⑶　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（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。

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。

式１　$C=A\times(v/v_1)/Vs$

C：水銀濃度（μg／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）

v_1：分取した試料溶液の体積（mL）

Vs：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一原子吸光法を用いること。ただし、加熱気化一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。

式２　$C=(21-On)/(21-Os)\times Cs$

C：酸素の濃度Onにおける濃度（０℃、101.32kPa）（μg／Nm^3）

On：施設ごとに定める標準酸素濃度（％）

Os：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、Os＝20とする。

Cs：排出ガス中の実測水銀濃度（０℃、101.32kPa）（μg／Nm^3）

表　施設ごとに定める標準酸素濃度

施　設　の　種　類	On（％）
一の項、二の項	6
七の項	10
八の項、九の項	12

注　1．「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。

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、μg／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。

⑺　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。

⑴　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。

式３　$S=\{\Sigma(X_i-X)^2/(n-1)\}^{1/2}$

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１⑶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。