.1 分析方法の種類及び概要

排ガス中の無機臭素化合物を測定するための分析方法，概要及び定量範囲を表3.19.1に示す。

表 3.19.1 分析方法の種類，概要及び定量範囲

分析方法の種類	概要	定量範囲
チオ硫酸滴定法	試料ガス中の臭素化合物を水酸化ナトリウム吸収液に吸収して，次亜塩素酸ナトリウム溶液で臭素酸イオンに酸化した後，過剰の次亜塩素酸塩をぎ酸ナトリウムで還元し，この臭素酸イオンをチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。	吸収瓶法 4.2 ~ 210 mg/m ³ (1.2 ~ 59 ppm)
イオンクロマトグラフ法	試料ガス中の臭素化合物を水酸化ナトリウム吸収液に吸収させた後，吸収液の一定量に陽イオン交換樹脂を加え，空気又は窒素を通気して前処理を行う。この液をイオンクロマトグラフに導入し，クロマトグラムを記録する。	吸収瓶法 2.6 ~ 63.3 mg/m ³ (0.7 ~ 17.5 ppm) 吸収瓶法 0.3 ~ 6.3 mg/m ³ (0.1 ~ 1.7 ppm)
定量範囲は，以下の条件で計算した場合。 試料ガス採取量：40 L 吸収瓶法：250 mL 吸収瓶に吸収液 50 mL を入れ，2 個連結で採取。吸収液を 250 mL に定容 吸収瓶法：100 mL 吸収瓶に吸収液 25 mL を入れ，2 個連結で採取。吸収液を 100 mL に定容		

* 定量範囲の () 内は体積百万分率

3.19.2 試料ガス採取方法

3.19.2.1 試料ガスの採取

試料ガスの採取は，JIS K 0095(試料ガス採取方法)に準じて行う。又は，分析方法ごとに定められた方法による。第2編第4章を参考にするとよい。

- 1) チオ硫酸滴定法：容量 250 mL の吸収瓶に吸収液 (0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液) を 50 mL を入れたものを 2 個連結して用いる。完全捕集が確認されれば 1 個でもよい。

- 2) イオンクロマトグラフ法:容量 100 mL 又は 250 mL の吸収瓶に吸収液(0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液)を 25 mL 又は 50 mL を入れたものを 2 個連結して用いる。完全捕集が確認できれば 1 個でもよい。

3.19.2.2 分析用試料溶液の調製

1) チオ硫酸滴定法

試料採取操作を終了後, 吸収瓶内の溶液を全量フラスコ 250 mL に水で洗い移し, 水を標線まで加える。これを分析用試料溶液とする。

吸収液(0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液) 100 mL を水で薄めて 250 mL にする。これを空試験用溶液とする。

2) イオンクロマトグラフ法

試料採取操作を終了後, 吸収瓶内の溶液を吸収瓶の容量 100 mL を用いた場合は, 全量フラスコ 100 mL, 容量 250 mL を用いた場合は, 全量フラスコ 250 mL に水で洗い移し, 水を標線まで加える。

の溶液の一定量(10 mL)をガス洗浄瓶 50 mL に入れ, この中に強酸性陽イオン交換樹脂 1 g を加え, 二酸化炭素を除いた空気又は窒素を 0.25 L/min. の流量で 10 分間通気する。これを分析用試料溶液とする。(分析用試料溶液中に固形物が認められる場合は孔径 0.45 μm 以下のフィルターで除去しておく)。

試料採取操作と同容量の吸収液を と同容量の全量フラスコに入れ, 水を標線まで加える。 と同様の操作を行い, これを空試験用溶液とする。

3.19.3 チオ硫酸滴定法

3.19.3.1 適用条件

この方法は, 試料ガス中によろ素が存在すると, よろ素との含量が求められるので, その場合にはこれを補正しなければならない。

3.19.3.2 試薬

次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素 7~12 g/100mL), 塩酸, ぎ酸ナトリウム, 酢酸, チオ硫酸ナトリウム五水和物, でんぷん(溶性), よろ化カリウム, りん酸二水素ナトリウム二水和物

3.19.3.3 試薬溶液の調製

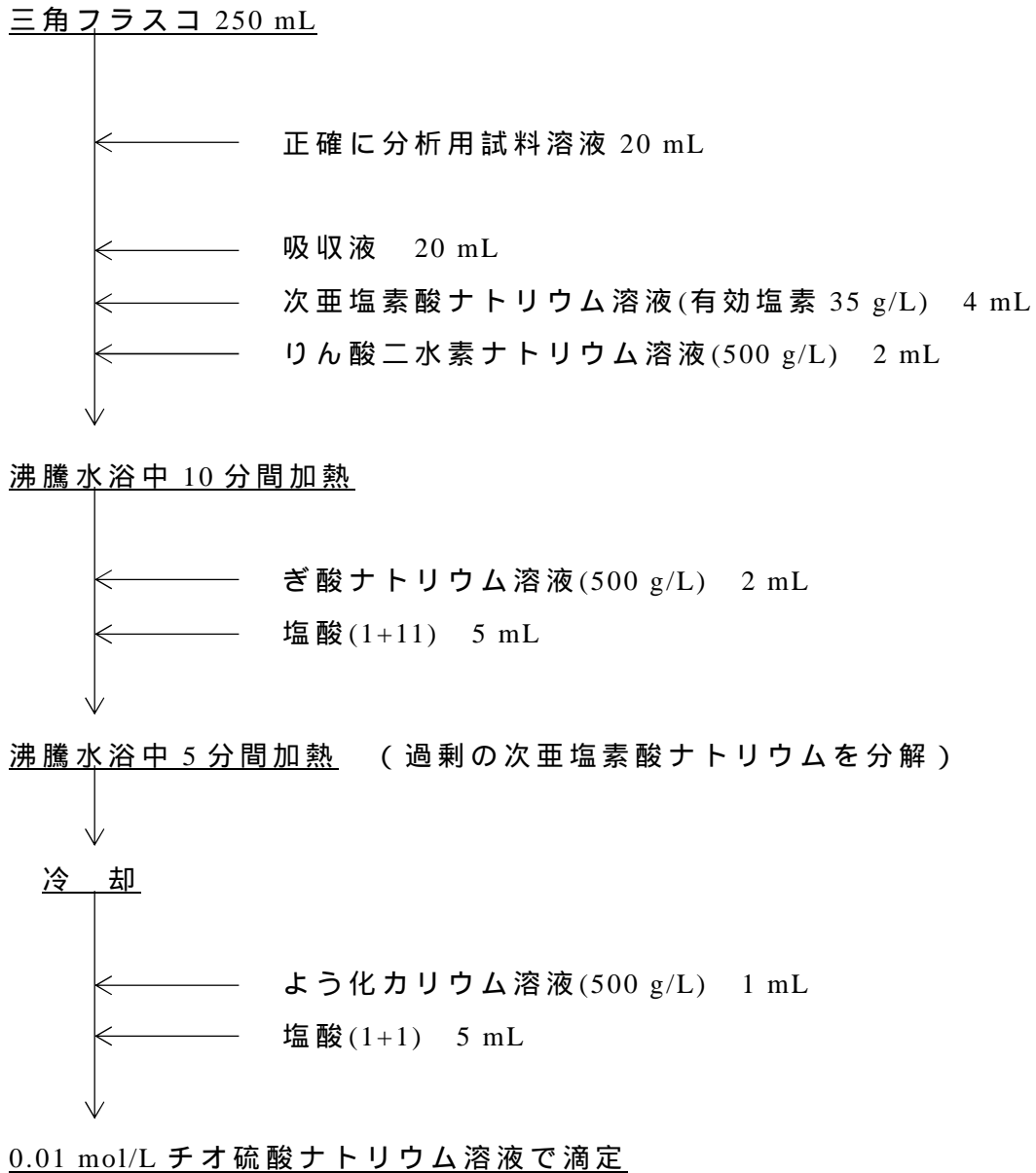
- 1) 塩酸(1+1)
- 2) 塩酸(1+11)
- 3) 酢酸(1+1)
- 4) チオ硫酸ナトリウム溶液(0.1 mol/L) JIS K 8001 の JA.6.4 t) 2) による。
- 5) チオ硫酸ナトリウム溶液(0.01 mol/L) 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 50 mL を全量フラスコ 500 mL にとり, 水を標線まで加えたもの。この溶液は冷暗所

に保存し、調製後約1か月以上経過したものは使用しない。又は、JIS K 8001のJA.6.4 t) 3)による。

- 6) 次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素 3.5 g/100 mL) 次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素 7~12 g/100 mL)の有効塩素を定量し、有効塩素が 3.5 g/100 mLになるように水で薄めたもの。使用時に調製する。有効塩素濃度(N)の求め方は、JIS K 0085の本文参照。
- 7) でんぷん溶液 でんぷん 0.5 gを少量の水に混ぜ、熱水 200 mL中によくかき混ぜながら加え、約1分間煮沸した後冷却し、塩酸(1+5) 3 mLを加えたもの。
- 8) りん酸二水素ナトリウム溶液(500 g/L) りん酸二水素ナトリウム二水和物 65 gを水に溶かし、100 mLにする。
- 9) ぎ酸ナトリウム溶液(500 g/L) ぎ酸ナトリウム 50 gを水 80 mLに溶かし、水を加えて 100 mLにする。
- 10) よう化カリウム溶液(500 g/L) よう化カリウム 50 gを水 80 mLに溶かし、水を加えて 100 mLにする。

3.19.3.4 定量操作

1) 臭素，よう素含量の滴定

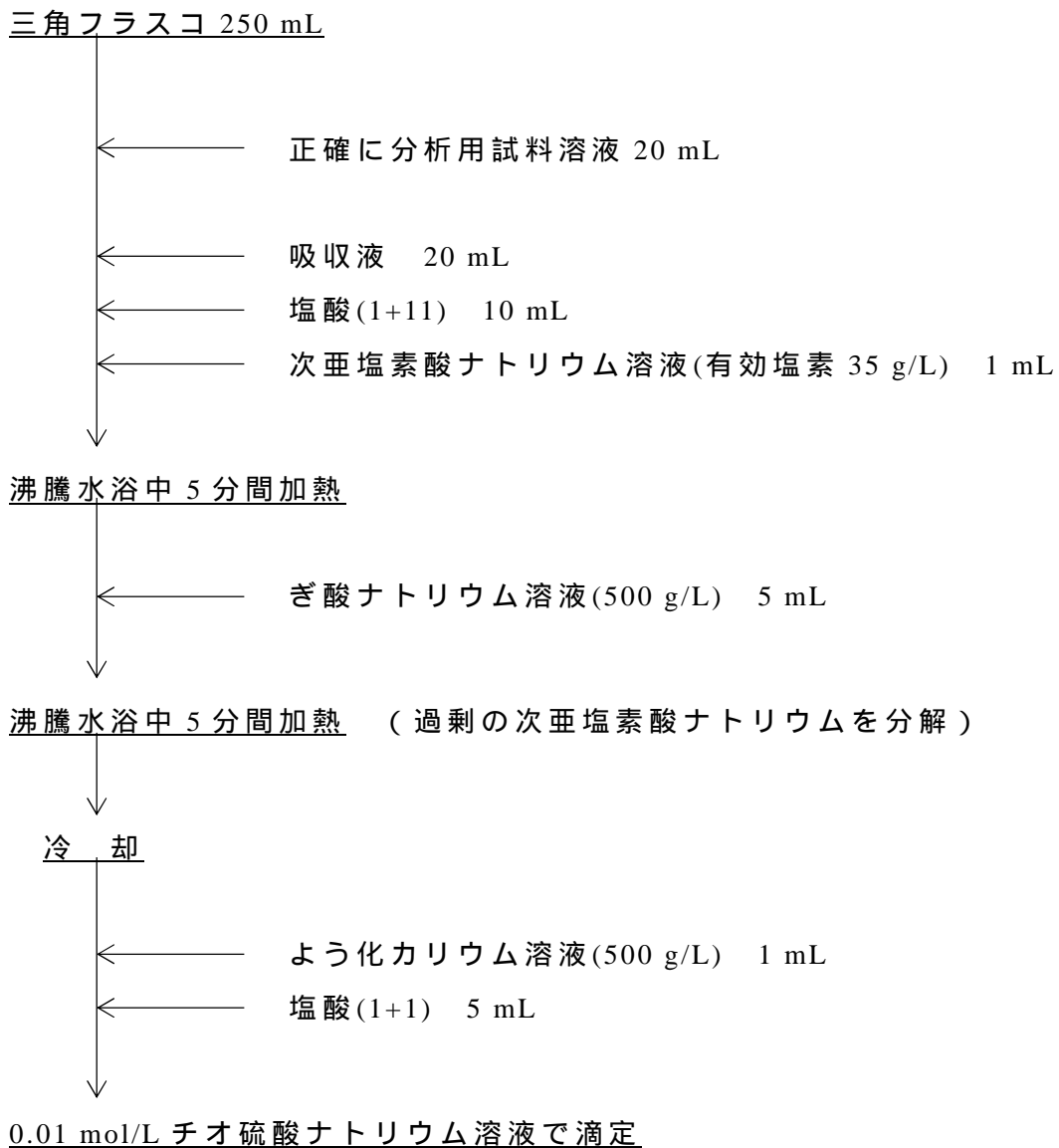


指示薬：でんぷん溶液約 3 mL

終点：溶液の青色が消失した点

空試験用溶液を同様に操作して，滴定量を補正する。

2) よう素量の滴定



指示薬：でんぷん溶液約 3 mL

終点：溶液の青色が消失した点

空試験用溶液を同様に操作して、滴定量を補正する。

注 試料によう素が含まれていないことが明らかな場合は、操作を省略できる。

3.19.3.5 臭化水素濃度の算出

次の式によって、試料ガス中の臭化水素濃度を算出し、有効数字2けたに丸める。

$$C_w = \frac{0.133 \times \frac{250}{20} \times (a - b)}{V_s} \times f \times 1.013 \times 1000$$

$$C_v = \frac{0.133 \times \frac{250}{20} \times (a - b)}{V_s} \times f \times 0.280 \times 1000$$

$$C_w = C_v \times 3.61$$

- ここに、
- C_w ：試料ガス中の臭化水素の質量濃度（ mg/m^3 ）
 - C_v ：試料ガス中の臭化水素の体積百万分率（ppm）
 - a ：臭素，よう素含量の滴定に要した 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の量（mL）
 - b ：よう素量の滴定に要した 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の量（mL）
 - V_s ：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} ）
 - 0.133：0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL に相当する臭化物イオン（ Br^- ）の質量（mg）
 - f ：0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液のファクター
 - 0.280：臭化物イオン（ Br^- ）1 mg に相当する臭化水素（HBr）の体積（mL）（標準状態）
 - 1.013：臭化物イオン（ Br^- ）1 mg に相当する臭化水素（HBr）の質量（mg）
 - 3.61：臭化水素（HBr）1 ppm に相当する臭化水素としての質量濃度（ mg/m^3 ）（80.91/22.41 による。）

注．ppm は体積百万分率

3.19.4 イオンクロマトグラフ法

3.19.4.1 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。

3.19.4.2 試薬

硫酸，炭酸ナトリウム，炭酸水素ナトリウム，ほう酸，四ほう酸ナトリウム十水和物，硫酸ナトリウム，硫酸カリウム，グルコン酸カリウム，p-ヒドロキシ安息香酸，2-[ビス(2-ヒドロキシエチル)アミノ]-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール(ビス-トリス)，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，アセトニトリル，グリセリン，臭化カリウム，臭化物イオン標準液(JCSS校正証明書付きの臭化物イオン標準液(Br^- : 1 000 mg/L))

3.19.4.3 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用いる。次にその例を示す(調製方法はJIS K 0085参照)。
 - a) サプレッサー法：炭酸水素塩・炭酸塩溶液，水酸化カリウム，グルコン酸塩・四ほう酸塩・ほう酸溶液
 - b) ノンサプレッサー法：p-ヒドロキシ安息香酸-2-[ビス(2-ヒドロキシエチル)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-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
- 2) 再生液(除去液)：装置及びサプレッサーの種類に最適なものを用いる。次にその例を示す。
 - a) 電氣的に再生する場合：水，溶離液
 - b) 化学的に再生する場合：硫酸(12.5 mmol/L)
- 3) 臭化物イオン標準液(Br^- : 1 mg/mL)：臭化物イオン標準液(Br^- : 1 000 mg/L)又は臭化カリウムをあらかじめ約 105 °C で約 4 時間加熱し，デシケーター中で放冷する。その 1.488 g をはかりとり，少量の水に溶かす。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。
- 4) 臭化物イオン標準液(Br^- : 0.1 mg/mL)：3)で調製した臭化物イオン標準液(Br^- : 1 mg/mL) 10 mL を全量フラスコ 100 mL に正確にとり，水を標線まで加える。使用時に調製する。
- 5) 臭化物イオン標準液(Br^- : 0.01 mg/mL)：4)で調製した臭化物イオン標準液(Br^- : 0.1 mg/mL) 10 mL を全量フラスコ 100 mL に正確にとり，水を標線まで加える。使用時に調製する。

3.19.4.4 装置及び器具

測定装置については、イオンクロマトグラフ分析通則(JIS K 0127)で規定されている。装置には、サプレッサー方式とノンサプレッサー方式等があり、いずれを用いて

もよい。装置は 3.5 排ガス中の硫黄酸化物分析方法を参照。

3.19.4.5 定量操作

1) 検量線の作成

数個の全量フラスコ 100 mL に、臭化物イオン標準液 (0.01 mg/mL) 1.0 ~ 25.0 mL を段階的にとる

水

全量を 100 mL とする

この溶液の一部をイオンクロマトグラフに注入する

臭化物イオンのクロマトグラムを得る

同様に標準液を調製した水の臭化物イオンのクロマトグラムを得る

臭化物イオン濃度 (mg/mL) と空試験値を補正した臭化物イオンのピーク面積又はピーク高さ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。

2) 定量操作

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する

臭化物イオンのクロマトグラムを得る

検量線から分析用試料溶液の臭化物イオン濃度 a (mg/mL) を求める

空試験用溶液中の臭化物イオンの濃度 b (mg/mL) を求める

本法により、ふっ素化合物及び塩素化合物の同時分析が可能である。(分析方法は JIS K 0085 附属書 A 参照)

3.19.4.6 臭化水素濃度の算出

次の式によって、試料ガス中の臭化水素濃度を算出し、有効数字2けたに丸める。

$$C_w = \frac{1.013 \times (a - b) \times v}{V_s} \times 1000$$

$$C_v = \frac{0.280 \times (a - b) \times v}{V_s} \times 1000$$

$$C_w = C_v \times 3.61$$

ここに、

C_w : 試料ガス中の臭化水素の質量濃度 (mg/m³)

C_v : 試料ガス中の臭化水素の体積百万分率 (ppm)

a : 分析用試料溶液中の臭化物イオン濃度 (mg/mL)

b : 空試験用溶液中の臭化物イオン濃度 (mg/mL)

v : 分析用試料溶液の液量 (100 mL とした場合は 100 ,
250 mL の場合は 250) (mL)

V_s : 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})

0.280 : 臭化物イオン (Br⁻) 1 mg に相当する臭化水素 (HBr)
の体積 (mL) (標準状態)

1.013 : 臭化物イオン (Br⁻) 1 mg に相当する臭化水素 (HBr)
の質量 (mg)

3.61 : 臭化水素 (HBr) 1 ppm に相当する臭化水素としての
質量濃度 (mg/m³) (80.91/22.41 による。)

注 . ppm は体積百万分率

3.20 排ガス中の一酸化二窒素分析方法（JIS K 0110）2018年

3.20.1 分析方法の種類及び概要

排ガス中の一酸化二窒素を測定するための分析方法，その概要及び定量範囲を表3.20.1に示す。

表 3.20.1 分析方法の種類，概要及び定量範囲

分析方法の種類	概要	定量範囲
ガスクロマトグラフ法	注射筒，捕集バッグ又は捕集瓶に試料ガスを採取し，電子捕獲検出器（ECD）付きガスクロマトグラフを用いて絶対検量線法によって一酸化二窒素濃度を定量する。 試料ガス採取量は，100 mL～10 L程度で試料採取速度は，0.5～1.0 L/min程度で採気する。	0.98～98 mg/m ³ (0.5～50 ppm)
ガスクロマトグラフィーマ質量分析法	注射筒，捕集バッグ又は捕集瓶に試料ガスを採取し，質量分析計付きガスクロマトグラフを用いて内標準法又は絶対検量線法によって一酸化二窒素濃度を定量する。 試料ガス採取量は，100 mL～10 L程度で試料採取速度は，0.5～1.0 L/min程度で採気する。	0.98～197 mg/m ³ (0.5～100 ppm)

* 定量範囲の（ ）内は体積百万分率

3.20.2 試料ガス採取方法

3.20.2.1 採取位置

採取位置は，代表的なガスが採取できる点とする。例えば，ガスの流速の分布が均一な位置とする。

3.20.2.2 採取装置及び器具

採取装置及び器具の機能及び条件を表3.20.2に示す。

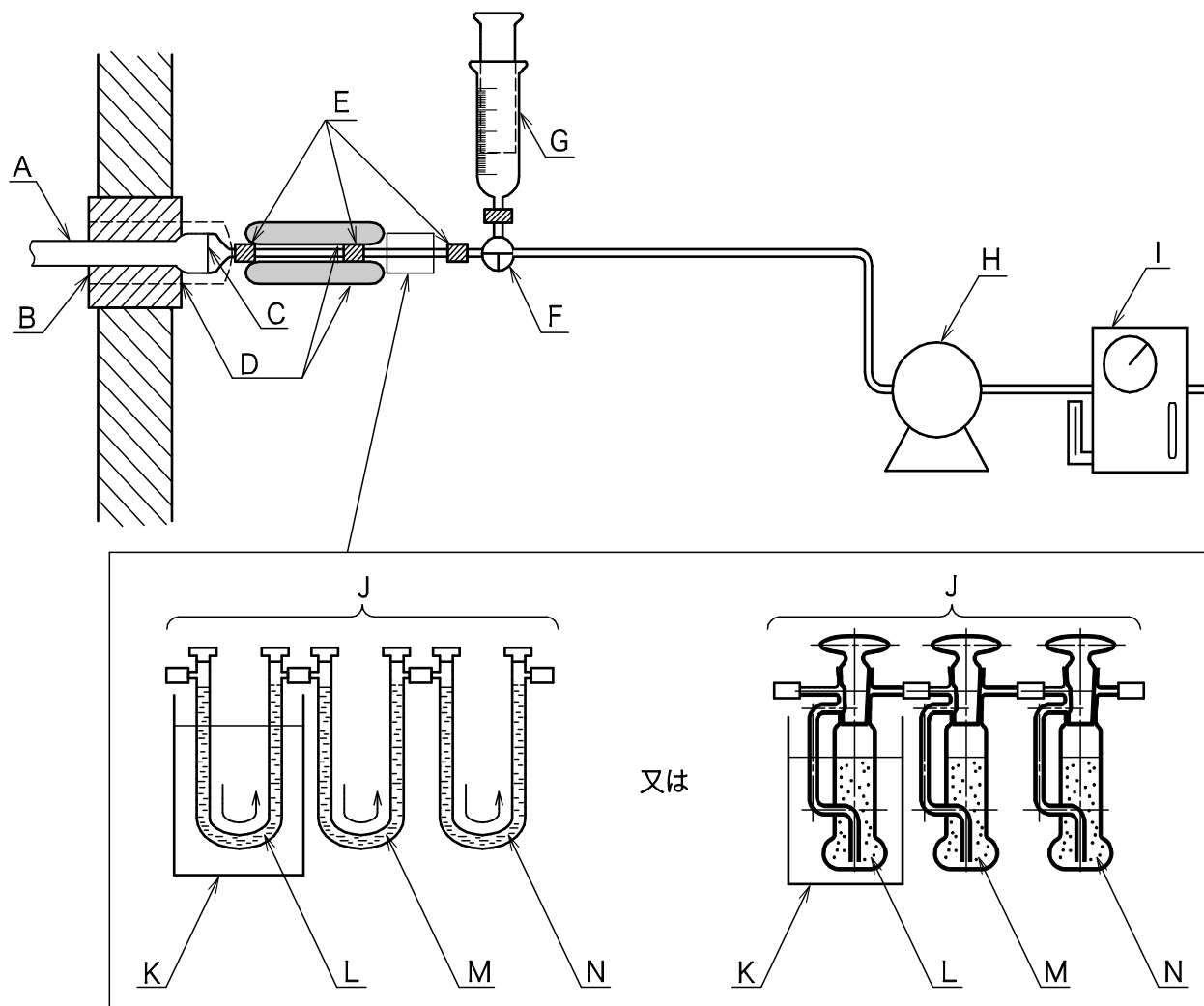
表 3.20.2 採取装置の機能及び条件

採取管	共存成分によって腐食しない耐熱性の材質で，ほうけい酸ガラス管，ステンレス鋼管，石英管，四ぶつ化エチレン樹脂製管などを用いる。
水分吸収器	導管の途中に塩化カルシウム（水分測定用）などの吸湿剤を充填した吸湿管又はU字管を用いる。
二酸化硫黄吸収器	導管の途中にソーダ石灰（試薬）などの二酸化硫黄吸収剤を充填した吸収器又はU字管を用いる。
二酸化炭素吸収器	導管の途中に水酸化ナトリウム（試薬）などの二酸化炭素吸収剤を充填した吸収器又はU字管を用いる。

3.20.3 試料ガス採取装置の構成及び採取操作

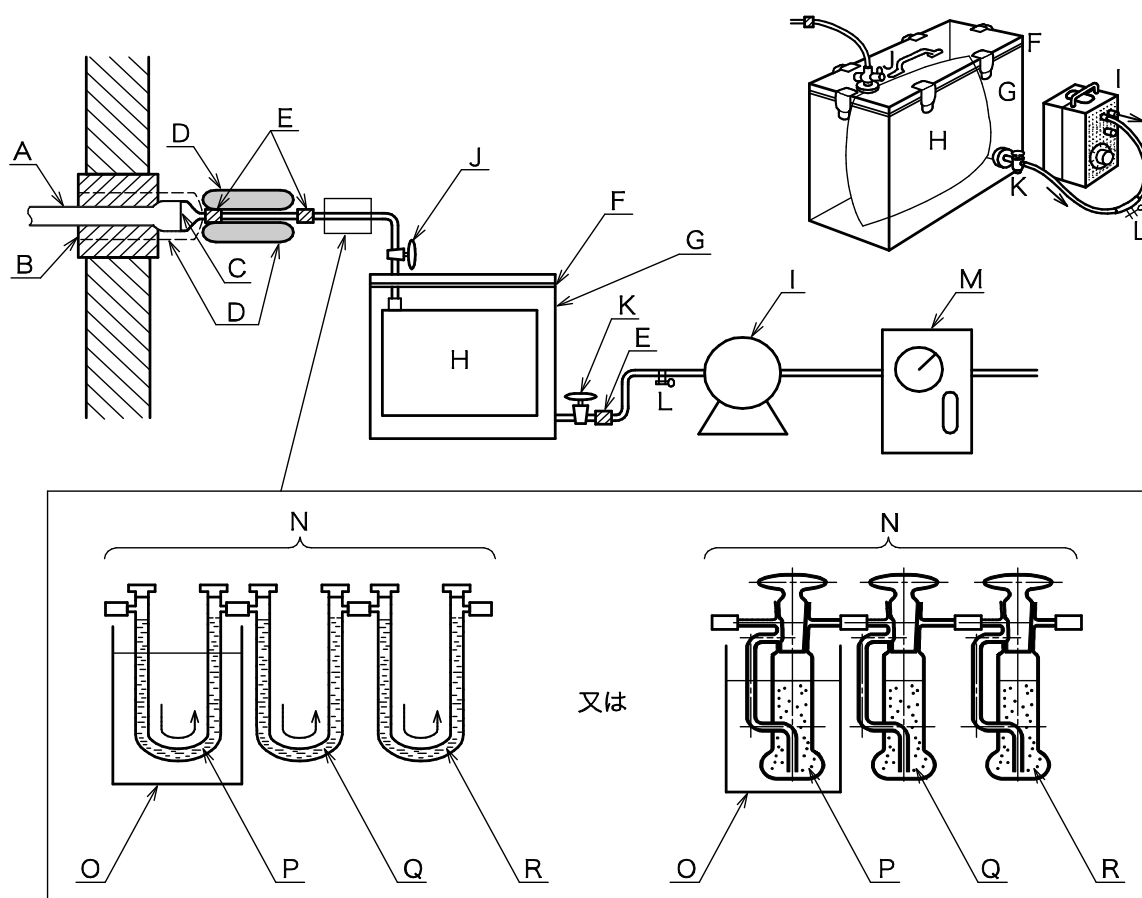
3.20.3.1 試料ガス採取装置の構成

試料ガスの採取装置の例を図 3.20.1（注射筒法）及び図 3.20.2（捕集バッグ法）に示す。なお，捕集容器には他に捕集瓶がある（第2編第4章又は第3編 3.13 参照）。



- | | | | |
|-----------|--------------|------------|------------|
| A：試料ガス採取管 | E：すり合わせ接手管など | I：ガスメーター | M：ソーダ石灰 |
| B：保温材 | F：流路切替三方コック | J：U字管又は吸収器 | N：水酸化ナトリウム |
| C：ろ過材 | G：注射筒 | K：冷却水槽 | |
| D：ヒーター | H：吸引ポンプ又はゴム球 | L：塩化カルシウム | |

図 3.20.1 試料ガス採取装置（注射筒法）の例



- | | | | |
|------------------|----------------------|------------|------------|
| A：試料ガス採取管 | F：ゴムパッキン | K：コック | P：塩化カルシウム |
| B：保温材 | G：樹脂製気密容器 | L：スクリューコック | Q：ソーダ石灰 |
| C：ろ過材 | H：捕集バッグ | M：ガスメーター | R：水酸化ナトリウム |
| D：ヒーター | I：吸引ポンプ | N：U字管又は吸収器 | |
| E：すり合わせ接手管
など | J：四ふっ化エチレン
樹脂製コック | O：冷却水槽 | |

図 3.20.2 試料ガス採取装置（捕集バッグ法）の例

3.20.3.2 試料ガス採取操作

図 3.20.2 捕集バッグ法の採取操作を例に，そのフローを次に示す。

捕集バッグ(H)と吸引ポンプ(I)をつなぎ，捕集バッグ内を脱気する

採取管(A)からコック(J)を経て吸引ポンプ(I)までつなぎ採取管内を置換する

コック(J)を閉じ捕集バッグ(H)を気密容器(G)に入れてコック(J)につなぐ

コック(J, K)を開いて吸引ポンプ(I)を作動させる

気密容器内が減圧して捕集バッグ(H)に試料ガスが流入する

コック(J)を閉じ吸引ポンプを止める

捕集バッグ(H)を容器から取り出しシリコンゴム栓をする

3.20.4 ガスクロマトグラフ法による定量

電子捕獲検出器を備えたガスクロマトグラフを用い，試料ガス中の一酸化二窒素をカラムによって分離し，記録されたクロマトグラムのピーク面積又は高さを，同一装置及び同一条件下で得られた標準ガスのピーク面積又は高さと比較して定量する。

3.20.4.1 ガスクロマトグラフ法の測定条件の例

ガスクロマトグラフの分析条件を表 3.20.3 に示す。試料注入は，ガスタイトシリンジ又は気体試料導入装置を用いて一定量注入する。

表 3.20.3 充填カラムによるガスクロマトグラフ法の測定条件例

装置	ガスクロマトグラフ電子捕獲検出器付き (GC-ECD)		
カラムの種類	充填カラム (Porapak Q)	カラムサイズ及び 担体の粒径	3.2 mm × 3.1 m , 180 ~ 300 μm
カラム槽温度	70		
試料導入部温度	130	電流値	1 nA
検出器温度	250	キャリアーガス流量 (N ₂)	20 mL/min (約 90 kPa)
導入量	1 mL	付加ガス流量 (N ₂)	20 mL/min (約 20 kPa)

電子捕獲検出器には ^{63}Ni を使用する放射線方式と ^{63}Ni を使用しない非放射線方式がある。非放射線方式の場合は指定のドーパントガスを加える。

充填カラムと同じ条件で、内径 1.2 mm のキャピラリーカラム（ガラス中空カラム）及び内径 0.32～0.53 mm のキャピラリーカラム（PLOT カラム）を用いることもできる。試料注入量は 0.1 mL～3 mL で、キャピラリーカラムを用いるときは、カラム内径に応じて適宜スプリット注入を行う。

3.20.4.2 定量操作

ガスクロマトグラフを測定可能な状態にし、操作条件を表 3.20.3 例に設定する

検量線用標準ガスを装置に注入し、検量線を作成する
（一酸化二窒素量とピーク面積又はピーク高さとの関係）

試料ガスの一量をガスタイトシリンジ又は計量管に導入する

ガスクロマトグラフのカラムに導入してクロマトグラムを記録する

一酸化二窒素のピーク面積又は高さを求める

検量線から試料ガス中の一酸化二窒素量（ng）を求める

試料と同量の希釈ガスを測定し空試験値（ng）を求める

一酸化二窒素量（ng）から空試験値を差し引き試料ガス中の濃度を算出する

検量線は、直線性を確保できる濃度範囲で作成する。その際、検量線の直線範囲を超えて濃度が高い場合は、気体試料の導入量を減らす又は試料の希釈を行うなどの手段を講じる。

3.20.4.3 一酸化二窒素濃度の算出

試料ガス中の一酸化二窒素の濃度は、次の式によって求める。

$$N_V = \frac{0.509 \times A \times 10^{-6} \times 10^6}{V \times \frac{273.15}{273.15 + t} \times \frac{P}{101.32}}$$

$$N_V = N_V \frac{(100 - a)}{10}$$

$$N_W = \frac{A}{V \times \frac{273.15}{273.15 + t} \times \frac{P}{101.32}} = 1.965 \times N_V$$

$$N_W = N_W \frac{(100 - a)}{10}$$

N_V : 標準状態における乾き排ガス中の一酸化二窒素の体積百万分率 (ppm)

N_W : 標準状態における乾き排ガス中の一酸化二窒素の質量濃度 (mg/m³)

N_V : 標準状態における前処理済み排ガス中の一酸化二窒素の体積百万分率 (ppm)

N_W : 標準状態における前処理済み排ガス中の一酸化二窒素の質量濃度 (mg/m³)

A : 検量線で求めた分析用試料ガス中の一酸化二窒素の質量 (ng)

V : 試料ガス注入量 (mL)

t : 試料ガス測定時の温度 ()

P : 試料ガス測定時の大気圧 (kPa)

a : 標準状態における乾き排ガス中の二酸化炭素の体積分率 (%)

0.509 : 一酸化二窒素 1 mg に相当する一酸化二窒素の体積 (mL)

1.965 : 一酸化二窒素 1 ppm に相当する質量濃度 (mg/m³)

10⁻⁶ : 質量の単位を ng から mg に変換する係数

10⁶ : mL/mL を体積百万分率の ppm へ変換する係数

273.15 : 0 に対応する絶対温度 (K)

101.32 : 標準大気圧 (kPa)

3.20.5 ガスクロマトグラフィー質量分析法による定量

ガスクロマトグラフで分離された試料ガス中の一酸化二窒素は、電子イオン化法でイオン化され、アナライザーで分離された後、質量スペクトルの検出によって定量する。内径 0.32 mm のキャピラリーカラム（PLOT カラム）を用いる。カラム出口側にカラム充填剤の飛散防止のためのパーティクルトラップを接続して使用するとよい。試料注入量は 0.1 mL ~ 3 mL で、カラム内径に応じて適宜スプリット注入を行う。

3.20.5.1 ガスクロマトグラフィー質量分析法の測定条件の例

ガスクロマトグラフィー質量分析法の測定条件の例を表 3.20.4 に示す。

表 3.20.4 ガスクロマトグラフィー質量分析法の測定条件の例

装置	ガスクロマトグラフ質量分析装置（GC-MS）		
カラムの種類	キャピラリーカラム （CP-PoraPLOT Q）	カラムサイズ 及び膜厚	0.32 mm × 25 m, 10 μm （2.5 m のパーティクルトラップ接続）
カラム槽温度	45 （3 分間保持）	（20 /min）	100 （10 /min） 120 （1 分間保持）
注入口温度	130		
イオン源温度	230		
定量イオン	m/z 30（確認イオン：m/z 44）		
キャリアーガス流量（He）	1.5 mL/min		
内標準物質	キセノン（定量イオン：m/z 132、確認イオン：m/z 129）		10 ppm
	クロロメタン（定量イオン：m/z 50、確認イオン：m/z 52）		10 ppm
注入方法	スプリット（1：10）		
注入量	1 mL		

共存成分の影響がない又は無視できる場合は確認イオンを定量イオンとして用いてもよい。

3.20.5.2 内標準法による定量操作

ガスクロマトグラフを測定可能な状態にし、操作条件を表 3.20.4 例に設定する

検量線用標準ガスと一定濃度の内標準ガスを装置に注入し、関係線を作成する
（一酸化二窒素と内標準物質との質量比に対する面積比との関係）

内標準ガスを混入した試料ガスの一定量をガスタイトシリンジ又は計量管に導入する

ガスクロマトグラム又選択イオンモニタリングのクロマトグラムを記録する

一酸化二窒素及び内標準物質のピーク面積を求める

一酸化二窒素及び内標準物質のピーク面積の比を求める

関係線から試料ガス中の一酸化二窒素量（ng）を求める

試料と同量の希釈ガスを測定し空試験値（ng）を求める

一酸化二窒素量（ng）から空試験値を差し引き試料ガス中の濃度を算出する

3.20.5.3 一酸化二窒素濃度の算出

試料ガス中の一酸化二窒素の濃度は、3.20.4.3の式によって求める。

3.21 から 3.26 確認で対応している規格

2011年に発行したマニュアルには収録されていない規格について簡単に紹介する。制定年度が古く、規格の一斉見直しを行った1998年以降は協会員へのアンケートを基にこれらに替わる規格がなく一定程度利用されていることを確認し、更新時期に來るとその都度変更の必要がないとして「確認」で対応している。今回のマニュアルでは、これらの規格の内容について表1分析方法の種類及び概要の部分を示し、代替手法が示せる分析方法を参考として紹介する。

3.21 排ガス中のフェノール類分析方法 (JIS K 0086 : 1998)

制定 1978 年, 改正 1983 年

表 3.21.1 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		定量範囲 ppm
	要 旨	試料採取	
ガスクロマトグラフ法	試料ガス中のフェノール類を吸収液に吸収させ、又は捕集バッグ等に採取し、ガスクロマトグラフに導入して得られたクロマトグラムからフェノール類を定量する。	吸収瓶法 真空捕集瓶法 捕集バッグ法	1 ~ 2 000(1)
4-アミノアンチピリン吸光光度法	試料ガス中のフェノール類を吸収液に吸収させた後、4-アミノアンチピリン溶液及びフェリシアン化カリウム溶液を加え、生成したアンチピリン色素の吸光度(510 nm)を測定する。	吸収瓶法 吸収液：0.4% 水酸化ナトリウム溶液 液量：50 mL × 2	1 ~ 20(1)
紫外吸光光度法	試料ガス中のフェノール類を吸収液に吸収させた後、この溶液の吸光度(270 nm)を測定する。	吸収瓶法 吸収液：水 液量：50 mL × 2	1 ~ 50(1)

注(1) 試料ガスを 20 L 採取し、吸収液を 200 mL に薄めて分析用試料溶液とした場合。

ガスクロマトグラフ法：ガスクロマトグラフ法の検出器は水素炎イオン化検出器を用いる。充填カラムに替わる方法として「キャピラリーカラムを用いてもよい」としているが分析条件等の記述はない。

フェノールその他 o-クレゾール, m-クレゾール, p-クレゾールの分離・定量を行うにはカラムの固定相に極性の高いポリエチレングリコール (PEG 20M) や WAX を用いる。クレゾールの異性体を分離する必要がない場合はメチルシリコン等の無極性の固定相でよい。

直接気体試料を注入するにはカラム内径 0.53 mm, 膜厚 1.5 μm, 長さ 30 m が適当である。吸収瓶に採取した試料溶液を注入する場合はカラム内径 0.32 mm, 膜厚 1.0 μm, 長さ 30 m が適当である。

3.22 排ガス中のピリジン分析方法（JIS K 0087：1998）

制定 1975 年，改正 1983 年

表 3.22.1 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		定量範囲 ppm
	要 旨	試料採取	
ジアミノスチルベン-ジスルホン酸 吸光光度法	試料ガス中のピリジンを希硫酸に吸収させたのち，4,4'-ジアミノスチルベン-2,2'-ジスルホン酸溶液と臭化シアン溶液を加えて発色させ，吸光度（490 nm）からピリジンを定量する。	吸収瓶法 吸収液： 0.01 mol/L 硫酸溶液 液量： 20 mL×2	0.1 ~ 試料ガス 20 L の場合 (1)
ガスクロマトグラフ法	真空捕集瓶に採取した試料ガス中のピリジンを硫酸水溶液に吸収させ，二硫化炭素に抽出した後，水素炎イオン化検出器を備えたガスクロマトグラフに導入して得られたクロマトグラムからピリジンを定量する。	真空フラスコ法 吸収液： 0.01 mol/L 硫酸溶液 液量： 50 mL	0.6 ~ 試料ガス 1 L の場合 (2)

注(1) 定量範囲は，吸光光度法では 10 ~ 20 L を採取し，吸収液を 200 mL に薄めて，分析用試料溶液とした場合。

(2) 真空フラスコの容量 1 L を採取し，二硫化炭素 1 mL に抽出した場合。

ガスクロマトグラフ法では分離に充填カラムを用い水素炎イオン化検出器を用いて検出している。キャピラリーカラムの記載はない。採取した試料を一旦硫酸水溶液に吸収させた後，二硫化炭素で抽出し内標準物質として *o*-キシレンを加えて定量するのでこれらの成分との良好な分離は必須である。キャピラリーカラムを用いる場合は，ピリジンの近傍に内標準物質を溶出し分離できる固定相として極性の PEG 又は WAX を液相として選択するとよい。十分な分離が確保できない場合は無極性のメチルシリコン系の液相を用いるとよい。試料溶液を注入するのでキャピラリーカラムの内径については特に選択の基準はないが，長さ 30 m，膜厚は 1 μm 以上のやや厚めを選択するとよい。

3.23 排ガス中のアクロレイン分析方法 (JIS K 0089 : 1998) 制定 1975 年, 改正 1983 年

表 3.23.1 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		定量範囲 ppm
	要 旨	試料採取	
ガスクロマトグラフ法	試料ガスを真空捕集瓶に採取し,そのまま,又は低温で濃縮したのち,水素炎イオン化検出器を備えた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アクロレインを定量する。	真空捕集瓶法	0.01 ~ 1 000 (試料ガス 1 L の場合)
ヘキシルレゾルシノール吸光光度法	排ガス中のアクロレインを吸収液に吸収させたのち,加熱して発色させ,加熱して発色させ,この液の吸光度 (605 nm) を測定する。	吸収瓶法 吸収液:トリクロロ酢酸,塩化水銀 (II) 及び 4-ヘキシルレゾルシノール混合溶液。 液量: 50 mL	0.2 ~ 5 (試料ガス 20 L の場合)

ガスクロマトグラフ法は採取した試料の一定量を直接 GC に注入して分離・検出している。検出器は水素炎イオン化検出器を用いる。アクロレインは保存性が極めて悪いので,試料採取後迅速に分析しなければならないという問題がある。環境測定では,他のアルデヒド類と共に誘導体化試薬を含浸した固相で反応捕捉する方法が用いられており,この方法を利用する事ができる。分離・検出にはガスクロマトグラフ法の他ガスクロマトグラフ質量分析法 (GC/MS), 高速液体クロマトグラフ法 (HPLC) を用いる事ができる。

- ・試料採取法: アルデヒド類との一斉分析の試料採取に用いられている反応捕捉・溶媒抽出法が利用できる。誘導体化試薬には 2,4-ジニトロヒドラジン (DNPH) や o-(4-シアノ-2-エトキシベンジル) ヒドロキシルアミン (CNET) があり, これを含浸した固相カートリッジに試料を一定量通気, 反応捕捉して採取する。固相カートリッジから溶出後, イオン交換・濃縮操作を経て分析用試料とする。

- ・ガスクロマトグラフ法: 充填カラムに替わる方法として「キャピラリーカラムを用いてもよい」としているが分析条件等の記述はない。直接気体試料を注入して測定するには内径 0.53 mm のキャピラリーカラムを用いるとよい。固定相は極性が高い PEG 20M や WAX のような液相を用いる。誘導体化したアクロレインの検出を行うには熱イオン化検出器 (FTD), 質量分析計を用いる事ができる。

- ・高速液体クロマトグラフ法: 誘導体化したアクロレインとアルデヒド類は ODS カラムを用いて分離し UV 検出器 (DNPH 誘導体化は吸収波長 360 nm, CNET 誘導体化は吸収波長 240 nm) で検出する。質量分析計も用いる事ができる。

3.24 排ガス中のホスゲン分析方法 (JIS K 0090 : 1998)

制定 1975 年, 改正 1983 年

表 3.24.1 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		定量範囲 ppm
	要 旨	試料採取	
ジフェニル尿素 紫外吸光光度法	試料ガス中のホスゲンを吸収液に吸収させた後, 生成したジフェニル尿素を溶媒抽出し, 抽出液の吸光度(257 nm)を測定	吸収瓶法 吸収液: アニン溶液 (2.5 g/L) (pH7~9) 液量: 10 mL×1	0.1~5 (20 L)

3.25 排ガス中の二硫化炭素分析方法 (JIS K 0091 : 1998)

制定 1975 年, 改正 1983 年

表 3.25.1 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		定量範囲 ppm
	要 旨	試料採取	
ジエチルジチオカルバミン酸銅吸光光度法	試料ガス中の二硫化炭素をジエチルアミン銅溶液に通じて吸収させたのち, 吸収液中に生成したジエチルジチオカルバミン酸銅の吸光度(435 nm)を測定し, 二硫化炭素を定量する。	吸収瓶法 吸収液: 硫酸銅, ジエチルアミン塩酸塩, アンモニア及びくえん酸の溶液にエタノールを加えたもの。 液量: 50 mL×2 最前段の吸収瓶に酢酸カドミウム溶液を入れ, 共存する硫化水素を除去する。 液量: 50 mL×1	3~60(1)
ガスクロマトグラフ法	試料ガスを採取し, ガスクロマトグラフに導入して得られたクロマトグラムから二硫化炭素を定量する。	真空捕集瓶又は捕集バッグ法	0.2~10(2) (炎光光度検出器)

注(1) 定量範囲は, 吸光光度法では試料ガス 10 L を採取し, 吸収液を 200 mL に薄めて分析用試料溶液とした場合。

(2) 分析用試料ガス 0.1~5 mL を導入する場合。

3.26 排ガス中のメルカプタン分析方法（JIS K 0092：1998）

制定 1975 年，改正 1983 年

表 3.26.1 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		定量範囲 ppm
	要 旨	試料採取	
ジメチルフェニレンジアミン吸光光度法	試料ガス中のメルカプタンを吸収液に吸収させたのち，N,N-ジメチル-p-フェニレンジアミンと塩化鉄()の混合溶液を加えて発色させ，吸光度(505 nm)を測定する。	吸収瓶法 吸収液；酢酸水銀()溶液 液量：20 mL×2	採取量 10 L のとき 0.5～10 100 L のとき 0.05～0.5
ガスクロマトグラフ法	試料ガスを採取し，ガスクロマトグラフに導入して得られたクロマトグラムからメルカプタンを定量する。	真空捕集瓶法又は捕集バッグ法	0.05 以上 (炎光光度検出器)

その他 排ガス中の硫黄化合物類分析方法

硫黄化合物類の JIS についてはガスクロマトグラフ法の試料採取・分析方法が古い事と個別成分の分析方法なので大気技術委員会が最新の技術を取り入れて悪臭防止法が定める 4 物質を含む 7 物質について一斉分析する方法を検討中である。内容の詳細が未確定なので本書では検討方針について以下に簡単に紹介する。対象となる規格は K 0091, K 0092 と K 0108 の 3 規格である。GC への試料導入時には低温凝縮などの濃縮による大量試料導入方法が適用できるので大気環境への適用も可能となる。

- ・適用成分：一斉分析できる成分として硫化水素，メチルメルカプタン，エチルメルカプタン，硫化メチル，二硫化メチル(ジメチルジスルフィド：DMDS)，二硫化炭素，硫化カルボニル(COS)と，適用可能な成分にターシャリーブチルメルカプタン(TBM)を加える。
- ・試料採取・GC への試料導入法：GC への導入に低温凝縮による方法を用いているがこれに替わる方法も採用する。試料採取前に安全の確認と雰囲気中の概略の濃度・試料採取量を検討するために検知管式ガス測定器(測長式)を付属書(参考)に加える。
- ・分析方法：カラムはキャピラリーカラムを主として，これを用いる GC で利用可能な検出器として炎光光度検出器(FPD)の他に化学発光検出器(SCD)，原子発光検出器(AED)，熱伝導度検出器(TCD)，光イオン化検出器(PID)，質量分析計(MS)，半導体検出器を加える。更に，ポータブルの測定器を用いる方法も検討し可能であれば加える。

検討中の方法では，本協会が実施したアンケートで使用実績がない個別規格にある硝酸銀電位差滴定法と二酸化硫黄変換紫外線蛍光法は削除し，イオン電極法とジエチルジチオカルバミン酸銅吸光光度法は参考とする予定である。硫化水素にのみ適用するメチレンブルー吸光光度法は付属書に規定として残すよう予定している。

3.27 排ガス中の揮発性有機化合物分析方法

3.27.1 分析方法の概要

排ガス中に存在する広い範囲の揮発性有機化合物を対象とし、それらの測定方法に関する標準作業手順書の作成や精度管理の実施を、本マニュアルの活用者自身が行えるよう記載する。揮発性有機化合物は測定対象物質の種類が多く、濃度範囲や目標定量下限値なども一律に決定できない事と、測定に用いる試料採取・分析・検出方法を複数の中から選択する事ができるので、Annex を参考に標準作業手順書を作成し精度管理を実施する必要がある。本稿の内容には、JIS K 0088（排ガス中のベンゼン分析方法）及び JIS K 0305（排ガス中のトリクロロエチレン、テトラクロロエチレン分析方法）も含まれ対応の概要を Annex M に記載している。

なお、本稿における Annex は、Annex A から Annex M までである。以下に Annex のリストを示す。特に Annex K は、実際に各種成分の分析を行ったクロマトを盛り込んだことから、分析を行ううえで、参考に出来るものと思われる。

- Annex A 固体捕集剤と脱着溶媒との組合せ例
- Annex B 測定物質への適用の確認方法
- Annex C 検量線（関係線）の作成方法
- Annex D 吸着剤の種類
- Annex E 吸着剤選択の手引
- Annex F 吸着剤使用の手引
- Annex G 破過容量の測定
- Annex H 固体吸着法における回収率の測定
- Annex I 保存性の確認
- Annex J 検知管法
- Annex K 分析例
- Annex L 代表的な VOC のイオン化ポテンシャル
- Annex M ベンゼン、トリクロロエチレン、テトラクロロエチレンの測定方法の概要

本稿における揮発性有機化合物（VOC）とは、ダクトなどに排出されるガスが大気中に放出又は飛散した時に気体である有機化合物とし、対象とする揮発性有機化合物は、主に世界保健機構が定義する次の揮発性有機化合物及び高揮発性有機化合物等とする（揮発性有機化合物には明確な定義が無いので下記の高揮発性有機化合物も一部含む）。

参考として、世界保健機構（World Health Organization = WHO）の作業グループによる、沸点に基づく揮発性有機化合物の3分類を次に示す。

- a) 準揮発性有機化合物（Semi-volatile Organic Compound = SVOC）
沸点の範囲が 240 ～ 260 から 380 ～ 400 までの有機化合物
- b) 揮発性有機化合物（Volatile Organic Compound = VOC）
沸点の範囲が 50 ～ 100 から 240 ～ 260 までの有機化合物
- c) 高揮発性有機化合物（Very Volatile Organic Compound = VVOC）
沸点の範囲が 0 の～5 のから 100 までの有機化合物

排ガス中の揮発性有機化合物（VOC）を測定するための分析方法，概要及び定量範囲を表1に示す。

表1 分析方法の種類，概要及び定量範囲

分析方法の種類	分析方法の概要			
	要旨	試料採取	定量範囲 mg/m ³ (ppm)	適用条件
ガスクロマトグラフィ質量分析法 (GC/MS)	試料ガスを直接又は常温吸着濃縮した後，質量分析計付きガスクロマトグラフに導入してクロマトグラムを記録する。	捕集バッグ法 標準採取量：1 L～20 L	捕集バッグ法 ベンゼン 0.3 以上 (0.1 以上)	3.27.3.1 参照
		真空瓶捕集法 標準採取量：0.1 L～1 L	真空瓶捕集法 ベンゼン 0.3 以上 (0.1 以上)	
		固体吸着 - 加熱脱着法 標準採取量：200 mL	固体吸着 - 加熱脱着法 ベンゼン 0.0015 以上 (0.0005 以上)	
		固体吸着 - 溶媒抽出法 標準採取量：20 L	固体吸着 - 溶媒抽出法 ベンゼン 0.03 以上 (0.01 以上)	
ガスクロマトグラフィ法（水素炎イオン化検出器） (GC/FID)	試料ガスを直接又は常温吸着濃縮した後，水素炎イオン化検出器付きガスクロマトグラフに導入してクロマトグラムを記録する。	捕集バッグ法 標準採取量：1 L～20 L	捕集バッグ法 ベンゼン 3 以上 (1 以上)	3.27.3.2 参照
		真空瓶捕集法 標準採取量：0.1 L～1 L	真空瓶捕集法 ベンゼン 3 以上 (1 以上)	
		固体吸着 - 加熱脱着法 標準採取量：200 mL	固体吸着 - 加熱脱着法 ベンゼン 0.015 以上 (0.005 以上)	
		固体吸着 - 溶媒抽出法 標準採取量：20 L	固体吸着 - 溶媒抽出法 ベンゼン	

固定発生源からの排ガス分析マニュアル (2021 年版)
第 3 編 3.27 排ガス中の揮発性有機化合物測定マニュアル

			0.3 以上 (0.1 以上 ~)	
ガスクロマトグラフ法 (光イオン化検出器) (GC/PID)	試料ガスを直接又は常温吸着濃縮した後, 光イオン化検出器付きガスクロマトグラフに導入してクロマトグラムを記録する。	捕集バッグ法 標準採取量: 1 L ~ 20 L	捕集バッグ法 ベンゼン 3 以上 (1 以上)	3.27.3.3 参照
		真空瓶捕集法 標準採取量: 0.1 L ~ 1 L	真空瓶捕集法 ベンゼン 3 以上 (1 以上)	
		固体吸着 - 加熱脱着法 標準採取量: 200 mL	固体吸着 - 加熱脱着法 ベンゼン 0.015 以上 (0.005 以上)	
		固体吸着 - 溶媒抽出法 標準採取量: 20 L	固体吸着 - 溶媒抽出法 ベンゼン 0.3 以上 (0.1 以上)	
ガスクロマトグラフ法 (電子捕獲検出器) (GC/ECD)	試料ガスを直接又は常温吸着濃縮した後, 電子捕獲検出器付きガスクロマトグラフに導入してクロマトグラムを記録する。	捕集バッグ法 標準採取量: 1 L ~ 20 L	捕集バッグ法 トリクロロエチレン 0.06 ~ 12 (0.01 ~ 2) テトラクロロエチレン 0.014 ~ 14 (0.002 ~ 2)	3.27.3.4 参照
		真空瓶捕集法 標準採取量: 0.1 L ~ 1 L	真空瓶捕集法 トリクロロエチレン 0.06 ~ 12 (0.01 ~ 2) テトラクロロエチレン 0.014 ~ 14 (0.002 ~ 2)	
		固体吸着 - 溶媒抽出法 標準採取量: 20 L	固体吸着 - 溶媒抽出法 トリクロロエチレン 0.006 以上 (0.001 以上) テトラクロロエチレン 0.0014 以上 (0.0002 以上)	
ガスクロマトグラフ法 (熱伝導度検出器) (GC/TCD)	試料ガスを直接又は常温吸着濃縮した後, 熱伝導度検出器付きガスクロマトグラフに導入してクロマトグラムを記録する。	捕集バッグ法 標準採取量: 1 L ~ 20 L	捕集バッグ法 ベンゼン 30 以上 (10 以上)	3.27.3.5 参照
		真空瓶捕集法 標準採取量: 0.1 L ~ 1 L	真空瓶捕集法 ベンゼン 30 以上 (10 以上)	
		固体吸着 - 加熱脱着法 標準採取量: 200 mL	固体吸着 - 加熱脱着法	

			ベンゼン 0.15 以上 (0.05 以上)	
		固体吸着 - 溶媒抽出法 標準採取量：20 L	固体吸着 - 溶媒 抽出法 ベンゼン 3 以上 (1 以上～)	
1	このマニュアルに示す mg/m ³ 及び ppm は標準状態における質量濃度及び体積分率とする。			
2	試料採取の方法に応じた定量範囲は、キャピラリーカラム使用でスプリット比 1:10 において、試料導入量を試料ガス 1 mL 又は試料液 1 µL にした時のベンゼンの定量範囲を示す。			
3	電子捕獲検出器における定量範囲は、試料導入量を試料ガス 1 mL 又は試料液 1 µL にした時のトリクロロエチレン及びテトラクロロエチレンの定量範囲を示す。			
4	定量範囲の上限値は、検量線の直線範囲までとする。			
5	µTCD 検出器を備えたガスクロマトグラフは、定量下限が FID 検出器と同等となる。			
6	ガスクロマトグラフ法とガスクロマトグラフィーとは同義語とする。			
7	光イオン化検出器の光源には、UV ランプを用いる方法と、ヘリウムガス中の放電を用いる方法とがある。			
8	電子捕獲検出器には、放射線形と非放射線形とがある。			
9	これらの分析方法は、試料採取を省略できるガスクロマトグラフにも適用してもよい。			
10	固体吸着 - 溶媒抽出法で使用する溶媒量は 1 mL、カラム導入量は 1 µL での定量範囲を示す。			

3.27.2 試料ガスの採取方法

3.27.2.1 試料ガスの採取

試料ガスの採取方法は、捕集バッグ法及び真空瓶捕集法（容器採取法）、固体吸着・加熱脱着法（固体吸着法）又は固体吸着・溶媒抽出法（固体吸着法）による。分析に用いる試料ガスの採取位置は、代表的な試料ガスが採取できる点を選ぶ。また、時間を空けずに試料ガスを 2 回以上、均一な試料ガスを採取できる場合は 1 回以上、採取して分析するのが望ましい。

なお、水分量の多い試料においては、凝縮液トラップで水と共に凝縮したり、試料採取容器や捕集バッグから取り出せない物質もあるため、このような物質は分析の対象としない。第 2 編第 4 章を参考にするとよい。

3.27.2.2 捕集バッグ法及び真空瓶捕集法

(1) 器具及び装置 試料ガスの捕集容器として、次のものがある。

なお、紫外線により試料ガスが分解する場合は、捕集の際は遮光しながら採取を行い、捕集後も遮光することが望ましい。

- a) 捕集バッグ 捕集バッグには、ふっ素樹脂製、ポリプロピレン製、ポリエステル製などガスの透過性の小さいガス採取用のもので、内容積 1 L 以上の袋を用いる。捕集バッグは、使用前に破れなどによる漏れがないことを確認する。

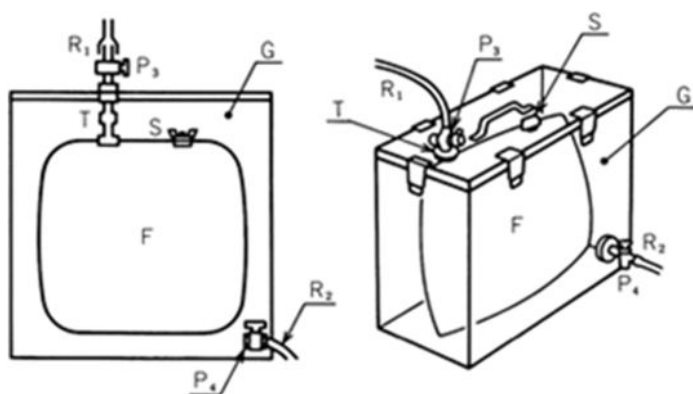
1市販品には、テドラーバッグなどがある。

2捕集バッグにより採取した試料ガスは、保存性が良くないことから、24 時間以内に分析することが望ましい。

3捕集バッグは、測定対象物質によって吸着による影響を考慮して、材質及び容積

を選ぶこと。

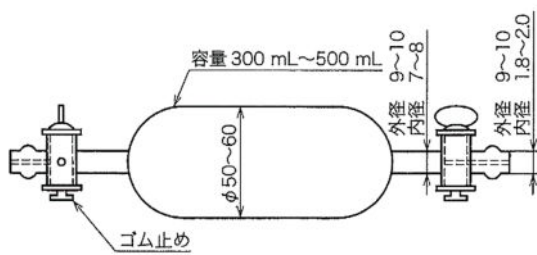
- b) 吸引用気密容器 吸引用気密容器は、図1に例示するように、捕集バッグを入れた状態で試料ガスを採取できる大きさで、かつ、採取状況が確認できる構造をもち、更に気密にできるものを用いる。容器には、試料ガス採取用の導管(R₁)を接続できるコック(P₃)及び容器内を排気するための導管(R₂)を接続できるコック(P₄)を備える。



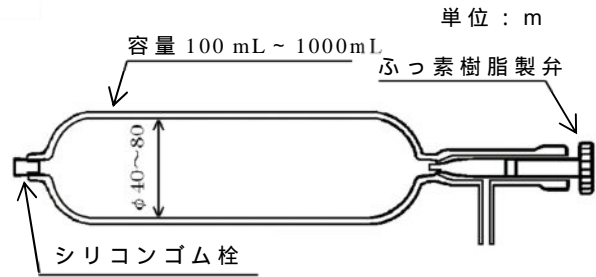
- F: 捕集バッグ
G: 吸引用気密容器(透明合成樹脂製)
R₁, R₂: 導管
S: シリコンゴムパッキン付き栓
T: スリーブ
P₃: 試料ガス導入コック(ふっ素樹脂製)
P₄: 気密容器吸引用コック

図1 捕集バッグ及び吸引用気密容器の例

- c) 捕集瓶 図2に例示するステンレス鋼製又はガラス製で、容量は100 mL~1000 mLのもの。捕集瓶に、その容量の10倍以上の試料ガスを通過させた後に採取するか、又はステンレス鋼製及びガラス製の捕集瓶をあらかじめ真空ポンプを用いて真空にしておき、これに試料ガスを導入する。このとき、試料ガス採取管内は、使用前に試料ガスで十分に置換しておく。



流通採取形捕集瓶



ガラス製真空捕集瓶



1000mL 型寸法例 単位：mm

ステンレス鋼製真空捕集瓶

図2 捕集瓶の例

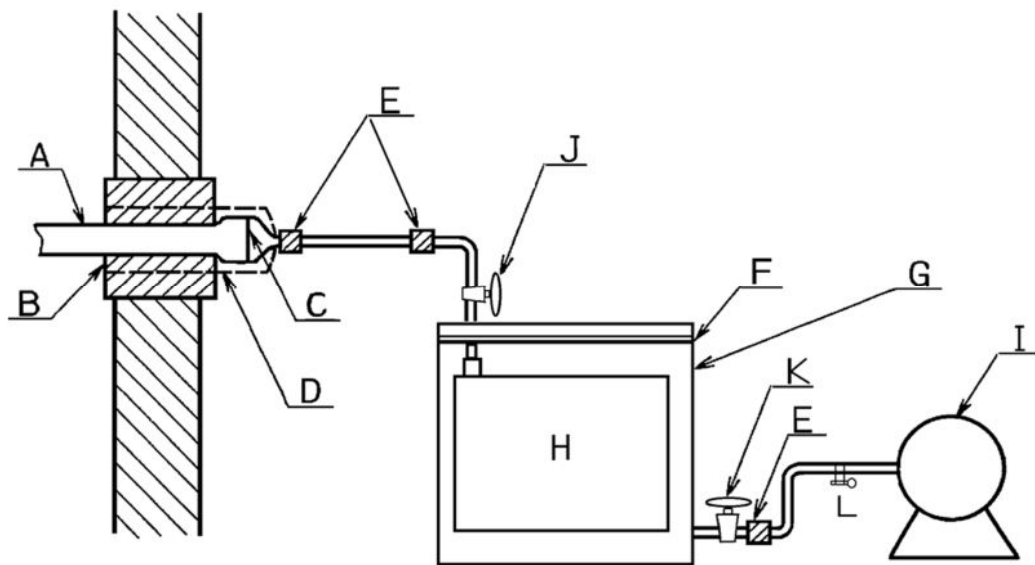
(2) 試料ガス採取装置 試料ガス採取装置は、図3及び図4に例示する構成で、次の条件を満足しなければならない。

- 1) 試料ガス採取管(A)には、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、石英ガラス、四ふっ化エチレン樹脂製などを用いる。
- 2) 試料ガス中にダストなどが混入することを防ぐため、試料ガス採取管の先端又は適当な位置に適切なる過材を試料ガスの通気を妨げない程度に詰める。
適切なる過材には、排ガス中の成分と化学反応を起こさない材質で、例えば、シリカウール、無アルカリガラスウールなどがある。
- 3) 試料ガス中の水分が凝縮することを防ぐ必要がある場合は、試料ガス採取管は、ヒーターなど加熱できる構造を備える。配管はできるだけ短くし、配管中に水分

が凝縮して測定値に影響するおそれがある場合には、試料ガス採取管(A)から試料ガス導入用コック(ふっ素樹脂製コック)(J)までの間を必要に応じて120間程度に加熱する。水分が多い場合は、導管の途中に凝縮液トラップを設ける。この場合、凝縮液中に試料ガスがバブリングしないように、トラップは容量の大きいものを用い、トラップ内を試料ガスで置換するためにバイパス管を設ける。

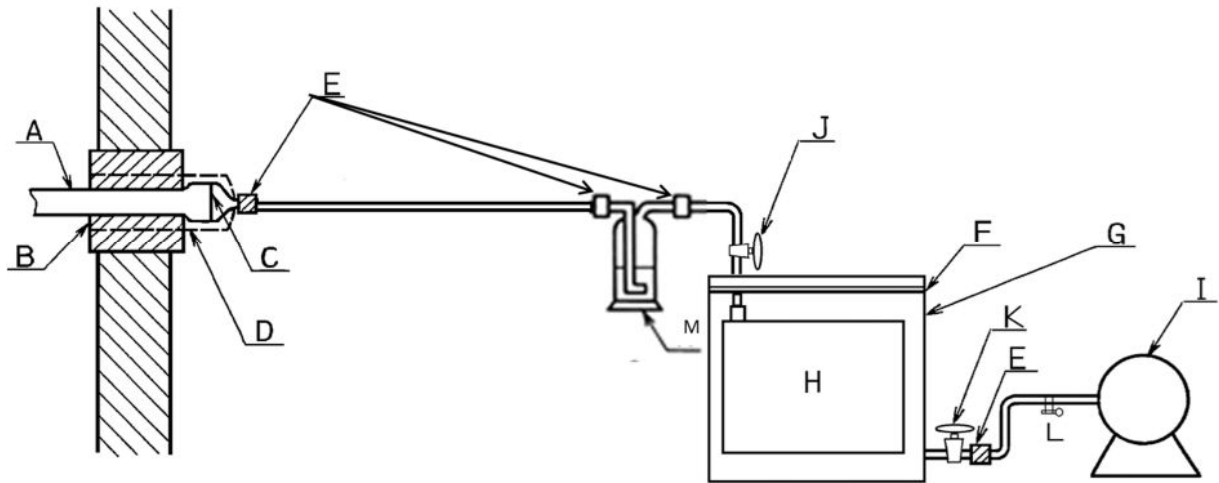
なお、加熱構造の接続部分には、すり合わせ継ぎ手管、シリコンゴム管又は四ふっ化エチレン樹脂管などを用いる。

4) 組立ては、装置各部の接続に漏れがあってはならない。



- | | | |
|-------------|--------------------------|-------------------------------|
| A : 試料ガス採取管 | E : シリコンゴム管 | I : 吸引ポンプ |
| B : 保温材 | F : ゴムパッキン | J : 試料ガス導入用コック
(ふっ素樹脂製コック) |
| C : ろ過材 | G : 吸引用気密容器
(透明合成樹脂製) | K : 気密容器吸引用コック |
| D : ヒーター | H : 捕集バッグ | L : スクリューコック |

図3 試料ガス採取装置(捕集バッグ法・凝縮液トラップ無し)の例



- | | | |
|-----------|-----------------------------|--------------|
| A：試料ガス採取管 | F：ゴムパッキン | K：気密容器吸引用コック |
| B：保温材 | G：吸引用気密容器
(透明合成樹脂製) | L：スクリーコック |
| C：ろ過材 | H：捕集バッグ | M：凝集液トラップ |
| D：ヒーター | I：吸引ポンプ | |
| E：シリコンゴム管 | J：試料ガス導入用コック
(ふっ素樹脂製コック) | |

図4 試料ガス採取装置（捕集バッグ法・凝縮液トラップ有り）の例

- (3) 採取操作 試料ガス採取装置は、図3及び図4に例示する構成で、次の条件を満足しなければならない。
- 捕集バッグ（H）と吸引ポンプ（I）とを接続し、捕集バッグ（H）内を脱気した後に、シリコンゴム栓をする。
 - 試料ガス採取管（A）からコック（J）までの導管を図3に示すように捕集バッグを接続する。接続後、採取管内及び導管内を試料ガスに置換し、コック（J）を閉じる。
 - 捕集バッグ（H）を吸引用気密容器（G）に入れた後に、蓋をして吸引用気密容器を密閉する。吸引ポンプ（I）を図3のようにつなぎ替えてコック（J及びK）を開き、吸引ポンプ（I）を作動させながら吸引用気密容器内を減圧にして捕集バッグ（H）に試料ガスを採取する。
 - コック（J）を閉じてから、吸引ポンプ（I）を止める。捕集バッグ（H）を吸引用気密容器（G）から取り出し、シリコンゴム栓をしておく。

3.27.2.3 固体吸着 - 加熱脱着法

この方法は、固体吸着・加熱脱着法を試料処理・分析法として利用する場合に適用する。試料採取時に反応及び分解したり、加熱することによって対象成分の分解のおそれがある場合は、適用しない。

(1) 試薬及び材料 捕集剤は、捕集管に適量を詰め、20℃において、測定対象物質に対して想定される試料量の2倍量程度を捕集しても、測定対象物質が流出せず、かつ、加熱して脱離したときに、測定対象物質の回収率が90%以上のものを用いる。

(2) 器具及び装置

- a) 捕集管 捕集管は、図5の上段に示す内径3mm～6mm長さ100mm程度のガラス製又はステンレス鋼製で両端が密閉できる構造のもので、内部をアセトンで洗浄し、更に乾燥後、捕集剤約0.4gを詰めて、両端をシリカウールで塞ぐ。純度99.999%以上で全有機炭素含有量0.1ppm以下の高純度窒素を用いて捕集管中の空気を十分に置換した後、高純度窒素を流しながら適切な温度(吸着剤の最高使用温度より25℃以上低い温度)で2時間以上空焼き洗浄し、両端を密封しておく。捕集管は、できるだけ使用直前に準備する。

図5の下段に示すガラス製のもので一端にステンレス鋼注射針を取り付けて使用する場合は、内部をアセトンで洗浄し、乾燥後、捕集剤(多孔性ポリマービーズ)約0.6gを詰め、これを窒素気流中で230℃に2時間以上加熱し、分析上の妨害となる不純物を除去しておく。

なお、保存時には両端にシリコンゴム栓を必ず施し、密封しておくこと。注射針を装着した場合には、装着部分の気密を保つため、ふっ素樹脂系のテープを巻いておく。洗浄した捕集管は、測定対象物質のブランク値(排出ガス濃度への換算値)を確認する。また、市販品も使用できる。

- 1 洗浄した捕集管のブランク値が定量下限値を超えていた場合には、一連の洗浄を行った捕集管の洗浄をやり直し、空試験値が定量下限値以下になったことを確認した後、使用する。
- 2 製造業者が推奨する市販品がある場合は、これらを使用してもよい。

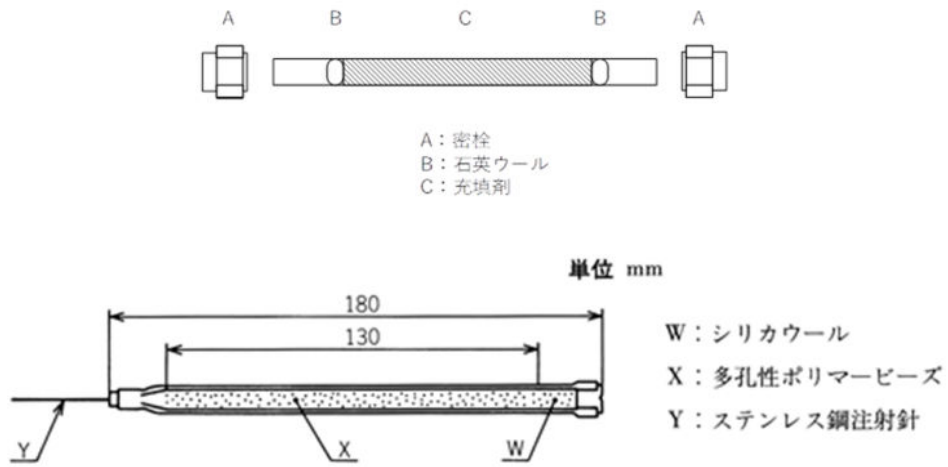
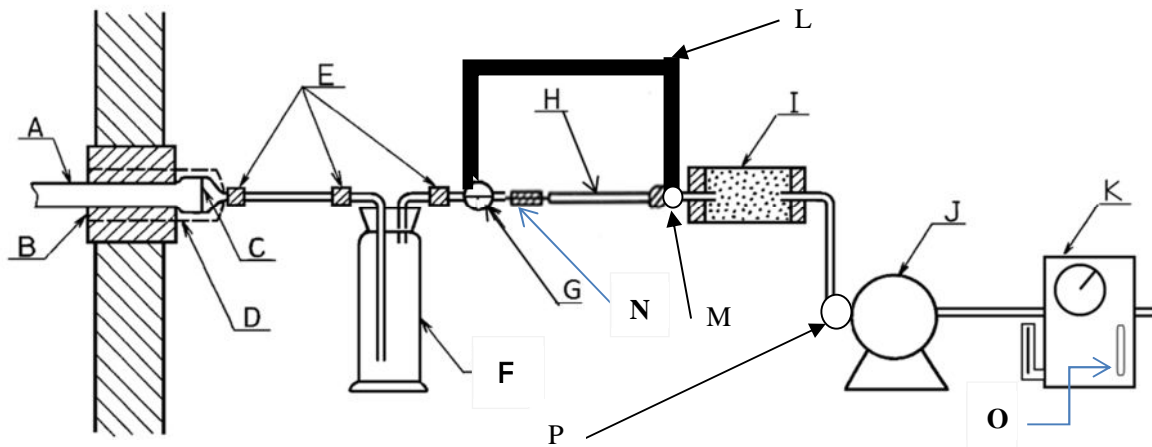


図5 固体吸着 加熱脱着法で用いる捕集管の例

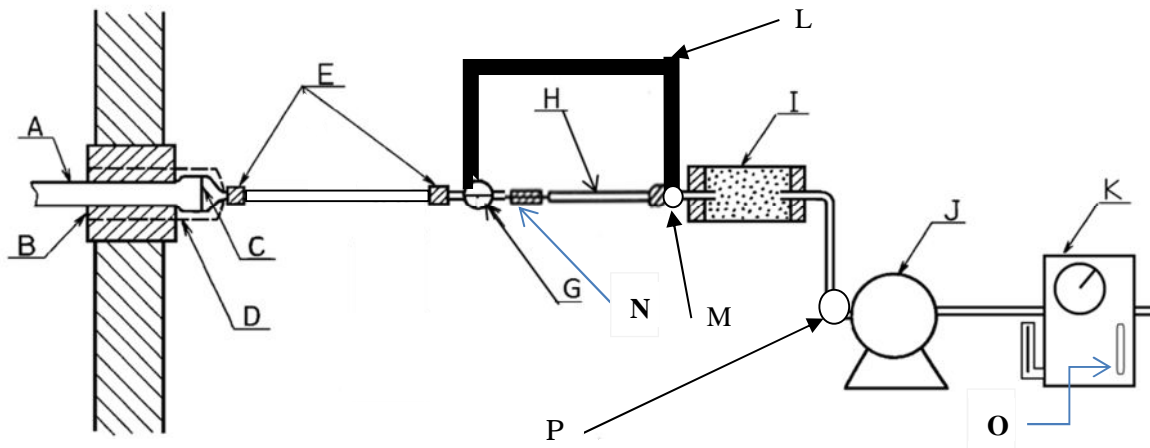
a) 試料ガス採取装置

試料ガス採取装置は、図6及び図7に例示する構成とする。また、これらの装置は、3.27.2.2(2)1)～4)に記載する条件を満足していなければならない。



- | | | |
|------------|---------------------|-----------|
| A: 試料ガス採取管 | F: 凝縮液トラップ | K: ガスメーター |
| B: 保温材 | G, M: 流路切替
三方コック | L: バイパス管 |
| C: ろ過材 | H: 捕集管 | N: 吸湿管 |
| D: ヒーター | I: 乾燥剤 | O: 温度計 |
| E: シリコンゴム管 | J: 吸引ポンプ | P: バルブ |

図6 試料ガス採取装置（固体吸着法・凝縮液トラップ有り）の例



- | | | |
|-----------|--------------------|---------|
| A：試料ガス採取管 | G, M：流路切替
三方コック | L：バイパス管 |
| B：保温材 | H：捕集管 | N：吸湿管 |
| C：ろ過材 | I：乾燥剤 | O：温度計 |
| D：ヒーター | J：吸引ポンプ | P：バルブ |
| E：シリコンゴム管 | K：ガスメーター | |

図7 試料ガス採取装置（固体吸着法・凝縮液トラップ無し）の例

(3) 採取操作

試料ガスの採取操作は、次による。ここに示す装置の記号は、図6による。

- a) 試料ガス採取管（A）からバイパス管（L）までの導管に、吸引ポンプ（J）と接続した乾燥剤（I）を接続する。水分除去を目的として、必要に応じて凝縮液トラップ（F）を設けてもよい。
- b) 捕集管（H）を、コック（G）とコック（M）との間に取り付ける。必要に応じて吸湿管（N）を設けてもよい。
- c) 試料ガス採取管（A）からバイパス管（L）までの採取管内を試料ガスで置換し、吸引ポンプ（J）のバルブ（P）を閉じる。
- d) コック（M）を切り替えて、捕集管（H）と吸引ポンプ（J）をつなぎ、ガスメーター（K）の目盛りを読みとる。
- e) コック（G）及び吸引ポンプ（J）のバルブを調節しながら開き、試料ガスを測定対象物質の濃度に応じた吸引量で試料ガスを吸引する。
- f) ガスメーター（K）の温度計（O）の温度を測定する。また、大気圧を測定する。
- g) 採取が終わったら吸引を止め、コック（G）とコック（M）を閉じる。
- h) ガスメーター（K）の目盛りを読みとり、捕集管（H）を試料ガス採取装置から

外す。

水分が多い場合は、回収率が非常に低くなるため、捕集管の前段に凝縮液トラップを設けるとよい。また、水分が多少認められる場合は、測定対象物質への影響の有無を確認した上で、必要に応じて、炭酸カリウム、硫酸カリウム、又は硫酸マグネシウムなどの除湿剤を使用する。除湿剤はガラス管(内径 20 mm 程度、長さ 100 mm 程度)に適量に充填し、両端をシリカウールでふさぎ排ガスを通してから採取する。

一度捕集バッグに採取した試料ガスを捕集管に通してもよい。この場合には、3.27.2.3 (3) の操作に準じて行う。

(4) 試料ガス採取量

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

a) 乾きガス量を求める場合

$$V_{SD} = V_a \times \frac{273.15}{273.15 + t} \times \frac{P_a - P_v}{101.32}$$

b) 湿りガス量を求める場合

$$V_{SW} = V_a \times \frac{273.15}{273.15 + t} \times \frac{P_a - P_v}{101.32} + 22.41 \times c$$

ここに、 V_{SD} ：乾きガス量 (mL)

V_{SW} ：湿りガス量 (mL)

V_a ：ガスメーターの読み取り値より算出したガス量 (mL)

t ：ガスメーターにおける温度 (°C)

P_a ：大気圧 (kPa)

P_v ： t における飽和水蒸気圧 (kPa)

c ：JIS Z 8808 の箇条 7 (排ガス中の水分量の測定) によって求めた水分の量 (mmol)

273.15：0℃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 1 mmol の体積 (mL)

1 乾式メーターを用いる場合は、式中の P_v は 0 (kPa) とする。

2 排ガス中の水分量は、無視しても差し支えない場合が多い。

3.27.2.4 固体吸着 - 溶媒抽出法

この方法は、固体吸着・溶媒抽出法を試料処理及び分析法として、利用する場合に適用する。この方法は、試料採取時に対象成分が反応・分解する恐れがある場合には適用しない。

(1) 試薬及び材料 捕集剤は、捕集管に適量を詰め、20℃において、測定対象成分において想定される試料量の2倍量程度を捕集しても、測定対象成分が流出せず、かつ、溶媒で脱着したときに、測定対象成分の回収率が90%以上のものを用いる。

また、固体吸着・溶媒抽出法の測定には、次の試薬から選択して用いる。

- a) 二硫化炭素 JIS K 8732 に規定するもの。
- b) アセトン JIS K 8034 に規定するもの。
- c) エタノール JIS K 8101 に規定するもの。
- d) メタノール JIS K 8891 に規定するもの。
- e) ジクロロメタン JIS K 8161 に規定するもの。
- f) N,N-ジメチルホルムアミド JIS K 8500 に規定するもの。
- g) ジメチルスルホキシド JIS K 9702 に規定するもの。
- h) 酢酸ブチル JIS K 8377 に規定するもの。
- i) 酢酸エチル JIS K 8361 に規定するもの。
- j) 酢酸メチル JIS K 8382 に規定するもの。

(2) 器具及び装置 本法に用いる器具及び装置は、次のとおりである。

- a) 捕集管 捕集管は、図8に示す内径3mm～6mm長さ100mm程度のガラス製又はステンレス鋼製で両端が密閉できる構造のもので、内部をアセトンで洗浄し、更に乾燥後、捕集剤約0.1g～0.4gを詰めて、両端をシリカウールで塞ぐ。純度99.999%以上で全有機炭素含有量0.1ppm以下の高純度窒素を用いて捕集管中の空気を十分に置換した後、高純度窒素を流しながら適切な温度(活性炭は300℃)で2時間以上空焼き洗浄し、両端を密封しておく。捕集管は、できるだけ使用直前に準備する。

洗浄した捕集管は、測定対象物質のブランク値(排出ガス濃度への換算値)を確認する。

また、市販品も使用できる。

- 1 洗浄した捕集管のブランク値が定量下限値を越えていた場合には、捕集管の洗浄をやり直し、ブランク値が定量下限以下になったことを確認後、使用する。
- 2 洗浄済み市販品がある場合は、これを使用して良い。

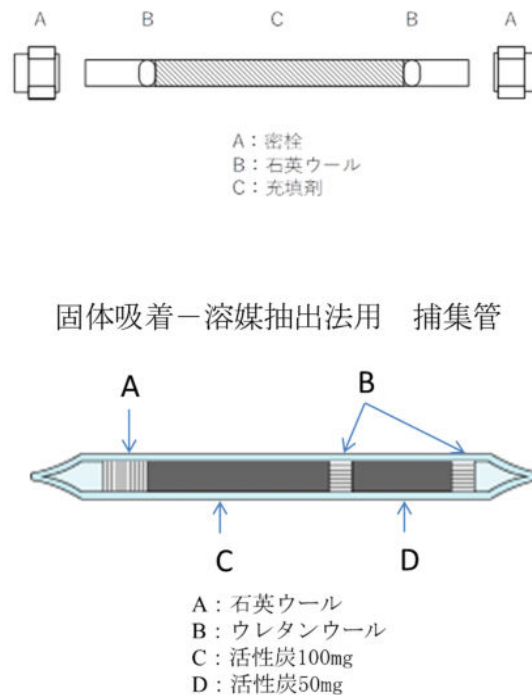


図8 固体吸着 溶媒抽出法で用いる捕集管の例

b) 試料ガス採取装置 試料ガス採取装置は、3.27.2.3 (2) の b)に規定する装置を用いる。ただし、図6又は図7の捕集管は2本を直列に接続して用いる。

捕集管は、対象成分以外の影響による破過を確認するために、捕集管を2本接続して使用するが、捕集管内が2層になっている場合は、1本の捕集管を使用して、捕集後に各層をそれぞれ個別に抽出瓶に取り出して抽出操作を実施する。

(3) 採取操作

試料ガスの採取方法は、3.27.2.3 (3) に規定する方法を用いる。

(4) 試料ガス採取量

試料ガス採取量の計算は、3.27.2.3 (4) に規定する方法を用いる。

3.27.3 定量方法

3.27.3.1 ガスクロマトグラフィー質量分析法 (GC/MS)

この方法は、VOCに関する同時定量法（又は個別定量法）として適用する。

表2に適用可能なVOC及び各物質のケミカルアブストラクト登録番号(CAS番号)、並びに定量イオン及び確認イオンの例を示す。

定量する測定対象物質（分析種）は、全イオン電流クロマトグラム（TICC）上で完

全分離が望ましいが、完全分離が難しい場合、定量イオンのクロマトグラムにおいて分離できていることが確認できれば定量してよい。

測定対象物質の代表的な質量スペクトルは、米国商務省国立標準技術研究所(NIST)の質量スペクトルデータベースを閲覧することができる。

表2 対象 VOC の例

測定対象物質 ^{a)}	CAS 番号	相対分子 質量	定量イオン (<i>m/z</i>)	確認イオン (<i>m/z</i>)
アクリル酸エチル	140-88-5	100.1	(55)**	(56)**
アクリル酸メチル	96-33-3	86.1	55	58
アクリロニトリル	107-13-1	53.1	52	53
アセトニトリル	75-05-8	41.05	41	40
アセトン	67-64-1	58.08	43	58
イソオクタン	540-84-1	114.23	57	56
イソブタノール(2-メチル-1-プロパノール)	78-83-1	74.12	43	74
イソプレン	78-79-5	68.1	67	68
p-イソプロピルトルエン	99-87-6	134.22	119	134
イソプロピルベンゼン	98-83-9	118.2	118	117, 57
ウンデカン(n-ウンデカン)	1120-21-4	156.31	57	71
エタノール	64-17-5	46.069	45	46
2-エチルトルエン	611-14-3	120.19	105	120
3-エチルトルエン	620-14-4	120.19	105	120
4-エチルトルエン	622-96-8	120.19	105	120
エチルベンゼン	100-41-4	106.2	91	106
エピクロロヒドリン	106-89-8	92.5	49	62
塩化メチル	74-87-3	50.5	50	52
塩化ビニル	75-01-4	62.5	62	64
塩化アリル(別名 3-クロロプロペン)	107-05-1	76.5	76	78
塩化ベンジル	100-44-7	126.6	91	126
n-オクタン	111-65-9	114.23	43	57
m-,p-キシレン	108-38-3(m-) 106-42-3(p-)	106.2	91	106

o-キシレン	95-47-6	106.2	91	106
クメン(イソプロピルベンゼン)	98-82-8	120.19	105	120
1-クロロ-1,1-ジフルオロエタン (別名 HCFC142b)	75-68-3	100.5	65	(85)*
3-クロロ-1,2-ジブロモプロパン	96-12-8	236.33	157	155
2-クロロ-1,3-ブタジエン (2-クロロブタジエン)	126-99-8	88.54	53	88
3-クロロ-2-メチル-1-プロペン	563-47-3	90.5	90	92
2-クロロエタノール	107-07-3	80.52	31	44
クロロエタン	75-00-3	64.5	64	66
クロロジフルオロメタン (別名 HCFC22)	75-45-6	86.47	51	67
クロロジブロモメタン	124-48-1	208.3	129	127
2-クロロトルエン	95-49-8	126.58	91	126
4-クロロトルエン (p-クロロトルエン)	106-43-4	126.58	91	126
クロロベンゼン	108-90-7	112.6	112	77
クロロホルム	67-66-3	119.4	83	85
酢酸エチル	141-78-6	88.1	70	43
酢酸ビニル	108-05-4	86.1	43	86
酢酸ブチル	123-86-4	116.16	43	56
ジエチルエーテル (エチルエーテル)	60-29-7	74.12	31	59
四塩化炭素	56-23-5	153.8	117	119
1,4-ジオキサン	123-91-1	88.1	88	58
2,2-ジクロロ-1,1,1-トリフルオ ロエタン(別名 HCFC123)	306-83-2	152.93	85	133
1,2-ジクロロ-1,1,2,2-テトラフ ルオロエタン(別名 CFC114)	76-14-2	170.92	85	135
1,3-ジクロロ-1,2,2,3,3 ペンタ フルオロプロパン (別名 HCFC225cb)	507-55-1	202.94	167	100
1,1-ジクロロ-1-フルオロエタン (別名 HCFC141b)	1717-00-6	116.9	81	61

1,1-ジクロロ-2,2,3,3,3 ペンタフルオロプロパン (別名 HCFC225ca)	422-56-0	202.94	83	85
cis-1,4-ジクロロ-2-ブテン	1476-11-5	124.99	75	53
1,1-ジクロロエタン	75-34-3	99.0	63	65
1,2-ジクロロエタン	107-06-2	99.0	62	64
trans-1,2-ジクロロエチレン	156-60-5	96.94	61	96
1,1-ジクロロエチレン	75-35-4	96.9	61	96
1,2-ジクロロエチレン	540-59-0	96.9	96	98
ジクロロジフルオロメタン (別名 CFC12)	75-71-8	120.91	85	87
1,3-ジクロロプロパン	142-28-9	112.98	76	78
2,2-ジクロロプロパン	594-20-7	112.98	77	78
1,2-ジクロロプロパン	78-87-5	113.0	63	62
1,1-ジクロロプロピレン	563-58-6	110.97	75	110
cis-1,3-ジクロロプロペン	10061-01-5	110.97	75	77
trans-1,3-ジクロロプロペン	10061-02-6	111.0	75	77
ジクロロプロモメタン	75-27-4	163.8	83	85
p-ジクロロベンゼン	106-46-7	147.0	146	148
o-ジクロロベンゼン	95-50-1	147.0	146	148
1,3-ジクロロベンゼン (m-ジクロロベンゼン)	541-73-1	147.004	146	148
ジクロロメタン	75-09-2	84.9	84	86
1,2-ジブromoエタン	106-93-4	187.86	107	109
ジブromoクロロメタン	124-48-1	208.28	129	127
ジブromoメタン	74-95-3	173.84	93	95
2,4-ジメチルペンタン	108-08-7	100.21	43	57
スチレン	100-42-5	104.1	104	103
デカナール	112-31-2	156.27	43	57
デカン(n-デカン)	124-18-5	142.3	57	71,81
1,1,1,2-テトラクロロエタン	630-20-6	167.85	131	133
1,1,2,2-テトラクロロエタン	79-34-5	167.8	83	85
テトラクロロエチレン	127-18-4	165.8	166	129,164
テトラデカン	629-59-4	198.39	57	43

テトラヒドロフラン	109-99-9	72.11	42	72
1,2,4,5-テトラメチルベンゼン	95-93-2	134.22	119	134
ドデカン	112-40-3	170.33	57	43
1,1,1-トリクロロエタン	71-55-6	133.4	97	99
1,1,2-トリクロロエタン	79-00-5	133.4	97	83
トリクロロエチレン	79-01-6	131.4	130	95,132
トリクロロトリフルオロエタン (別名 CFC113)	26523-64-8	187.38	151	153
トリクロロフルオロメタン (別名 CFC11)	75-69-4	137.4	101	103
1,2,3-トリクロロプロパン	96-18-4	147.4	75	110
1,2,3-トリクロロベンゼン	87-61-6	181.5	180	1182
1,2,4-トリクロロベンゼン	120-82-1	181.4	180	182
トリデカン	629-50-5	184.36	57	43
1,2,3-トリメチルベンゼン	526-73-8	120.19	105	120
1,2,4-トリメチルベンゼン	95-63-6	120.2	105	120
1,3,5-トリメチルベンゼン	108-67-8	120.2	105	120
トルエン	108-88-3	92.1	91	92
ナフタレン	91-20-3	128.18	128	127
二臭化エチレン	106-93-4	187.9	107	109
2-ニトロプロパン	79-46-9	89.09	43	41
ニトロベンゼン	98-95-3	123.06	77	123
二硫化炭素	75-15-0	76.2	76	78
ノナナール	124-19-6	142.24	57	41
ノナン(n-ノナン)	111-84-2	128.26	43	57
4-ビニル-1-シクロヘキセン	100-40-3	108.2	54	79
-ピネン	80-56-8	136.23	93	91
-ピネン	127-91-3	136.23	93	69
1,3-ブタジエン	106-99-0	54.1	54	53
n-ブタノール	71-36-3	74.12	56	55
n-ブチルベンゼン	104-51-8	134.22	91	92
tert-ブチルベンゼン	98-06-6	134.22	119	91
sec-ブチルベンゼン (2-フェニルブタン)	135-98-8	134.22	105	134

1-プロパノール	71-23-8	60.10	31	29
2-プロパノール	67-63-0	60.10	45	43
プロピオニトリル	107-12-0	55.08	54	55
n-プロピルベンゼン	103-65-1	120.19	91	120
ブロモクロロメタン	74-97-5	129.38	49	128
ブロモジクロロエタン	75-27-4	163.83	83	85
1-ブロモプロパン	106-94-5	123.0	122	124
2-ブロモプロパン	75-26-3	123.0	122	124
ブロモベンゼン	108-86-1	157.01	77	156
ブロモホルム	75-25-2	252.7	173	171
ブロモメタン(別名臭化メチル)	74-83-9	94.9	94	96
ヘキサクロロブタジエン(ヘキサクロロ 1,3-ブタジエン)	87-68-3	260.76	225	227
ヘキサデカン	544-76-3	226.44	57	43
n-ヘキサン	110-54-3	86.2	57	86
n-ヘプタン	142-82-5	100.2	43	100
ベンゼン	71-43-2	78.1	78	52,77
ペンタクロロエタン	76-01-7	202.294	167	117
ペンタデカン	629-62-9	212.41	57	43
メタアクリロニトリル	126-98-7	67.09	41	67
メタクリル酸エチル	97-63-2	114.14	69	99
メタクリル酸メチル	80-62-6	100.1	69	100
メタノール	67-56-1	32.04	31	32
メチルイソブチルケトン	108-10-1	100.16	43	85
メチルエチルケトン	78-93-3	72.11	43	72
ヨードメタン(ヨウ化メチル)	74-88-4	141.94	142	127
リモネン	ラセミ体 : 138-86-3	136.23	68	93
塩化ビニル-d3(C ₂ CLD ₃) ^{b)}	6745-35-3	65.5	65	67
1,4-ジオキサン-d8(C ₄ D ₈ O ₂) ^{b)}	17647-74-4	96.15	96	64
クロロベンゼン-d5 ^{b)}	108-90-7	117.6	117	82
トルエン-d8(C ₇ D ₈) ^{b)}	2037-26-5	102.1	98	100

フルオロベンゼン (C ₆ H ₅ F) ^{b)}	462-06-6	96.1	96	70
4-ブロモフルオロベンゼン (BrC ₆ H ₄ F) ^{b)}	460-00-4	175	174	95,176
ベンゼン-d ₆ ^{b)}	71-43-2	84.1	84	58,83
<p>a) 測定対象物質の適用確認する場合は, Annex B による。検出下限値及び定量下限値, 試料の濃度範囲と定量可能範囲(検量線)との対応性を確認する場合は, Annex C による。測定対象物質に対する妨害物質, 再現性, 破過容量の測定, 固体吸着法による回収率の測定並びに保存性を確認する場合は, Annex G, Annex H 及び Annex I を参照する。</p> <p>b) 代表的な内標準物質を示す。</p>				

(1) 試薬及び試薬溶液の調製

試薬及びガス類は, 次による。

a) 試薬及びガス

- 1) 校正に用いる試薬 液体又は固体のものは, 該当する日本産業規格がある場合には, その種類の最上級又は適切な品質のものを用いる。ただし, 該当する日本産業規格がない場合には, 分析に支障のない品質のものを用いる。入手できない場合は, 純度 98% 以上の JIS K 8001 により試験された特級試薬, 又はこれと同等の試薬を使用する。測定対象物質が多数ある場合は, 市販の混合溶液又は多成分混合標準液を用いてもよい。
- 2) 希釈に用いる試薬 希釈に用いる試薬(溶媒)は, 測定対象物質の定量に支障がある物質が含まれていない事を確認して用いる。確認できない場合は, 空試験(試料を含まない状態で, 試薬のみで分析する)を行う。
- 3) 校正に用いるガス 校正に用いるガスは, 該当する日本工業規格がある場合には, その種類の最上級又は適切な品質のものを用いるほか, JIS K 0055 により調製したガスを用いる。入手できない場合は, 市販のガス又は混合標準ガスを使用してもよい。
- 4) 希釈に用いるガス 希釈に用いる空気及び窒素は, 3.27.3.1(1)a)の 6)及び 7)に示すものを用いる。また, 希釈に用いるガスは, 測定対象物質の定量に支障がある物質を含まない事を確認して用いる。確認できない場合は, 空試験を行う。
- 5) 内標準物質 内標準物質は, 分析種と類似している物質を選ぶ。一定量添加する時期は, できるだけ早い段階で添加する方が定量値の精確さが向上する。代表的な例を, 表 2 の末尾に示す。
- 6) 空気 空気は, 乾燥した清浄なもので, 測定対象物質を含まないものを用いる。

7) 窒素 窒素は、JIS K 1107 に規定する 1 級又は 2 級のもので、測定対象物質を含まないものを用いる。

b) 試薬溶液などの調製

試薬溶液などの調製は、次に従って行う。

- 1) 検量線用標準液及び内標準液 検量線用標準液は、3.27.1 (1) a) 1)及び 3.27.1 (1) a) 5)に示す液、又はそれを一定濃度に薄めた液を用いる。
- 2) 検量線用標準ガス及び内標準ガス 検量線用標準ガスは、あらかじめ内部を空気又は窒素で洗浄及び置換しておいた 3.27.3.1 (2) a)の捕集瓶に、3.27.1 (1) a) 2)の標準ガス又は 3.27.1 (1) a) 3)の混合標準ガスを注入し、更に 3.27.1 (1) a) 5)の内標準ガスの質量又は体積を正確に量り取り、注入する。

(2) 器具及び装置

器具及び装置は、次のとおり。

- a) 捕集瓶 捕集瓶は、3.27.2.2 の c)に同じ。
- b) シリンジ シリンジは、液体用の全量 1 μ L、5 μ L、10 μ L 又は 50 μ L 及び気体用の全量 1 mL 又は 5 mL のものを用いる。
- c) 気体試料導入装置 気体試料導入装置には、容量 0.1 mL ~ 5 mL の試料計量管を取り付け可能で、その容量及び導入装置が、分析対象物質の濃度、検出器の感度及び用いるカラムに応じた適切なものを選択する。試料ガスをガスクロマトグラフに導入するときは、試料ガスの温度及び圧力を一定にしてから導入する。図 9 に気体試料導入装置の例を示す。これは試料出入及びキャリアーガス出入流路、及び試料計量管を接続した 6 方コックである。気体試料導入部は、試料計量管、試料流路及びキャリアーガス流路の切替可能なバルブから構成される。

続いて、キャピラリーカラム用試料導入部には、スプリット注入又は全量注入が可能な導入部を選ぶ。一般的には、スプリット注入法の方がピークはシャープになり、分離が良くなる。スプリット注入法を選ぶ場合は、図 9 の 4 と記載された接続口はスプリット注入法が可能な注入口と接続する。一方、全量導入法を選ぶ場合は、カラム又は全量導入が可能な注入口と接続する。

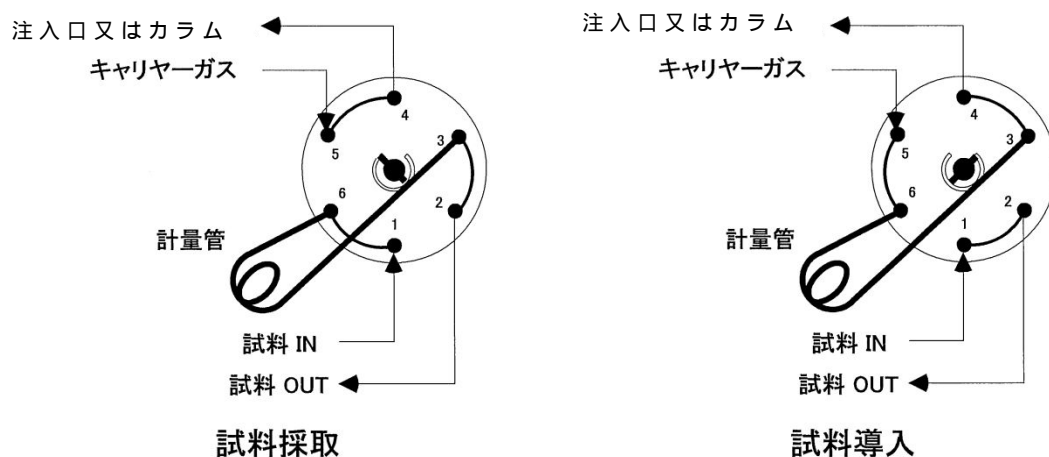


図9 気体試料導入装置の例

- d) 加熱脱着装置及びガス自動濃縮導入装置 加熱脱着装置及びガス自動濃縮導入装置は、捕集管に捕集した測定対象物質を、ガスクロマトグラフへ導入するための装置で、図10及び図11にその模式図を示す。

試料捕集管に捕集された測定対象物質は、捕集管にVOCを含まない不活性ガスを流しながら加熱することで、脱着され、ガスクロマトグラフへ導入される。

トラップ管（低温凝縮槽）は、揮発性の高い物質のピーク形状を改善するために設置するが、対象物質や注入方法により、省略できる場合もある。

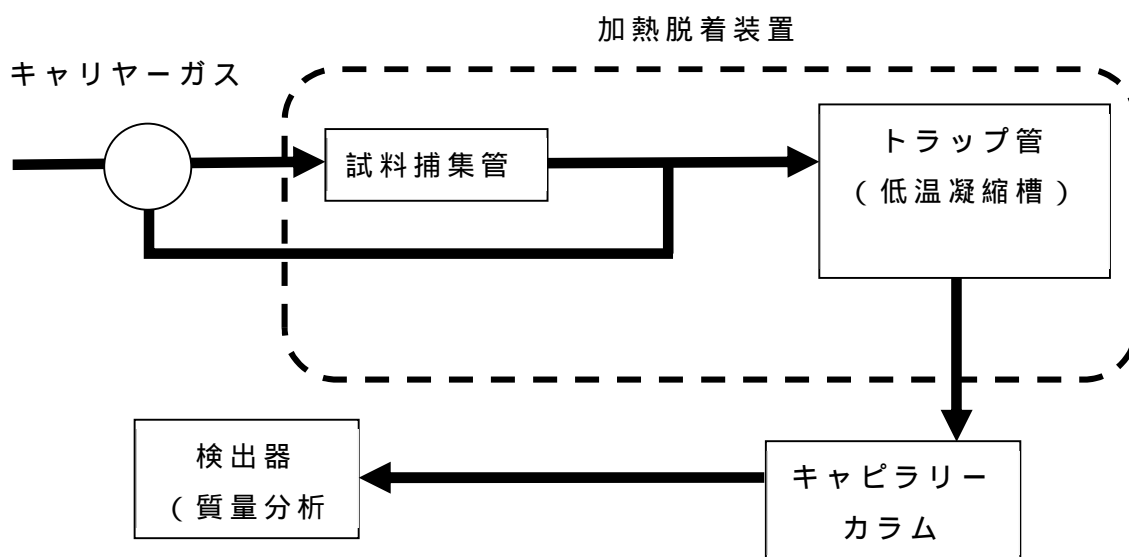


図10 加熱脱着装置による試料導入の模式図

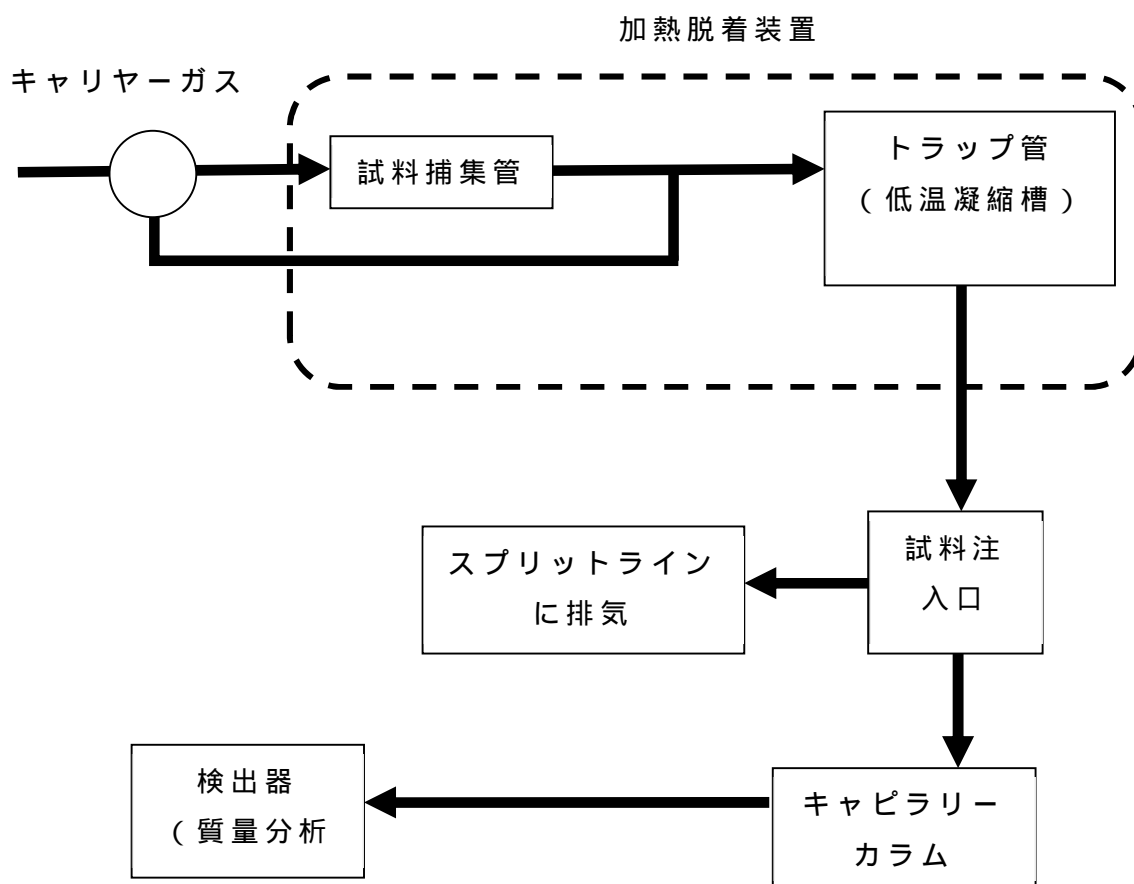


図 11 加熱脱着装置による試料導入（スプリット有り）の模式図

e) ガスクロマトグラフ質量分析計

ガスクロマトグラフ質量分析計は、次のとおり。

1) ガスクロマトグラフ ガスクロマトグラフ質量分析計は、各機器の温度及びガス流量を最適な条件に設定する。用いるカラムの種類及び機器によって最適条件が異なる場合があるため、各機器の操作手引書を参考に最適化する。各条件の例を、次に示す。

1.1) キャピラリーカラム用管 内径 0.1 mm ~ 0.53 mm で、長さ約 15 m ~ 100 m の溶融シリカ製、硬質ガラス製又は内面を不活性化処理したステンレス鋼製のもの。

1.2) キャピラリーカラム キャピラリーカラム用管の内壁に適当な固定相液体²⁾を塗布又は化学結合させたもの及びプロットカラム。対象物質の定量を行うために、十分可能な分離が得られるものを用いる。

1.3) キャリヤーガス 用いるガスは、ヘリウム又は水素とし、純度が 99.999 % (体積分率) 以上のもの。線速度は、20 cm/s ~ 40 cm/s の範囲に調節して用いる。

1.4) カラム槽温度 槽内の温度が、35 ~ 300 の範囲で昇温が可能なもので、昇温速度が 2 で昇温が以上に設定。

- 1.5) インタフェース温度 150 以上に設定。
- 2) 質量分析計 質量分析計は、次による
 - 2.1) イオン化方式 電子イオン化(EI)
 - 2.2) 検出方式 選択イオン検出(SIM)又は全イオン検出(TIM)³⁾が行え、所定の定量範囲に感度が調節できるもの。
 - 2.3) イオン化部温度 150 以上で機器の最適条件に設定する。
 - 2.4) 電子加速電圧 70 V
 - 2) メチルシリコン、フェニルメチルポリシロキサン、ポリエチレングリコール又はシアノプロピルメチルポリシロキサンを塗布したもの、又はこれと同等の分離性能をもつもの。
 - 3) TIMはSIMに比べて感度は劣るが、得られた質量スペクトルから物質の確認はより確実になる。

(3) 定量操作

操作は、次の手順で行う。

- a) ガスクロマトグラフ質量分析計を、測定可能な状態とする。測定を行うために必要な設定例を、次に示す。

なお、SIMで測定した物質の定量イオンと確認イオンのピーク面積(強度)比が検量線作成時に用いた標準物質の該当する濃度付近の定量イオンと確認イオンのピーク面積(強度)比と±測定し以上ずれた時は定量を行わず原因を取り除いてから再度測定を行う。

カラム	固定相:メチルシリコン, 膜厚 0.25 μm ~ 3 μm, 内径 0.25 mm, 長さ 30 m ~ 60 m キャピラリーカラム
	固定相:ポリエチレングリコール, 膜厚 0.25 μm ~ 3 μm, 内径 0.25 mm, 長さ 30 m ~ 60 m キャピラリーカラム など
カラム温度	固定相:メチルシリコン 40 (5分間保持) 10 /min 240
	固定相:ポリエチレングリコール 40 (5分間保持) 10 /min 240
注入口温度	150 ~ 300

キャリアーガス流量 ⁴⁾	ヘリウム 1 mL/min ~ 3 mL/min
試料注入方法	スプリット(スプリット比 1:10 ~ 1:100)
イオン源温度	200 ~ 300
検出法	全イオンモニタリング(TIM)又は選択イオンモニタリング(SIM)

いずれの条件も一例であり,測定対象物質によって条件の検討を必要とする。

4) キャピラリーカラムの内径によって,流量は異なる。

b) 試料を次のいずれかの操作によってガスクロマトグラフに導入し,ガスクロマトグラムを記録する。

1) 捕集バッグ法・捕集瓶法

1.1) TIMの場合は,次のとおり。

1.1.1) 測定用のパラメータを設定する。

1.1.2) 試料ガス 1 mL をガスタイトシリンジ又は気体試料導入装置によりガスクロマトグラフに導入する。

1.1.3) 1.1.1)で設定した条件のスキャンレンジ 30 m/z ~ 300 m/z で測定し,結果を記録する。

1.1.4) 定量イオン及び内標準物質の定量イオンについて,マスクロマトグラム(MC)を作成する。

1.1.5) 上記で得られたMCの各測定対象物質と内標準物質とのピーク面積比から,あらかじめ作成した関係線を用いて,試料中の各測定対象物質の質量(W_a : μ g)を求める。

1.2) SIMの場合は,次のとおり。

1.2.1) 各測定対象物質の定量に用いる m/z を設定する。

1.2.2) 試料ガス 1 mL をガスクロマトグラフに導入する。

1.2.3) 保持値が一致すること及び定量イオンと確認イオンとのピーク強度比が \pm 1以内であることを確認する。

1.2.4) 測定に用いた m/z で得られた各測定対象物質と内標準物質とのピーク面積の比から,あらかじめ作成した関係線を用いて,試料中の各測定対象物質の質量(W_a : μ g)を求める。

1.2.5) SIM スキャンできる場合は,スキャンによるクロマトグラムの確認を行う。

2) 固体吸着・加熱脱着法

2.1) TIMの場合は,次のとおり。

2.1.1) 測定用のパラメータを設定する。

2.1.2) 3.27.2.3によって試料ガスを採取した捕集管を,加熱脱着装置に接続する。

キャリアーガスをカラムに流しベースラインが安定している事を確認した後,

流路切替コックを切り替えて捕集管にキャリアーガスを流す。捕集管を加熱昇温して試料成分をガスクロマトグラフに導入する。必要に応じて試料を一度低温凝縮槽にトラップした後、ガスクロマトグラフに導入する。市販の加熱脱着装置又はガス自動濃縮導入装置を用いる場合は装置の取扱説明に従う。

- 2.1.3) 2.1.1)で設定した条件のスキャンレンジ 30 m/z ~ 300 m/z で測定し、結果を記録する。
 - 2.1.4) 定量イオン及び内標準物質の定量イオンについて、MCを作成する。
 - 2.1.5) 上記で得られた MC 上の各測定対象物質と内標準物質とのピーク面積の比から、あらかじめ作成した関係線を用いて、試料中の各測定対象物質の質量 (W_a : μg) を求める。
- 2.2) SIM の場合は、次のとおり。
- 2.2.1) 各測定対象物質の定量に用いる m/z を設定する。
 - 2.2.2) 2.1.2)と同様の操作に従い、試料をガスクロマトグラフに導入する。
 - 2.2.3) 測定に用いた m/z で得られた各測定対象物質と内標準物質とのピーク面積の比から、あらかじめ作成した関係線を用いて、試料中の各測定対象物質の質量 (W_a : μg) を求める。
- 3) 固体吸着・溶媒抽出法
- 3.1) TIM の場合は、次のとおり。
 - 3.1.1) 測定用のパラメータを設定する。
 - 3.1.2) 3.27.2.4 によって試料ガスを採取した 2 本の捕集管から捕集剤をそれぞれ個別の抽出瓶に取り出し、二硫化炭素 2.0 mL を加える。さらに、栓をして泡が出なくなるまで時々振り混ぜた後、1 時間以上放置したものを試料液とする。
 - 3.1.3) 試料液 1 μL をガスクロマトグラフに導入する。
 - 3.1.4) 3.1.1)で設定した条件のスキャンレンジ 30 m/z ~ 300 m/z で測定し、結果を記録する。
 - 3.1.5) 定量イオン及び内標準物質の定量イオンについて、MCを作成する。
 - 3.1.6) 上記で得られた MC 上の各測定対象物質と内標準物質とのピーク面積の比から、あらかじめ作成した関係線を用いて、試料中の各測定対象物質の質量 (W_a : μg) を求める。
 - 3.2) SIM の場合は、次のとおり。
 - 3.2.1) 各測定対象物質の定量に用いる m/z を設定する。
 - 3.2.2) 3.1.2)と同様の操作に従い、試料液を作成する。
 - 3.2.3) 3.1.3)と同様の操作に従い、試料をガスクロマトグラフに導入する。
 - 3.2.4) 測定に用いた m/z で得られた各測定対象物質と内標準物質とのピーク面積の比から、あらかじめ作成した関係線を用いて、試料中の各測定対象物質の質量 (W_a μg) を求める。

- 4) 内標準物質の添加 内標準物質を用いる定量操作を行う場合、内標準物質は分析直前の添加とし、次の条件で実施する。
 - 4.1) バッグ又は真空瓶捕集の場合は、“容量が明確である”の条件下で、分析の直前にバッグ等に分取したサンプル内に添加する。
 - 4.2) 固相吸着・加熱脱着の場合は、試料の捕集後に分析を行う直前に添加する。
 - 4.3) 溶媒抽出法の場合は、抽出作業中に添加する。

(4) 検量線又は関係線の作成

検量線又は関係線の作成手順は、試料ガスの測定時と同じ室温及び気圧下で行い、次の操作によって実施する。

a) 直接ガスを導入する場合

- 1) 3.27.3.1 (1) b)の 2)によって調製された、目的とする物質を含む標準ガス及び内標準ガスの一定量を、3.27.3.1 (3) b)の 1)と同様の操作によって導入し、濃度系列のクロマトグラムを記録する。
- 2) 測定対象物質の質量 (μg) と内標準物質の質量 (μg) の比に対する測定対象物質と内標準物質のピーク面積比を求め、両者の関係線を作成する。

b) 捕集剤を用いる場合

- 1) 流量 50 mL ~ 100 mL でコントロールされた清浄なガスを捕集剤が充填された捕集管に接続する。
- 2) 標準液を用いる場合は、3.27.3.1 (1) b)の 1) により調製された、目的とする物質を含む標準液及び内標準液の一定量を、清浄なガスが捕集管に通気された状態で、シリンジで捕集管に添加し、濃度系列を作成する。
- 3) 標準ガスを用いる場合は、3.27.3.1 (1) b) 2) により調製された目的とする物質を含む標準ガス及び内標準ガスの一定量を、高純度窒素（純度 99.999 %以上で全炭化水素 0.1 ppm 以下）が捕集管に通気された状態で、シリンジにより捕集管に添加し、濃度系列を作成する。
- 4) 3.27.3.1 (3) b)の 2)と同様の操作によって導入し、クロマトグラムを記録する。
- 5) 測定対象物質の質量 (μg) と内標準物質の質量 (μg) の比に対する測定対象物質と内標準物質のピーク面積比を求め、両者の関係線を作成する。

c) 直接液を導入する場合

- 1) 3.27.3.1 (1) b)の 1)で調製した標準液を原液 ~ 1/100 に希釈して、標準濃度系列を調製する。標準濃度系列からそれぞれ 1 μL を正確に分取して、ガスクロマトグラフに注入し、測定する。以降の操作手順は、3.27.3.1 (3) b)の 3) に従う。
- 2) 測定対象物質の質量 (μg) と内標準物質の質量 (μg) の比に対する測定対象物質と内標準物質のピーク面積比を求め、両者の関係線を作成する。

(5) 計算

次の式によって、試料ガス中の測定対象物質の濃度を算出する。

$$C_W = \frac{(W_a - W_b) \times 1000}{V_s}$$

$$C_V = \frac{(V_a - V_b) \times 1000}{V_s}$$

$$C_V = C_W \times K$$

ここに、
 C_w : 試料ガス中の測定対象物質の質量濃度 (mg/m³)
 C_v : 試料ガス中の測定対象物質の体積分率 (ppm)
 W_a : 検量線から求めた測定対象物質の質量 (μg)
 W_b : 空試験で得られた測定対象物質の質量 (μg)
 V_a : 検量線から求めた気体測定対象物質の体積 (μL)
 V_b : 空試験で得られた気体測定対象物質の体積 (μL)
 V_s : 試料ガス量 (mL) ⁵⁾
 K : 測定対象物質 1 (mg/m³) 質量濃度に相当する (ppm) 体積分率
計算は、次式による。

$$K = 22.41/M$$

なお、M は、測定対象測定物質の 1 mol 当たりの質量 (g)

22.41 は測定対象測定物質の 1 mol 当たりの体積 (L)

- 5) 試料ガス量 V_s は、捕集バッグ法又は真空瓶採取法によった場合には、3.27.3.1 (3) b) の 1) でガスクロマトグラフに導入したガス量 (mL) を標準状態に換算した試料ガス量 (mL)。また、固体吸着・加熱脱着法によった場合には、3.27.2.3 (4) で算出した試料ガス採取量 (mL)。

3.27.3.2 ガスクロマトグラフ法 (水素炎イオン化検出器) (GC/FID)

この方法は、表 2 に記載する VOC の同時定量法 (又は個別定量法) として適用する。

水素炎イオン化検出器は、概ね炭素数に比例した応答を示すが、官能基又は炭素間の結合状態によって相対感度が影響を受けるため、定量する場合は対応する標準物質で検量線を作成する。

検出器の繰り返し精度は 1% ~ 2% であり、また、直線性も 6 桁程度あるので正確な定量値を得ることができる。

(1) 試薬及び試薬溶液の調製

試薬及びガス類は、次による。

- a) 試薬及び高圧ガス 試薬及び高圧ガスは，3.27.3.1 (1) の a)に同じ。
- b) 試薬溶液などの調製 試薬溶液などの調製は，3.27.3.1 (1) の b)に同じ。

(2) 器具及び装置

器具及び装置は，次のとおり。

- a) 捕集瓶 捕集瓶は，3.27.2.2 の c)に同じ。
- b) シリンジ シリンジは，3.27.3.1 (2) の b)に同じ。
- c) 気体試料導入装置 気体試料導入装置は，次のとおり。
 - 1) キャピラリーカラム用試料導入部 3.27.3.1 (2) の c)に同じ。
 - 2) 充填カラム用試料導入部 充填カラム用試料導入部は，全量導入方式が可能な導入部を選ぶ。そのため，図9の4と記載された接続口は，カラム又は全量導入方式が可能な注入口と接続する。
- d) 加熱気化導入装置 キャピラリーカラムを用いる時の気化導入装置は，3.27.3.1 (2) の d)に同じ。充填カラムを用いる時の加熱気化導入装置は，図12に示す加熱器，温度調節器及び切換コックから成る。

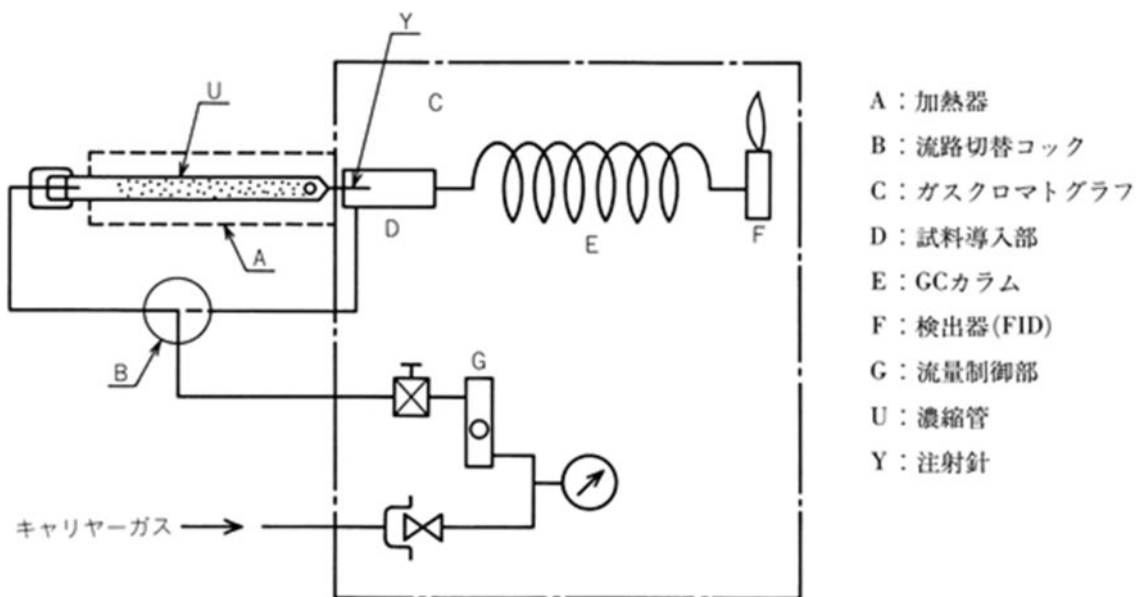


図12 充填カラムを用いるときの加熱気化導入装置の構成例

- e) ガスクロマトグラフ ガスクロマトグラフは，次のとおり。
 - 1) ガスクロマトグラフ 各機器の温度及びガス流量を，最適な条件に設定する。用いるカラムの種類及び機器によって最適条件が異なる場合があるので，各機器の操作手引書を参考に最適化する。各条件の例を，次に示す。
 - 1.1) カラム用管 充填カラムの場合は，内径 2 mm～4 mm で，長さ約 1 m～5 m，また，キャピラリーカラムの場合は，内径 0.1 mm～0.53 mm で，長さ約 15 m～

100 m の溶融シリカ製，硬質ガラス製又はステンレス鋼製のもの。

- 1.2) キャピラリーカラム キャピラリーカラム用管の内壁に適当な固定相液体⁶⁾を塗布又は化学結合させたもの及びプロットカラム。対象物質の定量を行うために，十分な分離が得られるものを用いる。
- 1.3) 充填カラム 乾燥した白色けいそう土系担体(粒径 117 μm ~ 535 μm)に適当な固定相液体⁷⁾を 10 % ~ 30 % 含浸させた充填剤を詰めたもの，又はポリマー系統の充填剤がある。
- 1.4) キャリヤーガス ヘリウム，水素又は窒素とし，純度が 99.99 % (体積分率) 以上のもの。キャピラリーカラムを使用した場合，線速度は 20 cm/s ~ 40 cm/s の範囲に調節して用いる。
- 1.5) 燃料ガス 水素とし，純度が 99.99 % (体積分率) 以上のもの。
- 1.6) 助燃空気 VOC を含まない精製空気を用いる。
- 1.7) 付加ガス(メークアップガス) ヘリウム又は窒素とし，JIS K 1107 に規定する 1 級又は 2 級を用いる。
- 1.8) カラム槽温度 槽内の温度が，35 ~ 300 の範囲で昇温が可能なもので，昇温速度が 2 で昇温が 以上に設定。
- 1.9) 検出器温度 100 以上に設定。
- 2) 検出器 検出器として，水素炎イオン化検出器(FID)を備えたもの。
 - 6) メチルシリコン，フェニルメチルポリシロキサン，ポリエチレングリコール又はシアノプロピルメチルポリシロキサンを塗布したもの，又はこれと同等の分離性能をもつもの。
 - 7) *N,N* -ビス(2-シアノエチル)ホルムアミド，1,2,3-トリス(2-シアノエトキシ)プロパン，ポリエチレングリコール 1500，シリコン油などで，試料中の測定対象物質が単離できるもの。

(3) 定量操作

操作は，次の手順で行う。

- a) ガスクロマトグラフを，測定可能な状態とする。測定条件の例を，次に示す。
(キャピラリーカラムを用いる場合)

カラム温度	固定相:メチルシリコン
40 (5 分間保持)	10 /min 240
	固定相:ポリエチレングリコール
40 (5 分間保持)	10 /min 240
キャリヤーガス流量 ⁸⁾	0.5 mL/min ~ 10 mL/min
試料注入方法 ⁹⁾	スプリット(スプリット比 1:0 ~ 1:100)

付加ガス(メイクアップガス) 35 mL/min ~ 60 mL/min
流量

燃料ガス流量 300 mL/min ~ 500 mL/min

助燃ガス流量 30 mL/min ~ 50 mL/min

(充填カラムを用いる場合)

カラム温度 固定相：メチルシリコン
40 (5分間保持) 10 /min 240

固定相：ポリエチレングリコール
40 (5分間保持) 10 /min 240

キャリアーガス流量⁸⁾ 10 mL/min ~ 50 mL/min

燃料ガス流量 300 mL/min ~ 500 mL/min

助燃ガス流量 30 mL/min ~ 50 mL/min

- b) 試料ガスを、次のいずれかの操作によってガスクロマトグラフに導入し、ガスクロマトグラムを記録する。
- 1) 捕集バッグ法・捕集瓶法 3.27.2.2 によって試料ガスを採取した後、捕集バッグのシリコンゴム栓に気体用シリンジを刺して、試料ガスを正確に一定量(1 mL)採取する。ガスクロマトグラフに導入し、クロマトグラムを記録する。
 - 2) 固体吸着・加熱脱着法 3.27.2.3 によって試料ガスを採取した捕集管を、気化導入装置に接続する。ベースラインが安定するまでキャリアーガスをカラムに流した後、流路切替コックを切り替えて捕集管にキャリアーガスを流す。捕集管を加熱昇温させ、必要に応じて試料を一度低温凝縮槽にトラップした後、試料をガスクロマトグラフに導入し、クロマトグラムを記録する。
 - 3) 固体吸着・溶媒抽出法 3.27.2.3 (3) によって試料ガスを採取した2本の捕集管から個々に捕集剤を抽出瓶に取り出し、二硫化炭素 2.0 mL を加える。さらに、栓をして泡が出なくなるまで時々振り混ぜた後、1時間以上放置したものを試料液とする。試料液を正確に一定量(1 μ L)採取する。ガスクロマトグラフに導入し、クロマトグラムを記録する。
- c) クロマトグラム上の測定対象物質に相当するピークを用いて、ピーク面積を求める。
- d) 試料ガスの代わりに測定対象物質を除去した窒素又は空気を用い、3.27.2.3 (3) に従って試料ガス採取操作を行った後、上記の a) ~ c) に従った操作をして、空試験値を求める。
- e) 3.27.3.2 (4) によって作成した検量線から、測定対象物質の量(μ L 又は μ g)を求める。
- 8) キャピラリーカラムの内径によって、流量は異なる。

- 9) キャピラリーカラムの内径，測定対象物質の濃度などによって，スプリット比を適宜選択する。

(4) 検量線の作成

検量線の作成手順は，3.27.3.1 (4) に同じ。

(5) 計算

計算は，3.27.3.1 (5) に同じ。

3.27.3.3 ガスクロマトグラフ法(光イオン化検出器)(GC/PID)

この方法は，表2に記載するVOCの同時定量法(又は個別定量法)として適用する。

PIDには，UVランプを用いる方法とヘリウム中での放電を用いる方法とがある。イオン化に用いる励起エネルギーの最大値は，ヘリウム中での放電は17.7 eV，クリプトンガス封入のUVランプは10.2 eV及びキセノンガス封入のUVランプは9.5 eVである。ヘリウム中での放電による方式は，ヘリウムとネオン以外の物質とに感度があるが，UVランプを用いる方法では，ランプの種類により検出できる物質が異なるので注意が必要である。また，ヘリウム中での放電による方式は，空気中に含まれる酸素，窒素及び水が検出されるので，測定対象物質との分離に注意が必要である。

検出器のダイナミックレンジは広いが線形応答する範囲が狭いため，検量線を作成して使用する場合は，対象物質の濃度が検量線の範囲にあることを確認して用いる。

(1) 試薬及び試薬溶液の調製

試薬及びガス類は，次による。

- a) 試薬及び高圧ガス 試薬及び高圧ガスは，3.27.3.1 (1) の a) に同じ。
b) 試薬溶液などの調製 試薬溶液などの調製は，3.27.3.1 (1) の b) に同じ。

(2) 器具及び装置

- a) 捕集瓶 捕集瓶は，3.27.2.2 (1) の c) に同じ。
b) シリンジ シリンジは，3.27.3.1 (2) の b) に同じ。
c) 気体試料導入装置 気体試料導入装置は，3.27.3.2 (2) の c) に同じ。
d) 気化導入装置 気化導入装置は，3.27.3.2 (2) の d) に同じ。
e) ガスクロマトグラフ ガスクロマトグラフは，次のとおり。

- 1) ガスクロマトグラフ ガスクロマトグラフは，各機器の温度及びガス流量を最適な条件に設定する。用いるカラムの種類及び機器によって最適条件が異なる場合があるので，各機器の操作手引書を参考に最適化する。各条件の例を次に示す。

- 1.1) カラム用管 カラム用管は, 3.27.3.2 (2) e)の 1.1)に同じ。
 1.2) キャピラリーカラム キャピラリーカラムは, 3.27.3.2 (2) e)の 1.2)に同じ。
 1.3) 充填カラム 充填カラムは, 3.27.3.2 (2) e)の 1.3)に同じ。
 1.4) キャリヤーガス キャリヤーガスは, ヘリウム又は窒素とし, 純度が 99.99 % (体積分率) 以上のもの。キャピラリーカラムを使用した場合, 平均線速度は 20 ~ 40 cm/s 程度の範囲に調節して用いる。
 1.5) 付加ガス(メークアップガス) 付加ガスは, 機器の仕様に応じて, ヘリウム又は窒素とし, VOC を含まない精製空気, 又は JIS K 1107 に規定する 1 級又は 2 級を用いる。
 1.6) カラム槽温度 カラム槽温度は, 3.27.3.2 (2) e)の 1.8)に同じ。
 1.7) 検出器温度 検出器温度は, 3.27.3.2 (2) e)の 1.9)に同じ。
 2) 検出器 検出器は, 光イオン化検出器(PID)を備えたもの。

(3) 定量操作

操作は, 次の手順で行う。

- a) ガスクロマトグラフを, 測定可能な状態とする。測定条件の例を, 次に示す。

(キャピラリーカラムを用いる場合)

カラム温度	固定相:メチルシリコン 40 (5 分間保持) 10 /min 240
	固定相:ポリエチレングリコール 40 (5 分間保持) 10 /min 240
キャリヤーガス流量 ¹⁰⁾	0.5 mL/min ~ 10 mL/min
試料注入方法 ¹¹⁾	スプリット(スプリット比 1:0 ~ 1:100)
検出器ガス流量	20 mL/min ~ 100 mL/min(ヘリウム中の放電方式の場合)

(充填カラムを用いる場合)

カラム温度	固定相:メチルシリコン 40 (5 分間保持) (5 /min) 240
	固定相:ポリエチレングリコール 40 (1 分間保持) (10 /min) 280
キャリヤーガス流量 ¹⁰⁾	10 mL/min ~ 50 mL/min

10) キャピラリーカラムの内径によって, 流量は異なる。

11) キャピラリーカラムの内径, 測定対象物質の濃度などによって, スプリット比を適宜選択する。

b) 試料ガスを, 次のいずれかの操作によってガスクロマトグラフに導入し, クロマトグラムを記録する。測定方法は, 3.27.3.2 (3) b)と同じ。

(4) 検量線の作成

検量線の作成は, 3.27.3.1 (4) に同じ。

(5) 計算

計算は, 3.27.3.1 (5) に同じ。

3.27.3.4 ガスクロマトグラフ法(電子捕獲検出器)(GC/ECD)

この方法は, 3.27.3.1 記載する VOC のうち特に電子親和性が高い化合物の同時定量法(又は個別定量法)として適用する。代表的な物質及び CAS 番号の例を, 表 3 に示す。

電子捕獲型検出器は, 放射線形と非放射線形とがあるが, 対象物質は同じである。検出器の直線性が狭いため, 検量線を作成して使用する場合は, 対象物質の濃度が検量線の範囲にあることを確認して用いる。FID と直列接続又はカラム出口で並列接続して用いると, 定性と定量とを同時に行うことができる。

表 3 対象物質の例

測定対象物質 ^{a)b)}	CAS 番号	相対分子質量
3-クロロ-1,2-ジブromoプロパン	96-12-8	236.33
クロロジフルオロメタン(別名 HCFC22)	75-45-6	86.47
クロロジブromoメタン	124-48-1	208.3
クロロホルム	67-66-3	119.4
四塩化炭素	56-23-5	153.82
2,2-ジクロロ-1,1,1-トリフルオロエタン (別名 HCFC123)	306-83-2	152.93
1,2-ジクロロ-1,1,2,2-テトラフルオロエタン (別名 CFC114)	76-14-2	170.92
1,3-ジクロロ-1,2,2,3,3 ペンタフルオロプロ パン(別名 HCFC225cb)	507-55-1	202.94
1,1-ジクロロ-1-フルオロエタン (別名 HCFC141b)	1717-00-6	116.9
1,1-ジクロロ-2,2,3,3,3 ペンタフルオロプロ	422-56-0	202.94

パン(別名 HCFC225ca)		
cis-1,4-ジクロロ-2-ブテン	1476-11-5	124.99
trans-1,4-ジクロロ-2-ブテン	110-57-6	124.99
1,1-ジクロロエタン	75-34-3	98.96
1,2-ジクロロエタン	107-06-2	98.96
1,1-ジクロロエチレン	75-35-4	96.94
1,2-ジクロロエチレン	シス 156.59-2 トランス 156-60-5 mix 540-59-0	96.95
trans-1,2-ジクロロエチレン	156-60-5	96.94
ジクロロジフルオロメタン (別名 CFC12)	75-71-8	120.91
1,3-ジクロロプロパン	142-28-9	112.98
1,2-ジクロロプロパン	78-87-5	112.99
2,2-ジクロロプロパン	594-20-7	112.98
1,1-ジクロロプロピレン	563-58-6	110.97
cis-1,3-ジクロロプロペン	10061-01-5	110.97
trans-1,3-ジクロロプロペン	10061-02-6	110.97
ジクロロプロモメタン	75-27-4	163.8
p-ジクロロベンゼン	106-46-7	146.992
o-ジクロロベンゼン	95-50-1	147.01
1,3-ジクロロベンゼン (m-ジクロロベンゼン)	541-73-1	147.004
ジクロロメタン	75-09-2	84.9
1,2-ジブromoエタン	106-93-4	187.86
ジブromoクロロメタン	124-48-1	208.28
ジブromoメタン	74-95-3	173.84
1,1,1,2-テトラクロロエタン	630-20-6	167.85
1,1,2,2-テトラクロロエタン	79-34-5	167.85
テトラクロロエチレン	127-18-4	165.83
1,1,1-トリクロロエタン	71-55-6	133.41
1,1,2-トリクロロエタン	79-00-5	133.42
トリクロロエチレン	79-01-6	131.39
トリクロロトリフルオロエタン	26523-64-8	187.38

(別名 CFC113)		
トリクロロフルオロメタン (別名 CFC11)	75-69-4	137.4
1,2,3-トリクロロプロパン	96-18-4	147.4
1,2,3-トリクロロベンゼン	87-61-6	181.5
1,2,4-トリクロロベンゼン	120-82-1	181.45
二臭化エチレン	106-93-4	187.9
ブロモクロロメタン	74-97-5	129.38
ブロモジクロロエタン	75-27-4	163.83
1-ブロモプロパン	106-94-5	123.0
2-ブロモプロパン	75-26-3	123.0
ブロモベンゼン	108-86-1	157.01
ブロモホルム	75-25-2	252.7
ブロモメタン(別名臭化メチル)	74-83-9	94.94
ヘキサクロロブタジエン (ヘキサクロロ 1,3-ブタジエン)	87-68-3	260.76
ヨードメタン(ヨウ化メチル)	74-88-4	141.94
注 a) 測定対象物質の適用確認する場合は, Annex B による。検出下限値及び定量下限値, 試料の濃度範囲と定量可能範囲(検量線)との対応性を確認する場合は, Annex C による。測定対象物質に対する妨害物質, 再現性, 破過容量の測定, 固体吸着法による回収率の測定並びに保存性を確認する場合は, Annex G, Annex H 及び Annex I を参照する。		
b) この表では塩素数 2 以下の成分は記載していないが感度が十分にある場合には測定対象としてよい。		

(1) 試薬及び試薬溶液の調製

試薬及びガス類は, 次による。

- a) 試薬及び高圧ガス 試薬及び高圧ガスは, 3.27.3.1 (1) の a)に同じ。
- b) 試薬溶液などの調製 試薬溶液などの調製は, 3.27.3.1 (1) の b)に同じ。

(2) 器具及び装置

- a) 捕集瓶 捕集瓶は, 3.27.2.2 (1) の c)に同じ。
- b) シリンジ シリンジは, 3.27.3.1 (2) の b)に同じ。
- c) 気体試料導入装置 気体試料導入装置は, 3.27.3.2 (2) の c)に同じ。
- d) 気化導入装置 気化導入装置は, 3.27.3.2 (2) の d)に同じ。

e) ガスクロマトグラフ ガスクロマトグラフは、次のとおり。

1) ガスクロマトグラフ ガスクロマトグラフは、各機器の温度及びガス流量を最適な条件に設定する。用いるカラムの種類及び機器によって最適条件が異なる場合があるため、各機器の操作手引書を参考に最適化する。各条件の例を、次に示す。

1.1) カラム用管 カラム用管は、3.27.3.2 (2) e)の 1.1)に同じ

1.2) キャピラリーカラム キャピラリーカラムは、3.27.3.2 (2) e)の 1.2)に同じ

1.3) 充填カラム 充填カラムは、3.27.3.2 (2) e)の 1.3)に同じ

1.4) キャリヤーガス キャリヤーガスは、3.27.3.3 (2) e)の 1.4)に同じ

1.5) 付加ガス(メイクアップガス) 放射線源式に用いる付加ガスは、JIS K 1107に規定する1級又は2級の窒素、非放射線源形はメーカーの仕様によるガスを用いる。

1.6) カラム槽温度 カラム槽温度は、3.27.3.2 (2) e)の 1.8)に同じ

1.7) 検出器温度 検出器温度は、3.27.3.2 (2) e)の 1.9)に同じ

2) 検出器 検出器として、電子捕獲検出器(ECD)を備えたもの。

(3) 定量操作

操作は、次の手順で行う。

a) ガスクロマトグラフを、測定可能な状態とする。測定条件の例を、次に示す。

(キャピラリーカラムを用いる場合)

カラム温度	固定相:メチルシリコン
	40 (5分間保持) 10 /min 240

	固定相:ポリエチレングリコール
	40 (5分間保持) 10 /min 240

キャリヤーガス流量¹²⁾ 0.8 mL/min ~ 8 mL/min

試料注入方法¹³⁾ スプリット(スプリット比 1:0 ~ 1:100)

付加ガス(メイクアップガス) 流量 35 mL/min ~ 60 mL/min(非放射線の場合)

(充填カラムを用いる場合)

カラム温度	固定相:メチルシリコン
	40 (5分間保持) 5 /min 240

	固定相:ポリエチレングリコール
	40 (1分間保持) 10 /min 280

キャリヤーガス流量¹²⁾ 10 mL/min ~ 50 mL/min

12) キャピラリーカラムの内径によって、流量は異なる。

13) キャピラリーカラムの内径、測定対象物質の濃度などによって、スプリット比を適宜選択する。

b) 試料ガスを次のいずれかの操作によってガスクロマトグラフに導入し、クロマトグラムを記録する。

1) 捕集バッグ法・真空瓶捕集法 捕集バッグ法・真空瓶捕集法は、3.27.3.2 (3) b) の 1)に同じ。

2) 固体吸着・溶媒抽出法 固体吸着・溶媒抽出法は、3.27.3.2 (3) b)の 3)に同じ。

c) 3.27.3.2 (3)の c)に同じ。

d) 3.27.3.2 (3)の d)に同じ。

e) 3.27.3.2 (3)の e)に同じ。

(4) 検量線の作成

検量線の作成は、3.27.3.1 (4) に同じ。

(5) 計算

計算は、3.27.3.1 (5) に同じ。

3.27.3.5 ガスクロマトグラフ法(熱伝導度検出器)(GC/TCD)

この方法は、3.27.3.1 に記載する VOC の同時定量法(又は個別定量法)として適用する。

各物質の定性情報は、保持時間だけのため、3.27.3.6 の b)に示す定量物質の確認方法に沿って確認を行うとよい。ただし、水及び空気が検出されるので、分離が重なる物質は、測定できない。

ポータブルのマイクロ TCD を備えたガスクロマトグラフは、機器の仕様に従う。

(1) 試薬及び試薬溶液の調製

a) 試薬及び高圧ガス 試薬及び高圧ガスは、3.27.3.1 (1) の a)に同じ。

b) 試薬溶液などの調製 試薬溶液などの調製は、3.27.3.1 (1)の b)に同じ。

(2) 器具及び装置

a) 捕集瓶 捕集瓶は、3.27.2.2 (1)の c)に同じ。

b) シリンジ シリンジは、3.27.3.1 (2)の b)に同じ。

c) 気体試料導入装置 気体試料導入装置は、3.27.3.2 (2)の c)に同じ。

d) 気化導入装置 気化導入装置は、3.27.3.2 (2)の d)に同じ。

e) ガスクロマトグラフ ガスクロマトグラフは、次のとおり。

- 1) ガスクロマトグラフ ガスクロマトグラフは、各機器の温度及びガス流量を最適な条件に設定する。用いるカラムの種類及び機器によって最適条件が異なる場合があるため、各機器の操作手引書を参考に最適化する。各条件の例を次に示す。ただし、ポータブルガスクロマトグラフは、機器の仕様に従う。
 - 1.1) カラム用管 カラム用管は、3.27.3.2 (2) e)の 1.1)に同じ
 - 1.2) キャピラリーカラム キャピラリーカラムは、3.27.3.2 (2) e)の 1.2)に同じ
 - 1.3) 充填カラム 充填カラムは、3.27.3.2 (2) e)の 1.3)に同じ
 - 1.4) キャリヤーガス キャリヤーガスは、3.27.3.3 (2) e)の 1.4)に同じ
 - 1.5) 付加ガス（メークアップガス） 付加ガスは、機器の仕様に応じて、キャリヤーガスと同じガスを用いる。
 - 1.6) カラム槽温度 カラム槽温度は、3.27.3.2 (2) e)の 1.8)に同じ
 - 1.7) 検出器温度 検出器温度は、3.27.3.2 (2) e)の 1.9)に同じ
- 2) 検出器 検出器として、熱伝導度検出器（TCD）を備えたもの。

(3) 定量操作

操作は、次の手順で行う。

a) ガスクロマトグラフを、測定可能な状態とする。測定条件の例を、次に示す。

（キャピラリーカラムを用いる場合）

カラム温度	固定相：メチルシリコン
40（5分間保持）	10 /min 240

固定相：ポリエチレングリコール	
40（5分間保持）	10 /min 240

キャリヤーガス流量¹⁴⁾ 0.8 mL/min ~ 8 mL/min

試料注入方法¹⁵⁾ スプリット（スプリット比 1:0 ~ 1:100）

（充填カラムを用いる場合）

カラム温度	固定相：メチルシリコン
40（5分間保持）	10 /min 240

固定相：ポリエチレングリコール	
40（5分間保持）	10 /min 240

キャリヤーガス流量¹⁴⁾ 10mL/min ~ 50 mL/min

14) キャピラリーカラムの内径によって、流量は異なる。

15) キャピラリーカラムの内径、測定対象物質の濃度などによって、スプリット比を適宜選択する。

b) 試料ガスを、次の操作によってガスクロマトグラフに導入し、クロマトグラムを記録する。

- 1) 捕集バッグ法・真空瓶捕集法 捕集バッグ法・真空瓶捕集法は、3.27.3.2 (3) b)の 1)に同じ。
- 2) 固体吸着・溶媒抽出法 固体吸着・溶媒抽出法は、3.27.3.2 (3) b)の 3)に同じ。

(4) 検量線の作成

3.27.3.1 (4)に同じ。

(5) 計算

計算は、3.27.3.1 (5)に同じ。

3.27.3.6 定量物質の確認方法

測定において定量する場合は、測定対象物質を決めて定量を行うが、確認手段として定性を行う場合は、次による。

a) ガスクロマトグラフィー質量分析法 ガスクロマトグラフィーでは、保持値の情報が重要である。標準物質及び測定対象物質の保持値が一致していれば同じ物質と考えられるが、ときには保持値が同じになる物質もある。確認を取る方法として、全イオン電流モニタリングを行う測定では、一定の質量範囲をスキャンして得られた試料物質と標準物質の質量スペクトルとを比較することで確認できる。

選択イオンモニタリングで、定量イオンと確認イオンとを選択して測定を行う場合は、標準物質及び試料物質について定量イオンと確認イオンとの強度比を求め比較することで確認できる。概ね 10 %程度で一致していればよい。

未知の試料物質について定性分析を行う場合は、JIS K 0123 (ガスクロマトグラフィー質量分析通則) の定性分析による。

b) ガスクロマトグラフ法 ガスクロマトグラフィーでは、保持値の情報が重要である。標準物質及び測定対象物質の保持値が一致していれば同じ物質と考えられるが、ときには保持値が同じになる物質もある。確認を取る方法として、2種類の異なる固定相のカラムで測定し、各々のカラムで得られたクロマトグラムの物質ピークが標準物質と一致すればよい。また、熱伝導度検出器又は水素炎イオン化検出器とその他の元素選択性検出器とを組合せて、試料物質及び標準物質の物質ピークが一致することで確認できる。

未知の試料物質について定性分析を行う場合は、JIS K 0114 (ガスクロマトグラフィー通則) の定性分析による。

3.27.4 精度管理

VOC は測定対象物質の種類が多く濃度範囲や目標定量下限値なども一律に決定できない事と、測定に用いる試料採取・分析・検出法が複数の中から選択する事ができるので、標準作業手順書を作成し精度管理を実施する必要がある。精度管理に必要な項目と、これを実施する為の具体的な確認方法と判定基準を次に示す。

- (1) 測定対象物質の物理的・化学的性質が類似している場合は、代表的な物質を選んで実施してよい。
- (2) 本文中の空試験値は前処理系からの汚染と操作ブランク評価に用いることができる。
- (3) 判定基準の数値は測定の目的、当事者間（分析者と分析依頼者の間）の取り決めで決定する。
- (4) 精度管理を行う上で確認する項目及び確認方法と判断基準は、次のとおりとする。

a) 試料採取及び前処理系からの汚染

VOC を含まない清浄な空気、高純度窒素（純度 99.999 % 以上、全炭化水素 0.1 ppm 以下）、以下ゼロガスを用いて汚染を確認する。高感度な検出器を用いる場合は測定対象物質の目標定量下限値の 1/10 以下であるゼロガスを用いる。まとめて洗浄処理した時は 3 % 程度を抜き取り調査してもよい。

- 1) 捕集バッグと捕集瓶はゼロガスを注入した後に排気する操作を数回繰り返して洗浄した後、ゼロガスを充填して 24 時間放置する。24 時間放置後、選択した分析方法の定量操作に従って測定し測定対象物質の値を確認する。目標定量下限値の 1/10 以上の場合は洗浄をやり直して目標定量下限値の 1/10 以下になったことを確認して使用する。
- 2) 固体捕集 加熱脱着法で用いる捕集管は、3.27.2.3 (2)に従って洗浄し、ゼロガスを 200 mL 採取後密栓して 24 時間放置する。24 時間放置後選択した分析方法の定量操作に従って測定し測定対象物質の値を確認する。目標定量下限値の 1/10 以上の場合は洗浄をやり直して目標定量下限値の 1/10 以下になったことを確認して使用する。
- 3) 固体捕集 溶媒抽出法で用いる捕集管は、図 8 の上段に示す捕集管にゼロガス（窒素）を流して捕集管中の空気を置換した後、ゼロガス（窒素）を流しながら 300 で 2 時間コンディショニングする。コンディショニングが終了したら温度を下げ両端を密栓する。ゼロガス（窒素）は、温度が下がるまで流し続ける。洗浄した捕集管を 24 時間放置後、選択した分析方法の定量操作に従って測定し、測定対象物質の値を確認する。目標定量下限値の 1/10 以上の場合は洗浄をやり直して目標定量下限値の 1/10 以下になったことを確認して使用する。市販の洗浄済み捕集管はそのまま用いてよい。
- 4) ガス自動濃縮導入装置は選択した分析方法の定量操作に従ってゼロガスを測定

し測定対象物質の目標定量下限値の 1/10 以下であることを確認して使用する。

b) 回収率

- 1) 固体吸着 溶媒抽出法の回収率の測定は Annex H を参考にして行う。H.2 の操作に用いる希釈ガスはゼロガスを用いる。溶媒抽出の抽出効率が 80 ~ 120 % であることを確認して使用する。
- 2) 固体吸着 加熱脱着法の回収率は Annex C の C.4.1 検量線(関係線)の作成方法の b) の手順に沿って行う。定量範囲内で定量下限値の 10 ~ 100 倍程度の濃度範囲内で低濃度と高濃度の二種類の標準液又は標準ガスを用いる。回収率は 80 % ~ 120 % であることが望ましい。捕集管に添加した標準液・標準ガスと同じ量の標準液・標準ガスを加熱脱着装置を介さないで選択した分析方法で測定して比較する事が望ましいが、装置によっては直接液体試料が導入できないので検量線(関係線)が作成できる事で回収率の確認としてよい。

c) 操作ブランク値及びトラベルブランク値

操作ブランクはゼロガス 1 mL 又は抽出溶媒 1 μ L を選択した分析法のガスクロマトグラフに注入して確認する。加熱脱着装置では、ゼロガス 100 mL を捕集管に流して捕集した捕集管を取り付けて測定する。ガス自動濃縮導入装置では、ゼロガス 200 mL を測定試料として測定するが、これは 3.27.4 の 1) の試料採取系及び試料前処理系からの汚染確認と同じなので省略してよい。トラベルブランクは試料採取準備から試料分析時までの間で発生する汚染の有無を確認するためのもので試料採取操作は行わない。トラベルブランクは一連の測定で 10 % 程度の箇所を抜き取り行う事が望ましいが、測定対象物質の濃度が高くブランクが問題とならない場合は省略してよい。また、汚染防止が確実に行われている場合にも省略してよいが、試料採取における信頼性を確保するためには、あらかじめ評価・検討しておきデータを提示できるようにしておく。

d) 検出下限値及び定量下限値

JIS K 0114(ガスクロマトグラフィー通則)、JIS K 0123(ガスクロマトグラフィー質量分析通則)に記載の方法に従って求める。

定量下限付近の濃度の標準ガス・標準液を 5 試料以上測定して標準偏差を求め、その 3 倍を検出下限、10 倍を定量下限としてもよい。

e) 試料の濃度範囲と定量可能範囲(検量線)との対応性

測定対象物質の濃度は作成した検量線の上限を越えてはならない。GC/MS の測定では標準系列の 3 回以上の繰り返し分析で得られた個々の相対感度係数の相対標準偏差が 20 % 以内であることを確認して用いる。

f) 測定対象物質に対する妨害物質

GC/MS の場合は 3.27.3.1 ガスクロマトグラフィー質量分析法と 3.27.3.1 (3) 定量操作と 3.27.3.6 定量物質の確認方法に従う。その他の検出器では 3.27.3.6 定量

物質の確認方法に従う。クロマトグラム上で完全分離していなくてもピーク面積計算が行え、定量結果に影響を及ぼさない場合は定量結果を用いてよい。

g) 吸着捕集での捕集効率及び破過容量並びに回収率

破過容量の測定は Annex G を参考にして行う。回収率は 3.27.4 の 2) を参照する。

h) 再現性

同一条件で採取した 2 つ以上の試料について同じ分析方法で分析し、目標定量下限値以上の濃度の測定対象物質で得られた個々の測定値の差が 70 % ~ 130 % であることを確認する(同一試料を繰り返し測定して得られた個々の測定対象物質の測定値の平均値の ±ある %以内であることを確認する)。

i) 採取試料の保存安定性

Annex I を参考にして行う。

Annex A (参考)

固体捕集剤と脱着溶媒との組合せ例

A.1 固体捕集剤と脱着溶媒との組合せ例

捕集管から測定対象物質を抽出するために用いる固体捕集剤と脱着溶媒との組合せ例を、表 A.1 に示す。

表 A.1 固体吸着剤と脱着溶媒との組合せ例

測定対象物質	固体吸着剤 (活性炭)		固体吸着剤 (シリカゲル)	
	脱着溶媒	代替脱着溶媒	脱着溶媒	代替脱着溶媒
ノルマルヘキサン	二硫化炭素	-	アセトン	-
トルエン	二硫化炭素	-	アセトン	-
スチレン	二硫化炭素	-	アセトン	メタノール
o-, m-, p-キシレン	二硫化炭素	-	アセトン	-
ジクロロメタン ^{a)}	二硫化炭素	-	アセトン	メタノール
クロロホルム	二硫化炭素	-	ジメチルスルホキシド	-
四塩化炭素	二硫化炭素	-	メタノール	アセトン
1,2-ジクロロエチレン	二硫化炭素	-	ジクロロメタン	-
1,2-ジクロロエタン	二硫化炭素	-	アセトン	-
トリクロロエチレン	二硫化炭素	-	アセトン	-
1,1,1-トリクロロエタン	二硫化炭素	-	メタノール	アセトン
テトラクロロエチレン	二硫化炭素	-	メタノール	-
1,1,2,2-テトラクロロエタン	二硫化炭素	-	メタノール	-
クロロベンゼン	二硫化炭素	-	メタノール	-
o-ジクロロベンゼン	二硫化炭素	-	メタノール	-
メタノール ^{a)}	N,N-ジメチルホルムアミド	-	純水	-
イソプロピルアルコール	N,N-ジメチルホルムアミド	酢酸ノルマルブチル	N,N-ジメチルホルムアミド	ジメチルスルホキシド
1-ブタノール	N,N-ジメチルホルムアミド	アセトン	アセトン	N,N-ジメチルホルムアミド
2-ブタノール	N,N-ジメチルホルムアミド	アセトン	アセトン	N,N-ジメチルホルムアミド
イソブチルアルコール	N,N-ジメチルホルムアミド	アセトン	アセトン	N,N-ジメチルホルムアミド
イソペンチルアルコール	アセトン	酢酸メチル	アセトン	メタノール
シクロヘキサノール	メタノール(5%) + ジクロロメタン混合液	ジクロロメタン	メタノール	酢酸エチル
メチルシクロヘキサノール	メタノール(5%) + ジクロロメタン混合液	ジクロロメタン	アセトン	メタノール
o-, m-, p-クレゾール	エタノール(20%) + 二硫化炭素混合	-	アセトン	メタノール

固定発生源からの排ガス分析マニュアル(2021年版)
第3編 3.27 排ガス中の揮発性有機化合物測定マニュアル

	液			
エチルエーテル	<i>N,N</i> -ジメチルホルムアミド	酢酸エチル	アセトン	メタノール
テトラヒドロフラン	<i>N,N</i> -ジメチルホルムアミド	二硫化炭素	ジメチルスルホキシド	-
1,4-ジオキサン	二硫化炭素	メタノール(1%) + ジクロロメタン混合液	ジメチルスルホキシド	-
エチレングリコールモノメチルエーテル	メタノール(5%) + ジクロロメタン混合液	酢酸エチル	メタノール	ジメチルスルホキシド
エチレングリコールモノエチルエーテル	メタノール(5%) + ジクロロメタン混合液	二硫化炭素	メタノール	ジメチルスルホキシド
エチレングリコールモノノルマル-ブチルエーテル	メタノール(5%) + ジクロロメタン混合液	酢酸エチル	アセトン	メタノール
エチレングリコールモノエチルエーテルアセテート	メタノール(5%) + ジクロロメタン混合液	アセトン	アセトン	-
酢酸メチル ^{a)}	<i>N,N</i> -ジメチルホルムアミド	-	アセトン	-
酢酸エチル	二硫化炭素	-	<i>N,N</i> -ジメチルホルムアミド	ジメチルスルホキシド
酢酸ノルマル-プロピル	二硫化炭素	-	<i>N,N</i> -ジメチルホルムアミド	ジメチルスルホキシド
酢酸イソプロピル	二硫化炭素	-	<i>N,N</i> -ジメチルホルムアミド	ジメチルスルホキシド
酢酸ノルマル-ブチル	二硫化炭素	-	アセトン	メタノール
酢酸イソブチル	二硫化炭素	-	アセトン	メタノール
酢酸ノルマル-ペンチル	二硫化炭素	-	アセトン	メタノール
酢酸イソペンチル	二硫化炭素	-	アセトン	メタノール
アセトン ^{a)}	<i>N,N</i> -ジメチルホルムアミド	-	メタノール	-
メチルエチルケトン	二硫化炭素	<i>N,N</i> -ジメチルホルムアミド	アセトン	メタノール
メチル-ノルマル-ブチルケトン	アセトン(5%) + 二硫化炭素混合液	二硫化炭素	アセトン	メタノール
メチルイソブチルケトン	アセトン(5%) + 二硫化炭素混合液	二硫化炭素	アセトン	メタノール
シクロヘキサノン	メタノール(5%) + ジクロロメタン混合液	-	アセトン	メタノール
メチルシクロヘキサノン	メタノール(5%) + ジクロロメタン混合液	ジクロロメタン	メタノール	酢酸エチル
注記 捕集条件は、試料ガス吸引流量 0.1 L/min で吸引時間 10 min, 及び脱着溶媒量を 1 mL 又は 2 mL で脱着時間を 1 時間とした場合に脱着率 90 % 以上となるようにする。				
注 ^{a)} 充填量の多い活性炭を使用する。				

Annex B

（参考）

測定物質への適用の確認方法

B.1 GC/MS法による対象とする測定物質の分析精度の確認

分析方法は本文で規定しており、改めて分析方法の検証を行う必要はない。ベンゼン、トリクロロエチレン、テトラクロロエチレン、ジクロロメタン、トルエン他公定法で適用の確認がされている物質以外については、本文 3.27.4 の精度管理に従う。GC/MS法の場合は、表 B.1 及び図 B.1 の確認事項及び判断基準に基づいて標準作業手順を作成し、試料採取及び分離定量操作全般を確認してから測定を開始する。ここに示している項目は、対象とする成分を定量する操作について、標準作業手順を作成する手引きとする項目である。一斉分析法では、多様な成分の測定が行えるが、対象とする成分の定量を行うには、事前に以下の評価及び検証を行わなくてはならない。具体的には、捕集方法を含めて測定の可否の判断を行い、測定機器の選択及び対象物質の測定条件の最適化を行うとともに、十分な検証が必要である。

B.1.1 測定成分の分析精度の確認事項と判断基準

表 B.1 に示す事項について、十分な検討を行う。

なお、判断基準の数値は測定の目的や、当事者間（分析者と分析依頼者の間）の取り決めで決定する。

表 B.1 測定成分の分析精度の確認事項及び判断基準

No	確認事項	判断基準
1	試料採取，前処理系からの汚染	汚染がない。
2	回収率	80 % ~ 120 % 以内である。
3	操作ブランク値，トラベルブランク値	目標定量下限値の 1/10 以下。
4	検出下限値及び定量下限値	<p>検出下限値 (MDL: Method Detection Limit) 及び定量下限値 (MQL: Method Quantification Limit) が目標検出下限値以下。</p> <p>検出下限値の算出は、次式による。</p> <p>定量下限値付近の濃度をもつ試料を用いて、所定の操作によって分析し、得られた分析値を試料濃度に換算する。この操作を 7 回以上繰り返して、その時の標準偏差 s から次式によって検出下限値を求める。</p> $MDL = t(n-1, 0.01) \times s$ <p>ここに、</p> <p>$t(n-1, 0.01)$: 危険率 1 %，自由度 $n-1$ の t 値 (片側)</p> <p>s: 標準偏差</p> <p>定量下限値の算出は、次式による。</p> <p>前処理，試料液調製及び測定に至る全操作を行い、分析値を求める。1 回の分析に供試する調製試料の量は実試料と同じとし、この操作を 7 回以上繰り返す。</p>

		<p>て、MDL算出の基礎データとする。 分析方法の定量下限値（MQL）は、MDLの算出に用いた標準偏差 s の10倍値とする。</p> $MQL = 10 \times s$
5	試料の濃度範囲と定量可能範囲（検量線）の対応性（ガスクロマトグラフィー質量分析法の場合）	<p>標準系列の3回以上の繰り返し分析で得られた個々の相対感度係数（RRF: Relative Response Factor）の相対標準偏差が20%以内。</p> <p>相対感度係数（RRF: Relative Response Factor）の算出は、次式による。</p> <p>装置検出下限値（IDL: Instrument Detection Limit）の2倍程度の濃度を検量線の最低濃度とし、直線性が成立する範囲において5段階以上の濃度をもつ標準液を調製し、それぞれに内標準（サロゲート）物質を添加する。これを検量線作成用の標準系列とし、個々の標準液を3回以上繰り返し分析して、使用する装置固有の相対感度係数（RRF）を求める。RRFは対象物質とそれに対応させる内標準（又はサロゲート）物質の濃度比と応答比（ピーク面積比など）の関係から、次式によって求める。</p> $RRF = (C_{is}/C_s) \times (A_s/A_{is})$ <p>ここに、</p> <p>C_{is}: 標準溶液中の内標準物質の濃度 C_s: 標準溶液中の測定対象物質の濃度 A_s: 標準溶液中の測定対象物質の応答値 A_{is}: 標準溶液中の内標準物質の応答値</p>
6	測定対象物質に対する妨害物質	不検出である。
7	吸着捕集での捕集効率と破過容量及び回収率	捕集効率及び回収率が80%以上ある。 破過容量を超えない。
8	再現性	二重測定の結果が70%～130%以内である。
9	採取試料の保存安定性	対象物質の濃度が90%以上ある。

注記 測定成分の分析精度の確認事項及び判断基準は、次の環境省環境保健部のホームページを参照。

<https://www.env.go.jp/chemi/kurohon/http2004/02moni-manu/000moni-manu.htm>

B.2 GC/MS法による測定成分の確認方法

GC/MS法による測定成分の確認作業のフローを、図B.1に示す。

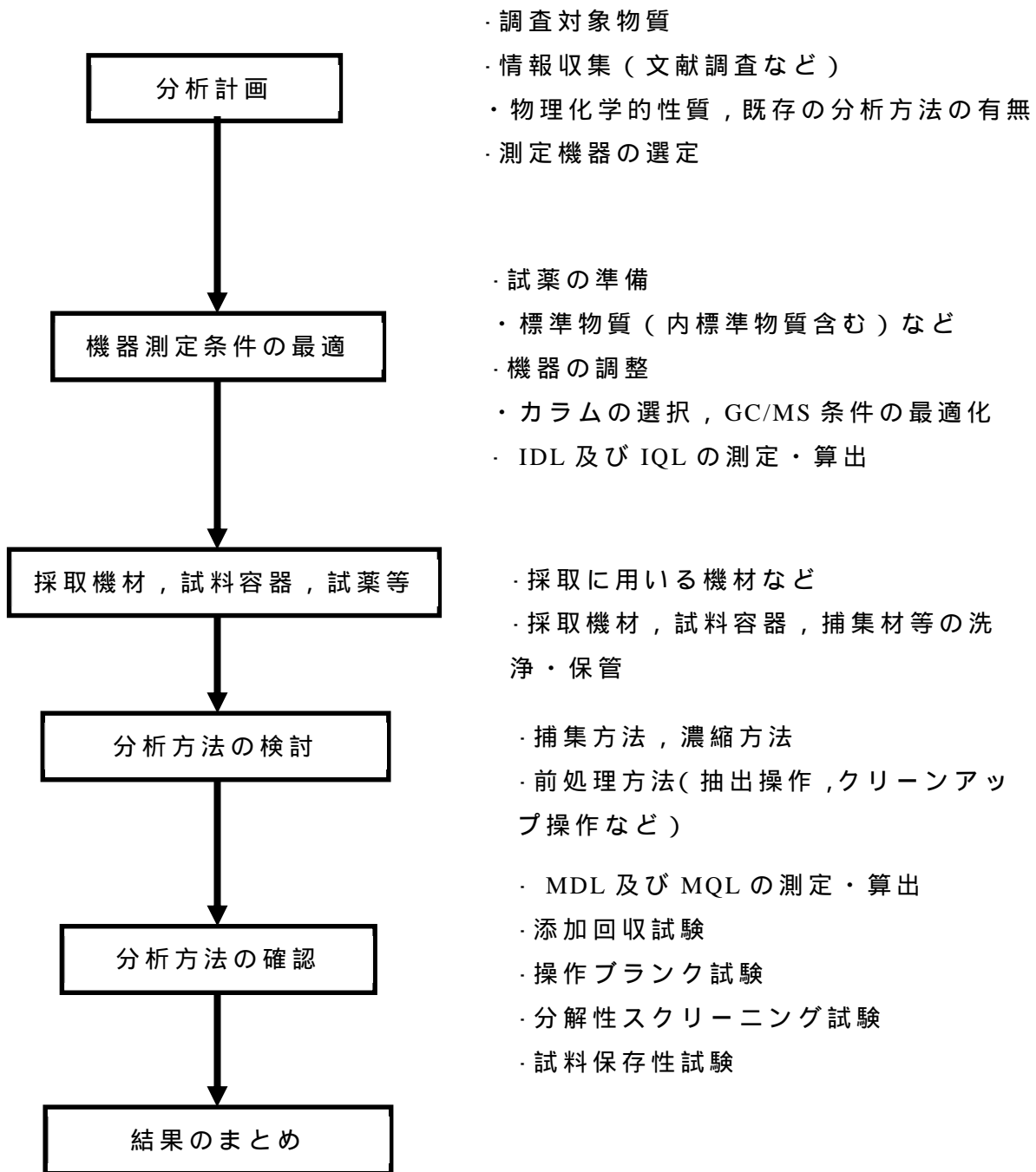


図 B.1 測定成分の確認作業のフロー図

Annex C

検量線（関係線）の作成方法

C.1 検量線（関係線）の作成

検量線（関係線）は、試料の捕集方法、並びに検出器及び機器への導入方法に合わせて作成するため、標準ガスから作成する場合と標準液から作成する場合とがある。

C.2 内標準法

前処理における回収率の変動、試料導入量の変動、分析種の試料導入部での吸着など、測定時における各種の変動の影響を避け、正確な定量値を得るためには、内標準法を用いる。特に、分析種がごく微量の場合には変動が大きくなるので、この方法によることが望ましい。

C.3 絶対検量線法

質量分析計以外の検出器を用いる場合において、適切な内標準物質がないときに用いる。

C.4 検量線（関係線）の作成方法

C.4.1 検量線（関係線）の作成のための試料調製方法

検量線（関係線）作成のための試料調製は、次の方法によって行う。

a) 捕集バック法及び捕集瓶法の場合 捕集バック法及び真空瓶捕集法の場合は、市販の標準ガスから検量線を作成する場合と、液体の標準物質を気化させて作製した標準ガスを用いて検量線を作成する場合とがある。

1) 市販の標準ガスを用いる場合は、次の手順で作成する。

1.1) 3.27.3.1 (1) b)の 2)で調製した検量線用標準ガス及び内標準ガスの入った数個のガス捕集瓶から、気体用シリンジを用いてそれぞれその一定量（0.2 mL～1 mL）を採取し、ガスクロマトグラフに導入し測定する¹¹⁾。

1.2) 測定機器に応じた定量操作を行う。

1.3) 得られたクロマトグラムの測定対象物質のピク面積比と測定対象物質の質量との関係をプロットして検量線を作成する。

1.4) 内標準物質の添加を行う場合は、得られたクロマトグラムの測定対象物質と内標準物質の定量用 m/z のピク面積比と測定対象物質と内標準物質の質量比との関係をプロットして検量線を作成する。

2) 液体の標準物質から標準ガスを作製する場合は、次の手順で作成する。

2.1) 3.27.3.1 (1) a)の 1)又は 3)の標準物質を正確に量り取り¹²⁾、あらかじめ内部を空気又は窒素で洗浄し、置換しておいた 3.27.2.2 (1) の c)の捕集瓶に注入して、気化させる。

2.2) 内標準物質の添加を行う場合には、3.27.3.1 (1) a)の 4)の標準物質を正確に量り取り¹²⁾、あらかじめ内部を空気又は窒素で洗浄し、置換しておいた 3.27.2.2

(1)の c)の捕集瓶に注入して¹³⁾、気化させる。

2.3) C.4.1 a) 1)の 1.1)で調製した検量線用標準ガスの入った数個のガス捕集瓶から、気体用シリンジを用いてそれぞれその一定量(0.2mL~1 mL)をとり、ガスクロマトグラフに導入し測定する¹⁴⁾。

2.4) C.4.1 a) 1)の 1.2)に同じ。

2.5) C.4.1 a) 1)の 1.3)に同じ。

2.6) C.4.1 a) 1)の 1.4)に同じ。

注¹¹⁾ 検量線作成時と試料測定時とが同じ室温にならない場合は、各々の測定時の室温を計測し、測定機器へ導入した量の補正を行う必要がある。

¹²⁾ 標準物質は、使用する標準液の質量を測定するか、又は標準液温度若しくは標準液が室温と同じになる場合は、検量線用標準ガス作製時の室温及び標準液試料の液量から注入量を計算する。

¹³⁾ 標準物質注入前後の捕集瓶の質量を正確に測定できない場合は、注入に用いたシリンジの標準物質注入前後の質量を測定する。

¹⁴⁾ 作製した標準ガスの濃度が高い場合には、別の捕集瓶を用いて希釈する。

b) 固体吸着・加熱脱着法の場合 固体吸着・加熱脱着法の場合は、標準液を捕集管に固体吸着させて検量線を作成する場合と、標準ガスを捕集管に固体吸着させて検量線を作成する場合とがある。

1) 標準液を固体吸着させる場合は、次の手順で作成する。

1.1) 捕集管に一定流量でキャリアーガスを流す。

1.2) 3.27.3.1 (1) b)の 1)で調製した検量線用標準液を原液~1/100に希釈して、数段階の標準濃度系列を調製する。

1.3) 調製した標準濃度系列からそれぞれ一定量(1 μL程度)を正確に分取して、吸着剤の手前からキャリアーガス中に添加して捕集管の吸着剤部分に捕集する。

1.4) 内標準物質の添加を行う場合は、3.27.3.1 (1) b)の 1)で調製した内標準液の一定量(1 μL程度)を正確に分取して、捕集管の吸着剤部分に添加する。

1.5) 捕集管を測定機器に取り付け、測定機器に応じた定量操作を行う。

1.6) 得られたクロマトグラムの測定対象物質のピク面積比と測定対象物質の質量との関係をプロットして検量線を作成する。

1.7) 内標準物質の添加を行う場合は、得られたクロマトグラムの測定対象物質と内標準物質の定量用 m/z のピク面積比と測定対象物質と内標準物質の質量比との関係をプロットして検量線を作成する。

2) 標準ガスを固体吸着させる場合は、次の手順で作成する。

2.1) 捕集管に一定流量でキャリアーガスを流す。

2.2) 3.27.3.1 (1) b)の 2)で調製した検量線用標準ガスの入った数個のガス捕集瓶から、気体用シリンジを用いてそれぞれその一定量(0.2 mL~1 mL)を採取し、捕集管の入口側から吸着剤の手前からキャリアーガス中に添加して捕集管の吸着剤部分に捕集する。

2.3) 内標準物質の添加を行う場合は、3.27.3.1 (1) b)の 2)で調製した内標準ガスの入ったガス捕集瓶から、気体用シリンジを用いて一定量(0.2 mL~1 mL)を採

取し、捕集管の入口側から吸着剤の手前からキャリアーガスに添加して捕集管の吸着剤部分に捕集する。

2.4) C.4.1 b) 1)の 1.5)に同じ。

2.5) C.4.1 b) 1)の 1.6)に同じ。

2.6) C.4.1 b) 1)の 1.7)に同じ。

C.4.2 固体吸着 - 加熱脱着法における検量線作成用捕集管の調製例

C.4.1 b)の 1)及びC.4.1 b)の 2)で用いる検量線作成用の捕集管の調製方法の例を示す。図 C.1 に示したような標準液導入系を用いて捕集管に添加する。流量が $50 \text{ mL} \sim 100 \text{ mLmin}^{-1}$ に制御された清浄なガスを捕集管に接続し、目的とする成分を含む標準試料の一定量を捕集管に添加する。1分間～2分間後に取り外し、検量線作成用の標準試料とする。

添加量の例を示す。

- ・ 3本の捕集管に、それぞれ 10 ppm、50 ppm 及び 100 ppm (= $\text{ng}/\mu\text{L}$) の標準液をシリンジを用いて $1 \mu\text{L}$ ずつ添加する。
- ・ 検量線の濃度は、絶対量として 10 ng、50 ng 及び 100 ng となる。

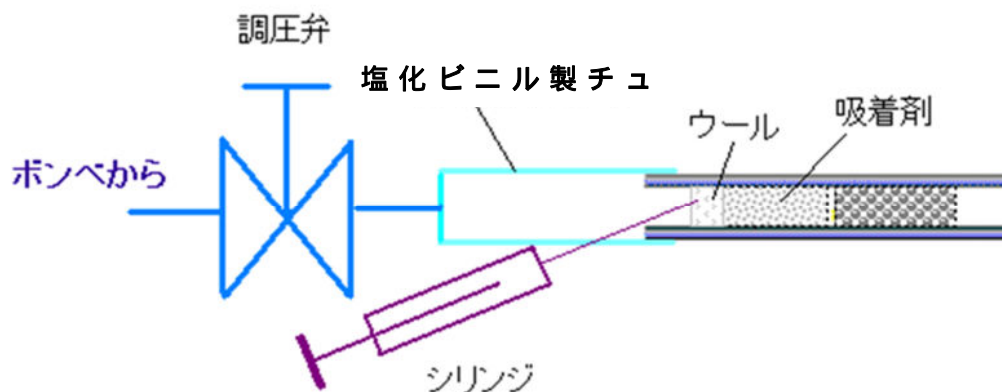


図 C.1 目的成分添加による標準試料調製系の例

C.4.3 検量線又は関係線の作成

検量線又は関係線は、次の方法によって作成する。

- a) 内標準法 装置を試料の場合と同一条件に設定し、あらかじめ、分析種の純物質 (X) の既知量 (M_x) に内標準物質 (S) の既知量 (M_s) を加えた一連の検量線作成用試料の一定量を、順次装置に導入する。選択イオンモニタリング (SIM) 又は全イオン電流モニタリング (scan) によって分析種及び内標準物質に特徴的なイオンを検出し、得られたそれぞれのクロマトグラム上のピーク面積を測定する。

横軸に M_x と M_s との $\left[\frac{M_x}{M_s} \right]$ 比をとり、縦軸に X のピーク面積 (A_x) と S のピーク

ク面積 (A_s) との比 $\left[\frac{A_x}{A_s}\right]$ をとって, 関係線を作成する。その関係式の例を図 C.2 に示す。

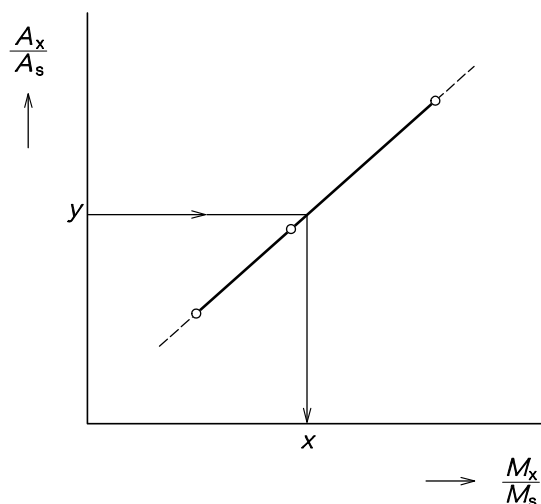


図 C.2 内標準法による関係線の例

試料の既知量 (p) に対して内標準物質の既知量 (q) を関係線の範囲内に入るように適切に加えて均一に混合し, 内標準物質のピークが関係線作成の際とほぼ同じ大きさになるように導入量を加減し, 同一条件の下でクロマトグラムを記録する。

クロマトグラムから分析種のピーク面積 (A'_x) と内標準物質のピーク面積 (A'_s) との比 $y = \left[\frac{A'_x}{A'_s}\right]$ を求め, 次に関係線から分析種量 (M'_x) と内標準物質質量 (M'_s) との比

$x = \left[\frac{M'_x}{M'_s}\right]$ を求めて, 次の式によって含有率 C (%) を算出する。

$$C = \frac{x \times q}{p} \times 100$$

ここに,

C : 分析種の含有率 (%)

x : 図 C.2 の関係線から求めた分析種量と内標準物質質量との比

p : 試料の既知量

q : 内標準物質の既知量

ただし, p, q は同じ単位を用いる。

- b) 絶対検量線法 一連の検量線作成用試料の一定量を, 分析計の操作方法に従い測定し, クロマトグラムを記録して分析種のピーク面積を求める。次に, 成分量

を横軸に、ピーク面積を縦軸にとって検量線を作成する。このときの既知量は測定点を代表するものを選ぶ。検量線の例を図 C.3 に示す。

同一条件の下で試料を導入し、クロマトグラムを記録し、ピーク面積から検量線によって被検各成分の量を求め、試料中の含有量を算出する。この方法では、全測定操作を厳密に一定条件にして行わなければならない。

試料注入量のばらつきを押さえるために、自動の試料導入装置を使用するのが望ましい。

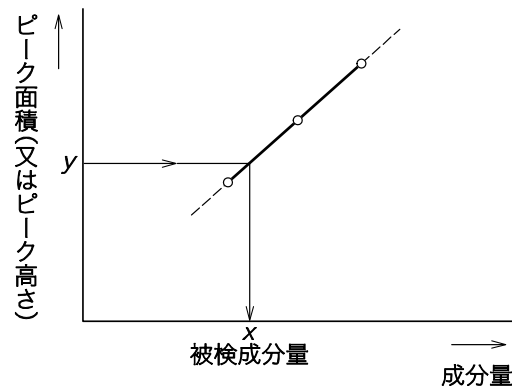


図 C.3 絶対検量線法による検量線の例

Annex D (参考) 吸着剤の種類

D.1 吸着剤の種類

3.27.3.1 (2) d) の図 10 及び図 11 に示すトラップ管（冷却濃縮）に使用する吸着剤の例を、次に示す。

- ・ グラファイトカーボン（Carbotrap）
- ・ グラファイトカーボン（Carbopack）
- ・ グラファイトカーボン（Carbograph TD-1）
- ・ カーボンモレキュラーシープ（Carbosieve S-III）
- ・ カーボンモレキュラーシープ（Carboxen 569）
- ・ カーボンモレキュラーシープ（Carboxen 1000）
- ・ ポリ（スチレン）リ（スジビニルベンゼン）（Chromosorb 102）
- ・ ポリスチレン（Chromosorb 106）
- ・ ビニルピロリドン（Porapak N）
- ・ ポリ（エチルビニルベンゼン）リ（エジビニルベンゼン）（Porapak Q）
- ・ カーボンモレキュラーシープ（Spherocarb）
- ・ ポリ(2,6-ジフェニル-p-フェニレンオキシド)（Tenax TA）
- ・ グラファイト化ポリ(フェニレンオキシド)（Tenax GR）

注記 CarbotrapTM、CarbopackTM、Carbograph TD-1TM、Carbosieve S-IIITM 及び CarboxenTM は、Supelco, Inc., USA の登録商標。TenaxTM は、Enka Research Institute, NV, NL の登録商標。ChromosorbTM は、Manville Corp, USA の登録商標。PorapakTM は、Waters Associates Inc., USA の登録商標。SpherocarbTM は、Analabs Inc., USA の登録商標。

この情報は、このマニュアルの利用者の便宜を図るものであり、この名称の製品を推奨するものではない。その他のものが同じ性能を示すものであれば、用いてもよい。

Annex E (参考) 吸着剤選択の手引

E.1 吸着剤選択の手引

捕集管に用いる吸着剤を選択する際の手引を、表 E.1 に示す。

吸着剤は、粒径 0.18 mm ~ 0.25 mm (60 メッシュ ~ 80 メッシュ) が推奨される。あらかじめ充填された市販の捕集管、又は各吸着剤を用いた捕集管を作成する場合、捕集管に充填した後、不活性ガスを流しながら最高使用温度より 25 °C 以上低い温度で一晩加熱して、前処理を行う。分析時の脱離温度は、前処理温度よりも低く保つことが望ましい。

表 E.1 吸着剤選択の手引

捕集管用吸着剤	分析できる揮発性の範囲	最高使用温度 ^{a)}	比表面積 m ² /g	分析対象成分例
CarbotrapTMC CarbopackTMC	n-C ₈ ~ n-C ₂₀	> 400	12	n-C ₈ から n-C ₁₆ の揮発性の範囲のアルキルベンゼン, 脂肪族化合物
Tenax TM TA	沸点 100 ~ 400 n-C ₆ ~ n-C ₂₆	350	35	芳香族, 無極性化合物 (沸点 > 100 °C), 揮発性の低い極性化合物 (沸点 > 150 °C)
Tenax GR	沸点 100 ~ 450 °C n-C ₇ ~ n-C ₃₀	350	35	アルキルベンゼン, 気相の多環芳香族炭化水素, ポリ塩化ビフェニル, 上記 Tenax TA と同じ
Carbotrap Carbopack B Carbograph TD-1	(n-C ₄)n-C ₅ ~ n-C ₁₄	> 400	100	ケトン, アルコール及びアルデヒド (沸点 > 75 °C), 揮発性のある全ての無極性化合物, ペルフルオロカーボントレーサーガス
Chromosorb TM 102	沸点 50 ~ 200	250	350	含酸素化合物, 塩化メチレンより揮発性の低いハロホルムを含む広範囲な VOC
Chromosorb 106	沸点 50 ~ 200	250	750	n-C ₅ から n-C ₁₂ の炭化水素を含む広範囲な VOC, 揮発性酸化化合物
PorapakTMQ	沸点 50 ~ 200 n-C ₅ ~ n-C ₁₂	250	550	含酸素化合物を含む広範囲な VOC
Porapak N	沸点 50 ~ 150 n-C ₅ から n-C ₈	180	300	揮発性含窒素化合物
Spherocarb TM b)	沸点 - 30 ~ 150 n-C ₃ ~ n-C ₈	> 400	1 200	塩化ビニル, 酸化エチレン, 二硫化炭素, 高揮発性化合物 (例: CH ₂ C ₁₂), 揮発性化合物 (例: メタノール, エタノール及びアセトン)
Carbosieve TM S-III 又は Carboxen TM	沸点 - 60 ~ 80	400	800	C ₃ , C ₄ 炭化水素, 揮発性ハロホルム及びフロンなどの高揮発性化合物

1000 ^{b)}				
Molecular sieve ^{c)}	沸点 - 60 ~ 80	350	-	1,3-ブタジエン及び酸化窒素
注記 登録商標の種類（名称）は，Annex D に示す。 注 ^{a)} 最高使用温度は，前処理温度又は分析時の脱離温度と同一ではない。 ^{b)} これらの吸着剤は，幾らかの水分を保持する。相対湿度が 90 % を超える場合は，安全試料採取量を 1/10 に減らすことが望ましい。 ^{c)} 親水性である。特別な対策をしないで高湿度条件下で使用しないよう，注意する。				

Annex F (参考) 吸着剤使用の手引

F.1 吸着剤使用の手引

吸着剤使用方法の手引を、表 F.1 に示す。

表 F.1 吸着剤使用の手引

捕集管用吸着剤	最高使用温度	疎水性	前処理時の温度 ^{a)} 及びガス流量	分析時の脱離温度 及びガス流量	推奨冷却トラップ充填剤
Carbotrap C Carbopack C	400 を超え	あり	350 100 mL/min	325 30 mL/min	Tenax 又は Carbopack C
Tenax TA	350	あり	330 100 mL/min	300 30 mL/min	Tenax
Tenax GR	350	あり	330 100 mL/min	300 30 mL/min	Tenax
Carbotrap Carbopack B Carbograph TD-1	400 を超え	あり	350 100 mL/min	325 30 mL/min	Tenax 又は Carbopack B
Chromosorb 102	250	あり	250 100 mL/min	250 30 mL/min	Carbopack B + カーボン モレキュラーシーブ の二層充填 又は Chromosorb 102
Chromosorb 106	250	あり	250 100 mL/min	250 30 mL/min	Carbopack B + カーボン モレキュラーシーブ の二層充填 又は Chromosorb 106
Porapak Q	250	あり	250 100 mL/min	225 30 mL/min	Carbopack B + カーボン モレキュラーシーブ の二層充填 又は Porapak Q
Porapak N	180	あり	180 100 mL/min	180 30 mL/min	Carbopack B + カーボン モレキュラーシーブ の二層充填 又は Porapak N
Spherocarb ^{b)}	400 を超え	なし	400 100 mL/min	390 30 mL/min	Carbopack B + カーボン モレキュラーシーブ 二層充填 又は Spherocarb
Carbosieve S-III Carboxen 1000 ^{b)}	400	なし	350 100 mL/min	325 30 mL/min	Carbopack B + カーボン モレキュラーシーブ の二層充填 又はカーボン モレキュラーシーブ の単層
Molecular sieve ^{c)}	350	なし	330 100 mL/min	300 30 mL/min	Carbopack B + カーボン モレキュラーシーブ の二層充填 又はカーボン モレキュラーシーブ

					の単層
Tenax/Carbopack B 複合サンブラ	350	あり	330 100 mL/min	300 30 mL/min	Tenax
Carbopack B/カー ボンモレキュラ ーシープ ^{b)} 複合 サンブラ	400	なし	350 100 mL/min	325 30 mL/min	Carbopack B + カー ボンモレキュラーシ ープの二層充填
Carboxen 1000 シ リーズ複合サン ブラ	400	なし	350 100 mL/min	325 30 mL/min	Carbopack B + カー ボンモレキュラーシ ープの二層充填
<p>注記 登録商標の種類（名称）は，Annex D に示す。</p> <p>注 a) 前処理時の温度は，分析時の脱離温度と同一ではない。</p> <p>b) これらの吸着剤は，幾らかの水分を保持する。相対湿度が 90 % を超える場合は，安全試料採取量は 1/10 に減らすことが望ましい。</p> <p>c) かなり親水性をもつ。特別な対策をしないで高湿度条件下で使用しないよう，注意する。</p>					

Annex G (参考) 破過容量の測定

G.1 破過容量の測定に影響を与える因子

破過容量の測定に影響を与える因子を、次に示す。

影響を与える因子（同一の吸着剤で）

- ・ 充填剤の量（充填長さ，捕集管の内径），メッシュ（充填密度）
- ・ 捕集管の温度
- ・ キャリヤーガスの流量（捕集管の内径，線速度）
- ・ 試料成分の濃度
- ・ 共存する水分

破過容量は，吸着剤の量と密接に関係するが，吸着剤を充填する量は，捕集管の内径と長さによって決まる。一般に，破過容量は，断面積が一定な場合，吸着剤の長さに比例する。温度については，補正保持容量の対数が絶対温度の逆数に比例することから，実際に使用する温度より高い温度で破過容量測定し，これから外挿して使用環境の最高温度での破過容量を求める（保持容量と破過容量との関係は，ppm程度の濃度領域ではほぼ同じと考えてよい）ことができる。

図 G.1 に GC 法による破過容量測定概念図を示す。

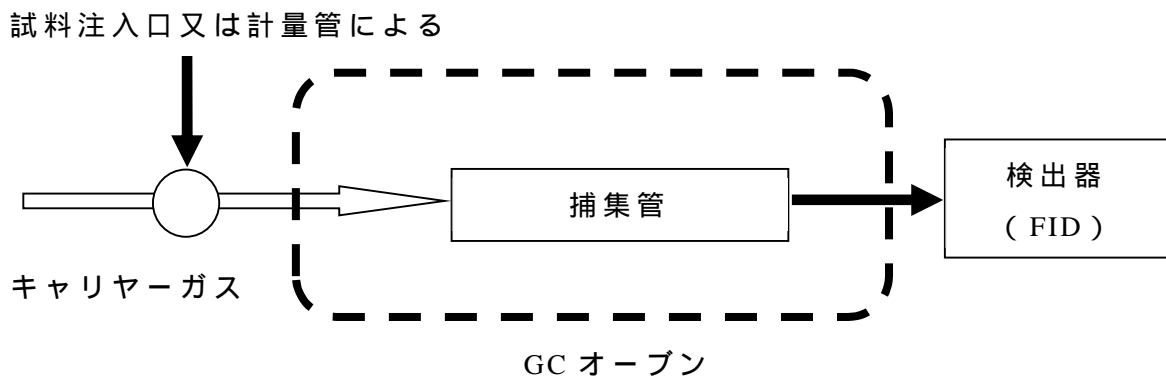


図 G.1 GC 法による破過容量測定概念図

G.2 一定温度での破過容量測定（捕集管温度を 35℃，及び希釈ガス流量を 100 mL に固定した場合）

捕集管温度と希釈ガス流量を固定して，希釈ガス量（試料量）とピーク面積比から破過容量を求める。

- ・ 使用する標準試料の濃度と試料量が 100 ppm/10 mL 又は 10 ppm/100 mL のいずれかを捕集管入口に添加する。
- ・ 希釈ガス（試料採取）量；0.5 L，1.5 L，10 L，20 L，50 L で展開する（1 L 採取時の平均濃度 1 ppm に相当する濃度で試験する。）

- ・ この捕集管を回収装置に取り付け測定し、0.5 L 採取時のピーク面積と比較しピークが小さくなった時点で中間の希釈量を調べる。
- ・ この操作を繰り返すことで破過容量が求められる。

図 G.2 に、一定温度での破過容量測定における試料量とピーク面積比との関係を示す。

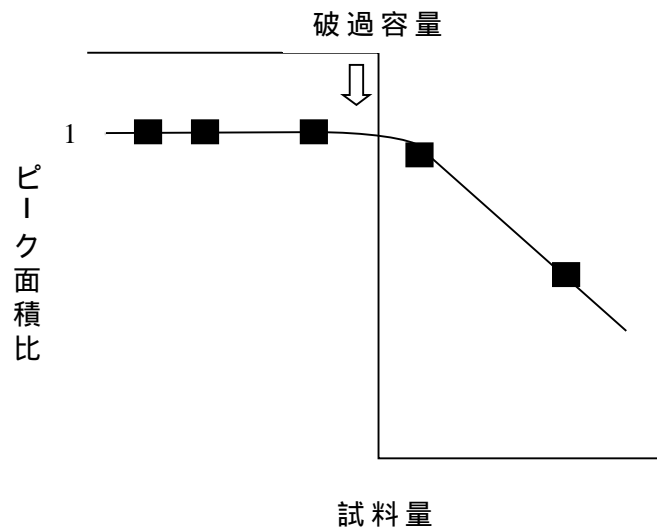


図 G.2 破過容量の測定における試料量とピーク面積比との関係

G.3 温度を変化させる破過容量の測定（温度を変数として、流量一定及び試料量を一定にした場合）

希釈ガス流量と希釈ガス量（試料量）を固定して、捕集管の温度を変化させて破過容量を求める。

破過容量が 5 L を超えるような捕集管では、温度を高くして短時間の内にピークを抽出し、ガスクロを利用して測定を行う。保持容量の対数と捕集管温度（絶対温度）との逆数は比例するため、3 点程度温度を変えて測定し、外挿により破過容量を求める。

図 G.3 に、温度を変化させた場合の破過容量測定の推定結果を示す。

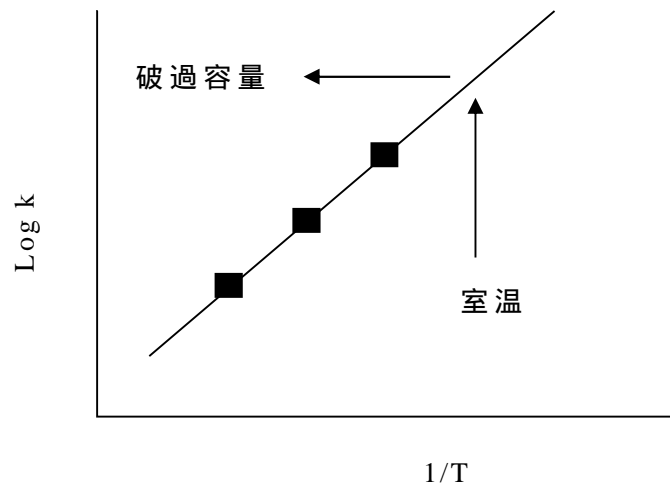


図 G.3 破過容量の推定

Annex H (参考)

固体吸着法における回収率の測定

H.1 回収率の測定

固体吸着法による回収率は，試料導入装置への導入，並びに捕集管への捕集及び試料導入装置での回収の比較を行い，回収率を求める。捕集管への対象成分の添加は，捕集管に一定流量で希釈ガスを流しながら，入口から一定量の標準試料を注入する。

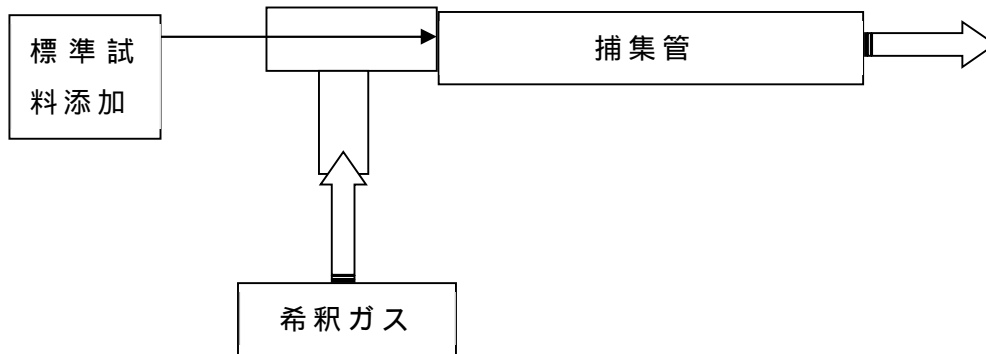


図 H.1 回収率測定概念図

H.2 回収率の測定例

混合標準液を希釈ガスを流しながら捕集管に注入し，24時間冷暗所に保管後，二硫化炭素又はアセトンの脱着溶媒で脱離させ，回収率の測定を行った例を次の H.2.1～H.2.5 に示す。

H.2.1 試験条件

H.2.1.1 捕集及び分析条件

固相には活性炭，シリカゲル，球状活性炭及び球状活性炭ジャンボ型の4種類を用い，回収率及び破過の確認を $n=3$ で行った。また，分析装置は汎用分析用の無極性カラムを装着した GC/FID によって定量し，併せて検量線の直線性も確認した。

H.2.1.2 標準物質の導入量

使用する固相への標準物質の導入量は，排ガスを 0.1 L/min で 20 分間採気した際，5 種類の有機溶剤を想定し，脱着溶媒を 2 mL 及び分析装置への導入量を 1 μ L の条件下では，概ね，次の表 H.1 のとおりとする。

表 H.1 標準物質導入量

有機溶剤	標準物質導入量 (μ g)		ガス濃度換算値 (ppm)	
	低濃度	高濃度	低濃度	高濃度
1 ベンゼン	0.872 5	87.25	0.25	25
2 トリクロロエチレン	11.73	234.5	2.0	40
3 テトラクロロエチレン	18.5	370	2.5	50
4 ジクロロメタン	18.95	379	5.0	100
5 トルエン	8.22	164.4	2.0	40

H.2.1.3 試薬

試薬は、次を用いた。

- ・ ベンゼン（ > 99.5 % ）
- ・ トリクロロエチレン（ > 99.5 % ）
- ・ テトラクロロエチレン（ > 99 % ）
- ・ ジクロロメタン（ 99.5 % ）
- ・ トルエン（ 99.8% ）
- ・ 二硫化炭素（作業環境測定用）
- ・ アセトン（残留農薬・PCB試験用）

H.2.1.4 固相及び吸引ポンプ

固相及び吸引ポンプは、次を用いた。

- ・ 固相：活性炭（100 mg/50 mg）
シリカゲル（520 mg/26 mg）
球状活性炭（100 mg/50 mg）
球状活性炭ジャンボ型（400 mg/200 mg）
- ・ 吸引ポンプ：流量可変範囲 0.050～0.500 L/min のもの

H.2.1.5 サンプルング

2 L（0.1 L/min で 20 分間）のサンプルングを想定して、測定手法の検討を行った。
試料採取後の捕集管は、キャップをして冷蔵庫（4℃）で保管した。

H.2.1.6 試料調製

試料調製は、4 mL バイアル瓶に捕集剤を移し入れ、2 mL の二硫化炭素又はアセトンを添加した後、時々振り混ぜながら 60 分間以上脱着を行った。

H.2.1.7 測定機器

用いた測定機器の測定条件を、表 H.2 及び表 H.3 に示す。

表 H.2 GC/FID 測定条件（脱着溶媒：二硫化炭素）

装置	GC/FID GC2014
カラム	ULBON HR-1（0.53 mmI.D.×30 m）
キャリアーガス	He 150 kPa
注入量	1 μL
注入法	スプリットレス
オープン温度	40（8 min 保持）→ 10 /min → 100（8 min 保持）
注入口温度	200
検出器温度	230
検量線	絶対検量線法

表 H.3 GC/FID 測定条件（脱着溶媒：アセトン）

装置	GC/FID GC2014
カラム	ULBON HR-1（0.53 mmI.D.×30 m）
キャリアーガス	He 150 kPa
注入量	1 μL
注入法	スプリットレス
オープン温度	50（5 min 保持）→ 10 /min → 80（20 min 保持）

注入口温度	200
検出器温度	230
検量線	絶対検量線法
注記	アセトン脱着の本条件下で、ジクロロメタンについては分離不能であった。

H.2.2 ブランク

脱着溶媒及び捕集剤のブランク試験を行ったが、本検討対象 VOC は検出されず、妨害ピークも認められなかった。

H.2.3 検量線

100 mL 全量フラスコの標線付近まで二硫化炭素又はアセトンを入れた後、1 mL 全量ピペットを用いて標準物質を 1 mL 添加して、二硫化炭素又はアセトンで標線まで満たし、1/100 の標準原液を調製した。これを順次希釈して、固相への混合有機溶剤の導入量及び設定値の低濃度から、高濃度が含まれる混合標準系列 3 濃度(低濃度未満、低濃度 < 高濃度及び高濃度 <)を調製し、検量線の直線性について確認を行った。

結果は、図 H.1 ~ H.6 のようになり、良好な直線性を得ることができた。

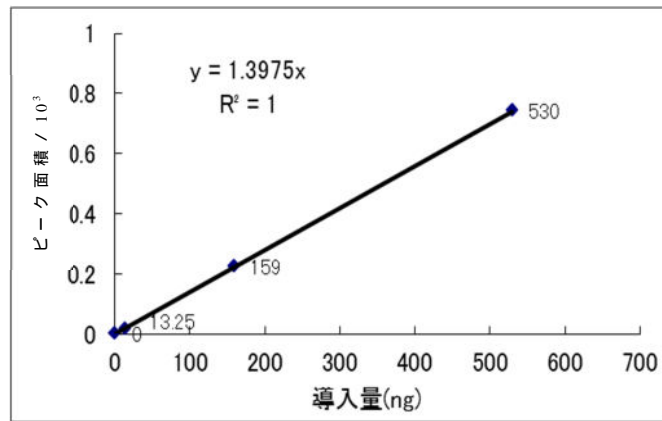
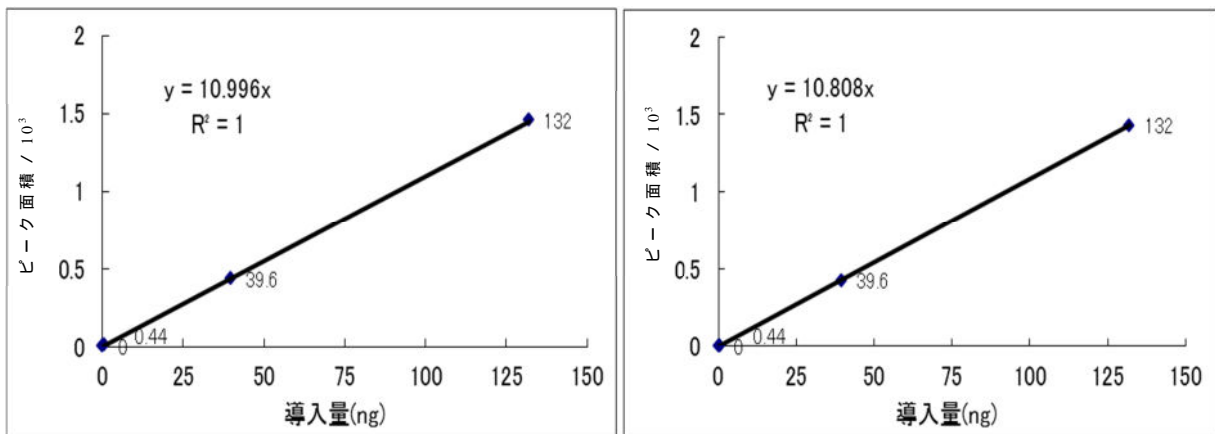


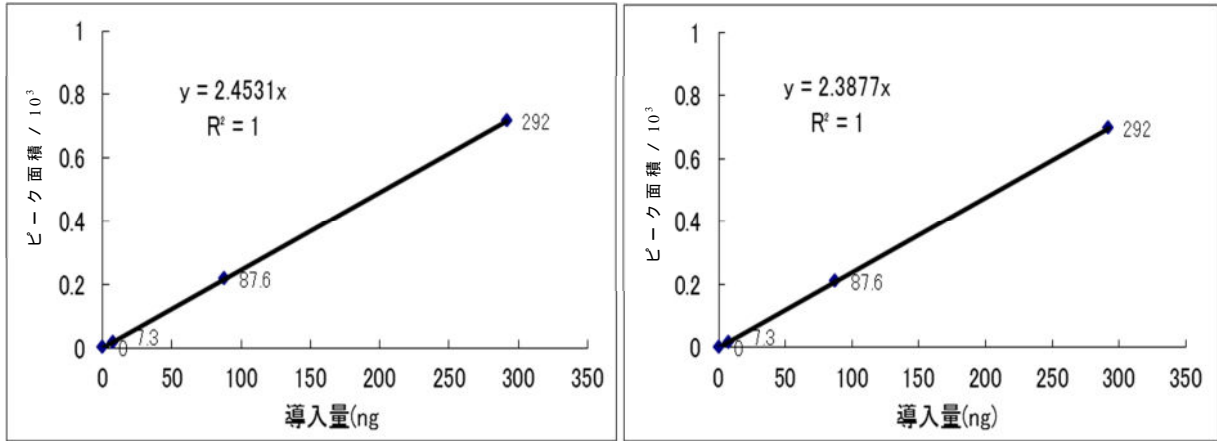
図 H.2 - ジクロロメタン検量線（脱着溶媒：CS₂）



a) 脱着溶媒：CS₂

b) 脱着溶媒：アセトン

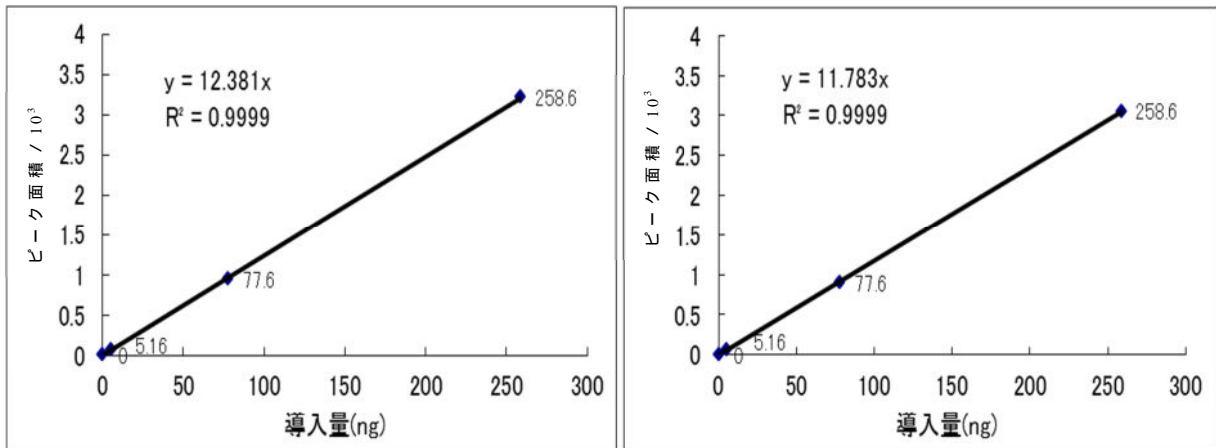
図 H.3 ベンゼン検量線



a) 脱着溶媒：CS₂

b) 脱着溶媒：アセトン

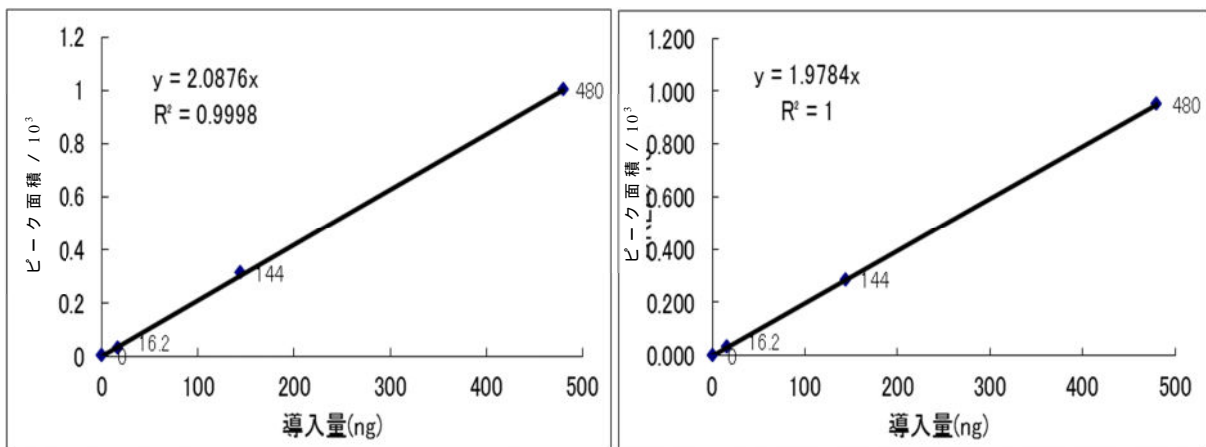
図 H.4 トリクロロエチレン検量線



a) 脱着溶媒：CS₂

b) 脱着溶媒：アセトン

図 H.5 トルエン検量線



a) 脱着溶媒：CS₂

b) 脱着溶媒：アセトン

図 H.6 - テトラクロロエチレン検量線

H.2.4 回収率

試料を 0.1 L/min で 20 分間採気したとき，既定のガス濃度換算値となるよう，捕集管に混合標準液の低濃度及び高濃度を各々添加し，更に 0.1 L/min で 20 分間通気し，一晚冷蔵庫保存（4 ）した。その後，H.2.1.6 に従い調製した試料を分析し，先に作成した検量線で回収量及び回収率を調べた。結果を表 H.4 に示す。

低濃度においては，いずれの固相も回収率 100 %程度で，CV±10 %となり，良好な結果が得られた。高濃度において物質によりやや差が認められ，1～2 割程度上回る回収率となった。

表 H.4 回収量（ μg ）及び回収率（%）

設定導入量	固相	n=3	
		最低回収量 μg (平均回収率 %)	最高回収量 μg (平均回収率 %)
ベンゼン 低濃度（0.88 μg 相当） 高濃度（87.13 μg 相当）	活性炭	0.935 (106)	105.6 (121)
	シリカゲル	0.913 (104)	105.9 (122)
	球状活性炭	0.905 (103)	107.8 (124)
	球状活性炭ジャンボ型	0.954 (108)	104.8 (120)
トリクロロエチレン 低濃度（11.63 μg 相当） 高濃度（245.7 μg 相当）	活性炭	11.48 (98.7)	266.3 (108)
	シリカゲル	11.94 (103)	275.6 (112)
	球状活性炭	11.70 (101)	268.7 (109)
	球状活性炭ジャンボ型	11.70 (101)	263.7 (107)
テトラクロロエチレン 低濃度（18.38 μg 相当） 高濃度（385 μg 相当）	活性炭	18.51 (101)	408.3 (106)
	シリカゲル	18.44 (100)	413.8 (107)
	球状活性炭	18.43 (100)	410.5 (107)
	球状活性炭ジャンボ型	18.57 (101)	402.2 (104)
ジクロロメタン 低濃度（8.86 μg 相当） 高濃度（394 μg 相当）	活性炭	18.56 (98.4)	451.7 (115)
	シリカゲル	-	-
	球状活性炭	18.86 (100)	453.4 (115)
	球状活性炭ジャンボ型	19.21 (102)	446.5 (113)
トルエン 低濃度（8.15 μg 相当） 高濃度（170 μg 相当）	活性炭	8.113 (100)	194.2 (114)
	シリカゲル	8.239 (101)	202.0 (119)
	球状活性炭	8.202 (101)	194.0 (114)
	球状活性炭ジャンボ型	8.049 (98.8)	185.8 (109)

H.2.5 破過試験

試料を捕集管に 0.1 L/min で 20 分間採気したとき，既定のガス濃度換算値となるよう，捕集管に標準物質の低濃度用及び高濃度用を各々添加し，更に 0.1 L/min で 20 分間通気し，一晚冷蔵庫保存（4 ）した。その後，H.2.1.6 に従い調製した試料を分析した結果，低濃度及び高濃度ともに，2 層目からは VOC は検出されず，破過は認められなかった。

Annex I (参考) 保存性の確認

I.1 保存性の確認

保存性の確認は、Annex Gと同様の操作を行い、捕集管に対象物質を添加し密栓する。試験する保存期間を1週間程度として、次の方法で行う。参考文献[3]

- a) 標準採取量を捕集した際に、捕集される対象成分の3濃度（定量範囲の下限、中間、及び上限）相当量を捕集管に直接添加し、保存期間確認の分析数に対応した各5試料（n=5）を作成する。
- b) 常温（20℃）又は保冷（4℃）で、0日、1日、3日及び5日間保存する。保存後、分析を行い、保存性の確認を行う。
なお、一部の対象物質には冷凍保存が必要なものもある。
- c) 分析の結果、対象物質の濃度が90%以上の場合、その時点で保存性が確保されているものとする。

Annex J (参考) 検知管法

J.1 一般事項

検知管法は、現場測定での環境管理、又は化学分析方法での測定に当たって、排ガス濃度の概略値を事前に簡便に求めることができるなど有益であるため、この Annex に示した。

検知管法は、事業者が日常の環境管理又はスクリーニングを目的として行うための簡便法であり、検知管法によって得られた測定結果をもって排出規制値と直接比較するものではない。

検知管法は、共存するガスの妨害が無視できる場合に、適用する。

J.2 分析方法の概要

検知管法の概要は、表 J.1 のとおりとする。

表 J.1 検知管法の概要

	検知管法の概要			
	要旨	試料採取	定量範囲	参照箇条
検知管法	a) 五酸化ヨウ素が還元されヨウ素を遊離して暗緑を呈する。 b) 酸化剤により塩化水素を生成し、指示薬は紫を呈する。	捕集バッグ法又は直接採取法による。 試料ガス採取量(捕集バッグ法): 5 L ~ 10 L 程度	a) 0.1 ~ 65 ppm 2.5 ~ 120 ppm 2 ~ 312 ppm b) 0.1 ~ 9.0 ppm 1 ~ 75 ppm 2 ~ 250 ppm 7 ~ 900 ppm	J.4.3
注記 1 要旨の a)は、ベンゼンの例を示す。 注記 2 要旨の b)は、テトラクロロエチレンの例を示す。 注記 3 定量範囲の a)は、ベンゼンの定量範囲を示す。 注記 4 定量範囲の b)は、テトラクロロエチレンの定量範囲を示す。				

J.3 装置及び器具

装置及び器具は、次による。

J.3.1 検知管

JIS K 0804 の 5.2 (検知管の品質及び性能) に規定した検知管。

J.3.2 ガス採取器

JIS K 0804 の 5.1 (ガス採取器の品質及び性能) に規定するシリンダー形真空方式のもの。

J.3.3 試料ガス採取装置

図 J.1 及び図 J.2 に例示する構成で行うことが望ましい。ただし，試料ガスの吸引流量は，0.5 L/min ~ 1 L/min とする。

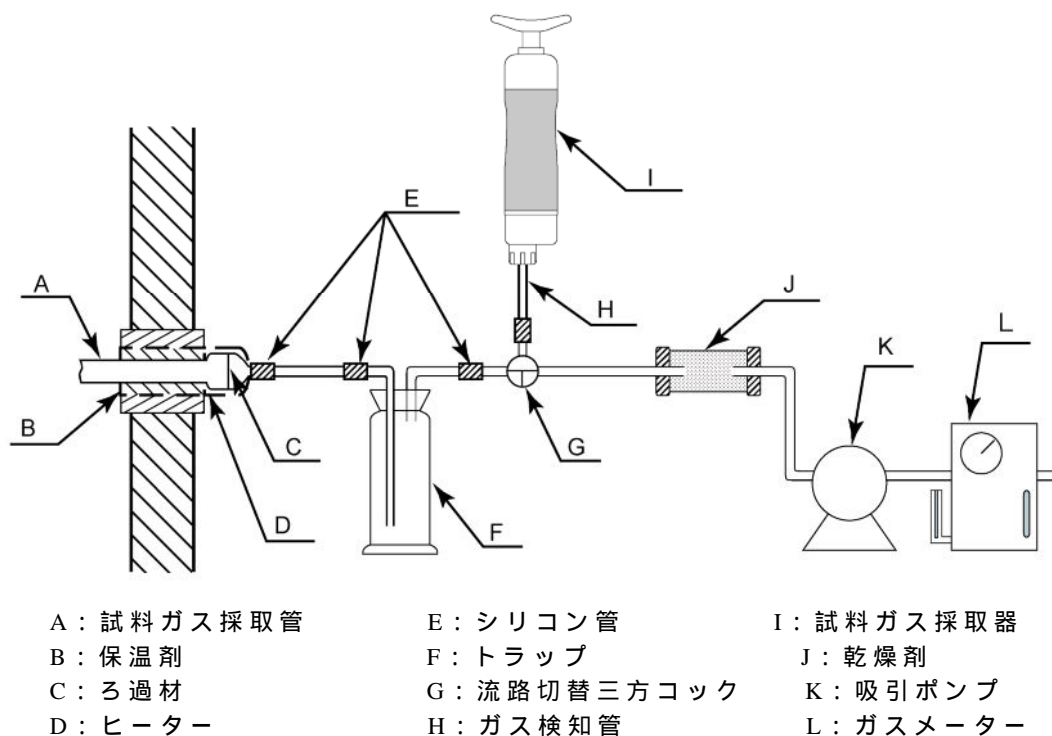
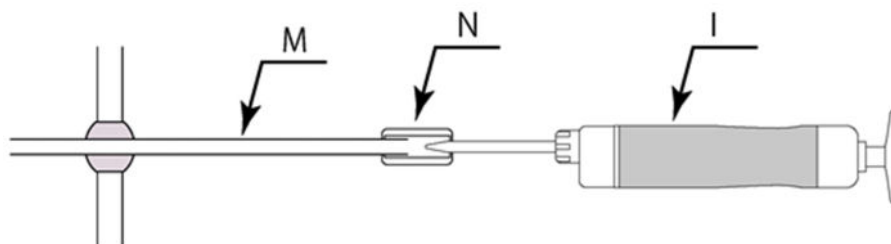


図 J.1 試料ガス採取装置（燃焼排ガス等）の例 ¹⁵⁾



I : 試料ガス採取器 M : ふっ素樹脂管 N : シリコン管

図 J.2 試料ガス採取装置の例 ¹⁶⁾

注 ¹⁵⁾ 煙道内が負圧の場合，検知管に規定量の試料ガスを採取できず，検知管指示値は低めの値を示すので注意する。検知管での試料ガス採取時に，ガスメーターの指針又はカウンターが作動している状態であることを確認しながら採取する。

負圧の大きい場合は，注射筒法又は捕集バック法を参照する。

¹⁶⁾ ふっ素樹脂管（M）が長い場合は，デッドスペースが誤差要因になることがあるため，ふっ素樹脂管内を十分置換してから測定を行う。また，水分の凝縮がない排ガスが条件となる。

J.4 測定手順

J.4.1 測定準備

測定準備は、次による。

- a) 測定点における温度を測定し、検知管の仕様範囲内であることを確認する。
- b) 使用する検知管の温度を、測定場所の温度になるようにする¹⁷⁾。また、この時に直射日光にあたらないように注意する。
- c) 取扱説明書に従って、ガス採取器の漏れ試験を行う。

注¹⁷⁾ 冷蔵庫などで冷暗所保管していた検知管などを使用する場合は、外気温と同温になってから使用する。

J.4.2 測定

測定は、次による。

- a) 検知管の両端をチップカッターなどで折り取り、検知管表面に印刷されている矢印の向きに試料空気が流れるようにガス採取器の検知管取付口へ接続する。
- b) ガス採取器のハンドルを一気に引いてシャフトをロックさせ、その検知管に規定された時間放置する。
- c) 吸引終了後速やかに検知管を取り外し、変色層先端の濃度目盛りを読み取る¹⁸⁾
^{19) 20)}。

注¹⁸⁾ 変色層先端面が斜めの場合には、中間点を濃度として読み取る。

¹⁹⁾ 検知管によっては、通気終了後の時間経過により変色した色が退色、又は変色層の長さが変化する場合がある。このため、通気終了後に変色層の先端に印を付け、速やかに読み取る。

²⁰⁾ 周囲温度又は湿度は検知管の指示に影響を与える場合があるため、補正表等による補正、又は取扱説明書の指示に従って濃度を決定する。

J.4.3 妨害物質

検知管の変色の原理は、多くの場合測定対象物質だけの特異反応でなく、化学的性質の似た物質に共通する反応である。したがって、測定対象物質と同じ反応をする物質が共存する場合には、測定対象物質の濃度より高い指示(プラスの誤差)を与える。さらに、共存物質が変色反応を妨害してマイナス誤差を与える場合又は変色境界を不明瞭にする場合がある。したがって、測定するときは共存する可能性のある物質について調査し、検知管の仕様書、技術資料などを参考にその影響について、あらかじめ検討する必要がある。

Annex K (参考) 分析例

K.1 VOCの分析例

VOCを、ガスクロマトグラフィー質量分析法を用いて分析したときの溶出例を示す。ただし、溶出順序は、使用するカラムの種類、寸法、状態などによって変化するため注意が必要である。

K.2 使用した標準物質

混合標準物質として、49148-U (VOC50成分、各成分濃度 100 µg/ml メタノール：水 (95：5) 溶液 1 ml, MERCK 製), 60-BIG-MIX (VOC60成分、各成分濃度 1 000 µg/ml メタノール溶液 1 mL, SPEX 社製), 8260-BIG-MIX (VOC76成分、各成分濃度 2 000 µg/ml メタノール溶液 1 mL, SPEX 社製) の3種類を使用した。また、混合標準ガスとして、HAPs-J44+F7 (有害大気汚染物質測定用標準ガス 51成分), PAMS-J58 (光化学スモッグモニタリングステーション用標準ガス 58成分) を使用した。

K.3 分析条件

標準溶液及び標準ガスの溶出の確認には、無極性カラム (1 系統カラム) 及び中極性カラム (624 系統カラム) の2種類を使用した。1種類の混合標準試料ごとに、異なるガスクロマトグラフ質量分析計 (カラム含む) を用いた。

K.4 VOC50成分の試験結果

K.4.1 1系統カラムの分析条件

表 K.1 に、分析条件を示す。

表 K.1 1系統カラムの GC-MS 分析条件

装置	ガスクロマトグラフ質量分析計
カラム	1 ms 系統 (60 m × 0.32 mm I.D., 膜厚 1.00 µm)
キャリアーガス流量	He, 1 mL/min (コンスタントフロー)
注入量	1 µL, スプリット 1:50
注入口温度	280
オープン温度	5 (1 min 保持) → 10 /min → 280 (10 min 保持)
イオン源温度	200
測定モード	Scan

K.4.2 1系統カラムのクロマトグラムとピーク成分名

図 K.1 に VOC50 成分の分析時の TIC, 及び表 K.2 にピーク成分名のリストを示す。

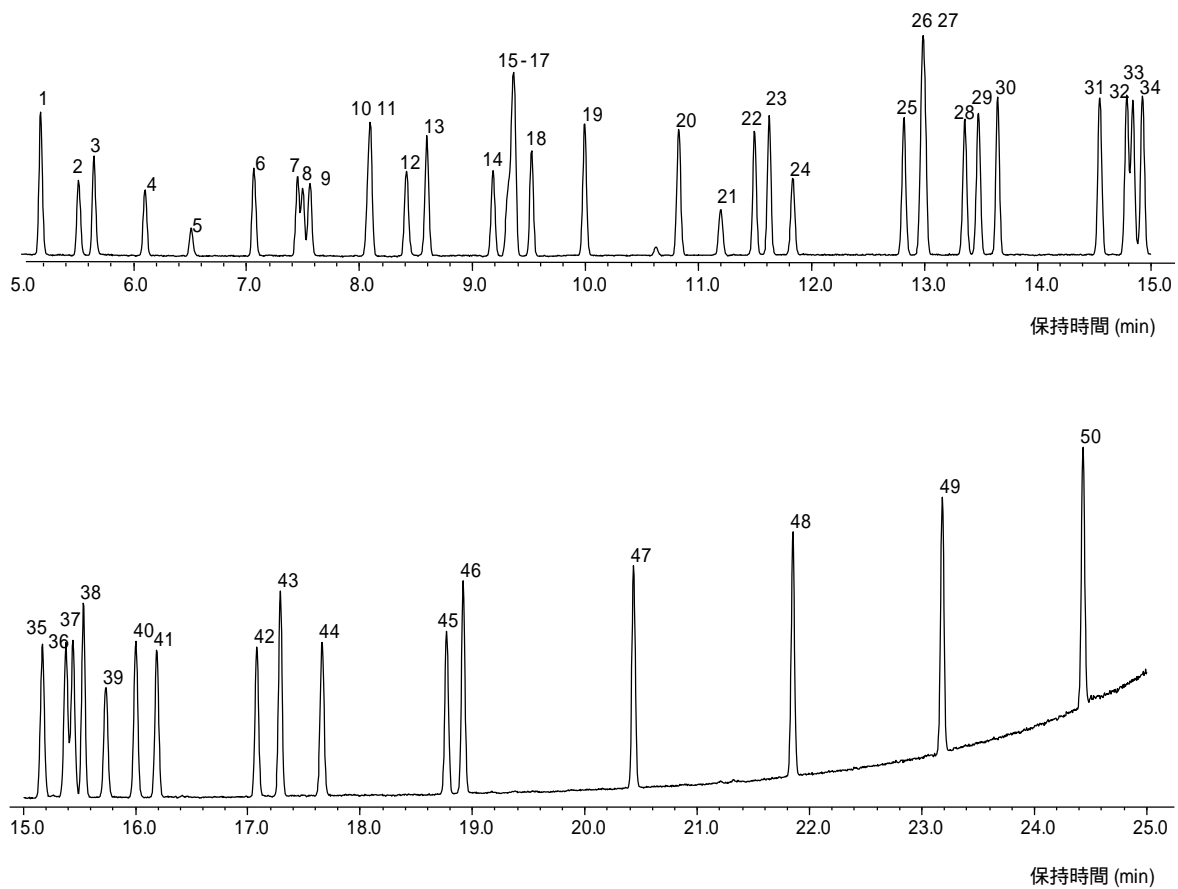


図 K.1 VOC50 成分の分析時の TIC

表 K.2 VOC50 成分のピーク成分名

No.	物質名（和名）	物質名（英名）	CAS 番号
1	エタノール	Ethanol	64-17-5
2	アセトン	Acetone	67-64-1
3	2-プロパノール	2-Propanol	67-63-0
4	ジクロロメタン	Dichloromethane	75-09-2
5	1-プロパノール	1-Propanol	71-23-8
6	メチルエチルケトン	2-Butanone	78-93-3
7	酢酸エチル	Ethyl Acetate	141-78-6
8	ヘキサン	Hexane	110-54-3
9	クロロホルム	Chloroform	67-66-3
10	1,2-ジクロロエタン	1,2-Dichloroethane	107-06-2
11	2,4-ジメチルペンタン	2,4-Dimethylpentane	108-08-7
12	n-ブタノール	n-Butanol	71-36-3
13	ベンゼン	Benzene	71-43-2
14	1,2-ジクロロプロパン	1,2-Dichloropropane	78-87-5
15	ジクロロブromoメタン	Bromodichloromethane	75-27-4
16	トリクロロエチレン	Trichloroethene	79-01-6
17	イソオクタン	Isooctane	540-84-1
18	n-ヘプタン	n-Heptane	142-82-5

19	メチルイソブチルケトン	4-Methyl-2-pentanone	108-10-1
20	トルエン	Toluene	108-88-3
21	ジブロモクロロメタン	Dibromochloromethane	124-48-1
22	酢酸ブチル	Butyl acetate	123-86-4
23	n-オクタン	n-Octane	111-65-9
24	テトラクロロエチレン	Tetrachloroethene	127-18-4
25	エチルベンゼン	Ethylbenzene	100-41-4
26	m-キシレン	m-Xylene	108-38-3
27	p-キシレン	p-Xylene	106-42-3
28	スチレン	Styrene	100-42-5
29	o-キシレン	o-Xylene	95-47-6
30	n-ノナン	n-Nonane	111-84-2
31	-ピネン	-Pinene	7785-26-4
32	3-エチルトルエン	3-Ethyltoluene	620-14-4
33	4-エチルトルエン	4-Ethyltoluene	622-96-8
34	1,3,5-トリメチルベンゼン	1,3,5-Trimethylbenzene	108-67-8
35	2-エチルトルエン	2-Ethyltoluene	611-14-3
36	-ピネン	-Pinene	18172-67-3
37	1,2,4-トリメチルベンゼン	1,2,4-Trimethylbenzene	95-63-6
38	n-デカン	n-Decane	124-18-5
39	p-ジクロロベンゼン	1,4-Dichlorobenzene	106-46-7
40	1,2,3-トリメチルベンゼン	1,2,3-Trimethylbenzene	526-73-8
41	リモネン	(R)-(+)-Limonene	138-86-3
42	ノナール	Nonanal	124-19-6
43	n-ウンデカン	n-Undecane	1120-21-4
44	1,2,4,5-テトラメチルベンゼン	1,2,4,5-Tetramethylbenzene	95-93-2
45	デカナル	Decanal	112-31-2
46	n-ドデカン	n-Dodecane	112-40-3
47	n-トリデカン	n-Tridecane	629-50-5
48	n-テトラデカン	n-Tetradecane	629-59-4
49	n-ペンタデカン	n-Pentadecane	629-62-9
50	n-ヘキサデカン	n-Hexadecane	544-76-3

K.4.3 624 系統カラムの分析条件

表 K.3 に、分析条件を示す。

表 K.3 624 系統カラムの GC-MS 分析条件

装置	ガスクロマトグラフ質量分析計
カラム	624 系統 (60 m × 0.25 mm I.D., 膜厚 1.4 μm)
キャリアーガス流量	He, 1 mL/min (コンスタントフロー)
注入量	1 μL, スプリット 1:50
注入口温度	240
オープン温度	40 (1 min 保持) → 5 /min → 240 (10 min 保持)
イオン源温度	200
測定モード	Scan

K.4.4 624 系統カラムのクロマトグラムとピーク成分名

図 K.2 に VOC50 成分の分析時の TIC, 及び表 K.4 にピーク成分名のリストを示す。

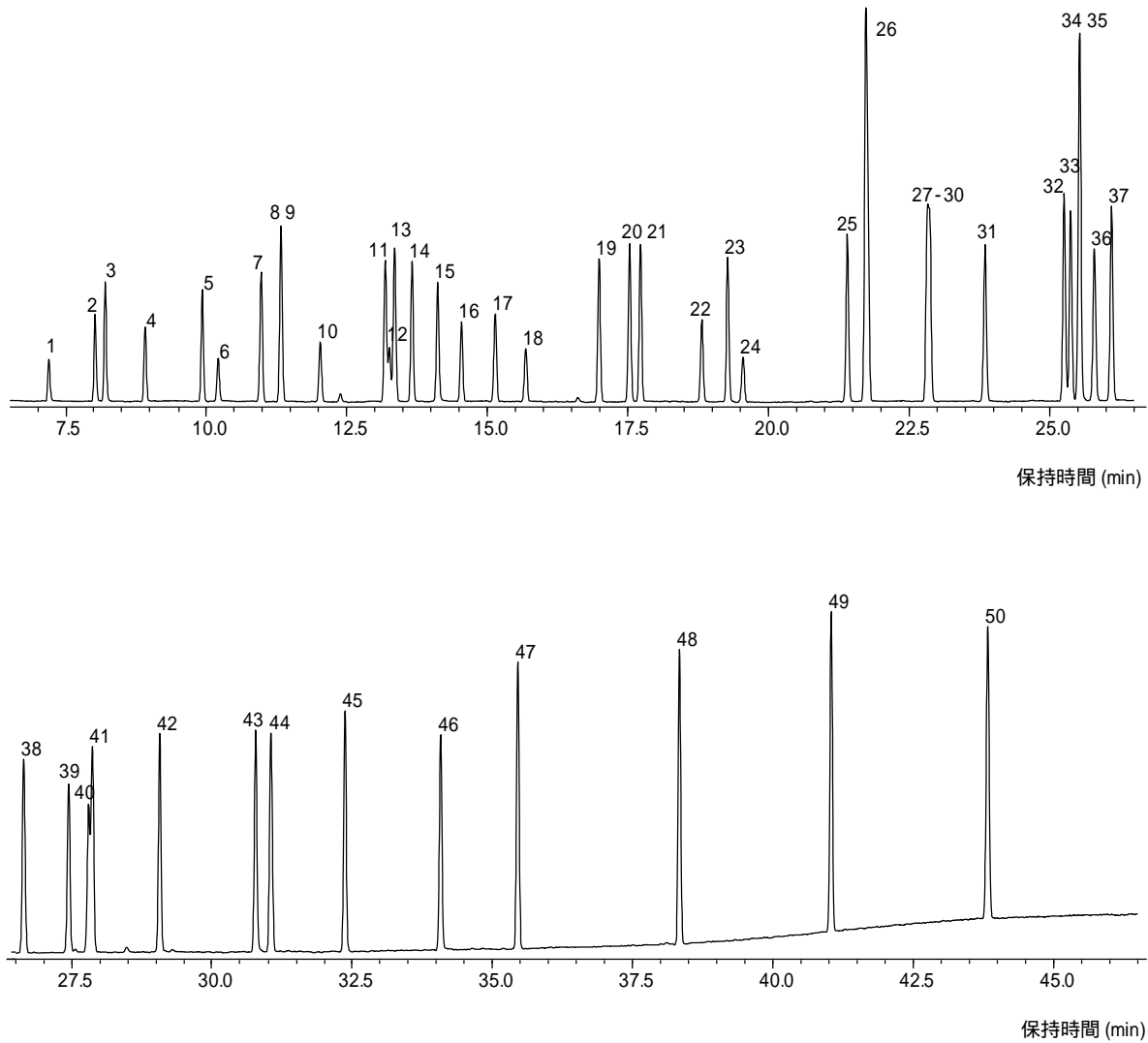


図 K.2 VOC50 成分の分析時の TIC

表 K.4 VOC50 成分のピーク成分名

No.	物質名 (和名)	物質名 (英名)	CAS 番号.
1	エタノール	Ethanol	64-17-5
2	アセトン	Acetone	67-64-1
3	2-プロパノール	2-Propanol	67-63-0
4	ジクロロメタン	Dichloromethane	75-09-2
5	ヘキサン	Hexane	110-54-3
6	1-プロパノール	1-Propanol	71-23-8
7	2,4-ジメチルペンタン	2,4-Dimethylpentane	108-08-7
8	メチルエチルケトン	2-Butanone	78-93-3
9	酢酸エチル	Ethyl Acetate	141-78-6
10	クロロホルム	Chloroform	67-66-3
11	ベンゼン	Benzene	71-43-2
12	1,2-ジクロロエタン	1,2-Dichloroethane	107-06-2
13	イソオクタン	Isooctane	540-84-1

14	n-ヘプタン	n-Heptane	142-82-5
15	n-ブタノール	n-Butanol	71-36-3
16	トリクロロエチレン	Trichloroethene	79-01-6
17	1,2-ジクロロプロパン	1,2-Dichloropropane	78-87-5
18	ジクロロプロモメタン	Bromodichloromethane	75-27-4
19	メチルイソブチルケトン	4-Methyl-2-pentanone	108-10-1
20	トルエン	Toluene	108-88-3
21	n-オクタン	n-Octane	111-65-9
22	テトラクロロエチレン	Tetrachloroethene	127-18-4
23	酢酸ブチル	Butyl acetate	123-86-4
24	ジブロモクロロメタン	Dibromochloromethane	124-48-1
25	エチルベンゼン	Ethylbenzene	100-41-4
26	n-ノナン	n-Nonane	111-84-2
27	m-キシレン	m-Xylene	108-38-3
28	p-キシレン	p-Xylene	106-42-3
29	o-キシレン	o-Xylene	95-47-6
30	スチレン	Styrene	100-42-5
31	-ピネン	-Pinene	7785-26-4
32	3-エチルトルエン	3-Ethyltoluene	620-14-4
33	4-エチルトルエン	4-Ethyltoluene	622-96-8
34	n-デカン	n-Decane	124-18-5
35	1,3,5-トリメチルベンゼン	1,3,5-Trimethylbenzene	108-67-8
36	-ピネン	-Pinene	18172-67-3
37	2-エチルトルエン	2-Ethyltoluene	611-14-3
38	1,2,4-トリメチルベンゼン	1,2,4-Trimethylbenzene	95-63-6
39	リモネン	(R)-(+)-Limonene	138-86-3
40	p-ジクロロベンゼン	1,4-Dichlorobenzene	106-46-7
41	1,2,3-トリメチルベンゼン	1,2,3-Trimethylbenzene	526-73-8
42	n-ウンデカン	n-Undecane	1120-21-4
43	ノナール	Nonanal	124-19-6
44	1,2,4,5-テトラメチルベンゼン	1,2,4,5-Tetramethylbenzene	95-93-2
45	n-ドデカン	n-Dodecane	112-40-3
46	デカナル	Decanal	112-31-2
47	n-トリデカン	n-Tridecane	629-50-5
48	n-テトラデカン	n-Tetradecane	629-59-4
49	n-ペンタデカン	n-Pentadecane	629-62-9
50	n-ヘキサデカン	n-Hexadecane	544-76-3

K.5 VOC60 成分の試験結果

K.5.1 1 系統カラムの分析条件

表 K.5 に、分析条件を示す。

表 K.5 1 系統カラムの GC-MS 分析条件

装置	ガスクロマトグラフ質量分析計
カラム	1 ms 系統 (60 m × 0.25 mm I.D., 膜厚 0.25 μm)
キャリアーガス流量	He, 1 mL/min (コンスタントフロー)
注入量	0.1 μL, スプリット 1:250
注入口温度	250

オープン温度	35 (1 min 保持) → 10 /min → 280 (10 min 保持)
イオン源温度	280
測定モード	Scan

K.5.2 1系統カラムのクロマトグラムとピーク成分名

図 K.3 に VOC60 成分の分析時の TIC，及び表 K.6 にピーク成分名のリストを示す。

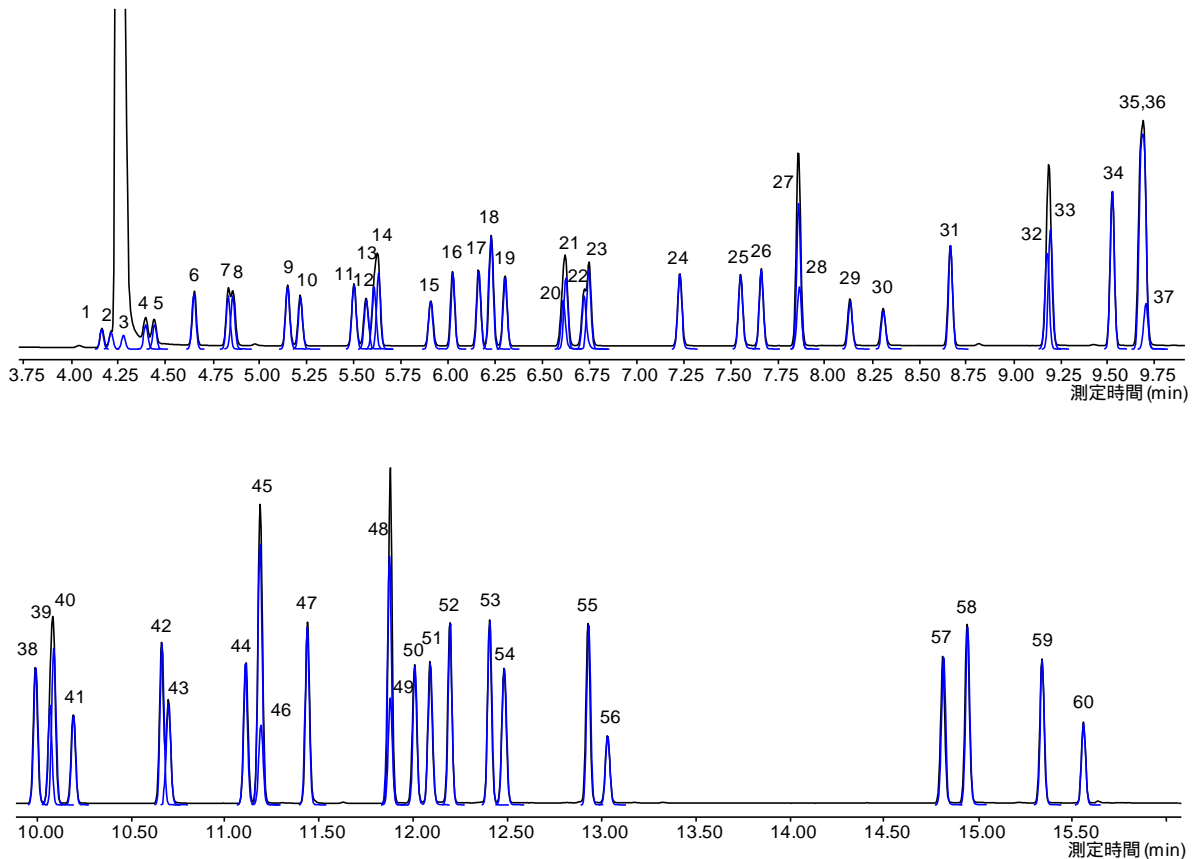


図 K.3 VOC60 成分の分析時の TIC

表 K.6 VOC60 成分のピーク成分名

No.	物質名 (和名)	物質名 (英名)	CAS 番号
1	ジクロロジフルオロメタン (別名 CFC12)	Dichlorodifluoromethane	75-71-8
2	塩化メチル	Chloromethane	74-87-3
3	塩化ビニル	Vinyl chloride	75-01-4
4	ブロモメタン (別名臭化メチル)	Bromomethane	74-83-9
5	クロロエタン	Chloroethane	75-00-3
6	トリクロロフルオロメタン (別名 CFC11)	Trichloromonofluoromethane	75-69-4
7	1,1-ジクロロエチレン	1,1-Dichloroethene	75-35-4
8	ジクロロメタン	Methylene chloride	75-09-2
9	trans-1,2-ジクロロエチレン	trans-1,2-Dichloroethene	156-60-5
10	1,1-ジクロロエタン	1,1-Dichlorethane	75-34-3
11	cis-1,2-ジクロロエチレン	cis-1,2-Dichloroethene	156-59-2
12	ブロモクロロメタン	Bromochloromethane	74-97-5

固定発生源からの排ガス分析マニュアル（2021年版）
第3編 3.27 排ガス中の揮発性有機化合物測定マニュアル

13	クロロホルム	Chloroform	67-66-3
14	2,2-ジクロロプロパン	2,2-Dichloropropane	594-20-7
15	1,2-ジクロロエタン	1,2-Dichloroethane	107-06-2
16	1,1,1-トリクロロエタン	1,1,1-Trichloroethane	71-55-6
17	1,1-ジクロロプロペン	1,1-Dichloropropene	563-58-6
18	ベンゼン	Benzene	71-43-2
19	四塩化炭素	Carbon Tetrachloride	56-23-5
20	ジブロモメタン	Dibromomethane	74-95-3
21	1,2-ジクロロプロパン	1,2-Dichloropropane	78-87-5
22	ジクロロブロモメタン	Bromodichloromethane	75-27-4
23	トリクロロエチレン	Trichloroethene	79-01-6
24	cis-1,3-ジクロロプロペン	cis-1,3-Dichloropropene	10061-01-5
25	trans-1,3-ジクロロプロペン	trans-1,3-Dichloropropene	10061-02-6
26	1,1,2-トリクロロエタン	1,1,2-Trichloroethane	79-00-5
27	トルエン	Toluene	108-88-3
28	1,3-ジクロロプロパン	1,3-Dichloropropane	142-28-9
29	ジブロモクロロメタン	Dibromochloromethane	124-48-1
30	二臭化エチレン	1,2-Dibromoethane	106-93-4
31	テトラクロロエチレン	Tetrachloroethene	127-18-4
32	1,1,1,2-テトラクロロエタン	1,1,1,2-Tetrachloroethane	630-20-6
33	クロロベンゼン	Chlorobenzene	108-90-7
34	エチルベンゼン	Ethylbenzene	100-41-4
35	m-キシレン	m-Xylene	108-38-3
36	p-キシレン	p-Xylene	106-42-3
37	ブロモホルム	Bromoform	75-25-2
38	スチレン	Styrene	100-42-5
39	1,1,2,2-テトラクロロエタン	1,1,2,2-Tetrachloroethane	79-34-5
40	o-キシレン	o-Xylene	95-47-6
41	1,2,3-トリクロロプロパン	1,2,3-Trichloropropane	96-18-4
42	クメン(イソプロピルベンゼン)	Isopropylbenzene	98-82-8
43	ブロモベンゼン	Bromobenzene	108-86-1
44	2-クロロトルエン	2-Chlorotoluene	95-49-8
45	n-プロピルベンゼン	n-Propylbenzene	103-65-1
46	4-クロロトルエン(p-クロロトルエン)	4-Chlorotoluene	106-43-4
47	1,3,5-トリメチルベンゼン	1,3,5-Trimethylbenzene	108-67-8
48	tert-ブチルベンゼン	tert-Butylbenzene	98-06-6
49	1,2,4-トリメチルベンゼン	1,2,4-Trimethylbenzene	95-63-6
50	1,3-ジクロロベンゼン(m-ジクロロベンゼン)	1,3-Dichlorobenzene	541-73-1
51	p-ジクロロベンゼン	1,4-Dichlorobenzene	106-46-7
52	sec-ブチルベンゼン(2-フェニルブタン)	sec-Butylbenzene	135-98-8
53	p-イソプロピルトルエン	p-Isopropyltoluene	99-87-6
54	o-ジクロロベンゼン	1,2-Dichlorobenzene	95-50-1
55	n-ブチルベンゼン	n-Butylbenzene	104-51-8
56	3-クロロ-1,2-ジブロモプロパン	1,2-dibromo-3-chloropropane	96-12-8
57	1,2,4-トリクロロベンゼン	1,2,4-Trichlorobenzene	120-82-1
58	ナフタレン	Naphthalene	91-20-3
59	1,2,3-トリクロロベンゼン	1,2,3-Trichlorobenzene	87-61-6
60	ヘキサクロロブタジエン(ヘキサクロロ 1,3-ブタジエン)	Hexachlorobutadiene	87-68-3

K.5.3 624 系統カラムの分析条件

表 K.7 に、分析条件を示す。

表 K.7 624 系統カラムの GC-MS 分析条件

装置	ガスクロマトグラフ質量分析計
カラム	624 系統 (60 m × 0.25 mm I.D., 膜厚 1.4 μm)
キャリアーガス流量	He, 1 mL/min (コンスタントフロー)
注入量	0.1 μL, スプリット 1:250
注入口温度	240
オープン温度	40 (1 min 保持) → 5 /min → 240 (10 min 保持)
イオン源温度	280
測定モード	Scan

K.5.4 624 系統カラムのクロマトグラムとピーク成分名

図 K.4 に VOC60 成分の分析時の TIC, 及び表 K.8 にピーク成分名のリストを示す。

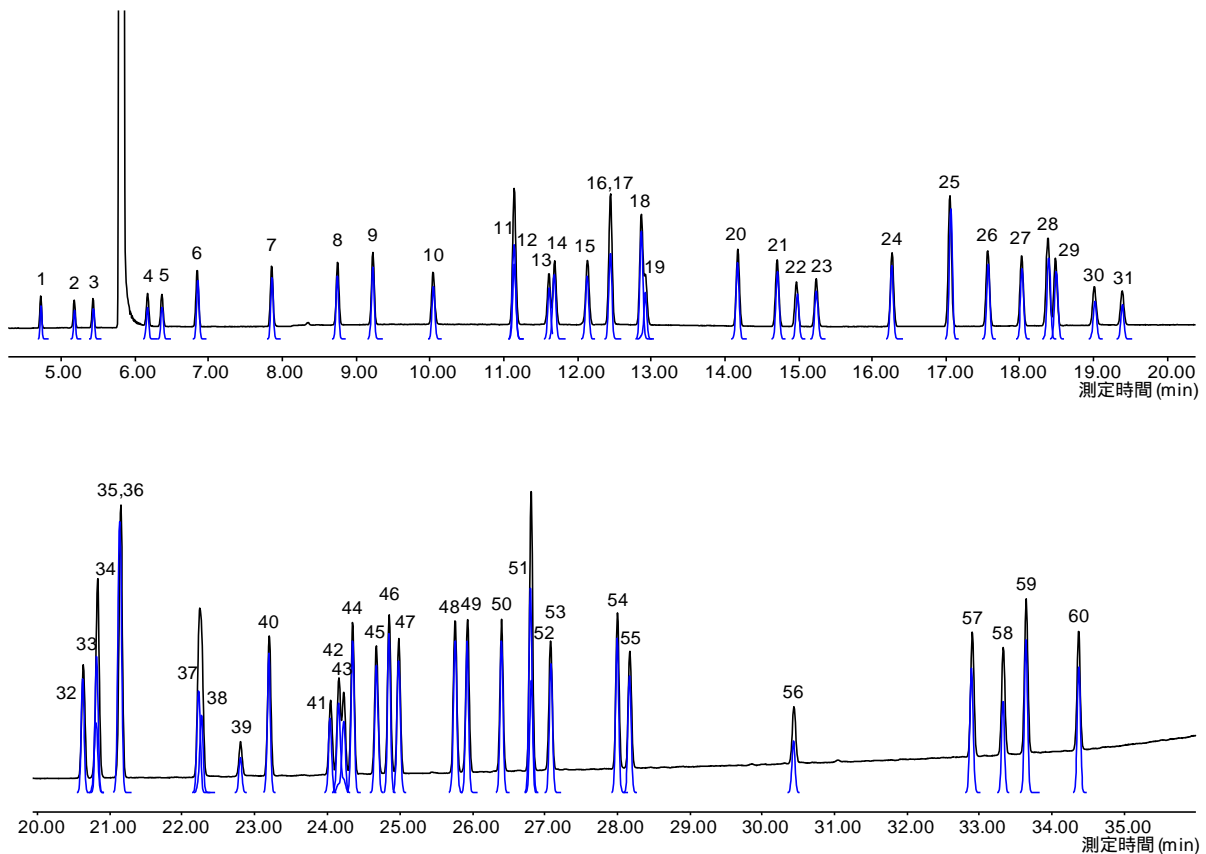


図 K.4 VOC60 成分の分析時の TIC

表 K.8 624 系統カラムの VOC60 成分のピーク成分名

No.	物質名（和名）	物質名（英名）	CAS 番号
1	ジクロロジフルオロメタン（別名 CFC12）	Dichlorodifluoromethane	75-71-8
2	塩化メチル	Chloromethane	74-87-3
3	塩化ビニル	Vinyl chloride	75-01-4
4	ブロモメタン（別名臭化メチル）	Bromomethane	74-83-9
5	クロロエタン	Chloroethane	75-00-3
6	トリクロロフルオロメタン（別名 CFC11）	Trichloromonofluoromethane	75-69-4
7	1,1-ジクロロエチレン	1,1-Dichloroethene	75-35-4
8	ジクロロメタン	Methylene chloride	75-09-2
9	trans-1,2-ジクロロエチレン	trans-1,2-Dichloroethene	156-60-5
10	1,1-ジクロロエタン	1,1-Dichloroethane	75-34-3
11	cis-1,2-ジクロロエチレン	cis-1,2-Dichloroethene	156-59-2
12	2,2-ジクロロプロパン	2,2-Dichloropropane	594-20-7
13	ブロモクロロメタン	Bromochloromethane	74-97-5
14	クロロホルム	Chloroform	67-66-3
15	1,1,1-トリクロロエタン	1,1,1-Trichloroethane	71-55-6
16	四塩化炭素	Carbon Tetrachloride	56-23-5
17	1,1-ジクロロプロペン	1,1-Dichloropropene	563-58-6
18	ベンゼン	Benzene	71-43-2
19	1,2-ジクロロエタン	1,2-Dichloroethane	107-06-2
20	トリクロロエチレン	Trichloroethene	79-01-6
21	1,2-ジクロロプロパン	1,2-Dichloropropane	78-87-5
22	ジブロモメタン	Dibromomethane	74-95-3
23	ジクロロブロモメタン	Bromodichloromethane	75-27-4
24	cis-1,3-ジクロロプロペン	cis-1,3-Dichloropropene	10061-01-5
25	トルエン	Toluene	108-88-3
26	trans-1,3-ジクロロプロペン	trans-1,3-Dichloropropene	10061-02-6
27	1,1,2-トリクロロエタン	1,1,2-Trichloroethane	79-00-5
28	テトラクロロエチレン	Tetrachloroethene	127-18-4
29	1,3-ジクロロプロパン	1,3-Dichloropropane	142-28-9
30	ジブロモクロロメタン	Dibromochloromethane	124-48-1
31	二臭化エチレン	1,2-Dibromoethane	106-93-4
32	クロロベンゼン	Chlorobenzene	108-90-7
33	1,1,1,2-テトラクロロエタン	1,1,1,2-Tetrachloroethane	630-20-6
34	エチルベンゼン	Ethylbenzene	100-41-4
35	m-キシレン	m-Xylene	108-38-3
36	p-キシレン	p-Xylene	106-42-3
37	o-キシレン	o-Xylene	95-47-6
38	スチレン	Styrene	100-42-5
39	ブロモホルム	Bromoform	75-25-2
40	クメン（イソプロピルベンゼン）	Isopropylbenzene	98-82-8
41	1,1,2,2-テトラクロロエタン	1,1,2,2-Tetrachloroethane	79-34-5
42	ブロモベンゼン	Bromobenzene	108-86-1
43	1,2,3-トリクロロプロパン	1,2,3-Trichloropropane	96-18-4
44	n-プロピルベンゼン	n-Propylbenzene	103-65-1
45	2-クロロトルエン	2-Chlorotoluene	95-49-8
46	1,3,5-トリメチルベンゼン	1,3,5-Trimethylbenzene	108-67-8
47	4-クロロトルエン（p-クロロトルエン）	4-Chlorotoluene	106-43-4

48	tert-ブチルベンゼン	tert-Butylbenzene	98-06-6
49	1,2,4-トリメチルベンゼン	1,2,4-Trimethylbenzene	95-63-6
50	sec-ブチルベンゼン(2-フェニルブタン)	sec-Butylbenzene	135-98-8
51	p-イソプロピルトルエン	p-Isopropyltoluene	99-87-6
52	1,3-ジクロロベンゼン(m ジクロロベンゼン)	1,3-Dichlorobenzene	541-73-1
53	p-ジクロロベンゼン	1,4-Dichlorobenzene	106-46-7
54	n-ブチルベンゼン	n-Butylbenzene	104-51-8
55	o-ジクロロベンゼン	1,2-Dichlorobenzene	95-50-1
56	3-クロロ-1,2-ジブロモプロパン	1,2-dibromo-3-chloropropane	96-12-8
57	1,2,4-トリクロロベンゼン	1,2,4-Trichlorobenzene	120-82-1
58	ヘキサクロロブタジエン(ヘキサクロロ 1,3 ブタジエン)	Hexachlorobutadiene	87-68-3
59	ナフタレン	Naphthalene	91-20-3
60	1,2,3-トリクロロベンゼン	1,2,3-Trichlorobenzene	87-61-6

K.6 VOC76 成分の試験結果

K.6.1 1 系統カラムの分析条件

表 K.9 に、分析条件を示す。

表 K.9 1 系統カラムの GC-MS 分析条件

装置	ガスクロマトグラフ質量分析計
カラム	1 ms 系統 (60 m × 0.25 mm I.D, 膜厚 0.25 μm)
キャリアーガス流量	He, 1 mL/min (コンスタントフロー)
注入量	1 μL, スプリット 1:50
注入口温度	250
オープン温度	35 (1 min 保持) → 10 /min → 280 (10 min 保持)
イオン源温度	250
測定モード	Scan

K.6.2 1 系統カラムのクロマトグラムとピーク成分名

図 K.5 に VOC76 成分の分析時の TIC ,及び表 K.10 にピーク成分名のリストを示す。

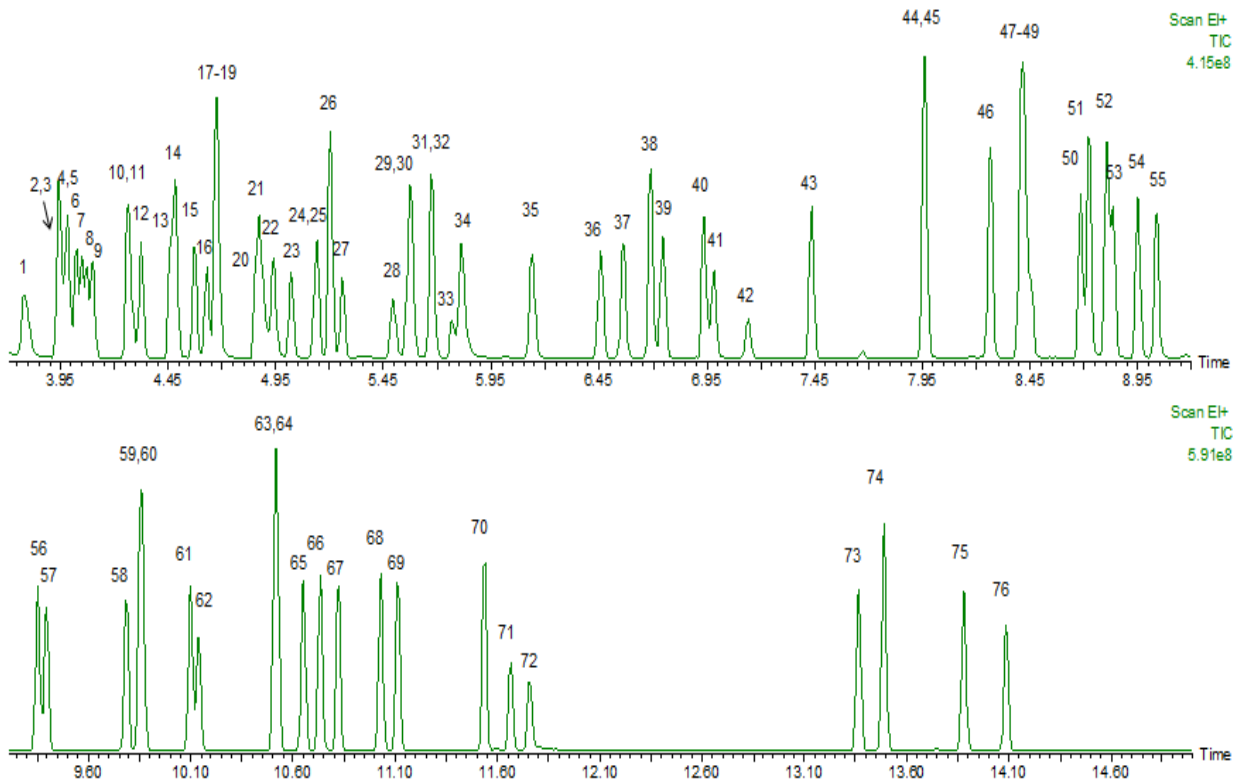


図 K.5 VOC76 成分の分析時の TIC

表 K.10 VOC76 成分のピーク成分名

No.	物質名（和名）	物質名（英名）	CAS 番号
1	アセトニトリル	Acetonitrile	75-05-8
2	アクリロニトリル	Acrylonitrile	107-13-1
3	ジエチルエーテル（エチルエーテル）	Ether	60-29-7
4	ヨードメタン（ヨウ化メチル）	Iodomethane	74-88-4
5	1,1-ジクロロエチレン	1,1-Dichloroethene	75-35-4
6	ジクロロメタン	Methylene chloride	75-09-2
7	塩化アリル（3-クロロプロペン）	Allyl chloride	107-05-1
8	1,1,2-トリクロロトリフルオロエタン	1,1,2-Trichlorotrifluoroethane	76-13-1
9	二硫化炭素	Carbon disulfide	75-15-0
10	trans-1,2-ジクロロエテン	trans-1,2-Dichloroethene	156-60-5
11	プロピオニトリル	Propionitrile	107-12-0
12	1,1-ジクロロエタン	1,1-Dichloroethane	75-34-3
13	メタアクリロニトリル	Methacrylonitrile	126-98-7
14	2-クロロ-1,3-ブタジエン（2-クロロブタジエン）	2-Chloro-1,3-butadiene	126-99-8
15	cis-1,2-ジクロロエチレン	cis-1,2-Dichloroethene	156-59-2,
16	ブロモクロロメタン	Bromochloromethane	74-97-5
17	アクリル酸メチル	Methyl acrylate	96-33-3
18	クロロホルム	Chloroform	67-66-3
19	2,2-ジクロロプロパン	2,2-Dichloropropane	594-20-7
20	イソブタノール（2-メチル-1-プロパノール）	2-Methyl-1-propanol	78-83-1

固定発生源からの排ガス分析マニュアル（2021年版）
第3編 3.27 排ガス中の揮発性有機化合物測定マニュアル

	ール)		
21	テトラヒドロフラン	Tetrahydrofuran	109-99-9
22	1,2-ジクロロエタン	1,2-Dichloroethane	107-06-2
23	1,1,1-トリクロロエタン	1,1,1-Trichloroethane	71-55-6
24	2-クロロエタノール	2-Chloroethanol	107-07-3
25	1,1-ジクロロプロペン	1,1-Dichloropropene	563-58-6
26	ベンゼン	Benzene	71-43-2
27	四塩化炭素	Carbon Tetrachloride	56-23-5
28	2-ニトロプロパン	2-Nitropropane	79-46-9
29	ジブロモメタン	Dibromomethane	74-95-3
30	1,2-ジクロロプロパン	1,2-Dichloropropane	78-87-5
31	トリクロロエチレン	Trichloroethene	79-01-6
32	ジクロロブロモメタン	Bromodichloromethane	75-27-4
33	1,4-ジオキサン	1,4-Dioxane	123-91-1
34	メタクリル酸メチル	Methyl methacrylate	80-62-6
35	trans-1,3-ジクロロプロペン	trans-1,3-Dichloropropene	10061-02-6
36	cis-1,3-ジクロロプロペン	cis-1,3-Dichloropropene	10061-01-5
37	1,1,2-トリクロロエタン	1,1,2-Trichloroethane	79-00-5
38	トルエン	Toluene	108-88-3
39	1,3-ジクロロプロパン	1,3-Dichloropropane	142-28-9
40	メタクリル酸エチル	Ethyl methacrylate	97-63-2
41	ジブロモクロロメタン	Dibromochloromethane	124-48-1
42	二臭化エチレン	1,2-Dibromoethane	106-93-4
43	テトラクロロエチレン	Tetrachloroethene	127-18-4
44	クロロベンゼン	Chlorobenzene	108-90-7
45	1,1,1,2-テトラクロロエタン	1,1,1,2-Tetrachloroethane	630-20-6
46	エチルベンゼン	Ethylbenzene	100-41-4
47	m-キシレン	m-Xylene	108-38-3
48	p-キシレン	p-Xylene	106-42-3
49	ブロモホルム	Bromoform	75-25-2
50	trans-1,4-ジクロロ-2-ブテン	trans-1,4-Dichloro-2-butene	110-57-6
51	スチレン	Styrene	100-42-5
52	o-キシレン	o-Xylene	95-47-6
53	1,1,2,2-テトラクロロエタン	1,1,2,2-Tetrachloroethane	79-34-5
54	1,2,3-トリクロロプロパン	1,2,3-Trichloropropane	96-18-4
55	cis-1,4-ジクロロ-2-ブテン	cis-1,4-Dichloro-2-butene	1476-11-5
56	クメン(イソプロピルベンゼン)	Isopropylbenzene	98-82-8
57	ブロモベンゼン	Bromobenzene	108-86-1
58	2-クロロトルエン	2-Chlorotoluene	95-49-8
59	n-プロピルベンゼン	n-Propylbenzene	103-65-1
60	4-クロロトルエン(p-クロロトルエン)	4-Chlorotoluene	106-43-4
61	1,3,5-トリメチルベンゼン	1,3,5-Trimethylbenzene	108-67-8
62	ペンタクロロエタン	Pentachloroethane	76-01-7
63	tert-ブチルベンゼン	tert-Butylbenzene	98-06-6
64	1,2,4-トリメチルベンゼン	1,2,4-Trimethylbenzene	95-63-6
65	1,3-ジクロロベンゼン(m-ジクロロベンゼン)	1,3-Dichlorobenzene	541-73-1
66	p-ジクロロベンゼン	1,4-Dichlorobenzene	106-46-7
67	sec-ブチルベンゼン(2-フェニルブ)	sec-Butylbenzene	135-98-8

	タン)		
68	p-イソプロピルトルエン	p-Isopropyltoluene	99-87-6
69	o-ジクロロベンゼン	1,2-Dichlorobenzene	95-50-1
70	n-ブチルベンゼン	n-Butylbenzene	104-51-8
71	3-クロロ-1,2-ジブロモプロパン	1,2-Dibromo-3-Chloropropane	96-12-8
72	ニトロベンゼン	Nitrobenzene	98-95-3
73	1,2,4-トリクロロベンゼン	1,2,4-Trichlorobenzene	120-82-1
74	ナフタレン	Naphthalene	91-20-3
75	1,2,3-トリクロロベンゼン	1,2,3-Trichlorobenzene	87-61-6
76	ヘキサクロロブタジエン(ヘキサクロロ 1,3 ブタジエン)	Hexachlorobutadiene	87-68-3

K.6.3 624 系統カラムの分析条件

表 K.11 に、分析条件を示す。

表 K.11 1 系統カラムの GC-MS 分析条件

装置	ガスクロマトグラフ質量分析計
カラム	624 ms 系統 (60 m × 0.25 mm I.D., 膜厚 1.4 μm)
キャリアーガス流量	He, 1 mL/min (コンスタントフロー)
注入量	1 μL, スプリット 1:50
注入口温度	200
オープン温度	40 (1 min 保持) → 5 /min → 240 (10 min 保持)
イオン源温度	200
測定モード	Scan

K.6.4 624 系統カラムのクロマトグラムとピーク成分名

図 K.6 に VOC76 成分の分析時の TIC, 及び表 K.12 にピーク成分名のリストを示す。

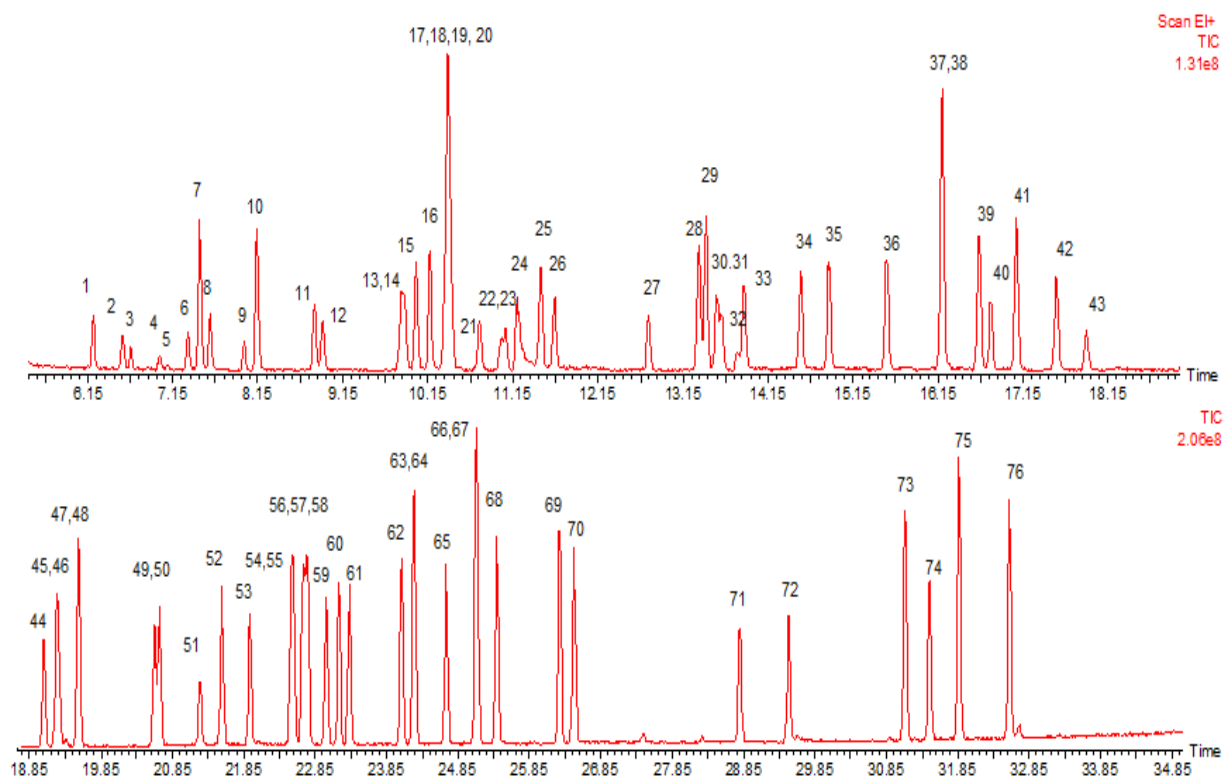


図 K.6 VOC76 成分の分析時の TIC

表 K.12 VOC76 成分のピーク成分名

No.	物質名（和名）	物質名（英名）	CAS 番号
1	ジエチルエーテル（エチルエーテル）	Ether	60-29-7
2	1,1,2-トリクロロトリフルオロエタン	1,1,2-Trichlorotrifluoroethane	76-13-1
3	1,1-ジクロロエチレン	1,1-Dichloroethene	75-35-4
4	ヨードメタン（ヨウ化メチル）	Iodomethane	74-88-4
5	二硫化炭素	Carbon disulfide	75-15-0
6	塩化アリル（3-クロロプロペン）	Allyl chloride	107-05-1
7	アセトニトリル	Acetonitrile	27522
8	ジクロロメタン	Methylene chloride	75-09-2
9	trans-1,2-ジクロロエチレン	trans-1,2-Dichloroethene	156-60-5
10	アクリロニトリル	Acrylonitrile	107-13-1
11	1,1-ジクロロエタン	1,1-Dichloroethane	75-34-3
12	2-クロロ-1,3-ブタジエン（2-クロロブタジエン）	2-Chloro-1,3-butadiene	126-99-8
13	2,2-ジクロロプロパン	2,2-Dichloropropane	594-20-7
14	cis-1,2-ジクロロエチレン	cis-1,2-Dichloroethene	156-59-2
15	アクリル酸メチル	Methyl acrylate	96-33-3
16	プロピオニトリル	Propionitrile	107-12-0
17	ブロモクロロメタン	Bromochloromethane	74-97-5
18	テトラヒドロフラン	Tetrahydrofuran	109-99-9
19	メタアクリロニトリル	Methylacrylonitrile	126-98-7

固定発生源からの排ガス分析マニュアル(2021年版)
第3編 3.27 排ガス中の揮発性有機化合物測定マニュアル

20	クロロホルム	Chloroform	67-66-3
21	1,1,1-トリクロロエタン	1,1,1-Trichloroethane	71-55-6
22	四塩化炭素	Carbon Tetrachloride	56-23-5
23	1,1-ジクロロプロペン	1,1-Dichloropropene	563-58-6
24	イソブタノール(2-メチル-1-プロパノール)	2-Methyl-1-propanol	78-83-1
25	ベンゼン	Benzene	71-43-2
26	1,2-ジクロロエタン	1,2-Dichloroethane	107-06-2
27	トリクロロエチレン	Trichloroethene	79-01-6
28	1,2-ジクロロプロパン	1,2-Dichloropropane	78-87-5
29	メタクリル酸メチル	Methyl methacrylate	80-62-6
30	1,4-ジオキサン	1,4-Dioxane	123-91-1
31	ジブロモメタン	Dibromomethane	74-95-3
32	2-クロロエタノール	2-Chloroethanol	107-07-3
33	ジクロロプロモメタン	Bromodichloromethane	75-27-4
34	2-ニトロプロパン	2-Nitropropane	79-46-9
35	cis-1,3-ジクロロプロペン	cis-1,3-Dichloropropene	10061-01-5
36	トルエン	Toluene	108-88-3
37	trans-1,3-ジクロロプロペン	trans-1,3-Dichloropropene	10061-02-6
38	メタクリル酸エチル	Ethyl methacrylate	97-63-2
39	1,1,2-トリクロロエタン	1,1,2-Trichloroethane	79-00-5
40	テトラクロロエチレン	Tetrachloroethene	127-18-4
41	1,3-ジクロロプロパン	1,3-Dichloropropane	142-28-9
42	ジブロモクロロメタン	Dibromochloromethane	124-48-1
43	二臭化エチレン	1,2-Dibromoethane	106-93-4
44	クロロベンゼン	Chlorobenzene	108-90-7
45	エチルベンゼン	Ethylbenzene	100-41-4
46	1,1,1,2-テトラクロロエタン	1,1,1,2-Tetrachloroethane	630-20-6
47	m-キシレン	m-Xylene	106-42-3
48	p-キシレン	p-Xylene	108-38-3
49	o-キシレン	o-Xylene	106-42-3
50	スチレン	Styrene	100-42-5
51	ブロモホルム	Bromoform	75-25-2
52	クメン(イソプロピルベンゼン)	Isopropylbenzene	98-82-8
53	trans-1,4-ジクロロ-2-ブテン	trans-1,4-Dichloro-2-butene	1476-11-5
54	ブロモベンゼン	Bromobenzene	108-86-1
55	1,1,2,2-テトラクロロエタン	1,1,2,2-Tetrachloroethane	79-34-5
56	n-プロピルベンゼン	n-Propylbenzene	103-65-1
57	1,2,3-トリクロロプロパン	1,2,3-Trichloropropane	96-18-4
58	cis-1,4-ジクロロ-2-ブテン	cis-1,4-Dichloro-2-butene	110-57-6
59	2-クロロトルエン	2-Chlorotoluene	95-49-8
60	1,3,5-トリメチルベンゼン	1,3,5-Trimethylbenzene	108-67-8
61	4-クロロトルエン(p-クロロトルエン)	4-Chlorotoluene	106-43-4
62	tert-ブチルベンゼン	tert-Butylbenzene	98-06-6
63	ペンタクロロエタン	Pentachloroethane	76-01-7
64	1,2,4-トリメチルベンゼン	1,2,4-Trimethylbenzene	95-63-6
65	sec-ブチルベンゼン(2-フェニルブタン)	sec-Butylbenzene	135-98-8

66	p-イソプロピルトルエン	p-Isopropyltoluene	99-87-6
67	1,3-ジクロロベンゼン(m ジクロロベンゼン)	1,3-Dichlorobenzene	541-73-1
68	p-ジクロロベンゼン	1,4-Dichlorobenzene	106-46-7
69	n-ブチルベンゼン	n-Butylbenzene	104-51-8
70	o-ジクロロベンゼン	1,2-Dichlorobenzene	95-50-1
71	3-クロロ-1,2-ジブロモプロパン	1,2-Dibromo-3-Chloropropane	96-12-8
72	ニトロベンゼン	Nitrobenzene	98-95-3
73	1,2,4-トリクロロベンゼン	1,2,4-Trichlorobenzene	120-82-1
74	ヘキサクロロブタジエン(ヘキサクロロ 1,3 ブタジエン)	Hexachlorobutadiene	87-68-3
75	ナフタレン	Naphthalene	91-20-3
76	1,2,3-トリクロロベンゼン	1,2,3-Trichlorobenzene	87-61-6

K.7 混合標準ガス（有害大気汚染物質測定用標準ガス及び光化学スモッグモニタリングステーション用標準ガス）の混合ガスの試験結果

K.7.1 1系統カラムの分析条件

表 K.13 に、分析条件を示す。

表 K.13 1系統カラムの GC-MS 分析条件

装置	ガスクロマトグラフ質量分析計
カラム	1 ms 系統 (60 m × 0.32 mm I.D., 膜厚 1 μm)
キャリアーガス流量	He, 2.5 mL/min (コンスタントプレッシャー)
濃縮量	1 ppbv, 200 mL Conc., スプリットレス
注入口温度	220
オープン温度	35 (4 min 保持) → 5 /min → 140 (0 min) → 15 /min → 240 (5 min 保持)
イオン源温度	250
測定モード	SIM

K.7.2 1系統カラムのクロマトグラムとピーク成分名

図 K.7 に混合標準ガスの分析時の TIC, 及び表 K.14 にピーク成分名のリストを示す。

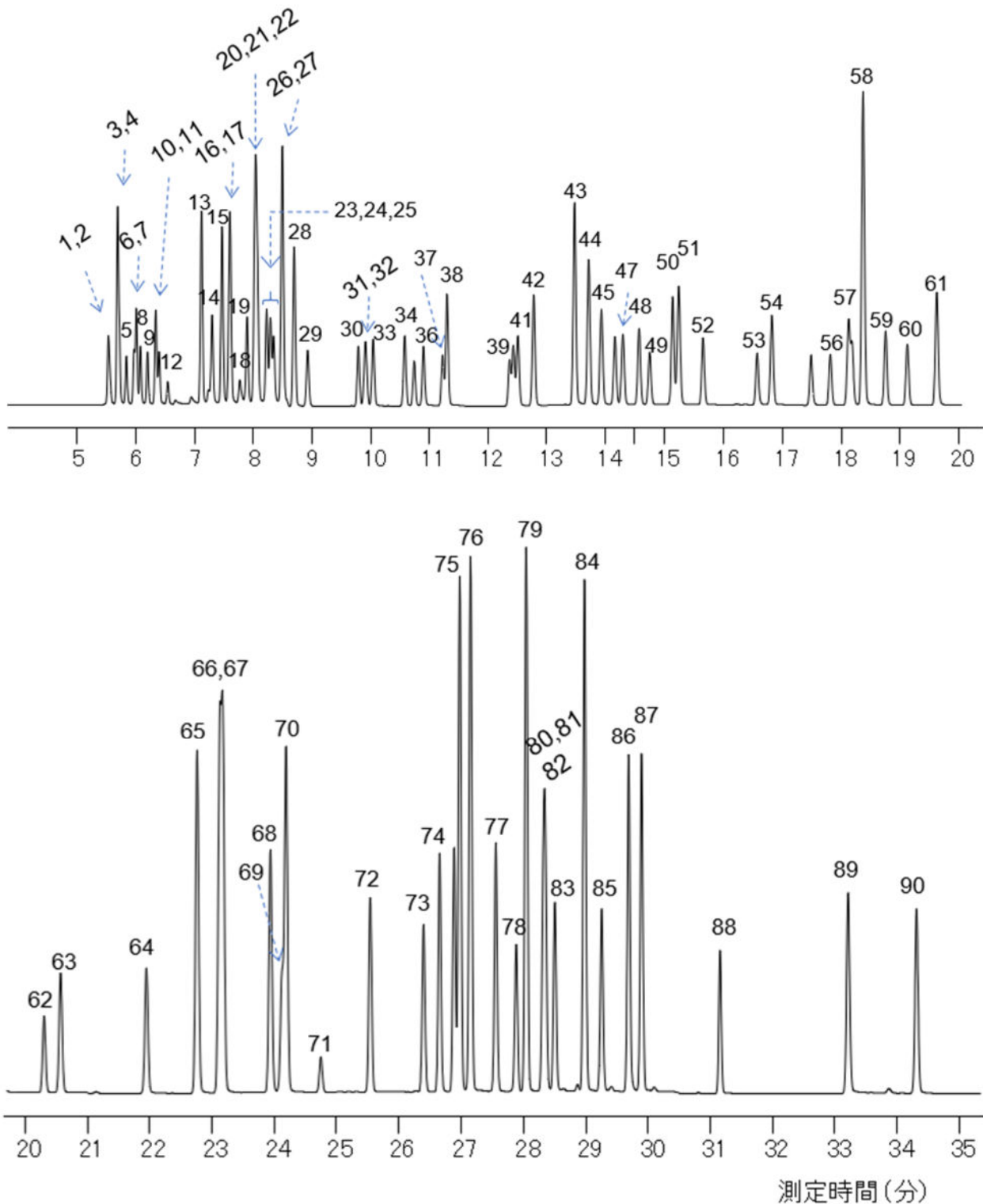


図 K.7 混合標準ガスを分析した時の TIC

表 K.14 混合標準ガスのピーク成分名

No.	物質名（和名）	物質名（英名）	CAS 番号
1	1-クロロ-1,1-ジフルオロエタン （別名 HCFC142b）	1-Chloro-1,1-difluoroethane	75-68-3
2	塩化メチル	Chloromethane	74-87-3
3	1,2-ジクロロ-1,1,2,2-テトラフル オロエタン（別名 CFC114）	1,2-Dichloro-1,1,2,2-tetrafluoroethane	76-14-2
4	イソブタン	Isobutane	75-28-5
5	塩化ビニル	Vinyl chloride	75-01-4
6	1-ブテン	1-Butene	106-98-9
7	1,3-ブタジエン	1,3-Butadiene	106-99-0
8	n-ブタン	n-Butane	106-97-8
9	trans-2-ブテン	trans-2-Butene	624-64-6
10	ブロモメタン （別名 臭化メチル）	Bromomethane	74-83-9
11	cis-2-ブテン	cis-2-Butene	590-18-1
12	クロロエタン	Chloroethane	75-00-3
13	2,2-ジクロロ-1,1,1-トリフルオロ エタン（別名 HCFC123）	2,2-Dichloro-1,1,1-trifluoroethane	306-83-2
14	イソペンタン	2-methylbutane (Isopentane)	78-78-4
15	トリクロロフロロメタン （別名 CFC11）	Trichloromonofluoromethane	75-69-4
16	1,1-ジクロロ-1-フルオロエタン （別名 HCFC141b）	1,1-Dichloro-1-fluoroethane	1717-00-6
17	1-ペンテン	1-Pentene	109-67-1
18	アクリロニトリル	Acrylonitrile	107-13-1
19	n-ペンタン	n-Pentane	109-66-0
20	イソプレン	2-Methyl-1,3-butadiene	78-79-5
21	1,1,1,2,2-ペンタフルオロ-3,3- ジクロロプロパン （別名 HCFC225ca）	3,3-Dichloro-1,1,1,2,2-pentafluoropropane	422-56-0
22	trans-2-ペンテン	trans-2-Pentene	646-04-8
23	1,1-ジクロロエチレン	1,1-Dichloroethene	75-35-4
24	cis-2-ペンテン	cis-2-Pentene	627-20-3
25	ジクロロメタン	Dichloromethane	75-09-2
26	1,1,2,2,3-ペンタフルオロ-1,3- ジクロロプロパン （別名 HCFC225cb）	1,3-Dichloro-1,1,2,2,3-pentafluoropropane	507-55-1
27	塩化アリル	3-Chloro-1-propene	107-05-1
28	1,1,2-トリフルオロトリクロロエタ ン（別名 CFC113）	1,1,2-Trichlorotrifluoroethane	76-13-1
29	2,2-ジメチルブタン	2,2-Dimethylbutane	75-83-2
30	1,1-ジクロロエタン	1,1-Dichloroethane	75-34-3
31	シクロペンタン	Cyclopentane	287-92-3
32	2,3-ジメチルブタン	2,3-Dimethylbutane	79-29-8
33	2-メチルペンタン	2-Methylpentane	107-83-5
34	3-メチルペンタン	3-Methylpentane	96-14-0
35	2-メチル-1-ペンテン	2-Methyl-1-pentene	763-29-1
36	cis-1,2-ジクロロエチレン	cis-1,2-Dichloroethene	156-59-2

固定発生源からの排ガス分析マニュアル(2021年版)
第3編 3.27 排ガス中の揮発性有機化合物測定マニュアル

37	n-ヘキサン	n-Hexane	110-54-3
38	クロロホルム	Chloroform	67-66-3
39	1,2-ジクロロエタン	1,2-Dichloroethane	107-06-2
40	メチルシクロペンタン	Methylcyclopentane	96-37-7
41	2,4-ジメチルペンタン	2,4-Dimethylpentane	108-08-7
42	1,1,1-トリクロロエタン	1,1,1-Trichloroethane	71-55-6
43	ベンゼン	Benzene	71-43-2
44	四塩化炭素	Carbontetrachloride	56-23-5
45	シクロヘキサン	Cyclohexane	110-82-7
46	2-メチルヘキサン	2-Methylhexane	591-76-4
47	2,3-ジメチルペンタン	2,3-Dimethylpentane	565-59-3
48	3-メチルヘキサン	3-Methylhexane	589-34-4
49	1,2-ジクロロプロパン	1,2-Dichloropropane	78-87-5
50	トリクロロエチレン	Trichloroethene	79-01-6
51	イソオクタン(2,2,4-トリメチルペンタン)	2,2,4-Trimethylpentane	540-84-1
52	n-ヘプタン	n-Heptane	142-82-5
53	cis-1,3-ジクロロプロペン	cis-1,3-Dichloropropene	10061-01-5
54	メチルシクロヘキサン	Methylcyclohexane	108-87-2
55	trans-1,3-ジクロロプロペン	trans-1,3-Dichloropropene	10061-02-6
56	1,1,2-トリクロロエタン	1,1,2-Trichloroethane	79-00-5
57	2,3,4-トリメチルペンタン	2,3,4-Trimethylpentane	565-75-3
58	トルエン	Toluene	108-88-3
59	2-メチルヘプタン	2-Methylheptane	592-27-8
60	3-メチルヘプタン	3-Methylheptane	589-81-1
61	1,2-ジブロモエタン(別名二臭化エチレン)	1,2-Dibromoethane	106-93-4
62	n-オクタン	n-Octane	111-65-9
63	テトラクロロエチレン	Tetrachloroethene	127-18-4
64	クロロベンゼン	Chlorobenzene	108-90-7
65	エチルベンゼン	Ethylbenzene	100-41-4
66,67	m-キシレン	m-Xylene	108-38-3
	p-キシレン	p-Xylene	106-42-3
68	スチレン	Styrene	100-42-5
60	1,1,2,2-テトラクロロエタン	1,1,2,2-Tetrachloroethane	79-34-5
70	o-キシレン	o-Xylene	95-47-6
71	n-ノナン	n-Nonane	111-84-2
72	クメン(別名イソプロピルベンゼン)	i-Propylbenzene	98-82-8
73	-ピネン	-Pinene	7785-26-4
74	n-プロピルベンゼン	n-Propylbenzene	103-65-1
75	3-エチルトルエン	3-Ethyltoluene	620-14-4
	4-エチルトルエン	4-Ethyltoluene	622-96-8
76	1,3,5-トリメチルベンゼン	1,3,5-Trimethylbenzene	108-67-8
77	2-エチルトルエン	2-Ethyltoluene	611-14-3
78	-ピネン	-Pinene	18172-67-3
79	1,2,4-トリメチルベンゼン	1,2,4--Trimethylbenzene	95-63-6
80	塩化ベンジル	Benzylchloride	100-44-7
81	n-デカン	n-Decane	124-18-5

82	1,3-ジクロロベンゼン	1,3-Dichlorobenzene	541-73-1
83	1,4-ジクロロベンゼン	1,4-Dichlorobenzene	106-46-7
84	1,2,3-トリメチルベンゼン	1,2,3--Trimethylbenzene	526-73-8
85	1,2-ジクロロベンゼン	1,2-Dichlorobenzene	95-50-1
86	1,3-ジエチルベンゼン	m-Diethylbenzene	141-93-5
87	1,4-ジエチルベンゼン	p-Diethylbenzene	105-05-5
88	n-ウンデカン	n-Undecane	1120-21-4
89	1,2,4-トリクロロベンゼン	1,2,4-Trichlorobenzene	120-82-1
90	ヘキサクロロ-1,3-ブタジエン	Hexachloro-1,3-butadiene	87-68-3

K.7.3 624 系統カラムの分析条件

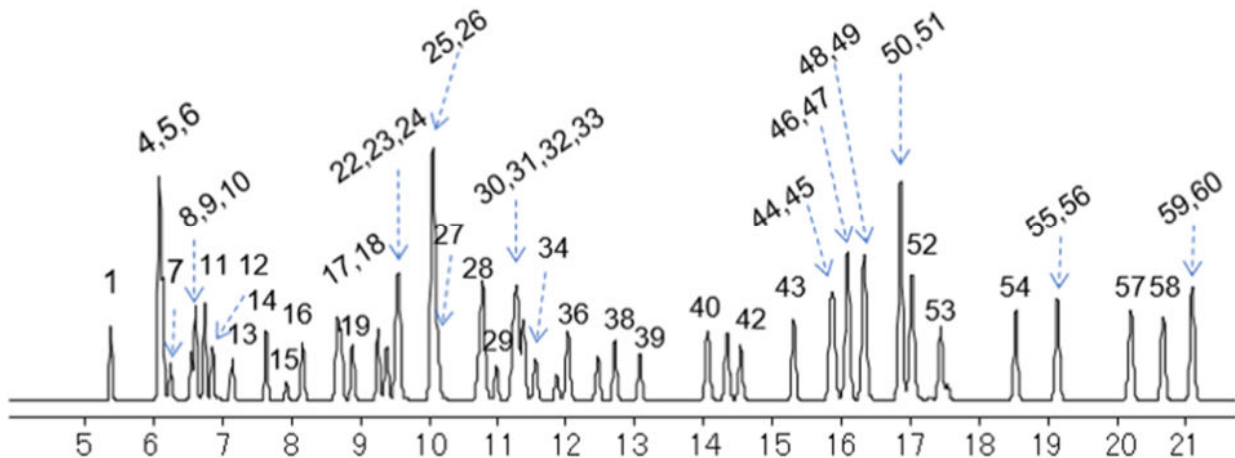
表 K.15 に、分析条件を示す。

表 K.15 624 系統カラムの GC-MS 分析条件

装置	ガスクロマトグラフ質量分析計
カラム	624 ms 系統 (60 m × 0.32 mm I.D., 膜厚 1.8 μm)
キャリアーガス流量	He, 2.4 mL/min (コンスタントプレッシャー)
濃縮量	4.6 ppbv, 400 mL, スプリットレス
注入口温度	220
オープン温度	40 (4 min 保持) → 5 /min → 140 (0 min) → 15 /min → 230 (8 min 保持)
イオン源温度	250
測定モード	SIM

K.7.4 624 系統カラムのクロマトグラムとピーク成分名

図 K.8 に混合標準ガスの分析時の TIC, 及び表 K.16 にピーク成分名のリストを示す。



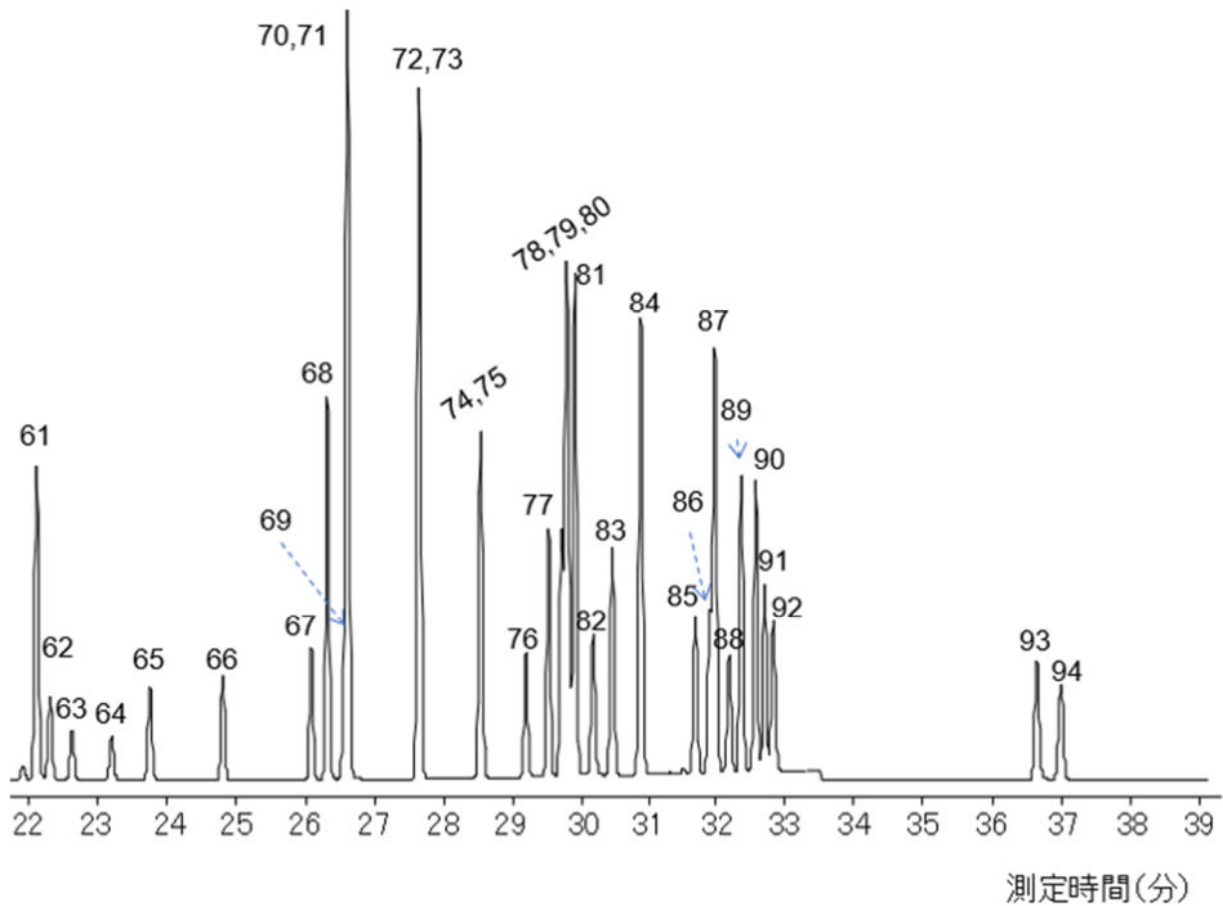


図 K.8 混合標準ガスを分析した時の TIC

表 K.16 混合標準ガスのピーク成分名

No.	物質名（和名）	物質名（英名）	CAS 番号
1	1,1,1,2-テトラフルオロエタン (別名 HFC134a)	1,1,1,2-Tetrafluoroethane	811-97-2
4	1,2-ジクロロ-1,1,2,2-テトラフルオ ロエタン(別名 CFC114)	1,2-Dichloro-1,1,2,2-tetrafluoroethane	76-14-2
5	1-クロロ-1,1-ジフルオロエタン (別名 HCFC142b)	1-Chloro-1,1-difluoroethane	75-68-3
6	イソブタン	Isobutane	75-28-5
7	塩化メチル	Chloromethane	74-87-3
8	trans-2-ブテン	trans-2-Butene	624-64-6
9	塩化ビニル	Vinyl chloride	75-01-4
10	n-ブタン	n-Butane	106-97-8
11	1,3-ブタジエン	1,3-Butadiene	106-99-0
12	1-ブテン	1-Butene	106-98-9
13	cis-2-ブテン	cis-2-Butene	590-18-1
14	ブロモメタン(別名 臭化メチル)	Bromomethane	74-83-9
15	クロロエタン	Chloroethane	75-00-3
16	イソペンタン	2-methylbutane (Isopentane)	78-78-4

固定発生源からの排ガス分析マニュアル(2021年版)
第3編 3.27 排ガス中の揮発性有機化合物測定マニュアル

17	トリクロロフロロメタン(別名 CFC11)	Trichloromonofluoromethane	75-69-4
18	1-ペンテン	1-Pentene	109-67-1
19	n-ペンタン	n-Pentane	109-66-0
20	trans-2-ペンテン	trans-2-Pentene	646-04-8
21	1,1-ジクロロ-1-フルオロエタン(別名 HCFC141b)	1,1-Dichloro-1-fluoroethane	1717-00-6
22	イソブレン	2-Methyl-1,3-butadiene	78-79-5
23	2,2-ジクロロ-1,1,1-トリフルオロエタン(別名 HCFC123)	2,2-Dichloro-1,1,1-trifluoroethane	306-83-2
24	cis-2-ペンテン	cis-2-Pentene	627-20-3
25	1,1,2-トリフルオロトリクロロエタン(別名 CFC113)	1,1,2-Trichlorotrifluoroethane	76-13-1
26	1,1-ジクロロエチレン	1,1-Dichloroethene	75-35-4
27	2,2-ジメチルブタン	2,2-Dimethylbutane	75-83-2
28	1,1,1,2,2-ペンタフルオロ-3,3-ジクロロプロパン(別名 HCFC225ca)	3,3-Dichloro-1,1,1,2,2-pentafluoropropane	422-56-0
29	塩化アリル	3-Chloro-1-propene	107-05-1
30	1,1,2,2,3-ペンタフルオロ-1,3-ジクロロプロパン(別名 HCFC225cb)	1,3-Dichloro-1,1,2,2,3-pentafluoropropane	507-55-1
31	ジクロロメタン	Dichloromethane	75-09-2
32	2-メチルペンタン	2-Methylpentane	107-83-5
33	2,3-ジメチルブタン	2,3-Dimethylbutane	79-29-8
34	シクロペンタン	Cyclopentane	287-92-3
35	アクリロニトリル	Acrylonitrile	107-13-1
36	3-メチルペンタン	3-Methylpentane	96-14-0
37	2-メチル-1-ペンテン	2-Methyl-1-pentene	763-29-1
38	n-ヘキサン	n-Hexane	110-54-3
39	1,1-ジクロロエタン	1,1-Dichloroethane	75-34-3
40	2,4-ジメチルペンタン	2,4-Dimethylpentane	108-08-7
41	メチルシクロペンタン	Methylcyclopentane	96-37-7
42	cis-1,2-ジクロロエチレン	cis-1,2-Dichloroethene	156-59-2
43	クロロホルム	Chloroform	67-66-3
44	2-メチルヘキサン	2-Methylhexane	591-76-4
45	1,1,1-トリクロロエタン	1,1,1-Trichloroethane	71-55-6
46	2,3-ジメチルペンタン	2,3-Dimethylpentane	565-59-3
47	シクロヘキサン	Cyclohexane	110-82-7
48	3-メチルヘキサン	3-Methylhexane	589-34-4
49	四塩化炭素	Carbontetrachloride	56-23-5
50	ベンゼン	Benzene	71-43-2
51	1,2-ジクロロエタン	1,2-Dichloroethane	107-06-2
52	イソオクタン(2,2,4-トリメチルペンタン)	2,2,4-Trimethylpentane	540-84-1
53	n-ヘプタン	n-Heptane	142-82-5
54	トリクロロエチレン	Trichloroethene	79-01-6
55	メチルシクロヘキサン	Methylcyclohexane	108-87-2
56	1,2-ジクロロプロパン	1,2-Dichloropropane	78-87-5
57	2,3,4-トリメチルペンタン	2,3,4-Trimethylpentane	565-75-3

固定発生源からの排ガス分析マニュアル(2021年版)
第3編 3.27 排ガス中の揮発性有機化合物測定マニュアル

58	2-メチルヘプタン	2-Methylheptane	592-27-8
59	3-メチルヘプタン	3-Methylheptane	589-81-1
60	cis-1,3-ジクロロプロペン	cis-1,3-Dichloropropene	10061-01-5
61	トルエン	Toluene	108-88-3
62	n-オクタン	n-Octane	111-65-9
63	trans-1,3-ジクロロプロペン	trans-1,3-Dichloropropene	10061-02-6
64	1,1,2-トリクロロエタン	1,1,2-Trichloroethane	79-00-5
65	テトラクロロエチレン	Tetrachloroethene	127-18-4
66	1,2-ジブロモエタン(別名二臭化エチレン)	1,2-Dibromoethane	106-93-4
67	クロロベンゼン	Chlorobenzene	108-90-7
68	エチルベンゼン	Ethylbenzene	100-41-4
69	n-ノナン	n-Nonane	111-84-2
70,71	m-キシレン	m-Xylene	108-38-3
	p-キシレン	p-Xylene	106-42-3
72	スチレン	Styrene	100-42-5
73	o-キシレン	o-Xylene	95-47-6
74	クメン(別名イソプロピルベンゼン)	i-Propylbenzene	98-82-8
75	-ピネン	-Pinene	7785-26-4
76	1,1,2,2-テトラクロロエタン	1,1,2,2-Tetrachloroethane	79-34-5
77	n-プロピルベンゼン	n-Propylbenzene	103-65-1
78	3-エチルトルエン	3-Ethyltoluene	620-14-4
79	n-デカン	n-Decane	124-18-5
80	4-エチルトルエン	4-Ethyltoluene	622-96-8
81	1,3,5-トリメチルベンゼン	1,3,5-Trimethylbenzene	108-67-8
82	-ピネン	-Pinene	18172-67-3
83	2-エチルトルエン	2-Ethyltoluene	611-14-3
84	1,2,4-トリメチルベンゼン	1,2,4-Trimethylbenzene	95-63-6
85	1,3-ジクロロベンゼン	1,3-Dichlorobenzene	541-73-1
86	1,4-ジクロロベンゼン	1,4-Dichlorobenzene	106-46-7
87	1,2,3-トリメチルベンゼン	1,2,3-Trimethylbenzene	526-73-8
88	塩化ベンジル	Benzylchloride	100-44-7
89	1,3-ジエチルベンゼン	m-Diethylbenzene	141-93-5
90	1,4-ジエチルベンゼン	p-Diethylbenzene	105-05-5
91	n-ウンデカン	n-Undecane	1120-21-4
92	1,2-ジクロロベンゼン	1,2-Dichlorobenzene	95-50-1
93	1,2,4-トリクロロベンゼン	1,2,4-Trichlorobenzene	120-82-1
94	ヘキサクロロ-1,3-ブタジエン	Hexachloro-1,3-butadiene	87-68-3

Annex L

（参考）

代表的な VOC のイオン化ポテンシャル

L.1 代表的な VOC のイオン化ポテンシャル

代表的な VOC のイオン化ポテンシャルの例を、表 L.1 に示す。

表 L.1 代表的な VOC のイオン化ポテンシャルの例

対象物質	CAS 番号	イオン化ポテンシャル (eV)
アクリロニトリル	107-13-1	10.91
塩化メチル	74-87-3	11.28
1,2-ジクロロエタン	107-06-2	11.04
テトラクロロエチレン	127-18-4	9.32
トルエン	108-88-3	8.82
ベンゼン	71-43-2	9.25
アクリル酸メチル	96-33-3	10.72
塩化ビニル	75-01-4	10.00
クロロホルム	67-66-3	11.37
ジクロロメタン	75-09-2	11.35
トリクロロエチレン	79-01-6	9.45
エチルベンゼン	100-41-4	8.75
塩化ベンジル	100-44-7	9.14
m-,p-キシレン	m- 108-38-3 p- 106-42-3	8.56 8.45
クロロベンゼン	108-90-7	9.07
酢酸ビニル	108-05-4	9.19
1,1-ジクロロエチレン	75-35-4	10.00
p-ジクロロベンゼン	106-46-7	8.94
1,1,2,2-テトラクロロエタン	79-34-5	11.10
プロモメタン（別名臭化メチル）	74-83-9	10.53
メタクリル酸メチル	80-62-6	9.74
1,1,1-トリクロロエタン	71-55-6	11.25
1,1-ジクロロエタン	75-34-3	11.06
o-キシレン	95-47-6	8.56
クロロジプロモメタン	124-48-1	10.59
四塩化炭素	56-23-5	11.28
1,2-ジクロロエチレン	シス 156-59-2 トランス 156-60-5 mix 540-59-0	シス 9.65 トランス 9.66
o-ジクロロベンゼン	95-50-1	9.07
スチレン	100-42-5	8.47
1,1,2-トリクロロエタン	79-00-5	11.00
二硫化炭素	75-15-0	10.08
n-ヘキサン	110-54-3	10.18
クロロエタン	75-00-3	10.97
酢酸エチル	141-78-6	10.11

固定発生源からの排ガス分析マニュアル(2021年版)
第3編 3.27 排ガス中の揮発性有機化合物測定マニュアル

メチルエチルケトン	78-93-3	9.53
酢酸ブチル	123-86-4	10.01
アセトン	67-64-1	9.69
メチルイソブチルケトン	108-10-1	9.30
n-ブタノール	71-36-3	10.04
エタノール	64-17-5	10.48
テトラヒドロフラン	109-99-9	9.54
アセトニトリル	75-05-8	12.20
ナフタレン	91-20-3	8.10
1,3-ジクロロベンゼン(m-ジクロロベンゼン)	541-73-1	9.12

Annex M (参考)

ベンゼン, トリクロロエチレン, テトラクロロエチレンの測定方法の概要

M.1 一般事項

排ガス中の VOC 測定では, 試料採取と分析方法の検出器との組合せが多数あるので, 組合せの例と検出感度の関係が分かりやすいようにベンゼンを例に示す。

なお, トリクロロエチレン, テトラクロロエチレンについては, GC/ECD 法についての比較であり, 他の方法については, ベンゼンの測定法を参考にする。

M.2 JIS 規格及び本マニュアルによるベンゼン, トリクロロエチレン, テトラクロロエチレンの測定方法について

JIS 規格である JIS K 0088 (排ガス中のベンゼン分析方法) 及び JIS K 0305 (排ガス中のトリクロロエチレン及びテトラクロロエチレン分析法) は, 本マニュアルに含まれている。JIS 規格から本マニュアルによる測定方法への対応の概要を, 以下に示す。

M.2.1 JIS 規格及び本マニュアルにおけるベンゼンの測定方法の概要

JIS 規格におけるベンゼン測定法の概要を図 M.1 に, 本マニュアルにおけるベンゼンの測定方法の概要を図 M.2 に示す。

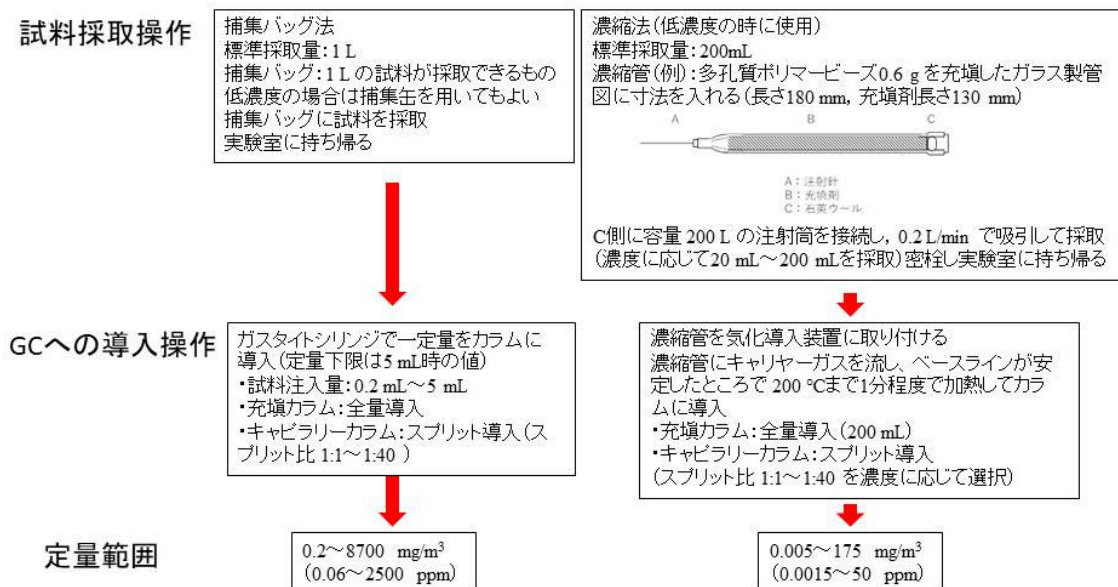


図 M.1 JIS 規格 (JIS K 0088) におけるベンゼン測定法 (GC/FID) の概要

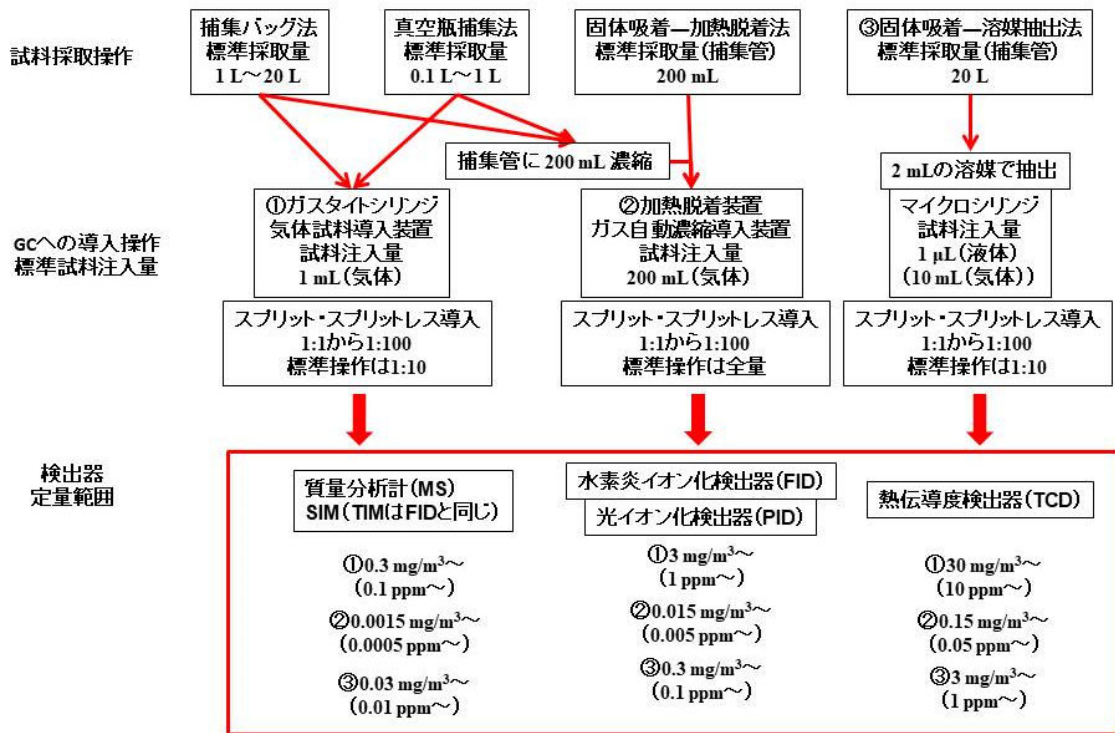


図 M.2 本マニュアルにおけるベンゼン測定法の概要

M.2.2 JIS 規格及び本マニュアルにおけるトリクロロエチレン及びテトラクロロエチレンの測定方法の概要

JIS 規格におけるトリクロロエチレン及びテトラクロロエチレンの測定法の概要を図 M.3 に、本マニュアルにおけるトリクロロエチレン及びテトラクロロエチレンの測定方法の概要を図 M.4 に示す。

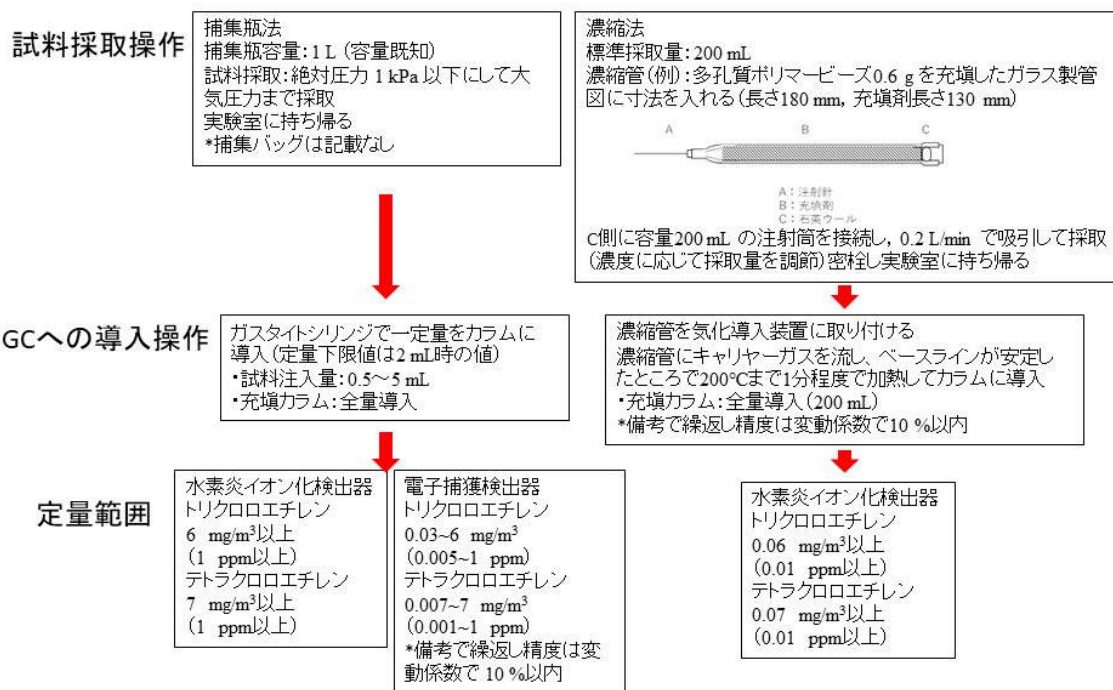


図 M.3 JIS 規格 (JIS K 0305) におけるトリクロロエチレン及びテトラクロロエチレン測定法の概要

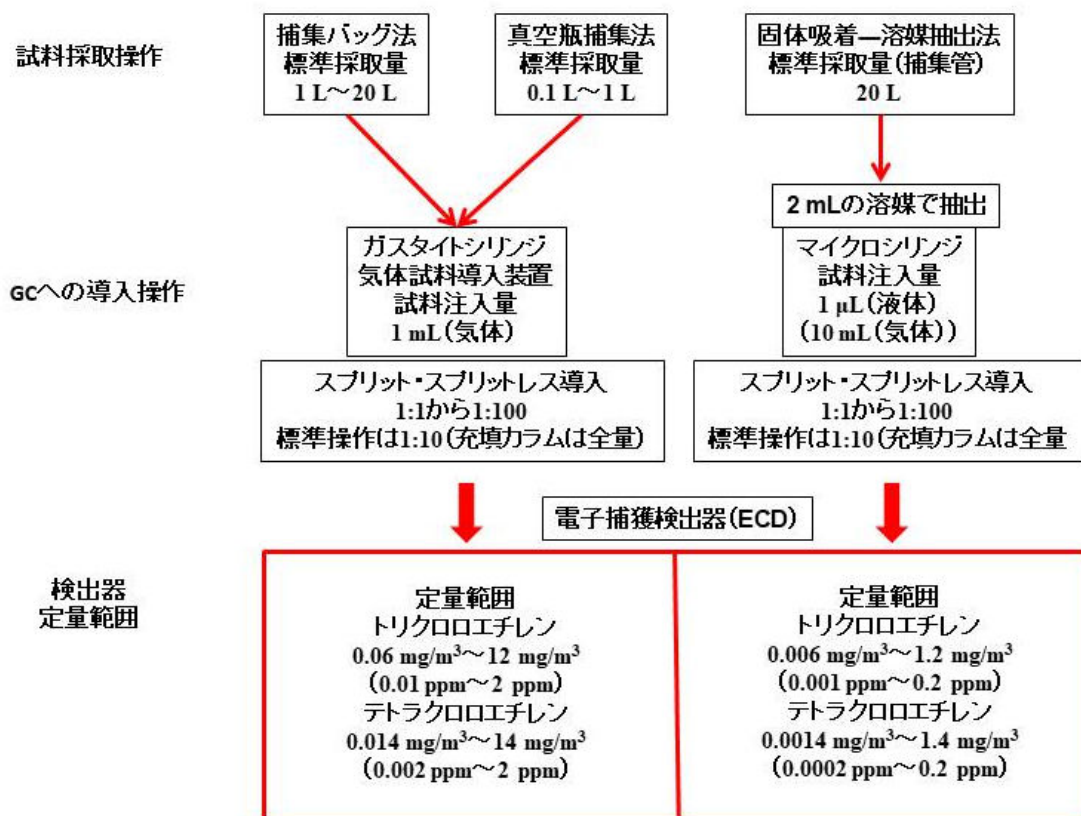


図 M.4 本マニュアルにおけるトリクロロエチレン及びテトラクロロエチレン測定法 (GC/ECD) の概要

-
- 参考文献 [1] WHO, World Health Organization, Indoor air quality: organic pollutants. EURO Reports and Studies No. 111. Copenhagen: WHO Reg. Office for Europe, 1989.
- [2] STERNBERG, J. C. The mechanism of response of flame ionization detectors. Proc. 3rd Intern. Symp. GasChromatog. (1960) pp. 231-267.
- [3] 労働者の有害物による暴露評価ガイドライン（化学物質のリスク評価検討会 ばく露評価小委員会）。

第 4 編 共通事項

第 1 章 排ガスの分析用語

第 2 章 物性

4.2.1 水の飽和蒸気圧 (JIS Z 8806)

4.2.2 等速吸引計算 (JIS Z 8808)

第 3 章 燃焼計算

4.3.1 燃焼計算で使用する数値・用語

4.3.2 燃焼計算の基礎事項

4.3.3 液体・固体燃料の燃焼計算

4.3.4 気体燃料の燃焼計算

第 4 章 報告書の例

第 5 章 ばい煙発生施設等の設置の届出

第 6 章 排ガス分析等に関する JIS , ISO 等一覧

第 7 章 参考資料 (排ガス測定に係る関係法令等)

第4編 共通事項
第1章 排ガスの分析用語

（五十音順）

番号	用語	解説
1	イオンクロマトグラフ	イオンクロマトグラフィーによってイオン種成分を分析するために用いる装置。ICと略称する。
2	イオンクロマトグラフィー	電解質溶液中のイオン種成分の分離分析法。溶離液を移動相として、イオン交換体などを固定相として分離カラム内で試料溶液中のイオン種成分を展開溶離させ、電気伝導度検出器、電気化学検出器、分光光度検出器、蛍光検出器などによって測定するクロマトグラフィー。
3	イオン電極（イオン選択性電極）	溶液中の特定イオンの活量に応答し電位を発生する電極。
4	1形ダスト捕集器	ダスト採取においてダスト捕集器をダクト内に置くもの。
5	一次標準	最高の計量性能を持ち、同一の量の他の標準への参照なしに、その値が特定の範囲内において受容されるように指定されている、又は広く認められた標準。
6	移動採取法	1個のダスト捕集器を用いて測定点を移動し、それぞれ同じ吸引時間でダスト試料を採取する方法。
7	インパクター	慣性衝突法を用いて粒子を捕集板に衝突させて気流から分離するもの。
8	インパクター捕集法（慣性衝突法）	ノズルを通しカバーガラス又はろ紙に空気を高速のジェット気流として吹きつけ、衝撃によって試料空気中の粉じん（塵）を捕そく（捉）する方法。
9	回帰分析	相互に関係のある二つの特性値について、一つの特性値から別の特性値を予測する数式を求めること。その典型的な方法に最小二乗法がある。
10	化学分析	物質の化学種を明らかにするための、又はそれを定量するための操作及び技術。 備考：化学種を認知するもので、化学的方法、物理的方法などを問わない。
11	各点採取法	測定点ごとに1個のダスト捕集器を用いてダスト試料を採取する採取法。
12	ガスクロマトグラフィー	移動相として気体を用いるクロマトグラフィー。GCと略称する。
13	ガスクロマトグラフ質量分析計	ガスクロマトグラフと質量分析計とを結合した装置。
14	ガスクロマトグラフ質量分析法	ガスクロマトグラフと質量分析計を結合した装置を用いることにより、両装置の特徴が組み合わされて高い分離、定性能力を発揮するとともに選択的検出、定量を行う方法。
15	ガスクロマトグラフ法	固定相（充填剤）の間を移動相（気体）が通過するときに、移動相に含まれる成分が分離されることを利用した分析装置。
16	ガス状水銀	排ガス中に気体として存在する水銀（主に元素状水銀と二価水銀）及びその化合物の総称
17	空試験	試料を用いないで、試料を用いたときと同様の操作をする試験。 注記：分析操作中に試料の汚染が生じていないかどうか確認できる。
18	乾き排ガス	排ガスのうち水分を含まないもの、あるいは機械的に水分を除去したもの、または計算により水分量を除去した状態のガスをいう。
19	乾き排ガス流量	乾き排ガスが単位時間あたり、どれだけの体積が移動したかを表した量。湿り排ガス流量のデータと水分量のデータから計算される、水分を除去したと仮定される計算上のガス量。
20	乾式ガスメーター	入口よりガスが計量室に入ると入口と出口側の圧力差を受けダイヤフラムが移動し、ガスはスライドバルブの働きで排気・吸気が切替えられ排出される。この一連の動きを介して計量する実量式積算流量計である。ガスの比重、粘度に影響されず、ガスを湿潤しないため水蒸気圧の影響も受けない特徴を有する。
21	器差	a) 測定器の示す値から示すべき真の値を引いた値。 b) 標準器の公称値から真の値を引いた値。

番号	用語	解説
22	吸引管	先端にガラス繊維などを充填して、排ガスを吸引する際に、ダストが混入しないようにしたもので、硬質ガラスまたは金属製のものをを用いる。
23	吸引ノズル	ダスト試料を採取するため、ダクト内に挿入して排ガスを吸引するノズル。
24	吸引流量	排ガスを吸引する際の速度。単位時間あたり、どれだけのガス体積を吸引したかを表した量。
25	吸光光度分析法	適当な試薬で発色させた溶液試料中の目的成分(金属イオンなど)に光をあて、その光が試料を通過する際の光の吸収の程度、すなわち吸光度を測定することにより、目的成分の濃度を求める方法。
26	吸湿管	U字管あるいは吸引管に塩化カルシウムなどの吸湿剤を充填したもの。ガス中の水分を吸収させ、その前後の重量差よりガス中の水分量を計量する。
27	吸収瓶	煙道などからガスを吸引して液体と接触させ、ガス中の特定の成分を液体に溶解、吸収させるためのガラス製器具
28	許容差	a) 基準にとった値と、それに対して許容される限界との値の差。 b) ばらつきが許容される限界の値。
29	繰返し性	次のすべての条件どおりに行われた、同一の測定量の連続する測定における結果間の一致の程度。 ・ 同一の測定手順 ・ 同一の測定者 ・ 同一の条件下で用いられた同一の測定装置 ・ 同一の場所 ・ 短時間での繰り返し。 併行精度ともいう。
30	クロマトグラフ	クロマトグラフィーを行う装置。
31	クロマトグラフィー	試料を固定相に接して流れる移動相に導入して、固定相及び移動相に対する成分の特性の差によって分離を行う方法。
32	蛍光分光分析法	適当な波長の励起光を選んで試料に照射し、発する蛍光の強さを波長の関数として得られるスペクトルと強度を測定することにより、試料中の物質の定性、定量を行う分析法。
33	計量法	計量の基準を定めて適正な計量の実施を確保することで、品質の向上や適正取引の推進等を図り、経済の発展及び文化の向上に寄与することを目的として制定された法律
34	系統誤差	再現可能で何らかの手段によって補正できるような誤差。
35	欠測値	予定された一連の測定において、何らかの事故のために得られなかった値。
36	原子吸光分析方法	元素を熱解離、原子化させたとき、特有の波長の光を吸収する現象を利用して試料中の元素の定性、定量を行う分析法
37	検出下限	検出できる最小量(値)
38	検知管	管内に発色試薬などを含む吸着剤又は液体を充填し、これに気体を通過させ、その気体の微量成分の検出又は簡易な定量を行うための器具。
39	検知管式ガス測定器	発色試薬などを含む吸着剤を管の内部に充填し、これに気体を通過させ、その気体の微量成分の検出又は簡易な定量を行うための器具。 (JISK0804 参照)
40	高速液体クロマトグラフ	高速液体クロマトグラフィーを行う装置。
41	高速液体クロマトグラフ法 (高速液体クロマトグラフィー)	液体を移動相にしてカラムに試料を導入し、分析種を固定相との相互作用(吸着、分配、イオン交換、サイズ排除など)の差を利用して高性能に分離して検出する方法。
42	国際単位系	メートル条約における国際的定義に基づく単位系。 備考 国際単位系はSI基本単位(七つの基本単位及び組立単位)とSI接頭語とで構成されている。
43	誤差	測定値から真の値を引いた差
44	個人誤差	測定者の個人差によって生じる誤差。

番号	用語	解説
45	個別試料採取方法	ガス状と粒子状の物質に対して個別にノズルを用い、一方から試料ガスを等速吸引して粒子状物質を採取し、他方から試料ガスをガス状物質の採取に適した流量で吸引し、ガス状物質を採取する方法。
46	再現性	次の諸条件を変えて測定を行ったときの、同一の測定量の測定結果の間の一致の程度。 <ul style="list-style-type: none"> ・ 測定の原理又は方法 ・ 測定者 ・ 測定装置 ・ 場所 ・ 使用条件 ・ 時間
47	採取管	煙道などからガス分析用の試料を採取するとき使用する器具。試料ガス温度や試料ガスとの反応性を考慮して材質を決定する必要がある。
48	採取口	採取管を挿入するためにダクト壁面を貫通して開けられた穴。ダクト内の排ガスに対して直角に採取管を挿入できるような角度で、採取管のダクト内への出し入れが出来る太さのものを設置する。
49	採取点	採取位置に選定したダクト断面内に JIS Z8808 の 5.3(測定方法)によって選定される。ダクトの大きさ、形状によって決定されるが、各採取点における分析結果の相違が少なく、ガス濃度の変動が採取位置断面において±15%以下の場合には、任意の1点として差し支えない。
50	サイドストリームサンプリング	1つのノズルを用いて排ガスを等速吸引し、粒子状物質を捕集した後、排ガスの一部を分岐し、ガス状物質を捕集する方法。
51	作業標準物質	分析・計測の現場において実用標準として用いる標準物質。トレーサビリティ上で、より上位の標準物質との比較によって標準値が付与される。
52	JCSS	Japan Calibration Service System の略称。計量法に基づく計量法トレーサビリティ制度で「計量標準供給制度」と「校正事業者登録制度」の2本柱から成る。
53	試験室間再現性	異なる施設間において測定する場合の精度。 備考 分析方法の標準化のために共同研究で評価する場合がある。
54	試験室内再現性	同一施設内において試験日、実施者、器具、機器などを変えて測定する場合の精度。
55	質量分率	質量単位を用いて表した、ある成分の全体に対する比率。質量分率 0.123、質量分率 12.3%などと表す。
56	質量濃度	溶液、固溶体、混合気体、分散系などにおける分析種の含有率を質量単位を用いて表す数値。
57	質量スペクトル(マスペクトル)	各イオンの強度を縦軸に、 m/z の順序を横軸に並べた図
58	質量分析計	質量スペクトルを測定する機器。通常、イオンを電流として検出・記録する。
59	湿式ガスメーター	水またはオイル等の液体でシールされた軽量ドラムの回転と置換封液で通過するガスを計量する実量式積算流量計で、ガスの比重、粘度に影響されない。水でシールする場合水蒸気圧の補正が必要。
60	湿り排ガス	燃料中の水素が燃焼すると水蒸気となる、これを含む燃焼排ガス
61	湿り排ガス流量	湿り排ガスが単位時間あたり、どれだけの体積が移動したかを表した量。ダクト断面積、大気圧、静圧、流速、温度から計算される。あるいは、燃料の単位当たりの湿り排ガス量と燃料消費量による燃焼計算からも計算することができる。
62	真空フラスコ法	試料ガスをガスの状態で捕集するガラス製の減圧捕集瓶の一つである真空フラスコを用いた採取方法。真空フラスコには個別規格に規定する吸収液を入れ、フラスコ内を減圧してから捕集操作を行う。
63	真空捕集瓶法	試料ガスをガスの状態で捕集するガラス製の減圧捕集瓶の一つである真空捕集瓶を用いた採取方法。真空捕集瓶は容器内を減圧してから捕集操作を行う。

番号	用語	解説
64	真度	試験値と採択された参照値との間の一致の程度。
65	真の値	ある特定の量の定義と合致する値。 備考1 特別な場合を除いて観念的な値で、実際には求められないので、真の値とみなし得る値を用いることがある。 備考2 標準器の真の値とは、標準機が現実にもつ値をいう。
66	信頼区間	ある水準での信頼性を示す区間。
67	信頼性(測定値の)	機器、方法又はそれらの要素が、既定の条件の範囲内において規定の機能と性能を保持する性質又は度合い。
68	静圧	動圧と対比した静止流体の圧力。ピトー管を煙道、ダクトに挿入した際、流れ方向とは逆側のピトー管表面の圧力として測定される。
69	精確さ	真度(trueness)と精度(precision)とを含めた総合的な良さ
70	精度	測定値におけるばらつき程度。例えば、標準偏差によって表す。
71	赤外線吸収方法	赤外線の吸収現象を利用する分析法の総称。分子振動のうち赤外線をあてると双極子モーメントの変化を起こす振動に対応する特定波長での共鳴吸収を利用して物質の分析を行う。
72	積算流量計	流れるガス量を積算して体積を測定する流量計。ガスメーター。乾式と湿式の2種類がある。
73	全水銀	排ガス中のガス状水銀及び粒子状水銀の総称
74	相対標準偏差	測定値の標準偏差を平均値によって除した値。
75	測定点	ダクト断面における流速や対象物質の測定ポイント。ダクトの形、断面積によって最大20点まで規定される。測定点間の濃度変動が小さい場合は、ガス状物質の場合は任意の1点に、ダストの場合も測定点を省略化できる規定もある。基本的な考え方は、平均流速や対象物質の平均濃度をできるだけ少ない点でかつできるだけ小さい誤差で測定することにある。
76	体積濃度	溶液、固溶体、混合気体、分散系などにおける分析種の含有率を体積単位を用いて表す数値。
77	体積分率	体積単位によって表した、ある成分の全体に対する比率。体積分率0.123、体積分率12.3%などと表す。
78	代表点採取法	ダクト中の1箇所または数箇所の測定点で平均のダスト濃度が求められることが確認されている場合、その定められた代表点で、1個または数個のダスト捕集器を用いてダスト試料を採取する方法。
79	ダスト	排ガス中に含まれるばいじん、粉じんなどの固体粒子で、ろ過捕集し乾燥によって付着水分を除いたもの。ただし、ミスト(液体粒子)中に含まれる可溶性物質など、JIS Z 8808に基づく測定によって秤量されるものは、ダストとみなす。
80	定電位電解分析法	作用電極の電位を一定にして電解を行う分析方法。
81	定量下限	ある分析方法で分析対象成分の定量が可能な最小量(値)又は最小濃度。
82	滴定	試料溶液に含まれている分析値に対し、これと反応する試薬(滴定剤という。)として、濃度既知の標準液を用いるか又は滴定剤を電気的に発生させて、化学量論的な反応終点までに要した標準液の量又は電気量から分析種を定量する操作。
83	等速吸引	ダスト試料を採取するため、吸引ノズルを用いて排ガスを吸引する際に、吸引ノズルを排ガスの流れに直面させて、排ガスを同じ流速でガスを吸引すること。
84	動圧	単位体積の流体の運動エネルギーを意味し、圧力の単位を持つ。ピトー管を煙道、ダクトに挿入した際、流れ方向からの圧(全圧)とその逆側の圧(静圧)との差として測定される。
85	トラベルブランク	試料採取に伴うブランク値の上昇程度を確認するために、試料採取以外の工程を実試料と同様に行った試料。 注記 フィールドブランクともいう。

番号	用語	解説
86	トレーサビリティ	個々の校正が不確かさに寄与する、切れ目なく連鎖した、文書化された校正を通して、測定結果を参照標準に関係づけることができる測定結果の性質。
87	2形ダスト捕集器	ダクト捕集器をダクト外に置くものを2形ダスト捕集器という、排ガス温度が露点以下にならない程度にダスト捕集部を保温または加熱する。
88	二次標準	同一の量の一次標準との比較によって値が付与された標準。
89	排ガス	工場及び事業場において燃料、その他の物の燃焼に伴って、または各種製造の工程などにおいてダクトに排出されるガス。
90	外れ値	同一条件下で得た一組の測定値の中で、同一母集団に属するものではないと判定された値。 備考 判定する前の値は、疑わしい値(suspected value)という。
91	ばらつき	大きさがそろっていない測定値の状態。 備考 例えば、ばらつきの大きさを表すには、標準偏差を用いる。
92	バリデーション	妥当性を総合的に検討・評価すること。分析方法に関しては分析方法の妥当性を検討するために、真度、精度などそのパラメータの評価が必要となる。
93	範囲(測定値の)	測定値の最大値と最小値との差、 R で表す。
94	ピトー管	流速測定用の計器。通常、静圧管と組み合わせて全圧と静圧を同時に測定し、その差から動圧を求めることで流速を測定する。L形、ウェスタン形等の種類がある。実際の測定では多少の誤差を含むのでピトー管係数を乗じて補正する。
95	ピトー管係数	ピトー管を用いて測定した流速に対する修正係数。それぞれのピトー管に固有の値をもつ。
96	非分散形赤外線分析計	赤外領域に吸収帯をもつ気体又は液体の濃度を連続測定する装置のうち、分光を分散媒によらずガスフィルタや選択性検出器によって選択性をもたせた分析計。NDIR と略称する。
97	標準状態	物質の特性の基準となる状態。気体の場合、0、1気圧。
98	標準不確かさ	標準偏差で表される、測定結果の不確かさ。
99	標準物質	指定された性質に関して十分に均質、かつ、安定であり、測定又は名義的性質の検査において、意図する用途に適していることが立証されている物質。 注記 標準物質とは、総称的な用語である。
100	標準偏差	分散の平方根の絶対値。
101	品質管理	製品、サービスなどの品質に関する目標を満たしていることを検証し、維持、改善を実施する行為。
102	不確かさ	測定の結果に付随した、合理的に測定量に結びつけられる値のばらつきを特徴づけるパラメータ。
103	普通形自動試料採取装置	普通形試料採取装置の構成で温度計とピトー管を付けることによって排ガス温度、圧力、流速を同時に測定し、制御装置や演算器を介して、等速吸引量を自動制御して測定する。
104	普通形手動試料採取装置	普通形試料採取装置の構成で制御装置や演算器を有しないもので、あらかじめ求めておいた等速吸引量に手動で合わせて測定する。
105	普通形試料採取装置	測定点における排ガス及び吸引ガスの諸条件（温度、圧力、水分量、密度、流速など）をあらかじめ測定し、等速吸引量を求め、それに合わせて排ガスを吸引してダスト試料をろ過捕集するもので、構造および機能によって、手動と自動に区分される。

番号	用語	解説
106	分散	<p>個々の測定値($x_1, x_2 \dots x_n$)について、平均値からの偏差の二乗和を自由度で除したもの。</p> $V = \frac{1}{(n-1)} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2$ <p>として求める。</p> <p>母集団分布の分散の偏りのない推定値であるので、不偏分散ともいう。</p>
107	分散分析	測定値全体の変動を、幾つかの要因に対応する変動成分とその残り変動成分とに分けて、検定または推定を行うこと。
108	分析誤差	化学分析操作に伴って生じる誤差。分析機器、手順、分析方法に起因する偏り(系統誤差)、及び環境因子の変動に起因するばらつき(偶然誤差)を含む。
109	平衡形自動試料採取装置	平衡形試料採取装置の構成で温度計で排ガス温度を測定し、演算制御器を介して等速吸引量を自動制御して測定する。
110	平衡形手動試料採取装置	平衡形試料採取装置の構成で吸引ポンプの流量を手動で調整し、排ガスの動圧または静圧と平衡させることで、等速吸引測定を行う。
111	平衡形試料採取装置	あらかじめ等速吸引量を求めることなく、排ガスの動圧または静圧を利用してこれを吸引ガスの圧力と平衡させることによって、直ちに等速吸引によってダスト試料をろ過捕集するもので、構造および機能によって、手動と自動に区分される。
112	偏差	測定値からその期待値(通常は平均値)を引いた差。
113	ベンチュリ管	断面積が連続的に変化する絞り管を用いて、流体の速度を変化させることによって差圧を得る流量センサー。
114	変動	<p>個々の測定値($x_1, x_2 \dots x_n$)について、平均値からの偏差の二乗和。</p> $S = \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2$ <p>として求める。</p>
115	変動係数	標準偏差を平均値で除した値。通常、百分率で表す。変動係数はばらつきを相対的に表すもので、通常、変量のとる値が決して負にならない場合に用いる。相対標準偏差を用いることが望ましい。
116	ポーラログラフイー	電極間電位を変化させながら、電解によって得られる電圧・電流曲線又は電流・電位(電圧)曲線を解析して行う分析方法。
117	捕集バッグ法	試料ガスをガスの状態で捕集する合成樹脂フィルム製のバッグを用いた採取方法。直接法では吸引ポンプから直接バッグに試料を導入し、間接法ではバッグを気密容器に入れ、気密容器を減圧することによってバッグ内に試料を導入することで採取を行う。
118	捕集瓶法	コックが二つ付いた流通式捕集瓶又はコックが一つ付いた真空捕集瓶を用いて試料ガスをガスの状態で捕集する試料ガス採取法。流通式捕集瓶ではその容量よりも過剰の排ガスを通過させた後に採取し、真空捕集瓶ではあらかじめ真空ポンプを用いて真空にしておいてから排ガスを導入して採取する。
119	ミスト	液体粒子。水その他の溶液を用いて排ガスを洗浄又は冷却するスクラバーの後流ダクトにおいて存在することがある。
120	ミスト分離器	液体粒子をミストといい、その除去のための装置。気液分離器ともいう。
121	メインストリームサンプリング	捕集対象物質がガスと粒子状物質(ダストに付着するものも含む)の両方の形で存在する場合、1つのノズルを用いて、排ガスを等速吸引して粒子状物質を捕集した後、同流量の排ガスからガス状物質を捕集する方法。

番号	用語	解説
122	面積流量計	測定管内の流体（気体、液体、蒸気）によって上昇力を受ける部分（フロートなど）の位置、指示値により流量を測定するタイプの流量計。主なものにフロート形とピストン形があるが、気体に用いられるのはフロート形である。
123	漏れ試験	試料採取を実施する前に、採取管から捕集部までの間に空気の漏れ込みがないか確認するための操作。
124	有効塩素量	排ガス中の塩素を分析する際に使用する塩素標準液のうち、塩素標準液として有効に働く塩素の全重量に対する百分率のこと。
125	有効数字	測定結果などを表す数字のうちで、位取りを示すだけのゼロを除いた意味のある数字。
126	誘導結合プラズマ質量分析法	試料に含まれる分析対象元素を誘導結合プラズマ（ラジオ波領域の高周波電力を誘導結合させて発生するプラズマ）によってイオン化し、生成したイオンを質量分析計に導入して、元素又は同位体を分析する方法。イオンの質量電荷比に基づいて定性分析を行い、イオンの個数を測定して定量分析を行う。
127	誘導結合プラズマ発光分光分析法	試料に含まれる分析対象元素を誘導結合プラズマによって気化励起し、得られる原子スペクトルの線の発光強度を測定することによって定量分析を、また、波長を同定することによって定性分析を行う方法。
128	粒子状水銀	排ガス中のダストに含まれる水銀及びその化合物の総称
129	連続分析法	分析装置に試料を自動的に導入するか、又は検出端を試料の流れの中に挿入することによって、試料の濃度などを自動、かつ、連続的に測定する方法。測定が完全に連続でなくても、一定時間ごとに自動採取・測定が行われるものは、間欠連続として連続分析に含まれる。通常、測定は一定の項目に限定していることが多い。
130	ろ過材	固体と流動体とを分離するためのろ過の操作に用いられる多孔性物質を用いた流動体だけを通過させる材料。

（英略語：アルファベット順）

英略語	元の用語
ABTS 法	2, 2-Azino-Bis-(3-ethylbenzothiazoline-6-Sulfonic acid) method (2,2'-アジノ-ビス(3-エチルベンゾチアゾリン-6-スルホン酸)法)
AHMT 法	4-Amino-3-Hydrazino-5-Mercapto-1,2,4-Triazole method (4-アミノ-3-ヒドラジノ-5-メルカプト-1,2,4-トリアゾール法)
CV	Coefficient of Variation (変動係数)
DL-PCB	Dioxin-Like PCB (ダイオキシン様 PCB)
DMSO	Dimethyl Sulfoxide (ジメチルスルホキシド)
DNPH	2,4-Dinitrophenylhydrazine (2,4-ジニトロフェニルヒドラジン)
ECD	Electron Capture Detector (電子捕獲検出器)
FID	Flame Ionization Detector (水素炎イオン化検出器)
FPD	Flame Photometric Detector (炎光光度検出器)
GC	Gas Chromatograph (ガスクロマトグラフ)
GC/MS	Gas Chromatograph/Mass Spectrometer (ガスクロマトグラフ質量分析計)
HPLC	High Performance Liquid Chromatograph (高速液体クロマトグラフ)
IC	Ion Chromatograph (イオンクロマトグラフ)
ICP	Inductively Coupled Plasma (誘導結合プラズマ)
ISE	Ion Selective Electrode (イオン電極)
ISO	International Organization for Standardization (国際標準化機構)
IUPAC	International Union of Pure and Applied Chemistry (国際純正応用化学連合)
NEDA 法	Naphthylethylenediamine method (ナフチルエチレンジアミン法)

英略語	元の用語
PCB	Polychlorinated Biphenyl (ポリ塩素化ビフェニル)
PCDD	Polychlorinated Dibenzo-p-Dioxin (ポリ塩素化ジベンゾジオキシン)
PCDF	Polychlorinated Dibenzofuran (ポリ塩素化ジベンゾフラン)
PCP 法	4-Pyridinecarboxylic acid-Pyrazolone method (4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン法)
PDS 法	Phenol Disulfonic acid method (フェノールジスルホン酸法)
PFK	Perfluorokerosene (パーフルオロケロセン).
PTFE	Polytetrafluoroethylene (四ふっ化エチレン樹脂)
RSD	Relative Standard Deviation (相対標準偏差)
SI	The International System of Units (国際単位系)
SIM	Selected Ion Monitoring (選択イオン検出)
SUS	Stainless steel (ステンレス鋼；SUSはJISにおける略語)
TCD	Thermal Conductivity Detector (熱伝導度検出器)
TEF	Toxicity Equivalent Factor (毒性等価係数)
TEQ	Toxic Equivalents (毒性等量)
Zn-NEDA 法	Zinc reduction-Naphthylethylenediamine method (亜鉛還元ナフチルエチレンジアミン法)

第2章 物性

排ガス測定においてガス体積の測定・算出に必要な水の飽和蒸気圧、ダスト採取の際に等速吸引流量の設定の目安とするための流速と等速吸引流量の関係を示す。

4.2.1 水の飽和蒸気圧（JIS Z8806）

普通形試料採取装置を用いる場合には、等速吸引流量を求めるため排ガス中の水分量を測定しておく必要がある。平衡形試料採取装置を用いる場合にも、ダスト流量を計算するために排ガス中の水分量が必要となる。水分量は、測定により求める場合、計算によって求める場合、いずれにおいても水の飽和蒸気圧が必要となる。

表 4.2.1 水の飽和蒸気圧

単位 Pa

t/	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
0.	611.21	615.67	620.15	624.67	629.21	633.78	638.38	643.01	647.67	652.36
1.	657.08	661.83	666.61	671.42	676.26	681.14	686.04	690.98	695.94	700.94
2.	705.97	711.03	716.13	721.26	726.41	731.61	736.83	742.09	747.38	752.70
3.	758.06	763.45	768.88	774.34	779.83	785.36	790.92	796.52	802.15	807.82
4.	813.52	819.26	825.03	830.84	836.69	842.57	848.49	854.45	860.44	866.47
5.	872.54	878.64	884.79	890.97	897.19	903.44	909.74	916.07	922.45	928.86
6.	935.31	941.80	948.34	954.91	961.52	968.17	974.86	981.60	988.37	995.19
7.	1 002.0	1 008.9	1 015.9	1 022.9	1 029.9	1 037.0	1 044.1	1 051.2	1 058.4	1 065.7
8.	1 072.9	1 080.3	1 087.6	1 095.1	1 102.5	1 110.0	1 117.6	1 125.2	1 132.8	1 140.5
9.	1 148.2	1 156.0	1 163.8	1 171.7	1 179.6	1 187.6	1 195.6	1 203.7	1 211.8	1 219.9
10.	1 228.1	1 236.4	1 244.7	1 253.0	1 261.4	1 269.9	1 278.4	1 286.9	1 295.5	1 304.2
11.	1 312.9	1 321.7	1 330.5	1 339.3	1 348.2	1 357.2	1 366.2	1 375.3	1 384.4	1 393.5
12.	1 402.8	1 412.1	1 421.4	1 430.8	1 440.2	1 449.7	1 459.3	1 468.9	1 478.5	1 488.2
13.	1 498.0	1 507.8	1 517.7	1 527.7	1 537.7	1 547.7	1 557.9	1 568.0	1 578.3	1 588.6
14.	1 598.9	1 609.3	1 619.8	1 630.3	1 640.9	1 651.6	1 662.3	1 673.0	1 683.9	1 694.8
15.	1 705.7	1 716.7	1 727.8	1 739.0	1 750.2	1 761.4	1 772.8	1 784.2	1 795.6	1 807.1
16.	1 818.7	1 830.4	1 842.1	1 853.9	1 865.8	1 877.7	1 889.7	1 901.7	1 913.8	1 926.0
17.	1 938.3	1 950.6	1 963.0	1 975.5	1 988.0	2 000.6	2 013.3	2 026.0	2 038.8	2 051.7
18.	2 064.7	2 077.7	2 090.8	2 104.0	2 117.2	2 130.5	2 143.9	2 157.4	2 170.9	2 184.5
19.	2 198.2	2 212.0	2 225.8	2 239.7	2 253.7	2 267.8	2 281.9	2 296.1	2 310.4	2 324.8
20.	2 339.2	2 353.8	2 368.4	2 383.1	2 397.8	2 412.7	2 427.6	2 442.6	2 457.7	2 472.9
21.	2 488.2	2 503.5	2 518.9	2 534.4	2 550.0	2 565.7	2 581.4	2 597.3	2 613.2	2 629.2
22.	2 645.3	2 661.5	2 677.7	2 694.1	2 710.5	2 727.1	2 743.7	2 760.4	2 777.2	2 794.1
23.	2 811.0	2 828.1	2 845.2	2 862.5	2 879.8	2 897.2	2 914.8	2 932.4	2 950.1	2 967.9
24.	2 985.8	3 003.7	3 021.8	3 040.0	3 058.3	3 076.6	3 095.1	3 113.6	3 132.3	3 151.1
25.	3 169.9	3 188.9	3 207.9	3 227.0	3 246.3	3 265.6	3 285.1	3 304.6	3 324.3	3 344.0
26.	3 363.9	3 383.8	3 403.9	3 424.0	3 444.3	3 464.7	3 485.2	3 505.7	3 526.4	3 547.2
27.	3 568.1	3 589.1	3 610.2	3 631.5	3 652.8	3 674.2	3 695.8	3 717.4	3 739.2	3 761.1
28.	3 783.1	3 805.2	3 827.4	3 849.7	3 872.2	3 894.7	3 917.4	3 940.2	3 963.1	3 986.1
29.	4 009.2	4 032.5	4 055.8	4 079.3	4 102.9	4 126.6	4 150.5	4 174.4	4 198.5	4 222.7
30.	4 247.0	4 271.5	4 296.0	4 320.7	4 345.5	4 370.5	4 395.5	4 420.7	4 446.0	4 471.5

固定発生源からの排ガス分析マニュアル(2021年版)
第4編第2章 物性

単位 Pa

t/	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
71.	32 577.	32 717.	32 858.	32 999.	33 140.	33 283.	33 425.	33 569.	33 713.	33 857.
72.	34 002.	34 147.	34 293.	34 439.	34 586.	34 734.	34 882.	35 030.	35 179.	35 329.
73.	35 479.	35 630.	35 781.	35 933.	36 085.	36 238.	36 391.	36 545.	36 700.	36 855.
74.	37 010.	37 166.	37 323.	37 480.	37 638.	37 796.	37 955.	38 115.	38 275.	38 436.
75.	38 597.	38 758.	38 921.	39 084.	39 247.	39 411.	39 576.	39 741.	39 907.	40 073.
76.	40 240.	40 408.	40 576.	40 744.	40 914.	41 084.	41 254.	41 425.	41 597.	41 769.
77.	41 942.	42 116.	42 290.	42 464.	42 640.	42 815.	42 992.	43 169.	43 347.	43 525.
78.	43 704.	43 884.	44 064.	44 245.	44 426.	44 608.	44 791.	44 974.	45 158.	45 343.
79.	45 528.	45 714.	45 900.	46 088.	46 275.	46 464.	46 653.	46 843.	47 033.	47 224.
80.	47 416.	47 608.	47 801.	47 994.	48 189.	48 384.	48 579.	48 776.	48 972.	49 170.
81.	49 368.	49 567.	49 767.	49 967.	50 168.	50 370.	50 572.	50 775.	50 979.	51 183.
82.	51 388.	51 594.	51 800.	52 007.	52 215.	52 424.	52 633.	52 843.	53 053.	53 265.
83.	53 477.	53 689.	53 903.	54 117.	54 332.	54 547.	54 764.	54 981.	55 198.	55 417.
84.	55 636.	55 856.	56 076.	56 298.	56 520.	56 743.	56 966.	57 190.	57 415.	57 641.
85.	57 868.	58 095.	58 323.	58 552.	58 781.	59 011.	59 242.	59 474.	59 707.	59 940.
86.	60 174.	60 409.	60 644.	60 881.	61 118.	61 356.	61 594.	61 834.	62 074.	62 315.
87.	62 557.	62 799.	63 042.	63 286.	63 531.	63 777.	64 024.	64 271.	64 519.	64 768.
88.	65 017.	65 268.	65 519.	65 771.	66 024.	66 278.	66 532.	66 788.	67 044.	67 301.
89.	67 559.	67 817.	68 077.	68 337.	68 598.	68 860.	69 123.	69 386.	69 651.	69 916.
90.	70 182.	70 449.	70 717.	70 986.	71 255.	71 526.	71 797.	72 069.	72 342.	72 616.
91.	72 890.	73 166.	73 442.	73 719.	73 998.	74 277.	74 556.	74 837.	75 119.	75 401.
92.	75 685.	75 969.	76 254.	76 540.	76 827.	77 115.	77 404.	77 693.	77 984.	78 276.
93.	78 568.	78 861.	79 155.	79 450.	79 746.	80 043.	80 341.	80 640.	80 940.	81 240.
94.	81 542.	81 844.	82 148.	82 452.	82 757.	83 064.	83 371.	83 679.	83 988.	84 298.
95.	84 609.	84 921.	85 234.	85 547.	85 862.	86 178.	86 495.	86 812.	87 131.	87 451.
96.	87 771.	88 093.	88 415.	88 739.	89 063.	89 389.	89 715.	90 043.	90 371.	90 701.
97.	91 031.	91 362.	91 695.	92 028.	92 363.	92 698.	93 035.	93 372.	93 711.	94 050.
98.	94 391.	94 732.	95 075.	95 418.	95 763.	96 109.	96 455.	96 803.	97 152.	97 502.
99.	97 853.	98 204.	98 557.	98 911.	99 266.	99 623.	99 980.	100 338.	100 697.	101 058.
100.	101 419.	101 782.	102 145.	102 510.	102 875.	103 242.	103 610.	103 979.	104 349.	104 720.

(JIS Z 8806 SONNTAG (1990) による。温度目盛は、ITS-90)

4.2.2 等速吸引計算（JIS Z8808）

普通形試料採取装置を用いる場合、等速吸引を行うための吸引流量は次式によって求める。

$$qm = \frac{\pi}{4} d^2 v \left(1 - \frac{X_w}{100}\right) \frac{273.15 + \theta_m}{273.15 + \theta_s} \times \frac{Pa + Ps}{Pa + Pm - Pv} \times 60 \times 10^{-3}$$

qm ：ガスメーターにおける等速吸引流量（L/min）

d ：吸引ノズルの内径（mm）

v ：排ガスの流速（m/s）

X_w ：排ガス中の水蒸気の体積分率（%）

θ_m ：ガスメーターにおける吸引ガスの温度（ $^{\circ}\text{C}$ ）

θ_s ：排ガスの温度（ $^{\circ}\text{C}$ ）

Pa ：大気圧（kPa）

Ps ：測定点における静圧（kPa）

Pm ：ガスメーターにおける吸引ガスのゲージ圧（kPa）

Pv ： θ_m の水の飽和蒸気圧（kPa）

上式のように等速吸引流量を求めるためには多数の項目設定が必要となる。項目の中でも特に排ガスの流速・温度・水分量は各施設によって様々であり、等速吸引流量の計算値に大きな影響がある。このため吸引ポンプの能力も考慮し、適切な吸引ノズルの内径を選定して適切な等速吸引流量を設定することが、ダスト採取における大きなポイントとなる。

そこで1例として排ガスの温度を断続的に変化させ、吸引ノズルの内径の値及び流速によって等速吸引流量がどのように変化するか計算した流速と等速吸引流量の関係を図4.2.1に、ノズルの内径が一定で排ガス温度が変化した場合の排ガス流速と等速吸引流量の関係を図4.2.2に示した。このような計算を元に等速吸引流量が設定されることを理解した上で、対象施設の排ガス情報や各自の採取装置の能力を考慮し、測定時に適切な等速吸引流量を設定されたい。

なお、計算例では以下の項目は、次のように一定の値を取るものと想定した。

X_w ：10%

θ_m ：20

Pa ：101.32kPa

Ps ：0 kPa

Pm ：0 kPa

Pv ：2.339 kPa

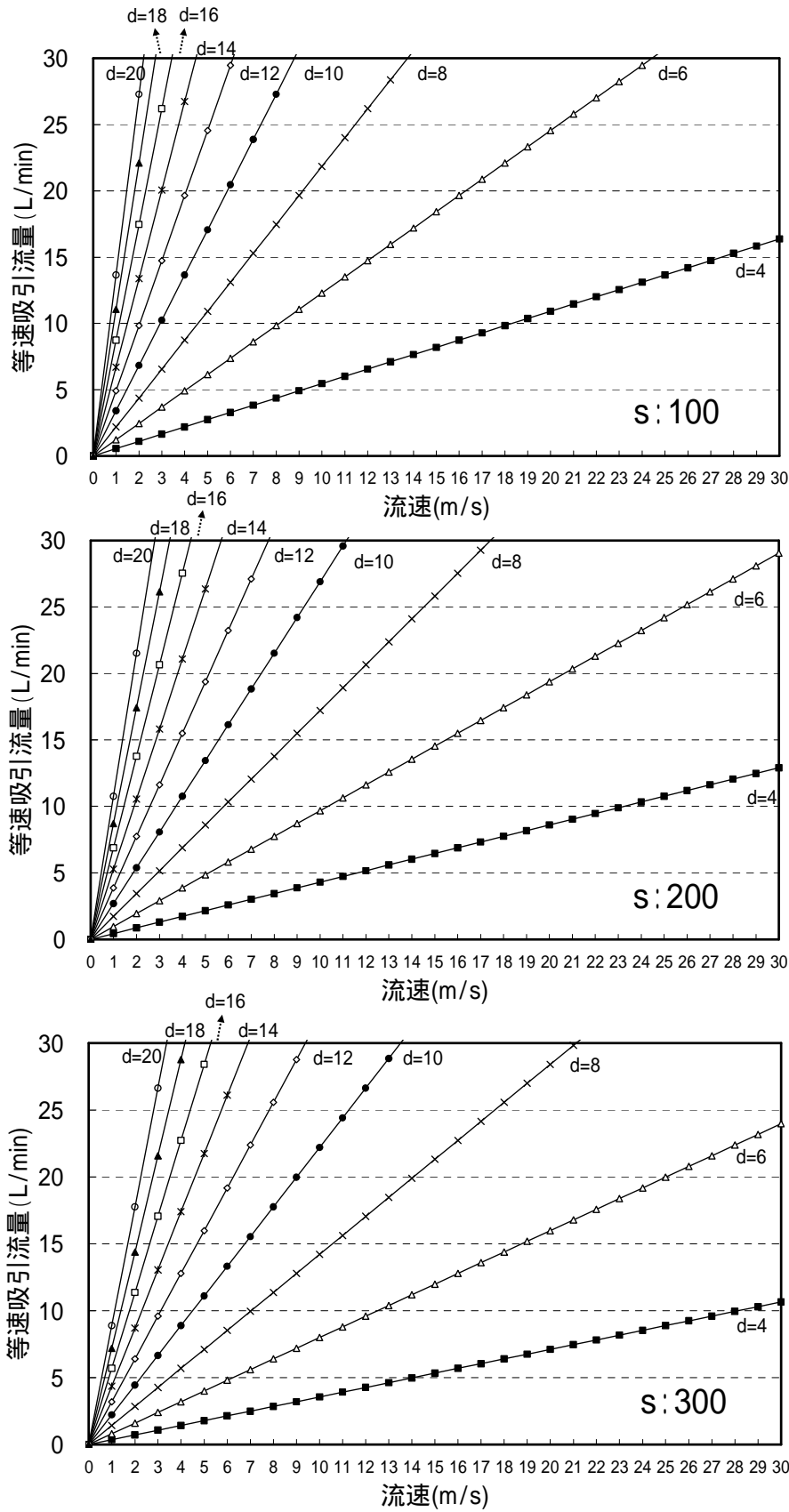


図 4.2.1 流速と等速吸引流量の関係（ノズル内径と排ガス温度が変化した場合）

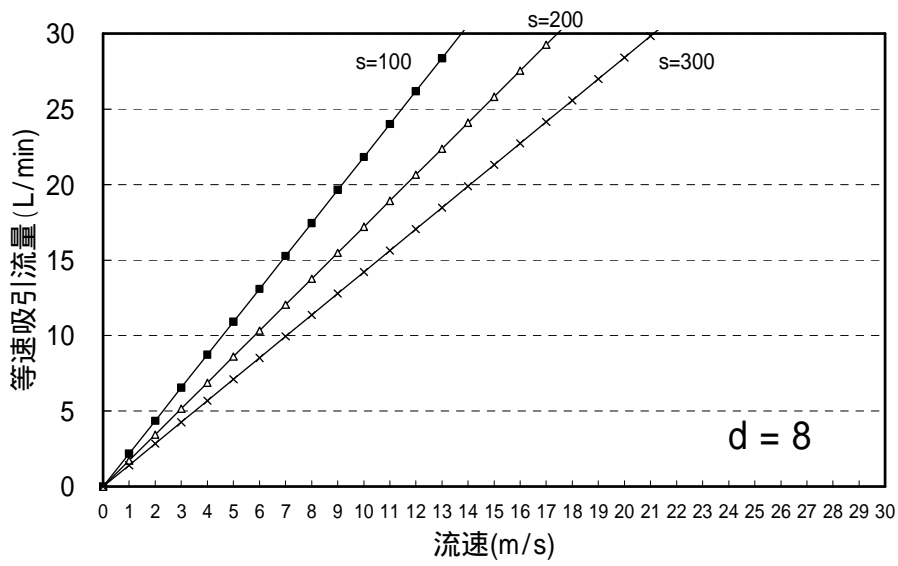


図 4.2.2 流速と等速吸引流量の関係
(ノズル内径が一定(8 mm)で排ガス温度が変化した場合)

第3章 燃焼計算

燃焼計算は、燃料消費量、燃料組成等から質量保存の法則を適用して燃焼反応前後の収支計算を求めるものである。排ガス流量は、排ガス流速とダクト断面積との積によって求める方法以外に燃焼計算によっても求めることができる。排ガス流速はその測定現場の状況によって、JISに沿った理想的な測定ができるとは限らず、排ガス流量の誤差が大きくなる可能性もある。このようなケースも想定して測定により排ガス流速を求める場合にあっても、燃料消費量、燃料組成をチェックし、計算から排ガス流量を求められるようにしておくことは、どのような状況でも正確な測定を行うための準備を整えておく測定者の望ましい姿勢と考えられる。なお、外気の漏れ込みや排ガスの漏れがある場合は誤差を生じるので使用できない事を留意されたい。

4.3.1 燃焼計算で使用する数値・用語

気体

燃焼計算で取り扱う気体は0℃、101.32 kPa、1 molの体積は22.4 L(1 kmolでは22.4 m³)の理想気体として取り扱う。

空気の組成

通常空気を使用する場合、窒素79%、酸素21%(体積比)として取り扱う。

主要元素の質量

燃焼計算で用いる主要元素の1 kmolあたりの質量は、以下の数値で取り扱う。

H: 1 kg/kmol C: 12 kg/kmol N: 14 kg/kmol O: 16 kg/kmol S: 32 kg/kmol

理論空気量(A₀)

燃料単位量(固体・液体燃料は1 kg、気体燃料は1 m³)を完全燃焼させるために必要とする最小の空気量。

空気比

燃焼装置で燃料を燃焼させる場合、理論空気量A₀を供給しただけでは完全燃焼させることは困難であり、実際の燃焼ではA₀より過剰な空気を供給する。実際に供給された空気量を所要空気量Aといい、以下の式で表される。

$$m = \frac{A}{A_0} \quad (4 \cdot 1)$$

湿り燃焼ガス、乾き燃焼ガス

燃焼ガスは水蒸気を含んでいるが、計算の便宜上水蒸気を除外した状態で考えることが多い。水蒸気を含んだ状態を湿り燃焼ガス、水蒸気を取り除いた状態を乾き燃焼ガスという。

4.3.2 燃焼計算の基礎事項

燃焼は酸化現象であり，化学反応の原理・法則に基づき物質の量的関係を計算により求めることができる。燃焼計算では，燃料を構成する可燃元素を炭素(C)，水素(H)および硫黄(S)の3元素とみなし，燃料の燃焼反応による燃焼に必要な空気量と燃焼ガス量を求める。表 4.3.1 に燃焼反応のもっとも基本となる可燃元素の燃焼反応式および量的関係を示す。表 4.3.2 には，燃焼反応で取り扱う主な可燃単純ガスの燃焼表を示す。

表 4.3.1 燃料中の可燃元素の燃焼表

可燃元素	燃焼反応の方程式	可燃元素 1kg に対する									
		燃焼生成物		消費酸素		残存窒素		消費空気		燃焼ガス	
		記号	量	記号	量	記号	量	記号	量	記号	量
C	$C + O_2 = CO_2$	CO ₂	3.67kg	O ₂	2.67kg	N ₂	8.78kg	O ₂ 及びN ₂	11.5kg	CO ₂ 及びN ₂	12.5kg
			1.87m ³		1.87m ³		7.02m ³		8.89m ³		8.89m ³
	$C + 1/2O_2 = CO$	CO	2.33kg	O ₂	1.33kg	N ₂	4.39kg	O ₂ 及びN ₂	5.72kg	CO及びN ₂	6.72kg
			1.87m ³		0.933m ³		3.51m ³		4.44m ³		5.38m ³
H	$H_2 + 1/2O_2 = H_2O$	H ₂ O	9kg	O ₂	8kg	N ₂	26.3kg	O ₂ 及びN ₂	34.3kg	H ₂ O及びN ₂	35.3kg
			11.2m ³		5.60m ³		21.1m ³		26.7m ³		32.3m ³
S	$S + O_2 = SO_2$	SO ₂	2kg	O ₂	1kg	N ₂	3.29kg	O ₂ 及びN ₂	4.29kg	SO ₂ 及びN ₂	5.29kg
			0.7m ³		0.7m ³		2.63m ³		3.33m ³		3.33m ³

表 4.3.2 単純ガスの燃焼表

燃料		燃焼方程式	燃料1m ³ に対する			
			空気量 (m ³)		燃焼ガス量 (m ³)	
名称	分子記号		O ₂	N ₂	CO ₂	H ₂ O
水素	H ₂	$2H_2 + O_2 = 2H_2O$	0.5	1.88		1
一酸化炭素	CO	$2CO + O_2 = 2CO_2$	0.5	1.88	1	
メタン	CH ₄	$CH_4 + 2O_2 = CO_2 + 2H_2O$	2	7.52	1	2
エタン	C ₂ H ₆	$C_2H_6 + 7/2O_2 = 2CO_2 + 3H_2O$	3.5	13.17	2	3
エチレン	C ₂ H ₄	$C_2H_4 + 3O_2 = 2CO_2 + 2H_2O$	3	11.29	2	2
アセチレン	C ₂ H ₂	$2C_2H_2 + 5O_2 = 4CO_2 + 2H_2O$	3	9.40	2	1
プロパン	C ₃ H ₈	$C_3H_8 + 5O_2 = 3CO_2 + 4H_2O$	5	18.81	3	4
プロピレン	C ₃ H ₆	$2C_3H_6 + 9O_2 = 6CO_2 + 6H_2O$	4.5	16.93	3	3
ブタン	C ₄ H ₁₀	$2C_4H_{10} + 13O_2 = 8CO_2 + 10H_2O$	6.5	24.45	4	5
ブチレン	C ₄ H ₈	$C_4H_8 + 6O_2 = 4CO_2 + 4H_2O$	6	22.57	4	4
一般炭化水素	C _x H _y	$C_xH_y + (x+y/4)O_2 = xCO_2 + y/2H_2O$	x+y/4	3.76 × (x+y/4)	x	y/2

4.3.3 液体・固体燃料の燃焼計算

燃焼に要する空気量

液体・固体燃料の組成が明らかである場合は、計算によって燃焼に要する空気量を正確に求めることができる。液体・固体燃料の燃焼計算では、燃料の単位質量(1 kg)当たりで考える。表 4.3.1 の関係から 1 kg の炭素、水素、硫黄が完全燃焼する際に必要な酸素量はそれぞれ 22.4 m³、1/4 × 22.4 m³、22.4 m³ であり、液体・固体燃料 1 kg の燃焼に必要な理論空気量は、以下の式で表される。

$$A_0 = \frac{1}{0.21} \left\{ \frac{22.4}{12} c + \frac{22.4}{4} \left(h - \frac{o}{8} \right) + \frac{22.4}{32} s \right\} \quad (4 \cdot 2)$$

(4・2)式をまとめると

$$A_0 = 8.89c + 26.7 \left(h - \frac{o}{8} \right) + 3.33s \quad (4 \cdot 3)$$

A_0 : 理論空気量

c : 燃料 1 kg 中に含まれる炭素量(kg/kg)

h : 燃料 1 kg 中に含まれる水素量(kg/kg)

o : 燃料 1 kg 中に含まれる酸素量(kg/kg)

s : 燃料 1 kg 中に含まれる硫黄量(kg/kg)

なお、式中の $(h - o/8)$ は、燃料中の結合水の状態にあつて燃焼に利用されない水分を差し引いた水素で有効水素と呼ばれている。

燃焼ガス量

完全燃焼した燃焼ガス成分には、燃焼生成物である二酸化炭素、水蒸気と燃焼反応に関与しなかった窒素及び余剰の酸素が含まれる。供給される空気中の理論酸素量だけが燃料中の可燃元素(C, H, S)と反応して燃焼ガスを生成し、燃料中の窒素は燃焼反応により全量が窒素ガスになるものとして取り扱ふと、供給される空気の窒素量が $0.79mA_0$ 、燃焼に使用されない供給過剰酸素量が $0.21(m - 1)A_0$ となることから、湿り燃焼ガス量は以下の式で表される。

$$G = 0.79mA_0 + 0.21(m - 1)A_0 + \frac{22.4}{12}c + \frac{22.4}{1 \times 2}h + \frac{22.4}{32}s + \frac{22.4}{14 \times 2}n + \frac{22.4}{18}w \quad (4 \cdot 4)$$

(4・4)式をまとめると

$$G = (m - 0.21)A_0 + 1.8767c + 11.2h + 0.7s + 0.8n + 1.244w \quad (4 \cdot 5)$$

G ：固体・液体燃料 1kg あたりに生成する湿り燃焼ガス量 (m^3/kg)

m ：空気比

w ：燃料 1kg 中に含まれる水分量 (kg/kg)

乾き燃焼ガス量は，湿り排ガス量 G から水蒸気量を差し引くことで求められる。

$$G' = G - (12.2h + 1.244w) \quad (4 \cdot 6)$$

$$= (m - 0.21)A_0 + 1.867c + 0.7s + 0.8n \quad (4 \cdot 7)$$

G' ：固体・液体燃料 1 kg あたりに生成する乾き燃焼ガス量 (m^3/kg)

空気比

実際の燃焼に使われる空気量 A を直接測定することはあまりなく，一般的には燃焼ガスの分析の結果から空気比 m を算出し，この m に理論空気量 A_0 を乗じて求める。空気比の算出式は以下の手順で求めることができる。

固体・液体燃料が完全燃焼したときの燃焼ガス成分のうち，燃焼反応に関与しなかった窒素及び余剰の酸素の燃焼ガス中の組成比については，燃料組成と乾き燃焼ガス量および理論空気量の関係から以下の式で示される。

$$O_2 = \frac{0.21(m - 1)A_0}{G'} \quad (4 \cdot 8)$$

$$N_2 = \frac{0.79mA_0 + 0.8n}{G'} \quad (4 \cdot 9)$$

O_2 ：乾き燃焼ガス中に含まれる酸素の比率

N_2 ：乾き燃焼ガス中に含まれる窒素の比率

燃料中の窒素分は微量のため無視できる ($n = 0$) とみなし，(4・8)および(4・9)式から G' を消去すると

$$\frac{0.21(m - 1)A_0}{O_2} = \frac{0.79mA_0}{N_2}$$

上式をまとめると，

$$m = \frac{21N_2}{21N_2 - 79O_2} \quad (4 \cdot 10)$$

また， N_2 は空気中の窒素組成と同じとして $N_2 = 0.79$ を代入すると

$$m = \frac{21}{21 - 100 \times (O_2)} = \frac{21}{21 - O_2} \quad (4 \cdot 11)$$

(O₂)：乾き燃焼ガス中に含まれる酸素濃度（%）

と表すことができる。(4・11)式で示したように，乾き燃焼ガス中に含まれる酸素の比率を測定することで空気比 m を求められる。

計算例

【問】

成分組成（重量%）が C = 86 %，H = 11 %，S = 3 %の重油を 110 L/h で燃焼しているボイラーがある。この燃焼排ガス中の酸素濃度が 3.0 %で観測されたとき，1時間あたりの湿り排ガス量と乾き排ガス量（有効数字2桁）を求めよ。なお，重油の比重は 0.91 とする。

【答】

() 重油 1kg を燃焼するのに必要な理論空気量を求める。

(4・3) 式より

$$\begin{aligned} A_0 &= 8.89c + 26.7(h \cdot o/8) + 3.33s \\ &= 8.89 \times 0.86 + 26.7 \times 0.11 + 3.33 \times 0.03 \\ &= 10.7 \text{ m}^3 \end{aligned}$$

() 空気過剰係数（空気比） m を求める。

(4・11) 式より

$$\begin{aligned} m &= 21 / (21 - (O_2)) \\ &= 21 / (21 - 3.0) = 1.17 \end{aligned}$$

() 重油 1 kg を燃焼させたときの湿り排ガス量 G を求める。

(4・5) 式より

$$\begin{aligned} G &= (m \cdot 0.21)A_0 + 1.867c + 11.2h + 0.7s + 0.8n + 1.244w \\ &= (1.17 \cdot 0.21) \times 10.7 + 1.867 \times 0.86 + 11.2 \times 0.11 + 0.7 \times 0.03 \\ &= 13.1 \text{ m}^3 \end{aligned}$$

() 重油 1 kg を燃焼させたときの乾き排ガス量 G' を求める。

(4・7) 式より

$$\begin{aligned} G' &= (m \cdot 0.21)A_0 + 1.867c + 0.7s + 0.8n \\ &= (1.17 \cdot 0.21) \times 10.7 + 1.867 \times 0.86 + 0.7 \times 0.03 \\ &= 11.9 \text{ m}^3 \end{aligned}$$

() 1時間あたりの重油消費量から1時間あたりの湿り排ガス量 G と乾き排ガス量

G' を求める。

重油の1時間あたりの消費量は、 $110 \text{ L/h} = 110 \times 0.91 = 100 \text{ kg/h}$

よって、

1時間あたりの湿り排ガス量 $G = 13.1 \times 100 = 13000 \text{ m}^3/\text{h}$

1時間あたりの乾き排ガス量 $G' = 11.9 \times 100 = 12000 \text{ m}^3/\text{h}$

4.3.4 気体燃料の燃焼計算

燃焼に要する空気量

気体燃料はメタン，一酸化炭素などの単純ガスの混合物であり，これら単純ガス組成が明らかである場合は，計算によって燃焼に要する空気量を正確に求めることができる。気体燃料の燃焼計算では，燃料の単位質量(1 m³)当たりで考える。

いま気体燃料 1 m³ 中に，水素，一酸化炭素，メタン，エタン，エチレン，プロパン，ブタン，酸素，窒素，および二酸化炭素をそれぞれ $h_2, co, ch_4, c_2h_6, c_2h_4, c_3h_8, c_4h_{10}, o_2, n_2, co_2$ (m³)含むとすれば，表 4.3.2 の関係から，気体燃料 1 m³ の燃焼に必要な理論空気量は，以下の式で表される。

$$A_0 = \frac{1}{0.21} (0.5h_2 + 0.5co + 2ch_4 + 3.5c_2h_6 + 3c_2h_4 + 5c_3h_8 + 6.5c_4h_{10} - o_2) \quad (4 \cdot 12)$$

h_2 : 燃料 1 m³ 中に含まれる水素容積(m³/m³)

co : 燃料 1 m³ 中に含まれる一酸化炭素容積(m³/m³)

ch_4 : 燃料 1 m³ 中に含まれるメタン容積(m³/m³)

c_2h_6 : 燃料 1 m³ 中に含まれるエタン容積(m³/m³)

c_2h_4 : 燃料 1 m³ 中に含まれるエチレン容積(m³/m³)

c_3h_8 : 燃料 1 m³ 中に含まれるプロパン容積(m³/m³)

c_4h_{10} : 燃料 1 m³ 中に含まれるブタン容積(m³/m³)

o_2 : 燃料 1 m³ 中に含まれる酸素容積(m³/m³)

なお，他の炭化水素 C_xH_y が燃料に含まれている場合，(4・12)式の () 内に (x+y/4)・c_xh_y の項を追加して考えればよい。

c_xh_y : 燃料 1 m³ 中に含まれる C_xH_y 容積(m³/m³)

燃焼ガス量

完全燃焼した燃焼ガス成分には，燃焼生成物である二酸化炭素，水蒸気と燃焼反応に関与しなかった成分が含まれる。燃焼反応による各単純ガスの二酸化炭素，水蒸気の生成量は表 4.3.2 に示したとおりである。また，燃焼反応に関与しない成分として燃料中の窒素および二酸化炭素があり，供給される空気の窒素量は 0.79mA₀，燃焼に使用されない供給過剰酸素量が 0.21(m - 1)A₀ であることから，湿り燃焼ガス量は以下の式で表される。

$$G = (m - 0.21)A_0 + co_2 + co + h_2 + 3ch_4 + 5c_2h_6 + 4c_2h_4 + 7c_3h_8 + 9c_4h_{10} + n_2 \quad (4 \cdot 13)$$

G : 気体燃料 1 m³ あたりに生成する湿り燃焼ガス量(m³/m³)

乾き燃焼ガス量は，湿り排ガス量 G から水蒸気量を差し引くことで求められる。

$$G' = G - (h_2 + 2ch_4 + 3c_2h_6 + 2c_3h_4 + 4c_3h_8 + 5c_4h_{10}) \quad (4 \cdot 14)$$

G' ：気体燃料 1 m^3 あたりに生成する乾き燃焼ガス量 (m^3/m^3)

なお，他の炭化水素 C_xH_y が燃料に含まれている場合，(4・13)式には $(x+y/2) \cdot c_x h_y$ の項を追加し，(4・14)式には $(y/2) \cdot c_x h_y$ の項を減ずる形にして考えればよい。

空気比

固体・液体燃料と同様に気体燃料を燃焼したときの空気比 m は，燃焼ガスの分析値と燃料組成を用いて計算される。

燃焼ガス中の残存酸素濃度は，理論空気量よりも過剰に供給された空気に含まれる酸素が測定されたものであり， m は酸素のバランスから以下の式で表される。

$$m = 1 + \frac{(\text{O}_2 - 0.5\text{CO})G'}{21A_0} \quad (4 \cdot 15)$$

CO：乾き燃焼ガス中に含まれる一酸化炭素の比率

同様に m は燃焼ガス中の窒素濃度と残存酸素濃度のバランスから以下の式で表される。

$$m = \frac{1}{1 - 3.76 \times \frac{\text{O}_2 - 0.5\text{CO}}{\text{N}_2 - \frac{n_2}{G'}}} \quad (4 \cdot 16)$$

なお，完全燃焼した場合は，(4・15)，(4・16)式の CO を 0 として考えればよい。さらに加えて，燃料中に窒素が含まれていない場合は， n_2 を 0 と考えればよく，(4・16)式は液体・固体燃料の場合と同様に(4・10)，(4・11)式の形で m を表すことができる。

計算例

【問】

成分組成（容量％）がメタン 90％，プロパン 10％の都市ガスを空気比 $m=1.40$ で完全燃焼させたときの乾き燃焼排ガス中の CO_2 濃度（有効数字 2 桁）を求めよ。

【答】

() 都市ガス 1m^3 を燃焼するのに必要な理論空気量を求める。

(4・12)式より

$$\begin{aligned} A_0 &= 1/0.21(0.5h_2+0.5co+2ch_4+3.5c_2h_6+3c_2h_4+5c_3h_8+6.5c_4h_{10} \cdot o_2) \\ &= 1/0.21 \times (2 \times 0.9 + 5 \times 0.1) \\ &= 11.0 \text{ m}^3 \end{aligned}$$

() 都市ガス 1 m³ を燃焼させたときの湿り排ガス量 G を求める。

(4・13)式より

$$\begin{aligned} G &= (m \cdot 0.21)A_0 + co_2 + co + h_2 + 3ch_4 + 5c_2h_6 + 4c_2h_4 + 7c_3h_8 + 9c_4h_{10} + n_2 \\ &= (1.40 - 0.21) \times 11.0 + 3 \times 0.9 + 7 \times 0.1 \\ &= 16.4 \text{ m}^3 \end{aligned}$$

() 都市ガス 1 m³ を燃焼させたときの乾き排ガス量 G' を求める。

(4・14)式より

$$\begin{aligned} G' &= G \cdot (h_2 + 2ch_4 + 3c_2h_6 + 2c_2h_4 + 4c_3h_8 + 5c_4h_{10}) \\ &= 16.4 \cdot (2 \times 0.9 + 4 \times 0.1) \\ &= 14.2 \text{ m}^3 \end{aligned}$$

() 燃焼方程式から都市ガス 1 m³ を燃焼させたときの CO₂ 発生量を求める。

メタンの燃焼方程式 ($CH_4 + 2O_2 = CO_2 + 2H_2O$) より、燃焼するメタンと発生する CO₂ の量の比は 1:1 であるから、0.9 m³ のメタンから発生する CO₂ は

$$CO_2 \text{ (メタン由来)} = 0.9 \text{ m}^3$$

プロパンの燃焼方程式 ($C_3H_8 + 5O_2 = 3CO_2 + 4H_2O$) より、燃焼するメタンと発生する CO₂ の量の比は 1:3 であるから、0.1 m³ のプロパンから発生する CO₂ は

$$CO_2 \text{ (プロパン由来)} = 0.1 \times 3 = 0.3 \text{ m}^3$$

よって都市ガス 1 m³ を燃焼させたときの CO₂ 発生量は

$$CO_2 \text{ (都市ガス由来)} = 0.9 + 0.3 = 1.2 \text{ m}^3$$

() 乾き燃焼ガス中の CO₂ 濃度を求める。

$$CO_2 \text{ 濃度} = 1.2 / 14.2 \times 100 = 8.4 \%$$

第4章 報告書の例

測定項目ごとの報告書の構成例を示した。排ガスを測定した結果は報告書として、正確性はもとよりわかりやすく伝える工夫も必要である。各項目の計量結果を算出するにあたっては項目毎に多くの数式を用いる必要があるが、通常はパソコン等にプログラム化されて測定値を入力すれば計算値が得られる場合が多くなっている。しかしながら、計算の意味を理解していない場合、初歩的な入力ミスから誤った計算値を算出したままでも気づかない可能性も考えられる。このような事態を避けるためにも算出法を熟知し、妥当な計算結果になっているか見当をつけられるようにしておくことは重要である。

なお、計量証明事業所が計量法に基づき、計量証明書としてとして発行する際には計量法施行規則第四十四条の二に定められた以下の事項を記載する必要がある。

- 一 計量証明書である旨の表記
- 二 計量証明書の発行番号及び発行年月日
- 三 計量証明書を発行した計量証明事業者の氏名又は名称及び住所
- 四 計量証明を行った事業所の所在地及び登録番号
- 五 当該計量証明書に係る計量管理を行った者の氏名
- 六 計量の対象
- 七 計量の方法（別表第四の第一号から第五号までに掲げる事業にあつては、計量に使用した計量器）
- 八 計量証明の結果
- 九 計量証明の事業の工程の一部を外部の者に行かせた場合にあつては、当該工程の内容、当該工程を実施した事業者の氏名又は名称及び事業所の所在地

計量証明書



様

計 量 証 明 書

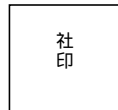
第 号
令和 年 月 日

県知事登録第 号

住所:

電話:

事業者名:



環境計量士名:



令和 年 月 日に が採取した試料について計量した結果は、下記のとおりであることを証明します。

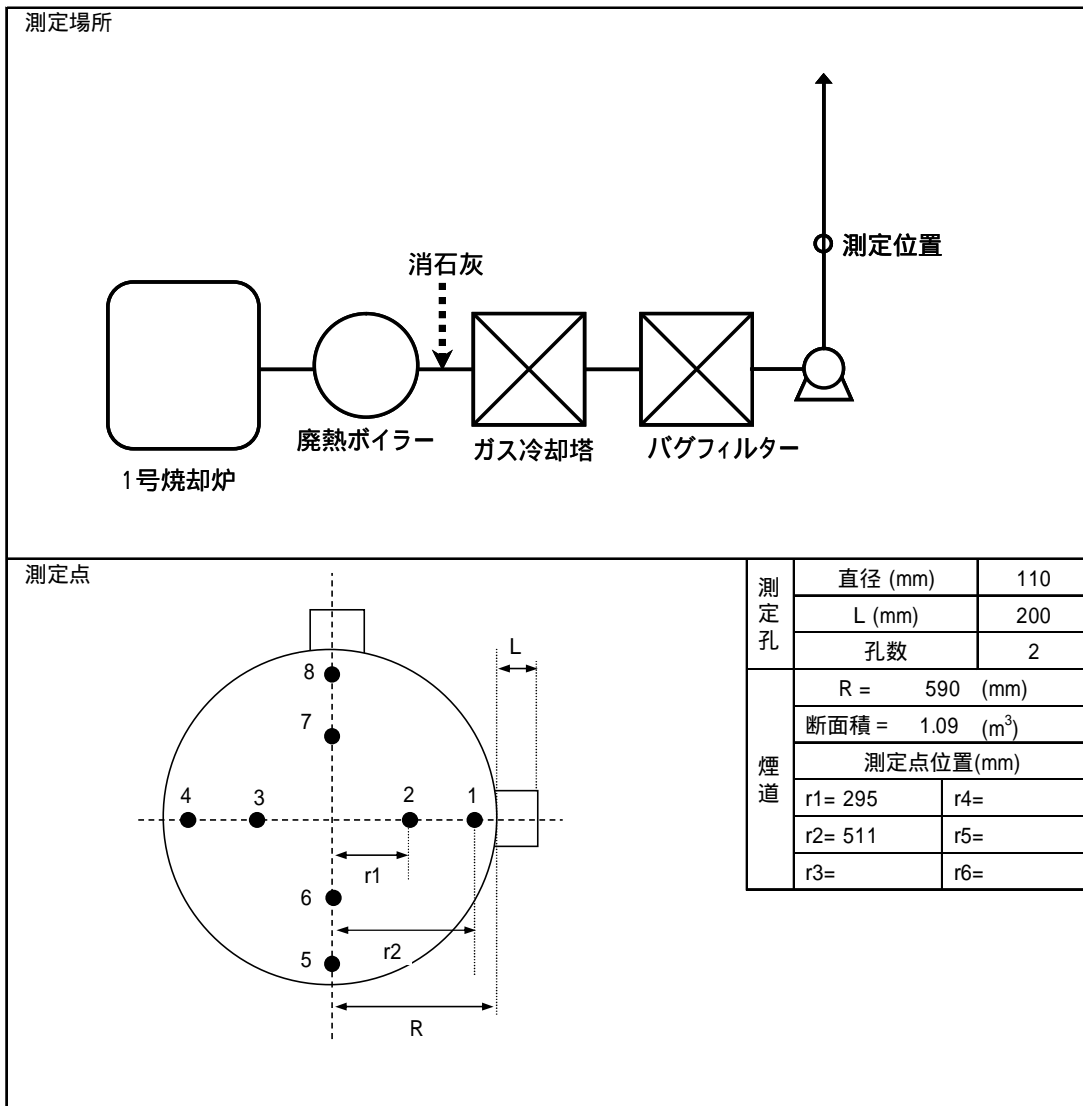
事業所名	A市クリーンセンター		
対象施設名	1号焼却炉		
計量の対象	計量の方法	計量の結果	定量下限値
ばいじん(ダスト)	JIS Z8808	0.013 g/m ³	0.005 g/m ³
硫酸酸化物	JIS K0103 7.1	41 volppm	0.5 volppm
窒素酸化物	JIS K0104 7.4	55 volppm	10 volppm
塩化水素	JIS K0107 7.2	250 mg/m ³	230 mg/m ³
ガス状水銀	平成28年環境省告示第94号	0.21 μg/m ³	0.025 μg/m ³
粒子状水銀	平成28年環境省告示第94号	<0.0020 μg/m ³	0.0020 μg/m ³
全水銀	平成28年環境省告示第94号	0.21 μg/m ³	0.025 μg/m ³
(備考) 外注等業者の名称及び住所: 該当なし : 計量の結果は標準状態[273.15K(0), 101.32kPa]における物質の濃度を示す。			

測定分析結果

(1) 測定場所

測定場所及び測定点の概要

第 号



(2) 排ガス組成

乾き排ガス組成

第 号

事業所名		A市クリーンセンター				
対象施設名		1号焼却炉				
調査年月日		令和 年 月 日				
測定方法		オルザット法				
		No.1	No.2	No.3	No.4	平均値
測定時刻		11:05	11:52			
測定点		3	3			
CO ₂	%	7.0	9.0			8.0
O ₂	%	14.1	11.4			12.8
CO	%	0.0	0.0			0.0
N ₂	%	78.9	79.6			79.3
排ガス密度 _N	kg/m ³	1.23	1.24			1.23
空気比		3.05	2.17			2.61

(3) 水分量測定

水分量測定

第 号

事業所名		A市クリーンセンター			
対象施設名		1号焼却炉			
調査年月日		令和 年 月 日			
		No.1	No.2	No.3	
測定時刻		10:43 ~ 10:46	10:47 ~ 10:50	10:51 ~ 10:54	
測定点		3	3	3	
吸引ガス量	L	5.0	5.0	5.0	
ガスメータ	温度	27	28	28	
	飽和水蒸気圧	kPa	3.56	3.78	3.78
	ゲージ圧	kPa	0	0	0
大気圧	kPa	101.3			
吸引ガス量(乾き、標準状態)	L	4.39	4.37	4.37	
吸湿水分質量	g	0.73	0.79	0.84	
排ガス中水分量	%	17.15	18.38	19.32	
平均排ガス中水分量	%	18.3			

(4) 排ガス流量

排 ガ ス 流 量 測 定

第 号

事業所名			A市クリーンセンター		
対象施設名			1号焼却炉		
調査年月日			令和 年 月 日		
排ガス温度			174		
平均水分量		%	18.3		
大気圧		kPa	101.3		
排ガス密度	標準状態	N	kg/m ³	1.234	
	ダクト内		kg/m ³	0.7523	
静圧		kPa	-0.15		
ピトー管係数			1.040		
測定時刻			測定時刻		
測定点	動圧(Pa)	流速(m/s)	測定点	動圧(Pa)	流速(m/s)
1	85	15.6	11		
2	100	17.0	12		
3	95	16.5	13		
4	80	15.2	14		
5	30	9.3	15		
6	70	14.2	16		
7	75	14.7	17		
8	40	10.7	18		
9			19		
10			20		
平均流速		m/s	14.1		
ダクト断面積		m ³	1.09		
湿り排ガス量		m ³ /h	34000		
乾き排ガス量		m ³ /h	27800		

(5) ダスト(ばいじん)

ダスト(ばいじん)測定

第 号

事業所名		A市クリーンセンター	
対象施設名		1号焼却炉	
調査年月日		令和 年 月 日	
試料採取装置の種類		普通形手動試料採取装置 1形	
試料採取方法の種類		移動採取法	
ろ紙材質、形状、寸法		シリカ繊維、円筒、25 × 90mm	
測定時刻		11:10 ~ 11:50	11:55 ~ 12:35
測定点		1,2,3,4	5,6,7,8,
吸引ノズルの内径	mm	7	7
等速吸引したガス量	L	842.6	644.3
ガスメータ	温度	29	30
	飽和水蒸気圧	kPa 4.01	4.24
	ゲージ圧	kPa 0	0
大気圧	kPa	101.3	
吸引ガス量(乾き、標準状態)	m ³	0.7315	0.5562
捕集ダスト質量	g	0.0115	0.0052
ダスト濃度	g/m ³	0.0157	0.0093
各断面の平均流速	m/s	16.1	12.2
各断面の面積	m ²	0.547	0.547
平均ダスト濃度	g/m ³	0.013	
標準酸素濃度	%	12	
排ガス中の酸素濃度	%	13.8	11.1
標準酸素補正ダスト濃度	g/m ³	0.0197	0.0085
平均標準酸素補正ダスト濃度	g/m ³	0.015	
乾き排ガス量	m ³ /h	27800	
ダスト排出量	kg/h	0.36	

(6) 硫黄酸化物

硫 黄 酸 化 物 測 定

第 号

事業所名		A市クリーンセンター								
対象施設名		1号焼却炉								
調査年月日		令和 年 月 日								
		No.1	No.2	No.3	No.4					
測定時刻		11:55 ~ 12:15	12:20 ~ 12:40	12:45 ~ 13:05	13:10 ~ 13:50					
測定点		3	3	3	3					
吸引ガス量		L	20.00	20.00	20.00	20.00				
ガスメータ	温度		27	28	29	29				
	飽和水蒸気圧	kPa	3.56	3.78	4.01	4.01				
	ゲージ圧	kPa	0	0	0	0				
大気圧		kPa	101.3							
吸引ガス量(乾き、標準状態)		L	17.56	17.46	17.36	17.36				
分析方法の種類		JIS K0103 7.1 イオンクロマトグラフ法								
試料溶液メスアップ量		mL	100	100	100	100				
試料の希釈倍率			1	1	1	1				
検量線から求めた試料溶液の硫酸イオン濃度		mg/mL	0.0220	0.0210	0.0319	0.0353	0.0376	0.0372	0.0353	0.0347
検量線から求めた空試験溶液の硫酸イオン濃度		mg/mL								
硫黄酸化物濃度			29.2	27.9	42.6	47.1	50.5	49.9	47.4	46.6
硫黄酸化物濃度(2回平均値)		ppm	29	45	50	47				
平均硫黄酸化物濃度		ppm	43							
乾き排ガス量		m ³ /h	27800							
硫黄酸化物排出量		m ³ /h	1.2							

（7）窒素酸化物

窒 素 酸 化 物 測 定

第 号

事業所名		A市クリーンセンター						
対象施設名		1号焼却炉						
調査年月日		令和 年 月 日						
分析方法の種類		JIS K0104 7.4フェノールジスルホン酸法						
測定時刻		12:17		12:42		13:07		
測定点		3		3		3		
検体番号		1		2		3		
真空フラスコの内容積	mL	1162		1183		1187		
吸収液量	mL	20		20		20		
真空フラスコの実容積	mL	1142		1163		1167		
採取前 フラスコ内	圧力	kPa	5.6		5.9		6.2	
	温度		30		30		30	
	飽和水蒸気圧	kPa	4.24		4.24		4.24	
採取後 フラスコ内	大気との差圧	kPa	-5.5		-5.2		-6.5	
	圧力	kPa	95.8		96.1		94.8	
	温度		28		28		28	
	飽和水蒸気圧	kPa	3.78		3.78		3.78	
大気圧	kPa	101.3						
ガス採取量	mL	927		944		931		
液量補正		1		1		1		
試料溶液の吸光度		0.131	0.118	0.146	0.151	0.184	0.185	
検量線から求めたNO ₂ の体積	μL	44	40	49	51	62	62	
窒素酸化物濃度	ppm	47	43	52	54	67	67	
窒素酸化物濃度(2回平均値)	ppm	45		53		67		
全平均窒素酸化物濃度	ppm	55						
排ガス中の酸素濃度	%	10.8		11.6		13.4		
標準酸素濃度	%	12						
標準酸素補正 窒素酸化物濃度	ppm	40		51		79		
標準酸素補正 全平均窒素酸化物濃度	ppm	57						
乾き排ガス量	m ³ /h	27800						
窒素酸化物排出量	m ³ /h	1.5						

(8) 塩化水素

塩化水素測定

第 号

事業所名		A市クリーンセンター						
対象施設名		1号焼却炉						
調査年月日		令和 年 月 日						
		No.1		No.2		No.3		
測定時刻		14:00 ~ 14:40		14:45 ~ 15:25		15:30 ~ 16:10		
測定点		3		3		3		
吸引ガス量		L	80.00		80.00		80.00	
ガスメータ	温度		29		28		28	
	飽和水蒸気圧	kPa	4.01		3.78		3.78	
	ゲージ圧	kPa	0		0		0	
大気圧		kPa	101.3					
吸引ガス量(乾き、標準状態)		L	69.45		69.84		69.84	
分析方法の種類		JIS K0107 7.2硝酸銀滴定法						
試料溶液メスアップ量		mL	250		250		250	
試料溶液分取量		mL	50		50		50	
試料の希釈倍率			1		1		1	
滴定に要した滴定溶液の量		mL	24.08	24.12	23.95	23.95	24.06	24.04
空試験の滴定に要した 滴定溶液の量		mL	25.00					
滴定溶液のファクター			1.005					
塩化水素濃度		mg/m ³	243	232	276	276	247	252
塩化水素濃度(2回平均値)		mg/m ³	238		276		249	
平均塩化水素濃度		mg/m ³	250					
排ガス中の酸素濃度		%	13.2		11.1		12.6	
標準酸素濃度		%	12					
標準酸素補正塩化水素濃度		mg/m ³	280		251		264	
平均標準酸素補正塩化水素濃度		mg/m ³	270					
乾き排ガス量		m ³ /h	27800					
塩化水素排出量		kg/h	7.0					

* 滴定溶液: 0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム溶液

(9) 水銀

全 水 銀 測 定

第 号

事業所名		A市クリーンセンター		
対象施設名		1号焼却炉		
調査年月日		令和 年 月 日		
水銀(ガス状/粒子状)		ガス状		粒子状
測定時刻		16:20 ~ 18:20		
測定点		7	2	
吸引ノズルの内径		mm	-	6
吸引ガス量		L	120.0	1722.0
ガスメータ	温度		26	26
	飽和水蒸気圧	kPa	3.36	3.36
	ゲージ圧	kPa	0	0
大気圧		kPa	101.3	
吸引ガス量(乾き、標準状態)		L	106	1520
吸収瓶No.				-
吸収液メスアップ量		mL	200	200
吸収液分取量		mL	100	100
試料溶液メスアップ量		mL	100	100
試料溶液分取量		mL	5	5
希釈倍率			1	1
検量線から求めた試料溶液における水銀の含有量		ng	0.619	0.046
検量線から求めた空試験溶液における水銀の含有量		ng	0.045	0.045
滴定溶液のファクター			1.014	
水銀濃度(ガス状/粒子状)		μg/m ³	0.2198	0.0000
(定量下限未満値の場合)			0.21	
排ガス中の酸素濃度		%	8.5	
標準酸素濃度		%	12	
標準酸素補正水銀濃度(ガス状/粒子状)		μg/m ³	0.15	< 0.0014
(定量下限未満値の場合)			-	
総水銀濃度		μg/m ³	0.21	
(定量下限未満値の場合)			-	
標準酸素補正総水銀濃度		μg/m ³	0.15	
(定量下限未満値の場合)			-	
乾き排ガス量		m ³ /h	27800	
全水銀排出量		kg/h	0.0000058	

	検出下限値 (μg/m ³)	定量下限値 (μg/m ³)
ガス状	0.008	0.025
粒子状	0.0006	0.0020
全水銀	0.008	0.025

第5章 ばい煙発生施設の設置等の届出

ばい煙発生施設、揮発性有機化合物排出施設及び水銀排出施設を設置する場合や、設置した施設の構造変更・廃止等を行う場合、都道府県知事（大気汚染防止法政令市にあってはその長）に届出を行う必要がある。以下に大気汚染防止法の届出（抜粋）と届出様式を示す。届出の詳細については都道府県及び政令市のホームページ等を参照されたい。

大気汚染防止法の届出（抜粋）

届出書の種類	届出を必要とする場合	届出の時期	法律条文
ばい煙発生施設 （設置、使用、変更） 届出書 （様式第1 別紙1，別紙2，別紙 3）	（設置届） ばい煙発生施設を設置する場合	工事着手の60 日前まで	第6条第1項
	（使用届） 既に設置していた施設が、法改正等で 新たにばい煙発生施設に該当するこ とになった場合	新たに施設に 指定された日 から30日以内	第7条第1項
	（変更届） ばい煙発生施設の構造・使用方法、ば い煙の処理方法を変更する場合	工事着手の60 日前まで	第8条第1項
揮発性有機化合物 （VOC）排出施設 （設置、使用、変更） 届出書 （様式第2の2 別紙1，別紙2）	（設置届） 揮発性有機化合物排出施設を設置す る場合	工事着手の60 日前まで	第17条の5第1項
	（使用届） 既に設置していた施設が、法改正等で 新たに揮発性有機化合物排出施設に 該当することになった場合	新たに施設に 指定された日 から30日以内	第17条の6第1項
	（変更届） 揮発性有機化合物排出施設の構造・使 用方法、揮発性有機化合物の処理方法 を変更する場合	工事着手の60 日前まで	第17条の7第1項
水銀排出施設 （設置、使用、変更） 届出書 （様式第3の5 別紙1，別紙2，別紙 3）	（設置届） 水銀排出施設を設置する場合	工事着手の60 日前まで	第18条の28第1項
	（使用届） 既に設置していた施設が、法改正等で 新たに水銀排出施設に該当するこ とになった場合	新たに施設に 指定された日 から30日以内	第18条の29第1項
	（変更届） 水銀排出施設の構造・使用方法、水銀 等の処理方法を変更する場合	工事着手の60 日前まで	第18条の30第1項
氏名等変更届出書 （様式第4）	事業場の名称、所在地、または届出者 の氏名、住所（法人の場合は、名称、 代表者氏名、主な事業所の所在地）に 変更があった場合	変更があった 日から30日以 内	第11条 第17条の13第2項 第18条の36第2項
使用廃止届出書 （様式第5）	設置（使用）届がなされた施設を廃止 したとき	施設の使用を 廃止した日か ら30日以内	第11条 第17条の13第2項 第18条の36第2項
承継届出書 （様式第6）	届出者の地位の承継（相続、合併、分 割）があった場合	承継のあった 日から30日以 内	第12条第3項 第17条の13第2項 第18条の36第2項

様式第 1

ばい煙発生施設設置(使用、変更)届出書

年 月 日

様

届出者

大気汚染防止法第 6 条第 1 項(第 7 条第 1 項、第 8 条第 1 項)の規定により、ばい煙発生施設について、次のとおり届け出ます。

工場又は事業場の名称		整理番号	
工場又は事業場の所在地		受理年月日	年 月 日
ばい煙発生施設の種類		施設番号	
ばい煙発生施設の構造	別紙 1 のとおり。	審査結果	
ばい煙発生施設の使用の方法	別紙 2 のとおり。	備 考	
ばい煙の処理の方法	別紙 3 のとおり。		

(産業分類)

(連絡先)

- 備考 1 ばい煙発生施設の種類の欄には、大気汚染防止法施行令別表第 1 に掲げる項番号及び名称を記載すること。
- 2 印の欄には記載しないこと。
- 3 変更届出の場合には、変更のある部分について、変更前及び変更後の内容を対照させること。
- 4 届出書及び別紙の用紙の大きさは、図面、表等やむを得ないものを除き、日本産業規格 A 4 とすること。

別紙1

ばい煙発生施設の構造

工場又は事業場における施設番号			
名称及び型式			
設置年月日		年 月 日	年 月 日
着手予定年月日		年 月 日	年 月 日
使用開始予定年月日		年 月 日	年 月 日
規 模	伝熱面積 (m ²)		
	燃料の燃焼能力(重油換算 L/h)		
	原料の処理能力 (t/h)		
	火格子面積又は羽口面断面積 (m ²)		
	変圧器の定格容量 (kVA)		
	触媒に付着する炭素の燃焼能力(kg/h)		
	焼却能力(kg/h)		
	乾燥施設の容量 (m ³)		
	電流量 (kA)		
	ポンプの動力 (kW)		
	合成・漂白・濃縮能力 (kg/h)		

- 備考 1 設置届出の場合には着手予定年月日及び使用開始予定年月日の欄に、使用届出の場合には設置年月日の欄に、変更届出の場合には設置年月日、着手予定年月日及び使用開始予定年月日の欄に、それぞれ記載すること。
- 2 規模の欄には、大気汚染防止法施行令別表第1の中欄に掲げる施設の当該下欄に規定する項目について記載すること。
- 3 ばい煙発生施設の構造概要図を添付すること。概要図は、主要寸法を記入し、日本産業規格A4の大きさに縮小したもの又は既存図面等を用いること。

ばい煙発生施設の使用の方法

工場又は事業場における施設番号							
使用状況	1日の使用時間及び月使用日数等	時～時 時間回 回/日 日/月			時～時 時間回 回/日 日/月		
	季節変動						
原材料 (ばい煙の発生に影響あるものに限る)	種類						
	使用割合						
	原材料中の成分割合(%)	いおう分	鉛分	いおう分	鉛分	いおう分	鉛分
		カドミウム分	フッ素分	カドミウム分	フッ素分	カドミウム分	フッ素分
1日の使用量							
燃料又は電力	種類						
	燃料中の成分割合(%)	灰分	いおう分	窒素分	灰分	いおう分	窒素分
	発熱量						
	通常の使用量	最大	通常	最大	通常	最大	通常
	混焼割合						
排出ガス量(m ³ /h)	湿り	最大	通常	最大	通常	最大	通常
	乾き	最大	通常	最大	通常	最大	通常
排出ガス温度()							
排出ガス中の酸素濃度(%)							
ばい煙の濃度	ばいじん(g/m ³)	最大	通常	最大	通常	最大	通常
	いおう酸化物(容量比ppm)	最大	通常	最大	通常	最大	通常
	カドミウム及びその化合物(mg/m ³)	最大	通常	最大	通常	最大	通常
	塩素(mg/m ³)	最大	通常	最大	通常	最大	通常
	塩化水素(mg/m ³)	最大	通常	最大	通常	最大	通常
	フッ素、フ化水素及びフ化珪素(mg/m ³)	最大	通常	最大	通常	最大	通常
	鉛及びその化合物(mg/m ³)	最大	通常	最大	通常	最大	通常
	窒素酸化物(容量比ppm)	最大	通常	最大	通常	最大	通常
ばい煙量	いおう酸化物(m ³ /h)	最大	通常	最大	通常	最大	通常
参考事項							

- 備考 1 原材料中の成分割合(%)の欄及び燃料中の成分割合(%)の欄の記載にあつては、重量比%又は容量比%の別を明らかにすること。
- 2 排出ガス量及びばい煙量については、温度が零度であつて圧力が1気圧の状態(この項において「標準状態」という。)における量に、ばい煙の濃度については、標準状態における排出ガス1立方メートル中の量に、それぞれ換算したものとす。
- 3 ばい煙の濃度は、乾きガス中の濃度とすること。
- 4 ばい煙の濃度は、ばい煙処理施設がある場合は、処理後の濃度とすること。
- 5 参考事項の欄には、ばい煙の排出状況に著しい変動のある施設についての一工程中の排出量の変動の状況、窒素酸化物の発生抑制のために採っている方法等を記載するほか、ガスタービン、ディーゼル機関、ガス機関又はガソリン機関については、常用又は非常用(専ら非常時において用いられるものをいう。)の別を明らかにすること。

ばい煙の処理の方法

ばい煙処理施設の工場又は事業場における施設番号			
処理に係るばい煙発生施設の工場又は事業場における施設番号			
ばい煙処理施設の種類、名称及び型式			
設置年月日		年 月 日	年 月 日
着手予定年月日		年 月 日	年 月 日
使用開始予定年月日		年 月 日	年 月 日
処理能力	排出ガス量 (m ³ /h)	最大	
		通常	
	排出ガス温度 ()	処理前	
		処理後	
	ばいじん (g/m ³)	処理前	
		処理後	
	いおう酸化物 (容量比 ppm)	処理前	
		処理後	
	カドミウム及びその化合物 (mg/m ³)	処理前	
		処理後	
	塩素素 (mg/m ³)	処理前	
		処理後	
	塩化水素 (mg/m ³)	処理前	
		処理後	
弗素、弗化水素及び弗化珪素 (mg/m ³)	処理前		
	処理後		
鉛及びその化合物 (mg/m ³)	処理前		
	処理後		
窒素酸化物 (容積比 ppm)	処理前		
	処理後		
ばい煙量	いおう酸化物 (m ³ /h)	最大	処理前
			処理後
		通常	処理前
			処理後
捕集効率 (%)	ばいじん		
	いおう酸化物		
	カドミウム及びその化合物		
	塩素素		
	塩化水素		
	弗素、弗化水素及び弗化珪素		
	鉛及びその化合物		
窒素酸化物			
使用	1日の使用時間及び月使用日数等		時~時 時間/回 回/日 日/月
状況	季節変動		時~時 時間/回 回/日 日/月
排出口の実高さ H _o (m)			
補正された排出口の高さ H _e (m)		最大 通常	最大 通常
排出速度 (m/s)		最大 通常	最大 通常

- 備考 1 設置届出の場合には着手予定年月日及び使用開始予定年月日の欄に、使用届出の場合には設置年月日の欄に、変更届出の場合には設置年月日、着手予定年月日及び使用開始予定年月日の欄に、それぞれ記載すること。原材料中の成分割合(%)の欄及び燃料中の成分割合(%)の欄の記載にあたっては、重量比(%)又は容量比(%)の別を明らかにすること。
- 2 排出ガス量及びばい煙量については、温度が零度であって圧力が1気圧の状態(この項において「標準状態」という。)における量に、ばい煙の濃度については、標準状態における排出ガス1立方メートルの中の量に、それぞれ換算したものとす。
- 3 ばい煙の濃度は、乾きガス中の濃度とすること。
- 4 補正された排出口の高さ H_eは、大気汚染防止法施行規則第3条第2項の算式により算定すること。
- 5 ばい煙処理施設の構造図とその主要寸法を記入した概要図を添付すること。

様式第2の2

揮発性有機化合物排出施設設置（使用、変更）届出書

年 月 日

様

届出者

大気汚染防止法第17条の5第1項（第17条の6第1項、第17条の7第1項）の規定により、揮発性有機化合物排出施設について、次のとおり届け出ます。

工場又は事業場の名称		整理番号	
工場又は事業場の所在地		受理年月日	年 月 日
揮発性有機化合物排出施設の種類		施設番号	
揮発性有機化合物排出施設の構造及び使用の方法	別紙1のとおり。	審査結果	
		備考	
揮発性有機化合物の処理の方法	別紙2のとおり。		

(産業分類)

(連絡先)

- 備考
- 1 揮発性有機化合物排出施設の種類欄には、大気汚染防止法施行令別表第1の2に掲げる項番号及び名称を記載すること。
 - 2 印の欄には、記載しないこと。
 - 3 変更届出の場合には、変更のある部分について、変更前及び変更後の内容を対照させること。
 - 4 届出書及び別紙の用紙の大きさは、図面、表等やむを得ないものを除き、日本産業規格A4とすること。
 - 5 排出ガスを処理施設において処理していない場合には、別紙2の届出は必要ない。

別紙 1

揮発性有機化合物排出施設の構造及び使用の方法

工場又は事業場における施設番号			
名 称 及 び 型 式			
設 置 年 月 日		年 月 日	年 月 日
着 手 予 定 年 月 日		年 月 日	年 月 日
使 用 開 始 予 定 年 月 日		年 月 日	年 月 日
規	送風機の送風能力 (m ³ /h)		
	排風機の排風能力 (m ³ /h)		
模	揮発性有機化合物が空気に接する面の面積 (m ²)		
	容 量 (kL)		
1日の使用時間及び月使用日数等		時 ~ 時 時間 / 回 回 / 日 日 / 月	時 ~ 時 時間 / 回 回 / 日 日 / 月
排 出 ガ ス 量 (m ³ /h)			
使用する主な揮発性有機化合物の種類			
揮 発 性 有 機 化 合 物 濃 度 (容量比 ppm (炭素換算))			
参 考 事 項			

- 備考
- 1 設置届出の場合には着手予定年月日及び使用開始予定年月日の欄に、使用届出の場合には設置年月日の欄に、変更届出の場合には設置年月日、着手予定年月日及び使用開始予定年月日の欄に、それぞれ記載すること。
 - 2 規模の欄には、大気汚染防止法施行令別表第1の2の中欄に掲げる施設の当該下欄に規定する項目について記載すること。
 - 3 揮発性有機化合物排出施設の構造及びその主要寸法を記入した概要図を添付すること。
 - 4 排出ガス量は、湿りガスであって、最大のものを記載すること。
 - 5 排出ガス量については、温度が零度であって圧力が1気圧の状態における量に換算したものとす。
 - 6 揮発性有機化合物排出施設が貯蔵タンクである場合には、排出ガス量の欄には記載しないこと。
 - 7 揮発性有機化合物濃度は、湿りガス中の濃度とすること。
 - 8 揮発性有機化合物濃度は、揮発性有機化合物の処理施設がある場合には、処理後の濃度とすること。
 - 9 参考事項の欄には、揮発性有機化合物の排出状況に著しい変動のある施設についての一工程中の排出量の変動の状況、揮発性有機化合物の排出の抑制のために採っている方法（排出ガスを処理施設において処理しているものを除く。）等を記載すること。

別紙 2

揮発性有機化合物の処理の方法

揮発性有機化合物の処理施設の工場 又は事業場における施設番号			
処理に係る揮発性有機化合物排出施 設 の工場又は事業場における施設番号			
揮発性有機化合物の処理施設の種類、 名称及び型式			
設	置	年	月
日		年	月
		日	日
着	手	予	定
年	月	日	
		年	月
		日	日
使	用	開	始
年	月	日	
		年	月
		日	日
処 理 能 力	排 出 ガ ス 量 (m ³ /h)		
	揮 発 性 有 機 化 合 物 濃 度 (容 量 比 p p m (炭 素 換 算))	処 理 前	
		処 理 後	
	処 理 効 率 (%)		

- 備考 1 設置届出の場合には着手予定年月日及び使用開始予定年月日の欄に、使用届出の場合には設置年月日の欄に、変更届出の場合には設置年月日、着手予定年月日及び使用開始年月日の欄に、それぞれ記載すること。
- 2 排出ガス量は、湿りガスであって、最大のものを記載すること。
- 3 揮発性有機化合物濃度は、湿りガス中の濃度とすること。
- 4 揮発性有機化合物の処理施設の構造及びその主要寸法を記入した概要図を添付すること。

様式第3の5

水銀排出施設設置（使用、変更）届出書

年 月 日

様

届出者

大気汚染防止法第18条の28第1項（第18条の29第1項、第18条の30第1項）の規定により、水銀排出施設について、次のとおり届け出ます。

工場又は事業場の名称		整理番号	
工場又は事業場の所在地		受理年月日	年 月 日
水銀排出施設の種類		施設番号	
水銀排出施設の構造	別紙1のとおり。	審査結果	
水銀排出施設の使用の方法	別紙2のとおり。	備 考	
水銀等の処理の方法	別紙3のとおり。		
参 考 事 項			

(産業分類)

(連絡先)

- 備考 1 水銀排出施設の種類欄には、大気汚染防止法施行規則（以下「施行規則」という。）別表第3の3に掲げる項番号及び名称を記載すること。
- 2 印欄には、記載しないこと。
- 3 変更届出の場合には、変更のある部分について、変更前及び変更後の内容を対照させること。
- 4 届出書及び別紙の用紙の大きさは、図面、表等やむを得ないものを除き、日本産業規格A4とすること。
- 5 施行規則様式第2による受理書の写しを添付し、参考事項欄に、当該受理書の受理番号及び受理年月日を記載する場合であつて、都道府県知事又は大気汚染防止法施行令第13条に規定する市の長が別紙1～3の全部又は一部を添付することを要しないと認めるときは、別紙1～3の全部又は一部を省略することができる。

別紙1

水銀排出施設の構造

工場又は事業場における施設番号			
名称及び型式			
設置年月日		年 月 日	年 月 日
着手予定年月日		年 月 日	年 月 日
使用開始予定年月日		年 月 日	年 月 日
規模	伝熱面積 (m ²)		
	燃料の燃焼能力 (重油換算 L/h)		
	原料の処理能力 (t/h)		
	火格子面積又は羽口面断面積 (m ²)		
	変圧器の定格容量 (kVA)		
	焼却能力 (kg/h)		

- 備考 1 設置届出の場合には着手予定年月日及び使用開始予定年月日の欄に、使用届出の場合には設置年月日の欄に、変更届出の場合には設置年月日、着手予定年月日及び使用開始予定年月日の欄に、それぞれ記載すること。
- 2 規模の欄には、大気汚染防止法施行規則別表第3の3の中欄に規定する項目について記載すること。
- 3 水銀排出施設の構造概要図を添付すること。概要図は、主要寸法を記入し、日本産業規格A4の大きさに縮小したもの又は既存図面等を用いること。ただし、施行規則様式第2による受理書の写しを添付する場合であって、都道府県知事又は大気汚染防止法施行令第13条に規定する市の長が構造概要図を添付することを要しないと認めるときは、当該概要図の添付を省略することができる。

別紙 2

水銀排出施設の使用の方法

工場又は事業場における施設番号						
使用状況	1日の使用時間及び月使用日数等	時～時 時間/回 回/日 日/月		時～時 時間/回 回/日 日/月		
	季節変動					
原材料 (水銀等の排出に影響のあるものに限る。)	種類					
	使用割合					
	原材料中の水銀等含有割合					
	1日の使用量					
燃料 (水銀等の排出に影響のあるものに限る。)	種類					
	燃料中の水銀等の含有割合					
	通常の使用量					
	混焼割合					
排出ガス量 (m ³ /h)		湿り	最大	通常	最大	通常
		乾き	最大	通常	最大	通常
排出ガス中の酸素濃度 (%)						
水銀濃度 (µg/m ³)	全水銀					
	ガス状水銀					
	粒子状水銀					
参考事項						

- 備考 1 排出ガス量については、温度が零度であって圧力が1気圧の状態（この項において「標準状態」という。）における量に、水銀濃度については、標準状態における排出ガス1立方メートル中の量に、それぞれ換算したものとす。
- 2 水銀濃度は、乾きガス中の濃度とし、平常時の平均的な濃度を記載すること。
- 3 水銀濃度は、水銀等の処理施設がある場合には、処理後の濃度とすること。
- 4 参考事項の欄には、水銀等の排出状況に著しい変動がある施設についての一工程の排出量の変動の状況、水銀等の排出抑制のために採っている方法等を記載すること。

別紙 3

水銀等の処理の方法

水銀等の処理施設の工場又は事業場における施設番号				
処理に係る水銀排出施設の工場又は事業場における施設番号				
水銀等の処理施設の種類、名称及び型式				
設 置 年 月 日			年 月 日	年 月 日
着 手 予 定 年 月 日			年 月 日	年 月 日
使 用 開 始 予 定 年 月 日			年 月 日	年 月 日
処 理 能 力	排出ガス量 (m ³ /h)	湿 り	最大 通常	最大 通常
		乾 き	最大 通常	最大 通常
	排 出 ガ ス 温 度 ()	処 理 前		
		処 理 後		
	排 出 ガ ス 中 の 酸 素 濃 度 (%)			
	水 銀 濃 度 (µg/m ³)	全 水 銀	処 理 前	
			処 理 後	
		ガ ス 状 水 銀	処 理 前	
			処 理 後	
	粒 子 状 水 銀	処 理 前		
		処 理 後		
	捕 集 効 率 (%)	全 水 銀		
ガ ス 状 水 銀				
粒 子 状 水 銀				
使 用 状 況	1 日 の 使 用 時 間 及 び 月 使 用 日 数 等		時 ~ 時 時間/回 回/日 日/月	時 ~ 時 時間/回 回/日 日/月
	季 節 変 動			

- 備考 1 水銀排出施設において発生する水銀等を排出口から大気中に排出する前に処理するための施設（集じん機等）について、記載すること。
- 2 設置届出の場合には着手予定年月日及び使用開始予定年月日の欄に、使用届出の場合には設置年月日の欄に、変更届出の場合には設置年月日、着手予定年月日及び使用開始予定年月日の欄に、それぞれ記載すること。
- 3 排出ガス量については、温度が零度であって圧力が1気圧の状態（この項において「標準状態」という。）における量に、水銀濃度については、標準状態における排出ガス1立方メートル中の量に、それぞれ換算したもとする。
- 4 水銀濃度は、乾きガス中の濃度とすること。
- 5 水銀等の処理施設の構造図及びその主要寸法を記入した概要図を添付すること。ただし、施行規則様式第2による受理書の写しを添付する場合であって、都道府県知事又は大気汚染防止法施行令第13条に規定する市の長が当該構造図及び概要図を添付することを要しないと認めるときは、当該構造図及び概要図の添付を省略することができる。

様式第4

氏名等変更届出書

年 月 日

様

届出者

氏名、名称、住所又は所在地に変更があつたので、大気汚染防止法第11条（第17条の13第2項、第18条の13第2項及び第18条の36第2項において準用する場合を含む。）の規定により、次のとおり届け出ます。

ばい煙発生施設 揮発性有機化合物排出施設 一般粉じん発生施設 特定粉じん発生施設 水銀排出施設	の別		整理番号	
		変更前	受理年月日	年 月 日
変更内容	変更後		施設番号	
変更年月日	年 月 日		備考	
変更の理由				

連絡先

- 備考 1 印の欄には、記載しないこと。
- 2 用紙の大きさは、日本産業規格A4とすること。
- 3 ばい煙発生施設、揮発性有機化合物排出施設、一般粉じん発生施設、特定粉じん発生施設又は水銀排出施設の別の欄は、該当するもの全てを記載すること。

様式第5

使用廃止届出書

年 月 日

様

届出者

ばい煙発生施設（揮発性有機化合物排出施設、一般粉じん発生施設、特定粉じん発生施設、水銀排出施設）の使用を廃止したので、大気汚染防止法第11条（第17条の13第2項、第18条の13第2項及び第18条の36第2項において準用する場合を含む。）の規定により、次のとおり届け出ます。

(ばい煙発生施設 揮発性有機化合物排出施設 一般粉じん発生施設 特定粉じん発生施設 水銀排出施設)の別		整理番号	
工場又は事業場の名称		受理年月日	年 月 日
工場又は事業場の所在地		施設番号	
施設の種類		備考	
施設の設置場所			
使用廃止の年月日	年 月 日		
使用廃止の理由			

連絡先

- 備考 1 印の欄には、記載しないこと。
 2 用紙の大きさは、日本産業規格A4とすること。
 3 ばい煙発生施設、揮発性有機化合物排出施設、一般粉じん発生施設、特定粉じん発生施設又は水銀排出施設の別の欄は、該当するもの全てを記載すること。

様式第6

承 継 届 出 書

年 月 日

様

届出者

ばい煙発生施設（揮発性有機化合物排出施設、一般粉じん発生施設、特定粉じん発生施設、水銀排出施設）に係る届出者の地位を承継したので、大気汚染防止法第12条第3項（第17条の13第2項、第18条の13第2項及び第18条の36第2項において準用する場合を含む。）の規定により、次のとおり届け出ます。

ばい煙発生施設 揮発性有機化合物排出施設 一般粉じん発生施設 特定粉じん発生施設 水銀排出施設		の別	整理番号	
工場又は事業場の名称			受理年月日	年月日
工場又は事業場の所在地			施設番号	
施設の種 類			備 考	
施設の設置場所				
承 継 の 年 月 日		年月日		
被承 継者	氏 名 又 は 名 称			
	住 所			
承 継 の 理 由				

（連絡先）

- 備考 1 印の欄には、記載しないこと。
 2 用紙の大きさは、日本産業規格A4とすること。
 3 ばい煙発生施設、揮発性有機化合物排出施設、一般粉じん発生施設、特定粉じん発生施設又は水銀排出施設の別の欄は、該当するもの全てを記載すること。

第6章 排ガス分析等に関するJIS、ISO等一覧（2022年2月1日現在）

表 4-6-1 JISの大気中の汚染物質の自動計測器及び測定方法

JIS番号	名称	制定	改正（確認）
B7951	大気中の一酸化炭素自動計測器	1974	2004(2018)
B7952	大気中の二酸化硫黄自動計測器	1974	2004(2018)
B7953	大気中の窒素酸化物自動計測器	1974	2004(2018)
B7954	大気中の粒子状物質自動計測器	1974	2001(2020)
B7955	大気中の塩素自動計測器	1974	廃止
B7956	大気中の炭化水素自動計測器	1975	2006(2016)
B7957	大気中のオゾン及びオキシダント自動計測器	1976	2006(2020)
B7958	大気中のふっ素化合物自動計測器	1976	1995(2016)
K0304	大気中の二酸化炭素測定方法	1996	(2016)
K0306	空気中の揮発性有機化合物の検知管による測定方法	2004	(2019)
K3850-1-4	空気中の繊維状粒子測定方法、第1部～4部	2000	2006(2016)第1部、 (2020)第2～4部

表 4-6-2 JISの排ガス中の汚染物質の自動計測器及び分析方法

JIS番号	名称	制定	改正（確認）
B7981	排ガス中の二酸化硫黄自動計測器	1975	2002(2016)
B7982	排ガス中の窒素酸化物自動計測器	1977	2002(2016)
B7983	排ガス中の酸素自動計測器	1979	2006(2020)
B7984	排ガス中の塩化水素自動計測器	1997	2006(2020)
B7985	排出ガス中のメタン自動計測器	2006	(2020)
B7986	排ガス中の二酸化炭素自動計測器	2006	(2020)
B7987	排ガス中の一酸化炭素自動計測器	2006	(2020)
B7988	排ガス中の一酸化二窒素自動計測器	2007	(2016)
B7989	排ガス中の揮発性有機化合物(VOC)の自動計測器による測定方法	2008	(2017)
B7993	試料非吸引採取方式による排ガス成分の自動計測システム	2008	2019(2017)
B7994	排ガス中の水銀自動計測器	2016	2021
B7996	排ガス中のダスト濃度自動計測器の性能評価方法	2018	2020
B9921	光散乱式自動粒子計測器-校正方法及び検証方法	1976	2010(2020)
B7997-1-3	排ガス中のダスト濃度自動計測機、第1部～第3部	2020	
K0081	排ガス中のほう素分析方法	2012	(2017)
K0083	排ガス中の金属分析方法	1976	2017(2010)
K0085	排ガス中の臭素分析方法	1976	2014(2019)
K0086	排ガス中のフェノール類分析方法	1978	1998(2017)
K0087	排ガス中のピリジン分析方法	1975	1998(2017)
K0088	排ガス中のベンゼン分析方法	1975	1997(2016)
K0089	排ガス中のアクロレイン分析方法	1975	1998(2017)
K0090	排ガス中のホスゲン分析方法	1975	1998(2017)
K0091	排ガス中の二硫化炭素分析方法	1975	1998(2017)
K0092	排ガス中のメルカプタン分析方法	1975	1998(2017)

JIS番号	名称	制定	改正（確認）
K0095	排ガス試料採取方法	1973	1999(2020)
K0098	排ガス中の一酸化炭素分析方法	1970	2016(2020)
K0099	排ガス中のアンモニア分析方法	1969	2020(2018)
K0103	排ガス中の硫黄酸化物分析方法	1963	2011(2020)
K0104	排ガス中の窒素酸化物分析方法	1968	2011(2020)
K0105	排ガス中のふっ素化合物分析方法	1967	2012(2016)
K0106	排ガス中の塩素分析方法	1968	2010(2020)
K0107	排ガス中の塩化水素分析方法	1967	2012(2016)
K0108	排ガス中の硫化水素分析方法	1967	2010(2020)
K0109	排ガス中のシアン化水素分析方法	1969	2014(2019)
K0110	排ガス中の一酸化二窒素分析方法	2018	
K0222	排ガス中の水銀分析方法	1981	1997(2016)
K0301	排ガス中の酸素分析方法	1989	2016(2020)
K0302	排ガス中のダスト粒度分布の測定方法	1989	(2016)
K0303	排ガス中のホルムアルデヒド分析方法	1993	2012(2016)
K0305	排ガス中のトリクロロエチレン及びテトラクロロエチレン分析方法	1997	(2016)
K0311	排ガス中のダイオキシン類の測定方法	1999	2020(2018)
Z7151	固定発生源排出物質-粒子状物質の濃度及び質量流量測定	2000	(2020)
Z7152	バーチャルインパクタによる排ガス中のPM10/PM2.5質量濃度測定方法	2013	(2018)
Z8808	排ガス中のダスト濃度の測定方法	1963	2013(2018)
Z8852	排ガス中のダスト濃度の連続測定方法	2013	(2018)

表 4-6-3 ISO の排ガス分析方法

ISO番号	対象	名称	制定年
ISO 10396	排ガス採取方法	Stationary source emissions -- Sampling for the automated determination of gas emission concentrations for permanently-installed monitoring systems	2007
ISO 7934	硫黄酸化物	Stationary source emissions - Determination of the mass concentration of sulfur dioxide - Hydrogen peroxide /barium perchlorate/Thorin method	1989
ISO 11632	硫黄酸化物	Stationary source emissions - Determination of the mass concentration of sulfur dioxide - Ion Chromatography method	1998
ISO 11564	窒素酸化物	Stationary source emissions - Determination of the mass concentration of nitrogen oxide - Naphthylethylenediamine photometric method	1998
ISO 15713	ふっ素化合物	Stationary source emissions - Sampling and determination of gaseous-fluoride content	2006
ISO 9096	粒子状物質 (ダスト)	Stationary source emissions -- Manual determination of mass concentration of particulate matter	2017
ISO 12141	粒子状物質 (ダスト,低濃度)	Stationary source emissions - Determination of mass concentration of particulate matter (dust) at low concentrations - Manual gravimetric method	2002
ISO 10780	排ガス流速、排ガス量	Stationary source emissions - Measurement of velocity and volume flowrate of gas streams in ducts	1994

表 4-6-4 EPA の排ガス分析方法

番号	対象	名称	更新年
EPA Method 5	粒子状物質 (ダスト)	Determination of particulate matter emissions from stationary sources	2019
EPA Method 6	二酸化硫黄	Determination of sulfure dioxide emissions from stationary sources	2017
EPA Method 6A	二酸化硫黄,水分 二酸化炭素	Determination of sulfure dioxide, moisture and carbon dioxide from fossil fuel combustion sources	2017
EPA Method 7A	窒素酸化物	Determination of nitrogen oxide emissions from stationary sources - Ion chromatographic method	2017
EPA Method 7B	窒素酸化物	Determination of nitrogen oxide emissions from stationary sources (Ultraviolet spectrophotometry method)	2017
EPA Method 7D	窒素酸化物	Determination of nitrogen oxide emissions from stationary sources - Alkaline-permanganate/Ion chromatographic method	2017
EPA Method 7E	窒素酸化物	Determination of nitrogen oxide emissions from stationary sources (Instrumental analyzer procedure)	2018
EPA Method 8	硫酸酸化物	Determination of sulfuric acid mist and sulfure dioxide emissions from stationary sources	2019
EPA Method 13A	ふっ素化合物	Determination of Total fluoride Emissions from Stationary Sources(SPADNS zirconium lake method)	2017
EPA Method 13B	ふっ素化合物	Determination of total fluoride emissions from stationary sources(Specific ion electrode method)	2017
EPA Method 14	ふっ素化合物	Determination of fluoride emissions from potroom roof monitors for primary aluminium plants	2017
EPA Method 23	ダイオキシン類	Determination of polychlorinated dibenzo-p-dioxins and polychlorinated dibenzofurans from municipal waste combustors	2017
EPA Method 26	ハロゲン化合物	Determination of hydrogen halide and halogenemissions from stationary sources non-isokinetic method	2019
EPA Method 29	金属	Determination of metal emissions from stationary sources	2017

第7章 参考資料

排ガス測定に係る関係法令等

排ガス測定に係る法律、省令、告示、通知を抜粋する。

大気汚染防止法

- ・ 大気汚染防止法 第16条（ばい煙量等の測定）
- ・ 大気汚染防止法 第17条の12（揮発性有機化合物濃度の測定）
- ・ 大気汚染防止法 第18条の30（水銀濃度の測定）
- ・ 大気汚染防止法 第18条の32（要排出抑制施設の設置者の自主的取組）

大気汚染防止法施行規則

- ・ 大気汚染防止法施行規則 第7条の5（測定方法）
- ・ 大気汚染防止法施行規則 第15条（ばい煙量等の測定）
- ・ 大気汚染防止法施行規則 第15条の3（揮発性有機化合物濃度の測定）
- ・ 大気汚染防止法施行規則 第16条の12（水銀濃度の測定）
- ・ 大気汚染防止法施行規則 別表第1（第3条関係） 備考
- ・ 大気汚染防止法施行規則 別表第2（第4条、第7条関係） 備考
- ・ 大気汚染防止法施行規則 別表第3（第5条関係） 備考
- ・ 大気汚染防止法施行規則 別表第3の2（第5条関係） 備考
- ・ 大気汚染防止法施行規則 別表第3の3（第5条の2、第16条の11関係） 備考

告示

- ・ 窒素酸化物の量の測定法（昭和57年3月29日、環境庁告示第48号）
- ・ 窒素酸化物に係るばい煙濃度の測定法（昭和57年3月29日、環境庁告示第49号）
- ・ 大気汚染防止法施行規則第15条第1項第4号ただし書に規定する特定工場等に設置されているばい煙発生施設に係る窒素酸化物に係るばい煙濃度の測定（昭和57年3月29日、環境庁告示第50号）
- ・ 硫黄酸化物の量の測定法（昭和57年7月3日、環境庁告示第76号）
- ・ 指定物質抑制基準（平成9年2月6日、環境庁告示第5号）
- ・ 指定物質抑制基準（平成9年2月6日、環境庁告示第6号）
- ・ 揮発性有機化合物濃度の測定法（平成17年6月10日、環境省告示第61号）
- ・ 排出ガス中の水銀測定法（平成28年9月26日、環境省告示第94号）

通知等

- ・ 大気汚染防止法の一部を改正する法律の施行について（昭和46年8月25日、環大企5号）
- ・ 大気汚染防止法に基づく窒素酸化物の排出基準の設定等について（昭和48年8月9日、環大規133号）
- ・ 大気汚染防止法に基づく窒素酸化物の排出基準の改定等について（昭和52年6月16日、環大規136号）
- ・ 大気汚染防止法に基づく窒素酸化物の排出基準の改定について（昭和54年8月2日、環大規177号）
- ・ 大気汚染防止法に基づく窒素酸化物の排出基準の改定に関する疑義について（質疑応答）（昭和55年1月24日、環大規13号）
- ・ 窒素酸化物に係る総量規制制度の導入について（昭和56年11月12日、環大規298号）
- ・ 大気汚染防止法に基づくばいじんの排出基準の改正について（昭和57年5月31日、環大規191号）
- ・ 大気汚染防止法関係の疑義回答事例集について（昭和55年7月、環境庁大気保全局大気規制課）
- ・ 窒素酸化物に係る測定法について（昭和57年7月16日、環大規第238号）

- ・ 大気汚染防止法施行規則の一部を改正する総理府令の施行等について(昭和57年8月31日、環大規273号)
- ・ 大気汚染防止法に基づくばいじんの排出基準の改正に関する疑義について(質疑応答)(昭和57年12月3日、事務連絡)
- ・ 大気汚染防止法の一部を改正する法律の施行について(通知)(平成17年6月17日、環管大発第050617001号)
- ・ 大気汚染防止法施行規則の一部を改正する省令の施行について(平成22年8月4日、環水大大発第100804001号)
- ・ 大気汚染防止法、水質汚濁防止法及びダイオキシン類対策特別措置法の届出対象施設の設置等に係る届出事務処理短縮への取組について(平成24年3月30日、環水大総発第120330003号・環水大大発第120330004号・環水大水発第120330017号)
- ・ 大気汚染防止法施行規則の一部を改正する省令の施行について(通知)(平成25年3月6日、環水大大発第1303061号)
- ・ 大気汚染防止法の一部を改正する法律等の施行について(平成28年9月26日、環水大大発第1609264号)

大気汚染防止法

大気汚染防止法 第16条（ばい煙量等の測定）

ばい煙排出者は、環境省令で定めるところにより、当該ばい煙発生施設に係るばい煙量又はばい煙濃度を測定し、その結果を記録し、これを保存しなければならない。

大気汚染防止法 第17条の12（揮発性有機化合物濃度の測定）

揮発性有機化合物排出者は、環境省令で定めるところにより、当該揮発性有機化合物排出施設に係る揮発性有機化合物濃度を測定し、その結果を記録しておかなければならない。

大気汚染防止法 第18条の30（水銀濃度の測定）

水銀排出者は、環境省令で定めるところにより、当該水銀排出施設に係る水銀濃度を測定し、その結果を記録し、これを保存しなければならない。

大気汚染防止法 第18条の32（要排出抑制施設の設置者の自主的取組）

工場又は事業場に設置される水銀等を大気中に排出する施設（水銀排出施設を除く。）のうち、水銀等の排出量が相当程度多い施設であって、その排出を抑制することが適当であるものとして政令で定めるもの（以下この条において「要排出抑制施設」という。）を設置している者は、その要排出抑制施設に係る水銀等の大気中への排出に関し、単独で又は共同して、自ら遵守すべき基準を作成し、水銀濃度を測定し、その結果を記録し、これを保存することその他の水銀等の大気中への排出を抑制するために必要な措置を講ずるとともに、当該措置の実施の状況及びその評価を公表しなければならない。

大気汚染防止法施行規則

大気汚染防止法施行規則 第7条の5（測定方法）

硫黄酸化物に係る総量規制基準を適用する場合における硫黄酸化物の量の測定は、別表第一の備考に掲げる方法により行うものとする。

- 2 窒素酸化物に係る総量規制基準を適用する場合における窒素酸化物の量の測定は、日本工業規格 K0104 に定める方法により窒素酸化物濃度を、日本工業規格 Z8808 に定める方法により排出ガスをそれぞれ測定して算定することにより、又は環境大臣が定める方法により行うものとする。

大気汚染防止法施行規則 第15条（ばい煙量等の測定）

法第16条の規定によるばい煙量又はばい煙濃度の測定は、法第3条第1項若しくは第3項の排出基準又は法第5条の2第1項若しくは第3項の総量規制基準が定められたばい煙を対象とし、次の各号に定めるところにより行うものとする。

- 一 硫黄酸化物に係るばい煙量の測定は、ばい煙発生施設において発生し、排出口から大気中に排出されるばい煙量が、温度が零度であって、圧力が1気圧の状態に換算して毎時10立方メートル以上のばい煙発生施設について、別表第1の備考に掲げる硫黄酸化物に係るばい煙量の測定法により、2月を超えない作業期間ごとに1回以上（ばい煙発生施設において発生し、排出口から大気中に排出されるばい煙量が、環境大臣が定める量以上のばい煙発生施設（特定工場等に設置されているものに限る。）に係る測定については、常時）行うこと。
- 二 ばいじんに係るばい煙濃度の測定は、別表第二の備考に掲げる測定法により、イから八までに掲げるばい煙発生施設ごとにそれぞれイから八までに掲げる頻度で行うこと。
 - イ 別表第2の1の項、56の項及び58の項に掲げるばい煙発生施設並びに同表の7の項に掲げるガス発生炉のうち、水蒸気改質方式の改質器であって、温度零度及び圧力1気圧の下における水素の製造能力が毎時1,000立方メートル未満の施設（気体状の燃料及び原料のみを使用するものに限る。）及び燃料電池用改質器 5年に1回以上
 - ロ ばい煙発生施設において発生し、排出口から大気中に排出される排出ガス量が毎時4万立方メートル未満のばい煙発生施設（イに掲げるばい煙発生施設及び別表第2の36の項に掲げる廃棄物焼却炉を除く。）及び同項に掲げる廃棄物焼却炉のうち焼却能力が1時間当たり4,000キログラム未満のもの 年2回以上（1年間につき継続して休止する期間（前年から引き続き休止し、かつ、その期間のうち前年に属する期間が6月未満である場合は、当該前年に属する期間を含む。）が6月以上のばい煙発生施設に係る測定については、年1回以上）
 - ハ イ又はロに掲げるばい煙発生施設以外のばい煙発生施設 2月を超えない作業期間ごとに1回以上
- 三 令第1条第1号から第4号までに掲げる有害物質に係るばい煙濃度の測定は、別表第3の備考に掲げる測定法により、2月を超えない作業期間ごとに1回以上（ばい煙発生施設において発生し、排出口から大気中に排出される排出ガス量が毎時4万立方メートル未満のばい煙発生施設に係る測定については、年2回以上（一年間につき継続して休止する期間（前年から引き続き休止し、かつ、その期間のうち前年に属する期間が6月未満である場合は、当該前年に属する期間を含む。）が6月以上のばい煙発生施設に係る測定については、年1回以上））を行うこと。
- 四 窒素酸化物に係るばい煙濃度の測定は、別表第3の2の備考に掲げる測定法（二に掲げるばい煙発生施設に係る測定については、当該測定法又は環境大臣が定める測定法）により、イから二までに掲げるばい煙発生施設ごとにそれぞれイから二までに掲げる頻度で行うこと。ただし、特定工場等に設置されているばい煙発生施設に係る測定については、当該特定工場等における排出ガス系統が排出口において集中されている場合等であって環境大臣が定める場合にあつては、環境大臣が定めるところにより行うことができる。
 - イ 別表第3の2の4の項に掲げる施設のうち、水蒸気改質方式の改質器であって、温度零度及び圧力1気圧の下における水素の製造能力が毎時1,000立方メートル未満の施設（気体状の燃料及び原料のみを使用するものに限る。）及び燃料電池用改質器 5年に1回以上
 - ロ ばい煙発生施設において発生し、排出口から大気中に排出される排出ガス量が毎時4万立方メートル未満のばい煙発生施設（イに掲げるばい煙発生施設を除く。） 年2回

以上（1年間につき継続して休止する期間（前年から引き続き休止し、かつ、その期間のうち前年に属する期間が6月未満である場合は、当該前年に属する期間を含む。）が6月以上のばい煙発生施設に係る測定については、年1回以上）

ハ イ、ロ又はニに掲げるばい煙発生施設以外のばい煙発生施設 2月を超えない作業期間ごとに1回以上

ニ ばい煙発生施設において発生し、排出口から大気中に排出される排出ガス量が毎時4立方メートル以上のばい煙発生施設（特定工場等に設置されているものに限り、イに掲げるばい煙発生施設を除く。） 常時

2 法第16条の規定によるばい煙量又はばい煙濃度の測定結果の記録は、次の各号に定めるところにより行うものとする。

一 前項各号の測定（第1号及び第4号の常時の測定を除く。）の結果は、様式第7によるばい煙量等測定記録表により記録し、その記録を3年間保存すること。ただし、計量法（平成4年法律第51号）第107条の登録を受けた者から当該測定に係る測定者の氏名、測定年月日、測定箇所、測定方法及びばい煙濃度の測定結果について証明する旨を記載した同法第110条の2の証明書の交付を受けた場合には、当該証明書の記載をもつて、様式第7によるばい煙量等測定記録表の記録に代えることができる。

二 前項第1号及び第4号の常時の測定の結果は、測定年月日、測定箇所、測定方法及びばい煙発生施設の使用状況を明らかにして記録し、その記録を3年間保存すること。

大気汚染防止法施行規則 第15条の3（揮発性有機化合物濃度の測定）

法第17条の12の規定による揮発性有機化合物濃度の測定及びその結果の記録は、次の各号に定めるところによる。

一 揮発性有機化合物濃度の測定は、環境大臣が定める測定法により、年1回以上行うこと。

二 前号の測定の結果は、測定の年月日及び時刻、測定者、測定箇所、測定法並びに揮発性有機化合物排出施設の使用状況を明らかにして記録し、その記録を3年間保存すること。

大気汚染防止法施行規則 第16条の12（水銀濃度の測定）

法第18条の30の規定による水銀濃度の測定及びその結果の記録は、次の各号に定めるところによる。

一 水銀濃度の測定は、通常の操業状態及び排出状況において、環境大臣が定める測定法により、イからニに掲げる水銀排出施設ごとにそれぞれイからニに掲げる頻度で行うこと。

イ 水銀排出施設において発生し、排出口から大気中に排出される排出ガス量が毎時4立方メートル以上の水銀排出施設（ハ及びニに掲げるものを除く。） 4月を超えない作業期間ごとに1回以上

ロ 水銀排出施設において発生し、排出口から大気中に排出される排出ガス量が毎時4立方メートル未満の水銀排出施設（ハ及びニに掲げるものを除く。） 6月を超えない作業期間ごとに1回以上

ハ 別表第3の3の3の項及び4の項に掲げる水銀排出施設のうち専ら銅、鉛又は亜鉛の硫化鉱を原料とする乾燥炉 年1回以上

ニ 別表第3の3の5の項に掲げる水銀排出施設のうち専ら廃鉛蓄電池又は廃はんだを原料とする溶解炉 年1回以上

二 前条第2項の規定を適用する施設にあつては、前号イからニの測定（以下この条において「定期測定」という。）において粒子状水銀を測定することを要しない。ただし、3年を超えない期間に一度以上、ガス状水銀及び粒子状水銀の濃度を測定することにより、前条第2項各号のいずれかの要件を満たしていることを確認すること。

三 定期測定の結果が前条第1項に規定する排出基準を超えた場合は、通常の操業状態及び排出状況において、イ又はロに規定する期間内に3回以上測定（以下この条において「再測定」という。）を行い、その結果を得ること。

イ 定期測定の結果が排出基準の1.5倍を超える場合 定期測定の結果を得た日から起算して30日

ロ イ以外の場合 定期測定の結果を得た日から起算して60日

四 再測定を実施した場合における水銀濃度の測定の結果は、定期測定及び再測定の結果のうち最大及び最小の値を除くすべての測定値の平均値とする。

五 前4号の測定の結果は、様式第7の2による水銀濃度測定記録表により記録し、その記録を3年間保存すること。ただし、計量法第107条の登録を受けた者から当該測定に係る

測定者の氏名、測定年月日、測定箇所、測定方法及び水銀濃度の測定結果について証明する旨を記載した同法第110条の2の証明書の交付を受けた場合には、当該証明書の記載をもって、様式第7の2による水銀濃度測定記録表の記録に代えることができる。

大気汚染防止法施行規則 別表第1(第3条関係) 備考

この表の下欄に掲げる数値を適用して算出される第3条第1項の硫黄酸化物の量は、次のいずれかに掲げる測定法により測定して算定される硫黄酸化物の量として表示されたものとする。

- 一 日本工業規格(以下単に「規格」という。)K0103に定める方法により硫黄酸化物濃度を、規格Z8808に定める方法により排出ガス量をそれぞれ測定する方法
- 二 規格K2301、規格K2541-1から2541-7まで又は規格M8813に定める方法により燃料の硫黄含有率を、規格Z8762-1から8762-4までに定める方法その他の適当であると認められる方法により燃料の使用量をそれぞれ測定する方法
- 三 環境大臣が定める方法

大気汚染防止法施行規則 別表第2(第4条、第7条関係) 備考

1 この表の第4欄及び第5欄に掲げるばいじんの量は、次の式(熱源として電気を使用する施設、3の項に掲げるボイラー、9の項及び38の項に掲げる焙焼炉、10の項、11の項及び39の項に掲げる焼結炉、12の項に掲げる煅焼炉、13の項に掲げる高炉、14の項及び40の項に掲げる溶鉱炉、15の項及び41の項に掲げる転炉、16の項に掲げる平炉、17の項、42の項、47の項、50の項、51の項及び52の項に掲げる溶解炉、31の項に掲げる骨材乾燥炉並びに32の項、43の項及び48の項に掲げる乾燥炉のうち直接熱風乾燥炉、53の項に掲げる反射炉並びに54の項に掲げる反応炉のうち鉛酸化物の製造の用に供するものにあつては、 $C = C_s$)により算出されたばいじんの量とする。

$$C = (21 \cdot O_n) / (21 \cdot O_s) \cdot C_s$$

この式において、 C 、 O_n 、 O_s 及び C_s は、それぞれ次の値を表すものとする。

C ばいじんの量(単位 グラム)

O_n 次の表の上欄に掲げる各施設のついて同表の下欄に掲げる値とする。

58の項、59の項	0
2の項、5の項	4
1の項	5
4の項、6の項、19の項、20の項、30の項、44の項、54の項	6
7の項、8の項、55の項	7
21の項	8
24の項	10
18の項	11
36の項	12
57の項	13
22の項、23の項、26の項、27の項、29の項、46の項、49の項	15
28の項、31の項、32の項、43の項、48の項、56の項	16
25の項	18

O_s 排出ガス中の酸素の濃度(当該濃度が20パーセントを超える場合にあっては、20パーセントとする。)(単位 百分率)

C_s 規格Z8808に定める方法により測定されたばいじんの量(単位 グラム)

2 この表の第4欄及び第5欄に掲げるばいじんの量には、燃料の点火、灰の除去のための火層整理又はすすの掃除を行う場合において排出されるばいじん(1時間につき合計6分間を超えない時間内に排出されるものに限る。)は含まれないものとする。

3 ばいじんの量が著しく変動する施設にあっては、一工程の平均の量とする。

大気汚染防止法施行規則 別表第3（第5条関係） 備考

- 1 この表の第4欄に掲げる有害物質の量（備考2に規定するものを除く。）は、1及び5の項に掲げるものにあつては規格 Z8808 に定める方法により採取し、規格 K0083 に定める方法によりカドミウム又は鉛として測定される量として、2の項に掲げるものにあつては規格 K0106 に定める方法により測定される量として、3の項に掲げるものにあつては規格 K0107 に定める方法により測定される量として、4の項に掲げるものにあつては規格 K0105 に定める方法により弗ふつ素として測定される量として、それぞれ表示されたものとし、当該有害物質の量には、すすの掃除を行う場合等においてやむを得ず排出される有害物質（1時間につき合計6分間を超えない時間内に排出されるものに限る。）は含まれないものとする。
- 2 この表の3の項の第4欄に掲げる塩化水素の量（令別表第1の13の項に掲げる廃棄物焼却炉に係るものに限る。）は、次の式により算出された塩化水素の量とする。

$$C = 9 / (21 \cdot O_s) \cdot C_s$$
この式において、C、O_s及びC_sは、それぞれ次の値を表すものとする。
C 塩化水素の量（単位 ミリグラム）
O_s 排出ガス中の酸素の濃度（単位 百分率）
C_s 規格 K0107 に定める方法により測定された塩化水素の濃度を温度が零度であつて圧力が1気圧の状態における排出ガス1立方メートル中の量に換算したもの（単位 ミリグラム）
- 3 第4欄の（ ）内の数値は、有害物質が電解炉から直接吸引されダクトを通じて排出口から排出される場合の当該排出口における有害物質の量である。
- 4 有害物質の量が著しく変動する施設にあつては、一工程の平均の量とする。

大気汚染防止法施行規則 別表第3の2（第5条関係） 備考

この表の第4欄に掲げる窒素酸化物の量は、19の項から21の項までに掲げる施設のうち専ら酸素を用いて燃焼を行うものにあつては第1号に掲げる式により、42の項に掲げる溶解炉のうち鉛酸化物の製造の用に供するもの、44の項に掲げる反応炉のうち鉛酸化物又は硝酸鉛の製造の用に供するもの及び45の項に掲げる施設にあつては第2号に掲げる式により、その他の施設にあつては第3号に掲げる式により算出された窒素酸化物の量とする。この場合において、窒素酸化物の量が著しく変動する施設にあつては、一工程の平均の量とする。

$$1 \quad C = \frac{21 - O_n}{21 - O_s} \cdot C_s \cdot \frac{1}{4}$$

$$2 \quad C = C_s$$

$$3 \quad C = \frac{21 - O_n}{21 - O_s} \cdot C_s$$

これらの式において、C、O_n、O_s及びC_sは、それぞれ次の値を表すものとする。

C 窒素酸化物の量（単位 立方センチメートル）

O_n 次の表の上欄に掲げる各項の施設について同表の下欄に掲げる値とする。

49の項、50の項	0
2の3の項、3の項	4
1の項	5
2の項、2の2の項、13の項、14の項、23の項、35の項、44の項	6
4の項、46の項	7
15の項	8
7の項、17の項	10
10の項、11の項、12の項	11
9の項、25の項、26の項、27の項、32の項、33の項、40の項、41の項、42の項	12
48の項	13
5の項、28の項	14
6の項、8の項、16の項、19の項、21の項、22の項、29の項、30の項、31の項、36の項、37の項、39の項、43の項	15
20の項、24の項、34の項、38の項、47の項	16
18の項	18

O_s 排出ガス中の酸素の濃度（当該濃度が20パーセントを超える場合にあっては、20パーセントとする。）（単位 百分率）

C_s 規格 K0104 に定める方法により測定された窒素酸化物の濃度を温度が零度であつて圧力が1気圧の状態における排出ガス1立方メートル中の量に換算したもの（単位 立方センチメートル）

大気汚染防止法施行規則 別表第3の3（第5条の2、第16条の11関係） 備考

- 「一次精錬の用に供する施設」とは、令別表第1の3の項から5の項までに掲げる施設及び14の項に掲げる施設のうち硫化鉱の重量の割合が50パーセント以上である原料若しくは当該原料から成る材料を使用して銅、鉛又は亜鉛を精錬するもの及び精鉱の重量の割合が50パーセント以上である原料若しくは当該原料から成る材料を使用して金を精錬するものをいう。
- 「二次精錬の用に供する施設」とは、令別表第1の3の項から5の項までに掲げる施設及び14の項に掲げる施設のうち一次精錬の用に供する施設以外のものをいう。
- この表の下欄に掲げる水銀等の量は、熱源として電気を使用する施設及び3の項から6の項までに掲げる施設にあつては第1号に掲げる式により、その他の施設にあつては第2号に掲げる式により算出された水銀等の量とする。

$$1 \quad C=C_s$$

$$2 \quad C = \frac{21-O_n}{21-O_s} \cdot C_s$$

この式において、C、O_n、O_s及びC_sは、それぞれ次の値を表すものとする。

C 水銀等の量（単位 マイクログラム）

O_n 次の表の上欄に掲げる各項の施設について同表の下欄に掲げる値とする。

1の項、2の項	6
7の項	10
8の項、9の項	12

O_s 排出ガス中の酸素の濃度（当該濃度が20パーセントを超える場合にあっては、20パーセントとする。）（単位 百分率）

C_s 環境大臣が定める方法により測定された水銀濃度を、温度が零度であつて圧力が1気圧の状態における排出ガス1立方メートル中の量に換算したもの（単位 マイクログラム）

- 水銀等の量が著しく変動する施設にあつては、一工程の平均の量とする。

告示

窒素酸化物の量の測定法

公布日：昭和57年3月29日環境庁告示第48号

改正：平成12年12月14日環境庁告示第78号

大気汚染防止法施行規則（昭和46年厚生省／通商産業省令第1号）第7条の5第2項の規定に基づき、窒素酸化物の量の測定法を次のように定める。

窒素酸化物の量の測定法

大気汚染防止法施行規則第7条の5第2項に規定する窒素酸化物に係る総量規制基準を適用する場合における窒素酸化物の量の測定に係る環境大臣が定める方法は、日本工業規格（以下単に「規格」という。）K0104に定める方法により窒素酸化物濃度を、次の各号のいずれかに掲げる方法により排出ガスをそれぞれ測定して算定する方法とする。

- 一 次に掲げる算式により排出ガスを算定する方法

$$G = \{ G_0 + (m \cdot 1) \cdot A_0 \} \cdot W$$

この式において、G、G₀、A₀、W及びmは、それぞれ次の値を表すものとする。この場合において、G₀、A₀及びmは、規格B8222又は規格Z8808に定める方法等適当であると認められる方法により算定され、Wは、規格Z8762又は規格Z8763に定める方法等適当であると認められる方法により測定されたものとする。

G 乾き排出ガス量（単位 温度零度、圧力1気圧の状態に換算した単位時間当たりの立方メートル）

G₀ 燃料の量一単位当たりの理論乾き排出ガス量（単位温度零度、圧力1気圧の状態に換算した立方メートル）

A₀ 燃料の量一単位当たりの理論空気量（単位 温度零度、圧力1気圧の状態に換算した立方メートル）

W 単位時間当たりの燃料の使用量

m 空気比

- 二 出力の大きさと規格Z8808に定める方法により測定された排出ガス量との間に認められる相関関係を用いて、出力の大きさから排出ガスを算定する方法（発電の用にのみ供するボイラーの排出ガスを算定する場合に限る。）

窒素酸化物に係るばい煙濃度の測定法

公布日：昭和57年3月29日環境庁告示第49号

改正：平成12年12月14日環境庁告示第78号

大気汚染防止法施行規則（昭和46年厚生省／通商産業省令第1号）第15条第5号〔現行＝15条1項4号＝平成23年3月環境令3号により改正〕本文の規定に基づき、窒素酸化物に係るばい煙濃度の測定法を次のように定める。

窒素酸化物に係るばい煙濃度の測定法

大気汚染防止法施行規則（以下「規則」という。）第15条第5号本文に規定する窒素酸化物に係るばい煙濃度の測定に係る環境大臣が定める測定法は、都道府県知事が定めるところにより、当該ばい煙発生施設の使用の状況等に係る指標と当該ばい煙発生施設について規則別表第3の2の備考に掲げる測定法により測定された窒素酸化物に係るばい煙濃度との間に認められる相関関係を用いて、当該ばい煙発生施設の使用の状況等に係る指標から算定する方法とする。この場合においては、当該ばい煙発生施設について、当該相関関係が成立するための前提となる条件が満たされていることを確認し、かつ、2月を超えない作業期間ごとに1回以上、当該相関関係を用いて算定した窒素酸化物に係るばい煙濃度と規則別表第3の2の備考に掲げる測定法により測定した窒素酸化物に係るばい煙濃度とを照合して相当程度適合していることを確認するものとする。

大気汚染防止法施行規則第15条第1項第4号ただし書に規定する特定工場等に設置されているばい煙発生施設に係る窒素酸化物に係るばい煙濃度の測定

公布日：昭和57年3月29日環境庁告示第50号

大気汚染防止法施行規則（昭和46年厚生省／通商産業省令第1号）第15条第5号〔現行＝15条1項4号＝平成23年3月環境令3号により改正〕ただし書の規定に基づき、次のように定める。

大気汚染防止法施行規則（以下「規則」という。）第15条第5号ただし書に規定する特定工場等に設置されているばい煙発生施設に係る窒素酸化物に係るばい煙濃度の測定については、次の各号に定めるところにより行うことができるものとする。

- 一 ばい煙発生施設において発生し、排出口から大気中に排出される排出ガス量（以下「排出ガス量」という。）がそれぞれ毎時4万立方メートル以上で、その種類及び構造が同一の二以上

のばい煙発生施設が、同一のばい煙の発生に係る操業の系統の下で同一の方法により使用され、かつ、それぞれのばい煙発生施設に係る窒素酸化物の排出特性が同一であることがあらかじめ確認されている場合にあつては、当該ばい煙発生施設（少なくとも一のばい煙発生施設を除く。）に係る測定については、規則別表第3の2の備考に掲げる測定法により、2月を超えない作業期間ごとに1回以上

二 排出ガス量が毎時4万立方メートル以上のばい煙発生施設を含む二以上のばい煙発生施設に係る排出ガス系統が排出口において集中されており、かつ、これらのばい煙発生施設において発生し、当該排出口から大気中に排出される窒素酸化物の量が常時測定されている場合等排出ガス量が毎時4万立方メートル以上のばい煙発生施設又はこれを含む二以上のばい煙発生施設において発生し、排出口から大気中に排出される窒素酸化物の量が常時測定されている場合にあつては、当該排出ガス量が毎時4万立方メートル以上のばい煙発生施設に係る測定については、規則別表第3の2の備考に掲げる測定法により、2月を超えない作業期間ごとに1回以上。この場合において、窒素酸化物の量の測定は、次のいずれかに掲げる方法により行われなければならない。

イ 規則第7条の5第2項に掲げる測定方法

ロ 都道府県知事が定めるところにより、当該ばい煙発生施設の使用の状況等に係る指標と当該ばい煙発生施設についてイに掲げる測定方法により測定された窒素酸化物の量との間に認められる相関関係を用いて、当該ばい煙発生施設の使用の状況等に係る指標から算定する方法（当該ばい煙発生施設について、当該相関関係が成立するための前提となる条件が満たされていることを確認し、かつ、2月を超えない作業期間ごとに1回以上、当該相関関係を用いて算定した窒素酸化物の量とイに掲げる測定方法により測定した窒素酸化物の量とを照合して相当程度適合していることを確認して算定する場合に限る。）

三 排出ガス量が毎時4万立方メートル以上20万立方メートル未満のばい煙発生施設において発生し、排出口から大気中に排出される排出ガスの大部分が過剰空気であると認められる場合にあつては、当該ばい煙発生施設に係る測定については、規則別表第3の2の備考に掲げる測定法により、2月を超えない作業期間ごとに1回以上

硫酸酸化物の量の測定法 公布日：昭和57年7月3日環境庁告示第76号

大気汚染防止法施行規則（昭和46年厚生省/通商産業省令第1号）別表第1の備考の3の規定に基づき、硫酸酸化物の量の測定法を次のように定め、硫酸酸化物の量の測定法（昭和51年6月環境庁告示第38号）は、廃止する。

硫酸酸化物の量の測定法

大気汚染防止法施行規則別表第1の備考の3に規定する硫酸酸化物の量の測定に係る環境大臣が定める方法は、日本工業規格（以下単に「規格」という。）K0103に定める方法により硫酸酸化物濃度を、次の各号のいずれかに掲げる方法により排出ガス量をそれぞれ測定して算定する方法とする。

一 次に掲げる算式により排出ガス量を算定する方法

$$G = \{ G_o + (m \cdot 1) \cdot A_o \} \cdot W$$

この式において、G、G_o、A_o、W及びmは、それぞれ次の値を表すものとする。この場合において、G_o、A_o及びmは、規格B8222又は規格Z8808に定める方法等適当であると認められる方法により算定され、Wは、規格Z8762又は規格Z8763に定める方法等適当であると認められる方法により測定されたものとする。

G 乾き排出ガス量（単位 温度零度、圧力一気圧の状態に換算した単位時間当たりの立方メートル）

G_o 燃料の量一単位当たりの理論乾き排出ガス量（単位 温度零度、圧力一気圧の状態に換算した立方メートル）

A_o 燃料の量一単位当たりの理論空気量（単位 温度零度、圧力一気圧の状態に換算した立方メートル）

W 単位時間当たりの燃料の使用量

m 空気比

二 出力の大きさと規格Z8808に定める方法により測定された排出ガス量との間に認められる相関関係を用いて、出力の大きさから排出ガス量を算定する方法（発電の用にのみ供するボイラーの排出ガス量を算定する場合に限る。）

指定物質抑制基準（新設排出施設）備考 公布日：平成9年2月6日環境庁告示第5号

1 この表の第5欄に掲げる指定物質の量は、捕集バッグ、真空瓶、キャニスター又は捕集管を用いて採取し、1の項に掲げるものにあつては水素炎イオン化検出器又は質量分析計を検出器とするガスクロマトグラフ法により測定される量として、2及び3の項に掲げるものにあつては水素炎イオン化検出器、電子捕獲検出器又は質量分析計を検出器とするガスクロマトグラフ法によりトリクロロエチレン又はテトラクロロエチレンとして測定される量として、それぞれ表示されたものとする。

2 この表の1の項の第5欄に掲げるベンゼンの量（令別表第6第2号に掲げるコークス炉に

係るものに限る。)は、装炭時の装炭口からの排出ガスで装炭車集じん機の排出口から排出されるものに含まれるベンゼンの量とする。

- 3 この表の1の項の第5欄に掲げるベンゼンの量(令別表第6第5号に掲げる貯蔵タンクに係るものに限る。)は、ベンゼンの注入時の排出ガスに含まれるベンゼンの量とする。

指定物質抑制基準 (既設排出施設) 備考 公布日:平成9年2月6日環境庁告示第6号

- 1 この表の第5欄に掲げる指定物質の量は、捕集バッグ、真空瓶、キャニスター又は捕集管を用いて採取し、1の項に掲げるものにおいては水素炎イオン化検出器又は質量分析計を検出器とするガスクロマトグラフ法により測定される量として、2及び3の項に掲げるものにおいては水素炎イオン化検出器、電子捕獲検出器又は質量分析計を検出器とするガスクロマトグラフ法によりトリクロロエチレン又はテトラクロロエチレンとして測定される量として、それぞれ表示されたものとする。
- 2 この表の1の項の第5欄に掲げるベンゼンの量(令別表第6第2号に掲げるコークス炉に係るものに限る。)は、装炭時の装炭口からの排出ガスで装炭車集じん機の排出口から排出されるものに含まれるベンゼンの量とする。
- 3 この表の1の項の第5欄に掲げるベンゼンの量(令別表第6第5号に掲げる貯蔵タンクに係るものに限る。)は、ベンゼンの注入時の排出ガスに含まれるベンゼンの量とする。

揮発性有機化合物濃度の測定法 公布日:平成17年6月10日環境省告示第61号

大気汚染防止法施行規則(昭和46年厚生省/通商産業省令第1号)第15条の2及び第15条の3第1号の規定に基づき、揮発性有機化合物濃度の測定法を次のように定め、平成18年4月1日から適用する。

大気汚染防止法施行規則(以下「規則」という。)第15条の2及び第15条の3第1号に規定する揮発性有機化合物濃度の測定法は、別表第1に掲げる測定法により測定した排出ガス中の気体である有機化合物(以下「揮発性有機化合物」という。)の濃度から、別表第2及び別表第3に掲げる測定法により測定した大気汚染防止法施行令(昭和43年政令第329号)第2条の2に規定する揮発性有機化合物から除く物質(以下「除外物質」という。)の濃度を差し引く方法とする。ただし、次に掲げる場合においては、除外物質の濃度を測定し、揮発性有機化合物の濃度から差し引く必要はないものとする。

- 一 揮発性有機化合物排出施設において除外物質を使用し、又は発生させていない場合
- 二 別表第1に掲げる測定法により測定した揮発性有機化合物の濃度が規則第15条の2に規定する排出基準の値を超えない場合

別表第1

揮発性有機化合物の濃度の測定法

第1 測定法の種類

- 1 揮発性有機化合物の濃度の測定法としては、以下の2種類のものがある。
- (1) 直接測定:分析計の測定範囲を超えない濃度の試料の場合に用いる。排出ガスを採取した捕集バッグから、直接分析計に導入する。
- (2) 希釈測定:分析計の測定範囲を超える濃度の試料の場合に用いる。排出ガスを採取した捕集バッグから、排出ガスの一部をシリンジを用いて採取し、一定量の高純度空気の入った捕集バッグに注入し、分析計の測定範囲内の濃度になるよう希釈して、分析計に導入する。
- 2 揮発性有機化合物の濃度の測定には、以下の2種類のいずれかの分析計を用いる。
- (1) 触媒酸化 非分散形赤外線分析計(以下「NDIR」という。)
- 揮発性有機化合物を加熱した触媒で二酸化炭素に酸化し、その濃度を赤外線の吸収強度から測定する分析計であって、別紙に掲げる構成のもの。ただし、燃焼過程を経たガスを含む排出ガス中の揮発性有機化合物の測定には用いないこと。
- (2) 水素炎イオン化形分析計(以下「FID」という。)
- 水素炎に試料を加えたときに生じるイオン電流を測定して、揮発性有機化合物の濃度を測定する分析計(加熱形水素炎イオン化形分析計を含む。)

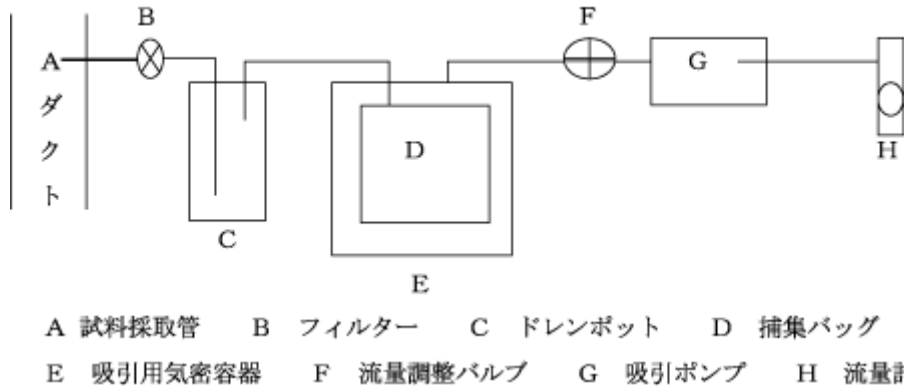
第2 装置

1 試料採取装置

- 下図に掲げる構成のものであって、次の条件を具備しているものとする。
- (1) 試料採取管は、排出ガスの温度及び流速に対して十分な耐熱性及び機械的強度を持ち、試料中の揮発性有機化合物の吸着及び変質が生じないものとする。
- (2) フィルターは、ダスト及びミストの除去率がよく、圧力損失の少ないものであって、揮発性有機化合物の吸着及び変質が生じないものとする。
- (3) 導管は、内径4~25mm程度であって、揮発性有機化合物の吸着及び変質が生じないものとする。導管の長さは、なるべく短くする。
- (4) ドレンポットは、捕集バッグ内に試料中の水分が凝縮しないよう冷却除湿を行うもので、必要に応じて用いることとする。

- (5) 捕集バッグは、ふっ素樹脂フィルム製若しくはポリエステル樹脂フィルム製で、揮発性有機化合物の吸着、透過及び変質が生じないもの又は同等以上の性能を有するものとし、容量は20L以上のものとする。捕集バッグは、再使用しないこととする。
- (6) 吸引用気密容器は、容器内の捕集バッグが外部から見え、気密が保たれる構造のものとする。
- (7) 流量調整バルブは、0.5～5L/分の流量の制御ができるもので、揮発性有機化合物の吸着及び変質が生じないものとする。
- (8) 吸引ポンプは、防爆上の必要がある場合は、手動ポンプ又は防爆型電動ポンプを用いることとする。
- (9) 流量計は、流量0.5～5L/分の計測が可能なものとする。

図 試料採取装置の構成



2 分析計

(1) 測定範囲

分析計が測定できる濃度の範囲は、10～5,000vol ppmC（炭素数が1の揮発性有機化合物の容量に換算（以下単に「炭素換算」という。）した容量比百万分率のことをいう。以下同じ。）とする。

(2) 分析計の作動性能

分析計の作動性能は、試料導入部から校正ガスを導入した場合に、1,000 vol ppmC 又はその付近の濃度において、表 1 又は表 2 に掲げる基準値を満たさなければならない。

表 1 NDIR の作動性能の基準値

項目	作動性能の基準値
ゼロドリフト	最大目盛値の±2%以内 / 24時間（注1）
スバンドリフト	最大目盛値の±2%以内 / 24時間（注2）
繰返し性	最大目盛値の±2%以内（注2）
指示誤差	最大目盛値の±2%以内（注2）
90% 応答時間	120秒以下（注2）
感度	トルエン、酢酸エチル、メチルエチルケトン、2-プロパノール、ジクロロメタン及びクロロベンゼンに対して90%以上（注3）
無機体炭素の影響	最大目盛値の±6%以内（注4）

- 注) 1. ゼロガスとして、高純度空気又は高純度窒素（不純物として含まれる揮発性有機化合物、一酸化炭素及び二酸化炭素の許容濃度は1vol ppmCとする。以下同じ。）を用いた場合の値
- 2. 日本工業規格（以下「JIS」という。）K0007（標準物質 標準ガス プロパン）に規定するプロパン標準ガスを高純度空気又は高純度窒素で薄めたものを用いた場合の値
- 3. それぞれの標準物質について、分析計で分析した値（vol ppmC）を標準物質の濃度（vol ppmC）で除して、100を乗じた値
- 4. プロパン標準ガスを1,000vol ppmC程度に、二酸化炭素を1,500vol ppmC程度にそれぞれ調製した試料で試験をした場合の値

表 2 FID の作動性能の基準値

項目	作動性能の基準値
ゼロドリフト	最大目盛値の±1%以内 / 8時間
スバンドリフト	最大目盛値の±1%以内 / 8時間
繰返し性	最大目盛値の±1%以内
指示誤差	最大目盛値の±1%以内
90% 応答時間	60秒以下
感度	トルエンに対して90～105%、酢酸エチルに対して70%以上、トリクロロエチレンに対して95～110%

酸素干渉	できるだけ少ないこと
------	------------

注)用語の定義は、表 1と同じ。

第3 試薬

1 校正ガス

NDIR及びFIDの校正ガスは、以下のとおりとする。

- (1) ゼロガスは、高純度空気又は高純度窒素とする。ただし、FIDのゼロガスは、通常空気を石英ガラス管等で加熱燃焼して炭化水素を除去したものでよい。
- (2) スパンガスは、校正する測定レンジの最大目盛値の80~100%に相当する濃度とし、JIS K0007(標準物質 標準ガス プロパン)に規定するプロパン標準ガスを高純度空気又は高純度窒素で薄めたものをを用いる。

2 燃料ガス

FIDの燃料ガスは、ヘリウムで薄められた $40 \pm 2 \text{ vol} \%$ の水素又は純水素のうち分析計に指定されたガスを用いる。いずれも不純物として含まれる揮発性有機化合物の許容濃度は 1 vol ppmC とする。

3 助燃ガス

FIDの助燃ガスは、高純度空気又は通常空気を石英ガラス管等で加熱燃焼して炭化水素を除去したものをを用いる。不純物として含まれる揮発性有機化合物の許容濃度は 0.5 vol ppmC とする。

第4 測定の手順

1 試料の採取

(1) 試料の採取位置

ダクトの試料採取位置は、JIS K0095(排ガス試料採取方法)に規定する方法による。貯蔵施設の試料採取位置は、通気口とする。

(2) 捕集バッグの前処理

試料採取前に、捕集バッグに少量の排出ガスを採取し、押し出す。

(3) 試料採取回数及び時間

試料採取回数は1回とし、試料採取時間は20分とする。ただし、一工程の時間が20分に満たない場合は、一工程の時間で足りる。

(4) 捕集バッグの運搬

捕集バッグは、遮光して運搬する。

(5) 保存

試料の保存は、室温・暗所で行う。

(6) 採取から分析に供するまでの時間

捕集バッグによる試料採取後、分析までの時間は、8時間以内が望ましいが、それが困難な場合でも24時間以内とする。

2 測定

NDIR及びFIDによる揮発性有機化合物の濃度の測定は、以下により行う。

(1) ゼロ及びスパン調整

第3の1に規定するゼロガス及びスパンガスを用いて、JIS D 1030(自動車 排気ガス中の一酸化炭素、二酸化炭素、全炭化水素及び窒素酸化物の測定方法)の7.3に規定する方法に準じて、ゼロ及びスパン調整を行う。

注)スパンガスにはプロパン標準ガスを用いるので、プロパンの vol ppm の値に、3を乗じた値が vol ppmC となる。

(2) 試料の測定

試料ガスを採取した捕集バッグを、分析計の試料導入部に直接接続し、試料ガスを分析計に吸引させ、測定し、得られた値を試料の濃度(vol ppmC)とする。

直接測定の場合の測定値が分析計の測定範囲を超えた場合には、希釈測定を行い、測定値に希釈倍率を乗じて、排出ガス中の揮発性有機化合物の濃度を求める。

備考

1 試料採取の時期

試料の採取は、一工程で揮発性有機化合物の排出が安定した時期とする。ただし、貯蔵タンクの試料の採取は、揮発性有機化合物の注入時期とする。

2 排出ガス処理装置が設置されている場合の測定

複数の吸着塔で揮発性有機化合物の吸着及び脱着を交互に行う方式の吸着装置等の排出ガス処理装置において、運転の開始時又は切り替え時等に、ごく短時間に限り高濃度の排出が生じる場合がある。このようなやむを得ない特異的な排出に係る揮発性有機化合物の濃度については、測定値から除外する。

3 一施設で複数の排出口を有する場合の測定

以下のいずれかの方法をとることもできる。

- (1) 施設の構造等から最高濃度の排出ガスを排出している排出口が特定できる場合は、当該排出口において測定する。

- (2) 各排出口からの揮発性有機化合物の濃度を測定し、その値を排出ガス量で加重平均

する。この場合、排出ガス量の測定は、JIS Z8808（排ガス中のダスト濃度の測定方法）に規定する方法による。なお、施設の構造等から、揮発性有機化合物の濃度を一部の排出口で代表させることができる場合には、当該排出口における揮発性有機化合物の濃度を測定すればよい。

- 4 フレアスタックにより排出ガスを処理している場合の測定
フレアスタック（グラントフレアを含む。）により排出ガスを燃焼処理している場合には、この測定法による測定が不可能であるため、揮発性有機化合物の濃度を測定する必要はない。
- 5 固定屋根式貯蔵タンクの場合の測定
固定屋根式貯蔵タンク（排出ガス処理装置を設置しているものを除く。）にあつては、災害防止のため、計算により求めた揮発性有機化合物の濃度をもって測定に代えることができる。
- 6 その他
この測定法における用語その他の事項でこの測定法に定めのないものについては、JIS K0095（排ガス試料採取方法）、JIS D1030（自動車 排気ガス中の一酸化炭素、二酸化炭素、全炭化水素及び窒素酸化物の測定方法）、JIS K0151（赤外線ガス分析計）その他のJISの定めるところによる。

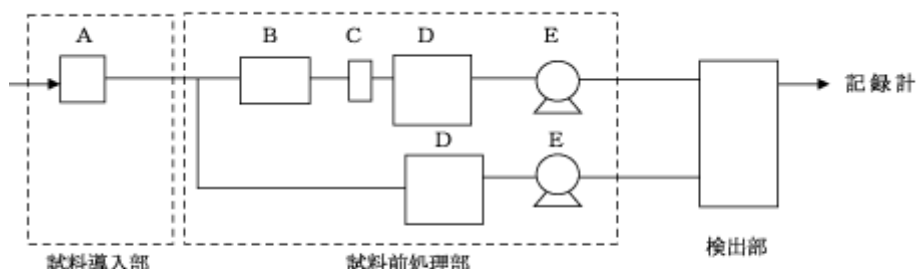
別紙

NDIR の構成

1 構成

分析計は、下図に示す試料導入部、試料前処理部及び検出部で構成する。

図 分析計の構成（一例）



A 試料導入口 B 燃焼炉 C ハロゲンスクラパー D 気液分離器
E ポンプ

2 試料導入部

試料導入口から試料導管を通じて試料前処理部に試料を導入する部分であつて、捕集バッグを接続できるもの。

3 試料前処理部

(1) 燃焼炉

試料ガスを、白金などの酸化触媒を充填した燃焼管に連続して通気して、揮発性有機化合物を燃焼するもの。

(2) ハロゲンスクラパー

燃焼炉で生成するガスから、塩化水素、ふっ化水素等のハロゲン化合物を除去し、二酸化炭素を通過させるもの。

(3) 気液分離器

試料ガス中の水分を除去する部分で、電子又は電気冷却器、凝縮管及びドレントラップで構成するもの。

4 検出部

第2の2(2)に規定するNDIRの作動性能の基準値その他JIS K0151(赤外線ガス分析計)に規定する二酸化炭素に係る性能規定に適合するもの。

別表第2

除外物質（メタンに限る。）の濃度の測定法

第1 測定法の種類

メタンについては、捕集バッグを用いて採取した後、水素炎イオン化検出器を用いるガスクロマトグラフ法（以下「GC-FID」という。）により測定する。

第2 装置

1 試料採取装置

試料採取装置は、別表第1に掲げる揮発性有機化合物の濃度の測定法の第2の1に規定する試料採取装置とする。

2 分析計

排出ガス中のメタンの測定には、以下のGC-FIDを用いる。

表 1 GC-FID の仕様

項目	仕様
検出器	水素炎イオン化検出器
キャリアガス	高純度窒素
燃料ガス	水素
助燃ガス	空気又は酸素
カラム用管	内径 3～5mm、長さ 1.5～3m のガラス管、ステンレス管又は ふっ素樹脂管
カラム充填剤	合成ゼオライト担体（粒径 170～250μm）又はこれと同等以上 の分離性能を有するもの

第3 試薬

1 標準ガス

JIS K0006（標準物質 標準ガス メタン）に規定するメタン標準ガス又は JIS K0055（ガス分析装置校正方法通則）の4に準拠する方法で調製されたメタン標準ガス。

2 検量線用ガス

高純度窒素の入った検量線用ガス瓶（JIS K0095（排ガス試料採取方法）の6.8に規定する真空捕集瓶のことをいう。以下同じ。）に、メタン標準ガスを段階的に注入したもの。

第4 測定の手順

1 試料の採取

試料の採取方法は、別表第1に掲げる揮発性有機化合物の濃度の測定法に規定する試料採取方法による。

2 測定

(1) 分析条件の設定

GC-FIDの分析条件は、以下に示すとおりとする。

表 2 GC-FIDの分析条件

項目	条件
カラム温度	常温～70
試料気化室温度	常温～70
キャリアガス流量	30～60mL/分
燃料ガス流量	30～50mL/分
助燃ガス流量	300～500mL/分

(2) 検量線の作成

第3の2で調整した検量線用ガスを、検量線用ガス瓶から気体用シリンジを用いて正確にとり、GC-FIDに導入してクロマトグラムを記録する。メタン濃度とピーク面積（又はピーク高さ）との関係線を作成する。

(3) 試料の測定

第4の1によって捕集バッグに採取した試料ガスの一定量を、捕集バッグのシリコーンゴム栓を通して気体用シリンジで正確にとり、GC-FIDに導入してクロマトグラムを記録する。試料導入手量は0.1～3mLとし、あらかじめ作成した検量線の範囲内に入るよう試料の量を調整する。クロマトグラムからメタンのピーク面積（又はピーク高さ）を測定し、あらかじめ作成した検量線から試料ガス中のメタン濃度を求める。

（注）この測定法の測定範囲は1～5,000vol ppmCである。測定範囲を超える場合には、高純度窒素の入った検量線用ガス瓶に、試料ガスの一部を気体用シリンジを用いて注入し希釈して測定する。

3 濃度の算出

試料ガス中のメタンの炭素換算濃度を、次の式によって算出する。

$$C = (V \cdot V_c) / V_s \times 10^3 \times D \times F$$

C：排出ガス中のメタン濃度（vol ppmC）

V：検量線から求めた採取容器中のメタン（ガス）量（μL）

V_c：検量線から求めた空試験用採取容器中メタン（ガス）量（μL）

V_s：ガスクロマトグラフへのガス注入量（mL）

D：希釈率

F：炭素換算係数（メタンは1）

備考

1 大気中にはメタンが2vol ppmC程度存在することから、揮発性有機化合物排出施設においてメタンを使用し、又は発生させておらず、メタンの濃度を測定しないこととした場合であっても、別表第1に掲げる測定法により測定した揮発性有機化合物の濃度から2vol ppmCを差し引くことができるものとする。

2 この測定法における用語その他の事項でこの測定法に定めのないものについては、別表第1に掲げる揮発性有機化合物の濃度の測定法及びJIS K0050（化学分析方法通則）、JIS K0114（ガスクロマトグラフ分析通則）その他のJISの定めるところによる。

別表第3

除外物質（メタンを除く。）の濃度の測定法

第1 測定法の種類

以下の除外物質（以下単に「除外物質」という。）については、捕集バッグを用いて採取した後、水素炎イオン化検出器を用いるガスクロマトグラフ法（以下「GC-FID」という。）、電子捕獲検出器を用いるガスクロマトグラフ法（以下「GC-ECD」という。）又は質量分析器を用いるガスクロマトグラフ法（以下「GC-MS」という。）により測定する。

表 1 除外物質（メタンを除く。）

名称	別名
クロロジフルオロメタン	HCFC-22
2-クロロ-1,1,1,2-テトラフルオロエタン	HCFC-124
1,1-ジクロロ-1-フルオロエタン	HCFC-141b
1-クロロ-1,1-ジフルオロエタン	HCFC-142b
3,3-ジクロロ-1,1,1,2,2-ペンタフルオロプロパン	HCFC-225ca
1,3-ジクロロ-1,1,2,2,3-ペンタフルオロプロパン	HCFC-225cb
1,1,1,2,3,4,4,5,5,5-デカフルオロペンタン	HFC-43-10mee

第2 装置

1 試料採取装置

試料採取装置は、別表第1に掲げる揮発性有機化合物の濃度の測定法の第2の1に規定する試料採取装置とする。

2 分析計

排出ガス中の除外物質の測定には、以下の分析計を用いる。

当該除外物質や共存する物質の特性を踏まえ、分析計を適切に選択する。

表 2 分析計の仕様

項目	GC-FID の仕様	GC-ECD の仕様	GC-MS の仕様
検出器	水素炎イオン化検出器	電子捕獲検出器	四重極方式又は二重収束方式の質量分析器（イオン化方法は、電子衝撃イオン化法によるものとする。）
キャリアガス	高純度窒素	同左	ヘリウム（99.999vol%以上）
燃料ガス	水素		
助燃ガス	空気又は酸素		
カラム	内径0.25～0.32mm、長さ25～60mの溶融シリカ製の毛管カラムであって、内壁にジフェニールを25%、ジメチルポリシロキサンを75%の割合で混合したものを膜厚0.1～3μm程度で被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するもの	同左	同左
カラム恒温槽	温度制御範囲が35～350であり、測定対象物質の最適分析条件の温度にできるような昇温プログラムの可能なもの	同左	同左

第3 試薬

1 標準ガス

JIS K0055（ガス分析装置校正方法通則）に準拠する方法で調製された除外物質の標準ガス。

2 検量線用ガス

高純度窒素の入った検量線用ガス瓶（JIS K0095（排ガス試料採取方法）の6.8に規定する真空捕集瓶のことをいう。以下同じ。）に、除外物質の標準ガスを段階的に注入したもの。

第4 測定の手順

1 試料の採取

試料ガスの採取方法は、別表第1に掲げる揮発性有機化合物の濃度の測定法に規定する試料の採取方法による。

2 測定

(1) GC-FID

ア 分析条件の設定

GC-FIDの分析条件は、測定対象の除外物質のクロマトグラム上でのピークが他の除

外物質その他の試料排出ガス中に共存する揮発性有機化合物と良好な分離が得られ、測定対象除外物質の保持時間が適切な範囲にあり、安定した応答が得られるように、カラム温度、試料気化室温度、キャリアガス流量などを設定する。

表 3 GC-FID の分析条件の例

項目	条件
試料注入法	スプリット注入法（スプリット比 20 : 1）
カラム温度	昇温条件の例 40（5 /分） 90（20 /分） 200
試料気化室温度	100
キャリアガス流量	1.0mL / 分
燃料ガス流量	30 ~ 50mL / 分
助燃ガス流量	300 ~ 500mL / 分

イ 検量線の作成

第3の2で調整した検量線用ガスを、検量線用ガス瓶から気体用シリンジを用いて正確にとり、GC-FID に導入してクロマトグラムを記録する。除外物質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。

ウ 試料の測定

第4の1によって捕集バッグに採取した試料ガスの一定量を、捕集バッグのシリコンゴム栓を通して気体用シリンジで正確にとり、GC-FID に導入してクロマトグラムを記録する。試料導入量は 0.1 ~ 0.5mL とし、あらかじめ作成した検量線の範囲内に入るよう試料の量を調整する。

クロマトグラムから除外物質のピーク面積（又はピーク高さ）を測定し、あらかじめ作成した検量線から試料ガス中の除外物質の濃度を求める。

（注） この測定法の測定範囲は表 4 のとおりである。測定範囲を超える場合には、高純度窒素の入った検量線用ガス瓶に、試料ガスの一部を気体用シリンジを用いて注入し希釈して測定する。

表 4 GC-FID の測定範囲

除外物質	測定範囲（vol ppmC）
HCFC-22	20 ~ 1,000
HCFC-124	10 ~ 2,000
HCFC-141b	20 ~ 2,000
HCFC-142b	20 ~ 2,000
HCFC-225ca	30 ~ 3,000
HCFC-225cb	30 ~ 3,000
HFC-43-10mee	20 ~ 5,000

（2） GC-ECD

ア 分析条件の設定

GC-ECD の分析条件は、測定対象の除外物質のクロマトグラム上でのピークが他の除外物質その他の試料排出ガス中に共存する揮発性有機化合物と良好な分離が得られ、測定対象除外物質の保持時間が適切な範囲にあり、安定した応答が得られるように、カラム温度、試料気化室温度、キャリアガス流量などを設定する。

表 5 GC-ECD の分析条件の例

項目	条件
試料注入法	スプリット注入法（スプリット比 20 : 1）
カラム温度	昇温条件の例 40（5 /分） 100（20 /分） 200
試料気化室温度	100
キャリアガス流量	0.5mL / 分

イ 検量線の作成

第3の2で調整した検量線用ガスを、検量線用ガス瓶から気体用シリンジを用いて正確にとり、GC-ECD に導入してクロマトグラムを記録する。除外物質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。

ウ 試料の測定

第4の1によって捕集バッグに採取した試料ガスの一定量を、捕集バッグのシリコンゴム栓を通して気体用シリンジで正確にとり、GC-ECD に導入してクロマトグラムを記録する。試料導入量は 0.1 ~ 0.5mL とし、あらかじめ作成した検量線の範囲内に入るよう試料の量を調整する。

クロマトグラムから除外物質のピーク面積（又はピーク高さ）を測定し、あらかじめ作成した検量線から試料ガス中の除外物質の濃度を求める。

（注） この測定法の測定範囲は表 6 のとおりである。測定範囲を超える場合には、高純度窒素の入った検量線用ガス瓶に、試料ガスの一部を気体用シリンジを用いて注入し希釈して測定する。

表 6 GC-ECD の測定範囲

除外物質	測定範囲（vol ppmC）
HCFC-22	10～100,000
HCFC-124	1～5,000
HCFC-141b	1～10,000
HCFC-142b	10～100,000
HCFC-225ca	1～1,000
HCFC-225cb	1～1,000
HFC-43-10mee	1～5,000

(3) GC-MS

ア 分析条件の設定

GC-MSの分析条件は、測定対象の除外物質のクロマトグラム上でのピークが他の除外物質その他の試料排出ガス中に共存する揮発性有機化合物と良好な分離が得られ、測定対象除外物質の保持時間が適切な範囲にあり、安定した応答が得られるように、カラム温度、試料気化室温度、キャリアガス流量などを設定する。

表 7 GC-MSの分析条件の例

区分	項目	条件
ガスクロマトグラフ	試料注入法	スプリット注入法（スプリット比 20：1）
	カラム温度	昇温条件の例 40（5 /分） 90（20 /分） 200
	試料気化室温度	100
	キャリアガス流量	1.0mL / 分
	インターフェイス温度	200
質量分析器	イオン源温度	200
	電子加速電圧	70 e V

イ 検量線の作成

第3の2で調整した検量線用ガスを、検量線用ガス瓶から気体用シリンジを用いて0.1mL正確にとり、GC-MSに導入してマスクロマトグラムを記録する。除外物質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。

ウ 試料の測定

第4の1によって捕集バッグに採取した試料ガスを、気体用シリンジを用いてGC-MSに導入する。測定対象の除外物質の測定用質量数に対してマスクロマトグラムを作成し記録する。試料導入量は0.1mLとする。

マスクロマトグラムから除外物質のピーク面積（又はピーク高さ）を測定し、あらかじめ作成した検量線から試料ガス中の除外物質の濃度を求める。

表 8 測定イオンの質量数の例

除外物質	測定イオンの質量数	
	定量用	確認用
HCFC-22	51	67
HCFC-124	67	69
HCFC-141b	81	83
HCFC-142b	65	85
HCFC-225ca	83	85
HCFC-225cb	69	100
HFC-43-10mee	69	95

（注） この測定法の測定範囲は表 9のとおりである。測定範囲を超える場合には、高純度窒素の入った検量線用ガス瓶に、試料ガスの一部を気体用シリンジを用いて注入し希釈して測定する。

表 9 GC-MSの測定範囲

除外物質	測定範囲（vol ppmC）
HCFC-22	1～1,000
HCFC-124	1～2,000
HCFC-141b	1～2,000
HCFC-142b	1～2,000
HCFC-225ca	1～3,000
HCFC-225cb	3～3,000
HFC-43-10mee	2～5,000

大気汚染防止法施行規則（昭和46年厚生省／通商産業省令第1号）第16条の12の規定に基づき、排出ガス中の水銀測定法を次のように定め、大気汚染防止法の一部を改正する法律（平成27年法律第41号）の施行の日〔平成30年4月1日〕から適用する。

排出ガス中の水銀測定法

第1 用語の定義

1 排出ガス

燃料その他のものの燃焼・合成・分解、熱源としての電気の使用、機械的処理などに伴って発生する固体粒子を含むガス。水分を含まないガスを乾き排出ガスといい、水分を含むガスを湿り排出ガスという。

2 ガス状水銀

排出ガス中に気体として存在する水銀及びその化合物の総称

3 粒子状水銀

排出ガス中のダストに含まれる水銀及びその化合物の総称

第2 試料採取

ガス状水銀及び粒子状水銀の試料採取は、可能な限り同じ開始時間とする。

なお、試料採取に当たっては、事前の調査及び準備を十分に行うこと。

また、試料採取時の状況は、異常値や特異値が検出された際の測定結果の検証に必要な情報であるため、必ず記録すること。

1 ガス状水銀

(1) 試薬

試薬としては、必要に応じ、有害金属分析用又は精密分析用を用いる。試料採取に当たっては、次に掲げる試薬を用いる。

ア 水

日本工業規格（以下「規格」という。）K0557に規定するA4（又はA3）の水

イ 硫酸（1+15）

水と規格K8951に規定する硫酸を混合する。水をビーカーにとり、これを冷却し、かき混ぜながら徐々に硫酸を加え、水と硫酸の容積比が15対1となるよう調製する。

ウ 過マンガン酸カリウム溶液（3g/L）

規格K8247に規定する過マンガン酸カリウム3gを水に溶かし、ガラスろ過器（G4）でろ過後、水を加えて1Lとする。着色ガラスに保存する。

エ 吸収液

等量の過マンガン酸カリウム溶液（3g/L）と硫酸（1+15）とを混合し、着色ガラス瓶に保存する。

オ 硝酸（5%）（洗浄用）

規格K8541に規定する硝酸を水で調製する。

カ 硝酸（10%）

規格K8541に規定する硝酸を水で調製する。

キ 過酸化水素水（20%）

規格K8230に規定する過酸化水素を水で調製する。

ク 硝酸（5%）／過酸化水素水（10%）

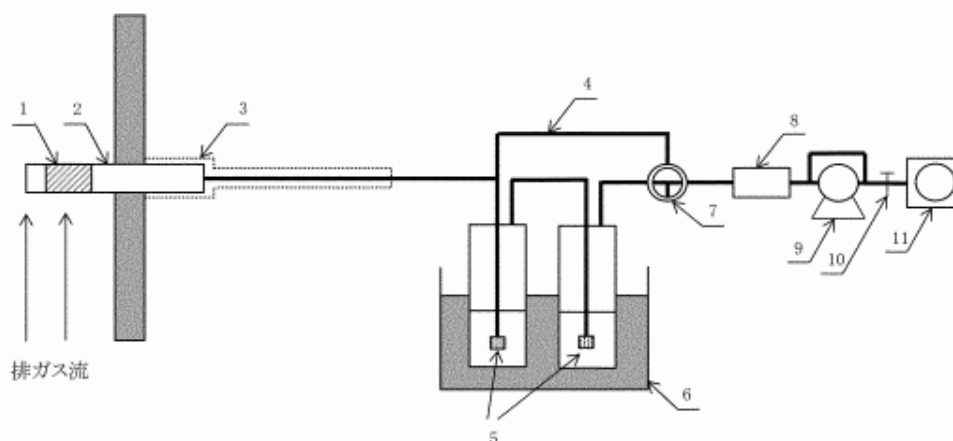
10%硝酸と20%過酸化水素水を等量混合し、調製する。

(2) 器具及び装置

試料採取に当たっては、次に掲げる器具及び装置を用いる。

また、規格K0095の6（試料採取装置）に規定するほか、次のとおりとする。試料採取装置の構成の一例を下図に示す。なお、器具及び装置は、5%硝酸で十分洗浄し、空試験によって測定に支障がないことを確認する。

図 試料採取装置の構成（一例）



1:ろ過材	2:採取管	3:保温ヒーター	4:バイパス
5:吸収液	6:冷却槽	7:流路切換コック	8:乾燥管
9:吸引ポンプ	10:流量調整コック	11:流量計	

ア 採取管

採取管には、排出ガス温度に応じてほうけい酸ガラス、石英ガラス、チタン、セラミック又は四ふっ化エチレン樹脂製のものを用いる。

イ 導管

四ふっ化エチレン樹脂製のものを用いる。加熱が必要ない場合には、特殊塩化ビニル樹脂製の導管を用いることができる。導管の材質によらず接続部にグリースは使用しない。

ウ 吸収瓶

吸収瓶は容量 250m L のものを用いる。

エ 吸引ポンプ

アからウまでの器具を装着した状態において 0.5～1 L / 分の流量でガスを吸引することができるもの（流量調整機能を有するものに限る。）を用いる。

オ 流量計

湿式又は乾式ガスメーターを用いる。また、当該ガスの流量を 0.1 L / 分の単位まで測定できるものを用いる。

(3) 採取方法

試料採取方法の一般的事項は、規格 K0095 による。

また、試料採取に当たっては、規格 K0095 の 6.8 吸収瓶法（試料ガス量をガスメーターで計測する場合）によるほか、次のとおりとする。

（注）鉱石などのばい焼ガスなど二酸化硫黄濃度の高い排出ガスや有機物の多い排出ガスでは、硝酸（5%）/過酸化水素水（10%）溶液などによる洗浄を行う。なお、排出ガスの洗浄を行う場合は、規格 K8230 に規定する過酸化水素を用いるなど試薬の品質に留意する。また、洗浄に用いた溶液についても、水銀の定量を行う。

ア 試料採取位置

流速の分布が均一な位置を選ぶ。

イ 吸収瓶

吸収瓶は、あらかじめ 5% 硝酸及び水で洗浄し乾燥したものとす。吸収液を 100 mL 入れ、冷却槽に入れて冷却する。吸収瓶は、ろ過型又は円筒ろ過型のパプラー付きのものが望ましい。

また、採取に当たっては、吸収瓶は 2 本以上を直列に連結する。

なお、試料採取に当たって排出ガスの洗浄を行う場合は、洗浄のための瓶と吸収瓶との間に空瓶を 1 個置く。

（注）最終の吸収液中の水銀濃度が、直前の吸収液中の水銀濃度の 5% 以下であること。また、2 本以上の吸収瓶が必要な場合、1 本目の吸収瓶の交換によって、吸収液の水銀吸収能力を維持してもよい。

ウ 吸引量

吸引流速を 0.5～1.0 L / 分とし、吸引量は 100 L 程度とする。ただし、吸収液の過マンガン酸カリウムの色が消失するまで吸引してはならない。

2 粒子状水銀

(1) 器具及び装置

測定点の排出ガス流速に対して相対誤差 -5～+10% の範囲内で等速吸引による試料ガスの採取が可能であり、採取装置のダストなどによる汚染及び試料採取中に現場の大気

入などがない器具及び装置を用いる。なお、器具及び装置については、5%硝酸で十分洗浄し、空試験によって測定に支障がないことを確認する。

また、ダスト捕集器の位置は、規格 Z8808 の 9.2 (ダスト試料採取装置の構成) の 1 形とすることのほか、次のとおりとする。

(注) 採取管及びダスト捕集器の温度を煙道の排出ガスの温度と同じにすることが可能な場合には、規格 Z8808 の 9.2 の 2 形でもよい。

ア 採取管

採取管は、排出ガス温度に応じてほうけい酸ガラス、石英ガラス、チタン、セラミック又は四ふっ化エチレン樹脂製のものを用いる。また、採取管内外のガスの流れが乱れないようにする。

吸引ノズルの内径は 4 mm 以上とし、これを 0.1 mm の単位まで正確に求めておく。先端は、30° 以下の鋭角に仕上げるか、滑らかな半球状とし、内外面は滑らかになっていなければならない。採取管のノズルから捕集部までの管内は滑らかで、急激な断面の変化があってはならない。また、材質は規格 K0095 の 6.2 (材質) に、構造は規格 Z8808 の 9.3.1.2a (吸引ノズル) によることとし、あらかじめ 5% 硝酸で洗浄し、乾燥して保存する。

イ ダスト捕集器

ダスト捕集器は、規格 Z8808 の 9.3.1.2b (ダスト捕集器) に規定するろ紙を用いるダスト捕集器とする。ただし、ろ紙には、規格 K0901 に規定する気体中のダスト試料捕集用ろ材の性能試験方法によって捕集率、圧力損失、吸湿率、加圧強度及び規格 K0901 の 5.6 において規定された金属の含有量が明らかなものを選定する。

ウ 吸引ポンプ

アからイまでの器具を装着した状態において 10~40 L / 分の流量で排出ガスを吸引することができるものとする。

エ 流量調整部

湿式又は乾式ガスメーターを用いる。また、排出ガスの流量が 10~40 L / 分の範囲を 0.1 L / 分まで測定できるものを用いる。

(2) 採取方法

試料採取方法の一般的事項は、規格 K0095 による。

また、試料の採取方法は、規格 Z8808 の 10 (ダスト試料の採取方法) の規定によることとし、1000 L 程度以上採取する。

ア 測定位置

試料の採取位置は代表的な性状のガスが採取できる位置とし、規格 Z8808 の 5 (測定位置、測定孔及び測定点) に規定する測定点のうち、可能な限り平均流速に近い地点(等速吸引が可能な地点)とする。

イ 規格 Z8808 に準じて、排出ガスの温度、圧力、水分量及び密度を測定し、測定点における排出ガス流速を計算する。

(注) 一酸化炭素、酸素などの連続測定を同時に行う場合には、原則として試料採取時間帯の 1 時間以上前から終了まで連続して行い、運転状態の同時確認を行う。

ウ 試料ガスの採取量及び採取時間を考慮して吸引流量を算出し、等速吸引となるようにノズルの内径を決定する。

エ 採取装置を組み立て、漏れ試験を行う。漏れ試験は、採取管のノズルの口をふさいで吸引ポンプを作動させ、ガスメーターの指針が停止していればよい。この試験結果を記録しておく。

オ 採取管のノズルを、排出ガスの流れと逆向きにして測定孔から測定点まで挿入し、ガスメーターの指示値を読み取る。吸引ポンプの作動とともに採取管のノズル方向を排出ガスの流れに正しく直面させ、等速吸引によって排出ガスを吸引する。そのときの注意点は次による。

(ア) 採取管のノズルから吸引するガスの流速は、測定点の排出ガス流速に対して相対誤差 -5 ~ +10% の範囲内とする。排出ガスの流速を 60 分間ごとに測定し、等速吸引量を調節することが望ましい。また、等速吸引を行っているうちに吸引流量が低下し、等速吸引が困難な場合には、吸引を一時停止し、捕集部のろ過材などを交換する。

(イ) 試料採取中少なくとも 1 回は採取装置の漏れ試験を行う。この場合は、試料採取点の酸素の濃度と採取装置のポンプ出口の酸素の濃度とに差がないことにより漏れがないことを確認する。この試験結果は記録しておく。また、フィルター捕集部のろ過材の交換などでラインが外された場合には、復帰後に必ず行う。

(注) 酸素の濃度の測定は、規格 K0301 による。

カ ガスメーターの温度及び圧力を記録しておく。

キ 試料ガスの必要量を吸引採取したならば、採取管のノズルを再び逆向きにし、吸引ポンプを停止し、ガスメーターの指示を読み取った後、採取管を取り出す。なお、ダクト内が負圧の場合は、吸引ポンプを作動させたまま速やかに採取管をダクト外に取り出し、ポンプを停止する。

第 3 分析試料の調製

1 ガス状水銀

(1) 試薬

試薬としては、必要に応じ、有害金属分析用又は精密分析用を用いる。試料採取に当た

っては、次に掲げる試薬を用いる。

ア 水

規格 K0557 に規定する A4（又は A3）の水

イ 硫酸（1+1）

水と規格 K8951 に規定する硫酸を混合する。水をビーカーにとり、これを冷却し、かき混ぜながら徐々に硫酸を加え、水と硫酸の容積比が1対1となるよう調製する。

ウ 過マンガン酸カリウム溶液（50 g / L）

規格 K8247 に規定する過マンガン酸カリウム 50 g を水に溶かし、ガラスろ過器（G4）でろ過後、水を加えて 1 L とする。着色ガラスに保存する。

エ 塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液（200 g / L）

規格 K8201 に規定する塩化ヒドロキシルアンモニウム 20 g を水に溶かして 100 mL にする。

オ 塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液（20 g / L）

塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液（200 g / L）10 mL に硫酸（1+1）数滴を加え、水で 100 mL とする。

カ 硝酸（5%）（洗浄用）

規格 K8541 に規定する硝酸を水で調製する。

（2） 器具及び装置

分析試料の調製に当たっては、次に掲げる器具及び装置を用いる。なお、器具及び装置は、5%硝酸で十分洗浄し、空試験によって測定に支障がないことを確認する。

ア フラスコ

ガラス製。500 mL フラスコで、還流冷却器をすり合わせて装着できるもの。

イ 還流冷却器

長さが約 30 cm のもの。

（3） 操作

ア 試料ガスを通じた吸収液（第2の1（3）イで空瓶を置いた場合は、空瓶に溜まった水分を含む。）をフラスコに移す。その際、吸収瓶（空瓶を含む。以下同じ。）ごとにフラスコを分ける。吸収瓶を少量の塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液（20 g / L）及び水で洗い、それぞれのフラスコに加える。試料採取に用いた採取管、導管及び吸収瓶について、5%硝酸で洗い、それぞれのフラスコに加える。以下、フラスコごとに操作を行う。

（注）試料ガス中に有機物を含まない場合には、イの操作は省略できる。この場合には、アの吸収液を適当なビーカーに移し、ウの操作を行う。

イ 還流冷却器を取り付け、突沸を避けながら静かに加熱し、1時間煮沸する。この間に、過マンガン酸カリウムの色が消失する場合には、温度を約 60 に下げ、過マンガン酸カリウム溶液（50 g / L）2 mL を加え、再び煮沸し、過マンガン酸カリウムの色が約 10 分間残るまでこの操作を繰り返す。温度を 40 以下に冷却する。

（注）過マンガン酸カリウムの色が消失しても、二酸化マンガンが生成しているときは過マンガン酸カリウム溶液の追加は行わない。

ウ 溶液を振り混ぜながら塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液（200 g / L）を滴加し、過剰の過マンガン酸カリウムを分解する。

（注）過剰の塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液の添加は避ける。

エ 冷却後、溶液を全量フラスコ 300 mL に移し、水を標線まで加え、試料溶液とする。

オ 試料溶液に用いたものと同量の吸収液について、アからエと同様な操作を行い、空試験用溶液とする。

2 粒子状水銀

ろ紙に付着した粒子状水銀を以下の方法により、ろ紙全量を湿式酸分解して試料溶液とする。なお、試薬等は第3の1と同等のものとする。ただし、加熱気化・原子吸光法を用いる場合は、分析試料の調製を省略できる。

ア ろ紙を分解フラスコに入れ、水を加えて約 50 mL とする。

イ 分解フラスコを冷水で冷やししながら、硝酸 20 mL を少しずつ加え、静かに混合した後、硫酸（1+1）20 mL を少しずつ加える。

ウ フラスコ内の反応が止むまで冷水中で放置した後、過マンガン酸カリウム溶液（30 g / L）20 mL を加えて振り混ぜ、室温で約 15 分間放置する。

エ 過マンガン酸カリウムの色が消えたときは、溶液の赤紫色が 15 分間持続するまで、過マンガン酸カリウム溶液（30 g / L）を少量ずつ加える。

オ ペルオキシ二硫酸カリウム溶液（50 g / L）10 mL を加え、約 95 以上の水浴中に分解フラスコ溶液部分を浸して 2 時間加熱する。

（注）1．規格 K8253 に規定するペルオキシ二硫酸カリウム 50 g を水に溶かして 1 L とする。なお、規格 K8252 に規定するペルオキシ二硫酸アンモニウムを用いてもよい。いずれも溶液中の水銀は 1.0 µg / L 以下とする。

2．この加熱操作中に過マンガン酸の色が消えた場合は過マンガン酸カリウム溶液（30 g / L）を追加してもよい。

カ 液温を約 40 とし、尿素溶液（10 g / L）10 mL を加え、溶液を振り混ぜながら、塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液（20 g / L）を滴加し、過剰の過マンガン酸カリウムを分解する。

(注)規格 8731 に規定する尿素を用いる。

キ これをガラス繊維又はガラス繊維ろ紙でろ過し、全量フラスコ 200m L に入れ、水を標線まで加え、これを試験溶液とする。

第4 濃度測定

1 ガス状水銀

(1) 試薬

試薬としては、必要に応じ、有害金属分析用又は精密分析用を用いる。また、濃度の測定に当たっては、次に掲げる試薬を用いる。

ア 水

規格 K0557 に規定する A4 (又は A3) の水

イ 硫酸

測定装置に定められた硫酸濃度になるように、定量の水をビーカーにとり、これを冷却し、かき混ぜながら規格 K8951 に規定する硫酸を徐々に加える。

ウ 塩化すず()溶液

規格 K8136 に規定する塩化すず()二水和物 10g に硫酸(水と硫酸の容積比が 20 対 1 となるよう調製したもの。) 60m L を加え、かき混ぜながら加熱して溶かす。冷却後、水を加えて 100m L とする。この溶液は調製後 1 週間以内に使用する。

エ 水銀希釈用溶液

システイン 10 mg を全量フラスコ 1000m L に入れ、水を加えて振り混ぜて溶かし、規格 K8541 に規定する硝酸 2m L を加え、水を標線まで加える。

オ 水銀標準液(100 mg H g / L)

規格 K8139 に規定する塩化水銀() 67.7mg を全量フラスコ 500m L に入れ、水銀希釈用溶液に溶かし、さらに、水銀希釈用溶液を標線まで加え、原液とする。原液は冷蔵庫中に保存する。標準溶液は、使用時に、この原液を水銀希釈用溶液で希釈して調製する。

(2) 器具及び装置

濃度の測定に当たっては、次に掲げる器具及び装置を用いる。

ア 原子吸光分析装置

原子吸光分析装置又は水銀用原子吸光分析装置

イ 還元容器

通気管に気泡発生用フィルターをもつもの。容量は測定装置によって定められた量とする。

ウ 吸収セル

長さ 100~300mm の石英ガラス、ガラス又はプラスチック(水銀を吸着しないもの。)製の管の両端に石英ガラス窓を付けたもの。

エ 空気ポンプ

0.5~3L / 分の送気能力をもつダイヤフラムポンプ又は同等の性能をもつ空気ポンプ。密閉循環方式の場合、水銀の吸着に注意する必要がある。

オ 流量計

0.5~3L / 分の流速が測定できるもの。

(注)密閉循環方式の場合には、流量計に水銀が吸着するおそれがあるため、流量計は装着しない。流量はあらかじめ空気ポンプの流量を調整し、最適流量とする。

カ 乾燥管

電子冷却式によるもの、又は、直管若しくはU字管に粒状の乾燥剤を充てんしたものの。

(注)吸収セル内の温度が周囲の温度よりも約 10 高くなるようにすれば乾燥管は用いなくてもよい。

キ 連結管

軟質の塩化ビニル樹脂とする。

(3) 操作手順

ア 試料溶液の適量を還元容器にとり、硫酸を試料に添加する。

(注) 1. 試料採取量は、測定装置によって定められた量を採取する。

2. 硫酸濃度及び添加量は、測定装置によって定められた濃度・量とする。

3. 塩化物イオンを多量に含む試料では、試料溶液の調製時に、過マンガン酸カリウムによる処理において、塩化物イオンが酸化されて塩素となり、光を吸収して正の誤差を与える。この場合、塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液を過量に加え、塩素を還元しておく。また、還元容器中に存在する塩素は、窒素などによってあらかじめ追い出しておく。

イ アの溶液の 1 / 20 量の塩化すず()溶液を手早く添加し、空気ポンプを作動させてあらかじめ設定した最適流速で空気を流し、発生した水銀を吸収セルに導く。

(注)最適流量は装置によって異なるので、あらかじめ最適流量を求めておく。

ウ 波長 253.7nm における吸収を測定する。

(注)開放送気方式の場合、試料によって反応速度が異なることがあるので、吸収ピークの積分値を測定する。

エ 密閉循環方式の場合、バイパスコックを回してバイパス状態とし、吸収の指示値が元の値になるまで通気を続ける。

（注）水銀除去装置を通して大気中に放出する。
オ 空試験溶液について、試料溶液採取量と同量の溶液をとり、アからエの操作を行って吸収の指示値を求め、試料について得られた指示値を補正する。
カ 検量線を用いて試料中の水銀の質量を求め、試料ガス中の水銀濃度を式1によって算出する。

$$\text{式1 } C = A \times (v / v_1) / V_s$$

C：水銀濃度（ $\mu\text{g} / \text{Nm}^3$ ）

A：検量線から求めた水銀の質量（ng）

v：試料溶液の体積（mL）

v₁：分取した試料溶液の体積（mL）

V_s：試料ガス採取量（0、101.32kPa）（L）

キ 検量線の作成は、水銀標準液を段階的に還元容器にとり、アの試料溶液と同量の水及び硫酸を添加し、アからエの操作を行う。使用した水及び硫酸について、アからエの操作を行い、空試験値を求め、指示値を補正する。補正された指示値と水銀の質量との関係線を作成し、検量線とする。検量線の作成は試料測定時に行う。

（注）水銀標準液の採取量は装置によって異なるが、検量線の最低濃度が水銀として1ng以下となるように採取する。

2 粒子状水銀

粒子状水銀の濃度の測定方法には、第4の1に準じた方法又は加熱気化原子吸光法を用いること。ただし、加熱気化原子吸光法の場合は、粒子状水銀が付着したろ紙全量を用いて測定すること。

第5 水銀等の濃度の算出

ア 第4で求めたガス状水銀及び粒子状水銀について合算して求める。

イ 酸素の濃度による補正が必要な場合には、式2によって所定の酸素の濃度に換算したものを濃度とする。

$$\text{式2 } C = (21 - O_n) / (21 - O_s) \times C_s$$

C：酸素の濃度O_nにおける濃度（0、101.32kPa）（ $\mu\text{g} / \text{Nm}^3$ ）

O_n：施設ごとに定める標準酸素濃度（%）

O_s：排出ガス中の酸素の濃度（%）。ただし、排出ガス中の酸素の濃度が20%を超える場合は、O_s = 20とする。

C_s：排出ガス中の実測水銀濃度（0、101.32kPa）（ $\mu\text{g} / \text{Nm}^3$ ）

表 施設ごとに定める標準酸素濃度

施設の種類の種類	O _n （%）
1の項、2の項	6
7の項	10
8の項、9の項	12

（注）1．「施設の種類の種類」は、大気汚染防止法施行規則別表第三の三に掲げる項を示す。

2．上表に記載のない項に掲げる施設については、酸素濃度補正は不要。

ウ 水銀等の実測値は、 $\mu\text{g} / \text{Nm}^3$ （0、101.32kPa）で表示する。

エ 濃度の表示における数値の取扱いは、特に指定がない場合には、次による。

（ア）濃度については、ガス状水銀及び粒子状水銀それぞれについて、有効数字2桁として3桁目以降を切り捨て、検出下限未満の場合には、検出下限未満であったことを表示する。ただし、表示する桁は、試料ガスにおける検出下限の桁までとし、それより下の桁は表示しない。なお、試料ガス採取量については、規格Z8401の規定によって数字を丸め、有効数字3桁で表示する。

（イ）検出下限については、ガス状水銀及び粒子状水銀それぞれについて規格Z8401の規定によって数値を丸め、有効数字1桁で表示する。

第6 検出下限及び定量下限

1 分析装置の検出下限及び定量下限

最低濃度の検量線作成用標準液を測定し、定量する。この操作を5回以上繰り返し、得られた測定値から式3により標準偏差を求め、その3倍を装置の検出下限、10倍を装置の定量下限とする。ここでは、測定値の丸めを行わずに標準偏差を算出し、得られた検出下限は、有効数字1桁で表し、定量下限は検出下限と同じ桁まで丸める。

ここで得られた装置の検出下限が、1ngより大きいときには、器具、機器などを確認して、この値以下になるよう調節する。

この装置の検出下限及び定量下限は、使用する分析装置の状態などによって変動するため、ある一定の周期で確認し、常に十分な値が得られるように管理する。また、使用する分析装置及び測定条件を変更した場合などには必ず確認する。

$$\text{式3 } S = \{ (X_i - X)^2 / (n - 1) \}^{1/2}$$

S：標準偏差

X_i：測定値（ng）

X：測定値の平均値（ng）

n：測定回数

2 測定方法の検出下限及び定量下限

試料ガスを通じず第3の1(3)までの操作を行った吸収液及び試料ガスを通じず第3の2までの操作を行ったろ紙に式4によって算出した量の水銀溶液を添加し、測定に用いるのと同量調製し、それぞれ第4により測定する。この操作を5回以上繰り返し、得られた測定値から式3により標準偏差をガス状水銀及び粒子状水銀についてそれぞれ求め、その3倍を測定方法の検出下限、10倍を測定方法の定量下限とする。ここでは、測定値の丸めを行わずに標準偏差を算出し、得られた検出下限は有効数字1桁で表し、定量下限は検出下限と同じ桁まで丸める。

この測定法の検出下限及び定量下限は、前処理操作及び測定条件によって変動するため、ある一定の周期で確認し、常に十分な値が得られるように管理する。また、前処理操作及び測定条件を変更した場合などには必ず確認する。

式4 $Q = Q L' \times v / v_i$
 Q : 水銀の添加量 (ng)
 $Q L'$: 分析装置の定量下限 (ng)
 v : 測定用試料の液量 (mL)
 v_i : 分析装置への注入量 (mL)

3 試料ガスにおける検出下限及び定量下限

試料ガスにおける検出下限及び定量下限は、試料ガスの採取量などによって異なってくるため、式5及び式6によってガス状水銀及び粒子状水銀についてそれぞれ試料ごとに求める。

式5 $C D L = D L \times (v / v_i) / V S$

式6 $C Q L = Q L \times (v / v_i) / V S$

$C D L$: 試料ガスにおける検出下限 (0、101.32 kPa) ($\mu\text{g} / \text{Nm}^3$)

$C Q L$: 試料ガスにおける定量下限 (0、101.32 kPa) ($\mu\text{g} / \text{Nm}^3$)

$D L$: 測定方法の検出下限 (ng)

$Q L$: 測定方法の定量下限 (ng)

v : 測定用試料の液量 (mL)

v_i : 分析装置への注入量 (mL)

$V S$: 試料ガスの採取量 (0、101.32 kPa) (L)

第7 空試験

空試験は、捕集剤、吸収液、前処理時等に使用する試薬などの汚染のレベルを確認する空試験(以下「操作ブランク試験」という。)と試料ガス採取及び試料の運搬における汚染を確認するための空試験(以下「トラベルブランク試験」という。)の2種類とする。

1 操作ブランク試験

操作ブランク試験は、測定用試料の調製又は分析装置への導入操作などに起因する汚染を確認し、測定に支障のない測定環境を設定するために行うものである。試料採取用と同一ロットの捕集剤及び吸収液を用意し、第3及び第4の操作を試料と同様に行う。

この試験は、試薬のロットが変わるときなど一定の周期で定期的に行い、操作時の汚染などに対して十分に管理をしなければならない。さらに、次の場合には測定に先立って行い、操作ブランク試験の結果が十分低くなるようにしておくことが望ましい。

(1) 新しい試薬又は機器を使用したり、修理した機器を使用したりするなどの前処理操作に大きな変更があった場合。

(2) 試料間汚染が予想されるような高い濃度の試料を測定した場合。

2 トラベルブランク試験

トラベルブランク試験は、試料ガス採取準備時から採取試料の運搬までの汚染の有無を確認するためのものであり、採取操作以外は試料と全く同様に扱い、持ち運んだものについて、第3及び第4の操作を試料と同様に行う。

この試験は、試料採取から採取試料の運搬までに汚染が考えられる場合(電気集じん機で集められた灰などによる汚染)には必ず行わなければならないが、それ以外の場合には、汚染防止が確実に行われていることが確認できれば毎回行わなくてもよい。しかし、試料採取における信頼性を確保するため、あらかじめトラベルブランク試験について十分検討しておく、必要があればそのデータが提示できるようにしておく。

トラベルブランク試験を行う場合には、少なくとも3試料以上行い、その結果の平均値(e)を求めて、次のように測定値の補正を行う。

(1) トラベルブランク試験の結果の平均値(e)(以下「トラベルブランク値(e)」という。)が操作ブランク試験の結果(a)(以下「操作ブランク値(a)」という。)と同等(等しいか、小さい)とみなせる($e \leq a$)ときには、移送中の汚染は無視できるものとする。

(2) トラベルブランク値(e)が操作ブランク値(a)より大きい($e > a$)場合には、次のようにする。

ア トラベルブランク値(e)が、試料の測定値(d)以下であり($e \leq d$)、測定値(d)がトラベルブランク試験結果の標準偏差の10倍から算出した濃度値(f)以上($d \geq 10f$)の場合には、測定値(d)からトラベルブランク値(e)を差し引いて濃度を計算する。

イ 測定値(d)がトラベルブランク試験結果の標準偏差の10倍から算出した濃度値(f)より小さい($d < 10f$)、又はトラベルブランク値(e)が試料の測定値(d)より大きい($e > d$)場合には、測定の信頼性に問題があるため、通常欠測扱いとする。このよ

うな場合には、汚染の原因を発見して取り除いた後、再度、試料ガスの採取を行う。

備考

1 試料ガスの採取の準備

(1) 事前調査

測定する施設は、規模、排出ガスの処理方法などによって排出ガスの性状が異なり、測定場所も作業する上で危険な場合が多い。このため、あらかじめ測定現場を調査して排出ガスの性状及び作業場の安全性を確認しておく必要がある。この事前調査には、次の項目が含まれる。

なお、排出ガスの採取位置は、代表的な性状のガスが採取できる位置とし、規格 Z8808 の 5 (測定位置、測定孔及び測定点) に規定する流速点のうち、可能な限り平均流速に近い位置とする。

ア 排出ガスの性状

排出ガスの温度、流速、組成、圧力、水分量など。

イ 測定位置

地上からの高さ、測定孔の状況、送排風機の位置など。

ウ ダクト

ダクトの形状、大きさ(寸法)など。

エ 作業の安全性

測定ステージの広さ、はしごの状況など。

オ 電源、水道

電源、水道の有無。

(2) 器材の準備

事前調査の結果から、測定現場の実態に合わせて必要な測定器材を選定、整備するとともに、次の準備を行う。

ア 排出ガス中のダスト捕集に必要な器材

イ 排出ガス中の水銀を捕集する吸収瓶、吸収液など。

ウ 冷却用の氷又はドライアイス

エ 採取後の捕集系の洗浄に必要な試薬(5%硝酸)など。

2 試料ガスの採取の記録

試料ガスの採取を行った場合は、通常、次の項目についてまとめて整理し、記録する。また、必要に応じて現場写真も撮る。

(1) 試料採取の日時

(2) 試料採取場所の状況

発生源の種類、使用状況、採取位置、付近の状況、概略図など。

(3) 採取対象の条件及び状況

温度、水分量、静圧、流速、湿り及び乾き流量、その他採取系の着色状況など。

(4) 試料採取の条件

試料採取装置の構成、漏れ試験の結果、吸引流量、吸引時間、吸引ガス量、捕集ダスト量など。

通知

大気汚染防止法の一部を改正する法律の施行について（昭和46年8月25日、環大企5号）

標記については、その大綱について昭和46年8月19日環大企第3号貴職あて通達「大気汚染防止法の一部を改正する法律の施行について」により示されたところであるが、細部については下記の事項に留意のうえ、大気汚染防止法の実施に遺憾のないようにされたい。

なお、昭和44年2月14日環公公第9011号、44企局第293号貴職あて厚生省環境衛生局長、通商産業省企業局長通知「大気汚染防止法の施行について」は廃止する。

記

第1 ばい煙発生施設に関する事項

- 1 大気汚染防止法(以下「法」という。)第2条第2項に規定するばい煙発生施設は、大気汚染防止法施行令(以下「令」という。)第2条により令別表第1の中欄に掲げられているが、同表第1の1の項から13の項までに掲げるばい煙発生施設の種類は、従来のばい煙発生施設と同様である。ただし、従来希硫ガスを燃料として専焼させる施設又は熱源として電気のみを使用する施設は適用除外とされていたが、今回新たにばい煙の規制強化のため適用対象とされたこと(同表第1の5、6、9、10及び11項)、また希硫ガスの定義の変更に伴い適用除外となる施設の範囲が縮小されたこと(同表1及び2項)に留意されたい。
- 2 令別表第1の下欄中の重油換算は、重油10tあたりが、液体燃料は10tに、ガス燃料は16m³に、固形燃料は16kgに、それぞれ相当するものとして取り扱われたい。したがって重油換算をすることとされたばい煙発生施設の規模は、従来どおりである。
- 3 複数のばい煙発生施設が1台の変圧器を共用している場合は、各ばい煙発生施設の電力容量をもって令別表第1の下欄の変圧器の定格容量とする。
- 4 その他ばい煙発生施設に関し、留意すべき点は次のとおりである。
 - (1) 熱風ボイラーは、いわゆるサウナブロの用に供する空気を加熱するための加熱器(通称エア・ボイラー)、クローズドサイクルタイプのガスタービンの空気加熱器等が、これに該当する。
 - (2) 塩化第二鉄の製造の用に供する溶解槽は、塩化第二鉄を製造する場合の鉄くずを塩酸に溶解し塩化第一鉄を中間体とし生成せしめる工程において使用される溶解槽をいう。
 - (3) 燐酸質肥料又は複合肥料の製造の用に供する反応施設等は、肥料取締法に基づく燐酸質肥料又は複合肥料の製造の用に供する反応施設等をいう。
 - (4) 鉛の第二次精錬の用に供する溶解炉は、鉱石から直接精錬する溶解炉以外のものをいい、例えば鉛の再生、鉛合金の製造、鉛ダイキャスト等の用に供する溶解炉をいう。

第2 ばい煙発生施設の届出に関する事項

- 1 大気汚染防止法施行規則(以下「規則」という。)の改正によりばい煙発生施設の届出の添付書類に新たにばい煙の排出の方法について記載させることとしたが、届出の受理に際しては、この点を十分に検討し、排出口以外からのばい煙の排出により大気汚染をきたすことがないように必要な指導を行なわれたい。
- 2 規則様式第1別紙2中、当該ばい煙発生施設について排出基準の定められていない物質に係る部分については、記載する必要はない。

また、いおう酸化物の排出基準は、全ばい煙発生施設について定められているが、令別表第1の15の項から17の項まで、19の項、20の項及び22の項のばい煙発生施設については、いおう酸化物の排出の実態がないので、いおう酸化物に係る部分は同様に記載する必要がない。
- 3 規則様式第1別紙2中排出ガス量(Nm³/h)及びばい煙量(Nm³/h)の欄の「最大」とは、届出の際予定されている原燃料又は電力の使用条件にしたがい、当該施設を定格能力で運転するときの排出ガス量及びばい煙量であり、これらの量の算定は、湿りガスで行なう。

また、規則別表2の第3欄に規定する排出ガス量(Nm³/h)ならびに規則第15条及び第17条に定めるばい煙量10立方メートルも、同様に施設の定格能力に相当する排出ガス量又はばい煙量を意味するものである。

第3 複数のばい煙発生施設に係るばい煙量又はばい煙濃度の取扱いに関する事項

- 1 複数のばい煙発生施設から集合煙突を通じて排出されるばい煙中のいおう酸化物の量は、従来のとおり、集合煙突単位ではなく、個々の施設ごとに算定するものとする。
- 2 複数のばい煙発生施設のばいじんを集合して除じんしている場合のばい煙濃度は、各施設の出口における濃度に以下の係数を乗じたものとする。

係数 = 1・除じん効率 = 集じん機出口のばいじん量 / 集じん機入口のばいじん量
- 3 複数のばい煙発生施設において同一種類の有害物質を集合して処理する場合の有害物質の濃度については、2に準じて取り扱われたい。

第4 ばい煙の測定分析方法に関する事項

- 1 ばい煙濃度の測定値の取扱い
排出基準値は、環境基準もしくはこれに相当する環境上の許容濃度を前提として定められたものであるため、短時間における高濃度排出あるいは低濃度排出の際の測定値を排出

基準値と比較する趣旨で設定されたものではない。一般に排出濃度は変動しているものであり、また微量物質の分析は通常誤差を伴い易いものであるので、排出基準値と測定値との比較については、次のように考える。

- (1) 原則として複数回の測定データの平均値とする。
- (2) 測定値の有効数字は原則として2桁とし3桁目以下は切りすてる。
- (3) 測定値の有効範囲は、±10%程度を目途とする。

2 試料の採取方法

- (1) ばい煙の採取時期は一工程の期間内とし、測定値はこの期間の平均値とする。一工程は、平炉、電気炉のように一溶解期間が定まっているものはこの期間をいう。また、集じん器のつい打による周期的変動がある場合には、測定値はその変動を考慮した平均値である。しかしながら一工程が非常に長時間にわたる場合は、測定に実際上の困難がともなうので、測定時期としては一工程を適切に代表するような期間を選んで行なうものとする。
- (2) 一工程の期間が不明確であるばい煙発生施設の試料の採取時期については、操業状態時における排出濃度が平均的濃度として把握されるような時期においておおむね次のような採取時間と回数により行なうものとする。

採取(吸引)時間	採取回数
～20分	5回程度
20分～40分	4回 "
40分～60分	3回 "
60分～	2回 "

- (3) 規則別表第2備考1及び同別表第3備考1に述べるような運転工程においてごく短時間生ずる高濃度の排出あるいは保安上又は公害防止上やむを得ず生ずる高濃度の排出については、測定範囲から除外する。しかしこのようなことが予定される場合には、届出事項の参考資料として都道府県知事又は市長に届出させるものとする。

3 試料の採取位置及び採取点

- (1) 測定及び試料採取の位置については、日本工業規格 Z8808 の3(測定位置の選定及び測定点のとり方)及び同 Z8808 の6(ばいじん試料の採取)又はそれぞれ規制対象物質に関する日本工業規格の規定による。ただし、日本工業規格による測定が困難か又は不適当な場合(例えば、等速吸引不能、排出部が高温で測定不能等)は、他の適切な方法で測定することもやむをえない。
 - (2) アルミニウムの精錬の用に供する電解炉において煙道以外の排出口から排出される有害物質の測定にあつては、平均値排出状況を適切に代表するような位置数が所を選び行なう。
- 4 ばい煙排出者における自主的検査、都道府県等がばい煙発生施設の概況の把握のために上記の方法以外の簡便な方法を用いることを妨げるものではない。

5 いおう酸化物濃度の分析

日本工業規格 K0103 に定める分析方法のうち全いおう酸化物を分析する方法を用いる。ただし、全いおう酸化物と二酸化いおうの比が一定でありその比率がわかっている場合は、二酸化いおうを分析することにより全いおう酸化物濃度を求めてもよい。

第5 粉じん発生施設に関する事項

1 コークス炉

施設は一炉団(通常、石炭塔により分離された一連の炉室の集合)単位とする。したがって原料処理能力は一炉団当りの一日の能力である。

石炭を原料とするもののほか、石油、ピッチを原料とするものについても適用する。

2 堆積場

- (1) 鉱物とは、鉱業法第3条第1項に規定する鉱物及びこれに類するボーキサイト、岩塩等の国内に産しない鉱物ならびにコークス、硫酸焼鉱、鉱石のペレット、化学石こう、カーバイド等をいい、土石には石炭灰も含むものとする。
- (2) 堆積場が区画されている場合であっても連続しているものは一施設とする。二種類以上の鉱物又は土石が区画して堆積される場合であっても連続しているものは一施設とする。
- (3) 建設現場などにおいて、長期にわたって使用させる堆積場は原則として対象とする。
- (4) 鉱物又は土石以外の物の用途に供される置場、倉庫等に、臨時的に鉱物又は土石が堆積される場合は対象としない。

3 破砕機等

- (1) ふるいとは、振動ふるい、トロンメル等をいう。
- (2) 密閉構造とは、発生した粉じんが施設外の大気中に排出しない構造をいう。例えば、パッチ式の完全密閉、ウォーター・タイト構造、あるいは挿入口、排出口に続き施設の担当部分がカバーされているものが該当する。
- (3) ベルトコンベアーの場合は、ホッパー、破砕機等の施設で区切られ、定置された一連のコンベアー単基の集合を全体として一施設とする。

第6 法第21条第1項に基づく要請に関する事項

法第21条第1項に基づく要請は、自動車排出ガスによる大気汚染が「大気汚染防止法第21

条第1項の規定に基づく自動車排出ガスによる大気の汚染の限度を定める命令」(昭和46年6月23日総理府・厚生省令第2号)第1条に規定する限度をこえた場合に行なわれる。

測定等の方法については、同令第2条第2項において、一時間値の月間平均値は、月間480時間以上の測定時間の測定値の算術平均によって算定される。月間480時間以上とした趣旨は、原則として、大気中の自動車排出ガスの濃度を常時連続して測定し、その1ヶ月間の測定値の算術平均をもって月間平均値とするが、止むを得ない事情によって欠測が生ずる場合等を考慮して、総有効測定時間数が月間総時間の2/3以上すなわち480時間以上であれば、そのデータを有効と判断するものである。

この場合、総有効測定時間が、特定の時間帯に偏ることのないよう配慮されたい。

第7 緊急時の措置に関する事項

法第23条の効果的な運用をはかるため、都道府県知事及び北九州市の長においては、平素から市町村、関係気象官署、都道府県公安委員会その他関係機関との連携体制を強化しておくとともに、次の事項をも参考とし、当該地域の実情に即した大気汚染緊急時対策の実施要領をあらかじめ策定しておくこと等により、緊急時の実態が発生した場合において所要の措置が適切に講じられる体制の確立に努められたい。

また、北九州市以外の政令市の長は、都道府県知事に対し、監視測定データの提供を行なうなど都道府県知事の緊急時の措置に必要な協力をされたい。

1 大気汚染の監視測定の場所等について

- (1) 今回の改正により、いおう酸化物に加えて、浮遊粒子状物質、一酸化炭素、二酸化窒素及びオキシダントについて緊急時の措置の発令基準が定められた。大気汚染状況の監視測定にあたっては、次によりこれらの汚染物質の特性を考慮し、大気汚染を配慮すべき地域における有効適切な場所に測定点を設定することが必要である。

ア いおう酸化物

いおう酸化物は、その大部分が工場、事業場から排出されるが、広域的汚染物質であるので、測定点は25km²あたりに1か所を標準として設定し、大気汚染が著しい地域は必要に応じ増加することが望ましい。

イ 一酸化炭素

一酸化炭素は、大部分が自動車から排出されるので、測定点は交通ひん繁な道路又は交差点の周辺であって、人が常時生活し、活動している場所又はこれに近接した場所に設定する。採取口の高さは、おおむね1.5mとする。

ウ 浮遊粒子状物質及び二酸化窒素

浮遊粒子状物質及び二酸化窒素は、工場事業場及び自動車の両方が排出源であるので、測定点は、いおう酸化物及び一酸化炭素の測定点に併設する。なお、一酸化窒素及び炭化水素については、緊急時の発令対象となっていないが、緊急時の措置をとるうえで参考となるので、併せて測定することが望ましい。

エ オキシダント

オキシダントは、一定の発生源から直接排出されるものではなく、工場、事業場及び自動車から排出される窒素酸化物と炭化水素が大気中で化学反応を起して生ずるものとされており、従来いおう酸化物等による汚染が著しくはなかったような郊外地域にもオキシダントによる汚染は及んでいるとされているので、測定点は、この点を考慮して計画的に設置する。

- (2) 前記(1)の測定点の設定にあたっては、あらかじめ、環境庁に協議されたい。
(3) 緊急時の措置を講ずるにあたっては、大気汚染の状況を的確に把握するに足りる測定点の各測定値を総合して判断するものとし、一測定点のみの測定値をもとにして緊急時の措置を講ずる場合には、近傍の測定点の測定値、移動測定車による測定値、発生源の分布状況、気象状況等をも参考として特に慎重に判断する。

2 緊急時の措置の対象について

- (1) いおう酸化物及び一酸化炭素については、発生源が前者は工場・事業場、後者は自動車と比較的はっきりしているが、その他の汚染物質については工場・事業場と自動車との寄与の割合が明確でないので、各種の測定点における汚染物質の濃度の状況から、その寄与の割合を考慮することが必要である。

窒素酸化物についての寄与割合の判断は次のとおりであるが、浮遊粒子状物質及びオキシダントについても、これに準じて考えられたい。いずれの場合においても、発生源の位置その他の地理的条件、風向その他の気象条件等を考慮して、総合的に判断しなければならないことは言うまでもない。

ア 窒素酸化物の濃度変化が一酸化炭素(炭化水素についてもあわせて考慮することが望ましい。)の濃度変化と同様な傾向で推移し、他方いおう酸化物の濃度変化と異なった傾向で推移するような場合は、当該窒素酸化物は主として自動車から排出されたものとする。

- イ 窒素酸化物の濃度変化がいおう酸化物の濃度変化と同様な傾向で推移し、他方一酸化炭素(炭化水素についてもあわせて考慮することが望ましい。)の濃度変化と異なった傾向で推移するような場合は、当該窒素酸化物は主として工場・事業場から排出されたものとする。

ウ 窒素酸化物の濃度変化が(ア)及び(イ)のいずれのパターンにもあてはまらないような場合には、当該窒素酸化物は工場・事業場及び自動車の両方が排出源であるとする。

- (2) 法第23条第4項の命令は、規則第17条第3項に定めるところに従い行なう。
この場合に、ばい煙排出者の範囲を定めるにあたっては、いおう酸化物は、令別表第1

の1の項から14の項まで、18の項、21の項及び23の項から26の項までに掲げる施設のうちいおう酸化物を排出するものから、窒素酸化物は、前掲の施設のうち特に高温で物を燃焼させる施設から、ばいじんは、令別表第1に掲げるばい煙発生施設のうち規則別表第2の第2欄に規定する施設から、それぞれ排出される点を参考とされたい。

3 ばい煙等の減少措置について

(1) 基本的事項

法第23条に定める緊急時の措置は、次により実施されたい。ただし、次に掲げる措置によってもなお緊急時の事態の改善が困難な場合には、当該事態に即応した措置をとることにより事態の改善を図るべきであることはいうまでもない。

ア 協力要請

協力要請の措置が円滑に実施されるよう、あらかじめばい煙を排出する者、自動車の使用者等に対して趣旨の周知徹底に努めるなどにより協力要請の実施体制を確立しておかれたい。

イ 一般への周知

法第23条第4項に規定する事態が発生した場合においても、ラジオ・テレビ等報道機関を通じ、その事態を一般に周知するとともに、緊急時の措置により市民生活に大きな影響を及ぼすおそれがあるときは、当該措置の内容、予想される影響その他必要な事項についてもあわせて周知するようにされたい。なお、緊急時の措置を解除したときもすみやかに一般への周知を図られたい。

ウ 関係都道府県との協力

緊急時の事態を改善するために、他の都道府県の協力を必要とする場合には、すみやかに協力を求め、その改善を図る必要がある。このため、広域的大気汚染の認められる地域においては、関係都道府県間の協力体制を確立しておかれたい。

エ 工場・事業場に対する命令

(ア) 法第23条第4項の規定により、工場・事業場に所要の命令を規則第17条第4項ただし書により電話その他の電気通信設備を使用して行なうときは、関係工場・事業場に確実に伝達し、その伝達が相手方において確実に受理されたことを確認しておかれたい。

(イ) 複数のばい煙発生施設を有する工場・事業場においては、その実情に応じ工場・事業場全体として所要の削減を行なうものであってもさしつかえない。

(ウ) 法第23条第4項の規定により、工場・事業場に対し、ばい煙減少のための措置として操業短縮を命ずる場合には、保安施設、公益性の高い施設その他の所要の操業短縮を行なうことが著しく困難なものがあるときには、あらかじめ、当該工場・事業場から事情を聴取したうえで適当と考えられる措置を行なわれたい。

オ 都道府県公安委員会に対する要請

法第23条第4項の規定により都道府県公安委員会に対し、道路交通法上の措置の要請を行なうにあたっては、(ア)大気汚染の測定場所及び日時、(イ)当該大気汚染の発生地域及び汚染の状態、(ウ)当該大気汚染が自動車の排出ガスに起因していると認める理由、(エ)当該大気汚染の状態が気象条件等からみて継続すると認める理由等都道府県公安委員会が道路交通法上の措置をとるうえに必要なと思われる事項を明らかにして行なわれたい。

(2) いおう酸化物の減少措置

ア 法第23条第1項に規定する事態が発生した場合において、同項に規定する措置によってもなお事態の改善を図ることが困難であると認めるときは、同条第2項の規定によるいおう酸化物に係るばい煙量の減少のための措置に関する計画を提出した者に対し、電話等適当な方法により連絡し、届出に係る計画を参酌していおう酸化物に係るばい煙量の減少のための措置をとるべきことを勧告されたい。この場合、いおう酸化物の排出許容量(規則第3条の式により算出されるいおう酸化物の量。以下同じ。)の30%又はばい煙量の減少計画に記載されたばい煙排出量(通常)(以下「通常ばい煙排出量」という。)の20%程度の削減を目途とする。

イ これらの措置にかかわらず、いおう酸化物の大気中の含有率が0.5ppm以上に達したとき(令別表第5のいおう酸化物の項の中欄の第3号に該当する場合にあっては、0.5ppm以上である状態が2時間以上継続した場合で、気象条件からみてその状態が継続すると認められるとき)は、いおう酸化物に係るばい煙量の減少に係る計画を参酌して、必要な措置をとるべきことを、逆転層、風向、風速等を考慮して、関係工場・事業場に勧告されたい。この場合、いおう酸化物の排出許容量の60%又は通常ばい煙排出量の50%程度の削減を目途とする。

ウ ア及びイの措置を適切に行なうために、法第23条第2項に規定する計画を作成させる際に勧告に応じてとるべき内容、具体的方法についてあらかじめ、関係工場・事業場と十分協議をしておかれたい。

エ 法第23条第2項の規定により届出を行なうこととされているばい煙排出者以外の者に対しても、あらかじめ、関係工場・事業場と協議し、前記ア及びイに準じ、又は、その他のいおう酸化物に係るばい煙を減少させるための適当な方法につき協力を求め緊急時の事態の早期改善に努められたい。

オ 法第23条第4項に規定する事態が発生したときは、原則として、いおう酸化物の排出許容量の80%程度の削減を行なわせるものとする。

(3) 一酸化炭素の減少措置

ア 法第23条第1項の事態が一酸化炭素によって発生したときは、報道機関等を通じて、自動車の使用者又は運転者に対して自動車の運行の自主的制限について協力を求められたい。

なお、どの地域に汚染が高くなったときに、どの地域にどの程度の自動車の通行の自主規制を求めるか等については、あらかじめ関係都道府県公安委員会と協議しておかれたい。

イ 法第23条第4項に規定する事態が発生したときは、都道府県公安委員会に対し、道路交通法の規定による措置を講ずるよう要請されたい。

(4) 浮遊粒子状物質、窒素酸化物及びオキシダントの減少措置

ア これらの物質が工場・事業場に起因する場合には関係工場・事業場に対しばい煙排出量の減少を図るため操業短縮を行なわせる。

この場合操業第1項に規定する場合には原則として通常使用量(規則様式第1別紙2に記載された燃料また電力の通常の使用量。以下同じ。)の20%、(イ)法第23条第4項に規定する場合には原則として通常使用量の40%とする。

イ 浮遊粒子状物質については、良質の重油、電気・ガスへの燃料転換等の措置により所要の操業短縮と同程度の浮遊粒子状物質の減少を図ることができるときは、操業短縮に代えてこれらの措置をとってさしつかえない。

ウ これらの物質が自動車排出ガスに起因する場合は、前記(3)と同様な措置を講ぜられたい。

第8 ばい煙発生施設及び粉じん発生施設に係る届出状況の報告に関する事項

昭和46年10月1日におけるばい煙発生施設及び粉じん発生施設の届出状況を別紙様式1及び2により、10月末日までに環境庁に報告されたい。

なお、毎年定期的に報告を求める事項については、おって通知する予定であるので、よろしくお願ひする。

様式1・2〔略〕

大気汚染防止法に基づく窒素酸化物の排出基準の設定等について（昭和48年8月9日、環大規133号）

昭和48年8月2日付けをもって、窒素酸化物の排出基準を設定することを主な内容とする大気汚染防止法施行令の一部を改正する政令(昭和48年政令第223号。以下「政令」という。)及び大気汚染防止法施行規則の一部を改正する総理府令(昭和48年総理府令第44号。以下「府令」という。)が制定公布され、同年8月10日から施行されることとなった。

窒素酸化物はそれ自体が有害であるほか、光化学オキシダントの要因物質であり、その対策は現在の深刻な大気汚染問題を克服するうえで、緊急な課題となっている。このため本年5月には二酸化窒素に係る環境基準を設定したところである。

固定発生源から排出される窒素酸化物については、今回、現時点において利用可能な窒素酸化物の防止技術を用い、極力窒素酸化物の削減を図る観点から、大型のボイラー等を中心に排出基準を設定したものである。

今回の排出規制の実施は、環境基準の維持達成を図るための工場・事業場から排出される窒素酸化物の低減対策の第一段階であるが、今回の排出基準の設定の考え方、政令・府令の主な内容及び留意すべき事項は次のとおりであるので、十分に了知され、法令の施行に遺憾なきを期されたい。

第1 排出規制の考え方

1 規制方式について

大気汚染防止法(以下「法」という。)の規定に基づき、燃焼に伴い発生する窒素酸化物の排出基準の設定については、昭和46年6月に窒素酸化物を有害物質として指定した時点においては、当時、窒素酸化物の発生抑制技術がほとんどなかったこと等のため、法第3条第4号に基づき、特定有害物質として排出基準を設定する予定であった。しかしながら、その後大型ボイラーについては燃焼方法の改善等により窒素酸化物の発生抑制技術が実用化されてきたこと、窒素酸化物の排出実態が施設の種類により様々であり、その特性に応じて排出基準を設定する必要性が高いこと等を考慮すると、燃焼に伴い発生する窒素酸化物についても、法第3条第2項第3号の規定によりいわゆる濃度規制方式によることが適当であると判断されたので、今回は、特定有害物質として指定せずに、この考え方に基づき排出基準を設定することとした。

なお、濃度規制方式をとるにあたっては、排出ガスを薄めて排出基準を遵守することを防止するため排出ガス中の残存酸素量により窒素酸化物濃度を換算することとした。

2 規制対象施設について

窒素酸化物を排出する施設としては、ボイラー、各種工業炉、硝酸製造施設などがある。これらの施設のうち、()窒素酸化物の排出量が大きいもの、()窒素酸化物の排出濃度が高いものについては、とりわけ排出規制の実施を急ぐ必要があるが、今回は、すでに利用可能な防止技術

が開発されているボイラー及び硝酸製造施設並びにボイラーの防止技術が適用しうる加熱炉について排出基準を設定することとした。ただし、ボイラー及び加熱炉については、現在の防止技術を考慮して、規模の大きい施設に限定することとした。

3 排出基準値について

今回の排出基準の設定にあたっては、ボイラーについては、二段燃焼、排ガス再循環、バーナーの改造等の方法を採用することにより現状の排出濃度を3~4割削減できること、加熱炉についても、これらの技術を採用することによりある程度の改善ができることを考慮して設定することとし、また、これらの燃焼施設のうち既存のものについては、施設本体の改造の困難性等から新設の施設とは別の基準を設けることとした。

なお、ボイラーについては、使用燃料の種類により排出実態に大きな差がある点を考慮した。硝酸製造施設については、除去効率90%程度の排煙装置の設置を前提として排出基準を設定することとした。

第2 改正の要点

1 大気汚染防止法施行令関係

窒素酸化物の規制という観点から、いわゆる希硫ガスを専燃させるボイラー、加熱炉等もばい煙発生施設として追加指定するとともに(大気汚染防止法施行令(以下「令」という。)別表第1の1の項、2の項及び7の項の改正)、硝酸の製造の用に供する施設をばい煙発生施設として指定したこと(令別表第1の27の項の追加)。

また、令別表第1の13の項の廃棄物焼却炉の規模に焼却能力のほか「火格子面積が2平方メートル以上であること」を加えたが、これは従前規定されていたものであり、その規定のしかたを改めたこと(昭和46年政令第191号による改正)により生じた疑義をなくすため加えたものであって規模の拡大を図ったものではないこと。

2 大気汚染防止法施行規則関係

(1) 法第3条第1項の規定に基づき窒素酸化物の排出基準を定めたこと。(大気汚染防止法施行規則(以下「規則」という。)第5条の改正及び別表第3の2の追加)

なお、既設の施設(府令の施行の際現に設置されている施設及び設置工事中の施設をいう。)については、硝酸製造施設を除き、当分の間、別の排出基準を定めたこと。(府令附則第2項から第5項まで及び別表)

(2) 法第16条(ばい煙量等の測定)に規定する測定方法を窒素酸化物について定めるとともに、測定結果の記録の様式に所要の改正を行なったこと。(規則第15条及び様式第7の改正)

(3) 窒素酸化物の排出基準の設定に伴い法第6条の規定等に基づく届出の様式について所要の改正を行なったこと。(規則様式第1の別紙の改正)

3 施行期日及び経過措置

(1) 政令及び府令は昭和48年8月10日から施行すること。(政令附則第1項及び府令附則第1項)

(2) 既設の硝酸製造施設については、排出基準は昭和51年6月30日まで適用しないこととしたこと。(政令附則第3項)

(3) 既設の施設にかかる排出基準は昭和50年6月30日まで適用しないこととしたこと。(府令附則第2項、第4項及び第5項)

第3 留意すべき事項

1 ばい煙発生施設の追加に伴う事項

(1) 今回の改正によりばい煙発生施設となった希硫ガスを専燃させるボイラー(令別表第1の1の項)ガス発生炉・ガス加熱炉(2の項)及び石油加熱炉(7の項)、いおう化合物の含有率が重量比で0.1%以下である揮発油を燃料として専燃させるガス発生炉・ガス加熱炉(2の項)並びに硝酸製造施設(27の項)については、政令施行の際、「これらの施設を設置している者(設置の工事をしている者を含む。))あつては法第7条の規定により、また、今後これらの施設を設置しようとする者にあつては法第6条の規定により、ばい煙発生施設の届出が必要となること。

(2) ばい煙発生施設の届出にあたり、今回排出基準が設定された施設に関しては改正後の規則様式第1別紙2の窒素酸化物の濃度欄の記載が必要であるが、止むを得ない事情により法第7条の所要の期間内に窒素酸化物の濃度の実測ができない場合には、当該欄は空白であっても法第7条の届出を受理してさしつかえないこと。この場合においては、可及的速かに、窒素酸化物濃度を測定させ、追加して届出させること。

なお、すでにばい煙発生施設となっている施設についても、法第26条に基づく報告を求める等により当該施設の窒素酸化物の排出状況を把握すること。

(3) 今回の改正によりばい煙発生施設となった施設については、窒素酸化物対策の観点からばい煙発生施設としたものであるが、いおう酸化物及びばいじんの排出基準も形式上これらの施設に適用されることとなる。

しかしながら、これらの施設からのいおう酸化物及びばいじんの排出実態は、当面のいおう酸化物対策及びばいじん対策をすすめるうえで、問題となる程度ではないので、これらの施設についてばい煙発生施設の届出様式を記載するにあたっては、いおう酸化物、ば

いじんに係る部分は記載を省略してさしつかえないこと。

(「大気汚染防止法の一部を改正する法律の施行について」(昭和46年8月25日環大企第5号本職通知。以下「46年通知」という。)第2の2を参照のこと。)

- (4) 今回の改正によりばい煙発生施設となった施設の中には、府令によっては、窒素酸化物の排出基準が定められていない施設があるが、これらの施設についても、法第23条第4項の規定による緊急時の措置の対象となるものであること。
- (5) 令別表第1の27の項にいう硝酸の「合成能力」とは、吸収施設を経て製造される希硝酸又は濃硝酸の1時間当たりの量を「漂白能力」、「濃縮能力」とは、漂白施設、濃縮施設においてそれぞれ漂白処理に供され、又は濃縮処理に供される希硝酸又は濃硝酸の1時間当たりの量をいうものであること。

2 窒素酸化物の排出基準の設定等に関する事項

(1) 基本的事項

規則第5条に規定する窒素酸化物の排出基準は硝酸製造施設を除き、昭和48年8月10日以後に設置される施設についてのみ適用され、同日現在すでに設置されているボイラー(令別表第1の1の項)、金属加熱炉(6の項)又は石油加熱炉(7の項)(設置の工事がされているこれらの施設を含む。)に関する排出基準は、府令附則に定められていること。

(2) 規則別表第3の2及び府令附則別表に関する事項

ア 「排出ガス量」とは、当該施設を定格能力で運転するときの排出量であり、この量の算定は施設ごとに湿りガスで行なう。なお、規則別表第3の2に掲げる施設の規模と府令附則別表に掲げる施設の規模に差があるので留意すること。

イ 規則別表第3の2及び府令附則別表において「燃焼」とは、専焼及び混焼をいうものである。たとえば、規則別表第3の2の2の項の「固体燃料を燃焼させるもの」は、石炭を専焼させるもののほか、石炭と重油又はガスを混焼させるものを含み、3の項の施設は液体燃料を専焼させるもののほか液体燃料とガスを混焼させるものを含むものであること。

ウ 府令附則別表の4の項の「原油タール」とは石油から作られるいわゆるオイルタールのことであること。

エ 別表第3の2の5の項の「独立過熱炉」とはエチレン分解炉に付属し、これに過熱蒸気を供給する施設(いわゆるスーパーヒーター)のことであること。

(3) 排出ガス中の窒素酸化物の測定について

ア 窒素酸化物の測定分析に際しての窒素酸化物濃度測定値の取り扱い及び試料の採取方法については、46年通知の第4の1から4までによること。

イ 排出ガス中の窒素酸化物の測定は、日本工業規格 K0104 に定めるところにより行なうこと。

なお、この規格は近く改定される予定であり、目下改定作業中であるので、承知されたいこと。

ウ 分析法は、日本工業規格 K0104 に定める分析法のうちから測定対象排出ガスの特性に合ったものを採用すること。

なお、測定分析にあたっては、分析法相互の相関を明らかにしておく等のため、次の事項に留意すること。

(ア) この規格に採用された分析法によっても分析値に差が生ずると思われるので、分析をする者が同一の試料につき数回の分析を行ない、分析値のバラツキの程度を確認しておくこと。

(イ) フェノールジスルホン酸法(以下「PDS法」という。)以外の分析法にあつては、濃度約100ppm及び約500ppmの2種の一酸化窒素標準ガスを用いてPDS法と同時測定を行なうときその分析値の比が0.95~1.05の範囲内にはいるよう操作条件が確立されていること。

(ウ) 連続分析法にあつては、試料排出ガスを用いてPDS法又は(イ)の条件が満たされた化学分析法と同時測定を行ない計測器指示の確認を行なうこと。

(4) 排出ガス中の残存酸素濃度について

ア 規則別表第3の2の備考中のOnに関する記述中「6の項に掲げる施設にあつてはOsとする」。とあるのは、硝酸製造施設は燃焼施設ではないので排出ガス中の残存酸素濃度による換算を行なわない趣旨であること。

イ 排出ガス中の残存酸素濃度の測定は、オルザットガス分析装置を用いる吸収法又はこれと同等の測定値が得られる酸素濃度分析装置を用いること。

なお、残存酸素濃度に係る試料採取は、窒素酸化物に係る試料と同一位置で採取するものであること。

(5) ばい煙排出者の測定義務について

ばい煙排出者は、規則第15条の改正により、窒素酸化物の濃度についても規則別表第3の2の備考に掲げる方法により、排出ガス量が毎時4万Nm³以上の施設については2月をこえない作業期間ごとに1回以上、排出ガス量が毎時4万Nm³未満の施設については年2回以上測定を行なう必要があること。ただし、ばい煙発生施設のうち今回窒素酸化物の排出基準が設定されなかった施設であつて窒素酸化物を排出するものについては、排出係数を参酌する等によりその排出状況を把握しておくよう指導すること。

(6) 届出等の様式の改正について

- ア 改正前の様式による用紙は、当分の間、取り繕って使用してもさしつかえないこと。
- イ 規則様式第1の別紙2及び様式第7に設けられた窒素分の記載欄は、燃料中の窒素分が今後の窒素酸化物対策上重要であるために設けられたものであるが、今後の測定技術の開発と相まって可能なものから逐次記載させるよう指導すること。
- ウ 規則様式第1の別紙2の参考欄に窒素酸化物の発生抑制のために採っている方法を記載させることとなったが、なるべく具体的に記載させ、また、必要があれば参考図面等を添付させるよう指導すること。

3 指導の徹底に関する事項

今回設定した窒素酸化物の排出基準は、きわめて厳しいレベルに設定してあるので、これを遵守するには二段燃焼法、排ガス再循環法等施設の実態に応じた適切な対策を講ずるとともに燃焼管理の徹底を期する必要があるので、ばい煙排出者に対して十分な指導を行なうこと。

また、既設の施設については、約2~3年の適用猶予期間が設けられているが、防止設備の工事請負会社の工事実施能力からみて全施設の所要工事の完了には相当期間を要するものと考えられるので、計画的に所要の措置を講ずるよう、ばい煙排出者を指導すること。

4 今後の規則の拡大等に関する事項

今回設定した窒素酸化物の排出基準は、現時点の防止技術の限界を考慮したきわめて厳しいレベルに設定されているので、現時点においては、これをうわまわる排出基準を設定することはきわめて困難であると考えられること。

しかしながら、今後の窒素酸化物の規制については、防止技術の進歩を勘案しながら計画的に排出基準の改定強化、規制対象施設の拡大を行なっていく方針である。したがって、貴職におかれても、規制対象となっていないばい煙発生施設の排出実態のは握に努められたいこと。

なお、今回の規制方式としては濃度規制方式を採用したが、抜本的な窒素酸化物の排出規制については、いおう酸化物を含めて総量規制方式の採用が必要であると指摘されており、今後これの採用について検討を進める予定であること。

大気汚染防止法に基づく窒素酸化物の排出基準の改定等について(昭和52年6月16日、環大規136号)

昭和52年6月16日付けをもって大気汚染防止法施行規則の一部を改正する総理府令(昭和52年総理府令第32号。以下「改正政令」という。)が制定公布された。

改正政令の内容は、固定発生源から排出される窒素酸化物の排出基準の改定強化と廃棄物焼却炉から排出される塩化水素の排出基準の設定である。その考え方、改正政令の要点、留意すべき事項等は次のとおりであるので、法令の施行に遺憾なきを期されたい。特に今回は、排出ガス量5千Nm³/h以上の既設小型ボイラーまで規制対象としたので、これに対する規制の円滑な実施方よろしく取り計らわれたい。

第1 窒素酸化物の排出規制強化について

1 今回の規制強化の背景と骨子

固定発生源に対する窒素酸化物に係る排出規制については、昭和48年8月に大型施設を対象とする第1次規制を、昭和50年12月には対象施設の拡大等を主な内容とする第2次規制を実施してきたところである。

これらの規制の効果は、自動車排出ガスの規制効果と併せて年々少しずつ進捗してきているものの、昭和50年度の環境測定結果からみると、環境基準を達成している測定局は全国666局中54局(8.1%)にすぎず、環境基準のおよそ2倍のレベルに相当する中間目標(環境基準を年間総日数の60%以上維持することであり、1日平均値の98%値0.04ppmに相当する。)と比べてみても、これを超える測定局が全体の50%にのぼっている。

このような状況から昭和48年5月に告示された環境基準の目標達成期限までに環境基準を達成することは困難ではあるが、いまなお最大限の努力をなすべきであり、窒素酸化物低減技術開発状況の評価に基づき、全国一律の排出基準として可能な限りの規制強化を実施することとした。

今回規制強化された排出基準は、大気汚染防止法(以下「法」という。)第3条に基づく全国一律の施設単位の排出基準であるため、ナショナル・ミニマムとしての性格を有するものであり、この意味で窒素酸化物を排出するばい煙発生施設として、技術的に最低限確保すべき値であり、基本的には低NO_x燃焼技術の適用により達成できる値である。なお、窒素酸化物排出低減のための最も効果的な技術である排煙脱硝については、クリーン排ガスのみならず重油燃焼排ガス程度のダーク排ガスについても実用化の域に達しつつあるが、地域差のない全国一律の排出基準として、現段階で排煙脱硝によらなければ達成できないような厳しい基準を設定することは適切でないと判断した。

なお、今回の規制強化の骨子は次のとおりである。

(1) 既設大型施設の基準強化

昭和48年8月の第1次規制の対象となった排出ガス量10万Nm³/h以上のボイラー、排出ガス量4万Nm³/h以上の金属加熱炉及び石油加熱炉について基準値を強化し

- た。
- (2) 規制対象施設の規模の拡大
小規模の施設についても、これによる局所的な汚染濃度寄与は大きいのでできる限り規制することとした。
- (3) 規制対象施設の種類の拡大
未規制の施設であっても、窒素酸化物を相当量排出している施設は規制対象とするという方針のもとに、今回の規制強化では施設の排出実態、対策技術を検討したうえ、新設にあっては、焼結炉、アルミナ焼成炉、廃棄物焼却炉(排出ガス量が4万Nm³/h以上のもの)を、既設にあっては焼結炉、セメント焼成炉及びコークス炉を規制対象に加えた。
- (4) 新設施設の基準強化
新設の施設に対しては、技術の進展に伴いより厳しい基準を設定して極力窒素酸化物排出量の伸びを抑制しておくためできる限り現状技術の最先端を適用するという考え方で基準を設定した。
- 2 改正の内容
- (1) 改正府令の要点
- ア 法第3条第1項の規定に基づき、窒素酸化物の排出基準を改定強化した(大気汚染防止法施行規則(以下「規則」という。)別表第3の2の改正)。
- イ 施行期日及び経過措置
改正府令は、昭和52年6月18日から施行する。ただし、規則別表第3の2の改正規定中、液体燃焼ボイラーのうち排出ガス量が1万Nm³/h未満のもの(以下「液体燃焼小型ボイラー」という。)に係る改正部分は、昭和52年9月10日から施行する(改正府令附則第1項)。
昭和48年8月10日から昭和50年12月9日までに設置の工事が着手され、第1次規制の新設施設に係る排出基準(以下「1次新設基準」という。)の適用を受けていた施設に係る窒素酸化物の排出基準については、今回強化した既設施設に係る排出基準(以下「3次既設基準」という。)の方が1次新設基準よりも厳しい金属加熱炉については、3次既設基準へ移行することとし(昭和55年5月1日から適用)、それ以外の施設については、従前どおりの排出基準(1次新設基準)とした(改正府令附則第4項)。
昭和50年12月10日から改正府令の施行の日の前日までの間に設置の工事が着手され、第2次規制の新設施設に係る排出基準(以下「2次新設基準」という。)の適用を受けていた施設に係る窒素酸化物の排出基準については、従前通りの排出基準(2次新設基準)とした(改正府令附則第5項)。
及び 以外の既設施設に係る窒素酸化物の排出基準については、次のようにした(改正府令附則第3項、第6項)。
- (ア) 既設の廃棄物焼却炉及びアルミナ焼成炉、既設のボイラー、石油加熱炉及び金属加熱炉のうち排出ガス量が5千Nm³/h未満のもの等は適用除外とした(附則第3項)。
- (イ) 第1次規制の既設施設に係る排出基準(以下「1次既設基準」という。)の適用を受けていた施設については、昭和55年4月30日までは、従前どおり原則として当該1次既設基準を適用することとし、昭和55年5月1日から3次既設基準を適用することとした(附則第6項)。
- (ウ) 第2次規制によって新たに窒素酸化物の排出基準(以下「2次既設基準」という。)が適用されることとなった施設については、従前どおり、昭和52年12月1日から当該2次既設基準を適用することとした(附則第6項)。
- (エ) 今回の規制によって新たに3次既設基準が、適用されることとなる施設については、原則として昭和55年5月1日から今回設定した既設基準を適用することとした。ただし、液体燃焼小型ボイラーについては、昭和55年10月1日から、セメント焼成炉については、昭和56年4月1日から適用することとした(附則第6項)。
- (2) 適用対象の拡大
今回の改正により、窒素酸化物の排出基準の適用を受ける施設が拡大されたが、具体的には次のとおりである。
- ア 新設について
ボイラー、金属加熱炉及び石油加熱炉については、従来排出ガス量が1万Nm³/h以上を規制対象としていたが、今回、これらに係るばい煙発生施設の全てを規制対象とした。
金属加熱炉のうち、排出ガス量が10万Nm³/h未満の鍛接鋼管用加熱炉は、従来適用除外となっていたが、今回規制対象とした。
セメント焼成炉及びコークス炉については、従来排出ガス量が10万Nm³/h以上の施設のみ規制対象となっていたが、今回、排出ガス量が10万Nm³/h未満の施設についても規制対象とした。
焼結炉、アルミナ焼成炉(いずれも排出ガス量が1万Nm³/h以上)及び廃棄物焼却炉(排出ガス量が4万Nm³/h以上)を新たに規制対象とした。
- イ 既設について

ボイラー、金属加熱炉及び石油加熱炉については、従来排出ガス量が、1万 Nm³/h 以上の施設(液体燃焼ボイラーは、4万 Nm³/h 以上)のみ規制対象となっていたが、今回、排出ガス量 5千 Nm³/h 以上のものまで規制対象とした。

従来適用除外となっていた排煙脱硫装置が附属している排出ガス量 4万~10万 Nm³/h の液体燃焼ボイラー及び石油加熱炉のうちエチレン製造用独立加熱炉、メタノール製造用改質炉等を今回規制対象とした。

セメント焼成炉及びコークス炉については従来新設施設のみ規制対象とされていたが、今回、既設施設も対象とし、かつ、これらに係るばい煙発生施設の全てを規制対象とした。

焼結炉(排出ガス量が 1万 Nm³/h 以上)を新たに規制対象とした。

3 留意すべき事項

(1) 液体燃焼小型ボイラーの取扱いについて

液体燃焼小型ボイラーについては、その数が非常に多いことや中小の工場又は事業場に設置されていることもあって、特別の配慮が払われている。

すなわち、排出ガス量が 1万 Nm³/h 未満の新設の液体燃焼小型ボイラーについては、施行を公布の日より約 3 カ月延長させ、昭和 52 年 9 月 10 日を施行日とした。したがって昭和 52 年 9 月 9 日までに設置されるこれらの施設は既設扱いとなり、排出ガス量 5千 Nm³/h 未満の施設については、規制対象外となる。また排出ガス量が 5千 Nm³/h 以上 1万 Nm³/h 未満の既設の液体燃焼小型ボイラーについては、特に約 3 年半の適用猶予期間を設け、昭和 55 年 10 月 1 日から適用することとした。

これらの小規模施設の取扱いについては、別途通達することとしているが、小規模施設設置者に対しては、改正の趣旨を十分周知徹底されるとともに、既設施設への対策が適用猶予期間中に計画的に円滑に行われるよう格別の指導をされたい。

(2) セメント焼成炉、焼結炉及びコークス炉の取扱いについて

ア 既設のセメント焼成炉の排出基準は、NSP(ネオサスペンションプレヒーター)型の炉への転換を前提にしたものであり、このため、約 4 年間という特に長い適用猶予期間を設けたものである。なお、この場合、既設の炉を NSP 型へ改造する場合には、既設施設として取り扱うこととなるので注意されたい。

イ 焼結炉は負荷を一定に維持しても窒素酸化物の排出量に変動を生じるものであること等の特性を有するものであり、今回の排出基準値の設定は窒素酸化物排出濃度の 8 時間平均値を用いて行ったものであり、その監督に当たっては、この点に留意されたい。

ウ 今回のコークス炉の排出基準の設定は次の点を踏まえて設定されたものであるので、監督に当たり十分留意されたい。

通常高炉ガスを燃焼させるコークス炉については、高炉ガスの供給が停止した時の窒素酸化物の値は今回の基準の適合状況の評価に当たっては、除外する。

なお、新設基準 170ppm は高炉ガスの供給が停止した時を評価対象に算入すると 200ppm に相当する。

(3) 排出ガス中の窒素酸化物濃度の測定について

ア 金属加熱炉の窒素酸化物濃度測定については、排出濃度が相当大幅に変動することが避けられないので、昭和 46 年 8 月 25 日付の本職通達(環大企第 5 号)第 4 の 2 のとおり操業状態時における平均的な排出濃度が把握される必要がある。このため金属加熱炉の工程と窒素酸化物排出濃度を具体的に調査したうえで別途解釈通達を出す予定である。

イ 排出ガス中の窒素酸化物濃度は、原燃料中の窒素分の制御が困難なこともあって、変動があり、また、排出ガス中の酸素濃度の測定誤差が窒素酸化物排出濃度に影響を及ぼすこともあるので、排出基準値と測定値との比較については、上記本職通達(昭和 46 年、環大企第 5 号)の第 4 の 1 の趣旨に十分留意されたい。

4 今後の規制の進め方について

窒素酸化物に係る今後の規制については、現在、中央公害対策審議会において審議されている二酸化窒素に係る判定条件及び指針値の検討結果等を踏まえて長期計画を策定し、窒素酸化物対策の着実な推進を図ることとしている。この計画においては、昭和 53 年度から着手を予定している総量規制及び今回規制(又は規制強化)の対象としなかった施設に対する第 4 次規制の位置付けも行うこととしている。

貴職におかれては、今後の窒素酸化物の排出低減について、諸施策を講じられることと思われているが、上記の状況を十分配慮され、適切に対処されたい。なお、高汚染地域

においては、今後、法第 4 条第 1 項に基づく上乘せ排出基準等の設定も必要と考えるが、これらについては、昭和 53 年度以降の規制と斉合性をとる必要があるため、おってその指導標準を通達する予定である。

第 2 廃棄物焼却炉から排出される塩化水素の排出基準の設定について

1 排出基準値設定の考え方

今回設定した廃棄物焼却炉から排出される塩化水素の排出基準 700mg/Nm³ は次の考え方に基づくものである。

目標環境濃度は日本産業衛生学会「許容濃度に関する委員会勧告」に示された労働環境濃度(上限値 5ppm)を参考として、0.02ppm とし、平均的な排出口高さを有する施設からの塩化水素の排出が、拡散条件の悪い場合であってもこれを満足するよう排出基準値を設定

した。

2 改訂府令の要点

(1) 法第3条第1項の規定に基づき、廃棄物焼却炉から排出される塩化水素について排出基準を設定した(規則別表第3の改正)。

(2) 改訂府令の施行の日(昭和52年6月18日)において、現に設置されている廃棄物焼却炉については、塩化水素の排出基準700mg/Nm³は、昭和54年11月30日までは適用しない(改訂府令附則第2項)。

3 廃棄物焼却炉からの排出ガス中の塩化水素の測定について
廃棄物焼却炉からの排出ガス中の塩化水素の測定については、次の点に留意されたい。

(1) 試料ガスの採取及び分析法
廃棄物焼却炉から排出する塩化水素ガスの採取及び分析は日本工業規格「排ガス中の塩化水素分析方法」(JISK0107)により実施することとし、分析法は60~2,500ppmの濃度に適するとされている硝酸銀法を用いるものとする。
この場合、試料ガス採取量はJISにあるとおり80L程度採取する必要がある。
試料採取に際しては粒子状の塩化物が入らないようろ過機を確実に取り付けると共に、ガスの冷却により生成する水滴に塩化水素が吸収されて管壁に付着することのないよう試料ガス採取管から吸収びんの間の加熱に留意されたい。
なお、試料の採取時期については、昭和46年8月25日付本職通達(環大企第5号)の第4の2によること。
おって、詳細については別途通知する。

(2) 塩化水素量の算定
ア JISにおいては塩化水素濃度がppmで算定されるようになっているので、これを下の式によりmg/Nm³に換算すること。
$$C_s = (36.5 / 22.4) \times C_p$$

この式において、
C_s: 排出ガス中における塩化水素重量(mg/Nm³)
C_p: JISK0107により算定される塩化水素濃度(単位 ppm)

イ 規則別表第3の備考2中の排出ガス中の残存酸素濃度の測定は、オルザットガス分析装置を用いる吸収法又はこれと同等の測定値が得られる酸素濃度分析装置を用いること。
なお、残存酸素濃度に係る試料採取は、塩化水素に係る試料と同一位置で採取すること。

大気汚染防止法に基づく窒素酸化物の排出基準の改定について(昭和54年8月2日,環大規177号)

昭和54年8月2日付けをもって、大気汚染防止法施行規則の一部を改正する総理府令(昭和54年総理府令第37号。以下「改訂府令」という。)が制定公布された。

改訂府令の内容は、固定発生源から排出される窒素酸化物の排出規制の拡充等である。その考え方、改訂府令の要点、留意すべき事項等は次のとおりであるので、法令の施行に遺憾なきを期されたい。

第1 今回の改正の背景
固定発生源に対する全国一律の窒素酸化物排出規制については、昭和48年8月に大型施設を対象とする第1次規制を、昭和50年12月に対象施設の拡大等を内容とする第2次規制を、また昭和52年6月に対象施設の拡大及び排出基準の強化を内容とする第3次規制をそれぞれ行ってきた。
これらの規制措置により窒素酸化物の排出量が比較的大きいばい煙発生施設を中心に順次排出基準の設定・強化が行われてきたところであるが、今回の改正においては、従来規制対象となっていないばい煙発生施設の中にも環境濃度への寄与が無視し得ないものがあること、大気汚染防止のために払われるばい煙排出者の努力は基本的には公平であるべきこと等の理由から窒素酸化物を排出するほとんどのばい煙発生施設について窒素酸化物の排出基準を設定することとした。
改訂府令に基づく窒素酸化物の排出基準については、これが全国一律の排出規制であることにかんがみ基本的には低NO_x燃焼技術で対応できる値とした。
なお、固定発生源に対する全国一律の窒素酸化物排出規制は当面今回の改正をもって終了するものとする。

第2 改正の内容

1 改訂府令の要点

(1) 大気汚染防止法第3条第1項の規定に基づき、窒素酸化物の排出基準を改定した(大気汚染防止法施行規則第5条第2号及び別表第3の2の改正)。

(2) 施行期日及び経過措置
ア 改訂府令は、昭和54年8月10日から施行することとした(改訂府令附則第1項)。
イ 今回の改正により排出基準が新たに設定され、又は改定された既設の施設に係る排出基準は昭和57年8月9日まで適用しないこととした(改訂府令附則第2項)。ただし、

今回設定された排出基準のうち排出ガス量 5,000Nm³/h 未満の既設の小型ボイラーに係るものについては、昭和 59 年 8 月 9 日まで適用しないこととした(改正府令附則第 7 項第 5 号)。

2 規制対象施設の拡大等

今回の改正により窒素酸化物の排出基準が改定されたが、その内容は次のとおりである。

- (1) 次のばい煙発生施設を新たに規制対象とし、排出基準を設定した。
大気汚染防止法施行令(以下「令」という。)別表第 1 の 2 の項に掲げるガス発生炉、加熱炉、3 の項に掲げる煨焼炉、焙焼炉、4 の項に掲げる溶鉱炉、5 の項に掲げる金属溶解炉、8 の項に掲げる触媒再生塔、8 の 2 の項に掲げる燃焼炉、9 の項に掲げる窯業炉、10 の項に掲げる反応炉・直火炉、11 の項に掲げる乾燥炉、14 の項に掲げる銅・鉛・亜鉛製錬用施設、18 の項に掲げる活性炭製造用反応炉、21 の項に掲げる燐等製造用焼成炉・溶解炉、23 の項に掲げるトリポリ燐酸ナトリウム製造用乾燥炉・焼成炉、24 の項に掲げる鉛の二次製錬用等溶解炉、25 の項に掲げる鉛蓄電池製造用溶解炉、26 の項に掲げる鉛系顔料製造用溶解炉・反射炉・反応炉
- (2) 次のばい煙発生施設のうち、小規模のものを新たに規制対象とし、排出基準を設定した。
令別表第 1 の 3 の項に掲げる焼結炉・アルミナ製造用煨焼炉、13 の項に掲げる廃棄物焼却炉
- (3) 次のばい煙発生施設のうち一部の既設の施設に係る排出基準を改定した。
令別表第 1 の 1 の項に掲げるボイラー、6 の項に掲げる金属加熱炉、7 の項に掲げる石油加熱炉

3 排出基準の改定に当たって留意した事項

- (1) 排出ガス中の残存酸素濃度が極めて高い施設については、窒素酸化物濃度を換算するに当たって、誤差が無視しえなくなるので換算方法を改定した(改正府令別表第 3 の 2 の備考)。
- (2) 次に掲げるばい煙発生施設の中には、窒素酸化物濃度の変動が著しいものがあるので、それぞれ次に掲げる平均化時間を参考として排出基準を設定した。

施設名	平均化時間
光学ガラス製造用溶融炉	24～48 時間
合成スピネル製造用キルン	20 時間
板ガラス及びガラス繊維製造用溶融炉	24 時間
電気ガラス製造用溶融炉	16 時間
その他のガラス製造用溶融炉	8 時間
アルミナか焼炉	24 時間
焼結アルミナ焼成キルン	18 時間
合成ムライト製造用キルン	15 時間
シヤモット製造用キルン	20 時間
マグネシヤクリン力製造用焼成炉	22 時間
耐火レンガ製造用焼成炉	12 時間
石灰焼成炉	8 時間
焼結炉(ペレット焼成炉を含む)	8 時間
金属加熱炉(連続式に限る)	3 時間

- (3) 令別表第 1 の 10 の項に掲げる反応炉のうちカーボンブラック製造用燃焼装置については原料カット時の窒素酸化物濃度は加味せずに排出基準を設定した。

第 3 留意すべき事項

- 1 廃棄物焼却炉においては、保安上又は公害防止上やむを得ず一時的に有害な廃棄物を焼却処理する場合があるが、このような場合にあっては、昭和 46 年 8 月 25 日付の本職通達(環大企第 5 号)第 4 の 2 の(3)の趣旨に留意されたい。
- 2 改正府令別表第 3 の 2 の 26 の項に掲げる「ニトロ化合物、アミノ化合物若しくはシアノ化合物若しくはこれらの誘導体を製造し、若しくは使用する工程から排出される廃棄物」には、これらの工程において生じる汚水等を処理する際に排出される廃棄物も含まれ、また当該廃棄物にはガス状のものも含まれるので、この点留意されたい。
- 3 第 2 の 3 の(2)に掲げる施設における窒素酸化物の量の測定に当たっては、非常に長期間の試料採取が必要と考えられるが、このような場合にあっては、昭和 46 年 8 月 25 日付の本職通達(環大企第 5 号)第 4 の 2 の(1)の趣旨にのっとり、1 工程を適切に代表するような期間を選定して試料採取を行っても差し支えないのでこの点留意されたい。

大気汚染防止法に基づく窒素酸化物の排出基準の改定に関する疑義について(質疑応答)(昭和 55 年 1 月 24 日、環大規 13 号) 問 10 抜粋

(問 10) 昭和 54 年 8 月 2 日環大規第 177 号環境庁大気保全局長通知の第 2 の 3 の(2)の趣旨は、そこに掲げられた施設については、掲げられた平均化時間で、かつ、連続して窒素酸化物濃度の測定を行わなければならないということか。

(答) 照会の大気保全局長通知の趣旨は、必ずしも掲げられた平均化時間で窒素酸化物濃度の測定を行わなければならないとしたものではなく、これらの施設に係る窒素酸化物濃度の測定期間は、一工程を代表するものであれば、当該平均化時間よりも短時間であつても差し支えない。
また上記の趣旨を満たすのであれば、必ずしも連続測定を行わなくても差し支えない。

窒素酸化物に係る総量規制制度の導入について(昭和56年11月12日、環大規298号)

大気汚染防止法施行令の一部を改正する政令(昭和56年政令第215号)及び大気汚染防止法施行規則の一部を改正する総理府令(昭和56年総理府令第46号)の施行については、昭和56年11月6日付け環大規第289号をもって、大気保全局長より通達したところであるが、同通達において別途通知することとされている事項及びその他の事項については下記のとおりであるので、これに留意の上、法令の円滑な施行を図られるようお願いする。

記

第1 窒素酸化物に係る特定工場等の規模に関する事項

窒素酸化物に係る特定工場等(以下「特定工場等」という。)の規模に関する基準に係る原料及び燃料の量の重油の量への換算方法については、昭和56年9月環境庁告示第82号(以下「原燃料換算告示」という。)により告示したところであること。

原燃料換算告示の概要は、昭和56年11月6日付け環大規第289号大気保全局長通達(以下「局長通達」という。)の第3の1の(3)において示されたとおりであるが、その詳細は次のとおりであること。

- 1 原燃料の量の重油の量への換算については、窒素酸化物に係るばい煙発生施設(以下「ばい煙発生施設」という。)の種類ごとに、当該施設において使用される原料又は燃料のいずれか一方に着目して、その量を重油の量に換算することとされたこと。これは、ばい煙発生施設における窒素酸化物の生成過程が複雑であることから、原料又は燃料のいずれか一方に着目してその量を重油の量に換算することとしたものであり、原燃料換算告示別表第1に掲げる原料に係るばい煙発生施設については、当該施設において用いられる原料の量を重油の量に換算することとし、これ以外のばい煙発生施設については、当該施設において用いられる燃料の量を重油の量に換算することとしたものであること。

2 原料の量の重油の量への換算について

- (1) 原燃料換算告示別表第1に掲げる原料に係るばい煙発生施設は、窒素酸化物の発生が主に原料に起因し、燃料の量と窒素酸化物の排出量との関係を適切にとらえることが困難であると認められるばい煙発生施設であること。ただし、同表第1号及び第7号に掲げる焙焼炉については、燃料を継続かつ安定して使用するものとそれ以外のものとは大別することができるため、前者については当該施設で用いられる燃料の量を重油の量に換算することとし、後者については当該施設で用いられる原料の量を重油の量に換算することとしたこと。

- (2) 原料の量の重油の量への換算に当たっては、当該原料の量一単位を、その処理に伴い発生する窒素酸化物の量に相当する量の窒素酸化物の量を重油を専焼させるボイラー(以下「重油専焼ボイラー」という。)における燃焼に伴い発生する重油の量に換算すること。なお、原料の量の重油の量への換算については、当該地域における原燃料換算告示別表第1に掲げる原料に係るばい煙発生施設の排出特性等を十分踏まえたものとする。また、この場合、重油の量一単位を重油専焼ボイラーにおいて燃焼させたときに発生する窒素酸化物の量については、当該地域内における重油専焼ボイラーに係る排出特性をあらかじめ十分に検討の上、その量を把握しておくよう努めること。

これらのばい煙発生施設の排出特性を勘案する場合には、当該施設が設置されている製造工程等の種類、当該施設の規模及び型式、当該施設において使用される原燃料の種類、性状及び使用量、当該施設の稼働条件(燃焼温度、負荷率等)並びに当該施設の各種稼働条件における窒素酸化物に係るばい煙濃度及び排出量等について、測定値に基づく等適切に把握すること。

- (3) 同一のばい煙発生施設において複数の種類の原料が使用される場合、重油の量に換算すべき原料については、その処理量と当該ばい煙発生施設において発生する窒素酸化物の量との関係から最も適切であると認められる原料とすること等ばい煙発生施設の排出特性等を適切に勘案の上、これを明らかにすること。

- (4) 原燃料換算告示別表第1の各号に掲げる原料に係るばい煙発生施設のうち、使用する原料の種類が異なること等から、その排出特性に差異が認められるばい煙発生施設がある場合には、必要に応じ当該ばい煙発生施設において用いられる原料を細分化し、細分化された原料ごとに重油の量への換算を行うことができること。

例えば、同表の第6号に掲げる廃棄物を、「一般廃棄物の廃棄物焼却炉において用いられる一般廃棄物」、「下水汚泥の廃棄物焼却炉において用いられる下水汚泥」、「大気汚染防止法施行規則別表第3の2の26の項に掲げる廃棄物焼却炉において用いられる廃棄物」等に区分して、それぞれ区分された廃棄物ごとに重油の量への換算を行うことができるものであること。

(5) 原燃料換算告示別表第1の各号に掲げる原料のうち、水分の含有の状態により、当該原料の量一単位の処理に伴い発生する窒素酸化物の量が異なると認められるものについては、当該原料の量を一定の水分の含有の状態における量に換算すること等により、当該原料の量の重油の量への換算が、工場又は事業場間で均衡を失うことがないように留意されたいこと。

3 燃料の量の重油の量への換算について

(1) 燃料の量の重油の量への換算に当たっては、当該燃料の量一単位を、その発熱量に相当する発熱量を有する重油の量に換算することとして、主要な燃料については原燃料換算告示別表第2の1の項から6の項までに具体的な換算値を示し、その他の燃料については同表の7の項に換算方法を示したこと。この場合、その他の燃料の中には、水分の含有の状態により、当該燃料の量一単位当たりの発熱量が異なるものがあることに留意されたいこと。

また、原燃料換算告示別表第3の中欄に掲げるばい煙発生施設において使用される燃料については、更に同表の下欄に掲げる範囲内において都道府県知事が定めた係数を乗じるものとしたこと。これらのばい煙発生施設において使用される燃料について発熱量に着目した換算の後更に一定の係数を乗じることとしたのは、ばい煙発生施設の種類ごとに窒素酸化物の排出特性等に差異が認められることを踏まえ、特定工場等の規模に関する基準が工場又は事業場から排出される窒素酸化物の排出量の多寡の実態を適切に反映することが必要であると考えられたことによること。

(2) 原燃料換算告示別表第3の中欄に掲げるばい煙発生施設は、一般に、当該ばい煙発生施設において使用される燃料の単位発熱量当たりの窒素酸化物の排出量(以下「排出係数」という。)が、標準となるばい煙発生施設の排出係数に比べて差異があると認められる施設であること。なお、標準となるばい煙発生施設としては、重油専焼ボイラーを想定していること。

(3) 原燃料換算告示別表第3の中欄に掲げるばい煙発生施設ごとにそれぞれ同表の下欄に掲げる範囲内において定められる係数は、当該地域内における当該ばい煙発生施設の排出係数を十分に検討し、重油専焼ボイラーの排出係数と比較すること等により定めること。なお、これらのばい煙発生施設の排出係数を勘案する場合の留意事項については、2の(2)の後段に準ずること。

(4) 原燃料換算告示別表第3の各項の中欄に掲げるばい煙発生施設のうち、製造工程が異なること等からその排出係数に差異が認められるばい煙発生施設がある場合には、必要に応じ同表の各項の中欄に掲げるばい煙発生施設を細分化し、細分化された施設ごとに係数を定めることができること。

(5) 燃料の量の重油の量への換算は、(1)～(4)の事項に留意して行うものであるが、排煙脱硫装置を設置するばい煙発生施設において使用される液体燃料については、これまでのばい煙処理対策の経緯を踏まえ、その排出特性を勘案することが必要であると考えられることから、このような場合にあっては、別途当該施設に係る窒素酸化物の排出特性等を勘案して当該燃料の量を重油の量に換算することができるものとしたこと。なお、当該地域において、原燃料換算告示別表第3の中欄に掲げるばい煙発生施設以外のばい煙発生施設で、その排出係数が重油専焼ボイラーの排出係数に比べて差異があると認められるものについては、当該工場又は事業場から排出される窒素酸化物の排出量の多寡の実態を適切に反映することに支障が生じると認められる場合には、同様に別途換算することができるものであること。なお、これらのばい煙発生施設の排出特性を勘案する場合の留意事項については、2の(2)の後段に準ずること。

(6) 原燃料換算告示別表第3の下欄に掲げる数値については、各ばい煙発生施設の使用燃料の実態、排出係数の実態等を総合的に検討した上で各種の条件等を想定して、重油の量への換算が適切なものとなるよう幅をもって示したものであること。

したがって、燃料の量の重油の量への換算については、次の～を参考にして、当該地域における各ばい煙発生施設の排出特性等十分踏まえたものとなるよう留意されたいこと。

1の項の数値については、本項に掲げるばい煙発生施設は、木くず、コークス、石炭等各種の燃料が用いられ、燃料の種類により排出係数が異なることを勘案して定めたものであること。また、本施設のうち固体燃料と他の燃料とを混燃させるものについては、当該燃料の混焼割合等に十分配慮する必要があること。なお、上限値は、石炭を専焼させるボイラーにおける実測例を参考にしたものであること。

2の項の数値については、本項に掲げるばい煙発生施設には、排出係数が比較的高いものも認められることを勘案して定めたものであること。

3の項の数値については、本項に掲げるばい煙発生施設の排出係数に、炉内温度等により差異が認められることを勘案して定めたものであること。なお、上限値は、本施設を特に高温の状態で使用したときの例を参考にしたものであること。

4の項の数値については、本項に掲げるばい煙発生施設には、排出係数が、本施設の型式、規模等の差により比較的高いものが認められることを勘案して定めたものであること。

5の項の数値については、本項に掲げるばい煙発生施設には、排出係数が比較的高いものも認められることを勘案して定めたものであること。

6の項の数値については、本項に掲げるばい煙発生施設の排出係数が、焼成炉の型式、

焼成の様式等により大きく異なることを勘案して定めたものであること。

7の項の数値については、本項に掲げるばい煙発生施設の排出係数が、焼成物の種類、焼成炉の型式、焼成の方式等により大きく異なることを勘案して定めたものであること。なお、上限値は、本施設を1,700を超えるような高温の状態で使用したときの排出実態の実測例を参考にしたものであること。

8の項の数値については、本項に掲げるばい煙発生施設の排出係数が、板ガラス、電気ガラス、光学ガラス等ガラスの種類、溶融炉の型式、酸化剤、清澄剤等添加剤の使用の有無等により大きく異なることを勘案して定めたものであること。なお、下限値は、硝酸塩を含む添加剤を用いないルツボ炉の排出実態の実測例を、また、上限値は、硝酸塩を含む添加剤を用いる光学ガラス等の製造の用に供する溶融炉等の排出実態の実測例をそれぞれ参考にしたものであること。

9の項の数値については、本項に掲げるばい煙発生施設には、石灰焼成炉、人工骨材製造用キルン等各種のものがあり、施設の種類により排出係数が異なることを勘案して定めたものであること。なお、上限値は、石灰焼成炉の排出実態の実測例を参考にしたものであること。

10の項の数値については、本項に掲げるばい煙発生施設の排出係数が、コークス炉の型式、乾留温度等により異なることを勘案して定めたものであること。なお、上限値は、コークス炉の型式によっては、特に高温の状態で使用したときは排出係数に高い値が認められることを参考にしたものであること。

第2 窒素酸化物に係る総量規制基準の設定に関する事項

- 1 大気汚染防止法施行規則(以下「規則」という。)第7条の4第2項及び第3項に掲げる算式は、都道府県知事が窒素酸化物に係る総量規制基準(以下「総量規制基準」という。)を定める場合に基本とすべき式(以下「基本式」という。)であり、基本式を基本として当該地域の实情に応じて修正を行っても差し支えないが、修正を行おうとするときは、事前に環境庁と協議されたいこと。なお、都道府県知事が定める総量規制基準が基本式を基本としたものであるか否かは、規則第7条の4第1項の規定の趣旨及び基本式に照らして判断することとなること。
- 2 総量規制基準は、原則として、ばい煙発生施設を定格で運転する場合における窒素酸化物の許容排出量として定めるものであるが、定格で運転する場合に1工程の中で1時間当たりの窒素酸化物の排出量が著しく変動するばい煙発生施設については、当該1工程の中での平均的な窒素酸化物の排出の状況に着目した上で許容排出量を設定することが合理的であると考えられること。なお、これに該当するばい煙発生施設の種類としては、昭和50年12月13日付け環大規第263号環境庁大気保全局長通知の第3の2の(6)及び昭和54年8月2日付け環大規第177号環境庁大気保全局長通知の第2の3の(2)に掲げる施設並びに大気汚染防止法施行令(以下「令」という。)別表第1の12の項に掲げる施設が考えられるが、これらの施設について、当該地域内の当該ばい煙発生施設に係る窒素酸化物の排出特性を十分に検討の上、個々に判断されたいこと。
- 3 総量規制基準の設定に当たっては、大気汚染防止法第3条第1項の規定に基づく窒素酸化物に係る排出基準(以下「排出基準」という。)が設定されていないばい煙発生施設については、特にその技術的対応可能性を十分に検討し、適切な配慮が払われるよう対処されたいこと。
- 4 ばい煙発生施設に係る窒素酸化物の排出特性は、当該施設において使用される燃料によって異なることが一般に認められるが、総量規制基準の設定に当たっては、良質の燃料を使用するばい煙発生施設に対して、他の燃料を使用するばい煙発生施設に対してとられる以上の消滅対策を強いることがないよう配慮されたいこと。
- 5 規則第7条の4第1項第1号に掲げる窒素酸化物の量として総量規制基準を定めるときは、次の事項に留意されたいこと。
 - (1) 規則第7条の4第2項第1号に掲げる式の6の値の設定に当たっての留意事項は、局長通達の第3の2の(3)の に示されたとおりであるが、特にbを0.90未満の値として定めようとするときは、事前に環境庁と協議されたいこと。
 - (2) 廃止されたばい煙発生施設又は予備のばい煙発生施設(専ら他のばい煙発生施設の使用停止中に予備的に使用されるものをいう。以下同じ。)がある場合には、規則第7条の4第2項第1号に掲げる式のWの値から、当該ばい煙発生施設に係る値を差し引くこと。なお、今後の操業状態の見通し等を勘案した結果、今後相当の期間にわたって使用されることがないと見込まれるばい煙発生施設についても同様の扱いができること。
 - (3) 規則第7条の4第2項第1号に掲げる式のWの値として、特定工場等において通常使用される原燃料の量を採用する場合には、当該ばい煙発生施設の稼働条件の見通し、当該施設が設置されている特定工場等の操業状態の見通し等についても十分に勘案の上、適切な原燃料使用料を採用することとされたいこと。
 - (4) 規則第7条の4第2項第1号に掲げる式のWの値は、規則第7条の2第3項に定めるところによる換算により重油の量に換算した量を用いるものであることにかんがみ、規則第7条の2第2項の規定に基づく原燃料の量の重油の量への換算に際しては、特に許容排出量の算定(bの値の設定等)との関係にも留意の上、ばい煙発生施設に係る窒素酸化物の排出特性を勘案することはもとより、3及び4並びに局長通達の第3の2の(5)の、及び の事項にも留意されたいこと。

- 6 規則第7条の4第1項第2号に掲げる窒素酸化物の量として総量規制基準を定めるときは、次の事項に留意されたいこと。
- (1) 規則第7条の4第2項第2号に掲げる式の1の値の設定に当たっての留意事項は、局長通達の第3の2の(4)に示されたとおりであるが、特に1を0.90未満の値として定めようとするときは、事前に環境庁と協議されたいこと。
- (2) 廃止されたい煙発生施設又は予備のばい煙発生施設がある場合には、規則第7条の4第2項第2号に掲げる式のVの値として当該ばい煙発生施設に係る値は算定しないこと。なお、今後の操業状態の見通し等を勘案した結果、今後相当の期間にわたって使用されることがないと見込まれるばい煙発生施設についても同様の扱いができること。
- (3) 規則第7条の4第2項第2号に掲げる式のVの値として特定工場等に設置されているばい煙発生施設の通常の排出ガス量を採用する場合の運用上の留意事項については、5の(3)に準ずること。
- (4) 規則第7条の4第2項第2号に掲げる式のCの設定方法については、昭和56年9月環境庁告示第83号(以下「施設係数告示」という。)により告示したところであること。Cの値の意味等については、局長通達の第3の2の(4)において示されたとおりであるが、その設定方法に係る詳細は次のとおりであること。
- Cの値は、施設係数告示の別表の中欄に掲げるばい煙発生施設の種類ごとに、同表の下欄(1)に掲げる数値の範囲内で都道府県知事が定めること。
- Cの値は、当該地域におけるばい煙発生施設の窒素酸化物に係るばい煙濃度の実態等を十分に把握し、1の値との関係にも留意して、特定工場等間、業種間等で基礎排出量の算定において著しい不均衡が生ずることがないように設定すること。なお、当該ばい煙発生施設の排出特性等を勘案する場合の留意事項については、第1の2の(2)の後段に準ずること。
- 施設係数告示別表の各項の中欄に掲げるばい煙発生施設のうち、製造工程が異なること等から、窒素酸化物に係るばい煙濃度の実態等に差異が認められるばい煙発生施設がある場合には、必要に応じ同表の各項の中欄に掲げるばい煙発生施設を細分化し、細分化された施設ごとにCの値を定めることができること。
- Cの設定は、～の事項に留意して行うものであるが、排煙脱硫装置を設置するばい煙発生施設(液体燃料を使用するものに限る。)については、これまでのばい煙処理対策の経緯を踏まえ、その排出特性を勘案することが必要であると考えられることから、このような場合にあっては、別途当該施設に係る窒素酸化物の排出特性等を勘案して、Cの値を定めることができること。
- なお、当該地域において、施設係数告示別表の下欄(1)に掲げる数値の範囲内でCの値を設定することが適当でない認められるばい煙発生施設がある場合には、当該地域における当該施設に係る窒素酸化物の排出特性等を勘案して、別途Cの値を定めることができること。
- 施設係数告示別表の下欄(1)の数値については、各ばい煙発生施設から排出される窒素酸化物に係るばい煙濃度の実態、排出基準等を総合的に検討した上で各種の条件等を想定して、総量規制基準を、各ばい煙発生施設間の均衡を保ちつつ当該地域の実態を踏まえて設定することができるよう幅をもって示したものであること。
- なお、同表の下欄(1)の数値の中で特に注意すべきものについては、次のア～シのとおりであるので、Cの値を定める際の参考にされたい。
- ア 2の項の数値については、本項に掲げるばい煙発生施設は、木くず、コークス、石灰等各種の燃料が用いられ、燃料の種類により窒素酸化物に係るばい煙濃度が異なることを勘案して定めたものであること。また、本施設のうち固体燃料と他の燃料とを混焼させるものについては、当該燃料の混焼割合等に十分配慮する必要があること。なお、上限値は、石炭を専焼されるボイラーにおける実測例を参考にしたものであること。
- イ 4の項の数値については、本項に掲げるばい煙発生施設の窒素酸化物に係るばい煙濃度の実測例及び本施設のうち既設のものに対する排出基準を総合的に勘案して、令別表第1の2の項に掲げるガス発生炉のうち本施設を特掲して別途数値を定めたものであること。
- ウ 8の項の数値については、令別表第1の3の項に掲げる煅焼炉のうち、特にアルミナの製造の用に供するものの窒素酸化物に係るばい煙濃度の実態が異なっていることから、本施設を特掲して別途数値を定めたものであること。なお、上限値は、本施設を特に高温の状態で使用した時の例を参考にしたものであること。
- エ 14の項及び15の項の数値については、これらの項に掲げるばい煙発生施設の一部における窒素酸化物に係るばい煙濃度の比較的高い実測例及び排出基準におけるこれらの施設のうち既設のものの一部についての取扱いの経緯等を総合的に勘案して、令別表第1の7の項に掲げる加熱炉のうち、これらの項に掲げるばい煙発生施設を特掲して別途数値を定めたものであること。
- オ 20の項の数値については、本項に掲げるばい煙発生施設の窒素酸化物に係るばい煙濃度が、焼成炉の型式、焼成の様式等により大きく異なることを勘案して定めたものであること。
- カ 21の項の数値については、本項に掲げるばい煙発生施設の窒素酸化物に係るばい煙濃度が、焼成物の種類、焼成炉の型式、焼成の方式等により大きく異なることを勘

案して定めたものであること。なお、上限値は、本施設を1,700 を超えるような高温の状態で使用したときの排出実態の実測例を参考にしたものであること。

- キ 23 の項の数値については、本項に掲げるばい煙発生施設の窒素酸化物に係るばい煙濃度が、ガラスの種類、熔融炉の型式、酸化剤、清澄剤等添加剤の使用の有無等により大きく異なることを勘案して定めたものであること。なお、下限値は、硝酸塩を含む添加剤を用いないルツボ炉の排出実態の実測例を、また、上限値は、硝酸塩を含む添加剤を用いる光学ガラス等の製造の用に供する熔融炉等の排出実態の実測例をそれぞれ参考にしたものであること。
- ク 24 の項の数値については、本項に掲げるばい煙発生施設には人工骨材製造用キルン等各種のものがあり、施設の種類により窒素酸化物に係るばい煙濃度の実態が異なることを勘案して定めたものであること。
- ケ 27 の項の数値については、本項に掲げるばい煙発生施設の窒素酸化物に係るばい煙濃度の実態及び本施設については現時点においては排出基準が設定されていないという経緯を勘案して定めたものであること。
- コ 30 の項の数値については、本項に掲げるばい煙発生施設には、一般廃棄物の廃棄物焼却炉、下水汚泥の廃棄物焼却炉等各種のものがあり、施設の種類により窒素酸化物に係るばい煙濃度の実態が異なることを勘案して定めたものであること。
- サ 41 の項の数値については、本項に掲げるばい煙発生施設の排出実態等を参考にして定めたものであること。なお、下限値は、亜硝酸ナトリウムを用いてジアゾ化反応を行う工程に供する施設の窒素酸化物に係るばい煙濃度の実態を、また、上限値は、光二酸化法によるカプロラクタムの製造の用に供する施設の窒素酸化物に係るばい煙濃度の実態をそれぞれ参考にしたものであること。
- シ 53 の項の数値については、本項に掲げるばい煙発生施設の一部において窒素酸化物に係るばい煙濃度の比較的高い例があることを勘案して定めたものであること。
なお、上限値は、特に高温の状態で使用したときの例を参考にしたものであること。

第3 窒素酸化物に係る特別の総量規制基準の設定について

- 1 規則第7条の4第3項第1号に掲げる式を基本とした窒素酸化物に係る特別の総量規制基準(以下「特別の総量規制基準」という。)については、次に述べる事項に留意されたいこと。
 - (1) 一の特定工場等において、新たにばい煙発生施設が設置され、それに伴い既存のばい煙発生施設が廃止された場合(いわゆるスクラップ・アンド・ビルドの場合)は、当該新たに設置されたばい煙発生施設に係る W のうち当該廃止された既存のばい煙発生施設に係る W に相当する部分を同号の式において W に含め既存のものと同じに取り扱うことができること。
 - (2) ばい煙発生施設の構造等の変更により新たに特定工場等となったもの及びばい煙発生施設の構造等の変更が行われた特定工場等については、構造等の変更に係る W の増加分を W_i として取り扱うものとする。
- 2 規則第7条の4第3項第2号に掲げる式を基本とした特別の総量規制基準については、次に述べる事項に留意されたいこと。
 - (1) 規則第7条の4第3項第2号に掲げる式の C_i の設定方法については、施設係数告示により告示したところであり、局長通達の第3の(2)のイにおいて示されたところであるが、その設定の方法に係る詳細は、次のとおりであること。
 C_i の値は、施設係数告示別表の中欄に掲げるばい煙発生施設の種類ごとに同表の下欄(2)に掲げる値以上、かつ、先に定めた C の値以下の範囲内で都道府県知事が定めること。
 C_i の値を定める際の留意事項は、第2の6の(4)の、及び に準ずること。
 施設係数告示別表の下欄(2)の数値については、各ばい煙発生施設の窒素酸化物に係るばい煙濃度の実態及び新設のばい煙発生施設に係る排出基準を総合的に検討し定めたものであること。
 - (2) 一の特定工場等において新たにばい煙発生施設が設置され、それに伴い既存のばい煙発生施設が廃止された場合は、1の(1)に準じた取扱いを行うことができること。
 その際の取扱いとしては、ばい煙発生施設 A が新たに設置され、それに伴い既存のばい煙発生施設 B が廃止された場合、それぞれの規則第7条の4第3項第2号に掲げる式の V 、 C 及び C_i を、それぞれ V_a 、 C_a 及び C_{ia} 並びに V_b 、 C_b 及び C_{ib} とすると、

$$C_a V_a - C_b V_b$$
 のときには、ばい煙発生施設 A の施設係数は C_a とすること。
 また、 $C_a V_a > C_b V_b$ のときには、 V_a のうち、 $(C_b / C_a) V_b$ に相当する排出ガス量に対応する施設係数を C_a とし、残りの排出ガス量に対応する施設係数を C_{ia} とすること。
 - (3) ばい煙発生施設の構造等の変更により新たに特定工場等となったもの及びばい煙発生施設の構造等の変更が行われた特定工場等については、1の(2)に準じた扱いとすること。
 その際の取扱いは、(2)の後段に準ずることとし、この場合、ばい煙発生施設 B が構造等の変更によりばい煙発生施設 A となったものとする。

大気汚染防止法に基づくばいじんの排出基準の改正について(昭和57年5月31日、環大規191号)

昭和57年5月28日付けをもって、大気汚染防止法施行規則の一部を改正する総理府令(昭和57年総理府令第24号。以下「改正府令」という。)が制定、公布された。

改正府令の内容は、ばい煙発生施設から排出されるばいじんの排出規制の拡充等である。その考え方、改正府令の要点、留意すべき事項等は次のとおりであるので、法令の施行に遺憾なきを期されたい。

第1 今回の改正の背景と骨子

ばい煙発生施設に対するばいじんに係る排出規制については、昭和46年6月に強化を行って以来およそ11年を経過している。

今回のばいじんの排出基準の改正は、近年の石炭転換等のエネルギー情勢の変化への対応と大気中の粒子状の物質に対する対策の推進に資することをねらいとして、この間におけるばいじん対策に係る技術進歩とその実情を踏まえ、実施したものである。

なお、今回の改正の骨子は次のとおりである。

- 1 大気汚染防止法(以下「法」という。)第3条第1項の規定によるばいじんの排出基準(以下「一般排出基準」という。)及び同条第3項の規定によるばいじんの排出基準(以下「特別排出基準」という。)を強化した。
- 2 大気汚染防止法施行令(以下「令」という。)別表第1の20の項に掲げる電解炉、同表の28の項に掲げるコークス炉等の7種類の施設について、新たにばいじんの排出基準を設定した。
- 3 標準酸素濃度によりばいじん濃度を補正する方式(以下「標準酸素濃度補正方式」という。)を導入した。

第2 改正の内容

1 改正府令の要点

(1) 一般排出基準及び特別排出基準の強化

法第3条第1項及び第3項の規定に基づき、ばいじんの一般排出基準及び特別排出基準を強化した(大気汚染防止法施行規則(以下「規則」という。)別表第2の改正)。

(2) ばい煙量等測定記録表の様式の改正

標準酸素濃度補正方式の導入に伴って、法第16条に基づきばい煙量等測定記録表の様式の改正を行った。

なお、従来より標準酸素濃度補正方式を採用してきた窒素酸化物及び塩化水素の欄についても所要の改正を行った(規則様式第7の改正)。

(3) 施行期日及び経過措置等

ア 改正府令は、昭和57年6月1日から施行することとした(附則第1項)。

イ 昭和57年6月1日において現に設置されている施設(設置の工事がされているものを含むこととし、以下「既設施設」という。)については、改正後の別表第2の規定は、昭和59年6月30日までは適用せず、なお従前の例によることとした(附則第2項)。

ウ その他所要の経過措置等を設けることとした(附則第3項から附則第11項まで)。

2 規制対象施設の拡大等

次のばい煙発生施設を新たに規制対象とし、排出基準を設定した。

- (1) 令別表第1の18の項に掲げる反応炉
- (2) 令別表第1の20の項に掲げる電解炉
- (3) 令別表第1の21の項に掲げる焼成炉
- (4) 令別表第1の21の項に掲げる溶解炉
- (5) 令別表第1の23の項に掲げる焼成炉
- (6) 令別表第1の26の項に掲げる反射炉
- (7) 令別表第1の28の項に掲げるコークス炉

なお、従来より規制対象とされていたばい煙発生施設について、現時点における当該施設に係るばいじんの排出実態、対策技術の状況等を踏まえ、規則別表第2の施設の種類及び規模の区分を変更したものがある。

3 改正された排出基準による規制の水準

(1) 一般排出基準は、全国一律の施設単位の排出基準であることにかんがみ、全国の施設の種類ごとの排出実態、対策の状況等を踏まえ、原則として、現状の通常のばいじんの排出防除技術を採用すること等により達成される水準とした。

(2) 特別排出基準は、規則別表第5に掲げる区域に新たに設置されるばい煙発生施設に適用されるものであり、改正前の特別排出基準の適用を受けていた施設の排出実態、対策の状況等を踏まえ、原則として、現在の高度のレベルの対策技術を導入すること等により達成される水準とした。

4 標準酸素濃度補正方式の導入について

(1) 標準酸素濃度補正方式は、ばい煙発生施設のばいじんの発生機構に照らして、排出ガスを希釈して基準適合を図ることを防止し、施設間の公平な規制を期するための方策として、適切であると認められる施設について導入した。

なお、一部の施設については、ばいじんの排出実態及び対策技術の見通し等を踏まえ、

適用猶予期間を設けた。

- (2) 次に示す要件に該当するようばい煙発生施設については、標準酸素濃度補正方式を導入することは、必ずしも適切ではないと考えられ、本方式の導入の対象から除外した。
 - ア 熱源として電気を使用するばい煙発生施設
 - イ 燃焼工程とは別の工程(当該燃焼工程と密接かつ不可分な関連を有するものに限る。)からもばいじんが発生するため、排出ガスの希釈の状態を残存酸素濃度により評価することが困難であると認められるばい煙発生施設。
 - ウ ばいじんは燃焼工程から発生するものであるが、当該ばいじんの成分の大半が原料に起因するものであり、かつ、個別の工程や施設ごとに燃焼温度、空気比等の燃焼条件が異なり、排出ガス中の残存酸素濃度に個別の施設ごとに差異があることが一般的であると認められるため、原料に起因するばいじんも含めて排出ガスの希釈の状態を残存酸素濃度により評価することが困難であると認められるばい煙発生施設
- 5 ばいじん濃度及び残存酸素濃度の測定について
 - (1) ばいじん濃度の測定に際しての測定値の取扱い、試料の採取方法等については、従前どおり「大気汚染防止法の一部を改正する法律の施行について」(昭和46年8月25日付け環大企第5号本職通達)の第3の2及び第4の1から4までによる。

なお、今回の改正に伴い、低濃度領域におけるばいじん濃度の測定値の取扱いについては、特に慎重を期されたい。
 - (2) 残存酸素濃度の測定は、オルザットガス分析装置を用いる吸収法又はこれと同等の測定値が得られる酸素濃度分析装置を用いる。

なお、残存酸素濃度の測定位置は、ばいじん濃度を測定するための試料採取口と同一位置又はこれに極めて近い位置とする。
 - (3) ばいじん濃度を測定するための試料に係る残存酸素濃度の測定に際しては、当該試料の採取時間における平均的な値を把握する。ただし、ばいじんに係る試料の採取中に残存酸素濃度に係る試料の採取が困難であると認められる場合には、残存酸素濃度に係る試料の採取は、ばいじんに係る各1回の測定の前後において行い、それらの平均値を当該残存酸素濃度とする。
- 6 ばい煙量等の測定記録表の様式の改正について
ばい煙量等の測定記録表の様式の改正により、ばいじん、塩化水素及び窒素酸化物については、それぞれの測定値に係る排出ガス中の酸素の濃度の測定データの平均値を記載することとした。
- 7 経過措置等について
 - (1) 既設施設に係る経過措置等については、第2の1の(3)のイによることとするほか、以下の(2)から(4)まで、(6)及び(7)によることとする。
 - (2) 既設施設のうち附則別表の第2欄に掲げるもの(改正前に特別排出基準の適用を受けていたものを除く。)については、当設施設に係る附則別表の第4欄に掲げる数値を一般排出基準の値とする(附則第3項)。

ただし、次に掲げる施設については、短期間における対応の困難性等から、特に約3年の適用猶予期間を設けるとともに、あわせて、当該期間内において適用される一般排出基準の値を定めた(附則第3項ただし書)。

 - ア 附則別表の3の項に掲げるボイラー(主たる燃料として低硫黄石炭を使用するものであって、排出ガス量が20万Nm³/h以上のものに限る。)
 - イ 附則別表の6の項に掲げる煅焼炉のうち石油コークスの製造の用に供するもの(排出ガス量が4万Nm³/h以上のものに限る。)

なお、アについては、硫黄含有率が0.5%未満である石炭の使用量が、当該施設において使用される燃料の合計量の8割(発熱量換算)を超えるものを対象とすることとして取り扱うこととされたい。
 - (3) 既設施設であって、令別表第1の1の項に掲げるボイラーのうち石炭(1kg当たり発熱量5,000kcal以下のものに限る。)を燃焼させるものに係る一般排出基準については、別に適用すべき基準値を設けるとともに、標準酸素濃度補正方式の適用を猶予した(附則第4項)。
 - (4) 既設施設のうち改正前に特別排出基準の適用を受けていたものについては、原則として改正後の一般排出基準(以下「新一般排出基準」という。)が適用されるが、そうした場合、規制レベルが低下するおそれがあるものがあるため、これを是正すべく次のとおり取り扱うこととした。
 - ア 標準酸素濃度補正方式を導入しなかつた施設であって、当該施設に係る改正前の特別排出基準(以下「旧特別排出基準」という)の値が新一般排出基準の値よりも小さいものについては、旧特別排出基準を適用することとする(附則第5項)。
 - イ 標準酸素濃度補正方式を導入した施設であって、当該施設に係る旧特別排出基準の値が新一般排出基準の値よりも小さいか又は等しいものについては、当該施設に係る旧特別排出基準又は新一般排出基準のいずれか厳しい方の排出基準を適用することとする(附則第6項)。

この場合において、いずれの排出基準の方が厳しいかの判断に当たっては、当該施設の残存酸素濃度が一定の値以上であるか又は未満であるかに応じてそれぞれ新一般排出基準又は旧特別排出基準の方が厳しくなるものであることに留意した上で、個々のばい煙発生施設についての法第6条等に基づく残存酸素濃度の届出値又は残存酸素濃

度の測定値の実態をめやすとされたい。

また、現に当該施設を設置している者がいずれか厳しい方の排出基準を遵守することを確保するためには、日頃から当該施設の残存酸素濃度の実情を把握しておくことが重要であるので、その旨指導されるとともに、あわせて、遵守すべき排出基準を把握した上で所要の対策を講ずるよう指導されたい。なお、実際上は、旧特別排出基準及び新一般排出基準の両者を遵守するよう指導されることも差し支えない。

- (5) 令別表第1の10の項に掲げる反応炉のうち活性炭の製造の用に供するもの(排出ガス量が1万 Nm^3/h 未満のものに限る。)に係る特別排出基準については、対策技術の実情及び見通しにかんがみ、別に適用すべき基準値を設けた(附則第7項)。
- (6) 別表第2の2の項のボイラー(排出ガス量が1万 Nm^3/h 未満のものに限る。)、6の項のボイラー、18の項の加熱炉、26の項の焼成炉、30の項の施設、36の項の連続炉及び37の項の廃棄物焼却炉については、現時点におけるばいじんの排出実態及び対策の実情等にかんがみ、標準酸素濃度補正方式の適用を猶予した(附則第8項)。
なお、当庁としては、これらの施設については、今後ともその排出実態の把握を行う等所要の対策の推進に努めていくこととしている。
- (7) 次に掲げる施設については、短期間における対応の困難性等から、標準酸素濃度補正方式について特に約3年の適用猶予期間を設けた(附則第9項及び第10項)。現にこれらの施設を設置している者に対しては、この趣旨を十分周知徹底されるとともに、所要の対策が当該期間中に計画的かつ円滑に行われるよう格別の指導をされたい。
ア 別表第2の2の項のボイラー(排出ガス量が1万 Nm^3/h 以上4万 Nm^3/h 未満のものに限り、イに掲げるものを除く。)
イ 既設施設のうち別表第2の2の項のボイラー(排出ガス量が1万 Nm^3/h 以上20万 Nm^3/h 未満のものに限る。)

第3 留意すべき事項

- 1 改正後の排出基準は、新施設については昭和57年6月1日から適用されるものであることから、既に法第6条の規定に基づく設置の届出が行われ現在届出事項についての審査が行われている施設等、昭和57年6月1日以降に設置の工事が行われる予定となっている施設については、審査に当たり慎重に検討を行い、改正後の排出基準の適用につき遺憾なきを期されたい。
- 2 既設施設のうち、今回、新たに規制対象とし、排出基準を設定したものについては、法第26条に基づく報告を求めること等により、当該施設のばいじんの排出状況の把握に努められたい。
- 3 既設施設のうち標準酸素濃度補正方式を導入したものについては、法第26条に基づく報告を求める等により、当該施設の排出ガス中の残存酸素濃度の状況の把握に努められたい。なお、残存酸素濃度の状況については、通常のばいじん濃度の測定のための位置におけるものを把握する必要があるものである。
- 4 法第4条第1項の規定に基づく排出基準については、今回の改正の趣旨を十分に踏まえ、適切なものとするよう配慮することとし、標準酸素濃度補正方式の導入については、ばいじん濃度及び残存酸素濃度の実情、ばい煙発生施設の種類ごとのばいじんの発生機構の差異等を適切に把握することが必要であり機械的に行うことがないよう配慮されたい。
- 5 規則別表第2の2の項に掲げるボイラー(排出ガス量が20万 Nm^3/h 以上のものに限る。)であって、通常高炉ガスを燃焼させるものについては、高炉ガスの供給が停止した時のばいじん濃度の値は、排出基準の適合状況の評価に当たっては、除外することとされたい。
- 6 「令別表第1の1の項に掲げるボイラーのうち同表の8の項の中欄に掲げる触媒再生塔に附属するもの」とは、令別表第1の8の項の中欄に掲げる触媒再生塔において生成するガスを燃焼させるボイラーである。
- 7 「令別表第1の10の項に掲げる反応炉のうち活性炭の製造の用に供するもの」とは、活性炭の製造の用に供する反応炉であって、令別表第1の18の項に掲げる反応炉以外のものである。
- 8 規則別表第2の備考に規定する「直接熱風乾燥炉」とは、燃焼室からの排出ガスが乾燥室に導入されて、排出ガスと乾燥される物が直接接触する構造を有する乾燥炉である。
- 9 附則別表の17の項に規定する「気流搬送型」乾燥炉とは、銅等の選鉱後の精鉱の乾燥の用に供するものであり、粉碎機で粉碎された粉体状の精鉱を気流により搬送しながら乾燥するものである。

大気汚染防止法関係の疑義回答事例集について(昭和55年7月、環境庁大気保全局大気規制課)4
の問22、問23

(問22) ボイラーから煙道までの接続ダクトでばいじん測定を行ったところ、ダクトの方向変え等によりダクト内の中央より上部はばいじん濃度が大で、下部はばいじん濃度がほとんど零であった。このような場合、ばいじんの測定はどのように行えばよいのか。

(答22) ばいじんの採取方法は、日本工業規格(以下「JIS」という。)Z8808に定める方法によることとされており、照会のような場合には、JIS Z8808の解説に従って測定位置、測定口及び測定点を選定し、ばいじんの測定を行うこととされたい。

- (問 23) 煙突上にサイクロンを取り付けている場合の排出口におけるばいじん濃度の測定は、どのように行えばよいのか。
- (答 23) 照会のばいじん濃度については、原則としてサイクロンの出口で測定することとするが、これが困難と認められる場合は、下記の式により排出口のばいじん濃度を算定しても差し支えない。
- $$(\text{排出口におけるばいじん濃度}) = (\text{サイクロン前のばいじん濃度}) \{1 - (\text{サイクロンの捕集効率})\}$$
- サイクロンの捕集効率は、原則として JIS Z8808 に定める方法により算出することとするが、その算出が困難な場合は、サイクロン前のばいじん量と JIS B9910 に定める方法で捕集したばいじん量とを用いて算出して差し支えない。
- 参考として、煙突上にサイクロンを取りつけている例を示す。
- 図(略)

窒素酸化物に係る測定法について（昭和 57 年 7 月 16 日、環大規第 238 号）

大気汚染防止法施行規則(以下「規則」という。)第7条の5第2項に規定する環境庁長官が定める窒素酸化物の量の測定法、規則第15条第5号本文に規定する環境庁長官が定める窒素酸化物に係るばい煙濃度の測定法及び同号ただし書に規定する環境庁長官が定める事項については昭和57年3月29日、それぞれ環境庁告示第48号、第49号及び第50号をもって公布された。

これらの告示は、窒素酸化物に係る総量規制制度の導入に伴い、窒素酸化物に係る総量規制基準を適用する場合における窒素酸化物の量の測定法の整備を図り、特定工場等に設置されている排出ガス量が4万Nm³/h以上の窒素酸化物に係るばい煙発生施設の常時測定義務に係る測定等特定工場等における窒素酸化物に係るばい煙濃度の測定法の整備を図ることを目的としたものである。

貴職におかれては、窒素酸化物に係る総量規制の円滑かつ確実な実施のため、下記の事項に十分留意の上、窒素酸化物に係る適確な測定に遺憾なきを期されたい。

記

第1 窒素酸化物に係る総量規制基準を適用する場合における窒素酸化物の量の測定方法について

窒素酸化物に係る総量規制基準を適用する場合における窒素酸化物の量の測定方法は、日本工業規格(以下「JIS」という。)K0104に定める方法により窒素酸化物濃度を、JIS Z8808に定める方法により排出ガスをそれぞれ測定して算定する方法又は環境庁長官が定める方法とされている(規則第7条の5第2項)。この環境庁長官が定める方法については、昭和57年3月29日、環境庁告示第48号「窒素酸化物の量の測定法」(以下「48号告示」という。)をもって告示したところである。48号告示においては、JIS K0104に定める方法により窒素酸化物濃度を、燃焼計算から算定する方法又は出力の大きさと JIS Z8808 に定める方法により測定された排出ガス量との間に認められる相関関係を用いて算定する方法(発電の用に供するボイラーの場合に限る。)により排出ガスをそれぞれ測定して算定する方法が定められた。

これらの方法による測定の実施に当たっては以下の点に留意されたい。

1 一般的事項

窒素酸化物に係る総量規制基準は、1時間当たりに排出される窒素酸化物の量についての許容限度であることを基本とするものであるため、この1時間値を適切に把握し得るよう測定を行うこと。

なお、総量規制基準が、昭和56年11月12日付け環大規第298号本職通知(以下「56年通知」という。)第2の2の趣旨に基づき、ばい煙発生施設の1工程の中での平均的な窒素酸化物の排出の状況に着目した上で設定された場合には、それに対応する適切な窒素酸化物の量を把握すること。なお、この場合、非常に長期間の試料採取を必要とする施設に係る測定に当たっては、昭和46年8月25日付け環境庁大気保全局長通達(以下「46年通達」という。)第4の2の(1)の趣旨にのっとり、1工程を適切に代表するような期間を選定して試料採取を行っても差し支えないのでこの点留意されたいこと。

2 窒素酸化物濃度の測定方法

窒素酸化物濃度の測定については、昭和48年8月9日付け環大規第133号環境庁大気保全局長通達(以下「48年通達」という。第3の2の(3)のウによることとし、また、測定値の取扱い、試料の採取方法等については、46年通達第4の1、2及び3の趣旨に留意されたいこと。

JIS K0104に定める方法のうち連続分析法による場合は、JIS B7982に定める自動計測器を用いること。

3 排出ガス量の測定方法

排出ガス量の測定方法は、排出ガスの平均流速に煙道断面積を乗じる方法、燃焼計算による方法及び発電出力の大きさと JIS Z8808 に定める方法により測定された排出ガス量との間

に認められる相関関係を用いて算定する方法に大別することができるが、それぞれの方法についての留意点は次のとおりである。

(1) 排出ガスの流速を測定することにより求める方法について

ア 排出ガスの流速の測定に当たり、JIS T8202 に定める風速計(携帯用熱式風速計)等の気体流速計を使用する場合には、測定対象排出ガスの特性に応じた適切なものを採用すること。なお、当該流速計の指示値が排出ガスの性状(温度、圧力及び組成)及びダストの性質により影響を受ける場合には、ピトー管による測定値と比較して計測器の指示値の補正を行うこと。

イ 排出ガスの流速の測定位置は、窒素酸化物濃度を測定するための試料採取口と同一位置又はこれに極めて近い位置とすること。

ウ 排出ガスの流速を長時間連続して測定する場合には、測定位置における煙道内の平均的な流速を示す1点を測定点とすることができること。なお、この場合、計測器指示値とJIS Z8808の3規定に基づく測定点による排出ガス量測定値との関係を必要に応じ確認しておくこと。

(2) 燃焼計算により求める方法について

JIS Z8808 に定める方法は、燃焼計算によりいったん湿り排出ガス量を求め、それから排出ガス中の水分量を差し引くことによって乾き排出ガス量を求めるというものである。これに加えて、48号告示においては、いったん湿り排出ガス量を求めるのではなく、燃焼計算により直接乾き排出ガス量を求める方法が定められ、その一般的な算定式が示されたものであること。

本方法についての留意点は次のとおりである。

ア 理論乾き排出ガス量及び理論空気量は、適切に分析された燃料の組織又は排出ガスの成分を用いて、JIS B8222 又は JIS Z8808 に定める算定式により求めること。

イ 燃料使用量の測定法としては、JIS Z8762 又は JIS Z8763 に定める方法のほか、計量法第12条第5号に規定する積算体積計等があるが、測定対象燃料の特性に応じた適切なものにより測定すること。

ウ 空気比は、適切に分析された燃料の組成、排出ガスの成分を用いて求めるものとするが、液体燃料又は固体燃料を燃料とするばい煙発生施設であって、燃料の完全燃焼が行われると認められるものについては、排出ガス中の残存酸素濃度の値から求めることができるものであること。

なお、排出ガスの成分の測定位置は、窒素酸化物濃度を測定するための試料採取口と同一位置又はこれに極めて近い位置とすること。

また、排出ガス中の残存酸素濃度を自動計測器により測定する場合は、JISB7983 に定める自動計測器のうちから、測定対象排出ガスの特性に応じたものを採用すること。この場合、必要に応じオルザットガス分析法と同時測定を行い、自動計測器の指示値の確認を行うこと。

(3) 発電出力の大きさと JIS Z8808 に定める方法により測定された排出ガス量との間に認められる相関関係から求める方法

この方法は、あらかじめ JIS Z8808 に定める方法により測定された排出ガス量と出力の大きさととの間に相関関係が認められ、かつ、当該相関関係が成立するための前提となる条件が明らかにされている発電の用のみに供するボイラーにおいて、当該前提となる条件が満たされている場合に利用し得るものであること。

第2 特定工場等における窒素酸化物に係るばい煙濃度の測定について

特定工場等に設置されているばい煙発生施設のうち、ばい煙発生施設において発生し、排出口から大気中に排出される排出ガス量が4万Nm³/h以上のものに係る窒素酸化物に係るばい煙濃度の測定は、規則別表第3の2の備考に掲げる測定法又は環境庁長官が定める測定法により、常時行うこととされている(規則第15条第5号本文)。この環境庁長官が定める測定法については、昭和57年3月29日、環境庁告示第49号「窒素酸化物に係るばい煙濃度の測定法」(以下「49号告示」という。)をもって告示したところである。

また、特定工場等に設置されているばい煙発生施設に係る窒素酸化物に係るばい煙濃度の測定については、原則として規則第15条第5号本文に規定するところによるが、例外として、環境庁長官が定める場合にあっては、環境庁長官が定めるところにより行うことができることとされている(規則第15条第5号ただし書)。この環境庁長官が定める事項については、昭和57年3月29日環境庁告示第50号「大気汚染防止法施行規則第15条第5号ただし書の規定に基づき定める件」(以下「50号告示」という。)をもって告示したところである。

これらの方法等による測定の実施に当たっての留意点は次のとおりである。

1 窒素酸化物に係るばい煙濃度の常時測定について

(1) 一般的事項

常時測定は、連続測定によることを原則とし、常時測定の結果の記録は、1時間単位の窒素酸化物に係るばい煙濃度として整理すること。なお、この場合、総量規制基準の設定に当たって、56年通知第2の2の趣旨に基づき1工程の中での平均的な窒素酸化物の排出の状況に着目されたばい煙発生施設については、当該1工程の中での平均的な窒素酸化物に係るばい煙濃度についても整理すること。

(2) 規則別表第3の2の備考に掲げる測定法について

ア 一般的事項

- (ア) 測定器は、測定対象排出ガスの特性に応じたものを採用すること。
- (イ) 測定器は、直射日光、振動、高温等、計測値に影響を及ぼす要因が少なく、かつ保守管理が容易な場所を選んで設置すること。
- (ウ) 排出ガスの採取系統については、導管はできる限り短かくし、加熱保温して、水分等の凝縮を防止すること。
- (エ) 測定器の校正等、保守管理は十分に行い、測定値の精度の管理に努めること。

イ 排出ガス中の窒素酸化物濃度の測定

JIS B7982に定める自動計測器を使用して、JIS K0104に定める方法のうち連続分析法により行うこと。

また、46年通達第4の3の(1)及び48年通達第3の2の(3)のウの(ウ)に留意すること。

ウ 排出ガス中の残存酸素濃度の測定

JIS B7983に定める自動計測器を使用して測定することとし、必要に応じオルザットガス分析法と同時測定を行い、自動計測器の指示値の確認を行うこと。

測定位置は、窒素酸化物濃度を測定するための試料採取口と同一位置又はこれに極めて近い位置とすること。

(3) 環境庁長官が定める測定法について

49号告示においては、規則第15条第5号本文に規定する環境庁長官が定める窒素酸化物に係るばい煙濃度の測定法として、ばい煙発生施設の使用の状況等に係る指標と窒素酸化物に係るばい煙濃度(規則別表第3の2の備考に掲げる方法により測定されたものに限る。)との間に認められる相関関係を用いて、当該指標から窒素酸化物に係るばい煙濃度を算定する方法が定められたこと。

窒素酸化物の生成機構は非常に複雑であり、その生成に影響を有する各種の因子を変数とした理論式を用いて窒素酸化物に係るばい煙濃度を演繹的に求めることは、一般的には困難である。

しかしながら、個々のばい煙発生施設に着目すれば、当該施設の使用の状況等に係る指標のうち特定のものや窒素酸化物に係るばい煙濃度との関係を、相当程度の相関関係をもって経験的に明らかにすることが可能であるものが存在することが知られている。すなわち、実際のばい煙発生施設は、一定の条件の下に計画的に運転、稼働されることが一般的であるため、窒素酸化物の生成に関連する多数の因子は、それぞれ独立して変化するものではなく、通常は、1又は少数の主要因子に從属する関係となる場合が多く、当該主要因子を発見してそれを指標とし、当該指標と窒素酸化物に係るばい煙濃度との関係を個々の施設ごとに調査し、検討することによって、両者の関係に相当程度の相関性を見出すことができることがあるものである。

ア 概要

(ア) 相関性の検討

本方法により窒素酸化物に係るばい煙濃度の測定を行おうとするばい煙排出者は、まず対象とする施設について、特定の指標(ばい煙発生施設の使用の状況等に係るものに限る。)と窒素酸化物に係るばい煙濃度との間に一定の相関関係が成立し、その関係を用いて窒素酸化物に係るばい煙濃度を相当程度の精度で算定し得るかどうかについて検討し、当該施設における本方法の適用の可否について結論を導かなければならないこと。この場合、相関性についての検討は、次のように行うこと。

() 関連データの収集

対象とする施設について、本方法の適用の可否についての検討を行うために必要なデータを実測により把握すること。データは次に掲げるものを同時に把握するとともに、当該施設の実態を十分に把握することができるよう複数のデータを把握すること。

[ア] ばい煙発生施設の使用の状況等に係る指標

[イ] 窒素酸化物に係るばい煙濃度

なお、[ア]についてのデータの収集は、当該施設の運転条件、稼働条件等の変動の状況等を十分に踏まえた上で、当該指標の通常変動する範囲全般にわたって行うこと。

() 相関性の検討の実施

対象とする施設の使用の状況等に係る指標のデータと窒素酸化物に係るばい煙濃度のデータの相関関係を解析し、相関性の有無についての検討を行うこと。この場合、留意点は次のとおりである。

[ア] ばい煙発生施設の使用の状況等に係る指標のデータと窒素酸化物に係るばい煙濃度のデータとの相関性の有無については、両者の回帰式を求め、その統計的解析を行うことにより検討すること。この場合、ばい煙発生施設の使用の状況等に係る指標は、複数の種類であっても差し支えないが、1種類であることが実際的であると史料されること。

[イ] ばい煙発生施設の使用の状況等に係る指標から回帰式を用いて算定された窒素酸化物に係るばい煙濃度の値の大半について、その実測値に対する比が0.9~1.1の範囲内にあたる場合に、相関関係が認められるものであること。

[ウ] 相関関係は、通常、当該施設の使用の状況等のうち一定のものが一定の条件下

にあること等を前提として成立することが多い。例えば、使用する燃料の種類、性状、施設の負荷率等に関する事項が考えられる。そこで、相関関係が成立するためのこれらの前提となる条件を把握した上で、本方法を適用していく際の制約条件として明らかにしておくことが必要であること。

(イ) 本方法の実施

本方法を使用するに当たっては、(ア)の()で明らかにされた前提となる条件が満たされていることをあらかじめ確認すること。

本方法により窒素酸化物に係るばい煙濃度の測定を実施していく際には、2月を超えない作業期間ごとに1回以上、本方法により算定された窒素酸化物に係るばい煙濃度を規則別表第3の2の備考に掲げる測定法により測定された窒素酸化物に係るばい煙濃度の実測結果と照合して、両者が相当程度適合していることを確認することとされたが、この場合の確認は、実測値に対する本方法による算定値の誤差が±10%以内であることを旨とする。

イ 都道府県知事の関与、指導

個別のばい煙発生施設における本方法の適用の可否に関する検討、判断は、本方法を用いようとするばい煙排出者が行うものであるが、当該検討、判断が当該施設について適切なものであるか否かについて、あらかじめ客観的な評価が行われることが必要であると考えられる。このため、貴職におかれても、この点を踏まえ、本方法を使用して、窒素酸化物に係るばい煙濃度の測定を行おうとするばい煙排出者に対しては、あらかじめ報告を求めるとともに、当該施設について、その使用の状況等に係る指標と窒素酸化物に係るばい煙濃度との相関性についての検討が適切なものであるか否か、相関性が十分に確保され得るものであるか否か、相関関係が成立するための前提となる条件が適切に把握され得るものであるか否か等について評価の上、所要の指導を行われたいこと。

この場合、相関性が十分に確保され得るものであるか否かの評価に当たっては、必要に応じ立入検査を行うこと等により確認されたいこと。

なお、都道府県知事が定める事項としては、本方法を使用しようとするばい煙排出者に対して、あらかじめ、その適否について都道府県知事が評価するために必要な事項の報告を求めるときの事項等を定められたいこと。当該事項の例としては、次のようなものが考えられるので参考とされたいこと。

1 報告を求める事項

本方法を使用しようとするばい煙排出者の氏名又は名称及び住所並びに法人にあっては、その代表者の氏名
対象とするばい煙発生施設が設置されている工場又は事業場の名称及び所在地
対象とするばい煙発生施設の

- (a) 種類
- (b) 構造の概要(規模を含む。)
- (c) 使用の方法(使用する原料又は燃料の種類及び性状、運転条件及び稼働条件の変動の実績等)

相関関係の検討のための調査の方法

- (a) 採用する指標の名称及びその選択理由
- (b) 実測調査の方法及びその結果

○窒素酸化物に係るばい煙濃度について
測定年月日及び時刻(開始時刻～終了時刻)
測定者
測定箇所
測定結果

○採用する指標について
ばい煙発生施設の運転条件及び稼働条件
測定の方法及び結果

採用する指標と窒素酸化物に係るばい煙濃度との間に認められる相関関係(なお、次に掲げる書類を提出すること。)

- (a) 相関関係の検討の方法を明らかにする書類(図を添付)
- (b) 相関関係が認められることを明らかにする書類(図を添付)

対象とするばい煙発生施設に係る本方法の実施の概要

- (a) 相関関係が成立するための前提となる条件
- (b) (a)が満たされていることを確認する方法

2 報告の方法に関する事項

報告の時期

報告の方法

2 窒素酸化物に係るばい煙濃度の常時測定の例外について

(1) 一般的事項

50号告示は、特定工場等に設置されている排出ガス量が4万Nm³/h以上のばい煙発生施設に係る窒素酸化物に係るばい煙濃度の測定について定めたものであり、排出ガス量が4万m³/h未満のものについては何ら定めるところではないので、排出ガス量が4万m³/h未満のものに係る窒素酸化物に係るばい煙濃度の測定は、規則第15条第5号本文に定めるところによるものであること。

(2) 第1号について

排出ガス量が4万 m^3/h 以上のばい煙発生施設が複数であり、そのうちの1のばい煙発生施設の窒素酸化物に係るばい煙濃度を常時測定することによって、その他のばい煙発生施設の窒素酸化物に係るばい煙濃度を把握し得る場合には、当該代表とし得るばい煙発生施設の窒素酸化物に係るばい煙濃度を常時測定している限りにおいて、その他のばい煙発生施設に係る窒素酸化物に係るばい煙濃度の測定は、2月を超えない作業期間ごとに1回以上で足りることとされたこと。

なお、本号が適用されるための条件としては、1の特定工場等において排出ガス量が4万 m^3/h 以上のばい煙発生施設が複数あり、それらについて種類、構造、操業の系統、使用の方法及び窒素酸化物の排出特性に同一性がなければならないこととされたこと。この同一性の確認に当たっての留意事項等は次のとおりである。

ア 種類

種類の同一性を判断するに当たっては、大気汚染防止法施行規則の規定に基づき施設係数の値を定める方法を定める件(昭和56年9月環境庁告示第83号)の別表の第2欄に掲げるばい煙発生施設の種類区分(都道府県知事が更に区分した場合にはその区分)を異にするばい煙発生施設は同一性を有しないものとする。

イ 構造

構造の同一性を判断するに当たっては、ばい煙発生施設の設置の届出書のうち規則様式第1の別紙1(添付図を含む。)が参考となるものであること。

ウ 操業の系統(ばい煙の発生に係るもの)

ばい煙の発生に係る操業の系統の同一性を判断するに当たっては、ばい煙発生施設の設置の届出書の添付書類のうち、規則第8条第2項第3号に基づくものが参考になるものであり、複数のばい煙発生施設が同一の製造等の工程の中に位置づけられていること等が必要であること。

エ 使用の方法

使用の方法の同一性を判断するに当たっては、ばい煙発生施設の設置の届出書のうち規則様式第1の別紙2が参考になるものであり、燃料又は原料の種類、性状が共通のものであること、燃焼温度、空気比等の燃焼条件に差異が認められないこと等の条件を満たしていることが必要であること。

オ 窒素酸化物の排出特性

ア～エに掲げるものが同一の場合は、窒素酸化物の排出特性もまた同一であることが一般的には推定されるが、窒素酸化物の生成機構は複雑であることから、窒素酸化物に係るばい煙濃度の測定結果からみて、施設の運転、稼働パターンが同一の時には、各施設の窒素酸化物に係るばい煙濃度にはほとんど差異が認められないことが確認されていることが必要であること。

なお、本号の趣旨は上記のとおりであり、したがって本号にいう同一性を有するか否かの判断に当たっては、形式上の同一性を求めるというよりも、代表施設に係る窒素酸化物に係るばい煙濃度の常時測定によってその他のばい煙発生施設に係る窒素酸化物に係るばい煙濃度を把握するという目的に照らして判断されるべきものであること。

したがって、ア～オに掲げた要件の中には、上記の目的に照らした場合比重の大小があり、例えば、使用される原料又は燃料の種類等の同一性等施設の使用の方法についての同一性にはかなりの厳密性が要求されるのに対して、構造の一要素である規模の同一性等にはそこまで厳密性は要求されない、といったことに注意する必要があること。

本号に規定する場合に該当するか否かについての確認は、ばい煙排出者が行うべきものであるが、あらかじめその確認に対する客観的な評価を加えておくことが必要であると考えられる。

したがって、責職におかれては、本号に基づき測定を実施しようとするばい煙排出者に対しては、あらかじめ同一性の判断のために必要な事項等の報告を求め、所要の評価と指導を行われたいこと。

また、本号に基づく測定の実施に当たっては、常時測定を行う1のばい煙発生施設以外のばい煙発生施設に係る窒素酸化物に係るばい煙濃度の測定は、2月を超えない作業期間ごとに1回以上で足りることとされたが、常時測定を行う施設とその他の施設の運転条件、稼働条件等の関連を常に把握することにより、常時測定を行う施設以外の施設の窒素酸化物の排出状況の把握にも努めるよう指導されたいこと。

(3) 第2号について

排出ガス量が4万 Nm^3/h 以上のばい煙発生施設又はこれを含む2以上のばい煙発生施設から排出される窒素酸化物の量が常時測定されている場合には、当該排出ガス量が4万 Nm^3/h 以上のばい煙発生施設に係る窒素酸化物に係るばい煙濃度の測定については、規則別表第3の2の備考に掲げる測定法により、2月を超えない作業期間ごとに1回以上行うことで足りることとされたこと。

本号に基づく測定に当たっての留意事項は次のとおりである。

ア 規則第7条の5第2項に掲げる測定法により窒素酸化物の量を測定するに当たっては、第1で述べた事項(連続測定法に関するものに限る。)及び第2の1の(2)のアに留意すること。

イ 窒素酸化物の量とばい煙発生施設の使用の状況等に係る指標との間に認められる相関関係を用いて窒素酸化物の量を求める方法については、第2の1の(3)で述べた事項に準

ずること。

(4) 第3号について

排出ガスの大部分が過剰空気であると認められるばい煙発生施設(排出ガス量が4万 m^3/h 以上20万 Nm^3/h 未満のものに限る。)に係る窒素酸化物に係るばい煙濃度の測定は、規則別表第3の2の備考に掲げる測定法により、2月を超えない作業期間ごとに1回以上行うことで足りることとされたこと。

なお、この場合「排出ガスの大部分が過剰空気である」ばい煙発生施設としては、電気炉等排出ガス中の残存酸素濃度が通常19%を超えた状態にあると認められるものがこれに該当するものとして取り扱われたいこと。

(5) その他

特定工場等における測定は、総量規制基準の確実な遵守のための基本であることから、特定工場等における測定体制の整備には、格別の御指導を賜りたい。このため、特定工場等に設置されているばい煙発生施設において発生する窒素酸化物に係るばい煙排出者に対して、早期に、当該ばい煙発生施設に係る測定計画を提出させること等により、適切な測定体制の整備を円滑に実施することができるよう十分に指導されたい。

特に、ばい煙発生施設の使用の状況等に係る指標から窒素酸化物に係るばい煙濃度又は窒素酸化物の量を算定する方法の採用及び50号告示の規定の運用については、あらかじめ十分に確認を行い、適切なものとなるよう十分に指導されたい。

また、測定の結果については、常時の測定の結果は規則第15条第7号に定めるところにより、また、それ以外の測定の結果は同条第6号に定めるところにより規則様式第7により、それぞれ記録し、保存することとされているが、特定工場等における測定の結果の記録に当たっては、次の点に留意するよう関係ばい煙排出者を指導されたいこと。

ア ばい煙発生施設の使用の状況等に係る指標から窒素酸化物に係るばい煙濃度を常時測定する場合には、相関関係が成立するための前提となる条件の確認の状況、規則別表第3の2の備考に掲げる測定法により2月を超えない作業期間ごとに1回以上実施した窒素酸化物に係るばい煙濃度の測定の結果及び相関の程度の確認の状況を併せて記録しなければならないこと。

イ 50号告示の第2号に基づく測定の結果は、規則様式第7により記録することとなるが、排出ガス量が4万 Nm^3/h 以上のばい煙発生施設又はこれを含む2以上のばい煙発生施設において発生し、排出口から大気中に排出される窒素酸化物の量の常時の測定の結果を、同様式の備考欄に記載しなければならないこと。

大気汚染防止法施行規則の一部を改正する総理府令の施行等について（昭和57年8月31日、環大規273号）第3の2

2 硫黄酸化物に係る総量規制基準を適用する場合の測定及びばい煙排出者による硫黄酸化物に係るばい煙量の測定（常時の測定を除く。）に関する事項

(1) 排出ガス中の硫黄酸化物濃度の測定について

ア 排出ガス中の硫黄酸化物濃度の分析については、昭和46年8月25日付け環大企第5号環境庁大気保全局通達（以下「46年通達」という。）第4の5本文により行うこと。

イ 分析法は、JIS K0103に定める分析法のうちから測定対象排出ガスの特性に応じたものを採用すること。

ウ JIS K0103に定める方法のうち連続分析法による場合は、アにかかわらず、JIS B7981に定める自動計測器を用いることとし、この場合、JIS K0103に定める分析方法のうち、全硫黄酸化物を分析する方法と同時測定を行い、測定器の指示値と全硫黄酸化物濃度との関係を確認しておくこと。その場合の試料採取位置は、自動計測器の採取位置と同一位置又はこれに極めて近い位置とすること。また、確認は、自動計測器の整備、採取系統の変更等がある場合のほか、必要に応じ適宜行うこと。

(2) 排出ガス量の測定について

排出ガス量の測定については、昭和57年7月16日付け環大規第238号本職通知（以下「57年通知」という。）第1の3によること。ただし、排出ガスの流速又は成分の測定位置は、いずれも硫黄酸化物濃度を測定するための試料採取口と同一位置又はこれに極めて近い位置とすること。

(3) 燃料の硫黄含有率の測定について

燃料の硫黄含有率を連続測定器を用いて測定する場合は、JIS K2541又はJIS K2301の回分式測定により連続測定器の指示値の確認を必要に応じ適宜行うこと。

(4) 燃料使用量の測定について

燃料使用量の測定については、57年通知第1の3の(2)のイにより行うこと。

大気汚染防止法に基づくばいじんの排出基準の改正に関する疑義について（質疑応答）（昭和57年12月3日、事務連絡）3の(3)、(4)

質疑	回答
<p>(3)局長通達第2の5の(3)によると、「ばいじんに係る試料の採取中に残存酸素濃度に係る試料の採取が困難であると認められる場合には、残存酸素濃度に係る試料の採取は、ばいじんに係る各1回の測定の前後において行い、それらの平均値を当該残存酸素濃度とする。」とされているが、実際に、ばいじん濃度を測定する場合における酸素濃度の測定はどのように行えば良いのか。</p>	<p>(3)ばいじんに係るばい煙濃度の測定においては、当然ばいじんに係る試料の採取中に残存酸素濃度に係る試料の採取を行うべきであり、左記の取扱いはこれが困難である場合にのみ認められるもので、ばいじんに係る各測定の前後において酸素濃度の測定を行い、その平均値をもって残存酸素濃度として標準酸素濃度補正を行うこととしたものである。</p> <p>また、ばいじんに係る試料の採取を短時間の間隔で連続的に行う場合、残存酸素濃度の測定については、次の例のように、合理的に実施することも可能である。</p> <p style="text-align: center;">〔サンプル1〕</p> <p>O₂ 測定 ばいじん測定</p> <p style="text-align: center;">〔サンプル2〕</p> <p>O₂ 測定 ばいじん測定</p> <p style="text-align: center;">〔サンプル3〕</p> <p>O₂ 測定 ばいじん測定 O₂ 測定</p> <p>この例では、ばいじん測定の各サンプルの前後のO₂測定結果の平均値をもって残存酸素濃度とすることによって、ばいじんに係る試料を3回採取する前後で酸素濃度を4回測定することとなる。</p> <p>なお、ばいじんに係るばい煙濃度の測定において煙突断面内の複数の点で連続的に吸引するような場合（移動採取法）にあつては、残存酸素濃度の測定はその都度行う必要はない。</p>
<p>(4)規則様式第7の改正により、Cs及びCを記載することとされたが、その場合、数的処理（3桁目以下を切りすて）をしたCsをもって計算することによってCを求めるのか。</p>	<p>(4)3桁のCsから3桁のCを求め、それを平均して2桁のCとする。</p>

大気汚染防止法の一部を改正する法律の施行について（通知）（平成17年6月17日、環管大発第050617001号） 第10 VOC濃度の測定

<p>1 測定法</p> <p>VOC排出者は、当該VOC排出施設に係るVOC濃度を測定し、その結果を記録しておくなければならないこととした（法第17条の11）。</p> <p>VOC濃度の測定は、告示に定めるところによる（規則第15条の3）。告示においては、個々の物質を測定するのではなく、VOCの炭素数を捉えて包括的に測定することとし、分析計としては、「触媒酸化・非分散形赤外線分析計（NDIR）」又は「水素炎イオン化形分析計（FID）」を使用することとした（告示別表第1の第1の2）。</p> <p>2 測定の回数</p> <p>測定の回数は、年2回以上とした。ただし、1年間につき継続して休止する期間（前年から引き続き休止し、かつ、その期間のうち前年に属する期間が6ヶ月未満である場合は、当該前年に属する期間を含む。）が6ヶ月以上のVOC排出施設に係る測定については、年1回以上とした（規則第15条の3）。</p> <p>本規定は、規制の施行の日（平成18年4月1日）から施行されるものであるが、同日時点で継続して休止しているVOC排出施設については、同日以前の継続休止期間を合算して、平成18年の測定回数を定めて差し支えない。</p> <p>本規定は、継続休止期間が6ヶ月以上であれば、残余の稼働期間の長短にかかわらず、少なくとも年1回はVOC濃度の測定を義務づけるものであるが、1年を通して休止し、VOCを大気中に排出していないVOC排出施設については、VOC濃度の測定は必要ない。</p> <p>3 測定の結果の記録</p> <p>測定の結果は、所定の事項を記録し、これを3年間保存する必要があることとした。記録する様式は特に定めないこととした（規則第15条の3）。なお、測定の結果について都道府県知事への報告義務はないが、法第26条の規定に基づき、都道府県知事は報告を求めること</p>

ができる。

4 測定を行う時間及び時期

(1) 測定を行う時間

VOCが排出される工程では、バッチ式の操業が行われる等、常に平均的な濃度でVOCが排出されるときは限らない状況が多いため、捕集バッグによる試料採取は、20分間行うこととした（告示別表第1の第4の1(3)）。

(2) 測定を行う時期

試料の採取は、一工程でVOCの排出が安定した時期とすることとした（告示別表第1の備考1）。ここでいう「一工程」としては、使用するVOCや施設の操業状況等を勘案して排出濃度が最も高くなると考えられる工程を選定することとする。

ただし、排出ガス処理装置の運転の開始時又は切り替え時における、ごく短時間に限り特異的に高濃度の排出が生じる場合のVOC濃度については、測定値から除外することとした（告示別表第1の備考2）。

5 一施設で複数の排出口を有する場合の測定

一施設で複数の排出口を有する場合、全ての排出口において測定する方法の他、以下のいずれかの方法をとることも可能とした（告示別表第1の備考3）。

施設の構造等から最高濃度のVOCを排出している排出口が特定できる場合は、当該排出口において測定する。

各排出口からのVOC濃度を測定し、その値を以下の式のように排出ガス量で加重平均する。この場合、排出ガス量の測定は、JIS Z 8808（排ガス中のダスト濃度の測定方法）に定める方法による。なお、施設の構造等から、VOC濃度を一部の排出口で代表させることができる場合には、当該排出口におけるVOC濃度を測定すればよい。

$$\text{VOC濃度の加重平均値} = \frac{C_1 \times V_1 + C_2 \times V_2 + \dots + C_n \times V_n}{V_1 + V_2 + \dots + V_n}$$

C 各排出口のVOC濃度
V 各排出口の排出ガス量
n 排出口の数

6 フレアスタック処理に係る特例

フレアスタック（グラウンドフレアを含む。）により排出ガスを燃焼処理している場合には、測定が不可能であるため、VOC濃度を測定する必要はなく、排出基準に適合しているものとみなすこととした（告示別表第1の備考4）。排出ガスをボイラー等で燃焼処理している等、測定が可能なものについては、測定が必要となるので留意されたい。

7 貯蔵タンクに係る特例

貯蔵タンク（排出ガス処理装置を設置しているものを除く。）にあつては、非常に高濃度のVOCが排出されるため、災害を防止する観点から、計算により求めたVOC濃度をもって測定に代えることができることとした（告示別表第1の備考5）。

8 複数のVOC排出施設に係る測定

(1) 複数のVOC排出施設から集合煙突を通じて排出されるVOC濃度は、集合煙突単位ではなく、個々の施設ごとに測定することが原則であるが、測定対象施設以外の施設を停止させて集合煙突におけるVOC濃度を測定してもよい。

(2) 複数のVOC排出施設のVOCを集合して排出ガス処理装置で処理している場合のVOC濃度は、各施設の出口におけるVOC濃度を測定し（測定が著しく困難な場合には計算により算定することも可。）、それに以下の係数を乗じたものとする。

$$\text{係数} = \frac{1 \cdot \text{処理効率} = \text{処理装置出口のVOC濃度}}{\text{処理装置入口のVOC濃度}}$$

9 自主測定に係る取扱い

上記の義務的な測定以外に、VOC排出者が自主的に検査をする場合や、都道府県がVOC排出施設の概況を把握するために検査をする場合には、告示に定める測定法以外の簡便な測定法を用いることを妨げるものではない。

大気汚染防止法施行規則の一部を改正する省令の施行について（平成22年8月4日、環水大大発第100804001号）

大気汚染防止法施行規則の一部を改正する省令（平成22年省令第15号、以下「改正省令」という。）が平成22年8月4日に公布され、同日より一部施行された。

今回の改正は日本工業規格（以下「規格」という。）K0106（排ガス中の塩素分析方法）の改正に伴い、所要の改正を行ったものであり、改正省令の内容及び留意すべき事項は下記の通りであるので、改正省令の施行にあたって留意されたい。

記

第1 改正省令の要点

1. 公定法の範囲

大気汚染防止法施行規則別表第3に掲げる有害物質の測定法は、下表のとおりであるが、大気汚染防止法（以下「大防法」という。）第3条の排出基準の適用及び第16条のばい煙量等の測定に係る測定法（以下「公定法」という。）は、規格本体及び付属書（規定）とし、付

属書（参考）は含まれないので留意すること。

有害物質	公定法
カドミウム及びその化合物	規格 K0083
塩素	規格 K0106
塩化水素	規格 K0107
弗素、弗化水素及び弗化珪素	規格 K0105
鉛及びその化合物	規格 K0083

2. 規格の廃止に伴う措置

今般の規格の改正に伴い、規格から除外された測定法（規格 K0106 の連続分析法）は、改正省令附則の規定により、公定法として平成 22 年 10 月 1 日以降使用できなくなるので、塩素の排出基準が適用されるばい煙発生事業者に対しその旨周知するとともに、排出基準を適用する場合には留意すること。

第 2 その他留意すべき事項

1. 規格の改廃に係る措置

今後の規格改正により規格に追加された公定法については、規格が工業標準化法（昭和 24 年法律第 185 号）の規定により公示された日から使用することができることとし、規格から除外された測定法については、ばい煙排出事業者に対し公定法により測定するよう指導するとともに、排出基準を適用する場合には留意すること。

2. 酸素濃度の測定法

ばいじん、窒素酸化物等の測定に際し必要となる排ガス中の酸素濃度の測定について、オルザットガス分析装置を用いる吸収法又はこれと同等の測定値が得られるものとして、規格 K0301（排ガス中の酸素分析方法）（規格本体及び付属書（規定）に限る。）が該当することとするので、留意すること。

大気汚染防止法、水質汚濁防止法及びダイオキシン類対策特別措置法の届出対象施設の設置等に係る届出事務処理短縮への取組について（平成 24 年 3 月 30 日、環水大総発第 120330003 号・環水大発第 120330004 号・環水大水発第 120330017 号）別紙 1 大気汚染防止法 Q & A 集 5. ばい煙量等の測定（法 16 条関連）

(1) 測定回数

休止中の取扱い

大気汚染防止法施行規則第 15 条では「1 年間につき継続して休止する期間が 6 月以上のばい煙発生施設に係る測定については、年 1 回以上」とあるが、1 年以上休止中の施設も測定は年 1 回以上なのか。

回答

休止中の施設は、ばい煙を排出しないため、測定の必要はない。

(2) 測定方法

自動測定器の取扱い

総量規制等で、事業者が自動測定器を設置しているが、その結果をもって法第 16 条で定めるばい煙量等の測定を行ったとみなせるのか。

回答

自動測定結果の取扱いについて、施行規則に定める測定方法として認められている分析法であれば、その結果を法第 16 条で定めるばい煙量等の測定に用いることは差し支えない。ただし、SO_x に関しては、SO₂ から SO_x への換算が必要であることから、排ガスの SO_x と SO₂ の比率が一定である場合に限られること、排ガス量の測定を併せて行い、単位換算することなどが必要となる（昭和 46 年 8 月 25 日、環大企第 5 号）。

複数ある排出口の選定について

排出口（煙突経路）が 2 箇所あるばい煙発生施設の測定について、次のいずれで指導すればよいか。

(a) 各々の排出口で測定させる。

(b) 両方を測定してみて同一の性状と認められれば片方のみで測定する。

回答

排出口すべてについて排出基準を満たすことが必要である。

複数ある排出口の選定について

1 つの施設が複数の排出口を有するときには、個々の排出口ごとに測定すべきであるが、施設構造上ばい煙濃度が最も高いと推察される排出口が明確な場合、その排出口で基準を満足していれば他の排出口で測定をする必要はないと考えるがどうか。

回答

排出口すべてについて排出基準を満たすことが必要である。

(4) 測定結果

計量証明について
社内分析による結果について計量証明が必要か。

回答
環境計量証明書は、施行規則で定める測定方法による社内分析の結果を法第16条に定めるばい煙量等の測定結果とする場合は不要であるが、第三者に委託等を行う場合には計量法の規定により計量証明書が必要である。

電子ファイルによる保存について
大気汚染防止法第16条のばい煙等の測定結果を電子ファイルで保存してもよいか。

回答
大気汚染防止法第16条で「ばい煙排出者は環境省令で定めるところにより、…、その結果を記録し、これを保存しなければならない。」と記述され、大気汚染防止法施行規則第15条第2項第1号で「前項各号の測定（…）の結果は、様式第7によるばい煙量等測定記録表により記録し、その記録を3年間保存すること。」同項第2号で「前項第1号及び第4号の常時の測定の結果は、測定年月日、測定箇所、測定方法及びばい煙発生施設の使用状況を明らかにして記録し、その記録を3年間保存すること。」と記述されている。大気汚染防止法施行規則第15条第2項第1号若しくは、第2号に定められた様式の型式、内容を記載できれば電子ファイルで保存することも可能と考える。

大気汚染防止法施行規則の一部を改正する省令の施行について（通知）（平成25年3月6日、環水大発第1303061号）

大気汚染防止法施行規則の一部を改正する省令（平成25年環境省令第4号）が平成25年3月6日に公布され、即日より施行される。

ついては、下記の事項について、適切に運用されるようお願いいたします。

なお、本通知は地方自治法（昭和22年法律第67号）第245条の4第1項の規定に基づく技術的な助言であることを申し添えます。

記

1 改正の背景及び趣旨

これまでの取組の結果、揮発性有機化合物（以下「VOC」という。）の排出量が目標を大幅に上回る削減を達成した状況を踏まえ、事業者の負担軽減を図り、より効率的な体系作りを推進するため、VOC濃度の測定に係る規定について、所要の改正を行うこととしたものです。

2 改正内容

大気汚染防止法第17条の12の規定に基づくVOC濃度の測定は、VOC排出施設を稼働させている時間帯において、最も負荷のかかる時にVOC濃度を測定すればよいことから、年1回以上としました。

なお、今回の改正において、VOC排出施設の休止に係る措置を定めていませんが、「大気汚染防止法の一部を改正する法律の施行について（通知）」（平成17年6月17日付け、環管大発第050617001号）第10、2の「1年を通して休止し、VOCを大気中に排出していないVOC排出施設については、引き続きVOC濃度の測定は必要ない。」については、今後も同様に取り扱うこととするので、ご了承ください。

大気汚染防止法の一部を改正する法律等の施行について（平成28年9月26日、環水大発第1609264号）第4

第4 測定法及び測定結果の確認について

1 測定法

排出ガス中の水銀濃度には一定の変動があるところ、その測定法は、平常時における平均的な排出状況を捉えた規制となるよう、排出状況を適切に代表する試料を測定できるサンプリング時間、方法及び頻度とすることに留意しつつ、また、規制対象となる事業者及び規制を実施する行政双方の負担が過大とならないことに配慮して、排出ガス中の水銀測定法を告示のとおり定めた。

水銀測定法に関する留意事項等は次のとおりである。

(1) 測定対象

水銀には、ガス状水銀と粒子状水銀の2形態がある。欧米の測定法では、ガス状水銀と粒子状水銀を合わせた全水銀を測定対象としており、諸外国とのデータの比較を考えると、我が国も全水銀を測定対象とすることが望ましい。また、多くの場合は粒子状水銀が全水銀に占める割合は小さいと考えられるものの、実態調査において、ガス状水銀と粒子状水銀が同程度排出されていた施設が存在したことから、ガス状水銀と粒子状水銀をそれぞれ測定し、その濃度の合計（以下「全水銀の濃度」という。）により排出基準への適合を判断することとしている。ただし、一定の条件を満たす場合には、ガス状水銀の濃度をもって全水銀の濃度とみなすことができる（本章「5. 粒子状水銀の取扱いについて」を参照）。

(2) 試料採取方法

試料採取方法については、ガス状水銀及び粒子状水銀それぞれについて、以下のとおりとした。

ガス状水銀

告示においては、JIS K 0222 に規定されている「湿式吸収—還元気化原子吸光法」による捕集を基本とした試料採取方法を規定している。すなわち、排出ガスを硫酸酸性過マンガン酸カリウム溶液（以下「吸収液」という。）に吸収させて、以降の処理・分析を行う。

排出ガスの吸引量については、平均的な排出状況を捉えるため、JIS K0222 で規定されている 20 L 程度から増大させて、100 L 程度吸引することとした。ただし、水銀排出施設を 1 時間間隔でバッチ稼働させている場合など、100 L 程度の連続吸引が不可能な場合は、連続吸引可能な最大吸引量とする。

試料採取に当たっては、吸収液を入れた吸収瓶を 2 本以上直列に連結し、最終の吸収液中の水銀濃度が、直前の吸収液中の水銀濃度の 5% 以下であることを確認する。

また、JIS K 0222 において、「鉱石などのばい焼ガスなど二酸化硫黄の濃度の高い排出ガスや有機物の多い排出ガスでは、水酸化カリウムなどの吸収液による洗浄を行う。」とされているものの、硫黄分を多く含む排出ガスでは、水酸化カリウム溶液による排出ガス洗浄を行った場合に疑似ピークが検出されることに加え、欧米の規格では、洗浄に過酸化水素を採用している。したがって、排出ガスの洗浄が必要な場合は、過酸化水素などを用いることとし、洗浄に用いた溶液の下流の吸収液への飛沫を防ぐこと及び下流にある装置を保護するため、洗浄に用いた溶液と過マンガン酸カリウム溶液との間に空瓶を置くこととした。更に、洗浄に用いた溶液及び空瓶に捕集された溶液についても、水銀濃度の定量を行うことが必要である。

排出ガスの洗浄を行う場合、実際の排出ガス中に含まれる夾雑物の種類や濃度は様々であると考えられることから、一律に規定しないが、試料採取中に過マンガン酸カリウム溶液の変色が生じないように、それぞれの排出ガスの特徴に応じて、事業者が適切に洗浄の方法を判断することが望ましい。

粒子状水銀

告示においては、JIS Z 8808 に準拠してフィルターに粒子状水銀を含むダストを等速吸引により捕集し、1,000 L 程度採取することを規定している。ただし、水銀排出施設を 1 時間間隔でバッチ稼働させている場合など、1,000 L 程度の連続吸引が不可能な場合は、連続吸引可能な最大吸引量とする。

粒子状水銀測定のための試料採取と併せて、JIS Z 8808 による排出ガス中のダスト濃度の測定のための試料採取を行うことが想定されるが、ひょう量前に 105～110 で乾燥する必要のない場合については、ダストを捕集したる紙を粒子状水銀の測定のための試料として差し支えない。ただし、試料ガス採取量が 1,000 L 程度以上である場合に限る。

ガス状水銀及び粒子状水銀は別々に捕集するが、できる限り同時に試料採取を開始する。ただし、測定孔が 1 つしかなく、かつ測定孔径が小さい場合等同時採取が困難な場合には、分けて試料採取する。この場合、それぞれ酸素濃度を測定し、ガス状水銀及び粒子状水銀についてそれぞれ酸素濃度補正した値を合計し、全水銀の濃度を算出する。

(3) 分析方法

分析試料の調製及び濃度測定については、我が国における使用実績や汎用性を勘案し、それぞれ以下のとおりとした。

ガス状水銀

「原子吸光分析法」により分析を行う。

粒子状水銀

「湿式酸分解法—還元気化—原子吸光法」又は「加熱気化—原子吸光法」により分析を行う。

測定結果の補正方法については、他の有害大気汚染物質と同様、標準酸素濃度補正方式を導入することとした。ただし、非鉄金属の精錬又は精製の用に供する施設（新省令別表第 3 の 3 の 3 の項から 6 の項に掲げる施設）については、個別の工程や施設ごとに燃焼温度、空気比等の燃焼条件が異なり、排出ガス中の残存酸素により評価することが困難であると認められることから、標準酸素濃度補正を行わない。同様に、熱源として電気を使用する施設（新省令別表第 3 の 3 の 8 の項に含まれる、廃棄物を処理する製鋼用電気炉等）についても、排出ガス中酸素濃度が一般大気程度の比率であることから、標準酸素濃度補正を行わない。

2. 定期測定の頻度

ばい煙発生施設においては、排出ガス量が 1 時間当たり 4 万 Nm³ 以上の施設にあっては 2 ヶ月を超えない作業期間ごとに 1 回以上、排出ガス量が 1 時間当たり 4 万 Nm³ 未満の施設にあっては 6 ヶ月を超えない作業期間ごとに 1 回以上の頻度でばい煙濃度を測定することとされている。ばい煙濃度の測定と同時に水銀濃度の測定を実施することが可能であり、かつ再測定（本章「3. 測定結果の確認方法について」を参照）にかかる時間を考慮し、水銀排出施設における排出ガス中の水銀濃度について、以下の～の頻度で「定期測定」を行うこととした。

排出ガス量が 1 時間当たり 4 万 Nm ³ 以上の施設	4 ヶ月を超えない作業期間ごとに 1 回以上
--	------------------------

排出ガス量が1時間当たり4万Nm ³ 未満の施設	6ヶ月を超えない作業期間ごとに1回以上
専ら銅、鉛又は亜鉛の硫化鉱を原料とする乾燥炉	年1回以上
専ら廃鉛蓄電池又は廃はんだを原料とする溶解炉	年1回以上

に示す専ら銅、鉛又は亜鉛の硫化鉱を原料とする乾燥炉は、この後の工程を容易にするために、硫化鉱に通常200～300程度の熱をかけて水分を蒸発させる炉である。硫化鉱中の水銀の形態は概ね硫化水銀であると考えられることから、乾燥炉で熱をかけても基本的には水銀等は発生しない。ただし、温度設定は事業者が自主的に行うものであり、水銀等が発生する温度で運転しないことが制度上、施設の構造上又は現実的に担保されるものではない。

また、に示す専ら廃鉛蓄電池又は廃はんだを原料とする溶解炉は、廃鉛蓄電池又は廃はんだから鉛を再生するために、熱をかけてこれらを溶解させる炉である。廃鉛蓄電池又は廃はんだには水銀等が含まれていないので、基本的に水銀等は発生しない。ただし、炉に投入する原料は事業者が自主的に決めるものであり、水銀等が含まれる可能性のあるスクラップ等を原料としないことが制度上、施設の構造上又は現実的に担保されるものではない。

以上のとおり、及びについては、基本的に水銀等が発生しないと考えられるが、制度上、施設の構造上又は現実的に制限されることではないことから、当該施設から水銀等が発生しないことを確認するために、年1回以上の測定を求めることとした。

3. 測定結果の確認方法について

今般設定した排出基準は、測定結果に一定の濃度変動が内在することに留意し、対象施設において一度でも超えてはならない水準として設定するのではなく、平常時における平均的な排出状況として達成しうる水準として設定したものである。このことから、水銀排出施設及び排出ガス処理設備が安定的に稼働しており、かつ排出ガス処理設備として水銀等の大気への排出の削減に関する利用可能な最良の技術が導入されている場合であっても、投入物の水銀含有量によっては、排出ガス中の水銀濃度が突発的に高濃度となる可能性がある。このため、定期測定において排出基準を上回る水銀濃度が検出された場合は、その測定結果が平常時における平均的な排出状況を捉えたものであるかを確認するため、「再測定」を実施したうえで評価することとした。

具体的には、定期測定において排出基準を上回る水銀濃度が検出された場合には、水銀排出施設の稼働条件を一定に保った上で、速やかに計3回以上の再測定(試料の再採取を含む。)を実施し、初回の測定結果を含めた計4回以上の測定結果のうち、最大値及び最小値を除く全ての測定結果の平均値により評価する。定期測定の結果が排出基準の1.5倍を超える場合は、定期測定の結果を得てから30日以内、それ以外は定期測定の結果を得てから60日以内に再測定の結果を得ることとした。排出基準を大きく超過した施設(排出基準の1.5倍を超えた施設)については、排出ガス処理設備の不具合も想定されるため、迅速に対応すべきだが、測定事業者の手配に要する時間等を考慮し30日間以内に再測定の結果を得ることとした。

なお、定期測定の結果が出た時点で定期点検等のため休止している場合や、自然災害等によるやむを得ない事情がある場合は、上記の限りではなく、また再測定のみを目的に施設を稼働する必要はないが、できる限り速やかに再測定を行い、結果を得よう事業者を指導されたい。

再測定後の評価においても排出基準を上回る水銀濃度が検出された場合には、水銀排出者から各都道府県知事等にその旨を連絡することとし、原因究明及び再発防止策について適切に指導されたい。

なお、排出基準は、大気中に排出された水銀等を直接吸入することによる健康被害を防止するというよりも、環境中を循環する水銀の総量を地球規模で削減するという観点から水銀等の大気排出量をできる限り抑制すべく設定したものであることから、排出基準を超える水銀等が排出されたとしても直ちに地域住民に健康被害を生じるものではないことに留意が必要である。

4. 測定結果の記録について

測定結果は新省令様式7の2に記録することとしている。ばい煙の測定結果の記録においては、一工程の平均値を記録することとしており、水銀濃度の測定結果の記録に際しても、水銀等の量が著しく変動する施設にあっては、一工程の平均値を測定結果として差し支えない(ただし、定期測定において、平常時における一工程の平均の量と考えられる範囲に限る。)なお、再測定を実施した場合は、その評価方法の特殊性に鑑み、最大及び最小の値を含む全ての値について記録・保存することとする。

5. 粒子状水銀の取扱いについて

実態調査の結果、一部の施設を除き、全水銀に占める粒子状水銀の割合は5%未満と非常に少ないことが確認された。

そこで、事業者の負担を軽減する観点から、粒子状水銀の質量比が測定結果の誤差の範囲に収まることが確認できた場合に限り、粒子状水銀の測定を省略し、ガス状水銀の濃度が新省令別表第3の3に規定する排出基準を満たすことをもって、当該施設の基準を満たしているものとみなすこととした。

粒子状水銀の質量比が測定結果の誤差の範囲に収まることの具体的な確認方法としては、連続する3年の間継続して、以下いずれかの条件を満たすことを確認することとした(告示で

定める測定法により測定することとし、定期測定で求められる測定回数以上の測定が行われている場合に限る。)。

粒子状水銀の濃度が、ガス状水銀の試料ガスにおける定量下限未満であること（定量下限は、告示に示す方法により求めることとなる。）

測定結果の年平均が $50 \mu\text{g}/\text{Nm}^3$ 未満である施設のうち、各測定結果において、水銀濃度に対する粒子状水銀の濃度が 5% 未満であるもの

測定結果の年平均が $50 \mu\text{g}/\text{Nm}^3$ 以上である施設のうち、各測定結果において、水銀濃度に対する粒子状水銀の濃度が 5% 未満であり、かつ、粒子状水銀の濃度が $2.5 \mu\text{g}/\text{Nm}^3$ 未満であるもの

連続する3年の期間の途中で、新法第18条の25に規定する構造等の変更の届出が必要となる水銀排出施設若しくは水銀等の処理施設（排出ガス処理設備）に変更があった場合又は水銀排出施設への投入物に大幅な変更があった場合には、～ いずれかの条件を満たしていたとしても「連続する3年の間継続して」とは認められない。そのため、変更後の稼働状況の下で再度、連続する3年の間継続して～ のいずれかの条件を満たすことを確認することが必要である。

なお、「年平均」とは、連続する1年の間の定期測定の結果を平均して算出した値とする。ただし、再測定を行った場合には、再測定を行うこととなった際の定期測定の結果ではなく、当該再測定の結果（再測定を行うこととなった際の定期測定の結果を含めた計4回以上の測定結果のうち、最大値及び最小値を除く全ての測定結果の平均値）を用いて、年平均を算出すること。

また、上記いずれかの条件を満たし、粒子状水銀の測定を省略することが可能となった施設であっても、全水銀の濃度を最後に測定したときから3年を超えない期間に1回以上の頻度でガス状水銀及び粒子状水銀の濃度をそれぞれ測定することにより、上記～ のいずれかの条件を満たす排出状況が継続していることを確認することとする。測定の結果、条件を満たさない排出状況であることが確認された場合には、粒子状水銀の測定の省略及びガス状水銀の濃度を全水銀の濃度とみなす措置は解除することとする。測定の結果、引き続き条件を満たす排出状況であることが確認できた場合でも、その時点から3年を超えない期間に1回以上の頻度でガス状水銀及び粒子状水銀の濃度をそれぞれ測定することが必要である。

今後、排出ガス中の全水銀に占める粒子状水銀の質量比が十分に低いことが確認できた施設分類については、ガス状水銀の濃度の測定結果のみをもって全水銀の濃度の測定結果に代えることも検討することとしている。改正法の施行後5年を経過した場合において、新法の施行の状況について検討を加え、必要があると認める時は、その結果に基づいて必要な措置を講ずるものとされているが、粒子状水銀の取扱いについては、この検討の一環と位置付けており、知見の収集の観点から、新省令様式第7の2によるガス状水銀及び粒子状水銀の濃度の測定記録が重要である旨改めて認識されたい。

第 5 編 参考文献

第 1 章 除害設備

第 2 章 共通機器（分析機器の手引き 2019 より抜粋）

第 3 章 共通機器（科学機器入門より抜粋）

第5編 参考文献

第1章 除害設備

1. 排ガス処理装置の概要

1.1 排ガス処理装置の種類

排ガス処理装置は、廃棄物焼却炉、ボイラー、内燃機関などの燃焼装置の廃棄物の燃焼や燃料の燃焼によるばいじん、有害な排出ガス、または化学薬品製造、塗装乾燥などの工場からは有害物質を含んだ排出ガスを無害化するため、除塵や有害物資の分離などを行うものである。

排ガス処理装置の種類は、下記の表1に示すとおり、主にばいじんを除去する集塵装置（集塵機）と有害ガス除去装置に大別される。

表1 排ガス処理装置の種類

排ガスの種類	処理装置	主な装置名称
ばいじん	集塵装置	1)重力集塵装置, 2)慣性力集塵装置, 3)遠心力集塵装置 4)洗浄集塵装置, 5)電気集塵装置, 6)濾過集塵装置
有害ガス	有害ガス処理装置	1)乾式洗煙装置, 2)湿式洗煙装置, 3)触媒燃焼装置, 4)活性炭吸着装置

1.2 集塵装置の原理

集塵装置は、大気汚染の防止や有価物の回収を目的として排ガス中のばいじんや粉塵などの粒子を分離する装置であり、主に下記の1)～6)の種類がある。

- 1) 重力集塵装置：ばいじんの重力沈降でばいじん(粉塵)を気体から分離する。
- 2) 慣性力集塵装置：気体の流れる向きを変化させ、ばいじん(粉塵)の質量慣性力で粉塵を分離する。
- 3) 遠心力集塵装置：気体を塔内で旋回させ、ばいじん(粉塵)の質量遠心力で粉塵を分離する。
- 4) 洗浄集塵装置：液体を噴霧し、吸収（吸着）させることにより分離する。除塵とともに溶解性有害ガスの吸収吸着除去が可能である。
- 5) 電気集塵装置：ばいじん（粉塵）を帯電させ、逆に帯電した電極板に吸着させる。乾式と湿式がある。
- 6) 濾過集塵装置：繊維状のろ布で気体を濾過しばいじん（粉塵）を分離する。

1.3 有害ガス処理装置の原理

有害ガス処理装置は、大気汚染の防止を目的として排ガス中の窒素酸化物(NO_x)や硫黄酸化物(SO_x)・塩化水素(HCl)等のガス状の有害成分を分離する装置であり、主に下記の1)～4)の種類がある。湿式の装置は、ばいじんや粉塵などの粒子も分離する。

- 1) 乾式洗浄装置：排水処理を必要としない主に固型またはスラリーの薬剤による吸収・化学反応で有害ガスを除去する。
- 2) 湿式洗浄装置：処理する化合物や粒子状の物質が洗浄液と接触することにより有害ガスを除去する。
- 3) 触媒燃焼装置：排ガス中の窒素酸化物(NO_x)や揮発性有機炭化物(VOC)等を触媒で排ガスと接触させ酸化反応で有害ガスを除去する。
- 4) 活性炭吸着装置：排ガス中のダイオキシン類(DXN)や水銀(Hg)等を活性炭で吸着することにより有害ガスを除去する。

2．排ガス処理装置の特徴

2.1 集塵装置

集塵に利用される原理は、重力、慣性力、遠心力、洗浄・衝突（液体との接触）、電気力、ろ過などがあり、集塵装置の種類と特徴を表2に示す。

表2 集塵装置の種類と特徴

集塵装置種類 原理	特徴	形式	粒子径 (μm)	ガス 速度 (m/s)	圧力 損失 (kPa)	集塵 効率 (%)	備考
重力沈降集塵装置 粒子重力沈降分離	低速度で自然沈降し、圧力損失が少なく、大粒子に適用する。	沈降式	> 50 ~	< 3	> 0.1 低い	低い	簡単なブレ集塵装置であるが、適用が限られる。
慣性力集塵装置 粒子慣性力分離	障害物によってガス流れを方向転換させ、或いは粒子の慣性力で分離する。大粒子に適用する。	曲管式 ル-バ-式	> 15 ~ > 5 ~	> 10 ~ 30	> 0.5 低い	中	上記同様で小型化できる。
遠心力集塵装置 粒子遠心力分離 (サイクロン)	排ガスの気流を回転させ、遠心力でばいじん等固形物を分離・集塵させる。圧力損失が大きいので送風機能力も大きくなる。	接戦型 軸流型 マルチ	> 5 > 5 10 ~ 100	6 ~ 20 10 ~ 20	1.0 ~ 2.0 0.5 ~ 2.5 高い	> 70 ~ 高い	極めて簡単な集塵総理であり、多くで使用されている。水を噴霧した集塵効率の良い湿式サイクロンがある。
洗浄集塵装置 粒子洗浄吸着 粒子払い落とし	液体(主に水)を噴霧し、粒子を吸収(吸着)させることにより分離する。集塵効率が高いが、排水処理の必要がある。	充填塔 水噴霧 オリフィス ベンチュリ サイクロン (上記)	1 ~ 100 1 ~ 100 0.05 ~ 50	3 ~ 8 2 ~ 12 15 ~ 100	0.5 ~ 1.5 0.3 ~ 0.7 3 ~ 10 中 ~ 高い	50 ~ 60 40 ~ 55 70 ~ 99	多種類あり、多く利用されているが、形式の選定、送風機の選定が必要である。
電気集塵装置 粒子帯電電気力	直流の高電圧により放電極と集塵極のコロナ放電を発生させ、そのイオンをばいじん等に帯電させ集塵極に集塵させる。	乾式 湿式	> 0.05	0.3 ~ 3	0.05 ~ 0.2 低い	> 99	ろ過式集塵機が普及する前に多くの施設で使用されていた。粒子の帯電率で捕集効率が変化する。
ろ過式集塵装置 粒子のろ過	バグフィルターとも呼ばれ、ろ布はガラス繊維、テフロン製等樹脂繊維などがあり、微粒子の集塵も可能である。湿度の高い排ガスは不適である。	払落とし 逆洗 パルス ハンマ 振動	> 0.1	0.5 ~ 4.0	0.5 ~ 1.5 高い	> 99	ろ布に補足したばいじん等の粒子は逆洗浄等での払落としが必要であり、使用温度範囲(100 ~ 300 程度)がある。

集塵した飛灰は、廃棄物処理法での金属等を含む産業廃棄物に係る判定基準を定める省令判定基準（環境庁告示第13号）の適用を受けるので、飛灰の分析を行い廃棄物の最終処分判定、無害化するための適正処理をしなければならない。

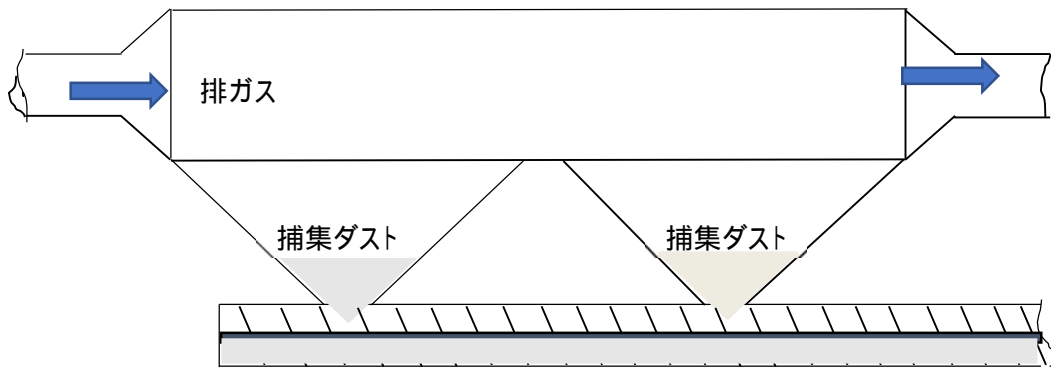


図1 重力沈降集塵装置の例

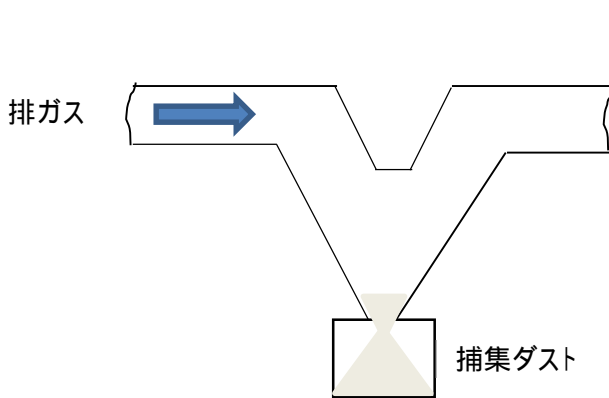


図 2-1 曲管式慣性力集塵装置の例

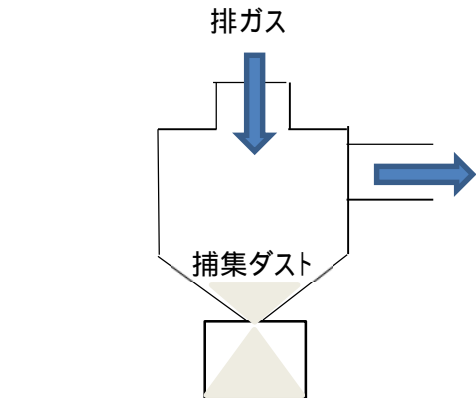


図 2-2 ル - パ - 式慣性力集塵装置の例

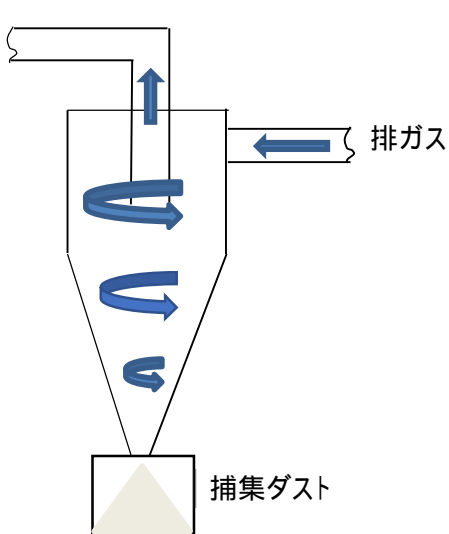


図 3 遠心力集塵装置の例

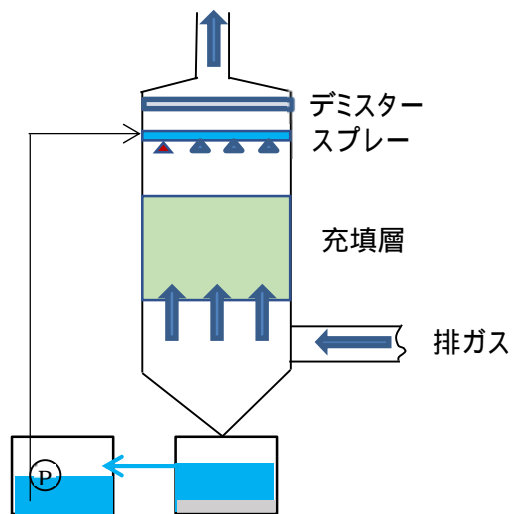


図 4 充填塔洗浄集塵装置の例

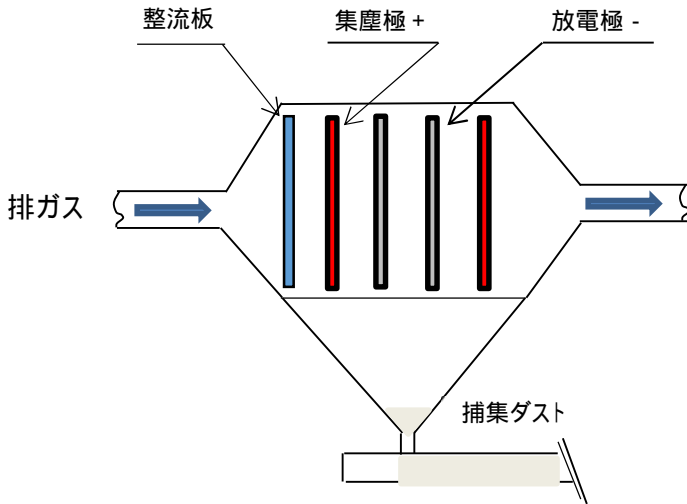


図5 電気集塵装置(乾式)の例

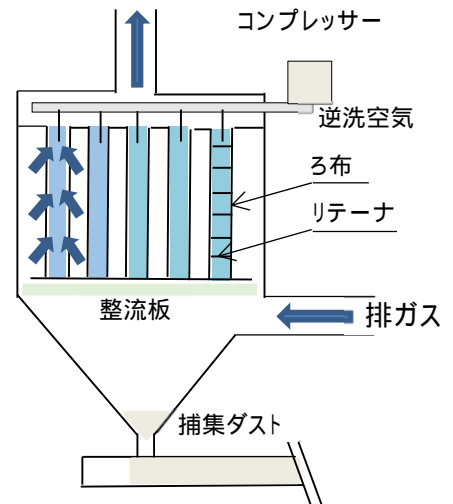


図6 ろ過式集塵装置(乾式)の例

2.2 有害ガス処理装置

排ガス中の有害ガスは、環境に影響を与える物質を含むため、有害ガス処理装置においてこれらの物質を除去する。主な有害ガス処理装置は、湿式洗浄塔と乾式洗浄塔がある。

湿式洗浄は、水（薬液を含む）を利用して有害ガスや粒子状の物質が洗浄液と接触することにより行われ、主に塩化水素（HCl）やアンモニア（NH₃）のような水溶性の有害ガスとばいじん粒子を除去するのに用いられる。洗浄水は排水処理設備を設置することが多い。湿式洗浄塔の種類は、スプレー塔、充てん塔、ベンチュリースクラバー、濡れ壁塔、流動吸収塔、十字流接触塔など数多くの種類がある。これらの湿式洗浄塔は、有害ガス処理後の排ガス中の水分が増え、処理ガスを煙突から排出した場合、水蒸気ミストの白煙が発生して可視煙となる場合がある。

乾式洗浄装置（半乾式洗浄装置を含む）は、排水処理設備を必要せず、塔内（煙道含む）の吸収剤や吸着剤等を用いて化学反応や吸着等で有害ガスを除去する。半乾式洗浄装置は、湿分を飽和にする湿式洗浄塔とは異なり、煙道ガス中で蒸発可能な量の湿分と薬剤等が加えられ化学反応等で有害ガスを除去する。乾式洗浄装置（半乾式洗浄装置を含む）は、湿式洗浄装置と異なり、排ガス中の水分が増加することなく、水蒸気ミストの白煙が発生して可視煙となることが少ない。

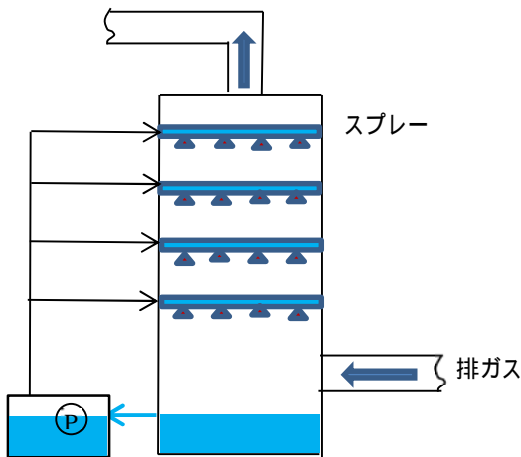


図7 スプレー塔の例

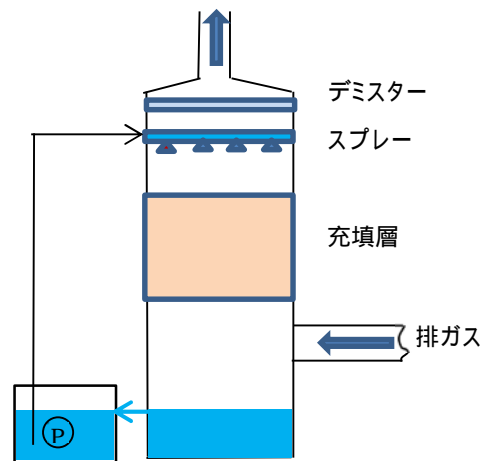


図8 充填塔の例

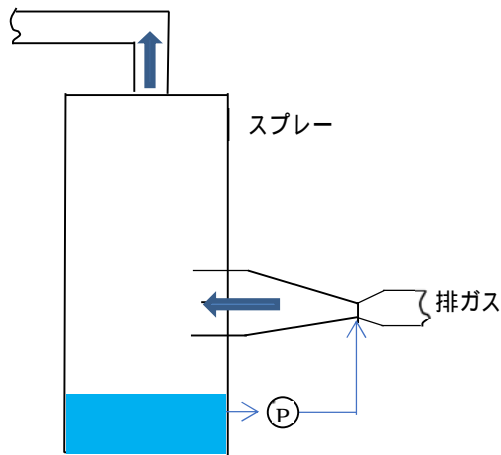


図9 ベンチュリースクラバーの例

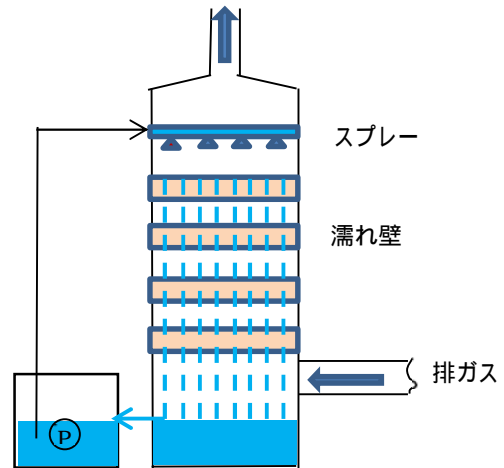


図10 濡れ壁塔の例

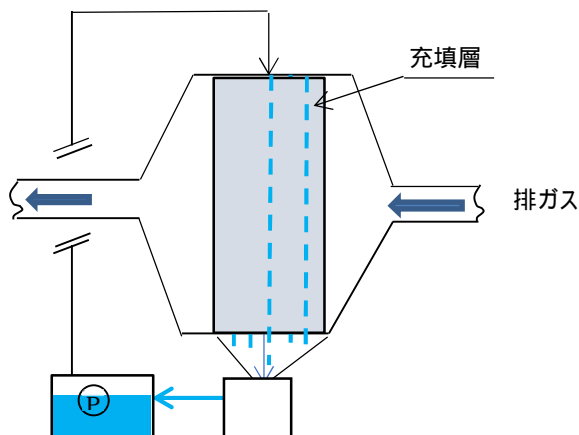


図11 十文字流接触塔の例

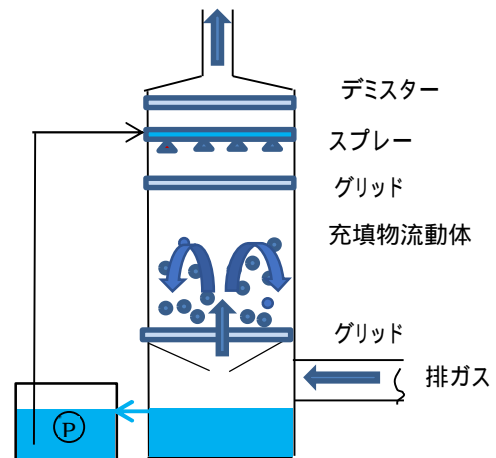


図12 充填物流動式吸収塔の例

3. 測定分析

3.1 排ガス処理装置の性能

ばいじん・有害ガスの発生源の状況，排ガス集塵装置や有害ガス装置の維持管理等で装置入口の排ガス測定を行うことがある。この場合，装置入口と出口の排ガス測定を同時に行うことが多く，発生源の排ガス濃度の他に排ガス処理装置の除去効率（ ）等性能が確認できる。但し，排ガス処理装置に侵入空気が混入することがあり，一定の酸素濃度（標準酸素濃度）に換算した濃度にする必要があり，排ガス測定を行う時に酸素の濃度の測定が必要となる。酸素濃度測定は，JIS K 0301 排ガス中の酸素分析方法により，試料採取として a) 注射筒法，b) 捕集バック法，c) 捕集瓶法があり，分析として a) ガス吸収法（オルザット式），b) ガスクロマトグラフ法があり，その他自動計測法がある。

標準酸素濃度は，大気汚染防止法により施設の種類および燃料の種類で定められている。

$$\text{除去効率 } \eta (\%) = \left(1 - \frac{C_2}{C_1}\right) \times 100$$

C_1 ：装置入口濃度（酸素換算濃度）（ppm，または mg/m^3 ）

C_2 ：装置出口濃度（酸素換算濃度）（ppm，または mg/m^3 ）

$$\text{酸素換算濃度 } C = C_s \times \frac{21 - \text{標準酸素濃度 } O_n}{21 - \text{実際の排ガス中の酸素濃度 } O_s}$$

C ：酸素換算濃度

C_s ：分析濃度（酸素換算前）

酸素換算濃度計算例（廃棄物焼却炉の場合）

酸素換算濃度：12%（大気汚染防止法）

実際の排ガス中の酸素濃度：9.0%

分析濃度（酸素換算前）：100 ppm

$$C = 100 \text{ ppm} \times \frac{21 - 12}{21 - 9.0} = 75 \text{ ppm}$$

また、除去効率()は、酸素換算値を用いる他にガスを掛け合わせ、絶対量で評価することもできるが、この場合は、装置入口の JIS Z 88808 によりガス量の測定が必要になる。

$$\text{除去効率 } \eta (\%) = \left(1 - \frac{C_2 \times Q_2}{C_1 \times Q_1}\right) \times 100$$

C_1 ：装置入口濃度（酸素換算濃度）（ppm，または mg/m^3 ）

C_2 ：装置出口濃度（酸素換算濃度）（ppm，または mg/m^3 ）

Q_1 ：装置入口ガス量（乾きガス量 m^3/h ）

Q_2 ：装置出口ガス量（乾きガス量 m^3/h ）

3.2 測定分析の注意事項

通常の特設施設等の排ガス測定分析の位置は、大気汚染防止法や条例等に基づき集塵装置や有害ガス洗浄装置の排ガス処理装置出口から最終排出（煙突）で定期的の実施している。しかし、特設施設の発生源、排ガス処理装置の性能等の確認のため、排ガス処理装置入口で排ガス測定を実施することがある。これらの測定分析は、機材搬入の通路、採取する場所や測定口の採取位置の安全性の確保が優先で、装置入口ガスの性状（温度・圧力・水分・流速）、ダスト濃度・有害ガスの情報を得ると共に排ガス処理装置は様々な特徴があるので測定分析の計画を行うために十分な注意を払う必要がある。これらの測定分析は、経験者による計画と実施が望ましい。

(1) 作業者の安全衛生確保等

作業場所等作業の安全衛生確保は、依頼者と十分な情報を得て、事前計画の作成と協議が肝要である。特に、初めての測定分析を行う施設では現地踏査を行い十分な安全衛生確保を実施しなけれ

ばならない。

- ・ 作業者の労働衛生：安全衛生保護具，輻射熱，ガス漏洩，緊急避難経路の有無
安全帽(ヘルメット)，防塵・防毒マスク，安全靴，安全手袋，火防衣
エアラインまたはボンベマスク，飲料（熱中症対策）
- ・ 機材搬入通路：機材搬入の容器・重量等，歩廊・階段の確保，エレベータの有無
- ・ 作業場所の確保：作業場所の広さ(床・壁・天井)，安全柵の有無

(2) 装置入口のダクト

測定分析する装置入口のダクトの形状等，採取場所の測定孔などを事前に確認する。

- ・ ダクトの形状等：ダクトの種類・直管部・断面積の確認，内壁(耐火材)の寸法の確認
- ・ 採取場所の確保：測定孔の確保・型式・寸法・大きさ・取外しの確認，
機器・機材設置の確保，電源（水源）の確保

(3) 操業状況

測定分析する際の操業状況と時間帯等を事前，更に当日に確認する。

- ・ 定常連続負荷操業：負荷状況(燃料・原材料等)の確認
- ・ 半連続負荷操業：負荷状況(燃料・原材料等の頻度，操業時間等)の確認
- ・ バッチ式操業：負荷状況（燃料・原材料等の頻度，操業時間，立上げ等）の確認

(4) 温度

排ガス処理装置入口の排ガス温度は，特定施設の装置の種類と測定位置により異なるが，通常の
燃焼に伴う施設であれば，800 以上の高温，或いは金属の製銑や溶解炉であれば 1000 以上にな
ることがある。

- ・ 採取管：材料の選定 [ガラス・硬質ガラス・石英・金属性・磁性管（耐熱）]，
管径・肉厚，採取管の冷却方法（自然・強制空冷，水冷等）
- ・ 試料採取：排ガス吸引速度・吸引量，ガス捕集瓶の冷却方法（氷，ドライアイス等）

(5) 危険なガス

測定孔を開ける際に正圧で排ガスが噴き出すことがあり，また，採取中の放散ガスが作業場所に
滞留することがあり，測定分析する有害ガスを含め漏洩に注意を払う必要がある。

- ・ 一酸化炭素(CO)：漏洩による中毒（50 ppm），警報器の携帯，酸化剤吸収液の検討
- ・ 可燃性ガス(HC)：漏洩による中毒，ガス警報器の携帯，採取試料の引火爆発の注意
- ・ 有害ガス：漏洩による中毒，防塵・防毒マスクの着装

(6) ダスト濃度及び有害ガスの採取

集塵装置入口の排ガス中のダスト濃度は，数 g/m^3 以上に高い場合があり，また，有害ガスの濃度
が非常に高い場合がある。測定分析を実施する際は，事前に採取量・採取時間等を決めると良い。

- ・ ダスト濃度：ノズル径（4 mm 程度），採取量 10 L 以上，採取時間（平均ガス確保）
- ・ 有害ガス：実績，燃焼計算等で予測濃度を把握，分析値の定量下限確保の吸引量

第5編 参考文献

第2章 共通機器（分析機器の手引き 2019 JAIMAより抜粋）

一般社団法人 日本分析機器工業会 様のご厚意により、
分析機器の手引き 2019より抜粋させていただきました。

- 1.1 イオンクロマトグラフ
- 1.2 ガスクロマトグラフ（GC）
- 1.3 ガスクロマトグラフ質量分析計（GC-MS）
- 1.4 原子吸光光度計（AAS）
- 1.5 誘導結合プラズマ発光分光分析装置（ICP-AES）
- 1.6 紫外・可視分光光度計
- 1.7 蛍光光度分析装置
- 1.8 はかり
- 1.9 電子天秤

1.1 イオンクロマトグラフ

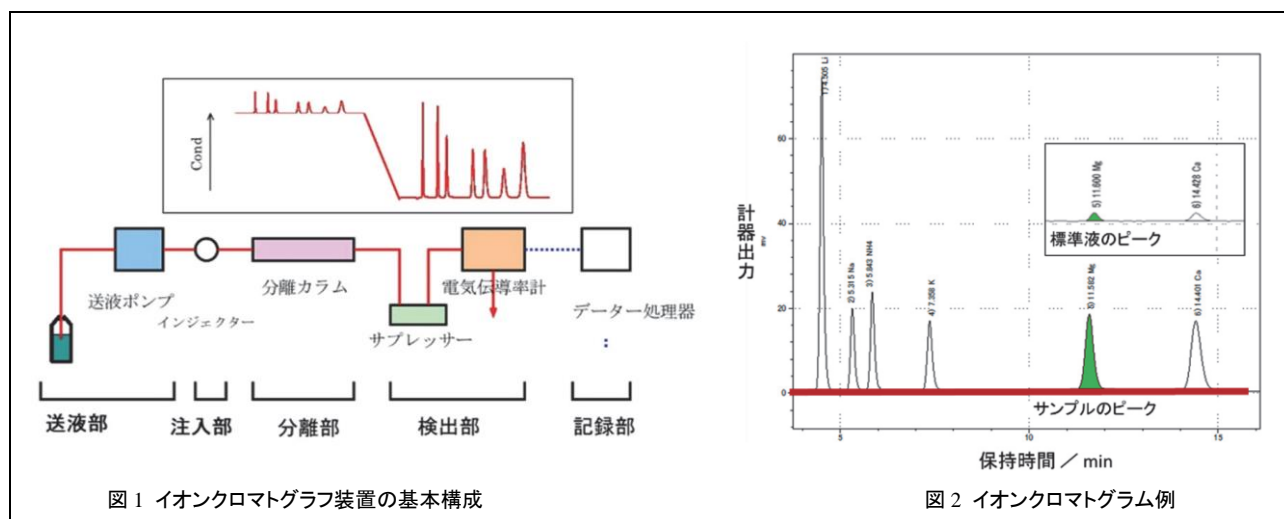


図1 イオンクロマトグラフ装置の基本構成

図2 イオンクロマトグラム例

1. 構成と機能

イオンクロマトグラフは液体クロマトグラフ（1.3.2参照）の一種であり、溶液中のイオン、特に無機陰イオンやアルカリ、アルカリ土類金属イオンの測定方法として発展してきた。基本構成は液体クロマトグラフとほぼ同じであるが、検出法に工夫がされてきた。

初期のイオンクロマトグラフでは、移動相（溶離液）に塩溶液を、分離用に低交換容量のイオン交換樹脂カラムを、検出器として電気伝導率検出器を使用していた。測定におけるベース電気伝導率を下げて各イオン種のピーク増感をするために、検出器の前にサブレッサーと呼ぶ対イオン除去機構を適用した。

塩化物イオン（ Cl^- ）や硝酸イオン（ NO_3^- ）などの無機陰イオンの分析では、分離カラムに陰イオン交換カラムを、溶離液にKOH溶液や炭酸緩衝液などを使用する。サブレッサーには、 H^+ 形の陽イオン交換樹脂が使われた。

KOH溶液を溶離液にした場合、KCl、 KNO_3 などを含む試料中無機陰イオンはカラムを通過する事で各イオン種に分かれる。このときの対イオンは K^+ であり、また、ベースとなって流れる液はKOH液であり、 K^+ が検出を妨害する。サブレッサーを通すと分析対象の各イオン種はそのまま陰イオンであるが、対イオンは H^+ となる。また、ベースに流れる液は K^+ が H^+ と置き換わるために水となる。 K^+ と H^+ の当量伝導率は H^+ が遙かに大きく、ピークが増感される。一方ベース電気伝導率はKOHが水に置き代わるため、非常に低くなる。このことにより、無機陰イオンが高感度に測定でき、環境分析を中心に使用されてきた。その後、サブレッサーもカラム方式からチューブ方式、膜方式、電解方式など様々なものが開発されている。

現在では、サブレッサーを使用しないノンサブレッサー

一法、間接吸光法などの検出法、静電的分離やイオン排除分離など、様々な手法が開発され、対象のイオン種も、無機陰イオンやアルカリ金属イオン、アルカリ土類金属イオンだけでなく、遷移金属、有機酸、アミン類など様々なイオン種に広がっている。

2. 特徴

- (1) 無機陰イオン等が μg ～ mg レベルで測定できる。
- (2) 分析に用いる試料量が少ない（通常50～250 μL ）。
- (3) 比較的前処理が簡単である。
- (4) 多イオン同時分析が可能である。
- (5) 価数分が可能である。

3. 用途

- (1) 表層水、地下水、酸性雨などの環境分析
- (2) 農地の土壌分析や肥料などの農業資材分析
- (3) 発電所などのボイラー水や冷却水の管理
- (4) 工業製品、食品などの工程管理や品質管理
- (5) 工場などの排水管理、処理施設の運転管理
- (6) 水道、下水道などの公共用水の管理及び監視
- (7) 工業製品の原材料管理、廃プラスチックの分析
- (8) 排ガス分析

1.2 ガスクロマトグラフ（GC）

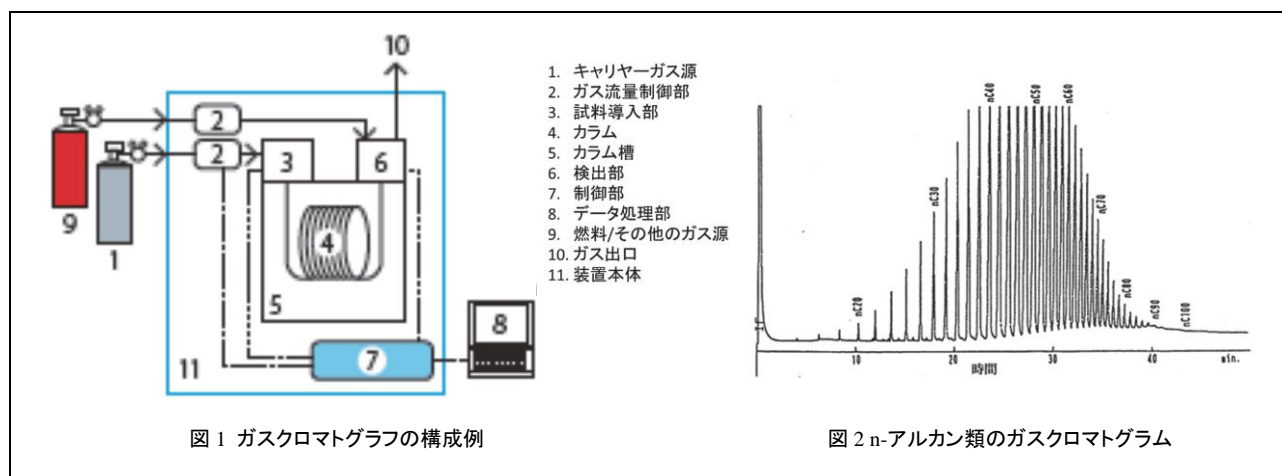


図1 ガスクロマトグラフの構成例

図2 n-アルカン類のガスクロマトグラム

1. 構成と機能

ガスクロマトグラフ（GC）の代表的な構成例を図1に示す。キャリアガスと呼ぶ移動相にはヘリウム或いは窒素がよく使われる。（概説1.3参照）

分離を行うカラムは大別するとキャピラリーカラムと充填カラムとになる。キャピラリーカラムは内径0.1~1.2 mm程度、長さ5~100 m程度の熔融シリカキャピラリー、金属などの細管を使い、内面に固定相となる液体を塗布したもの、塗布してさらに化学結合したもの、固定相となる吸着剤を固定したものなどがある。キャリアガスの流量は内径0.25 mmの場合、1 mL/min程度である。キャピラリーカラムは分離効率が高く、複雑な組成の試料を扱えるため、広く利用されている。充填カラムはステンレス鋼、ガラスなどの内径0.5~6 mm程度、長さ0.5~20 m程度の管に粒度の揃った充填剤を充填したものである。充填剤には、珪藻土系耐火レンガ粉、ガラスなどの不活性な多孔質担体に固定相としての液体を含浸させたもの、或いは吸着剤を用いる。充填カラムは古くから利用されて来たが、少なくなった。

キャリアガス流量は、数10 mL/minである。

カラム槽は一定温度に保つ、或いはゆっくり分離される成分を早く溶出させるようにプログラム昇温するため、加熱、温度調節、攪拌機構を持つ。

試料導入部は短い時間幅で試料をカラムに導くよう工夫されている。液体試料は気化の迅速化のため、加熱する。

充填カラムに比較して扱える試料量の小さいキャピラリーカラム用には、注入試料の一部をカラムに導くための工夫（スプリット注入法）や、溶媒を先に排出後目的成分を分離する等の工夫がされている。充填カラムには、通常液体試料ならば1~数μLを全量導入する。

GCには多様な検出器が使われる。代表的なものを表1に挙げる。TCDは化合物とキャリアガスとの熱伝導度の差を利用するものである。FIDは水素炎中でCHラジカルの生成に始まり、ヒドロニウムイオン、 H_3O^+ が生成、電導度が増すのを利用して有機物検出を行う。高感度で広い直線性があり多用されている。他の検出器も高感度を示し、分析種をppb濃度で検出できる例も多い。

2. 特徴

- (1) 多様度高感度な検出器を組み合わせ利用可能。例えば、JISによる排ガスや排水中ダイオキシンの分析法では質量分析計を検出器に使う。
- (2) キャピラリーカラムは分離能に優れ、迅速分析も可能である。
- (3) 前処理と組み合わせて、直接導入できない試料や低濃度の試料に活用できる場合も多い。

3. 用途

- (1) 石油、医薬、食品、環境等の広い分野での成分分析、品質管理
- (2) 自動化してプロセス用、環境監視用。

表 検出器の種類と特徴・性能

検出器	特徴	タイプ	検出下限	定量範囲
熱伝導度検出器(TCD)	汎用、感度低い	C	50 ng/mL	10 ppm~100 %
水素フラムイオン化検出器(FID)	有機物に高感度、汎用、検量線の直線範囲広い	M	10 pg/s	10 ppb~10 %
電子捕獲型検出器(ECD)	ハロゲン化合物に高感度、PAH、 N_2O に応答	C	0.1 pg/mL	0.1 ppb~10 ppm
炎光光度検出器(FPD)	S及びP化合物に高感度	M	1 ng/s(S), 10 pg/s(P)	10 ppb~100 ppm
熱イオン化検出器(TID,NPD)	N及びP化合物に高感度	M	1 pg/s(N), 0.1 pg/s(P)	1 ppb~100 ppm
質量分析計	定性、定量に威力	M	1 ng/s(TIM), 1 pg/s(SIM)	0.1 ppb~100 %

* 応答が、C:濃度依存形、M:質量依存形

1.3 ガスクロマトグラフ質量分析計 (GC-MS)

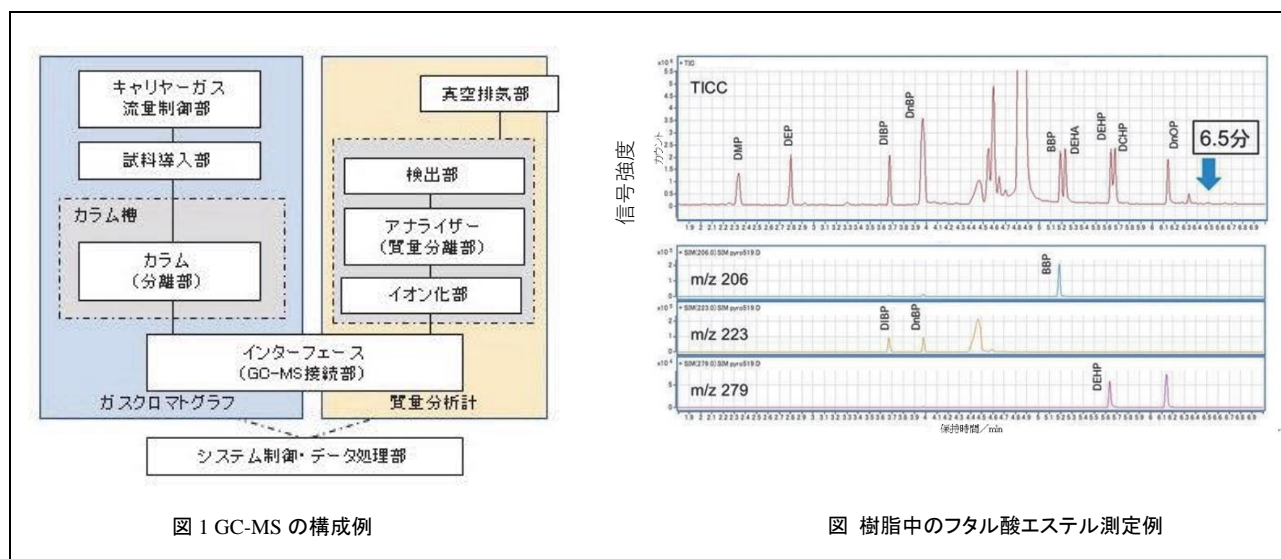


図 1 GC-MS の構成例

図 樹脂中のフタル酸エステル測定例

1. 構成と機能

GC-MS は図 1 に示すように主にガスクロマトグラフ (GC)、質量分析計 (MS)、インターフェイス (GC-MS 接続部)。最近の装置はキャピラリーカラムを使っており直結)、及びシステム制御・データ処理部から成る。GC は試料導入部、カラム (オープン)、MS はイオン化部 (イオン源)、質量分離部 (アナライザー)、検出部 (検出器)、及び真空排気部 (真空ポンプ) で構成される (概説 1.3 及び 1.4 参照)。システム制御・データ処理部は GC や MS の各部を作動させるエレクトロニクス部の制御を始め、データの取得、記録、処理、解析、システム全体の制御、各部のモニタリング、診断なども行う。

GC-MS で分析対象となる成分は GC に適用可能な有機化合物や無機ガスなどであるが、一般に気体又は液体の混合物試料を GC-MS に導入すると GC で分離された各成分は連続的に MS のイオン源に入りイオン化される。生じたイオンはアナライザーに導かれ、 m/z に応じて分離される。分離されたイオンは順次、検出器でその量に応じた電気信号に変換され記録される。

GC-MS では通常、イオン化法として電子イオン化 (EI) 法、及び化学イオン化 (CI) 法が用いられる。

2. 特徴

GC-MS の特徴は混合物の分離に優れている GC と試料成分の構造情報の取得や微量成分の検出に優れている MS を組み合わせて用いることにより、試料に関する各種の情報を高感度で得られることである。

また、GC-MS の特徴の一つにアナライザーの多様性があり、実際に多くの型式のものが目的に合わせて使用され、

1) 四重極形 (Q)、2) 磁場形 (二重収束形)、3) イオントラップ形、4) 飛行時間形 (TOF) などがある。国内では GC-MS の 8 割以上が QMS であるが、最近では GC-MS/MS としてタンデム形の MS/MS が用いられることも多くなっている。極めて高感度で選択性の高い分析を必要とされる場合に使用される。

MS/MS としては三連四重極 (QQQ) や Q-TOF が代表的である。測定モードには一定質量範囲を連続的に測定する全イオンモニタリング (SCAN) と特定の m/z のみを測定する選択イオンモニタリング (SIM) がある (最近の GC-QMS は同時に両モードでの測定が可能)。前者からは質量スペクトル、全イオン電流クロマトグラム (TIC)、抽出イオンクロマトグラム (EIC) が、後者からは SIM クロマトグラムが得られ、各成分の保持時間及び質量スペクトル等から定性、クロマトグラム上のピーク面積から定量分析が行われる (概説 1.3、1.4 参照)。図 2 に樹脂中のフタル酸エステルの測定例を示した。

測定可能な濃度レベルは一般に定性で ppb~ppm、定量で ppt~ppb レベルである。また、種々の前処理導入装置が開発され用途が拡大している。

3. 用途

主に GC で適用可能な有機化合物が対象となるが、用途としては定性よりも定量分析の方が多い。

応用分野は食品、香料、環境、化成品、石油・石化、高分子、材料、法医、臨床、医薬品、メタボロミクス等、極めて多岐にわたる。

1.4 原子吸光度計（AAS）

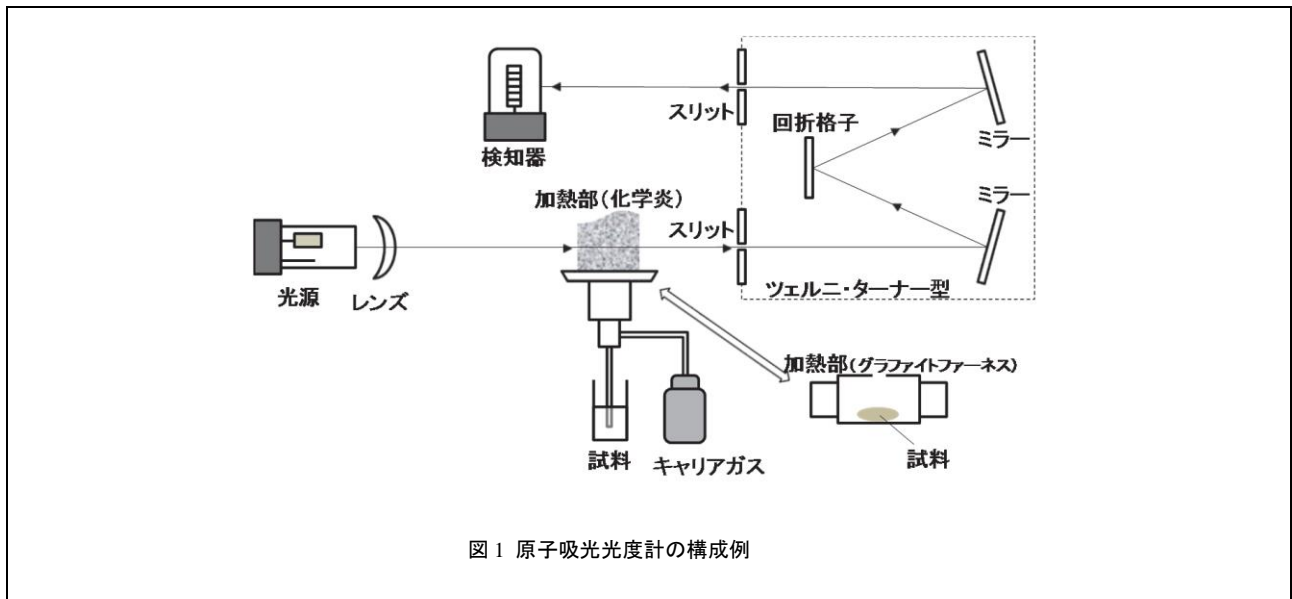


図1 原子吸光度計の構成例

1. 構成と機能

炎などの熱源へ試料を導入し、成分元素を原子化させる。これに測定目的の元素特有の波長を持つ光を照射すると、この光を吸収し基底状態よりもエネルギーが高い励起状態の原子に変化する（概説1.2の図3参照）。この現象で吸収された光の量を吸光度として測定し、目的元素の濃度を算出する方法が原子吸光度法である。図1に原子吸光度計の構成例を示す。原子吸光度計の光源には、一般に中空陰極ランプ（ホローカソードランプ）が用いられる。ホローカソードランプは陰極材料に含有する元素により放射される光の波長が変わるため、測定対象の元素に適したランプを用いる。また陰極の元素の組み合わせにより、ひとつのホローカソードランプで複数元素の光源としても使用できる。分光器はツェルニ・ターナー形やエッセル形が採用されており、検出器は光電子増倍管が主流であるが、半導体検出器を搭載した装置もある。他の分析方法と比較して試料中の共存元素のスペクトル干渉を比較的受けにくく、様々な分野で、広い濃度範囲の元素の分析に用いられる。

原子化方法には化学炎を熱源に用いるフレイム法とキュベット（黒鉛炉など）を用いる電気加熱炉法がある。フレイム法は試料を霧化して化学炎に導入し（0.5~2 mL/min）、目的元素を原子化させる方法で、主にmg/Lレベルの主成分元素の分析に用いられる。化学炎は、空気-アセチレンの混合ガスで約2000℃、亜酸化窒素-アセチレンの混合ガスで約3000℃となり、測定元素に応じて使い分ける。電気加熱炉法は、段階的にキュベットの温度を

上げて試料の乾燥、灰化、原子化を行う。 $\mu\text{g/L}$ レベルの微量元素分析に利用される。原子吸光度計では、スペクトル干渉（バックグラウンド）を補正する方法として、紫外線領域のバックグラウンド補正を行う重水素ランプ補正法や全波長領域のバックグラウンド補正が可能な偏光ゼーマン補正法などがある。

測定する溶液は硝酸や塩酸溶液が多く、有機溶媒の種類によっては測定可能なものもある。また、水素化物発生法、還元気化法などもある。

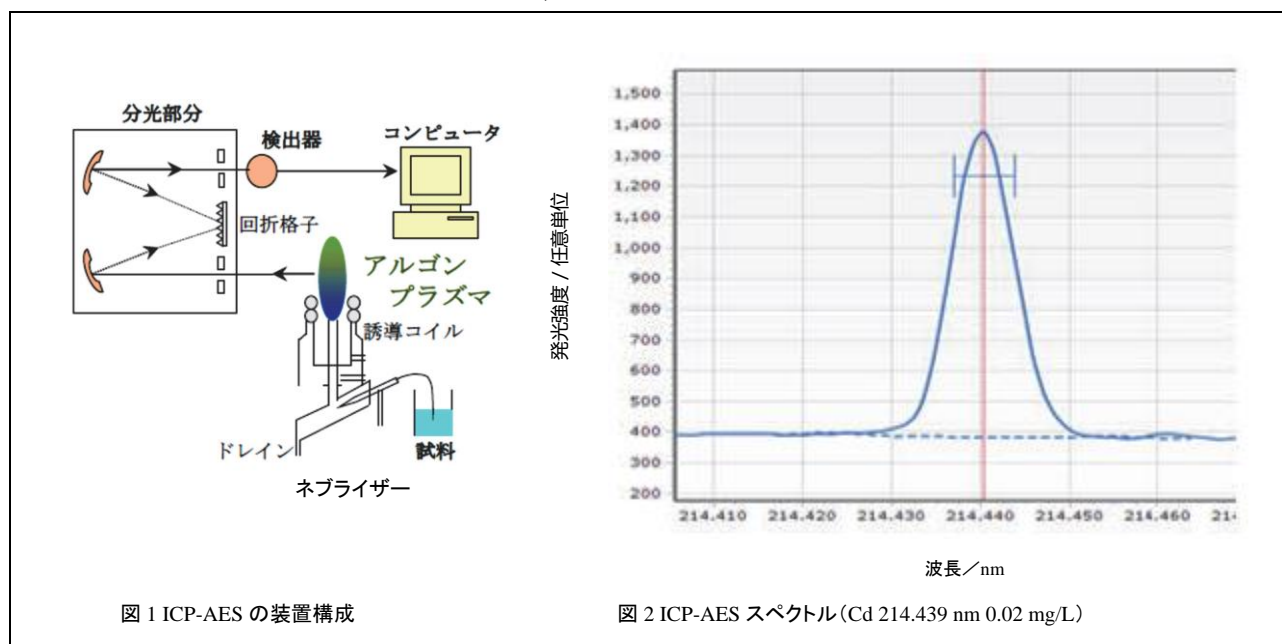
2. 特徴

- (1) 重金属などの高感度測定が可能。
Znでは10 $\mu\text{g/L}$ レベル、Cd、Co、Crなどでは数十 $\mu\text{g/L}$ レベルおよびFe、Pbなどでは100 $\mu\text{g/L}$ レベルの定量が可能であり、環境分析にも有効である。
- (2) 分析対象元素ごとに光源ランプが必要。
ICP発光分析のような多元素同時測定には向かない。また、定性分析の目的には使用されない。
- (3) 共存元素（マトリックス成分）の影響が少ない。
- (4) 電気加熱炉法の場合には、固体試料の分析も可能で、前処理も簡便である。

3. 用途

- (1) 河川水などの環境水中の主成分元素（Na、Kなど）及び重金属（Cd、Pb、Cr、Hg、Asなど）の分析
- (2) 食品中の主成分元素および重金属の分析
- (3) 鉄および鋼中の金属分析（JIS G 1257）など

1.5 誘導結合プラズマ発光分光分析装置（ICP-AES）



1. 構成と機能

ICP-AES は、高周波（27 MHz、40 MHz）を利用して発生したプラズマを励起源とする元素の発光分析装置である。溶液中の元素をアルゴンプラズマによって励起、発光させ、その発光波長から試料溶液中に含まれる元素の確認（定性）、波長強度から定量を行う分析法である（概説1.2の図3参照）。装置は誘導結合プラズマ(ICP)部と発光分光分析(AES)部からなる。ICP部は高温プラズマ内(6000~10,000 K)で元素を原子化して、励起、発光させる。このICP部は高周波電源、ガス供給部、試料導入部からなる。プラズマは、トーチと呼ぶ3重構造の石英製同心円状ノズルに外側から冷却ガス（通常10~20 L/min）、補助ガス（同0.1~2 L/min）、キャリアガス（同0.5~2 L/min）（いずれもアルゴンガス）を送り、高周波をトーチ外側の誘導コイルに供給して形成させる。試料溶液はネブライザーにより噴霧され（同0.5~2 mL/min）、スプレーチャンバー内で粒子を分別後、微小粒子がキャリアガスでトーチに導かれる。

AES部はプラズマから、各元素に特有な波長の発光を分光器にて分光する部分である。光の観測方向はアキシャル（軸方向）とラディアル（横方向）があり、アキシャルは主に低濃度分析、ラディアルは主に高濃度またはアルカリ金属の分析に使われる。プラズマ先端部（観測位置付近）は比較的低温であることから自己吸収現象が起こるため、その先端部分は冷却コーンにガスを流してカットしている。また検出器にはバックグラウンド発光を同時に測光可

能な半導体検出器CCD（電荷結合素子）が用いられる。

2. 特徴

- (1) 励起源が約6000~10,000K（励起温度）と高温のため、多くの元素を励起発光できる。また標準液があれば、周期表の70元素ほどの元素を定性、定量できる。
- (2) 多元素の同時分析に対応できる。
- (3) 励起源に不活性アルゴンガスを使用するため、安全性が高い。
- (4) 原子吸光法に比べて検量線の直線範囲が広い。
- (5) 試料量が、1 mL程度と少量である。
- (6) 水溶液から有機溶媒まで安定に導入できる。
- (7) 試料溶液中の共存元素（マトリックス）の影響が少ない。

3. 用途

溶液化できる試料であれば、あらゆる分野に適用可能である。

- (1) 環境分野（河川、土壌など）での有害元素分析。
- (2) 金属分野（貴金属、メッキ液、産業廃棄物など）での主成分、微量成分分析。
- (3) 食品・肥飼料分野（米、麦、お茶、飲料水、製菓、野菜など）での主成分、微量分析。
- (4) 石油・化学分野（潤滑油）、医薬品（製剤）など有機溶媒で希釈、溶解した試料の分析。
- (5) セラミックス、鉱石類分野での主成分、微量成分分析。

1.6 紫外・可視分光光度計

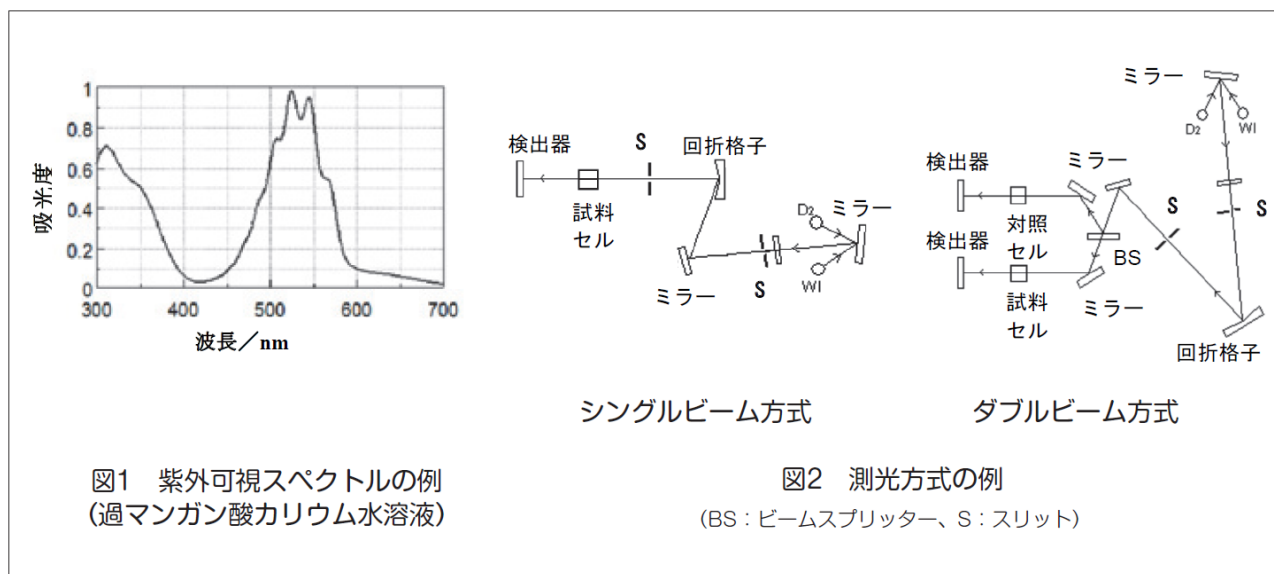


図1 紫外可視スペクトルの例
 (過マンガン酸カリウム水溶液)

図2 測光方式の例
 (BS：ビームスプリッター、S：スリット)

1. 構成と機能

光が物質を通過するとき、エネルギーの一部が失われる現象が吸収である。試料に入射した光と試料を透過した光の強度比から透過率 (T%) や吸光度 (A) を求め (概説1.2の4参照)，光の波長に対してプロットした図が吸収スペクトルである (図1)。

吸光度は溶液の濃度に比例する。濃度既知の試料数点の、各々の試料濃度と吸光度の関係を検量線として、濃度未知の試料の吸光度から濃度を求める。

分光光度計の構成例を図2に示す。測光方式としてシングルビーム方式とダブルビーム方式とがあり (図2)，後者は分光器から出た光を対照光束と試料光束とに分け、両者の強度比を演算し、透過率 (T) もしくは吸光度 (A) を求める。この方式は光源強度の波長分布と揺らぎを自動補償できる。

概説1.2の図11に示したように光源には一般に重水素ランプ (D₂) を紫外部用にハロゲンランプ (WI) を可視部用に用いる。分光器は回折格子やプリズムを用いて必要な波長を選択する。波長純度を高めるため、スリットで波長幅を狭める。試料室部は液体試料用セルホルダーの他、各種ホルダーを目的に応じて使い分ける。セルの材質には石英、ガラス、ポリスチレン等の樹脂製があり、測定波長範囲に応じて使い分ける (概説1.2の図11参照)。光路長は1cmのものが良く使われる。透過光強度のうち溶媒による吸収を補償するため、溶媒だけ (対象成分を含まない) を透過した光強度を通常I₀とすることが多い。

測光部の検出器には、光電子増倍管あるいはシリコンフォトセルを使用する。

2. 特徴

- (1) 試料の前処理が容易で迅速に測定できる。
- (2) 固体、液体、気体の何れの形態の試料も扱える。
- (3) 定量分析が主目的だが定性分析もできる。
- (4) 試料自体に吸収がない場合でも、呈色反応を利用した定量分析ができる。
- (5) 溶媒として、水や有機溶媒も使用できる。
- (6) 非破壊で測定できることがある。

3. 用途

- (1) 生物・環境分野
 重金属イオンなどの種々の陽イオン、陰イオンやタンパク等の定量分析など
- (2) 工業材料分野
 フィルム、光学素子、半導体、化粧品、顔料、樹脂、ガラス等に対して、色度や濁度等の各種指標、膜厚、光学分散等種々の定量や定性分析
- (3) 公定法
 工業用水試験法 (JIS K 0101)、工場排水試験法 (JIS K 0102)、食品分析法、衛生試験法、日本薬局方など
- (4) 研究用途
 化合物の電子状態、バンドギャップ、経時変化や温度変化の分析など

1.7 蛍光光度分析装置

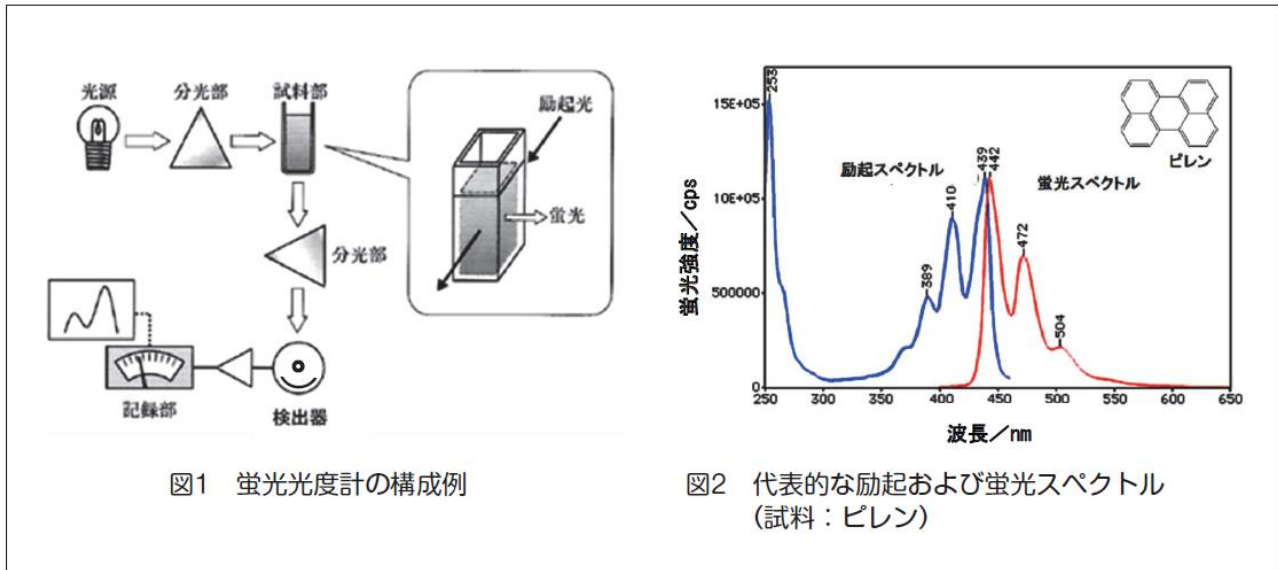


図1 蛍光光度計の構成例

図2 代表的な励起および蛍光スペクトル
(試料：ピレン)

1. 構成と機能

概説1.2の図4に蛍光の分子エネルギー準位との関係が示されている。一般には、りん光寿命は 10^{-4} s より長く、これに対して蛍光寿命は 10^{-8} ~ 10^{-9} s のものが多い。物質に吸収された光の一部は、振動やそのほかのエネルギーとして失われるので、物質から発せられる蛍光の波長は、励起光の波長よりも長くなる（Stokes の法則）。

蛍光光度計の構成例を図1 に示す。光源を出た光は励起波長選択部で単色光となり試料に照射される。試料から放射された蛍光は蛍光波長選択部で目的の波長の光に分光されて検出器に入り、蛍光強度として表示される。光源は中圧水銀灯やキセノンランプなどが用いられる。また、レーザー光源で特定の原子・分子を励起して高感度に分析する方法もある。

励起側波長と蛍光波長の選択部には、フィルターを用いるものとモノクロメーターを用いるものがある。試料を入れるセルは一般に石英セルが用いられる。測光方式は、励起光の散乱光の影響を少なくするための直角方向から測定する側面方式（励起光に対して90度）と、固体や高濃度溶液を測定する表面方式（同22度程度）がある。量子収率測定のため積分球（1.2.6 など参照）を用いる方式もある。検出器は微弱光を測定することに適した光電子増倍管が主流であるが、半導体検出器を搭載した装置もある。蛍光光度法ではスペクトルや蛍光の強度から定性および定量分析を行うことができる。スペクトルには、蛍光波長を一定にして励起光波長と蛍光強度の関係を表す励起

スペクトルと、励起波長を一定にして蛍光波長と強度の関係を表す蛍光スペクトルがある。スペクトルの一例を図2 に示した。励起スペクトルは特定の蛍光波長に対する各励起波長での蛍光強度を、蛍光スペクトルは特定の励起波長に対する各蛍光波長の強度を表す。

2. 特徴

- (1) 高感度：蛍光光度法は吸光光度法に比べて 10^3 倍以上高感度である。
- (2) 選択性に優れる：蛍光物質だけが測定対象になるため、前処理によって目的成分だけを蛍光物質に変えることで、選択性に優れた極微量の分析手段となる。
- (3) 三次元測定も可能：励起波長、蛍光波長および強度を三次元蛍光スペクトルとして取得することで、蛍光物質の波長特性を網羅的に把握することが可能。

3. 用途

- (1) LED 材料の量子収率など性能評価及び品質管理
- (2) 三次元蛍光スペクトルデータ測定と多変量解析を組み合わせた食品の産地判別や製品の合否判別
- (3) 生化学臨床医学関係分野：医薬品の分析、各種ビタミン、添加物の食品分析、アミノ酸分析など
- (4) 多様な材料の蛍光現象の解析：染料、蛍光増白材、ディスプレイ部材など

1.8 はかり

JIS B 0192 はかり用語によると、

はかり：物体に作用する重力を利用して、その物体の質量を計量するために使用する計量器

注記 その操作方法に従ってはかりは、自動はかり又は非自動はかりに分類される。

（操作者の介入を必要とするのが非自動、必要としないのが自動）

天びん：中央を支点とするてこを用いて、被計量物と被計量物の釣り合いを取ることで質量を計量するはかり

比較的高精度な計量ができ、研究室などで使用される“電子天びん”も含まれる。

(1) 分類法

- ① 自動はかりと非自動はかり
- ② 機械式はかりと電子式はかり

(2) 化学で使うはかり

上皿天びん、電子天びん、機械式化学天びん、機械式直示天びん

(3) 電子天びんの細分類

ロードセル式、電磁式、振動式（音叉式、弦振動式）

(4) 重要な用語（JIS B 0192 による）

ひょう量：加算式風袋量を考慮しないで計量することができる最大の量。

最小測定量：それ未満では計量結果に過大な相対誤差を生じる可能性のある荷重の値。

目量：目盛り標識のそれぞれが表す物象の状態の量の差。感量（はかりが反応することができる質量の最小変化）を含む

感度：質量（ m ）に対して別の質量を加えた場合、その観測された変量の変化分（ ΔI ）とその質量の変化分（ Δm ）との商。感度 $k = \Delta I / \Delta m$

(5) ロバーバル機構

17世紀のフランスの数学者 G.P.de Roberval が考案した機構である。図に示す様に、4本の棒で平行四辺形をつくり、支柱に装着する部分および各部のつなぎ目はピンを通され、自由に動くような構造になっている。左右が釣り合って、水平になっているところに、2つの物体を枝 A と B につるすが、2物体の枝上の位置をどう変えても傾きが変化しない。2物体が同じ質量なら枝上の位置にかかわらず水平が保たれる。上皿天びんの皿のどの位置に分銅や物体を置いても測定が可能なのは、この機構が働いているからである。この機構は、上皿天びんに限らず、よく利用されている。

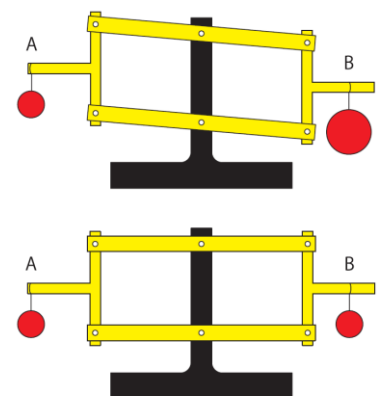


図1 ロバーバル機構の働き

(6) 重力加速度の地域差の問題

電子天びんは実質的には重力計であり、重力加速度の地域差を考慮に入れて使う必要がある。重力加速度の地域差は、地球の自転で生じる遠心力と引力との差が原因で生じ、赤道に近いほど小さく、北極に

近いほど大きくなる。

日本の南北では重力加速度は約 1/800 程度の差があり、仮に使用する電子天びんの分解能が数万分の 1 という高精度であっても、校正していない天びんを使えば 1/800 程度の精度しか出ないことになる。最近では、装置に内蔵された分銅で自動校正を行う装置もある。

(7) 質量の標準

2019年5月20日からSI基本単位の定義が変更され、質量の定義も、

$$1\text{ kg} = h/(6.626070 \times 10^{-34})m^{-2}s \quad \text{となった。}$$

実質的にはこれまでと変わらないため、基準にさかのぼれる（トレーサブル）分銅を手に入れ標準として使い、使用する天びんの補正をすることが求められる。通常、計量法トレーサビリティ制度（JCSS; Japan Calibration Service System）に基づき校正された分銅が使われている。

1.9 電子天秤

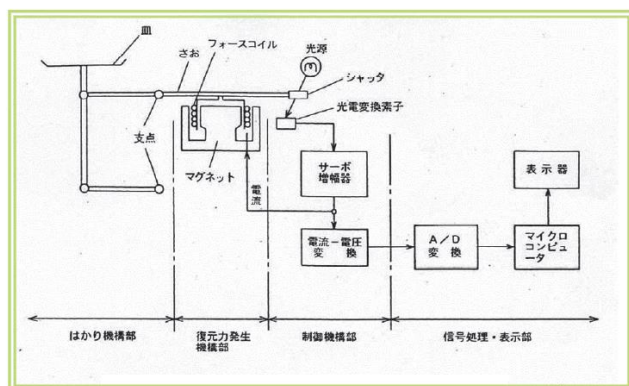


図1 電磁式電子天びんの構成例

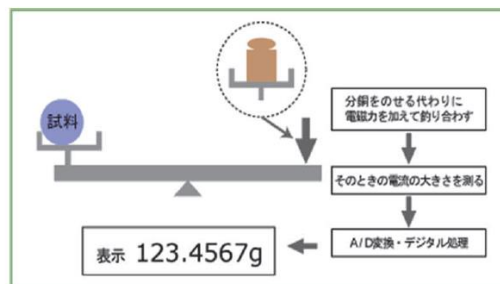


図2 電子天びんの模式図

1. 構成と機能

「はかり」については、概説1.8に記した中で、電子天びんの分類も示した。電子分析天びんと呼ばれる電子式の精密天びんは、ほとんどが電磁式である。電磁式は、試料にかかる重力を電磁力と釣り合わせ、質量を測定する方法である。高分解能高精度・高感度が必要な分析天びんや精密天びんに採用されている。

図1に電磁式電子天びんの構成例、図2に測定の模式図を示す。質量測定の動作原理は、てこの原理と同じである。

皿に試料を載せると竿は右上がり傾斜する。竿の右端にある位置センサ（光源と光電変換素子で構成）によって竿右端が上方に変化したことを検出し信号を発する。その信号により、竿に取り付けられたフォースコイルに流す電流を増加させる。フォースコイルは磁石の磁界中に置かれており、電流を流すとフレミングの左手の法則に従ってコイルに力が発生し、その力の大きさは流した電流値に比例する。フォースコイルに発生した力により竿が下方に引っ張られ、もとの位置に竿が戻される。その時の電流値と試料の質量は比例関係にあり、前もって関連付けておくことにより竿を元の位置に戻すために流した電流値より試料の質量を知ることができる。

図1の場合、皿自体の大きさにより試料を載せる位置が変わり、支点から試料までの距離が変わる場合がある。試料を皿のどの位置に置いても常に力点で発生させた力と釣り合わせるため、概説1.8の1. (5) に記したロバーバル機構を採用している。

2. 特徴

電磁式電子天びんは、釣り合わせるまでの過渡状態を含めても、極めて微小の変位状態で測定しているため、計量機構の支点の回転角も極めて微小である。従って、弾性支点を使ってもその復元力は微小であり、比較的機械感度の低い計量機構を用いても天びんとしての感度を十分高く保つことが出来る。

電磁式電子天びんはゼロ位法の測定機器であり、以下のような特徴がある。

- (1) 高精度な精密測定に最も適している方式であり、電子分析天びんに広くこの方式が採用されている。
- (2) 微小質量用としては、0.10 gまで読み取れる精密天びんが実用化されており、精度は1/60,000,000 を実現している。
- (3) 原理的に計量皿の位置が変化しないため各種アプリケーション用としての用途が広がる。
- (4) 温度変化による精度への影響が無視できないため、環境温度を一定にする、または校正（調整）を頻繁に行う必要がある。最近では校正用分銅を内蔵し、内部温度センサにより自動的に校正（調整）を実行する機種も数多く発売されている。
- (5) 天びんが安定するまでに30分～1時間の予熱時間が必要である。

3. 用途

各種分析用試料の質量測定に用いる。

第5編 参考文献

第3章 共通機器（科学機器入門【増補改訂版】より抜粋）

一般社団法人 日本科学機器協会 様のご厚意により、
科学機器入門【増補改訂版】より抜粋させていただきました。

- No. 58 原子吸光光度計
- No. 62 ICP-質量分析装置
- No. 66 高速液体クロマトグラフ
- No. 67 ガスクロマトグラフ/質量分析計（GC/MS）
- No. 69 イオンクロマトグラフィー
- No. 74 天びん
- No. 75 天びんのいろいろ
- No. 108 ガス分析計
- No. 109 大気汚染/環境測定
- No. 129 液体クロマトグラフ/質量分析計
- No. 130 分光光度計/分光蛍光光度計
- No. 133 気象観測機器
- No. 135 産業用保護具

No.
58

原子吸光光度計

1. 原理

目的とした元素をネブライザーで霧状にしてフレーム中に導入すると、目的の金属元素は熱解離により原子状になります。

これらの原子は、安定な電子配列の状態である基底状態にあると云います。

しかし、基底状態にある原子は、フレームが放射する熱吸収により高いエネルギー順位になります。これを励起状態にあると云います。

励起状態の原子は、短時間で基底状態にもどりませんが、この基底状態にもどる時のエネルギーが発光します。これを利用したのがフレーム分析（炎光分析）といい、この時の元素特有の波長の発光強度を測定しています。

一方、原子吸光分光分析は、基底状態にある原子にその元素固有の波長の光を照射したときに起こる光（光量子）吸収を測定して、定量分析をする方法が、原子吸光分光分析と云います。

2. 装置構成

原子吸光分光分析に用いる装置は、次のような構成になります。

(1)光源部

原子蒸気による吸収スペクトルの幅は、元素によって差はありますが、概ね10nm以下の幅ですから、白熱電球などから10nm以下の光を分光器で作り出すとなると大形になり、さらに暗くなり、実用に耐えません。

この様な理由から、原子吸光分析においては吸収スペクトルの幅よりも狭い輝線放射をするホローカソードランプ（中空陰極ランプ）、無電極放電ランプ（EDL）等があります。

このほかに、重水素ランプも使用されますが、こ



原子吸光光度計

れは前述の2例のランプとは異なり、バックグラウンド補正に用いております。

(2)原子化部

フレーム法、電気炉法、気化法、スパッター法等があります。

①フレーム法

フレーム法の場合は、フレームに溶液試料を蒸気にする過程で、液体試料を霧状にしてフレームに導く必要があります、これには超音波による方法やベンチェリ管を用いたネブライザーを使用します。

このように導入された試料ミストは、溶媒が蒸発し、固体から原子にまで解離されるこの現象は、測定元素によりバーナー火口からの距離が、測定感度を決定する上で極めて重要な要素となります。

また、燃焼用の燃料として、酸化二窒素-アセチレンや空気-アセチレン等の混合ガスを用い、噴霧された試料を高温燃焼（3,000℃弱）させます。

②電気炉法

電気炉法には、炭素や高融点金属に電流を流し、ジュール熱によって原子化を行う方法で2,800℃前後の燃焼温度が得られます。

フレーム法で用いる酸化二窒素-アセチレンに比

べ、燃焼温度が若干低い、高温になった炉材の還元作用によって、より多くの元素の測定を行うことができることに加え、ベースラインがフレームに比べて安定しているのが特長です。

その他、電気炉法では、高い原子密度が得られるためにフレーム法の数十倍から数百倍もの検出感度を得られることもあります。

③気化法

気化法は、主には水銀の測定に用います。

水銀は、フレーム法では十分な感度を得ることが困難です。

主には還元気化法を指しますが、水銀塩を塩化第一スズで還元して蒸気として放出し、石英窓を有する吸光セルに導入して測定します。

④スパッタ法

スパッタ法は、中空陰極ランプの陰極での放電によって陰極金属の蒸気が生成されます。

この原理を利用し、組み立て式の中空陰極ランプをつくり、陰極部に測定試料を入れて原子化する方法です。

アルミニウム、ケイ素、タングステンの他、非金属のリンも原子化することができます。

(3)分光部

原子吸光における分光部は、吸光に不必要な近接線を分析線（共鳴線）と分離除去をする事が不可欠です。

フレームあるいは電気炉を用いた場合、その中で分子発光や連続光放射があり、これらが分光器の中に同時に入りノイズになって現れるため、高分解能の分光器を用いるかスリット幅を狭くしてスペクトル幅を狭くして測定をすることで連続光の影響を低減します。

分光器は、主に平面回折格子や凹面格子を用いて、幾つかの光学配置方法があります。

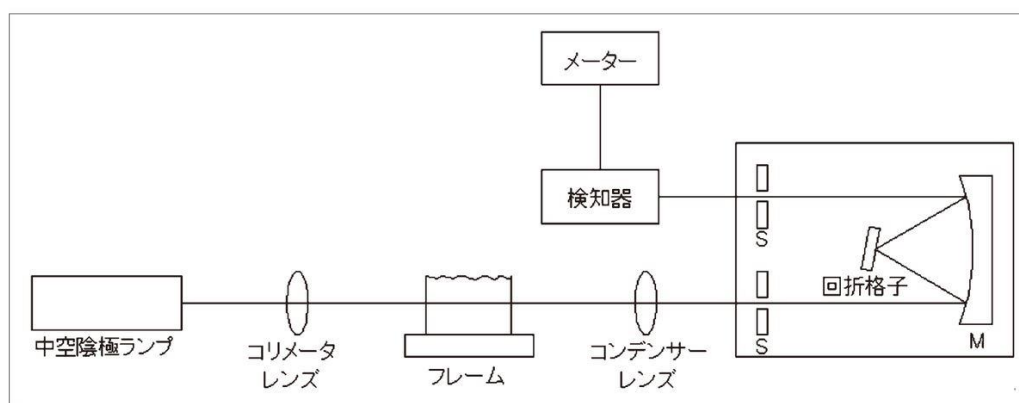
(4)測光部

分光器からの微弱な信号光（分析線）を検出器で検出し、その強度を演算することで測定対象物の濃度を決定します。

3. 用途

原子吸光分析法は金属試料、セメント、ガラス、石油、メッキ液などの工業材料試料、上水・下水、河川水、海水、大気等の環境試料、植物、土壌、食品等や体液、臓器、薬剤等の医療・薬学試料と広い分野で使用できます。

[引用：2010年新規掲載記事]



原子吸光光度計の装置構成図

No.
62

ICP-質量分析装置 ～最新の応用例～

1. はじめに

高周波誘導結合プラズマ (Inductively Coupled Plasma : ICP) をイオン化源とし、試料中の元素濃度を測定するための質量分析法を、誘導結合プラズマ質量分析法 (以下ICP-MS) という。この方法は、1980年にHoukらによって始めて報告され、その後Douglasらや、Grayらの研究によってほぼ今日の装置の基本的な形が完成した。最初の装置は1983年に英国とカナダから発表され、今では国産のものも市販されています。

2. 四重極ICP-MSと二重収束型ICP-MS

近年、四重極型ICP-MSの問題点であったスペクトル干渉の抑制法として、コリジョン・リアクション技術が注目を浴びています。

ICP-MSでは、Arガスや試料のマトリックスや、分解に用いた溶媒に起因した様々なスペクトル干渉が観測される。スペクトル干渉を引き起こすイオンは、

①同重体イオン ②多原子イオン ③2価イオンに分類されます。

コリジョン・リアクション技術は、主に多原子イオンの生成を抑制する手法として用いられているが、近年では同重体イオンや2価イオンの干渉除去に応用された例も報告されており、汎用性がますます高まることが予想されます。

しかし、従来の四重極ICP-MSでは、以下のような問題があります。

- ①単位質量分解能が原則であり前述のスペクトル干渉に対して完全な解決方法が確立していない。
- ②イオンの透過率がプラズマ条件や動作電圧などの操作パラメータに大きく依存しているために質量バイアスが存在する。
- ③ピークの先端が丸くフラットなピークを観測できないので定量の繰り返し性や同位体測定精度が落

ちる。

これらの問題を解決すべ1989年に初めて磁場および電場セクターを有する二重収束型ICP質量分析計が登場した。

磁場型二重収束ICP質量分析計は、大きく分けて二つに大別されます。検出器が単一のものと、複数のもので。

検出器が複数のもものは、1992年WalderとFreedmanが発表したマルチコレクタICP質量分析法(MC-ICP-MS) が最初で、Ar-ICPが発生するイオンビームの時間的なふらつきをキャンセルするために、質量分離後のイオンビーム強度を複数の検出器で同時に検出するものでした。

検出器が単一のものは、高速質量スキャンによる高感度測定や高分解能(分解能数千から1万)設定による干渉除去による高精度分析に使用されています。

一方、複数検出器のマルチコレクタ型は、質量走査は行わず、複数検出器を用いた同時検出による同位体の高精度測定に多く用いられています。

いずれの装置においても、磁場セクターにおいては、一定の磁場と加速電圧下で、質量電荷比 (m/z) に応じてイオンの飛行する軌道半径が決まり、電場セクターにおいては、速度が大きいイオンほどその軌道半径は大きくなるため、印加電圧を変化させて、ある特定のエネルギー(速さ)を持ったイオンのみを出口スリットより通過させます。セクター配置に関係なく、磁場ではイオンの方向について収束を行い、電場においてイオンのエネルギーについての収束を行うため二重収束型といわれています。

3. エスアイアイ・ナノテクノロジーのICP-MS装置

3-1 四重極ICP-MS SPQ9600/9700

エスアイアイ・ナノテクノロジー(SIIナノテック)のICP-MS装置は、1987年、国産として初めて「SPQ 6100」を製品化して以来、数々の改良を重ね、現在

ICP-質量分析装置～最新の応用例～

では、発売以来5世代目となるベースモデル「SPQ9600」とコリジョン・リアクションインターフェイス搭載の「SPQ9700」（図1）を販売しています。

それぞれのモデルに半導体向けのクリーンパックが用意されています。

また、SPQ9600からSPQ9700へのグレードアップも可能です。以下に、SIIナノテクのICP-MS装置の特長を述べます。



図1. SPQ9700の外観

3-1-1 90度偏向イオンミラー採用のイオン光学系

SPQ9600/9700では、イオンレンズに90度偏向イオンミラーを採用し、光や中性成分とイオンを分離し、イオンのみを四重極分析計/検出器に導くことにより、プラズマからの光が検出器に入らないため、低バックグラウンドを実現しています。

また、試料中に含まれる塩などがイオンミラーで完全に排除されるため、イオンレンズのコンタミネーションフリーが図れ、高感度・低バックグラウンドで安定性の優れた測定が可能となっています。

3-1-2 高感度/低バックグラウンドの四重極分析計

SPQ9600/9700では、四重極質量分析計の前に、カーブ型フリンジロッドを装着し、イオンレンズを通過した残存するアクティブニュートラル（中性粒子）とイオンを完全に分離し、高感度・低バックグラウンドを実現しています。

3-1-3 フルデジタル検出器

検出器にダイレクトアノードエレクトリックマルチプライヤーを採用し、フルデジタル信号の読み出しで9桁のダイナミックレンジを実現しています。

従来型のアナログパルス切り替えではないため、アナログパルス間のキャリブレーションは不要です。

3-1-4 コリジョン・リアクション・インターフェイス

ICP-MSでは、Arガスや試料のマトリックスや、分解に用いた溶媒に起因した様々なスペクトル干渉が観測されます。スペクトル干渉を引き起こすイオンは、

①同重体イオン ②多原子イオン ③2価イオンに分類されます。

これらのスペクトル干渉の抑制/低減のために、SPQ9700では、コリジョン・リアクション・インターフェイス（CRI）を採用しています。

プラズマからイオンサンプリングのためのインターフェイス部である、サンプリングコーンおよびスキマコーンから、コリジョン・リアクションガスとして、水素やヘリウムをプラズマに注入します。コーンの内部とその背後の高温・極小反応ゾーン下で高衝突率で反応が起こり、電子イオン反応およびイオンと分子の相互作用などにより、多原子イオンが指数的に低減し、スペクトル干渉の低減/除去が可能になります（図2）。

このことにより、従来干渉を受けやすかった表1の元素において、スペクトル干渉の低減/除去が可能になり、より低い検出下限と測定精度の向上が図れます。

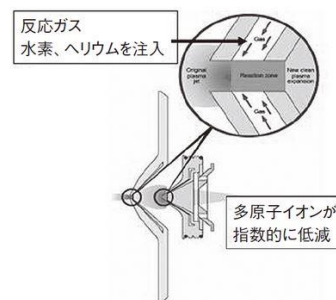


図2. コリジョン・リアクション・インターフェイス（CRI）

表1 多原子イオンによる干渉例

元素名	同位元素イオン	干渉分子イオン
カルシウム	$^{40}\text{Ca}^+$	$^{40}\text{Ar}^+$
バナジウム	$^{51}\text{V}^+$	$^{16}\text{O}^{35}\text{Cl}^+$
クロム	$^{52}\text{Cr}^+$	$^{40}\text{Ar}^{12}\text{C}^+$
鉄	$^{56}\text{Fe}^+$	$^{40}\text{Ar}^{16}\text{O}^+$ 、 $^{40}\text{Ca}^{16}\text{O}^+$
砒素	$^{75}\text{As}^+$	$^{40}\text{Ar}^{35}\text{Cl}^+$
セレン	$^{78}\text{Se}^+$	$^{40}\text{Ar}^{38}\text{Ar}^+$

ICP-質量分析装置～最新の応用例～

以下に、CRIモードの測定例を示します。

通常 ^{75}As は塩素起因の $^{40}\text{Ar}^{35}\text{Cl}$ 、 ^{78}Se 、 ^{80}Se は $^{40}\text{Ar}^{38}\text{Ar}$ 、 $^{40}\text{Ar}^{40}\text{Ar}$ のスペクトル干渉を受けます。

図3は、1%塩酸溶液を質量範囲70~85m/zで測定したスペクトルプロファイルです。CRI無し(通常モード)とCRI水素添加モードの測定結果です。通常モードだと塩素起因の $^{40}\text{Ar}^{35}\text{Cl}$ 、 $^{40}\text{Ar}^{37}\text{Cl}$ やアルゴン起因の $^{38}\text{Ar}^{40}\text{Ar}$ 、 $^{40}\text{Ar}^{40}\text{Ar}$ のスペクトルが現れます。しかし、CRI水素添加モードでは、これらの干渉スペクトルの生成が抑制されて生成されなくなります。

このようにCRI機能は、妨害となる $^{40}\text{Ar}^{35}\text{Cl}$ などのスペクトル干渉の抑制が可能です。

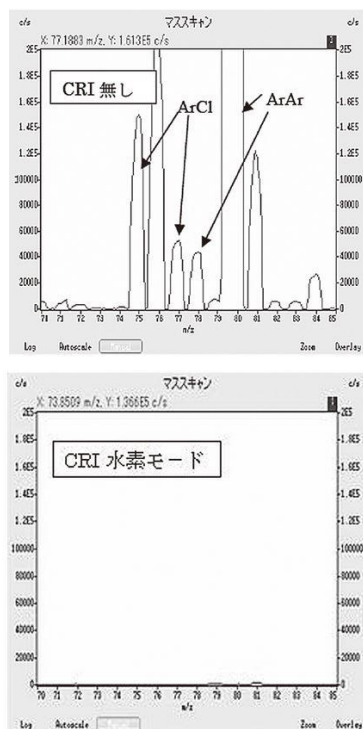


図3. 塩素およびアルゴン由来の多原子イオンの抑制 (1%塩酸溶液の質量範囲70~85m/zのスペクトルプロファイル)

3-1-5 最適化

SPQ9600/9700では、装置の立ち上げ後、測定までの各種調整が自動化され、イオンレンズ電圧、プラズマ条件、CRIガス流量の最適化などが自動で行えます。

3-1-6 応用例

SPQ9600/9700の応用例を以下に示します。

汽水標準物質の測定

CRIモードを使用し汽水SLEW-3を測定した。

いずれの元素も、保証値に対し良好な結果が得られた。

表2 SLEW-3汽水の測定結果

元素名	測定値 (μg/L)	保証値 (μg/L)
^{51}V	2.3	2.29~2.88
^{52}Cr	0.215	0.164~0.202
^{55}Mn	1.62	1.39~1.83
^{56}Fe	0.566	0.509~0.627
^{60}Ni	1.21	1.16~1.30
^{65}Cu	1.31	1.43~1.67
^{68}Zn	0.221	0.164~0.238
^{75}As	1.25	1.27~1.45
^{98}Mo	5.2	5.1
^{114}Cd	0.047	0.044~0.052
^{208}Pb	0.007	0.009
^{238}U	1.9	1.8

3-2 高分解能 (二重収束型) ICP-MS AttoM

SIIナノテックは2009年度より、英国Nu Instruments社と販売契約を結び高分解能型ICP-MSの販売を開始しました。Nu社は世界で最初にマルチコレクタ(以下MC-ICP-MS)を発表したFreedmanの技術と経験を生かし、世界で80台の販売実績を持ちます。以下に高分解能型ICP-MS AttoMとMC-ICP-MSnu Plasma HRの特長を紹介します。



図4. AttoMの外観

3-2-1 フォワード・ニアージョンソン・ジオメトリー

MC-ICP-MSで実績豊富な正配置型を採用し、検出器部のグラウンド電位操作を実現しました。

ICP-質量分析装置～最新の応用例～

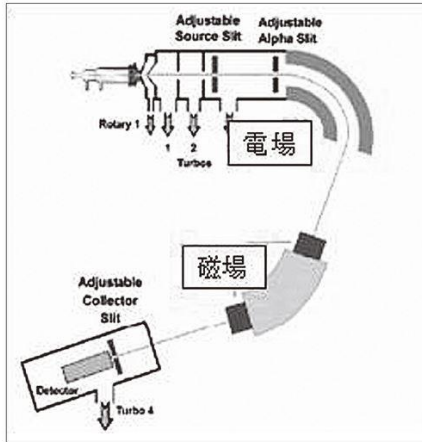


図5. AttoMのブロックダイアグラム

図5にAttoMのブロックダイアグラムを示します。

3-2-2 シームレスな分解能コントロール

AttoMは、各々のスリットを最適化することで分解能を任意に設定することが可能です。

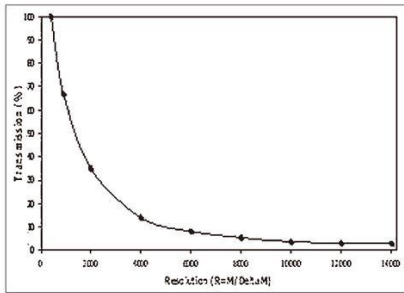


図6. 感度と分解能の関係

通常分解能を上げるとトランスミッション(感度)が低下します。感度と分解能の関係を図6に示します。

また、各種干渉イオンと分離に必要な分解能を表3に示します。

表3から各種干渉イオンの分離に必要な分解能は一定ではありません。また、図6に示すように分解能を上げすぎると感度の低下を招きます。

ユーザーは、測定イオンに干渉するイオンの必要分解能を最適化することで最大の感度と高精度の測定が可能になります。AttoMは、分解能を任意に設定することが可能なため、過剰分解能による感度の犠牲が無く、高感度、高精度測定が可能です。

表3 干渉イオンと必要分解能

測定イオン	質量	干渉イオン	質量	必要分解能
²⁸ Si	27.9769	¹⁴ N ¹⁴ N	28.0061	960
		¹² O ¹⁶ O	27.9949	1600
³¹ P	30.9738	¹⁴ N ¹⁶ O ¹ H	31.0058	970
⁴⁸ Ti	47.9479	⁸² S ¹⁶ O	47.9670	2600
		⁸⁴ S ¹⁴ N	47.9709	2100
⁸⁹ K	38.9637	⁸⁸ Ar ¹ H	38.9706	5700
⁹⁶ Fe	55.9349	⁴⁰ Ar ¹⁶ O	55.9573	2500
⁷⁵ As	74.9216	⁴⁰ Ar ²⁵ O	74.9303	7800
²⁰ Se	79.9165	⁴⁰ Ar ⁴⁰ Ar	79.9248	9700

3-2-3 ユニークな高速スキャンとピークジャンプテクニック

AttoMの質量スキャンとピークジャンプテクニックには、いくつかの方法があります。ここでは特長的な質量スキャンを紹介します。

3-2-3-1 高速マグネット (磁場) スキャン走査

AttoMのマグネットは、フルラミネートマグネット (完全積層型磁石) を採用しています。

このため、うず電流の発生も無く、逆起電力の発生による磁場電流の変化の遅れも無いため、ICP-Q-MSと同等の質量走査が可能です。また、磁場強度の制御は高精度なデュアルのDACコントローラに接続され、温度補償されたホール・プローブ検出器によって制御されています。このことにより、非常に低いヒステリシスで高速な質量スキャンを可能にしました (図7)。

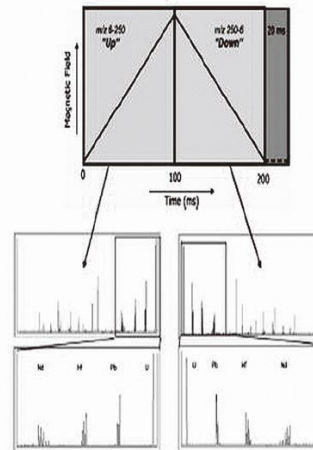


図7. 高速マグネットスキャン

質量数m/z 6 から250までさらに6 までをUp Down 2回の測定をわずかに220msで行います。

測定結果は、2回の測定が1セットです。

スキャンの拡大した部分はTb、Tm、Pb and Uの同位体パターンを表示しています。

この測定は、未知試料の高速定性に適しています。

3-2-3-2 高速スキャン・オプティクス

AttoMは、マグネット内のフライト・チューブの入口と出口に高速スキャン・オプティクスを設置し、イオンビームの軌道を変えることによって一定のイオン・エネルギーに有効なマグネット半径を変化させることで高速測定を可能にしました(図8)。

特定マス・レンジの40%が測定可能高速スキャンオプティクスにより、加速エネルギーの変更が無いため、高速でマスバイアス効果が無く高精度な測定が可能です。

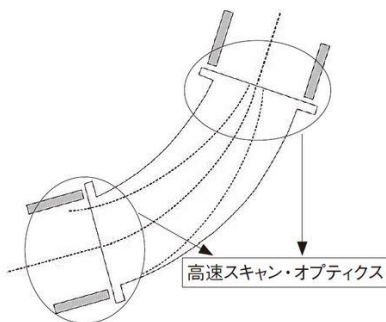


図8. 高速スキャン・オプティクス

高速スキャン・オプティクスを使用した測定例

Tl、Pb、Uの各同位体を2.5msecという高速で測定した例です(図9)。

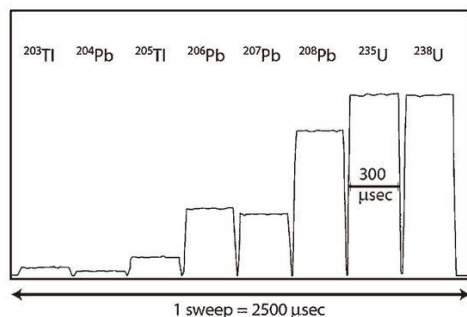


図9. 2.5msecでのTl-Pb-Uの測定例

3-2-3-3 コンビネーションスキャン

高速マグネチックスキャンと高速スキャン・オプティクスを使用したコンビネーションスキャンの測定例を以下に示します(図10)。

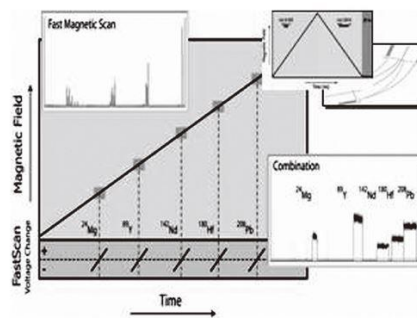


図10. コンビネーションスキャン

3-2-4 AttoM応用例

CRM U500の分析

選択されたウランの同位体測定における計数率は、1,000以下から2 Mcpsで、濃度は50pg/g、100pg/g、200pg/gでした。

すべての測定は、高速ピークジャンプモードで行い、デッドタイムおよびアバダンス補正を行いました。今回測定した試料は、計数率は2 Mcpsでしたが、6桁の計数率においてもイオン検出器の直線性もよく、測定結果は保証値とよく一致した値が得られました。

表4 CRM U500の測定結果

	$^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$	$^{236}\text{U}/^{238}\text{U}$
保証値	0.010422	0.001519
測定値	0.010438	0.001520

表5. CRM U500の測定例

Signal Intensities (cps)				Isotope Ratios				Sample Conc.
^{234}U	^{235}U	^{236}U	^{238}U	$^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$	2SE	$^{236}\text{U}/^{238}\text{U}$	2SE	(ppb)
5345	513867	788	520974	0.010455	3.2E-05	0.001528	1.2E-05	0.05
20977	2017488	3092	2041056	0.010428	1.6E-05	0.001521	5.1E-06	0.20
9265	891642	1358	900041	0.010411	2.3E-05	0.001519	8.4E-06	0.10
5264	506688	788	513215	0.010435	3.0E-05	0.001515	1.2E-05	0.05
21890	2083790	3173	2105072	0.010440	1.5E-05	0.001521	5.2E-06	0.20
8971	863373	1317	871612	0.010440	2.3E-05	0.001523	8.9E-06	0.10
5445	523637	794	529429	0.010439	3.4E-05	0.001519	1.1E-05	0.05
20762	1995291	3055	2018284	0.010434	1.5E-05	0.001524	5.6E-06	0.20
9266	890254	1361	901564	0.010435	2.2E-05	0.001521	9.1E-06	0.10
4615	444921	679	453501	0.010428	3.3E-05	0.001513	1.2E-05	0.05
18672	1805488	2458	1844452	0.010458	1.7E-05	0.001517	6.4E-06	0.20
7625	736839	1127	756977	0.010452	2.8E-05	0.001513	9.4E-06	0.10
Mean	0.010438		0.001520					
SD	1.31E05		4.56E06					
RSJ%	0.125		0.300					
Accuracy%	0.1530		0.0360					

ICP-質量分析装置～最新の応用例～

3-3 マルチコレクタ型ICP-MS nu plasma HR

「nu plasma HR」は、1992年にWalderとFreedmanが発表した質量分離後のイオンビーム強度を複数の検出器で同時検出することでAr-ICPによるイオンビームの時間的なふらつきをキャンセルし高精度な同位体分析や同位体希釈法による高精度の定量分析を可能にした分析法の特長を持つ最新のマルチコレクタICP質量分析装置です。図11に外観図を示します。



図11. nu plasma HRの外観

以下MC-ICP-MS nu plasma HRの特長を述べます。

3-3-1 特許ズーム式イオンレンズを採用

nu plasma HRは、MC-ICP-MSのために正配置型を採用しマグネットと検出器の間に特許ズームレンズを採用しています。図12は、nu plasma HRブロックダイヤグラムを示します。

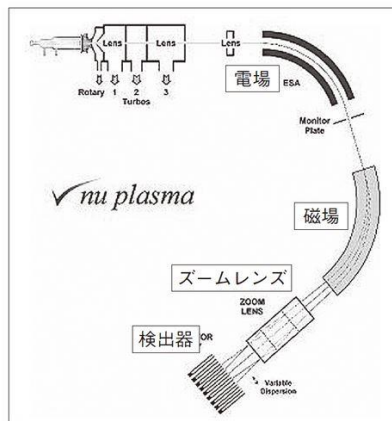


図12. nu plasma HRブロックダイヤグラム

nu Plasma HRは、特許のズーム式イオンレンズを採用しています。

従来は、測定対象イオンを変えると検出器までの距離を変更する必要がありましたが、nu Plasma HRはズーム式イオンレンズを採用することで検出器の位置を変更することなく瞬時に切替、測定することが可能です。図は、13ネオジウムから鉛の切替を示したものです。

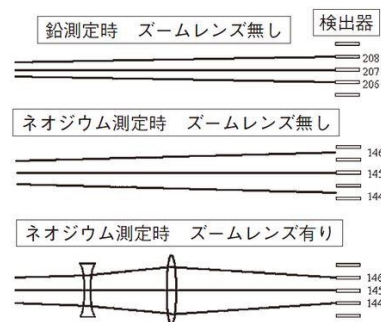


図13. ズームレンズ

3-3-2 位置固定のマルチコレクタシステム

nu Plasma HRは標準で、12個の位置固定ファラデー検出器と、3個のDDEM(ディスクリット型二次電子増倍管)を装備しています。ファラデー検出器は、独自のセラミック・グラファイト設計により、寿命はフィールドで10年以上が実証されています。

固定検出器設計のため、それらの優れた性能と、長寿命を実現しています。更に、リタデーションフィルター (オプション) を取り付けると約10倍のアバNdans感度の向上が可能です。

図14、15検出器部およびブロックダイヤグラム参照。

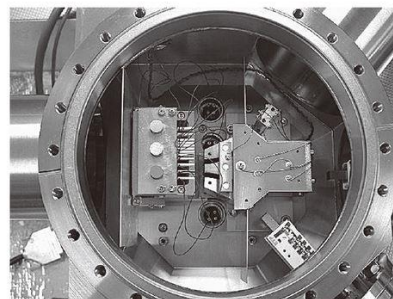


図14. nu plasma HR検出器部内部

ICP-質量分析装置～最新の応用例～

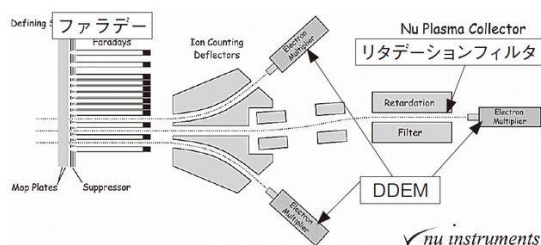


図15. nu plasma HR検出器部のブロックダイヤグラム

3-3-3 高分解能と擬似高分解能機能

nu plasma HRの擬似高分解能機能の特長は、正確な同位体測定のために干渉フリーのフラットピークトップを維持しながら、多量の多原子の干渉から目的ピークの部分的な分離を提供します (図16)。

nu Plasma HRの独自設計の固定コレクタシステムにより、選択された検出器にはアジャスタブルコレクタスリットメカニズムによりコレクタスリット幅を減少させ、真の高分解能を実現します。

この方法により、ユーザーはピークから干渉の完全な分離と観察を実現することができます (図17)。

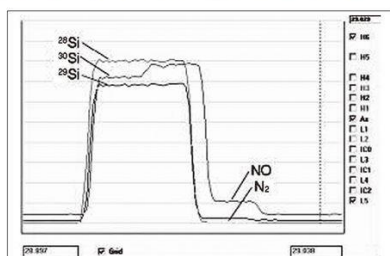


図16. 干渉からのSi同位体の疑似分離例

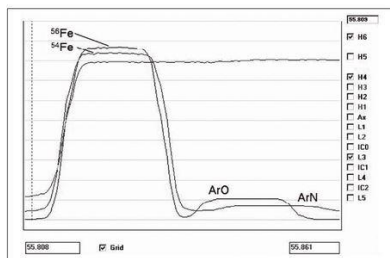


図17. 干渉からのFe同位体の完全な分離例

3-3-4 高アバンダンスリタレーションフィルター (オプション)

質量分析部のアルゴンの残留ガスによるイオンの衝突効果によるテーリング防止のためにリタレーション

フィルターをオプション追加が可能です。

リタレーションフィルターにより、アバンダンス感度を1桁向上させることが可能です。

3-3-5 nu Plasma HR応用例

詳細なデータは割愛させていただきますが (参考文献参照ください)、高久らの岩石標準中の鉛同位体比の測定報告によれば、

- ・ 0.02% (208Pb/204Pb比) もしくは
- ・ 0.005% (207Pb/206Pb比) 程度の精度 (2 SE) の高精度

で測定可能という報告があり、同位体比測定精度は、表面電離質量分析装置に匹敵する高精度な測定を実現しています。

4. おわりに

SIIナノテクのICP質量分析装置は、今や環境分析では汎用分析装置に近い形で使用されている四重極ICP-MS SPQ9600/9700をはじめ、半導体、地球科学、環境科学には高分解能で高精度、高感度で測定可能な二重収束型ICP-MS AttoM、また、地球科学の分野や食物などの生産地判別に必要な高精度な同位体測定を実現したnu Plasma HRをラインナップしますので、幅広いニーズに最適なICP質量分析装置をご提供可能です。

参考文献

- ・ 干渉イオンについて
 Nicola M. Reed, Robert O. Cairns and Robert C. Hutton, Yuuichi Takaku J. Anal. Atom. Spectrom. Vol. 9, 881 (1994)
- ・ 二重収束ICP-MS について
 A. J. Walder, P. A. Freedman: J. Anal. Atom. Spectrom. Vol.7, 571 (1992)
- ・ シングルコレクター磁場型二重収束質量分析計の特徴
 都立産業技術研究所 上本道久
- ・ マルチコレクター ICP-MSによる同位体分析
 東京工業大学 平田岳史
 第66回プラズマ分光分析研究会 講演要旨集
- ・ 同位体測定
 高機能選択樹脂を用いる鉛の迅速分離法の開発及び岩石標準試料中の鉛同位体比の精密測定
 高久雄一、服部道成、高村匡
 分析化学 2008 Vol.57 p113-121

[引用：2010年新規掲載記事]

No.
66

高速液体クロマトグラフ

1. 高速液体クロマトグラフとは

「高速液体クロマトグラフ (High Performance Liquid Chromatograph, HPLC)」とは、混合物中の目的物質を他の物質から精密に分離し、その量を正確に測定することができる最新の分析機器です。

分析機器という何か日常生活に縁遠いもののように感じてしまうが、実はこのHPLC、医薬品の有効成分分析、食品中の添加物分析や環境中の有害物質の分析等々、われわれの生活に深く関係したところで広く用いられています。HPLCのベースになっているのは、20世紀初頭に登場した「液体クロマトグラフィー」という分離手法です。

クロマトグラフィーとは、物質が固定相 (固体や液体) とこれに接して流れる移動相 (気体や液体) とに親和力の違いから一定の比率で分布し、その比率が物質によって異なることを利用して各物質を分離する方法で、移動相が液体の場合を「液体クロマトグラフィー」、気体の場合を「ガスクロマトグラフィー」と呼ぶ。(「クロマトグラフィー」は「手法」、「クロマトグラフ」は「装置」、「クロマトグラム」は「記録された分離結果」を指す)。たとえば、ハンカチにインクをつけてしまい、そのハンカチが水にぬれたら一色のインクがいくつかの色に分かれて広がったという経験はないだろうか。これこそ液体クロマトグラフィーの最も身近な例のひとつです。この場合、ハンカチが固定相で水が移動相となっています。水が毛細管現象によりハンカチにしみこんでいくにつれインクも一緒に広がっていくが、ハンカチと親和力が強い色素はハンカチ側に多く分布してあまり広がらず、その逆の色素は水と一緒にどんどん広がるため分離が起こるのです。HPLCはこの液体クロマトグラフィーの基本原理を装置化した分析機器なのです。

2. 高速液体クロマトグラフの基本構成と分離原理

HPLCの基本構成を図1に、また、HPLC装置の

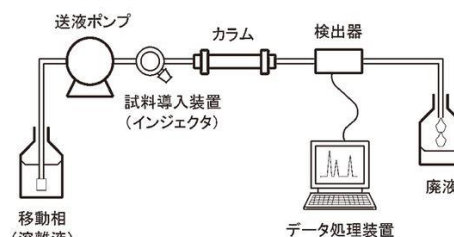


図1. HPLCの基本構成

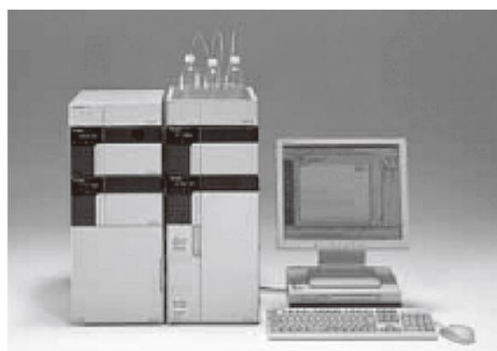


図2. HPLC装置

一例を図2に示す。

移動相は溶離液とも呼ばれ、水やこれにいろいろな塩類を添加した水溶液、アルコールなどの有機溶媒が単独であるいは混合して用いられます。移動相は小型パルスモータにより駆動する送液ポンプにより一定の流量 (たとえば毎分1 mL) でカラムに送られます。カラムは一般には内径3~6 mm程度のステンレス管で、その中には固定相である充填剤と呼ばれる微粒子がぎっしり詰まっています。充填剤にはいろいろな種類があり、分離したい物質に適したものを選択します。試料は適当な溶媒に溶解させ、試料導入装置 (インジェクタ) から、数 μ L~数十 μ L程度をカラムに注入します。カラム内で分離された各成分は順次カラムから溶出し、検出器でその濃度が測定されてデータ処理装置に分離結果 (クロマトグラム) や定量計算値が表示されます。

HPLCにおける分離の様子を図3に示す。

高速液体クロマトグラフ

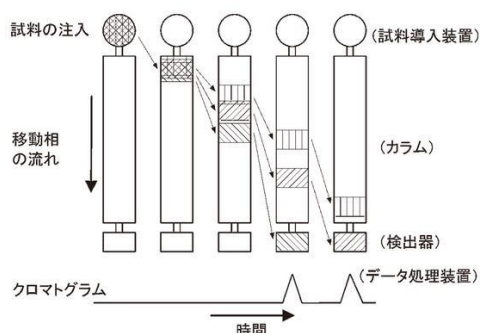


図3. HPLCにおける分離の様子 (模式図)

3. 高速液体クロマトグラフの発展と今後

1950年代に登場した「ガスクロマトグラフィー」は、移動相として液体の代わりに気体を用い、気化できる成分を分離分析する手法であり、液体クロマトグラフィーより半世紀以上後に現れたにもかかわらず、石油化学産業の発展と共に装置化が飛躍的に進んだ。液体クロマトグラフィーの装置化は、このガスクロマトグラフの進歩の陰に隠れあまり進展しなかった。

ところが、1960年代終わり、革新的な液体クロマトグラフィー用充填剤が考案されたのを契機に、一気にその装置化が進みHPLCが誕生した。以来、HPLCは他に例を見ないめざましい発展を遂げて来ており、今や幅広い分野で欠くことのできない分離分析機器として急速に普及しています。このようなHPLCの発展の要因としては、新しい高性能充填剤の開発等、カラムテクノロジーの進歩、送液ポンプの高精度化、検出器の高感度化をはじめとするハードウェアの進歩とそれらの低価格化、様々な応用技術の進歩、さらには高感度・高選択性を追求する誘導体化検出法の進歩等があげられます。

たとえば、充填剤については、HPLC誕生の引き金となった表面多孔性充填剤(直径 $30\mu\text{m}$ のガラスビーズ表面に薄くシリカゲル層を形成させたもの)にはじまり、続いて登場した全多孔性充填剤(直径 $10\mu\text{m}$ の球状シリカゲル)により分離能力は飛躍的に向上した。また、同時にシリカゲルの表面修飾技術が進歩し、様々な固定相を持った充填剤が開発され応用分野が一挙に拡大していった。現在主流となっているのは、直径 $3\sim 5\mu\text{m}$ の全多孔性シリカゲ

ル表面に炭化水素(主にC18)を結合させた充填剤であり、この種の充填剤を用いたいわゆる「逆相クロマトグラフィー」により60~70%のHPLC分析が可能と言われている。シリカゲル以外にも、合成樹脂系の充填剤も用いられており、さらにカーボンやヒドロキシアパタイト等をベースにした充填剤も登場している。粒子径についても $2\mu\text{m}$ まで微小化されたものも市販されるに至っています。また、カラムサイズから見ると、内径を $1\sim 2\text{mm}$ と細くしたマイクロあるいはセミマイクロカラムと呼ばれるものも普及してきており、最近では内径 0.3mm というキャピラリーカラムも使用されています。これらのカラムは、試料の微量化、質量分析計との結合、溶媒消費量の低減などの点で、今後の発展が注目されます。

検出の高感度化については、HPLCの普及、応用分野拡大につれて様々な試みがなされてきた。分析機器の基礎は、その時代における主要産業と密接な関係があります。鉄鋼産業が主流を占めていた時代には μg (10^{-6}g)程度の感度であったものが、その後石油化学、医薬品、そしてエレクトロニクス、ライフサイエンスと変化するにつれて要求される感度も、 ng (10^{-9}g)、 pg (10^{-12}g)、 fg (10^{-15}g)へと、より厳しくなっています。

HPLCで用いられる検出器の主流は、物質による紫外線の吸収量を測定するいわゆる吸光度検出器ですが、その検出感度はHPLC登場以前に比べて100倍以上向上しています。また、1980年代に端を発した蛍光検出をベースとする誘導体化検出法は、物質を化学反応により蛍光物質に変換させ高感度に検出しようという試みで、HPLCの応用分野拡大に大きな貢献を果たした。アミノ酸、糖、カテコールアミン等がその代表例で、現在も多くの研究がなされています。その他、示差屈折率検出器、電気化学検出器、電気伝導度検出器をはじめ様々な検出器が使われています。

時代が求める感度、精度はますます高くなってきており、そのニーズも多様化しています。これに合わせるためHPLCの高感度化、高分離化に対するあくなき追求が今なお続いています。

[引用: 2002年掲載記事]

No.
67

ガスクロマトグラフ/質量分析計(GC/MS)

ガスクロマトグラフ/質量分析計 (GC/MS) は、GCで分離された化合物を、MSを使ってイオン化し、更なる質量数の差で分離することができる分析装置です。環境、食品、法医学や化学工業の分野で、定性や定量分析に幅広く用いられています。特に、質量分析計に四重極型を用いたGC/MSは小型、安価で操作が容易なためGC/MSといえばこのタイプのGC/MSを指します。本稿ではこれを例にとってGC/MSを紹介することにします (図1)。



図1. GC/MSの外観

1. GC/MSはどんな分野に使われているか？

大気、土壌や水質など我々の生活環境にどのような有害汚染物質がどの程度存在するかを調べることは非常に重要です。もしこれらの物質が我々の健康に悪影響を及ぼすリスクがあるときは、規制等の適切な対策を実施しリスクを削減しなければならないからです。このために様々な分析機器が用いられています。その中でも、GC/MSは環境ホルモンや農薬といった微量の有害有機化合物を一度に数多く測定することができるため、有害有機化合物の測定で最も良く用いられる分析装置です。GC/MSを用いた公定法 (公的な機関が定めた分析手法) が国内外で数多くあります。

我々の食物や水道水の検査でもGC/MSは活躍しています。水道水を安心して飲めるのは、法律で定められた水質検査が行なわれているからです。検査される項目は多岐にわたりますが、GC/MSはシマ

ジンやベンチオカーブといった農薬やトリハロメタンなどの揮発性有機化合物の測定に用いられています。水質検査結果はインターネットでも紹介されているのでぜひごらんになれば面白いと思います¹⁾。食品中残留農薬や無許可農薬の使用等、農薬が問題になり世間を騒がせましたが、これらの農薬の分析でもGC/MSが使われています。農産物に残留する農薬の規制についてはポジティブリスト制が採用され分析対象となる農薬が大幅に増加しました。海外で使用されている農薬は700種類にも及ぶといわれています。これらの食品中残留農薬の分析では、環境汚染物質の分析と同様に数多くの農薬をできるだけ一度に分析でき、しかもng(10⁻⁹g)からpg(10⁻¹²g) オーダーまで測定できるGC/MSが非常に有効な分析装置です。

我々の生活に身近な用途を中心に紹介しましたが、これ以外にも化学工業製品や半導体の研究開発や品質保証といった分野でGC/MSはなくてはならない装置です。

2. GC/MSでどのように測定するのか？^{2) 3)}

それでは、これらの物質をGC/MSでどのようにして測定すればいいのでしょうか？またGC/MSはどんな原理で測定できるのでしょうか？定量分析では目的とする化合物を他のものから分離し、その量を測ることが良く行なわれます。野菜に残留している農薬をGC/MSで調べる場合を例にとって説明してみましよう。食品中残留農薬の分析では、野菜1gあたり μg オーダー (10⁻⁶g) 以下という極微量を測定しなくてはなりません。野菜から直接農薬を取り出すことは難しいので、いくつかのステップを経て分離が行なわれます。まず、ヘキササンやアセトンといった農薬を溶かしやすい有機溶媒を使って農作物から農薬類を選択的に溶かしだします。しかし、色素や脂質等といった夾雑物が一緒に溶け出し農薬だけを取り出すことはできません。そのため、

ガスクロマトグラフ/質量分析計(GC/MS)

様々な操作を行なって、夾雑物を取り除きます。これら一連の操作を前処理と呼びます。ただ、いくら前処理を繰り返しても、農薬の量があまりにも少ないため完全に夾雑物と分離することはできません。そこでガスクロマトグラフ (GC) が用いられます。液 (液相) が内壁に付いている毛細管 (カラム) に前処理で得られたサンプルを加熱気化させヘリウムガスで導入します。導入された農薬や夾雑物は、液相に溶けたり気相に移行したりを繰り返しながらカラム内を移動します。液相に留まる時間が成分によって異なるため、カラムからでてくる時間 (保持時間) が成分ごとに異なり分離することができます。

図2は大豆に農薬を添加して分析した結果 (クロマトグラム) です。クロマトグラムの各ピークは分離された成分を示しています。多数の夾雑物や農薬が含まれているため、GCでも全ての成分を完全に分離できていません。特に、食品や環境分析では、前処理で取り除けなかった様々な夾雑物や分析対象成分が数多あるため、このようなことが起こってし

まいます。そこでGCに質量分析計 (MS) を直接接続します。カラムで分離された農薬や夾雑物はMSに導入されます。MSでは、その分子をたたき壊し生じた破片の重さを測定することによって分離を行ないます。ここで重要なのは、闇雲にばらばらになるのではなく、一定の規則に則って解裂することです。農薬Aと夾雑物BがGCのカラムから同時にでてきたとします。それらをばらばらにすると、Aから生じた破片AiとBから生じた破片Biと一緒に生じます。それらを重さの違いで振り分けて検出しますと、たとえカラムから同時にでてきたとしても別々に測定することができます。実際の装置では、図3に示しますように電子を加速してカラムから出てきた化合物に衝突させ、その分子から電子をたたきだします。分子は電子を一個失って正の電荷を持ったイオンになるとともに解裂して正の電荷を持った破片 (フラグメントイオン) を生じます。そのフラグメントイオンは四本の金属棒から構成された四重極 (Quadrupole QP) に送り込まれます。これら

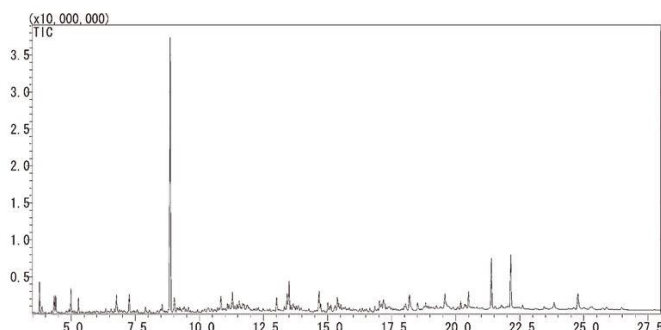


図2. 大豆に農薬を添加して分析した結果

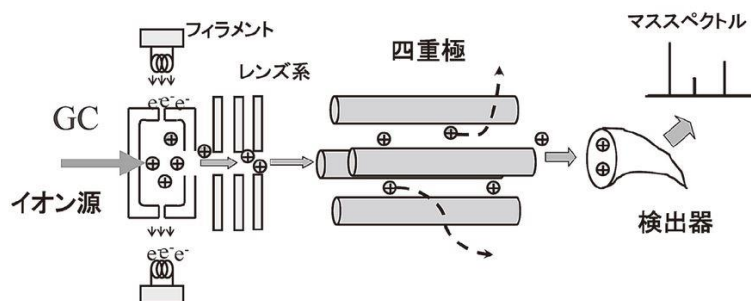


図3. GC/MSの原理

ガスクロマトグラフ/質量分析計(GC/MS)

のロッドに高周波電圧を与えると、ロッドの間に高周波電場が形成されます。イオン源からロッドに入ったイオンはこの電場により振動をして検出器の方向に進みます。このとき、ロッドに印加する高周波電圧によってある特定の重さ (質量数) のイオンのみが四重極を通過し検出器に到達します。電圧を高速に切り替えることによって通過できるイオンを質量数ごと切り替えることができます。このようにして、生成したフラグメントイオンを検出します。農薬Aから生じたイオン A_i と夾雑物Bから生じたイオン B_i をそれぞれ質量数の違いで四重極によって分離し検出すると、農薬や夾雑物の有無やその量を決定することができます。分子をイオン化したり、生じたイオンを四重極で分離したりするのは真空中で

行なう必要があります。そのため、MSは真空中に排気されています。

3. どんなデータが得られるのか^{4) 5)}

フラグメンテーションによって生じたイオンの質量数を横軸に縦軸に強度をとってあらわしたものをマススペクトルと呼びます。(図4下) マススペクトルは化合物の構造を反映しているため構造解析に用いられます。

マスクロマトグラム (図4上) は特定の質量数のイオンを検出して得られるデータです。横軸に保持時間をとり縦軸に検出されたイオンの信号強度をプロットします。ピークは各成分をあらわしその面積は成分の量に比例します。このデータを使って濃度を決定します。

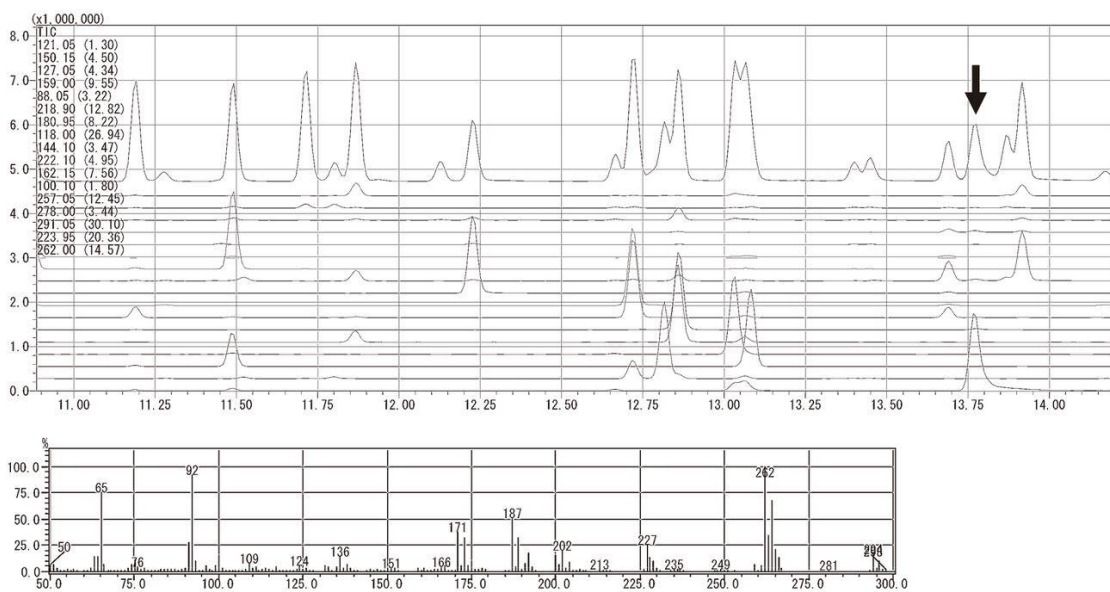


図4. トータルイオンクロマトグラム、マスクロマトグラムおよびマススペクトル
上の図は、トータルイオンクロマトグラムとマスクロマトグラムを示す、下の図は矢印のピークのマススペクトルを示す。

[参考文献]

- 1) 日本水道協会 水道水質データベース
<http://www.jwwa.or.jp/mizu/>
- 2) 日本質量分析学会 “マススペクトルメトリーってなあに” (平成13年)
- 3) 松田久 “マススペクトルメトリーの原理” テキ

スト (株島津製作所)

- 4) 鈴木真言 “質量スペクトルの解析” テキスト (株島津製作所)
- 5) 中田尚男 “マススペクトル解析講座” テキスト (株島津製作所)

[引用：2002年掲載記事]

No.
69

イオンクロマトグラフィー

はじめに

1975年にSmallらによっていわゆる「イオンクロマトグラフィー」が発表されてから30年以上が経過した。この方法は、イオンを分析するために登場した方法ですが、古典的な方法に頼ることの多かった陰イオン分析の分野に大きなブレイクスルーをもたらした。

「イオンクロマトグラフィー」では、イオン交換と電気伝導率がそれぞれ分離と検出を担っており、心臓部は極めて単純です。これらの古典的な原理はイオンに固有のものであり、それらの結合を思いつくことは何ら難しいことではない。しかし、イオン交換分離には高濃度の電解質溶液が必要であり、一方で高濃度電解質溶液内の僅かなイオン濃度の違いを電気伝導率の微小な変化から知ることは困難です。Smallらの巧みさは、サプレッサと呼ばれる装置をイオン交換分離と電気伝導率検出のインターフェイスとして用いたところにあり、イオン交換と電気伝導率という古典的な手法を、新たな発想のもとで融合させて新たな手法を作り上げたところにあります。イオン交換樹脂をはじめ、サプレッサ、検出器(方法)等の進歩は、この方法をさらに洗練されたものにし、その応用範囲も格段に広がった。水質分析においては、なくてはならない分析手法の一つとなり、JISや上水試験方法をはじめとして種々の公定試験方法に採用されています。

1. イオンクロマトグラフィーとは

(1) 定義

- ①希薄電解質溶液を移動相として、イオン交換体等を固定相とした分離カラム内で、試料溶液のイオン性成分を分離・溶離させ、電気伝導度検出器等の検出器で検出する、無機イオンの分離・定量手法。
- ②低分子イオンを測定対象とするイオン交換クロマトグラフィー。

(2) 装置・システム

- ①装置構成は、基本的にHPLCと同じ(流路部、接液部に金属を使わない・メタルフリー)。
- ②カラムは、低イオン交換容量(0.01~0.1meq/g)のイオン交換樹脂を充填。
- ③電気伝導度検出のための工夫がなされています。

(3) 電気伝導度検出を行うための工夫

- ①低電気伝導率の移動相(有機酸系緩衝液等)を用います。
- ②移動相の電気伝導率を引き下げるバックグラウンド減少装置(サプレッサ)を用います。

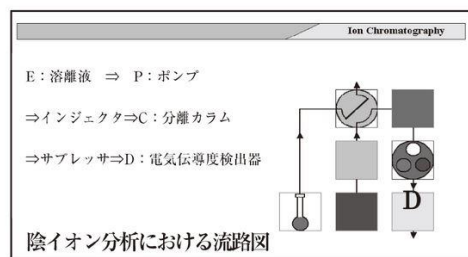


表1. イオンクロマトグラフィーにおける測定可能元素

I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII		
H															He		
Li	Be									B	C	N	O	F	Ne		
Na	Mg									Al	Si	P	S	Cl	Ar		
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn
Fr	Ra	Ac	Ku														

* 黒色地 陰イオン * 灰色地 陽イオン * Nは陰陽イオンとして測定可能

イオンクロマトグラフィー

2. 電気伝導度検出器によるイオンの検出

(1) 溶離剤もイオンであり電気伝導度を持つ

溶離剤イオン濃度の方が測定イオン濃度より高い。高電導度溶液中で電気伝導度の微小変化を検出します。

⇒ノイズが高くなり、S/Nが悪くなります。

⇒溶離剤イオンのみを取り除く (サブレッサ)。

(2) サブレッサの種類

ケミカルサブレッサ(図1. メトローム社の構造)

イオン交換樹脂型: バッチ式、連続再生式

イオン交換膜型: ホローファイバー型、メンブラン型、電気透析型サブレッサ、電解型サブレッサ

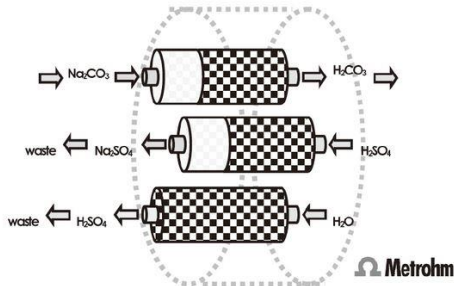


図1. サブレッサの構造 (メトローム社)

(3) 進化するサブレッサ

従来のサブレッサに加え炭酸サブレッサ (メトローム社) を追加することで、バックグラウンド低減を可能にし、更に高感度に対象イオンを測定することが可能になっています (図2. 炭酸サブレッサ)。



図2. 炭酸サブレッサ (メトローム社)

3. イオンクロマトグラフィーにおける分離の改善

(1) 溶離液流量の影響

どんな充填剤 (固定相) にも最適な流量があります。一般に、 $5\mu\text{m}$ の充填剤では $0.5\sim 1.0\text{mL}/\text{min}$ です。つまり、流量を調節することで分離を多少は改善できます。

(2) 測定温度の影響

クロマトグラフィーでは操作温度が高くなると分離平衡が速やかになりそれと共に保持が減少します。リン酸イオン、硫酸イオンは水和が強く、低い温度では不完全平衡状態です。このようなイオンでは、操作温度が上昇するにつれ完全平衡に近づくため、保持は増加します。

(3) 試料濃度と理論段高さ

クロマトグラフィーではあるレベル以下であれば試料濃度、注入量に関わらずピーク幅は一定です。試料負荷量が過剰になると、ピーク幅は増加し、最終的にピーク割れが生じます。

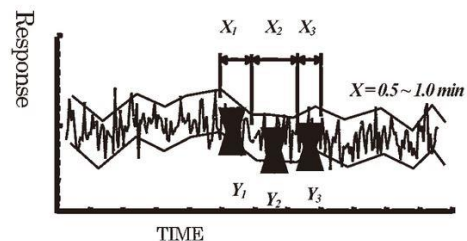
(4) 試料濃度と検量線

クロマトグラフィーでは試料が過負荷になると検量線が曲がり出す。この影響はピーク高さよりもピーク面積のほうが大きい。一般に、信号強度が理論的な直線より10%変化した点を定量上限濃度と見なす。この現象は、カラム負荷量だけでなく、検出器の特性にも依存します。

4. 評価方法

(1) ベースラインノイズの求め方

15分間以上のベースラインを採取し、 $0.5\sim 1.0$ 分間隔でn個に区切り、区切られた信号の最大値と最小値の差を求め、その平均をノイズとします。



*「高速液体クロマトグラフの性能表示方法 JAIMAS 0005-1984」を参考に作図

イオンクロマトグラフィー

(2) 標準偏差からの定量限界の決定

検量線作成時の最低濃度 (推定定量下限値付近) の標準値について5回以上測定し、その標準偏差 (s) の10倍を定量下限値とします。

操作ブランク試験用溶液について同様の操作を行い、検量線の最低濃度から求めた標準偏差と操作ブランク値から求めた標準偏差のいずれか大きいほうを定量下限値の計算に用います。

5. さまざまな検出方法

イオンクロマトグラフィーでは、電気伝導度検出器 (CD) のほかに、紫外可視吸光度検出器 (UV/VIS) を用いた検出法やプラズマ中で試料を分解・原子化・イオン化し質量分析計で質量毎に分離し、イオンを数える (ICP-MS / IC-MS) 検出法などがあります。

前者の検出法の中に試料成分をカラムで分離後、溶出液に誘導体化試薬などを加えて反応させ誘導体化後反応性生物を検出する方法 (ポストカラム誘導体化法) があります。

6. 主な分析例

下記の図3~6に5. で示した代表的な分析例を示します。

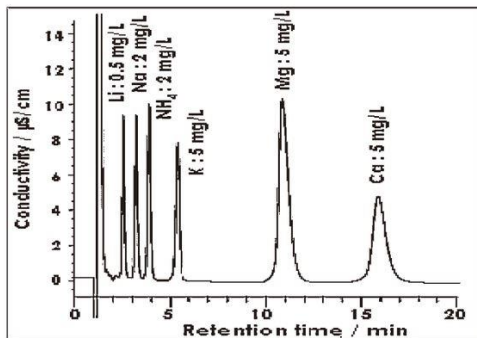


図3. 陽イオン (ノンサプレッサ法) 分析例

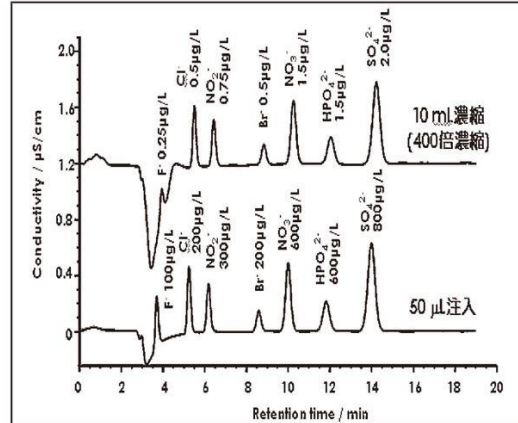


図4. 超微量陰イオンの分析例

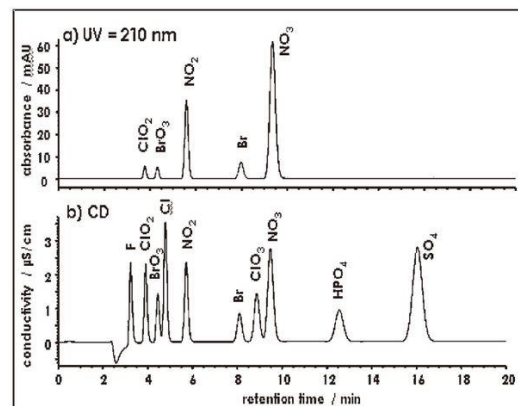


図5. UV検出器とCD検出器の選択例

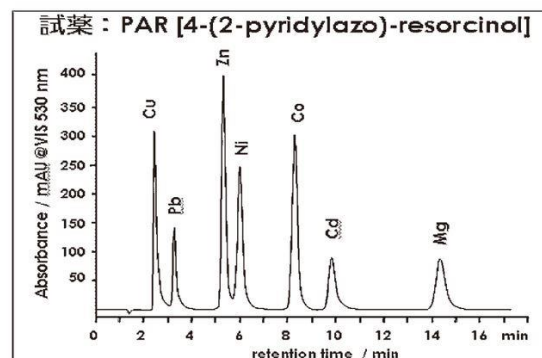


図6. ポストカラム誘導体化法による遷移金属の分析例

イオンクロマトグラフィー

7. イオンクロマトグラフィーにおける前処理

イオンクロマトグラフィーにおける前処理の目的としては①カラムの保護、②分析精度の確保、③測定対象成分濃度の適正化が挙げられます。

主な前処理方法は、測定対象成分濃度の適正を測るため希釈や粒子状物質の除去を目的とした濾過、そしてカラムなどへの妨害吸着成分の除去を目的とした抽出を行います。

代表的な抽出方法としては、固相抽出、液-液抽出、限外濾過、透析等があります。

(1) ダイアリシス前処理

ダイアリシス法(図7)では分子サイズに基づく粗分画と同時に、イオン性成分の水溶液へ拡散を利用して抽出を行うため、高分子夾雑物だけでなく、非イオン性成分の除去も可能となります。この方法では、明確にイオン性を示す成分であれば無機イオン種に限らずイオン性有機化合物の前処理にも適用可能です。

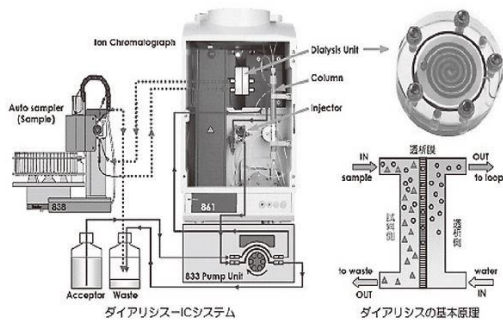


図7. ダイアリシス-ICシステム及びダイアリシスの基本原理

おわりに

イオンクロマトグラフィーは既に確立されたものとの認識がなされていますが、分離カラムや検出法に関しては依然発展途上であるといえます。イオンクロマトグラフィーは、水質分野をはじめとする種々の公的試験方法への採用と共に普及してきた(表2)。公的規制はさらに強化される方向にあり、分離分析技術のさらなる発展が必須とされています。イオンクロマトグラフィーの発展過程で蓄積された技術は、新規なカラムや検出器・検出法等の新技术との融合により、新たなニーズに対応することが可能であると考えています。今後も、イオンクロマトグラフィー技術のさらなる開発が継続され、新たなそして高度な分析手法が試験方法として採用されていくものと思われます。



図8. 一体型、前処理機能付き高感度イオンクロマトグラフ

参考文献

- ・クロマトグラフィーによるイオン性化学種の分離分析 - イオンクロマトグラフィーの基礎から実践まで - 岡田哲男 山本 敦 井上嘉則 編著 NTS2002 [引用：2008年掲載記事]

表2. ICが採用されている主なJIS (日本工業規格) とその他公定試験方法

K0101 工業用水試験方法、	上水試験方法、下水試験方法、肥料分析法
K0102 工場排水試験方法	塩試験方法、衛生試験方法・注解
M0202 坑水・廃水試験方法、	食品添加物分析法、新食品分析法
K0107 排ガス中の塩化水素分析方法	ASTM (米国標準検査法)、ISO (国際標準化機構)
K0400-35-40 高汚濁水水質試験方法	USEPA (米国環境保護庁)
K0556 超純水中の陰イオン試験方法	
K0557 用水・排水の分析に用いる水	

No.
74

天 び ん

1. 天びんとは

天びんは質量を測定する計量器です。質量は重量とよく混同されていますが、質量は物の固有の量を表わすもので、例えば1kgの分銅は地上でも月の上でも質量は1kgです。一方、重量はその物に作用する重力で、同一物でも場所が異なれば重量は異なります。例えば北海道と九州では800分の1の差異が生じます。

特定の場所では重力加速度は一定であり、質量は重量に比例しますので、ある物に作用する重量を測定することにより、その物の質量を求めることができます。

重量の測定には、重量による偏位を利用するか、てこによる釣合を利用します。ばねばかりは前者の例であり、等比天びんは後者の例です。なお、等比天びんでは直接分銅と比較するので場所による質量の差異はありません。

2. 電子天びん

マイクロプロセッサの進歩により、最近では天びんという場合、電子天びんを指すことが多い。電子天びんのメリットは、測定値がデジタル表示されるので、測定が容易であり、測定値を他のデータ処理装置へ転送できることにあります。

重量を電気信号に変換する方法としては、表1に示す方式があります。

表1 主な荷重→電気信号変換の方式

荷重→電気信号変換の方式	計量法令における種類区分
1 電磁力平衡式	電磁式はかり
2 電気抵抗線式 磁歪式 圧電式	ばね式指示はかり
3 振動式 (誘電式)	ばね式指示はかり
4 光電式 電気容量式 (誘導式)	ばね式指示はかり 振子式指示はかり

第1のグループは、被計量物の重量を電磁気力で釣り合わせ、この力を発生させるのに要する電流を信号として取り出すものです。

第2のグループは、被計量物の重量によって生じる、天びんに取り付けられた弾性体の歪みを、電気抵抗の変化として取り出すものです。

第3のグループは、被計量物の重量によって、天びんに取り付けられた弾性体の張力が変化し、それによって変化した弾性体の固有振動数の変化を電気信号として取り出すものです。

第4のグループは、被計量物の重量によって生じる偏位を電気信号に変換するものです。

これらの荷重→電気信号変換方式のうち、現在製品化されているものは、電気抵抗線式、電磁力平衡式がほとんどであり、一部振動式、電気容量式のものがあります。

(1) 電気抵抗線式はかり

図1に示すように起歪体にストレインゲージを貼り付け、荷重により起歪体の伸びる部分と縮む部分とに貼り付けられたストレインゲージの抵抗値の変化を電気信号として取り出す。

電気抵抗線式はかりは、ロードセルはかりとも呼ばれ、精度は1/2,000~1/10,000ですが、商取引の実用には十分なため、商用はかり、トラックスケール等広く用いられています。

(2) 電磁力平衡式はかり

図2に示すように、被計量物の重量を電磁力で釣り合わせる復元力(電磁力)発生機構、制御機構からなり、電気量はA/D変換されて、表示器にデジタル表示されます。

また、電磁力の発生は、図3に示すようにフレミングの左手の法則に基づいています。

電磁力平衡式はかりは、1/10,000~10,000,000の

天びん

精度で、精密はかりとして、分析、試験研究、工程・品質管理等分解能の高い測定に用いられています。

3. 天びんの使用と管理

(1) 使用 (選定)

天びんの使用に当たっては、何g (または何kg) まで計る必要があるかということ、どの程度の精度まで測定値が必要かということ considering、使用する天びんを選定することが大切です。特に、高精度の天びんは風や振動の影響を受けやすいので、必要以上に高い精度の天びんを選定すると、かえって使いづらい場合があります。

また、 $1\ \mu\text{g}\sim 0.1\text{mg}$ まで測定できる分析天びんは、しっかりとした台の上での使用と、温度が一定である環境が必要です。

その他、取引・証明用には、検定証印の付された、計量法で規定されている特定計量器を必ず使用しなければならない (ただし、最小表示 10mg 未満の測定に対してはこの規制はない)。

(2) 管理

天びんの管理には、分銅が必要とされます。

質量計のトレーサビリティは分銅によって維持されますので、適切な分銅を使用して天びんを管理しなければなりません。なお、校正分銅内蔵形の天びんを用いれば、日常の感度校正が容易に行われるので非常に便利です。

[引用：1995年掲載記事]

図1 起歪体とストレインゲージ

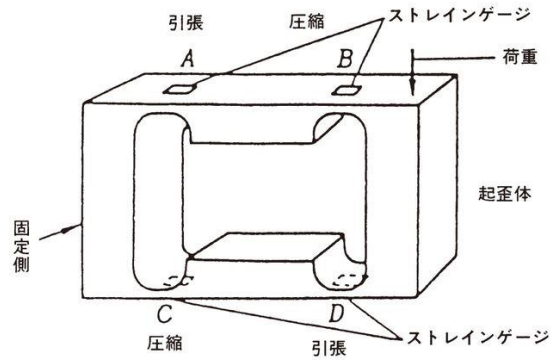


図2 電磁力平衡式はかり

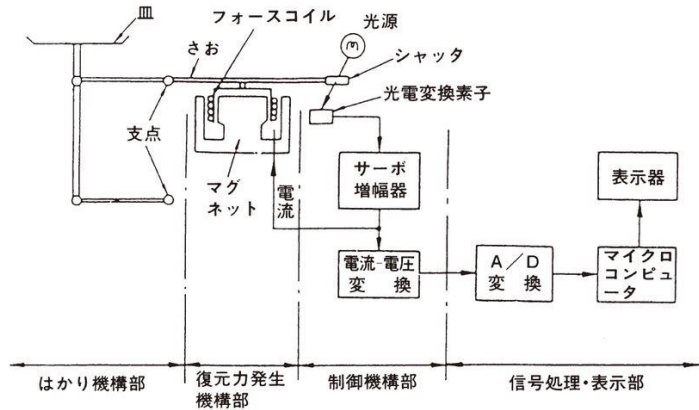
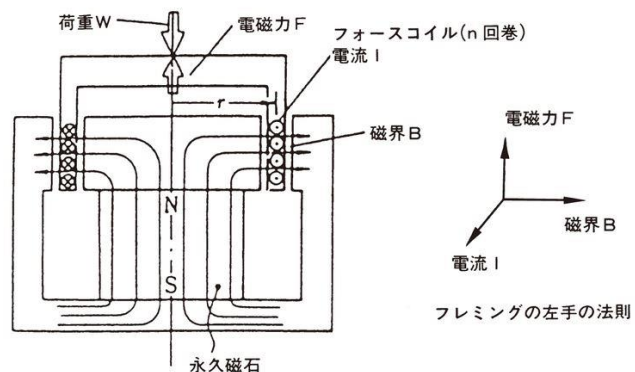


図3 電磁力発生機構



No.
75

天びんのいろいろ

1. 天びんについて

天びんで測定するものは本来的には質量です。この質量というものは物体の量を表しますが、この質量を高精度で直接量ることは非常に難しくなります。

しかし、この質量に重力 g (地球の引力や自転による遠心力) が加わりますと、これは力に変換されますので、力センサなどで測定することが可能となります。但し、重力 g は地球上のどこに上記物体があるかによって異なりますので注意が必要になります。

2. 天びんの種類

天びんに類似のことに「はかり」があります。この違いはあまり区別されていませんが、一般的には、天びんははかりの中で比較的ひょう量が小さく (30kg程度以下)、目量が小さい (1g程度以下)、かつ分解能が高い (数万以上) のものを指します。

ここではこれらの違いを問題にしないで、質量をはかる方式一般についてどのような種類があるか、代表的なものを挙げてみます。

2.1 機械式天びん、はかり

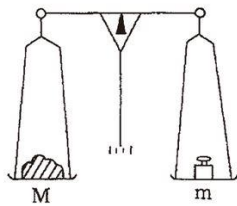


図1. 化学天びん

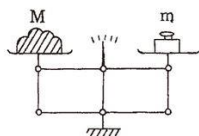


図2. 上皿天びん

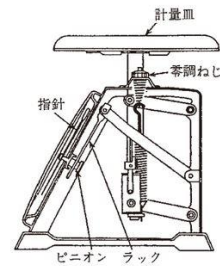


図3. ばねはかり

2.2 電子天びん、はかり

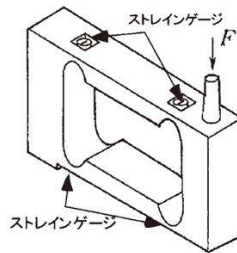


図4. ロードセル式 (電気抵抗線式) 天びん

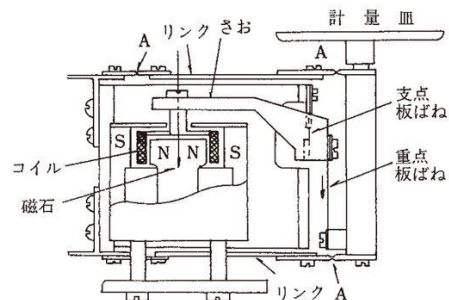


図5. フォースバランス式 (電磁力平衡式) 天びん

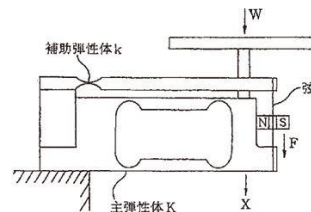


図6. 弦振動式はかり

天びんのいろいろ

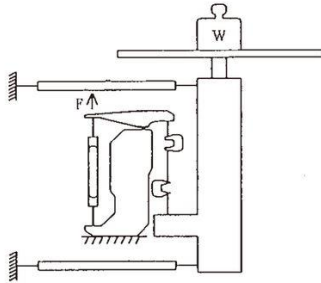


図7. 音叉式天びん

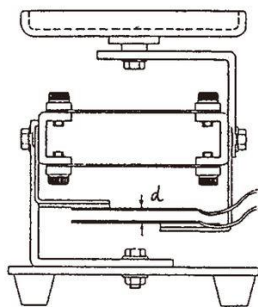


図8. 静電容量式はかり

3. 電子天びんの原理

前記2項のように、天びん(はかり)にはいろいろな種類のものがありますが、応答性の速さと扱い易さにより、現在では天びんには主に電子天びんが使われています。電子天びんのうち代表的なもの3種類を取り上げて原理を説明いたします。

3.1 ロードセル式

センサ部の構造は図4に示すもので、4箇所の薄肉の部分にストレインゲージが貼ってあります。図の荷重Fが加わると、薄肉の部分のがたわみます。

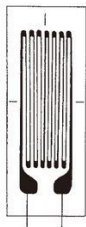


図9. ゲージ

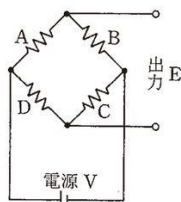


図10. ブリッジ回路

このときストレインゲージの抵抗値が変化します。これらを図10のブリッジ回路に組み、信号を取り出し、A/D変換後質量に換算して表示します。主な長所は構造が簡単で安価な事です。

代表的な仕様・用途

- 最小目量：10mg～1g
- 表示分解能：1/3000～10000
- 用途：工業用、商用、個数カウント用など

3.2 フォースバランス式

電磁力平衡式とも呼ばれ、図5の構造をしています。

図11のようにサーボ機構により荷重と電磁力をつり合わせます。このときにコイルに流れる電流を測って質量を求めます。

主な長所は特に数百g以下で高分解能が得られる事です。

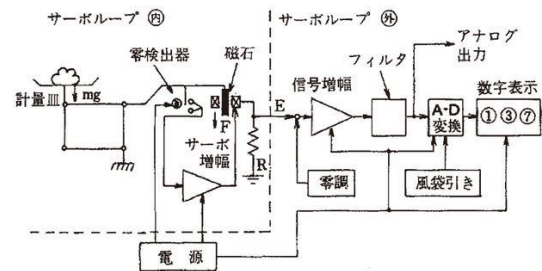


図11. フォースバランス式

代表的な仕様・用途

- ・最小目量：0.01mg～1g
- ・表示分解能：1/10000～10000000
- ・用途：工業用、試験研究用、分析用、マスコンパレータ、個数カウント用など

3.3 音叉式

音叉式はかりの全体は図7の構造をしています、内蔵されているセンサを図12に示します。

天びんのいろいろ

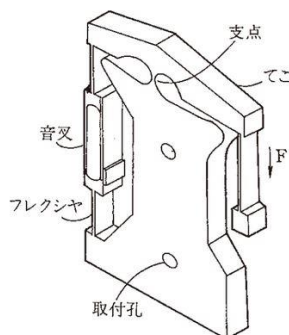


図12. 音叉センサ

音叉式の原理は、まず図12のセンサの音叉部を振動させておきます。図中の荷重Fが加わると、支点がありますので音叉部が引っ張られ、振動周波数が増加します。

これは弦楽器の弦の張力を強くすると、音が高くなるのと同じ原理です。この周波数の増加分を水晶発信器 (通常はマイコンのクロック) の周波数を使って正確に取り出します。この取り出した信号を演算して加わった荷重を計算し、質量に換算して表示します。主な長所は経時変化が少ない (安定している) ことです。

代表的な仕様・用途

最小目量：0.1mg～1g

表示分解能：1 / 10000～2000000

用途：工業用、試験研究用、調剤用、マスコンパレータ、個数カウント用など

4. 周辺機器

天びんからはRS232Cなどの出力が出されているものが多く、周辺機器に容易に接続することができます。標準では出力が無くても、オプションで出力が取り付けられる機種もあります。しかしメーカーが異なる場合は接続できない場合があります。

周辺機器：

プリンタ、パソコン、USBコンバータ、イーサネットコンバータ、判別ランプ、パソコン用データ取込ソフト、外部表示器、除電器など

5. 電子天びんの選択時に考慮する事項

- ・ひょう量、目量：
用途に合っているか確認します。
- ・取引証明に使うか：
取引証明に使う場合は特定計量器 (検定付き) が必要になります。定期検査も必要です。
- ・天びんのトレーサビリティ (計量管理) が必要か：
必要の場合はJCS認定事業者に依頼して値付け (現在どの位の精度か) を測定してもらいます。
- ・内蔵分銅が必要か：
内蔵分銅がある場合は日常の感度校正は内蔵分銅でできます。内蔵分銅が無い場合は外部分銅で校正します。いずれの場合も必要な精度・等級のJCS校正分銅で校正すればトレーサビリティがとれます。
- ・重力加速度 (g) の影響：
分解能が低い天びんでは、はかりで指定された重力加速度の場所で使用すれば良い機種もあります。高精度のものは校正された分銅を用いて現地で校正をする必要があります。
- ・信頼性が必要か：
JISマーク付きの天びんはJISの認定工場で作られていますので信頼できます。
- ・GLP / GMP
- ・バッテリー・電池仕様
- ・防塵・防水仕様
防爆仕様などが必用な場合：
これらを装備しているか、オプションがあるか、ホームページやカタログなどで確認します。

[引用：2009年掲載記事]

No.
108

ガス分析計

ガス分析計は、生産管理用分析計と自動車や燃焼機関からの排ガス、煙道排ガス、悪臭物質等の発生源用や大気汚染用の環境用分析計に大別されます。生産管理用分析計は燃料ガス分析計、アルゴン中の窒素分析計等の専用機の他にラボ用ガスクロマトグラフにガスサンプラを装着し、各種純ガス中の不純物の分析用として、品質管理に用いられています。一方、環境用分析計は、発生源用と大気汚染用とがあります。前者は測定する成分の濃度が高濃度で、後者は低濃度です。測定成分は同じですが、発生源用は高温、高湿、多塵で、それらの除去または影響を受けないように測定方式が異なっています。また環境用分析計のほとんどが測定成分毎に専用機化されています。

1. 環境用分析計の測定方式と用途について

(1) 硫黄酸化物分析計

〔測定方式〕

溶液導電率法
炎光光度法
紫外線蛍光法

〔用途〕

大気中の二酸化硫黄の濃度監視に用いられます。

(2) 一酸化炭素分析計

〔測定方式〕

赤外線吸収法
定電位電解法

〔用途〕

自動車等の燃焼機関から排出される一酸化炭素の濃度監視やトンネル内の濃度監視と換気制御に用いられます。

(3) 全炭化水素・非メタン炭化水素計

〔測定方式〕

水素炎イオン化検出器

〔用途〕

全炭化水素計は発生源での炭化水素の濃度監視に、非メタン炭化水素計は大気汚染の濃度監視に用いられます。

(4) オキシダント・オゾン分析計

〔測定方式〕

吸光光度計
電量法

〔用途〕

大気中のオキシダントの監視や警報に用いられます。

表-1 敷地境界線に於ける規制濃度

	物質名	規制濃度
1	アンモニア	1 ~ 5 ppm
2	メチルメルカプタン	0.002 ~ 0.01 ppm
3	硫化水素	0.02 ~ 0.2 ppm
4	硫化メチル	0.01 ~ 0.2 ppm
5	二硫化メチル	0.009 ~ 0.1 ppm
6	トリメチルアミン	0.005 ~ 0.07 ppm
7	アセトアルデヒド	0.05 ~ 0.5 ppm
8	プロピオンアルデヒド	0.05 ~ 0.5 ppm
9	ノルマルブチルアルデヒド	0.009 ~ 0.08 ppm
10	イソブチルアルデヒド	0.02 ~ 0.2 ppm
11	ノルマルバレルアルデヒド	0.009 ~ 0.05 ppm
12	イソバレルアルデヒド	0.003 ~ 0.01 ppm
13	イソブタノール	0.9 ~ 20 ppm
14	酢酸エチル	3 ~ 20 ppm
15	メチルイソブチルケトン	1 ~ 6 ppm
16	トルエン	10 ~ 60 ppm
17	スチレン	0.4 ~ 2 ppm
18	キシレン	1 ~ 5 ppm
19	プロピオン酸	0.03 ~ 0.2 ppm
20	ノルマル酪酸	0.001 ~ 0.006 ppm
21	ノルマル吉草酸	0.0009 ~ 0.004 ppm
22	イソ吉草酸	0.001 ~ 0.01 ppm

表-2 測定物質と前処理方法

測定物質	採取	濃縮	加熱導入	測定
アンモニア	ほう酸溶液捕集	……………	……………	分光光度計
イオウ化合物 メチルメルカプタン 硫化水素 硫化メチル 二硫化メチル	採取バック捕集	低温濃縮	濃縮管	ガスクロ FPD
トリメチルアミン	硫酸溶液捕集	アルカリ分解	濃縮管	ガスクロ FID
アルデヒド類 アセトアルデヒド プロピオンアルデヒド n-ブチルアルデヒド i-ブチルアルデヒド n-バレルアルデヒド i-バレルアルデヒド	採取バック捕集	DNP化 カートリッジ	マイクロシリンジ	ガスクロ FTD
イソブタノール	採取バック捕集	低温濃縮	濃縮管	ガスクロ FID
酢酸エチル メチルイソブチルケトン	採取バック捕集	低温濃縮 常温吸着	濃縮管 捕集管、加熱炉	ガスクロ FID
トルエン スチレン キシレン	採取バック捕集	低温濃縮 常温吸着	濃縮管 捕集管、加熱炉	ガスクロ FID
低級脂肪酸 プロピオン酸 ノルマル酪酸 ノルマル吉草酸 イソ吉草酸	アルカリビーズ	……………	捕集管、加熱炉	ガスクロ FID

(5) 窒素酸化物分析計

〔測定方式〕

吸光光度法
化学発光法

〔用途〕

自動車や燃焼機関から排出される窒素酸化物の濃度監視に用いられます。

(6) 塩素・塩化水素分析計

〔測定方式〕

吸光光度法

〔用途〕

化学工場、電解工場、ゴミ焼却炉より排出される塩素または塩化水素の濃度監視に用いられます。

(7) ふっ素・ふっ素化合物分析計

〔測定方式〕

イオン電極法
吸光光度法

〔用途〕

ガラス製造工場、アルミニウム精錬工場周辺の濃度監視に用いられます。

(8) 硫化水素分析計

〔測定方式〕

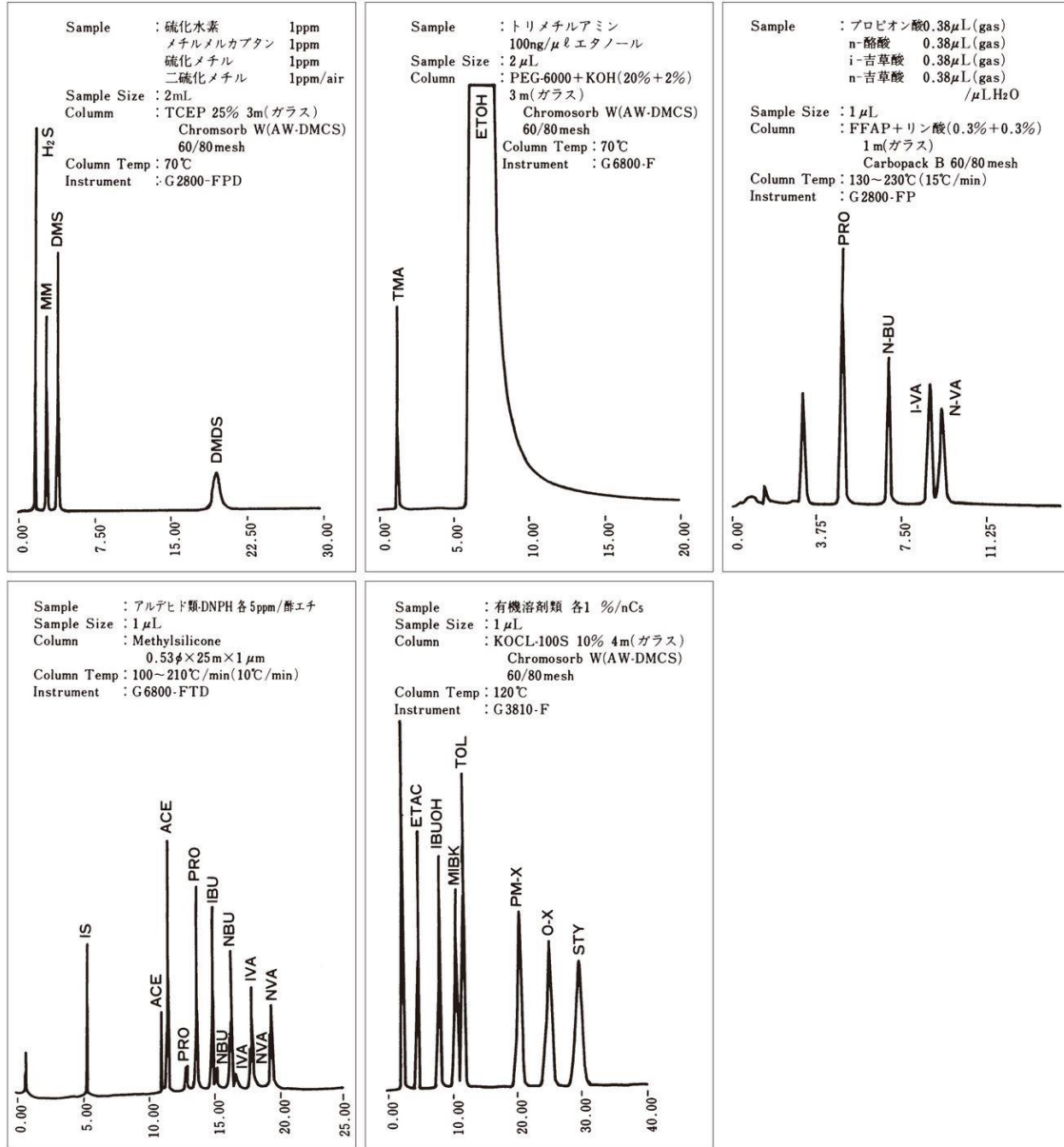
電量滴定法
吸光光度法

〔用途〕

パルプ工場、下水処理場等の周辺の濃度監視に用いられます。

ガス分析計

表-3 分析例



2. 悪臭物質分析計について

悪臭前処理装置にて採取、濃縮または分解を行い、前処理された試料をガスクロマトグラフや分光光度計にて分析を行う。測定物質(22物質)(表-1)、分析方法(表-2)、分析例(表-3)を示す。

以上、簡単にガス分析計について記述しましたが紙面の都合もあり、各分析計の原理、構造等は割愛させていただきました。

[引用：1997年掲載記事]

No.
109

大気汚染/環境測定

1. はじめに

現在クローズアップされてきている環境問題は地球規模に発展してきています。1960年代に社会問題化した公害問題は局所的な性格が強く、直接被害が及ぶ比較的限られた人々が中心だった。しかしながらいま直面している地球環境問題の対象は、地球に生息する生命体全体であり、国を問わず全世界がこの問題に直面しなければならない局面を迎えています。オゾン層破壊、地球温暖化、酸性雨、越境汚染など、グローバルベースの取組が必要であり、当時とは質的にも異なる問題となっています。

その中で、大気汚染を監視することの重要性は益々増してきています。これは、大気汚染を防止するためには、世界各地での汚染状況を的確に把握し、適切な対応策を立てることが重要であるからです。

日本においては、大気汚染を防止する為に昭和42年に公害対策基本法が、また昭和43年に大気汚染防止法が制定された。これらの法律を受けて、人の健康を保護し生活環境を保全する上で維持する事が望ましい基準として環境基準が設定されています。昭和45年当初、大気中の環境基準として設定されていたのは、二酸化硫黄 (SO₂) と一酸化炭素 (CO) の2成分であったが、年々成分が追加され、現在では、前述の2成分以外に浮遊粒子状物質 (SPM: 大気中に浮遊する粒子であって、その粒径が10 μm以下のもの)、二酸化窒素 (NO₂)、光化学オキシダント (二酸化窒素を除いた酸化性物質。オゾン (O₃) 濃度に代表される)、更に長期的な摂取により人体に有害であるとされているベンゼン、トリクロロエチレン、テトラクロロエチレン、ダイオキシン類といった汚染物質について大気中の環境基準が設定されています。とりわけSPMについては、粒径2.5 μm以下の微小粒子状物質 (PM2.5) の環境目標値を設定する動きがあり、WHO (世界保健機関) はガイ

ドラインを平成18年に設定、わが国においては、学識者を中心として検討会が発足され、健康影響に関する評価について検討されているところです。

このように、大気汚染監視に必要とされる測定成分は、増加の一途であり、より高精度・高感度で連続監視する測定機器が求められています。

2. 大気汚染監視用濃度測定装置

～SO₂、NO_x、O₃、CO、炭化水素、SPM測定装置～



写真1 大気汚染監視用濃度測定装置 APNA-370

弊社の大気汚染監視用濃度測定装置に採用している測定方式は、乾式法と呼ばれる方法です。これは、サンプルである大気をガス状のまま測定する方法の総称です。旧来は、サンプル大気を試薬や吸収液と反応させ、その反応から汚染物質の濃度を測定する湿式法が、多く用いられてきた。しかし、湿式法では試薬の調整や廃液処理などが必要であり、連続監視に非常に手間がかかります。また、湿式法ではサンプルガスを試薬に一定時間通気して平均濃度を求めるため、瞬間的な汚染物質の濃度変化を捉えることができません。このため今日では、大気汚染監視用濃度測定装置で用いられる測定方式は、乾式法が主流となっています。

写真1は、弊社の大気汚染監視用窒素酸化物濃度測定装置の外観です。測定に必要なサンプリングポンプや検出器など測定に必要な機構をすべて計測器内に収納し、コンパクトにまとめています。

大気汚染/環境測定

表1. ホリバAP-370シリーズ仕様

形式	APSA-370	APNA-370	APOA-370	APMA-370	APHA-G360	APDA-370
測定成分	二酸化硫黄 (SO ₂)	窒素化合物 (NO、NO ₂ 、NO _x)	オゾン (O ₃)	一酸化炭素 (CO)	炭化水素 (CH ₄ 、NMHC、THC)	SPM
測定原理	紫外線蛍光法	クロスモデュレーション方式 化学発光法	クロスモデュレーション方式 紫外線吸収法	クロスモデュレーション方式非分散 赤外線吸収法	ガスクロマトグラフ直接法+水素炎 イオン化検出法	β線吸収法
測定レンジ (標準)	0~ 0.05/0.1/0.2/0.5ppm	0~ 0.1/0.2/0.5/1.0ppm	0~ 0.1/0.2/0.5/1.0ppm	0~ 5/10/20/50ppm	0~ 5/10/25ppmC	0~ 1000/5000 μg/m ³
応答速度 (測定周期)	180秒以下	120秒以下	120秒以下	60秒以下	6分	1時間

表1は、弊社のAP-370シリーズ（炭化水素はAPHA-G360）の測定原理と主な仕様をまとめたものです。大気汚染監視用濃度測定装置では、高感度を要求されるため、測定成分毎に最適な測定原理が採用されています。以下では、それぞれの測定原理の概要を簡単に説明します。

(1) 二酸化硫黄 (SO₂) 測定原理：紫外線蛍光法

SO₂分子に紫外線を照射すると、SO₂分子は、紫外線を吸収し、励起状態となります。この励起状態となったSO₂分子が基底状態に戻る際に蛍光を発生します。この蛍光の強度を測定する事で、SO₂濃度を求めます。

(2) 窒素化合物 (NO_x) 測定原理：化学発光法

一酸化窒素 (NO) 分子はオゾンと反応し、二酸化窒素 (NO₂) と励起状態の二酸化窒素 (NO₂*) が生じます。この励起状態の二酸化窒素が基底状態に戻る際に化学発光を起こす。この発光強度を測定することで、サンプルガス中のNO濃度を求めることができます。NO₂はオゾンと反応せず、発光を起こさないため、コンバータ (触媒) を用いてNOに還元して測定します。サンプルガスはコンバータを通じて (NO+NO₂) の合計値として測定されます。NO₂濃度を求めるためには、サンプルガスをコンバータに通して測定したときの値 (NO+NO₂) からコンバータを通さずに測定した値 (NO) を差し引くことで求められます。

(3) オゾン (O₃) 測定原理：紫外線吸収法

オゾンは、波長254nm付近の紫外線を吸収する性質を持っており、その吸収量はオゾンの濃度に比例します。

このため波長254nmの紫外線を、サンプルガスに照射し、その吸収量を測定することで、サンプル中のオゾン濃度が求められます。

(4) 一酸化炭素 (CO) 測定原理：非分散型赤外線吸収法

CO分子は、波長が4.7 μm付近の赤外線を吸収する性質を持っています。この赤外線の吸収量を測定することでサンプル中のCO濃度を求めます。

(5) 炭化水素測定原理：ガスクロマトグラフ直接法
一水素炎イオン化検出法

炭化水素を水素炎中で燃焼するとイオンによる微小電流が発生します。この電流を測定する事で、炭化水素濃度を求めます。また、サンプルは水素炎イオン化検出器に導入される前に、ガスクロマトグラフを用いてメタンと非メタン炭化水素成分に分離してから導入され、それぞれの濃度が求められます。

(6) 浮遊粒子状物質 (SPM) 測定原理：β線吸収法

β線の吸収量が物質の質量に比例することを利用した方法です。大気中の粒子を濾紙上に捕集し、捕集前の濾紙と捕集後の濾紙にβ線を透過します。このβ線の透過量は、粒子状物質の質量に比例するの

表2. ホリバAPPA-360シリーズ仕様

形 式	APPA-365	APPA-360
測 定 成 分	ベンゼン、トリクロロエチレン、 テトラクロロエチレン	ベンゼン、トルエン、キシレン
測 定 原 理	ガスクロマト方式濃縮-光イオン化検出法	
測定レンジ（標準）	0~20/50/100/200ppb	0~50/100/250ppb
測 定 周 期	10分	

で、 β 線の吸収量の差から粒子状物質の質量を求められます。大気中の粒子を捕集する際には、 $10\mu\text{m}$ を超える粒子を除く分粒装置を用いて行われます。

3. 大気汚染監視用濃度測定装置

～ベンゼン、トリクロロエチレン、テトラクロロエチレン測定装置～

ベンゼン、トリクロロエチレン、テトラクロロエチレンの3成分が環境基準として追加されたのは、平成9年のことで、本格的に前述の3成分の大気中濃度監視が始まったのは、まだ最近のことです。これらの汚染物質を測定する為には、ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる必要があり、専門的な分析知識がなければ測定できなかった。また、サンプル大気を濃縮するなどの前処理も必要であり、連続で大気中濃度を監視する事は大変困難であった。

弊社では、その問題点を解決する為に、ベンゼン、トリクロロエチレン、テトラクロロエチレンの3成分を連続監視するAPPA-365を開発した。

本装置は、専門的な分析知識や複雑な操作無しに3成分を連続監視する装置です。測定原理としてはガスクロマト方式濃縮-光イオン化検出法（GC-PID）です。大まかには、サンプル中のベンゼン、トリクロロエチレン、テトラクロロエチレンをガスクロマトグラフで濃縮分離した後に、紫外線を照射し、各成分をイオン化します。その際に発生するイオン電流を測定し、各成分の濃度を求めます。APPAシリーズの主な仕様を表2に示す。高感度で連続監視できる装置であることが分かっていただけだと思う。参考いただきたい。

4. 揮発性有機化合物測定について

浮遊粒子状物質（SPM）や光化学オキシダントに関わる大気汚染の状況は未だ深刻であります。光化学オキシダントにおいては、その注意報発令件数は、昭和50年代から現在に至るまで、改善傾向はみられません。

揮発性有機化合物（以下、VOCという）は、これら物質の発生原因のひとつです。大気中のVOCは、窒素酸化物の混合系を形成し、太陽光（紫外線）照射による光化学反応を通じて、光化学オキシダントを生成します。

一方、浮遊粒子状物質の二次生成粒子は、大気中のVOCが化学反応を起こし、さらに反応生成物が凝縮することなどにより生成します。

こうした背景により、工業等から排出されるVOCを包括的に抑制していくことを目的に、「大気汚染防止法の一部を改正する法律（平成16年法律第56号）」が平成16年5月に公布され、揮発性有機化合物の排出口濃度規制が、平成18年4月1日から施行された。これにより、新設設備については施行日から、既設設備については平成22年4月1日から、排出基準が適用されることとなった。環境省ではこの規制により、光化学オキシダントの一次生成物質を規制し、VOCの排出総量を平成12年度から平成22年度までに3割程度削減し、浮遊粒子状物質の環境基準をおおむね達成することを目標としています。

本規制の導入により、年2回の計測が対象施設に義務付けられています。今後は、規制実施効果の確認のために、排出後の大気中VOC計測が期待されています。

〔引用：2001年掲載記事〕

No.
129

液体クロマトグラフ/質量分析計

1. はじめに

液体クロマトグラフ/質量分析計 (LC/MS) は、液体クロマトグラフ (LC) で分離した混合試料中の目的化合物を、質量分析計 (MS) を用いることでさらにその質量の差で分離することができる分析装置です。

LC/MSは、製薬・環境・食品・工業材料など、幅広い分野で用いられています。

LC/MSは、分析目的・用途によって様々なタイプがあります。

ここでは、汎用タイプである四重極型LC/MS (図1) と、主に構造解析目的で使用されるLCMS-IT-TOF (図8) をご紹介します。



図1. LC/MSの外観

2. 液体クロマトグラフ/質量分析計 (LC/MS)

(1) LC/MSとは?

分離能力に優れたLCと定性能力に優れたMSを結合したLC/MSには、スキャン測定とSIM (Selected Ion Monitoring) 測定と呼ばれる2種類の測定モードがあります。

スキャン測定では、連続的にマススペクトル測定が行われ、得られたマススペクトルは溶出成分の分子量と構造情報を与えます。マススペクトルで得られる情報は、保持時間情報で定性を行っているLCを補完して、より確実な定性を行うことができます。

また、SIM測定では、測定対象物に特有の質量だけをモニターします。仮にLC分離が不十分で目的

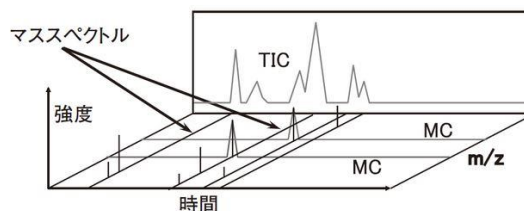


図2. クロマトグラムとマススペクトル

成分と夾雑物質が重なった場合でも、質量による違いを利用して夾雑物質の影響を回避した定量分析を行うことができます。対象物の広さと選択性を兼ね備えているという点でLCの検出器として優れた特性を有しています。

(2) GC/MSとの比較

LC/MSとGC/MSは、どちらもクロマトグラフと質量分析装置の複合装置という点では同じですが、GC/MSで分析可能な試料が比較的 low molecular weight の気体または揮発性化合物、熱安定性の高い物に限られているのに対して、LC/MSは難揮発性や熱不安定性化合物の分析が可能です。

(3) LC/MSの内部構成

LC/MSもGC/MSと同様に、LC部とMSをつなぐためのインターフェース、試料をイオン化するイオン源、生成イオンを効率よく導入するイオン光学系、イオンをm/zによって分離する質量分析部、分離したイオンを検出する検出部から構成されます。

(4) LC/MSのイオン化

質量分析計は、目的成分を気相中にイオンとして取り出し、このイオンを高真空中で検出する装置です。

GC/MSは、GC部分で既に目的成分はガス化していますので、そのままMSに導入し、電子ビームとの衝突を利用してイオン化 (電子イオン化) することができます。

一方、LC/MSの場合、2つの問題があります。一つは液相で分離するLCと真空中で動作するMSをどのように結合するかという問題。もう一つは、難揮発性化合物や熱的に不安定な化合物をどのようにしてイオン化するかという問題です。

液体クロマトグラフ/質量分析計

これまで様々なインターフェースが開発されてきましたが、大気圧イオン化 (API) 法の登場でLC/MSは飛躍的な進歩を遂げることになりました。

APIは、文字通り大気圧下でイオン化するのが特徴です。現在APIには、主に2つのインターフェースがあります。

①エレクトロスプレー (ESI) 法

LC/MSのイオン化法の中でもっともポピュラーなイオン化法で、イオン性・高極性化合物に有効です (図3)。

先端に3~5kV程度の高電圧を印加したキャピラリーに試料を導くと、印加した電圧と同符号に帯電した細かな液滴が作られます。帯電した液滴は移動の過程で溶媒の蒸発、電荷の液滴表面への移動が進み、最終的に試料イオンが気相中に放出されます。(LCからの流量が多い場合には霧化ガスを補助的に使用します。)

ESIは、最もソフトなイオン化で、高極性・難揮発性・熱不安定性化合物に適用が可能です。生じるイオンもプロトン付加分子 (もしくは脱プロトン分子) が多く観察されます。

また、化合物によっては、多価イオンが生成します。ESIは、主に天然物・高分子・医薬品などの分析に広く用いられています。

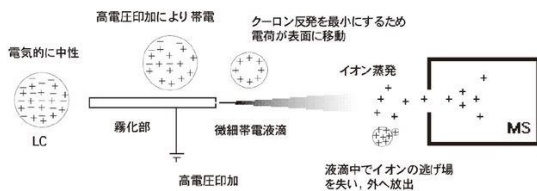


図3. エレクトロスプレーイオン化 (ESI) 法

②大気圧化学イオン化 (APCI) 法

GC/MSのCIと同様、化学イオン化法の一つです (図4)。ESIと似た構造をしています。イオン化の原理が異なり、主に低・中極性化合物に適しています。

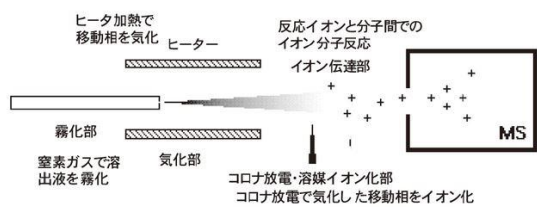


図4. 大気圧化学イオン化 (APCI) 法

APCIでは、試料溶液をヒーター中 (400℃程度に加熱) に窒素ガスなどを用いてスプレーし、溶媒と試料を気化させます。溶媒分子はコロナ放電によってイオン化され、安定した反応イオンを生じます。

この反応イオンと試料分子の間でプロトン授受が起こり (イオン分子反応)、試料分子はプロトン付加分子もしくは脱プロトン分子になります。

APCIは、溶液中のイオン化ではないので、ESIのような多価イオンは生成しません。APCIは、脂溶性の高い化合物や溶液中でイオン化しない化合物の分析に用いられます。

図5にイオン化法と分析対象物の関係を示します。イオン化方法として、ESIとAPCIを使い分けることで、より広範な化合物をカバーできることが可能になります。

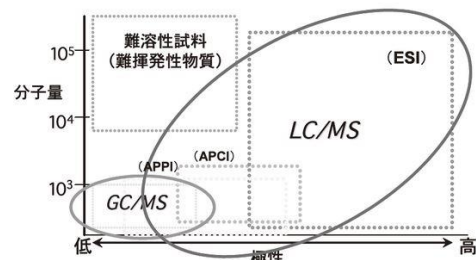


図5. イオン化法と分析対象物

(5)質量分離部

LC/MSには、分析目的や用途によって様々な質量分離部を持ったLC/MSがあります。

原理的には、四重極型・磁場型・飛行時間型・イオントラップ型が多く用いられてきました (表1)。

表1. 各質量分離部の特徴

	質量範囲	汎用性	精密質量測定	MS ⁿ 測定	定性	定量
四重極型 (QP)	~2000	◎	×	×	△	○
イオントラップ型 (IT)	~2000	○	×	○	○	×
飛行時間型 (TOF)	理論的に無制限	○	○	×	◎	×
磁場型 (Sector)	~10000	×	○	×	◎	○

またここ数年、トリプル四重極型MSに代表されるように、複数のMSを組み合わせたタンデムMSや異なる質量分離部を組み合わせたハイブリッド型

液体クロマトグラフ/質量分析計

表2. MS/MS機の特徴

Instrument	QqQ	Ion Trap	QqTOF	LCMS-IT-TOF	FT-MS
MS段数	MS/MS	MSn	MS/MS	MSn	MSn
質量精度	100ppm	100ppm	5ppm	5ppm	<1-2ppm
分解能	4,000	4,000	10,000	10,000	>100,000
定量性	+++	++	+	+	+

MSも多用されています (表2)。

①四重極型LC/MS

表1のように様々なタイプのLC/MSがありますが、ここでは主にLC検出器として採用されている四重極型LC/MSの構成を示します (図6)。

ESIやAPCIなどの大気圧イオン化部で生じたイオンは、収束レンズなどのイオン光学系により収束され、四重極に導入されます。四重極には直流と高周波交流を重ねた電圧を印加し、目的のm/zを持つイオンのみを通過させます。検出器に到達したイオンの量を信号化してPCに取り込みます。

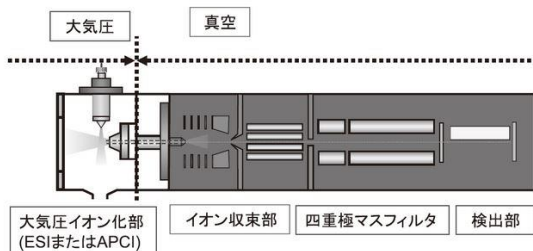


図6. 四重極型LC/MSシステム構成

四重極型LC/MSには次のような特徴があります。

- ・ 小型でシンプルかつ頑丈。
- ・ 分子量情報が得られる。
- ・ 定量性が高い。
- ・ 操作や保守が簡便。
- ・ 他のタイプのLC/MSと比べて安価。
- ・ 汎用性が高い。

主な使用例としては、製薬メーカーや一般化学メーカーなどの合成部門や分取LC/MSとして精製部門、水質試験所などの公的機関でも農薬分析など多方面で利用されています。

ただその一方で、四重極LC/MSは、精密質量情報や構造情報を得ることが原理上難しい側面も持っています。

このような情報は、より精度の高い定性分析をする際には必要不可欠です。

これらの情報を得るためにどのようなLC/MSがあるかを表1にまとめました。

この中でMSⁿ測定にはイオントラップ型MS (以下、IT) が、精密質量測定には飛行時間型MS (以下、TOF) が適していることがわかります。

②イオントラップ型MSの特徴

イオントラップ型MSは、名前のとおり、生成したイオンを一度捕獲してから質量分離を行います。

トラップしたイオンをすべて検出するので、スクリーン分析で感度よく測定できます。

また、特定のイオンをトラップした後、そのイオンの開裂 (衝突誘起解離)、生成したプロダクトイオンの検出、といったことを複数回行うという多段のMS/MS分析 (MSⁿ分析) が可能です。

③飛行時間型MSの特徴

飛行時間型MS (TOF-MS) は、高質量分解能と高質量精度が特徴で (図7)、マススペクトルの収集も高速で行えます。

近年では、高分解能質量分析に飛行時間型MSが多く利用されています。

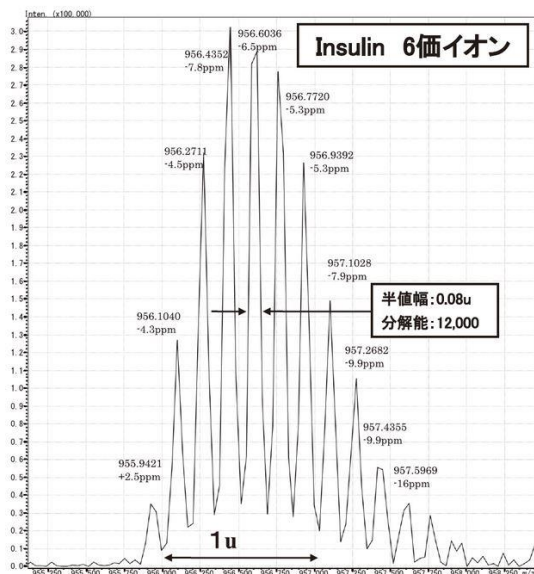


図7. 分解能データ

TOF-MSを用いるメリットは、高分解能や高感度だけではなく、高い質量精度にもあります。

質量精度が高ければ高いほど、未知化合物の組成候補を絞り込むことが可能になり、組成式の推定が容易になります。

3. LCMS-IT-TOFとは？

LCMS-IT-TOFは、IT (イオントラップ) によるMSⁿ能力と、TOF (飛行時間型質量分析計) による高分解能・精密質量測定的能力を兼ね備え、従来型のLC/MS/MSでは不可能であったMSⁿにおける高速精密質量測定を可能にしたハイブリッド型の質量分析計です (図8)。



図8. LCMS-IT-TOFの外観

LCMS-IT-TOFでは、ESIやAPCIなどの大気圧イオン化部で生じたイオンが収束レンズなどにより収束され、オクタポールレンズ部で一次貯留された後、イオントラップに導入されます。

イオントラップでは、プリカーサイオンの選択とプロダクトイオンの生成を行い、イオントラップを基点としてフライトチューブにイオンを排出します (図9)。

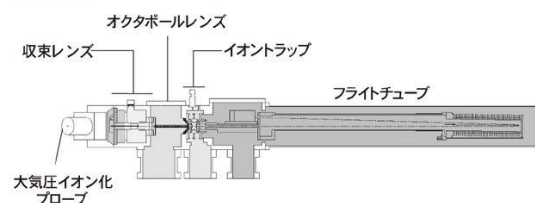


図9. LCMS-IT-TOFの構成

LCMS-IT-TOFによるマススペクトル例を図10に示します。

プロダクトイオンの元素組成を推定できるだけでなく、プリカーサイオンとプロダクトイオンの質量差から、その質量差に相当する元素組成を同定することにより (ニュートラルロスなど)、プリカーサイオンの組成推定や構造推定に利用することができます。

LCMS-IT-TOFに代表されるハイブリッド型質量分析計は、不純物解析や未知化合物の構造解析用途に留まらず、プロテオミクス・メタボロミクスとい

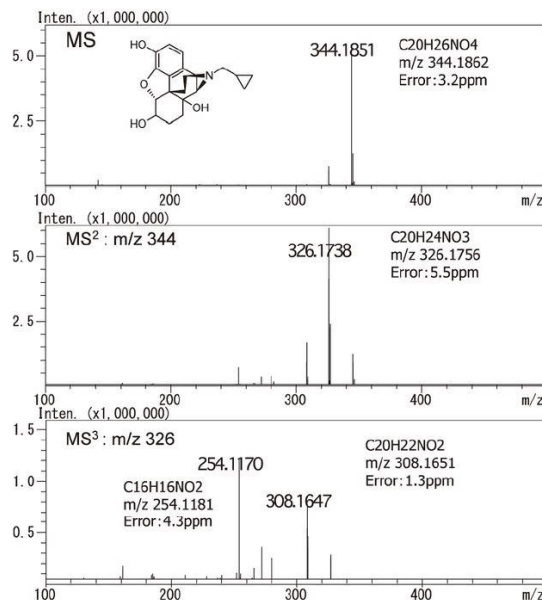


図10. LCMS-IT-TOFによる分析例

った分野にも幅広く利用されています。

さらには、食の安全といった観点から食品会社・衛生研究所などで農薬スクリーニングのために導入されつつあります。参考文献：(1)、(2)

4. おわりに

これまで述べてきたように、最近の質量分析計の用途は非常に多岐にわたっており、分析目的により最適なMS構成が異なってきます。

それぞれの特徴を正しく理解した上で、分析目的にあった装置を選択することが質量分析計を活用するために重要です。

参考文献

- (1) 小林、荒川、高取、北川、藤戸、p93、第96回日本食品衛生学会学術講演会要旨集 (2008)。
- (2) K. Arakawa, M. Kobayashi, N. Hamada, S. Takatori, M. Kitagawa and Y. Fujito, p330, The 33rd International Symposium on HPLC 2008 Kyoto, Abstracts (2008)。

[引用：2010年新規掲載記事]

No.
130

分光光度計/分光蛍光光度計

1. はじめに

紫外・可視分光光度計は、分光分析法で用いられる分析機器として代表的なものです。

用いている波長領域は、主に紫外 (UV)・可視 (Visible) 領域であることから、「UV」または「UV-Vis」とも呼ばれることがあります。

多くの機器分析の教科書でも最初に説明されることが多い機種でもあります。

分光光度法の歴史として、古くはローマ時代において食酢中の鉄分を「没食子」と反応させて、青黒色の沈殿を生じさせ、その色の濃さで鉄の量をみたと伝えられています。

(比色分析 増補版 山本勇麓著 共立出版、1975)
(吸光光度法-無機編 大西、東原著 共立出版、1983)

その後、18、19世紀を経て近代的、科学的な方法として確立され、現在のような装置の原型は、第二次世界大戦中、大戦直後にかけてできてきたものです。その後も、光学系、機械系、電気系の改良等をはじめ、PC化もなされ、高性能化、高機能化が行われてきています。

また、分析法としては、比色分析法や、分光光度法、吸光光度法とも呼ばれています。さらに言えば光電光度法も内容はほぼ同じ測定法となります。

2. 光と色

光は、電磁波の一種で、その真空中での速度は約 3.0×10^8 m/sec です。

電磁波は、その波長によってエックス線、紫外線、可視光線、赤外線、電波などに分けられますが、分光光度計で用いている波長は通常、200~900nm (機種によっては1100nm) で、200~400nm付近が紫外光、400nm~700nm付近が可視光、さらに長波長側は近赤外光となります (図1)。

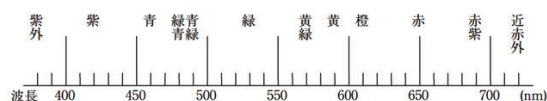


図1. 光の波長と色の関係

3. 光の吸収

物質に光を照射すると、その物質の分子構造に基づいて特定の波長の光だけが吸収されます。

これは、その分子の基底状態にある電子が、光エネルギーを吸収して励起状態に遷移することによって起こります。

どの波の光をどれだけ吸収するかは、吸収スペクトル (波長毎の吸収の強さをプロットした曲線) として得られます。この吸収スペクトルは、構造が異なれば異なるパターンを与えることから、物質特有のものになります。

この原理に基づいて、物質を分析することを吸光光度法といい、

- ①同定
- ②定量分析
- ③電子状態の解析

などができます。

また、励起状態となった分子は、熱や他分子との衝突などによりエネルギーを失い基底状態に戻りますが、この時に物質によっては基底状態に戻る際に吸収した光エネルギーを再び光として放射する過程を経ることがあります。放射する機構 (現象) により蛍光やリン光に分けられますが、これらを利用する分析法を蛍光光度法と言います (図2)。

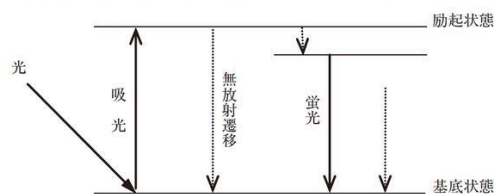
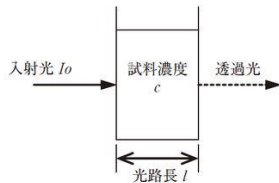


図2. 物質と光の相互作用

4. 吸収スペクトル、透過率、吸光度

次に、吸収スペクトルの測定方法を紹介します。



吸収スペクトルは、前述のようにどの波長でどの程度光が吸収されるかを示すものですので、測定時に試料に照射する光は特定の色(波長)となります。

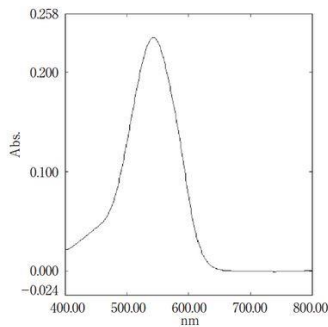


図3. 吸収スペクトルの例

このスペクトルでは、吸収波長は540nmに吸収ピークを持っていることがわかります(図3)。また、どのくらい光が吸収されたかを測るためには、試料に入射する前の光強度と透過後の光強度を比較すれば良いことになります。ここで、ある波長λ(ラムダ)nmを照射するとした場合、入射前の光強度をI₀とし透過後のそれをIとすると、二つの比は、

$I/I_0 = T$ で得られ、この比率がλにおける透過率(T; Transmittance)となります。

透過率は、どれだけの長さの試料を通過するかにより変わります。試料中の光が通る長さ(距離)は、「光路長」と呼ばれ図中のlです。試料濃度をcとすると、

$$T = I/I_0 = 10^{-kcl}$$

(k: 吸光係数 c: 濃度 l: 光路長)

の関係が成立します。ここで両辺の対数を取り、符号を変えると、

$$-\log T = kcl (= \text{Abs.})$$

の関係式が得られます。ここでAbs.は、吸光度(Absorbance)で、この式のように吸光度は試料濃度、光路長に比例します。

また、kは、物質固有の吸光係数であり、試料濃度を1 mol/L、光路長を1 cmとしたときの吸光度から係数を求めると、物質の「モル吸光係数(ε: エプシロン)」となります。

なお、これらの試料濃度、光路長、吸光係数等の関係を、発見者の名前を取り、ブーゲ・ベールの法則、またはランバート・ベールの法則と呼ばれています。いずれにしても、この関係式が分光測定の定量的取り扱いの基礎となるものです。

濃度既知の試料で、濃度と吸光度の関係式をあらかじめ作っておけば、濃度未知の試料を測定して得られた吸光度から、試料濃度が求められます。

濃度と吸光度の関係線(式)は、図4のようになり、関係線(式)を「検量線」と呼んでいます。

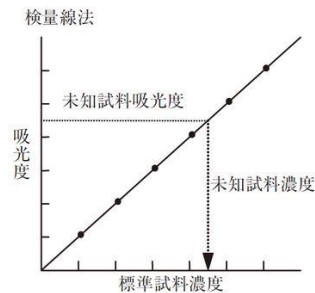


図4. 検量線の例

試料のいれものは、吸収セルと呼ばれ、石英製、または可視領域だけであればガラス製、樹脂製のものもあります。光路長は1 cmのものが多く用いられますが、吸収の強さや試料量により、より長いもの、より短いものを使い分けられています。

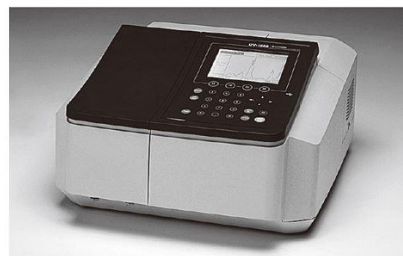


図5. 分光光度計の装置例

分光光度計/分光蛍光光度計

5. 分光光度計の光学系

吸収スペクトルを測定するための分光光度計の構成には、いくつかの種類がありますが、ここでは、一般的な光学系を持つ装置を例に説明します。



図6. 分光光度計の構成例

分光光度計の構成は、図6のようになっています。光源からでた光のうち、特定の光のみを分光器で取り出し、試料室中の試料に照射します。このとき、照射前の強度と透過後の強度を測ります。

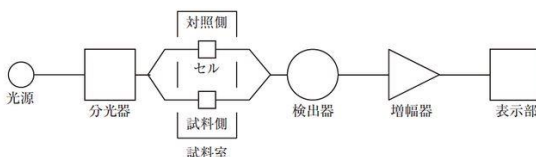


図7-1. ダブルビームの光学系

図7-1のように、分光器からの光を二つに分け、一方は試料を通過させ透過後の強度とします。もう一方は素通しとし、これを照射前の強度とします。それぞれの光強度を検出器で測定、増幅、演算をし、表示部で透過率、または吸光度が示します。波長を順次掃引（スキャンとも言う）すれば、吸収スペクトルが得られます。

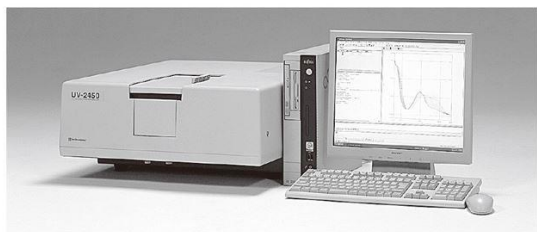


図7-2. ダブルビームの装置例

この光学系は、光を二つに分けていることから、複光束（ダブルビーム）光学系と呼ばれていますが、単光束（シングルビーム）を用いた光学系の製品もあり、こちらも使用されています（図7-2）。

また、必ずしもスペクトル測定が必要ではなく、固定波長での透過率（吸光度）を測る「フォトメトリック測定」も行うことが可能で、条件を検討したあとはこの固定波長のみの測定を行うこともあります（JIS K 0115 吸光光度分析通則）。

分光分析は、古くから様々な試料への適用が試みられ、適用分野は相当に幅の広いものです。

試料自体が可視域に吸収を持っている、つまり色のある場合にはそのまま分析ができ、また紫外域に吸収があれば、こちらもそのまま測定ができます。

適当な吸収がない試料では、呈色（発色）試薬を用いることにより、選択的、高感度での測定を可能にしてきました。

分光分析では、試料をそのまま分析できるという利点がありますが、測定法そのものには分離の過程が入らないことから、混合物の場合には、測定したい方だけを先のような選択的に呈色反応させればよいことになります。

このようなことから、公定法の分析法ではガスクロマトグラフィー（GC）、高速液体クロマトグラフィー（LC）、あるいは最近では検出器に質量分析計（MS）を用いたGC/MS、LC/MSといった分離・定性能力の高い分析法に置き換わってきている面はありますが、一方、物質の透過率、反射率などの基本的な物性については、引き続き、分光光度計での重要な測定となっています。また、固体試料や不透明な試料の測定では、各種反射法や積分球などの付属品が準備されています。

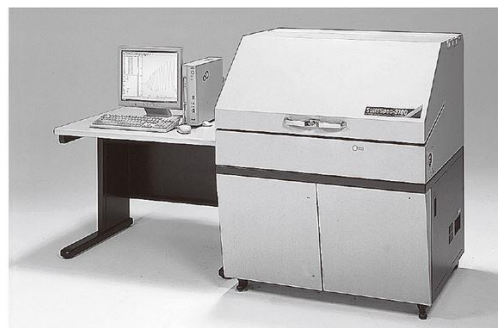


図8. 光学部品対応の大型分光光度計の例

6. 蛍光光度法

図2に示したように、物質に光を照射したあと、物質によっては励起状態から基底状態に戻る際に、光を発するものがあります。この性質を調べる測定法は蛍光法（蛍光光度法）と呼ばれます。

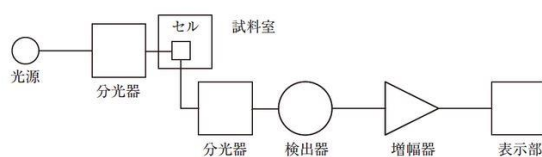


図9. 蛍光光度測定装置の構成例

図9は、蛍光光度測定装置の構成。また、図10は、蛍光測定装置の一例です。

試料に対してある波長の光を照射し、この装置では、直角方向から発光した光を分光器に導入し検出します。光の取り込み角度は前方、後方、横方向と様々な装置があります。また、照射前側と照射後側の二つある分光部に、分光器あるいはフィルターのどちらを用いるかの組み合わせによって、蛍光光度計（照射前；フィルター、照射後；フィルター）、蛍光分光光度計（同：フィルター、分光器）、分光蛍光光度計（同：分光器、分光器）と名称を使い分けています（蛍光光度分析通則 JIS K0120）。

蛍光光度法は、分光光度計による吸光光度法と比較して高感度が一番の特長となります。これは、吸

光光度法は、たくさん照射した光がどのくらい減少したかを見ていますが、一方、蛍光光度法は、全体が暗い中で測定したい試料だけが光っているところを見ることとなり、背景と試料の発光の差が大きいところによります。

蛍光光度法は、この感度の高さを活かし、医薬品や食品中の微量成分、微量添加剤などの測定をはじめ、電気・電子部品のごく小さな変化や、半導体材料、発光・蓄光材料などさまざまな試料への応用が広がっています。

7. 終わりに

分光光度計による測定は、今回紹介してきたように、主に溶液を対象として吸収スペクトルを測定し、定性、定量測定を行う方法があります。この場合、試料に吸収がない場合や選択性を高めるため、呈色試薬（発色試薬）を用いることも多く、より高感度、高選択性の試薬の開発が続けられています。また、対象は溶液のみならず、固体、気体まで広げられ、また測定法も透過法以外に各種の反射法などさまざまです。

今後とも、単独の測定法として、また各種分離分析法の検出法として、幅広く用いられていくものと期待されます。

〔引用：2010年新規掲載記事〕

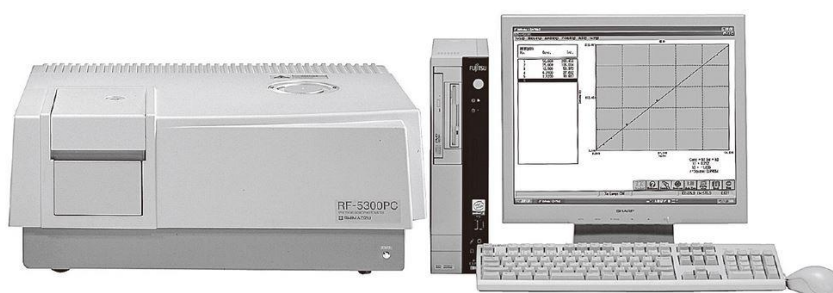


図10. 分光蛍光光度計の装置例

No.
133

気象観測機器

1. 気象観測

私たちは時々刻々と変化する大気中の自然現象の中で、日常生活をしています。晴れたり、曇ったり、大雨が降ったり、天気によって大きく左右されます。

農業、漁業その他様々な産業で風、雨、雪、温度、湿度、気圧、日射、日照、その他自然界の諸現象による影響を大きく受けています。自然の要素と大気現象が生活や産業にどのように影響を与え、これらの大気現象はなぜ起こり、どうして変化するのか、すべてのデータを迅速、正確に測定処理することにより対策を講じることが、将来の生活をより豊かにし産業の発展、快適な環境保全への基礎となります。昨今の地球温暖化、猛暑日の激増、集中豪雨の多発など、この自然界の仕組みの変化を気象観測を通してデータの蓄積をすることができます。

大気中の状態や変化の実態を知るための観測をすることが気象観測です。この気象観測は前述の自然現象を把握するのにとても重要で、日々の観測を長年続けることがとても大切です。統計、調査、研究に利用するために、気象要素の種類、観測時刻、測器の種類、設置方法等を規定した気象業務法、同施行規則などで定められていますので、それに準じて観測することが代表性のある値であり、公共性のある値となります。国際的には世界気象機関(WMO)という機関があります。気象観測には地上気象観測、海上気象観測、高層気象観測、航空気象観測、その他がありますが、特に地上気象観測について説明します。地上気象観測を長期間定期的に行うにあたって露場(図1)、気圧計室、測風塔の設備が必要となります。まず周囲に高い建築物や樹木のない開けた平坦な場所を選びますが、現況の土地事情ではなかなか難しいと思います。気象観測を専門的としなない場合は、自分の場所の観測結果を他の場所の観測地と比較し、相互間で利用できるよう時間を決めて観測することをお勧めします。

2. 温度・湿度の観測

気温や湿度は人間の生活や農産物の育成と深く関

係し、その観測値は日常生活や各種産業等に利用されます。

温度の観測には、水銀を用いたガラス製温度計(液柱温度計)、金属製温度計(バイメタル式温度計)、電気式温度計(白金抵抗体温度計)を用います。金属製温度計は、感部にバイメタルを用い温度変化に伴う変形を指針の動きに変換することによって温度を測定します。指針の代わりに記録ペンを付け回転するドラムに巻かれた記録紙に温度の時系列を自動的に記録する自記式のものもよく使われます。電気式温度計は、白金の温度による電気抵抗の変化を検出することによって温度を測定します。設置には、周囲に高い建築物や樹木のない開けた平坦な場所を選び盛り土をし、水はけを良くした後芝生を植えて露場にすることが望ましい。観測方法は、通風筒を使用する場合、通風装置の付いた強制通風筒の中に感部を入れ、通風筒の高さは地上1.5mを基準とします。また百葉箱を使用する場合は、地上1.5m前後に温度計を取り付けます。百葉箱は日光を反射するよう白いペンキが塗られ、風通しを良くし、日光や雨の侵入を防ぐため罅戸になっています。扉は直射日光が入らないよう北向きに設置します。

湿度は、大気中の水蒸気量を表す指標であり、相対湿度が広く利用されます。相対湿度とは、飽和水蒸気量(単位体積当たりの空気に取り込める水蒸気の最大量)とそのときの気温において実際に空気に含まれている水蒸気量の比を%で表したものをいいます。

湿度の観測は、毛髪式湿度計や電気式湿度計を用います。設置、観測は温度計と同様です。

3. 気圧の観測

気圧は気象の変化を知る上で最も重要な要素の一つで、直接目で見たり感じたりすることはできませんが、他の要素より高い精度が要求されます。

観測機器として水銀気圧計、アネロイド型気圧計、記録式の気圧計があります。水銀気圧計は高い測定精度を得ることができますが、温度の影響による誤

気象観測機器

差が無視できません。アネロイド型気圧計は温度補償が施されているので温度変化の影響を受けずに観測することができ、一般に受け入れられています。記録式の気圧計はペローズを感部とし、時間的経過による気圧の変化を記録します。

4. 風向・風速の観測

空気は絶えず変化し、空気の流れている状態や空気の動きを風と言い、天気の違いや移り変わりを知るには風の速さ方向を観測する必要があります。風の観測値は予報、災害防止、統計資料、船舶・鉄道・航空機の運行、建築物の設計、大気汚染防止など多方面に利用されます。風の観測要素として風向と風速があり、利用目的によって瞬間風速値、平均風速値を選びます。通常は10分間の平均風速値を代表値として気象台では風速と呼んでいます。風向は風の吹いてくる方向で16方位で表します。

観測機器としては、風杯や風車（プロペラ式）の回転によるもの、超音波式等があります。一般的には回転式の風向風速計が利用されています。風向風速計の値は、同じ場所でも地面からの高さによって風速値が違います。一般に高くなるにつけ風が強くなります。風の観測値を得るためには樹木や建築物など障害物のない場所を選び、高さを決めて設置します。高さについては前述のWMOでは地上10mの高さを基準としています。

5. 雨量の観測

空から降ってくる雨や雪、あられや電などを総括して降水といい、降水は生活や産業に必要な灌漑、発電、飲料水などを供給する水資源として利用されたり、また一方では集中的な降水量で大きな被害を発生させることもあります。降水量を表すには、ある時間内に降った雨が地中にしみ込まず流出もせずそこにたまった場合の深さを降水量と呼び、mm単位を用います。雨量の観測で一般に使用されているのは直接受水器で受け、雨量ますで計測する簡易型や隔測記録する転倒ます型雨量計があります。転倒ます型は、一定の雨量毎にますが転倒し、その転倒毎に接点信号を出力し雨量を計測します。設置には付近に建物や樹木など風による影響のない平坦な場所を選び強い雨の際、地面からの跳ね返りが入らないよう周囲に芝生などを植えた場所に設置します。

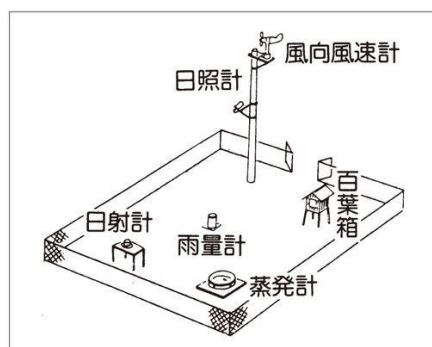
6. 日射の観測

日射は、気象現象のエネルギー源として基本的な要素です。その観測値は地表の熱収支あるいは大気循環などを解明する上で大気や地表からの放射量とともに重要です。

日射量の観測は、主に全天日射計が用いられます。感部は、半球形の透明風防の中心にシリコンフォトダイオード等の光電素子を置く構造になっており、光電素子の発電量から日射量を測定します。

7. 日照の観測

日照時間の長短は、地面に受ける熱量、地表面の熱収支に影響があり、人間の生活や動植物の成長にも深く関係しています。日照とは、太陽の直射日光が地表に当たっている状態であり、120W/m²（影が出来る状態）以上の直射日光が当たっている場合に日照時間として観測します。



露場の一例

日照の観測には、太陽追尾式日照計、回転式日照計、太陽電池式日照計などがあります。太陽追尾式日照計は、感部が自動で太陽を追尾して観測します。回転式日照計は日照計の主軸を地軸と平行になるよう緯度分だけ傾けて設置し、一定速度で回転させます。太陽電池式日照計は、電池の出力の大きさから日照の有無を判断します。

以上簡単に気象観測について記述しましたが、紙面の都合もあり観測要素はまだありますが、割愛させていただきました。

[引用：1997年掲載記事]

No.
135

産業用保護具

作業者の安全と健康を守る最後の砦といわれる安全衛生保護具。しかし、必要な作業で適切な保護具を正しく着用しないと効果はありません。

1. 保護めがね・ゴーグル

1.1 はじめに

事業所における保護眼鏡が必要な作業としては、溶接や溶断作業時等、有害な光線が出る作業、飛来物が顔部に飛来するおそれのある作業、粉じんや薬品等が眼に入る可能性のある作業、つまり、眼に入ると傷害となる何らかの異物が発生する作業すべてが対象となります。

また、ここで重要なことは直接作業に携わる作業者だけでなく、監督者や作業見学者等、作業場に立入るすべての人に保護眼鏡は必要だということです。

眼は人の体の中で、受傷時に自己治癒力、再生能力の極めて低い部位であるといえます。したがって、眼のけがは重大な災害となってしまうことが多いです。

1.2 分類

保護眼鏡を大きく分類すると

- ①有害な光を遮光する遮光用保護具
- ②飛来物から眼を保護する保護眼鏡
- ③顔を防護する顔面保護具
- ④レーザー光線を遮光するレーザー用遮光保護具があります。

①有害な光を遮光する遮光用保護具

有害な光には、紫外線、強烈な可視光線、赤外線があり、遮光用保護具にはガス溶接時や散乱光の発生する作業場で使用する遮光眼鏡、アーク溶接時に着用し溶接面窓部に装着する遮光用プレートなどがあり、いずれもJIS規格でその遮光性能が規定されています。

遮光性能は遮光番号によって規定されており(JIS



保護めがね



保護めがね
ゴーグルタイプ

1.2~16で規定)、遮光番号が大きくなるほどレンズ・プレートの色は濃くなり、有害光線の透過も少なくなります。

②飛来物から眼を保護する保護眼鏡

保護眼鏡には、スペクタクル形(眼鏡形)、一般の度付眼鏡に取付けて使用する前掛け形、ゴーグル形があります。

保護眼鏡を必要とする作業としては、機械作業、薬品取扱い作業、木工作业、研磨作業、刈払い作業等、作業全般にわたりますが、粉じんの伴う作業では密閉性の高いゴーグル形を使用します。

また、一般の視力矯正用度付眼鏡を着用されている作業者は、度付眼鏡の上にオーバーグラスや前掛け形、ゴーグル形を着用する必要がありますが、レンズの耐衝撃強度やフレーム自体が保護眼鏡としての性能を持つ度付保護眼鏡もあり、使用する事業所も増えてきています。

③顔を防護する顔面保護具

顔面保護具の種類としては、飛来物から顔を防護する防災面、輻射熱(放射熱)から顔を防護する防熱面、溶接時の有害光やスパッターから顔を防護する溶接面があります。

目的や用途に応じて適切な防災面・防熱面・溶接面を選択します。

産業用保護具

④レーザー用遮光保護具

レーザー用遮光保護具は、近年産業界で急速に使用が拡大してきたレーザー加工機器等から発生するレーザー光線を遮光する保護具で、形状としてはスペクタクル形、ゴーグル形の眼鏡の他に、板状やフィルム状の遮光用フィルターがあります。

レーザー用遮光保護具を選択する際に重要なことはレーザーの種類、波長、出力、使用方法、に応じて選択することで、特にレーザーの種類（＝波長）を誤って選択するとレーザー用遮光保護具としての効果がないので注意が必要です。

上記の遮光眼鏡と防護面、保護眼鏡と防護面等を併用することで、より安全性を高めて使用することができます。

1.3 使用上の注意

保護眼鏡全般の使用上の注意として、遮光眼鏡、保護眼鏡、顔面保護具、レーザー用遮光眼鏡等は、ともに衛生面、フィット性の維持の点より複数の作業場で共用とせず、個人専用とすることが必要です。

また、保護眼鏡を安全に使用するために使用前の点検（キズ、部品の損傷、ネジの緩み等によるガタツキの有無の確認）を必ず実施し、問題のある場合はそのまま使用せず、部品を調整するか、もしくは保護眼鏡自体を交換しなければなりません。

眼の災害を回避するためにもっとも大事なことは、たとえ短時間であっても作業時や作業場所に立入る場合には、適切な保護眼鏡を正しい着用方法で装着するという事です。

2. 防護服

2.1 はじめに

作業者は作業内容によって、石綿・ダイオキシン等の有害化学物質、放射性汚染物質、熱や炎、電撃や突刺し・切創等の物理的危険因子など様々な危険有害性にさらされるリスクがあり、様々な危険有害性から身体を防護するためには、必要な性能を満足する防護服を着用しなければなりません。

使用者または作業者に、危険有害性及び防護服に



タイベックソフトウェア®Ⅲ型防護服

対する認識が不足していると、適切な防護服を使用しなかったり、誤った使い方をしたりして、作業者の身体が傷ついたり、健康障害が生じたり、また、家庭内汚染を含め周辺環境を汚染する原因となる場合があります。作業現場に存在する危険有害性を事前に調査し、防護服の種類や性能、効果的な選択方法や使用方法、保守管理方法等についての正しい知識を身につけ、実施する必要があります。

2.2 分類

防護服とは、“1種以上の危険有害性から防護するようデザインされている、個人用衣服を覆う、またはこれに代わる服”の事です。

危険有害性に応じて防護服を分類すると、

- ①化学防護服、
 - ②放射性汚染防護服、
 - ③耐熱服・難燃服、
 - ④防水服、
 - ⑤防寒服、
 - ⑥導電防護服・帯電防止服・絶縁服、
 - ⑦切創防止・突き刺し防止・耐消耗用防護服
- に分類されます。

このなかで化学防護服とは、皮膚への化学物質によるばく露を防止し、作業者が化学物質によって皮膚障害を被らないことを第一目的にし、また建築物の解体・改修等の工事で石綿粉じんにはく露するリスクが高い作業等においては、二次ばく露を防ぐために着用します。

2.3 使用上の注意

化学防護服の性能は、衣服の構造や素材によって大きく異なり、蒸気やガスへの防護性能が必要な場合は、全身をすっぽりと覆い服の内部に外部からの空気が入らない構造の“気密服”、“ガス防護用密閉服”等を選ぶ必要があり、蒸気やガスへの防護性能は必要無いが液体や微粒子への防護性能が必要な場合は“液体防護用密閉服”等の“密閉服”を選択します。

化学防護服の素材には、プラスチック、ゴム、不織布、織物等の単層のもの、これらを複層にしたもの等ありますが、必要とされる性能を満足する素材を選択する事が大切です。

なお、化学防護服には、使い捨てタイプと汚染除去をして複数回使用できる再使用可能なタイプがあります。再使用可能タイプを使用する際は、汚染除去が確実にに行われていることや汚染除去後も性能を満足していることが確実にできれば再使用してはなりません。防護服は“The last line of defense (最後の砦)”です。

防護服の重要性や多様性を十分に認識し、適切な防護服を選択し、正しく使用し保守管理を行いましょ。

3. 防じんマスク/防毒マスク

3.1 はじめに

空気中には花粉やチリ、ホコリなどのさまざまな粒子が存在しています。さらに製造や建設等の産業の現場では、吸入防止の対策が必要とされる有害物質を取扱う場合があります。例えば溶接作業で発生するヒューム（粉じん）や、塗装に使用する塗料に含まれる有機溶剤の揮発によるガス（蒸気）の発生などがそれにあたります。

取扱う物質の種類や作業の方法の違い等によって、発生する有害物質の種類や状態はさまざまであるため、事前にそれを把握した上で適切なマスクの選定を行う必要があります。

3.2 粉じんの有害性に対応する捕集性能の防じんマスクを選定

防じんマスクの性能は、国家検定規格により試験粉じんの種類とフィルターの捕集性能によって区分されています。

マスクの性能を表している代表的な「粒子捕集効率」について抜粋して示します（表1）。

防じんマスクの選定にあたっては、作業時に発生する粉じんの有害性の度合いを根拠に、選定すべき防じんマスクの性能の区分が通達^{*}によって示されています（表2）。

例として、管理濃度が0.1mg/m³より低い物質の場合は、区分2の性能のマスクが必要になります。この管理濃度は、取扱う原料や材料等のメーカーが発行するMSDS（製品安全データシート）を入手すれば、それによって確認することが出来ます。また、化学物質単体としてのMSDSをネット上で検索して調べることも出来ます。

^{*}厚生労働省通達 基発第0207006号「防じんマスクの選択、使用等について」（平成17年2月7日）

表1 国家検定規格による防じんマスクの区分
 (粒子捕集効率について抜粋)

試験粉じん	種類	NaCl粒子（塩化ナトリウム）	DOP粒子（フタル酸ジオクチル）		
	粒径	0.06 μm以上 0.1 μm以下	0.15 μm以上 0.25 μm以下		
濃度	50mg/m ³ 以下	100mg/m ³ 以下			
試験流量	85L/min		85L/min		
粒子捕集効率（連続的に測定し右欄の値であること）	取替え式	NaClの場合 100mg供給まで		DOPの場合 200mg供給まで	
		RS1	80.0%以上	RL1	80.0%以上
		RS2	95.0%以上	RL2	95.0%以上
	RS3	99.9%以上	RL3	99.9%以上	
	使い捨て式	DS1	80.0%以上	DL1	80.0%以上
		DS2	95.0%以上	DL2	95.0%以上
DS3		99.9%以上	DL3	99.9%以上	

産業用保護具

表2 粉じん等の種類及び作業内容に対応する
 防じんマスクの性能の区分

粉じん等の種類及び作業内容	防じんマスクの性能の区分	
	1 オイルミスト等が混在しない	2 オイルミスト等が混在する
○廃棄物の焼却施設に係る作業で、ダイオキシン類の粉じんのばく露のおそれのある作業において使用する防じんマスク ○放射性物質がこぼれたとき等による汚染のおそれがある区域内の作業または緊急作業において使用する防じんマスク	RS3、RL3	RL3
○金属のヒューム（溶接ヒュームを含む。）を発生する場所における作業において使用する防じんマスク ○管理濃度が0.1mg/m ³ 以下の物質の粉じんを発生する場所における作業において使用する防じんマスク	RS2、RS3 DS2、DS3 RL2、RL3 DL2、DL3	RL2 RL3 DL2 DL3
○上記以外の粉じん作業	RS1、RS2 RS3、DS1 DS2、DS3 RL1、RL2 RL3、DL1 DL2、DL3	RL1 RL2 RL3 DL1 DL2 DL3

3.3 ガス（蒸気）の種類に対応する吸収缶を選択

化学物質の種類は何万種類もあり、作業環境で発生する有害ガスも多岐にわたります。

防毒マスクは、国家検定規格に基づいて構造と性能が規定されており、ガスの種類によって対応が可能な吸収缶を選定して使用します。一部、国家検定に規格がないガス用の吸収缶については日本工業規格（JIS）の規格に基づいているものがあります。吸収缶の種類と性能等について一例を示します（表3）。

また、粉じんが混在する環境で防毒マスクを使用する際は、フィルターを併用して防じん機能を有する防毒マスクとして使用することが求められています（図2）。

3.4 マスク装着時には、「漏れ」についての注意が必要

通常の防じんマスクや防毒マスクは、吸引時にマスク内が陰圧となってしまうため、フィットが悪いとすき間から「漏れ」が発生してしまいます。

表3 防毒マスク用吸収缶と対応する性能等の一例

適応ガス	ハロゲンガス用	酸性ガス用	有機ガス用	一酸化炭素用	アンモニア用	亜硫酸ガス用	青酸用	硫化水素用	エチレンオキシド用	ホルムアルデヒド用
記号/缶体外周の色	A	B	C	E	H	S	J	K		
対応する規格	国家検定	JIS T 8152	国家検定	国家検定	国家検定	国家検定	JIS T 8152	JIS T 8152	-	-
試験ガス/濃度	塩素	塩化水素	シクロヘキサン	一酸化炭素	アンモニア	亜硫酸ガス	シアン化水素	硫化水素	エチレンオキシド	ホルムアルデヒド
最大許容透過限度※	1ppm	5ppm	5ppm	50ppm	50ppm	5ppm	5ppm	10ppm	1ppm	0.1ppm 5ppm
直結式小型吸収缶	有	有	有	ナシ	有	有	ナシ	有	有	有
試験ガス濃度	200ppm	300ppm	300ppm		1000ppm	300ppm		200ppm	30ppm	20ppm 300ppm
直結式吸収缶	有	有	有	ナシ	有	有	有	有	ナシ	ナシ
試験ガス濃度	3000ppm	3000ppm	3000ppm		10000ppm	3000ppm	3000ppm	3000ppm		



図1 防じんマスク
 内蔵のフィットチェッカーで引き上げるだけでフィットの確認が行える（右）



図2 防毒マスク
 発生するガスにあわせて吸収缶の種類を選定する
 （右：粉じんが混在する場合のフィルター取付け時）

防じんマスクの捕集性能や防毒マスクの除毒性能は、吸引する空気が全てフィルター（もしくは吸収缶）を通過することが前提となって性能を表しているものであり、装着時に生じる可能性のあるマスクと顔面とのすき間からの「漏れ」は勘案されていません。

マスク装着にとって必要な要件は、捕集性能や除毒性能は当然のこと、それ以上に装着者の顔とマスクとがフィットしていなければならない点にあります。先の通達でも、装着の際には必ずフィットテス

トを行うことを求めています（図1：フィットチェッカーが内蔵された防じんマスク）。

3.5 面体内を陽圧とする電動ファン付き呼吸用保護具

粉じんへの対策であれば、呼気の際に電動ファンによって送風を行い、面体内を外気より高い圧力に保って装着することができる電動ファン付き呼吸用保護具が製品化されています。電動ファン付き呼吸用保護具であれば十分な送風量によって面体内圧が陽圧の状態となり、万が一接顔部にすき間が生じても、吸引時のマスク内への外気の侵入を防ぐことができます。（図3）

安全に対する管理が厳しい「トンネル建設工事」の現場^{*}や、管理の厳しさに加えて過酷な作業と有害性の高い粉じんが発生する「アスベスト除去作業」など、高い防護性能のマスクが要求される現場では、電動ファン付き呼吸用保護具を使用する事例が急増しています。

※「粉じん障害防止規制等の一部改正」（08年3月施行）で、
 ずい道等の建設の作業における動力を用いた堀削や積み込み、コンクリートの吹き付け等の主要作業で電動ファン付き呼吸用保護具の使用が義務付けられている。

〔引用：2009年掲載記事〕



図3 電動ファン付き呼吸用保護具
 使用中に送風の減少が原因となる面体内圧の低下をランプの点滅で警報する『内圧監視警報機能』を搭載したモデル