

排出ガス中の水銀測定について

～ 水銀測定の留意事項とよくあるご質問 ～

日本環境測定分析協会

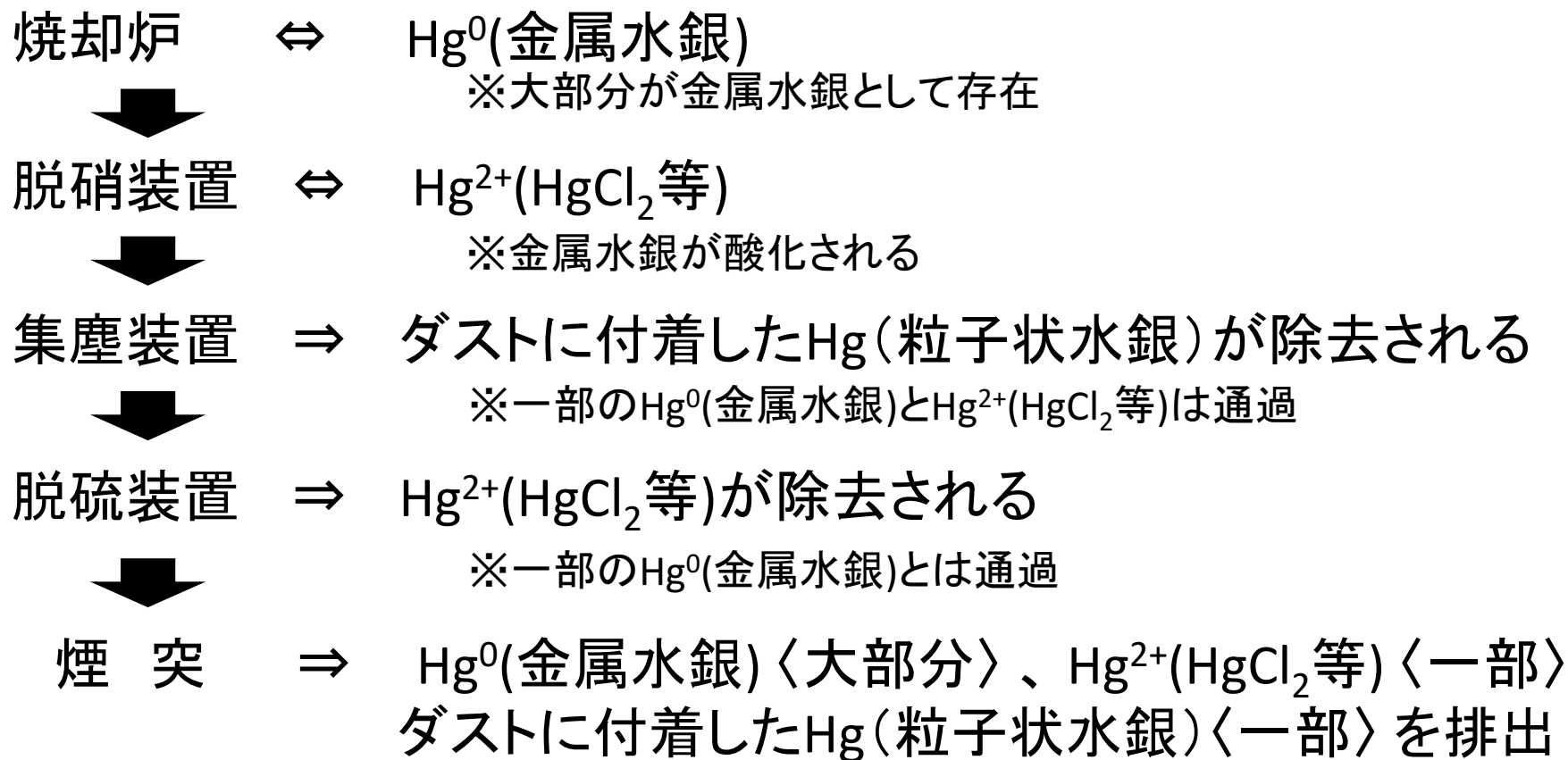
目次

1. 告示法の概要（測定対象・測定方式）
2. ガス状水銀の試料採取、分析試料の調製、濃度測定
3. 粒子状水銀の試料採取、分析試料の調製、濃度測定
4. 検出下限及び定量下限
5. 空試験
6. その他

排出ガス中の水銀の形態

○燃焼プロセスの排ガス処理の工程で水銀は様々な形態で存在する

【排出ガス処理フローと水銀の形態（例）】



排出ガス中の水銀の形態と測定方法

燃焼排出ガス中の水銀化合物

Hg ⁰ (金属水銀)	}	ガス状水銀
Hg ²⁺ (HgCl ₂ 等)		
ダストに付着したHg		粒子状水銀

国	規格	測定対象
日本	JIS K 0222(排ガス中の水銀分析方法)	ガス状水銀
	<u>H28年環境省告示94号</u> <u>(排出ガス中の水銀測定法)</u>	<u>全水銀</u>
米国	EPA Method29	全水銀
	EPA Method30A※	ガス状水銀
	EPA Method30B	ガス状水銀(形態別測定も可能)
	ASTM Method D 6784(Ontario Hydro法)	全水銀及び形態別測定
EU	EU CEN(欧州標準化委員会) EN 13211	全水銀
	EU CEN(欧州標準化委員会) EN 14884※	ガス状水銀

※ 連続測定に関するもので、バッチ式測定のものではない。

告示法の概要（測定対象・測定方式）

排出ガス中の水銀測定法

環境省告示第94号（平成28年9月26日）

<http://www.env.go.jp/air/suigin/kokuji.pdf>

測定対象

○ 全水銀（ガス状水銀 及び 粒子状水銀）

測定方式

○ バッチ測定

※連続測定は現在の測定機では粒子状水銀が測定対象外であるなどの難点がある。

第1 用語の定義

- 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。
- 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
- 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

試料採取

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。

ガス状水銀

○JIS K 0222(排ガス中の水銀分析方法)が基本。主な変更点は以下の点。

排出ガスの吸引量・・・100L程度

※バッチ稼働施設で、100Lの連続吸引が不可能な場合は、連続吸引可能な最大量

※排出ガス洗浄・・・ 鉱石等のばい焼ガスなど、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は、硝酸(5%)/過酸化水素水(10%)溶液の吸収瓶を置いて排ガスを通し、二酸化硫黄、有機物を除く。ただし、洗浄液に吸収された水銀も分析すること

粒子状水銀

○試料採取方法は、JIS Z 8808に準拠(1000L程度)

※バッチ稼働施設で、1000Lの連続吸引が不可能な場合は、連続吸引可能な最大量

○分析は、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。

〈排出ガスの吸引量に関するQA〉

【問1】

排出ガスの吸引量は**乾きガス量**として考えれば良いのか。

水銀濃度の算出は乾きガス量で行うため、排出ガスの吸引量も**乾きガス量**として考えてください。

試料採取(2)

〈排出ガスの洗浄に関するQA〉

※排出ガスの洗浄方法

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は、**硝酸(5%) / 過酸化水素水(10%) 溶液などによる洗浄**を行う。

【問2】

告示法では、「洗浄に用いた溶液についても、水銀の測定を行う」とあるが、洗浄液の前処理・分析方法について教えていただきたい。

採取後、過マンガン酸カリウムを加えて着色させ、その後の操作は告示法の**ガス状水銀の方法に準じて**分析してください。

【問3】

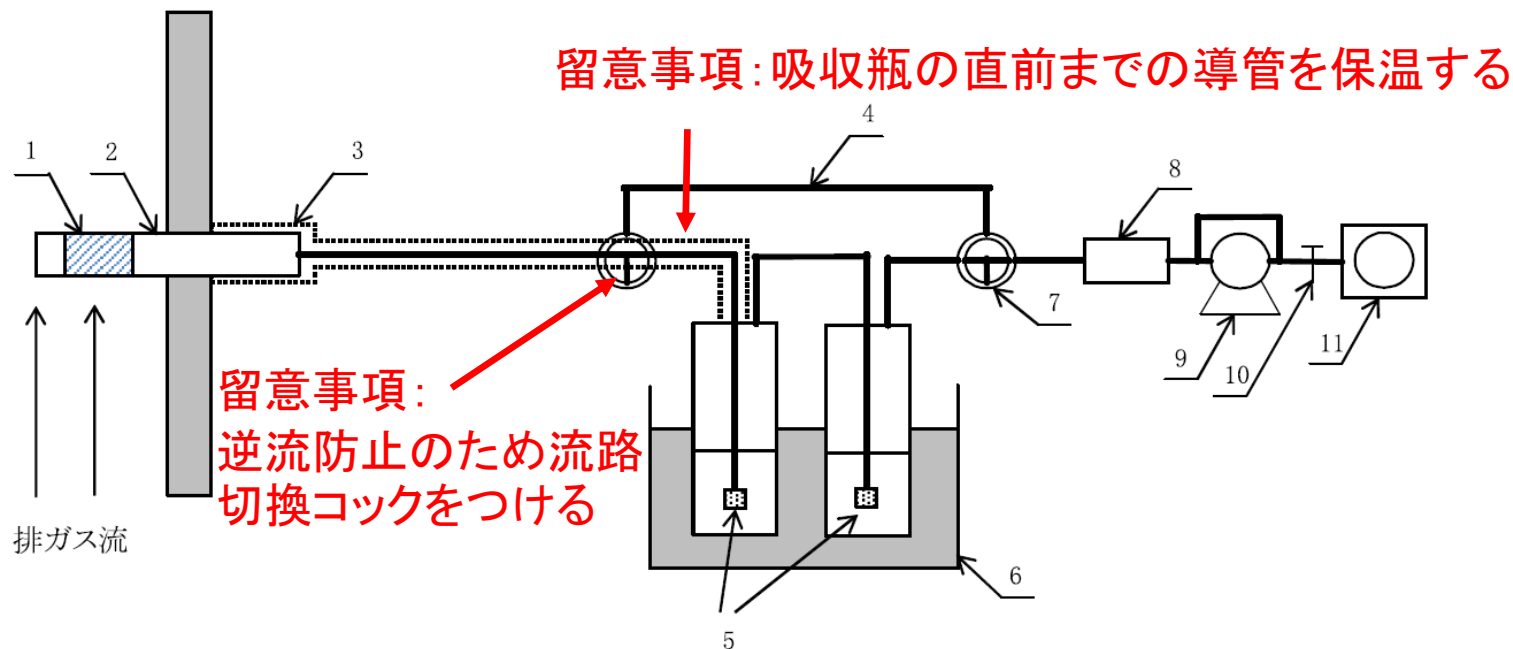
洗浄液をガス状水銀に準じた方法で分析した場合、過マンガン酸カリウムを大量に加える必要があるため、試料液量が増大してしまうが、どのように対応すれば良いか。

過マンガン酸カリウム溶液を飽和濃度近く(50g/L)まで高くすることが方策と考えられます。その場合、空試験で問題ないことを確認するようにしてください。

ガス状水銀の試料採取(1)

第2 試料採取

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

$\text{H}_2\text{SO}_4/\text{KMnO}_4$ 溶液

9: 吸引ポンプ

10: 流量調整コック

11: 流量計

ガス状水銀の試料採取(2)

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る。吸収液を100mL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。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、最終の吸収瓶の前に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0.5～1.0L/分とし、吸引量は100L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。

ガス状水銀の試料採取(1)

〈吸引量に関するQA〉

【問4】

100Lの採取では定量下限値ギリギリの場合、吸引量を増やしても良いか。

定量下限値を担保するにあたり、告示法に規定の吸引流速の範囲で吸引するのであれば、100L以上の吸引量でも問題はありません。

【問5】

ガス状水銀の採取で過マンガン酸カリウム溶液の色が消失する場合、吸引量を減らしても良いか。

ガス状水銀の吸引量は**100L程度**と規定されていますので、規定通りの吸引量としてください。過マンガン酸カリウムの退色、消失が見られる場合は、**1本目の吸収瓶(吸収液)の交換**によって、吸収液の水銀吸収能力を維持してください。

また、過マンガン酸カリウムの退色、消失が二酸化硫黄、有機物によるものと考えられる場合は、**硝酸(5%) 過酸化水素水(10%) 溶液洗浄液**などによる洗浄を行ってください。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設けてください。

ガス状水銀の試料採取(2)

〈捕集確認に関するQA〉

(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。

【問6】

告示では、試料採取方法について「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」とあるが、こうした作業は毎回必要か、それとも、改正法の施行までにある程度のバックデータをとっておけば、その都度対応しなくてもよいか。

水銀が適切に捕集されているかを確認するために必要であり、**毎回実施**してください。

【問7】

水銀の濃度が定量下限値に近い非常に低い値の場合、5%以下を担保するのが難しい場合も想定されるが、必ず5%をきるまで再測定しなければならないのか。

水銀濃度が低い場合、2本目の吸収瓶の濃度は**検出下限値未満(N.D)になるもの**と考えます。

ガス状水銀の分析試料の調製(1)

第3 分析試料の調製

ア. 試料ガスを通じた吸収液をフラスコに移す。その際、**吸収瓶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、以下の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、次ページウの操作を行う。

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。

ガス状水銀の分析試料の調製(2)

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。

ガス状水銀の分析試料の調製

〈試料調製に関するQA〉

【問8】

告示で示されたガス状水銀の分析試料の調製において、試料ガスを通じた吸収液は、吸収瓶ごとにフラスコに移して調製するよう記述されているが、調製後の濃度測定もフラスコ(吸収瓶)ごとに行う必要があるのか。

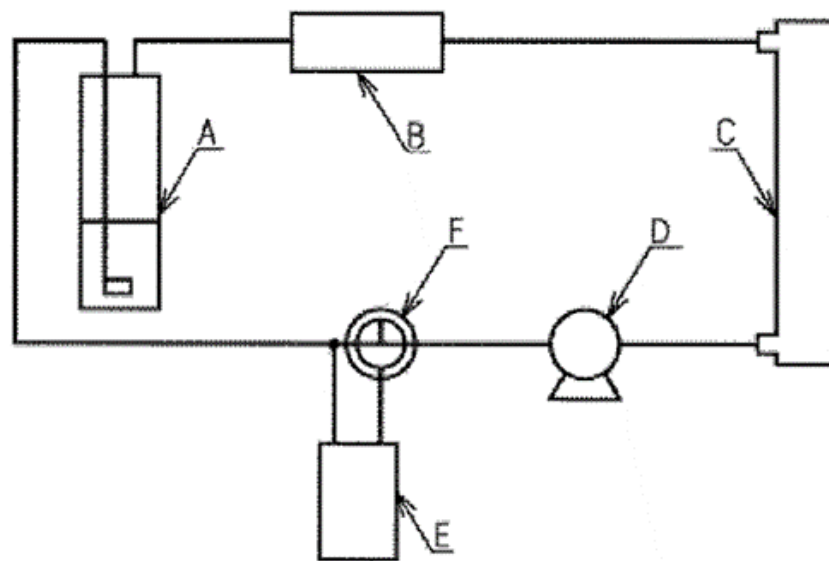
最終の吸収液中の水銀濃度が、直前の吸収液中の水銀濃度の5%以下であることを確認する必要があるため、**フラスコ(吸収液)ごとに濃度測定**してください。

ガス状水銀の濃度測定

第4 濃度測定

濃度測定（還元気化－原子吸光分析法）

※密閉循環方式の装置の構成（一例）（出典：JIS K 0222）



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

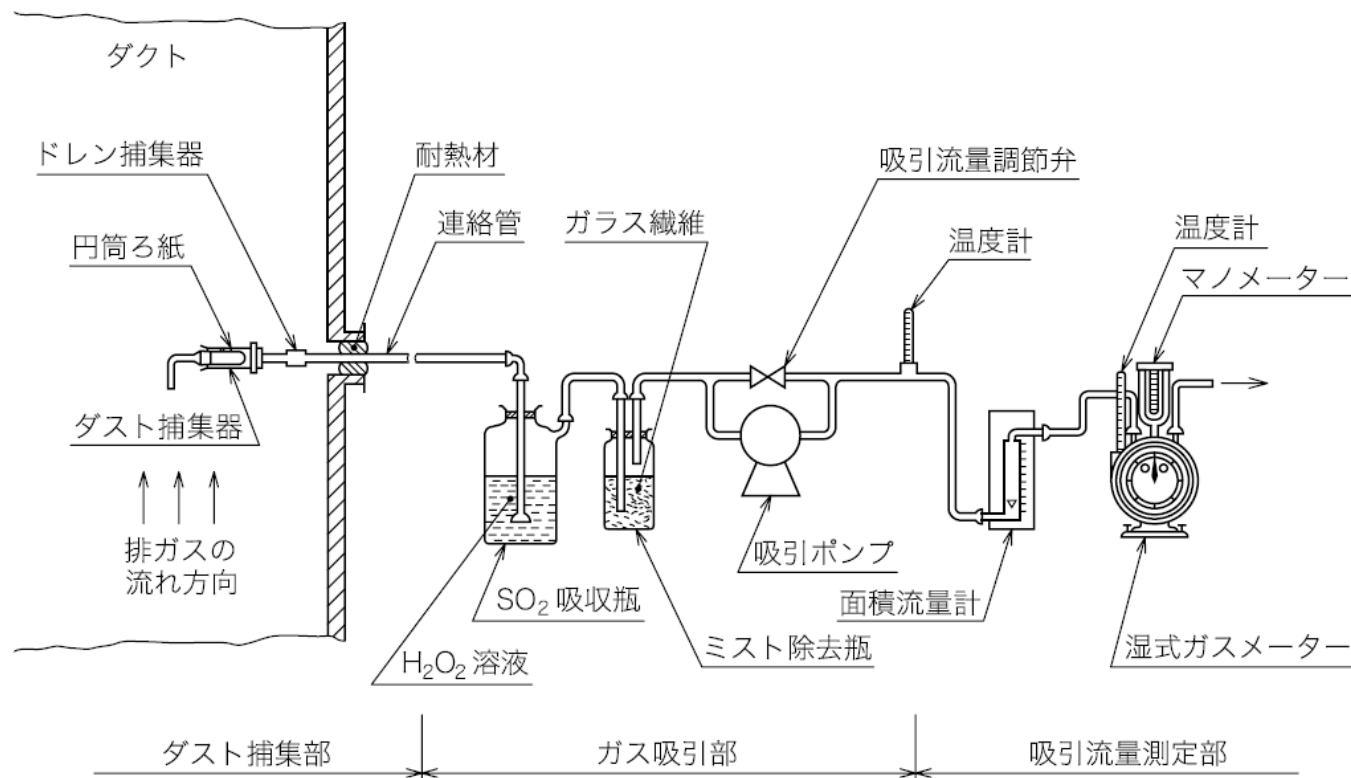
粒子状水銀の試料採取(1)

第2 試料採取

試料採取装置の構成 (一例)

※普通型手動試料採取装置の構成例

(出典: JIS Z 8808)



a) 1 形

粒子状水銀の試料採取(2)

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、1000L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、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とする。

イ. JIS Z 8808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。

粒子状水銀の試料採取(3)

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。

(注) 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。

(注) **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。 ※酸素の濃度の測定は、JIS K 0301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。

粒子状水銀の試料採取

〈ダスト捕集器(ろ紙)に関するQA〉

【問9】

粒子状水銀の試料採取用のろ紙は何を使用すれば良いのか。

JIS Z 8808 9.3.1.2 b)「ろ紙を用いるダスト捕集器」に規定するろ紙で、JIS K 0901によって捕集率、圧力損失、吸湿率、加圧強度、金属の含有量が明らかなものを選定してください。ろ紙の形状は円形、円筒形などがありますが、円形ろ紙は、30mm以上のものを使用してください。使用に際しては、下表に示すろ材の性能を考慮して選定してください。

表 ろ紙を用いるダスト捕集器のろ材の性能

項目	ろ紙を用いるダスト捕集器			
	ガラス繊維	シリカ繊維	ふっ素樹脂	メンブレン
使用温度	500℃以下	1000℃以下	250℃以下	110℃以下
捕集率	99%以上			
圧力損失	1.96kPa未満		5.88kPa未満	
吸湿性	1%未満		0.1%未満	1%未満
この表の数値の試験方法は、JIS K 0901の5.(性能試験方法)による。				

(出典：JIS Z 8808)

粒子状水銀の試料採取

【問10】

ミストが共存する場合、粒子状水銀の採取にシリカ円筒ろ紙を使用した場合、ろ紙が破れてしまうことがあるがどうしたらよいか。

告示に示されている要件(JIS K 0901)を満たしていて、**ミストに強いろ紙(フッ素樹脂円筒ろ紙等)**又はJIS Z 8808に規定する**インパクト付きダスト捕集器**を使用してください。

単位 mm

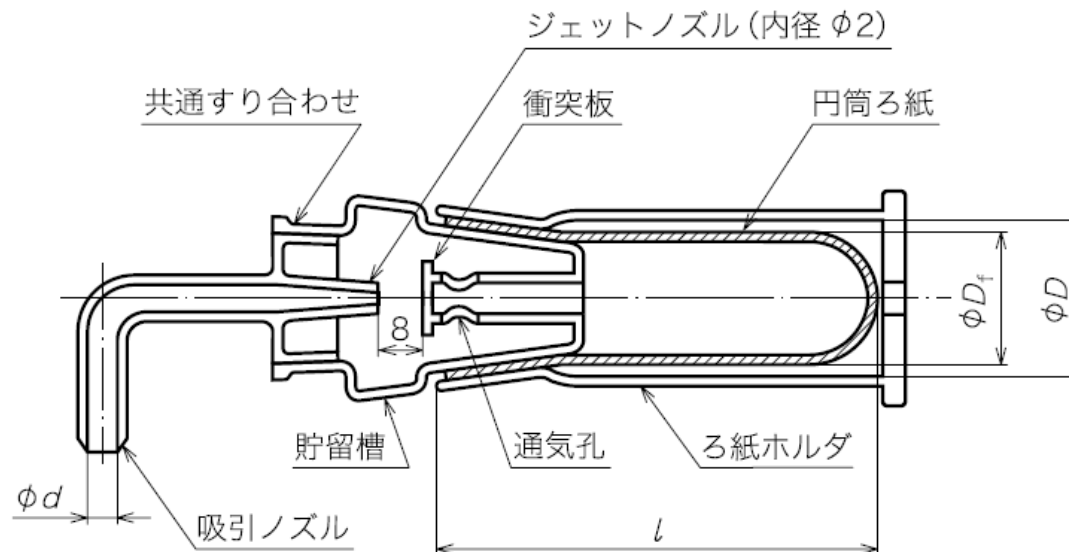


図 インパクト付きダスト捕集器の形状・寸法の例(出典:JIS Z 8808)

粒子状水銀の分析試料の調製(1)

第3 分析試料の調製

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。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. ペルオキシ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) 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1.0μg/L以下とする。

粒子状水銀の分析試料の調製(2)

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。

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。

粒子状水銀の分析試料の調製

【問11】

粒子状水銀を還元気化－原子吸光法で測定する場合において、過マンガン酸カリウムがろ紙に染み込み、塩化ヒドロキシルアンモニウムで過マンガン酸カリウムの赤色を消すのが困難であるが、どのように対応すればよいか。

底質調査法に準じて測定を行ってください。あらかじめろ紙を裁断するなど、塩化ヒドロキシルアンモニウムをろ紙に十分に染み込ませることで、過マンガン酸カリウムの赤色を消すことができます。

粒子状水銀の濃度測定

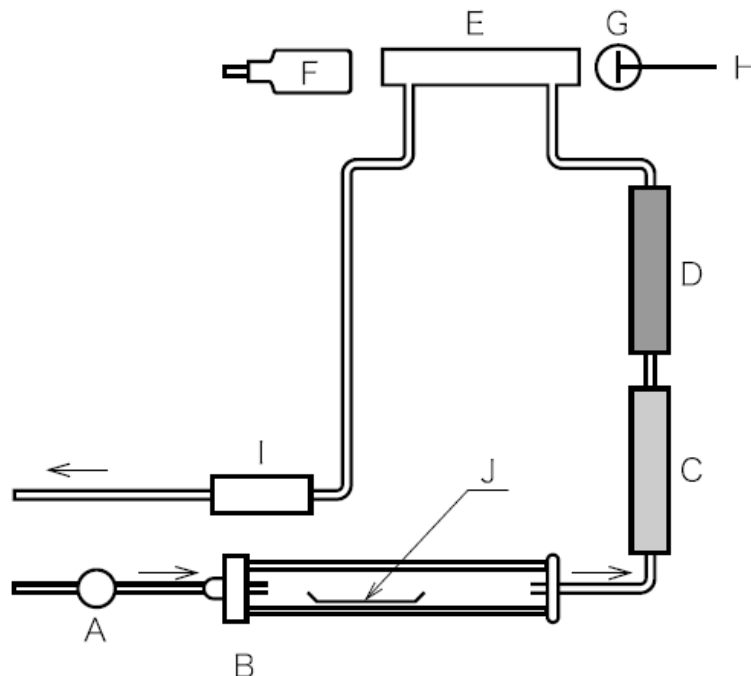
第4 濃度測定

粒子状水銀の濃度の測定方法は、ガス状水銀の濃度の測定方法(還元気化－原子吸光法)又は、加熱気化－原子吸光法を用いる。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。

濃度測定（加熱気化－原子吸光法）

※加熱気化装置の一例

(出典:JIS K 0102)



- A: ガス流量調整器
- B: 試料加熱燃焼管
- C: 燃焼ガス処理部
- D: 金アマルガム捕集管
- E: 吸収セル
- F: 水銀測定用の光源
- G: 原子吸光用検出器
- H: 水銀検出部
- I: 水銀回収部
- J: 試料ポート

酸素濃度補正

第5 水銀等の濃度の算出

酸素濃度補正

測定結果の補正方法は、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、以下の式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。

$$C = (21 - O_n) / (21 - O_s) \times C_s$$

C: 酸素の濃度 O_n における濃度 (0°C 、101.32 kPa) ($\mu\text{g}/\text{Nm}^3$)

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°C 、101.32 kPa) ($\mu\text{g}/\text{Nm}^3$)

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) 1. 「施設の種類」は、施行規則別表第3の3の3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(※)。

※非鉄金属の精錬又は精製の用に供する施設(施行規則別表第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。

検出下限及び定量下限(1)

第6 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。

$$\text{式3} \quad S = \left\{ \sum (x_i - \bar{x})^2 / (n - 1) \right\}^{1/2}$$

S: 標準偏差

x_i : 測定値 (ng)

$\bar{x}$: 測定値の平均値 (ng)

n: 測定回数

検出下限及び定量下限(2)

第6 2 測定方法の検出下限及び定量下限

試料ガスを通じず分析試料の調製までの操作を行った吸収液及びろ紙に、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、それぞれ濃度を測定する。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。

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

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)

検出下限及び定量下限(3)

第6 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。

$$\text{式5} \quad C_{DL} = DL \times (v/v_i) / V_s$$

$$\text{式6} \quad C_{QL} = QL \times (v/v_i) / V_s$$

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

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

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、101.32kPa) (L)

検出下限及び定量下限

【問12】

検出下限及び定量下限の目安を教えてください。

下表のとおり、「水銀に関する水俣条約を踏まえた水銀大気排出対策の実施について(第一次答申)」の別紙「排ガス中の水銀測定方法」の参考3. 精度評価において記載されている検出下限及び定量下限を参考としてください。

表 ガス状水銀及び粒子状水銀の検出下限及び定量下限 (単位: $\mu\text{g}/\text{Nm}^3$)

	ガス状水銀	粒子状水銀
検出下限	0.03	0.0003
定量下限	0.11	0.0011

*「水銀に関する水俣条約を踏まえた水銀大気排出対策の実施について(第一次答申)」の別紙「排ガス中の水銀測定方法」の参考3. 精度評価から抜粋。

空試験(1)

第7 空試験

- 操作ブランク試験・・・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
- トラベルブランク試験・・・試料ガス採取準備時から採取試料の運搬までの汚染を確認するための空試験

第7 1 操作ブランク試験

試料採取用と同一のロットの捕集剤及び吸収液を用意し、分析試料の調製及び濃度測定の手続きを試料と同様に行う。

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。

また、次の場合には、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。

空試験(2)

第7 2 トラベルブランク試験

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分析試料の調製及び濃度測定の手続きを試料と同様に行う。

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き、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) 同等(等しいか、小さい)とみなせる($e \leq a$)とき → 移送中の汚染は無視できる。
- (2) ($e > a$)のとき
 - ア ($e \leq d$)であり、($d \geq f$)の場合 → 測定値からトラベルブランク値を差し引く。
 - イ ($e > d$)又は($d < f$)の場合 → 欠測扱いとする。(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)

e:トラベルブランク値 a:操作ブランク値 d:測定値 f:トラベルブランクの標準偏差の10倍

その他

〈原燃料中の水銀濃度測定に関するQA〉

【問13】

原燃料中の水銀濃度測定法については、どのような方法があるか。

底質調査法や加熱気化法などが挙げられるので、これらに準じた方法で測定してください。

【問14】

原燃料中の水銀濃度の測定において、加熱気化法で実施した場合、測定できる試料量が少ないためサンプルの偏りが問題になります。サンプルを均一にするための調製方法についてはどのようにすればよいのか。

原燃料中の水銀濃度を加熱気化法で実施しサンプルの偏りが問題と考えられる場合、代表的な濃度を把握するためのひとつの方法として、複数サンプルの測定結果を平均することが考えられます。

また、均一にするためのサンプリング方法については、昭和52年11月4日付け環整95号都道府県宛て通達「一般廃棄物処理業に対する指導に伴う留意事項について」やJISK0060「産業廃棄物のサンプリング方法」を参考にしてください。

その他

〈処理前の排出ガス中の水銀濃度測定に関するQA〉

【問15】

処理前の排出ガス中の水銀濃度測定方法について教えていただきたい。

排ガス処理施設による水銀等の除去状況を正確に把握するために、処理前の水銀濃度の測定方法も告示法に準じた方法で測定してください。

【問16】

処理前の水銀を告示法で測定する場合、ばいじんが多く、目詰まりしてしまうため規定の排ガス量(1000L程度)を確保できないことがあるが、その場合に吸引量を減らしても良いか。

ばいじんが多い場合にはろ紙を交換するといった対応が考えられますが、処理前の水銀の場合は必要に応じて吸引量を減らしても差し支えありません。

その他

〈留意事項〉

【問17】

その他、告示法全般で留意すべき点があればご教示いただきたい。

サンプリング温度について、**試料採取管や導管は、配管内に水分が凝縮しないよう十分に加温・保温**してください。（保温ヒーター等を用い、吸収瓶入口直前まで、しっかりと加温してください。）配管の内壁に水銀が吸着又は水分で凝集して、水銀濃度が低くなる可能性があります。

なお、試料採取における配管の接続（導管）については、**四ふっ化エチレン樹脂製のもの（テフロンなど）**を用いる。ただし、保温をかけて加熱すると接続部が緩むおそれがあるため、**よく締める**とともに、緩んでもリークしないように**耐熱シールテープで巻く**など、漏れの無いようにすること。

また、試料採取中に少なくとも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に差がない**ことを確認し、**漏れ確認**を行うと規定していますので、適切に実施してください。

※**ガス状水銀の試料採取**においても、漏れ確認を確実に行うこと。

御清聴ありがとうございました

環境省HP(水銀大気排出対策)

http://www.env.go.jp/air/suigin/post_11.html