⑵　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。500mL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30cmのもの。

⑶　操作

ア　試料ガスを通じた吸収液（第２の１⑶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（20ｇ／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（50ｇ／Ｌ）２mL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（200ｇ／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300mL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、加熱気化ー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50mLとする。

イ　分解フラスコを冷水で冷やしながら、硝酸20mLを少しずつ加え、静かに混合した後、硫酸（１＋１）20mL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（30ｇ／Ｌ）20mL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（30ｇ／Ｌ）を少量ずつ加える。

オ　ペルオキソ二硫酸カリウム溶液（50ｇ／Ｌ）10mL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ソ二硫酸カリウム50ｇを水に溶かして１Ｌとする。なお、規格Ｋ8252に規定するペルオキソ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1.0μg／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（30ｇ／Ｌ）を追加してもよい。

カ　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。

注　規格8731に規定する尿素を用いる。

キ　これをガラス繊維またはガラス繊維ろ紙でろ過し、全量フラスコ200mL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

⑴　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（Ⅱ）溶液

規格Ｋ8136に規定する塩化すず（Ⅱ）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。）60mL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100mL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

Ｌーシステイン10mgを全量フラスコ1000mL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２mLを加え、水を標線まで加える。

オ　水銀標準液（100mgHg／Ｌ）

規格Ｋ8139に規定する塩化水銀（Ⅱ）67.7mgを全量フラスコ500mL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。

⑵　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。

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。