

JIS

活性炭試験方法

JIS K 1474 : 2007

(JICIA/JSA)

平成 19 年 6 月 20 日 改正

日本工業標準調査会 審議

(日本規格協会 発行)

日本工業標準調査会標準部会 一般化学技術専門委員会 構成表

	氏名	所属
(委員長)	川 瀬 晃	エスアイアイ・ナノテクノロジー株式会社
(委員)	江 村 智 之	日本プラスチック工業連盟
	齋 藤 壽	社団法人日本分析機器工業会 (株式会社島津製作所)
	嶋 田 圭 吾	社団法人日本試薬協会 (米山薬品工業株式会社)
	角 田 欣 一	群馬大学
	松 田 宏 雄	独立行政法人産業技術総合研究所
	中 村 洋	東京理科大学
	西 川 輝 彦	石油連盟
	西 本 右 子	神奈川大学
	林 田 昭 司	社団法人日本化学工業協会
	松 本 保 輔	財団法人化学物質評価研究機構
(専門委員)	村 井 陸	財団法人日本規格協会

主 務 大 臣：経済産業大臣 制定：昭和 50.9.1 改正：平成 19.6.20

官 報 公 示：平成 19.6.20

原 案 作 成 者：日本無機薬品協会

(〒103-0025 東京都中央区日本橋茅場町 2-4-10 大成ビル TEL 03-3663-1235)

財団法人日本規格協会

(〒107-8440 東京都港区赤坂 4-1-24 TEL 03-5770-1571)

審 議 部 会：日本工業標準調査会 標準部会 (部会長 二瓶 好正)

審議専門委員会：一般化学技術専門委員会 (委員長 川瀬 晃)

この規格についての意見又は質問は、上記原案作成者又は経済産業省産業技術環境局 基準認証ユニット産業基盤標準化推進室 (〒100-8901 東京都千代田区霞が関 1-3-1) にご連絡ください。

なお、日本工業規格は、工業標準化法第 15 条の規定によって、少なくとも 5 年を経過する日までに日本工業標準調査会の審議に付され、速やかに、確認、改正又は廃止されます。

目 次

	ページ
1 適用範囲	1
2 引用規格	1
3 試験項目	2
4 試料採取方法	3
5 一般事項	3
6 試験方法	3
6.1 吸着性能	3
6.2 カラメル脱色性能	12
6.3 粒度	14
6.4 粒度分布（有効径，均等係数及び平均粒径）	14
6.5 硬さ	17
6.6 発火点	18
6.7 充てん密度	21
6.8 乾燥減量	25
6.9 強熱残分	25
6.10 pH	26
6.11 塩化物	26
6.12 鉄	31
6.13 亜鉛	35
6.14 カドミウム	38
6.15 鉛	41
6.16 ひ素	45
7 試験報告書	47
解 説	48

まえがき

この規格は、工業標準化法第 14 条によって準用する第 12 条第 1 項の規定に基づき、日本無機薬品協会 (JICIA) 及び財団法人日本規格協会 (JSA) から、工業標準原案を具して日本工業規格を改正すべきとの申出があり、日本工業標準調査会の審議を経て、経済産業大臣が改正した日本工業規格である。

これによって、JIS K 1474:1999 は改正され、この規格に置き換えられた。

この規格は、著作権法で保護対象となっている著作物である。

この規格の一部が、特許権、出願公開後の特許出願、実用新案権又は出願公開後の実用新案登録出願に抵触する可能性があることに注意を喚起する。経済産業大臣及び日本工業標準調査会は、このような特許権、出願公開後の特許出願、実用新案権又は出願公開後の実用新案登録出願に係る確認について、責任はもたない。

活性炭試験方法

Test methods for activated carbon

1 適用範囲

この規格は、工業用の活性炭の試験方法について規定する。この規格では、粒径が 150 μm 未満のものを粉末活性炭、粒径が 150 μm 以上のものを粒状活性炭とする。

2 引用規格

次に掲げる規格は、この規格に引用されることによって、この規格の規定の一部を構成する。これらの引用規格は、その最新版（追補を含む。）を適用する。

- JIS H 3100 銅及び銅合金の板並びに条
- JIS H 5120 銅及び銅合金鋳物
- JIS K 0050 化学分析方法通則
- JIS K 0102 工場排水試験方法
- JIS K 0115 吸光光度分析通則
- JIS K 0116 発光分光分析通則
- JIS K 0121 原子吸光分析通則
- JIS K 0127 イオンクロマトグラフ分析通則
- JIS K 0557 用水・排水の試験に用いる水
- JIS K 0970 プッシュボタン式液体用微量体積計
- JIS K 1105 アルゴン
- JIS K 8005 容量分析用標準物質
- JIS K 8012 亜鉛（試薬）
- JIS K 8013 亜鉛粉末（試薬）
- JIS K 8032 アセトニトリル（試薬）
- JIS K 8034 アセトン（試薬）
- JIS K 8102 エタノール（95）（試薬）
- JIS K 8150 塩化ナトリウム（試薬）
- JIS K 8180 塩酸（試薬）
- JIS K 8201 塩化ヒドロキシルアンモニウム（試薬）
- JIS K 8202 塩化 1,10-フェナントロリニウム一水和物（試薬）
- JIS K 8247 過マンガン酸カリウム（試薬）
- JIS K 8295 グリセリン（試薬）
- JIS K 8322 クロロホルム（試薬）

- JIS K 8355 酢酸 (試薬)
- JIS K 8359 酢酸アンモニウム (試薬)
- JIS K 8383 スクロース (試薬)
- JIS K 8464 シクロヘキサン (試薬)
- JIS K 8506 臭化カリウム (試薬)
- JIS K 8517 ニクロム酸カリウム (試薬)
- JIS K 8541 硝酸 (試薬)
- JIS K 8548 硝酸カリウム (試薬)
- JIS K 8550 硝酸銀 (試薬)
- JIS K 8576 水酸化ナトリウム (試薬)
- JIS K 8622 炭酸水素ナトリウム (試薬)
- JIS K 8625 炭酸ナトリウム (試薬)
- JIS K 8637 チオ硫酸ナトリウム五水和物 (試薬)
- JIS K 8659 でんぷん (溶性) (試薬)
- JIS K 8680 トルエン (試薬)
- JIS K 8789 1,10-フェナントロリン一水和物 (試薬)
- JIS K 8863 ほう酸 (試薬)
- JIS K 8866 四ほう酸ナトリウム十水和物 (試薬)
- JIS K 8897 メチレンブルー (試薬)
- JIS K 8913 よう化カリウム (試薬)
- JIS K 8920 よう素 (試薬)
- JIS K 8951 硫酸 (試薬)
- JIS K 8979 硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物 (試薬)
- JIS K 9007 りん酸二水素カリウム (試薬)
- JIS K 9019 りん酸水素二ナトリウム・12水 (試薬)
- JIS K 9901 高純度試薬—硝酸
- JIS M 8100 粉塊混合物—サンプリング方法通則
- JIS M 8811 石炭類及びコークス類—サンプリング及び試料調製方法
- JIS P 3801 ろ紙 (化学分析用)
- JIS R 1301 化学分析用磁器ろつぼ
- JIS R 3503 化学分析用ガラス器具
- JIS R 3505 ガラス製体積計
- JIS Z 8801-1 試験用ふるい—第1部：金属製網ふるい
- JIS Z 8802 pH測定方法

3 試験項目

試験項目は、次による。

なお、使用目的に応じて、試験項目は、この中から受渡当事者間で取り決めることができる。

a) 吸着性能

1) 液相吸着における吸着等温線の求め方

2) 溶剤蒸気の吸着性能

- b) カラメル脱色性能
- c) 粒度
- d) 粒度分布 (有効径, 均等係数及び平均粒径)
- e) 硬さ
- f) 発火点
- g) 充てん密度
- h) 乾燥減量
- i) 強熱残分
- j) pH
- k) 塩化物
- l) 鉄
- m) 亜鉛
- n) カドミウム
- o) 鉛
- p) ひ素

4 試料採取方法

試料の採取は, JIS M 8100 及び JIS M 8811 によって, 全体を代表するように採取する。

5 一般事項

試験において共通する一般事項は, JIS K 0050, JIS K 0115, JIS K 0121 及び JIS K 0127 による。

6 試験方法

6.1 吸着性能

活性炭に対する吸着は, 活性炭の使用条件に応じて, 液相吸着及び気相吸着がある。このうち液相吸着は, よう素及びメチレンブルーを被吸着物質の代表として吸着等温線を作成し, 特定濃度での吸着量によって評価し, 気相吸着は, 溶剤蒸気の吸着量を測ることによって評価する。

6.1.1 液相吸着における吸着等温線の求め方

液相吸着における吸着等温線の求め方は, 次による。

- a) 一般 吸着等温線は, 一定温度において平衡状態にある被吸着物質の濃度と吸着量との関係を示すもので, 残留濃度をグラフの横軸に, 活性炭単位質量当たりの吸着量を縦軸にプロットして図示する。
- b) 試料調製方法 粉末活性炭の場合は, そのままの状態に 115±5 °C に調節した恒温乾燥器中で 3 時間乾燥した後, デシケーター (乾燥剤としてシリカゲルを使用) 中で放冷する。粒状活性炭の場合は, 試料の適量を JIS Z 8801-1 に規定する網ふるい 45 µm (ふるいの枠の寸法: ふるい面から上の内径 75 mm) を 90 % 以上通過するまで粉砕し, 前記の方法で乾燥する。
- c) 試験溶液 試験溶液は, 使用目的に応じて吸着の対象となる溶液を使用する。吸着性能は, 溶媒の種類, 被吸着物質の濃度, 共存成分, 温度, pH, 接触時間などの諸因子によって影響されるので, 試験目的に応じて条件を一定にする必要がある。
- d) 装置及び器具 装置及び器具は, 活性炭吸着の操作条件に応じて, 次のものから選定する。

- 1) 恒温乾燥器 105±5 °C, 115±5 °C及び 130±10 °Cの温度範囲に調節できるもの。
 - 2) 振とう機 振幅が水平方向に 40~50 mm, 1分間に 100~250 回往復できるもの。
 - 3) 遠心分離機 容量 50 mL の沈殿管を 1分間に 2 000~4 000 回転できるもの。
 - 4) 分光光度計 JIS K 0115 に規定するもの。
 - 5) pH 計 JIS Z 8802 に規定する形式 0~II のいずれか。
 - 6) 容器 三角フラスコ又はビーカー。
 - 7) ろ紙 JIS P 3801 に規定する 5 種 C のもので、直径 110 mm のもの。
- e) 操作 操作は、次による。
- 1) 数個の容器に試験溶液をそれぞれ一定量入れ、これに規定量の試料を添加し、所定の温度を保ちながら吸着平衡に達するまで、試料と試験溶液とを十分に接触させる。
 試料の添加量は、対象とする被吸着物質の種類、濃度、試験の目的によって決まるが、期待する試料の処理効果を満足するのに必要な添加量を含む範囲で、段階的に 3 点以上（例えば、各試験溶液 100 mL に試料を 0.1 g, 0.2 g, 0.3 g, 0.5 g…などのように。）添加し、異なった添加量を定める。目的とする範囲の等温線が得られなかった場合は、試料量を増減して、再度、試験する。また、試験を行う際には、あらかじめ吸着時間を変えて吸着が一定になる、すなわち平衡に達するまでの時間を知っておく必要がある。
 - 2) ろ紙、ろ過膜（孔径 0.45 μm）、遠心分離機などを用いて、試料が漏れないように溶液と試料とを分離する。
 - 3) 分離した各溶液中の被吸着物質を定量し、各平衡濃度（残留濃度）を求める。定量方法は、被吸着物質の特性に適合した方法を採用する。着色物質については、吸光度などで表示することもできる。
 - 4) 試料を添加しない空試験について 1)~3) の操作を行う。

6.1.1.1 よう素吸着性能

よう素吸着性能は、次による。

- a) 一般 試料によう素溶液を加え、室温（20~30 °C）で吸着させた後、上澄み液を分離し、指示薬としてでんぷん溶液を加え、チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。残留しているよう素濃度から試料単位質量当たりの吸着量を求め、吸着等温線を作成し、その吸着等温線からよう素の残留濃度 2.5 g/L のときの試料単位質量当たりの吸着量を求めて、よう素吸着性能とする。
- b) 試薬 試薬は、次のものを用いる。
 - 1) 硫酸（1+5） JIS K 8951 に規定する硫酸を用いて調製したもの。
 - 2) でんぷん溶液（10 g/L） JIS K 8659 に規定するでんぷん（溶性）1 g に水約 10 mL を加えてかき混ぜ、熱水 90 mL 中にかき混ぜながら加え、約 1 分間煮沸した後、冷却し、その上澄み液を用いる。この溶液は、使用するたびごとに調製する。
 - 3) 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 JIS K 8637 に規定するチオ硫酸ナトリウム五水和物約 25 g 及び JIS K 8625 に規定する炭酸ナトリウム約 0.2 g を水 1 L に溶かし、よく振り混ぜ、栓をして 2 日間放置した後、次によって標定する。

標定 JIS K 8005 に規定するよう素酸カリウムを 130±10 °C に調節した恒温乾燥器中で 2 時間乾燥し、デシケータ中で 30~60 分間放冷する。放冷後 1~1.5 g を 1 mg のけたまではかりとり、水に溶かし全量フラスコ 250 mL に移し入れ、水を標線まで加える。この中から 20 mL を全量ピペットで共通すり合わせ三角フラスコ 300 mL にとり、JIS K 8913 に規定するよう化カリウム 2 g 及び硫酸（1+5）5 mL を加え、直ちに栓をして静かに振り混ぜ、暗所に

5 分間放置する。その後、水 100 mL を加え、遊離したよう素をこの溶液で滴定し、よう素の黄色が薄くなったとき指示薬としてでんぷん溶液 (10 g/L) 1 mL を加え、更に滴定を続け、よう素でんぷんの青色が消えたときを終点とする。また、空試験を行う。

ファクターは、次の式によって求める。

$$f = \frac{a \times \frac{b}{100} \times \frac{20}{250}}{(c-d) \times 0.003567} \dots\dots\dots(1)$$

ここに、
 f : 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液のファクター
 a : よう素酸カリウムの採取量 (g)
 b : よう素酸カリウムの純度 (質量分率%)
 c : 滴定に用いた 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウムの量 (mL)
 d : 空試験に用いた 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウムの量 (mL)
 0.003 567: 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL のよう素酸カリウム相当量 (g/mL)

- 4) **0.05 mol/L よう素溶液** JIS K 8913 に規定するよう化カリウム 25.0 g を水約 30 mL に溶かし、JIS K 8920 に規定するよう素約 13 g を加えて溶かし、水で約 1 L とし、標定する。この溶液は、温度約 10 °C の暗所に保存し、使用する前に毎回、標定する。

標定 この溶液 20 mL を全量ピペットでとり、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定し、よう素の黄色が薄くなったとき指示薬としてでんぷん溶液 (10 g/L) 1 mL を加え、更に滴定を続け、よう素でんぷんの青色が消えたときを終点とする。よう素溶液のファクターは、次の式によって求める。

$$f' = K \times \frac{f}{20} \dots\dots\dots(2)$$

ここに、
 f' : 0.05 mol/L よう素溶液のファクター
 K : 滴定に用いた 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の量 (mL)
 f : 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液のファクター
 20: 採取したよう素溶液の量 (mL)

- c) **装置及び器具** 装置及び器具は、次による。
- 1) **恒温乾燥器** 115±5 °C 及び 130±10 °C の温度範囲に調節できるもの。
 - 2) **振とう機** 振幅が水平方向に 40~50 mm, 1 分間に 100~250 回往復できるもの。
 - 3) **遠心分離機** 容量 50 mL の沈殿管を 1 分間に 2 000~4 000 回転できるもの。
- d) **操作** 操作は、次のとおり行う。
- 1) 試料の規定量を 1 mg のけたまではかりとり、褐色共通すり合わせ三角フラスコ 100 mL に移し入れ、0.05 mol/L よう素溶液 50 mL を全量ピペットで加える。試料添加量は、6.1.1 e) 1) によって、吸着後の残留濃度範囲が 2.5 g/L を含むように適切にとる。
 - 2) 室温 (20~30 °C) で振とう機を用いて 15 分間振とうした後、沈殿管 50 mL に移し入れ、遠心分離機を用いて試料を沈殿させる。又は、ろ過膜 (孔径 0.45 µm) を用いて、活性炭と溶液とを分離してもよい。
 - 3) この中から上澄み液 10 mL を全量ピペットでとり、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定し、よう素の黄色が薄くなったとき指示薬としてでんぷん溶液 (10 g/L) 1 mL を加え、更に滴定を続け、よう素でんぷんの青色が消えたときを終点とする。

- 4) よう素残留濃度は、次の式によって算出する。

$$I_N = K \times f \times 12.69 \times \frac{1}{10} \dots\dots\dots(3)$$

ここに、
 I_N : よう素残留濃度 (g/L)
 K : 滴定に用いた 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の量 (mL)
 f : 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液のファクター
 12.69: 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL のよう素相当量 (mg/mL)
 10: 採取した上澄み液の量 (mL)

- 5) 試料単位質量当たりのよう素の吸着量は、次の式によって算出する。吸着量は 10 mg/g 刻みで表す。

$$\frac{X}{S} = \frac{(10 \times f' - K \times f) \times 12.69 \times 5}{S} \dots\dots\dots(4)$$

ここに、
 X/S : 試料単位質量当たりのよう素の吸着量 (mg/g)
 f' : 0.05 mol/L よう素溶液のファクター
 K : 滴定に用いた 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の量 (mL)
 f : 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液のファクター
 12.69: 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL のよう素相当量 (mg)
 S : 試料の質量 (g)

- 6) 4)及び 5)の計算から求めたよう素残留濃度とよう素吸着量とから、次の式(5) (フロインドリッヒ式)を対数式に直した式(6)を用い、両対数グラフ上に、よう素残留濃度 (C) を横軸に、試料単位質量当たりのよう素の吸着量を縦軸にしてプロットし、吸着等温線を作成する。

$$\frac{X}{S} = kC^{\frac{1}{n}} \dots\dots\dots(5)$$

$$\log\left(\frac{X}{S}\right) = \log k + \frac{1}{n} \log C \dots\dots\dots(6)$$

ここに、
 X : よう素吸着量 (mg)
 S : 試料添加量 (g)
 X/S : 試料単位質量当たりのよう素の吸着量 (mg/g)
 C : 溶液中のよう素残留濃度 (g/L)
 k, n : 試料と吸着系によって定まる定数

k は、 $C=1$ における直線の切片であり、この曲線の傾斜 $\tan \theta$ が $1/n$ である。

- 7) 6)で求めた吸着等温線から、よう素残留濃度 2.5 g/L の点の試料単位質量当たりのよう素の吸着量を求め、よう素吸着性能とする。

吸着等温線作成手順及びよう素吸着性能の求め方の例を、表 1 及び図 1 に示す。

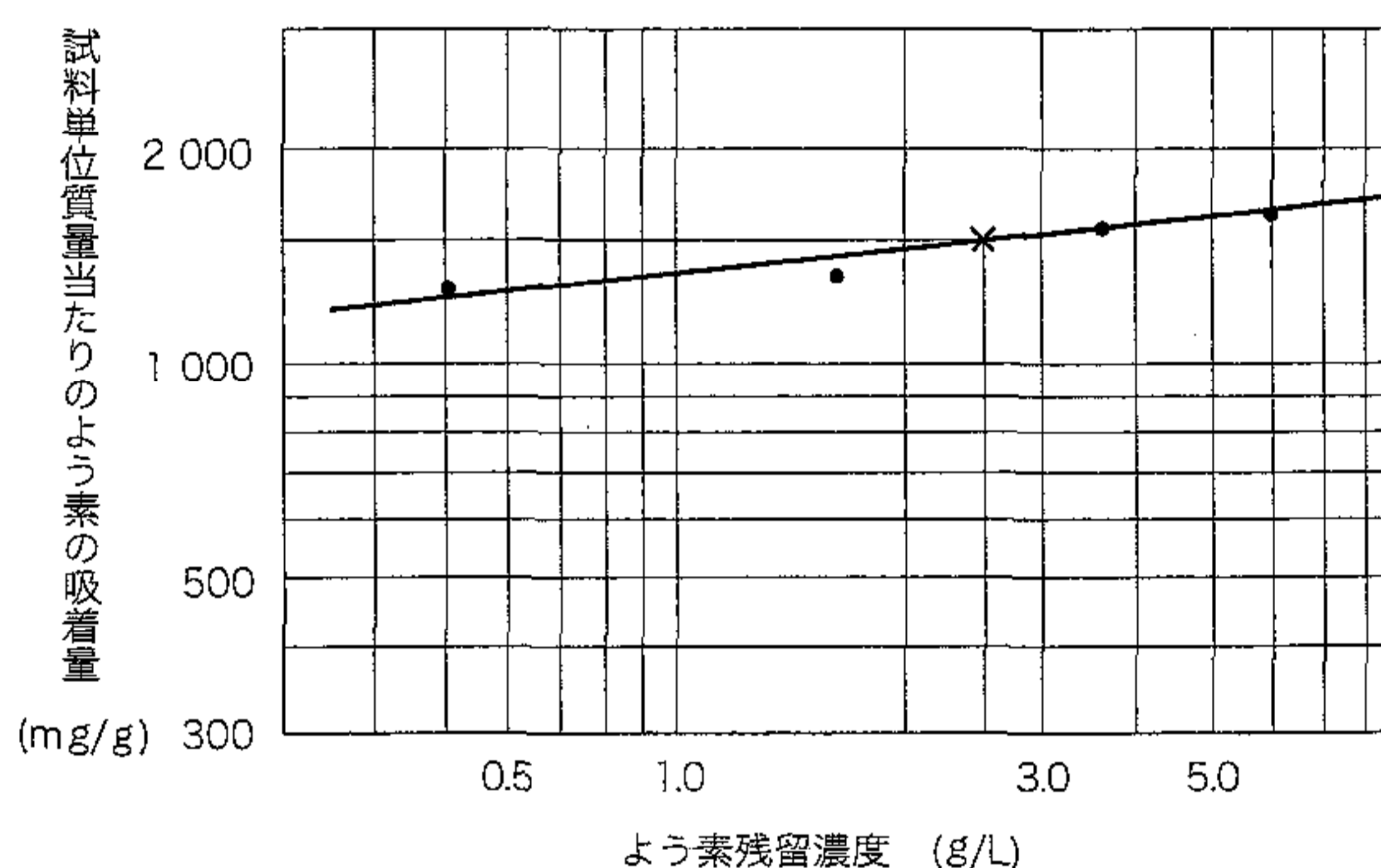
表 1—吸着性能データの例

試料添加量 (g/50 mL)	よう素残留濃度 (g/L)	試料単位質量当たりのよう素の吸着量 (mg/g)
0	12.69	—
0.200	6.00	1 670
0.300	3.58	1 520
0.400	1.66	1 380
0.500	0.49	1 220

$$k = 1270$$

$$\frac{1}{n} = 0.15$$

$$\frac{X}{S} = 1270 \times C^{0.15}$$



このときのよう素吸着性能は 1 460 mg/g である。

図 1—よう素吸着性能における吸着等温線 (室温) (例)

6.1.1.2 メチレンブルー吸着性能

メチレンブルー吸着性能は、次による。

- a) 一般 試料にメチレンブルー溶液を加え、室温 (20~30 °C) で吸着させた後ろ過し、ろ液の吸光度を測定し、残留濃度から試料単位質量当たりの吸着量を求め吸着等温線を作成する。この吸着等温線からメチレンブルーの残留濃度 0.24 mg/L のときの試料単位質量当たりの吸着量を求めてメチレンブルー吸着性能を算出する。
- b) 試薬 試薬は、次のものを用いる。
 - 1) りん酸二水素カリウム (1/15 mol/L) JIS K 9007 に規定するりん酸二水素カリウム 9.08 g を水に溶かして 1 000 mL とする。
 - 2) りん酸水素二ナトリウム (1/15 mol/L) JIS K 9019 に規定するりん酸水素二ナトリウム 12 水 23.88 g を水に溶かして 1 000 mL とする。
 - 3) りん酸塩緩衝液 (pH7) りん酸二水素カリウム溶液 (1/15 mol/L) とりん酸水素二ナトリウム溶液

(1/15 mol/L) とを体積比で 4 : 6 の割合に混合する。

- 4) **メチレンブルー溶液** JIS K 8897 に規定するメチレンブルー 1.2 g (乾燥質量換算) を全量フラスコ 1 000 mL にはかりとり、りん酸塩緩衝液 (pH7) を標線まで加える。メチレンブルーは、乾燥すると性状が変化するので、あらかじめその 1 g を 1 mg のけたまではかりとり 105 ± 5 °C に保った乾燥器中で 4 時間乾燥し、デシケーター (乾燥剤としてシリカゲルを使用) 中で放冷し、乾燥減量を求め、この数値を用いて次の式から未乾燥メチレンブルー採取量を算出する。

$$S' = S \times \frac{1}{(100 - W)} \times 100 \% \dots\dots\dots(7)$$

ここに、
 S' : 未乾燥メチレンブルーの採取量 (g)
 S : メチレンブルーの質量 (乾燥質量換算) (g)
 W : 乾燥減量 (質量分率%)

- c) **装置及び器具** 装置及び器具は、次による。

- 1) **恒温乾燥器** 105 ± 5 °C 及び 115 ± 5 °C の温度範囲に調節できるもの。
- 2) **振とう機** 振幅が水平方向に 40 ~ 50 mm, 1 分間に 100 ~ 250 回往復できるもの。
- 3) **分光光度計** JIS K 0115 に規定するもの。
- 4) **ろ紙** JIS P 3801 に規定する 5 種 C のもの。
- 5) **目皿付漏斗** 目皿の直径 15 mm のもの。

- d) **検量線の作成** 検量線の作成は、次のとおり行う。

- 1) **メチレンブルー溶液** 10 mL を全量ピペットで全量フラスコ 500 mL にとり、りん酸塩緩衝液を標線まで加える。この溶液から 5 mL, 10 mL, 25 mL 及び 50 mL を全量ピペットでそれぞれ全量フラスコ 500 mL にとり、りん酸塩緩衝液 (pH7) を標線まで加える。
- 2) これらの液について、メチレンブルー溶液の濃度 0.24 ~ 2.4 mg/L と波長 665 nm における吸光度との関係線を作成し、検量線とする。

- e) **操作** 操作は、次のとおり行う。

- 1) 試料の規定量を 1 mg のけたまではかりとり、共通すり合わせ三角フラスコ 100 mL に移し入れ、メチレンブルー溶液 25 mL を全量ピペットで加える。試料添加量は、6.1.1 e) 1) によって、吸着後の残留濃度範囲が 0.24 mg/L を含むように適切にとる。
- 2) 室温 (20 ~ 30 °C) で振とう機を用いて、30 分間振とうした後、直ちにろ紙を用いて、目皿付漏斗によって吸引ろ過して、活性炭と溶液とを分離する。ろ過に使用するろ紙は、6.1.1.2 d) 1) によって、りん酸塩緩衝液 (pH7) で濃度 0.24 mg/L に希釈したメチレンブルー溶液 20 mL を吸引ろ過して、メチレンブルーをあらかじめ吸着させておき、ろ紙への吸着によってメチレンブルー濃度の低下が起きないようにしておく。
- 3) ろ液の一部を光路長 10 mm の吸収セルにとり、分光光度計を用いてりん酸塩緩衝液 (pH7) を対照として波長 665 nm の吸光度を測定し、検量線からメチレンブルー残留濃度を求める。
- 4) 3) で求めたメチレンブルー残留濃度を用いて、メチレンブルー吸着量を、次の式によって算出する。

$$Q = \frac{(1200 - C) \times \frac{25}{1000}}{S} \dots\dots\dots(8)$$

ここに、
 Q : 試料単位質量当たりのメチレンブルー吸着量 (mg/g)
 1 200: メチレンブルー溶液濃度 (mg/L)
 C : メチレンブルー残留濃度 (mg/L)

S : 試料の質量 (g)
 25 : 添加したメチレンブルー溶液の量 (mL)
 1 000 : 1L=1 000 mL の換算係数

- 5) 3)で求めたメチレンブルー溶液の残留濃度を横軸に, 4) によって求めた試料単位質量当たりのメチレンブルー吸着量を縦軸に両対数グラフにプロットし, 吸着等温線を作成する。
- 6) 5)で求めた吸着等温線から, メチレンブルーの残留濃度が 0.24 mg/L のときの試料のメチレンブルー吸着量を求める。

次の式から, メチレンブルー溶液の吸着量に換算し, メチレンブルー吸着性能とする。吸着性能は, 10 mL/g 刻みで表す。

$$M = \frac{Q}{1.2} \dots\dots\dots(9)$$

ここに, M: メチレンブルー吸着性能 (mL/g)
 Q: 残留濃度 0.24 mg/L のときのメチレンブルー吸着量 (mg/g)
 1.2: メチレンブルー溶液濃度 (g/L)

吸着等温線作成手順及びメチレンブルー吸着性能の求め方の例を, 表 2 及び図 2 に示す。

表 2-吸着性能データの例

試料添加量 (g/25 mL)	メチレンブルー残留濃度 (mg/L)	試料単位質量当たりのメチレンブルー吸着量 (mg/g)
0	1 200	—
0.141	0.488	213
0.152	0.053	197
0.161	0.019	186

図 2 から, メチレンブルーの残留濃度が 0.24 mg/L のときのメチレンブルー吸着量は 210 mg/g であるので, メチレンブルー吸着性能は, 式(9)によって次のようになる。

$$M = \frac{210}{1.2} = 175 \approx 180$$

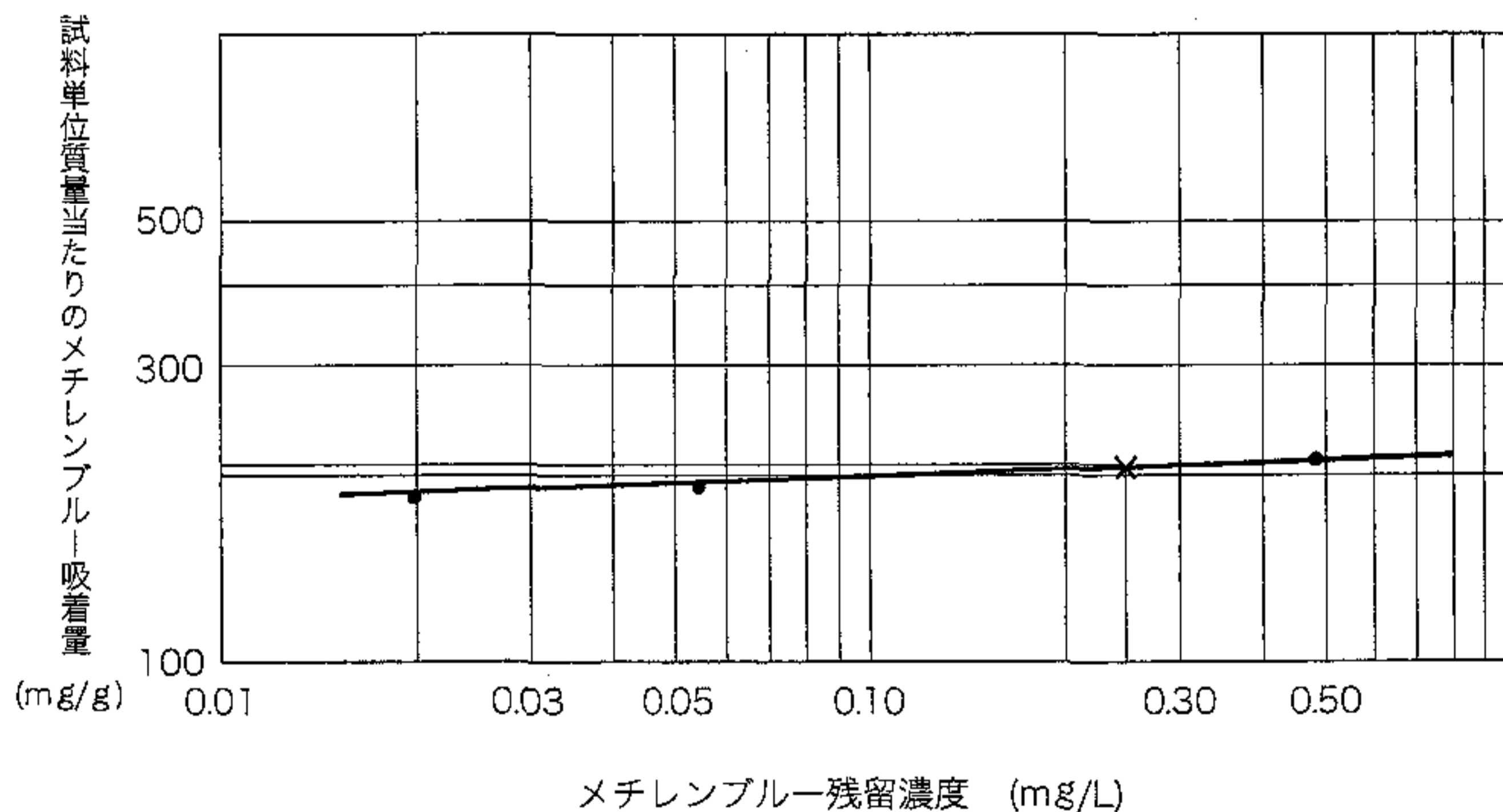


図 2-メチレンブルー吸着性能における吸着等温線 (室温) (例)

6.1.2 溶剤蒸気の吸着性能

溶剤蒸気の吸着性能は, 次による。

- a) 一般 粒状試料に, 1/n 溶剤蒸気を含む空気を 2 L/min の割合で通し, 質量が, 一定となったときの試

料の増量から平衡吸着性能を求める。1/n は希釈割合のことで、n は溶剤飽和濃度の希釈倍数である。希釈割合は、使用目的に応じて受渡当事者間で協定する。

b) 試薬 吸着の対象となる溶剤は、使用目的に応じて受渡当事者間で協定する。

例1 JIS K 8034 に規定するアセトン

例2 JIS K 8464 に規定するシクロヘキサン

例3 JIS K 8680 に規定するトルエン

c) 装置及び器具 装置及び器具は、次による。

- 1) 恒温乾燥器 115±5 °Cの温度範囲に調節できるもの。
- 2) 吸着試験用 U 字管 図3 に示すもの。試料の粒径が2 mm 以下のものについては、U 字管(B)を用いる。

単位 mm

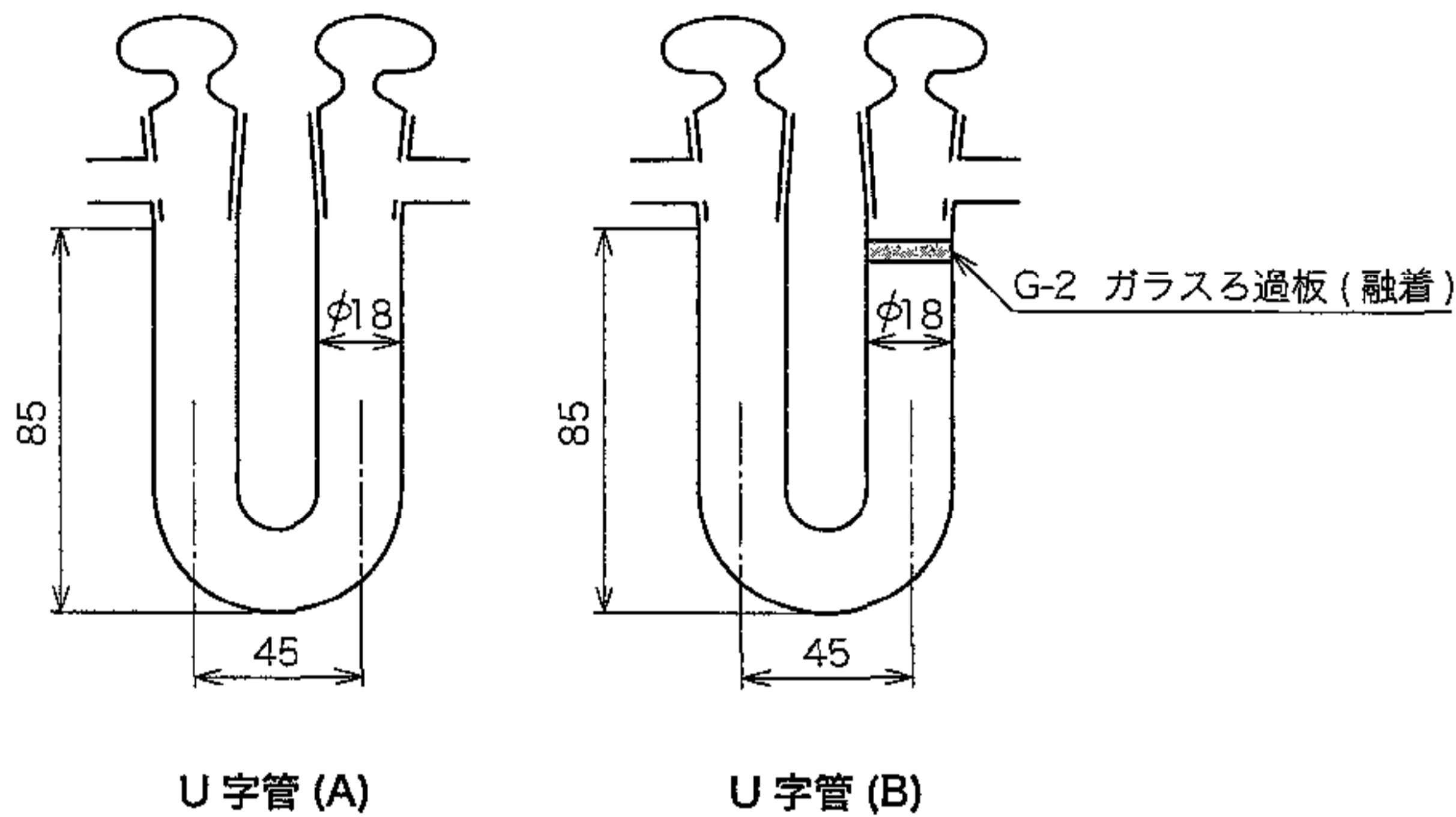


図3-吸着試験用 U 字管

3) 恒温槽 25±0.5 °Cに調節できる恒温槽又は恒温水槽。

4) 溶剤蒸気吸着性能試験装置 一例を図4 に示す。

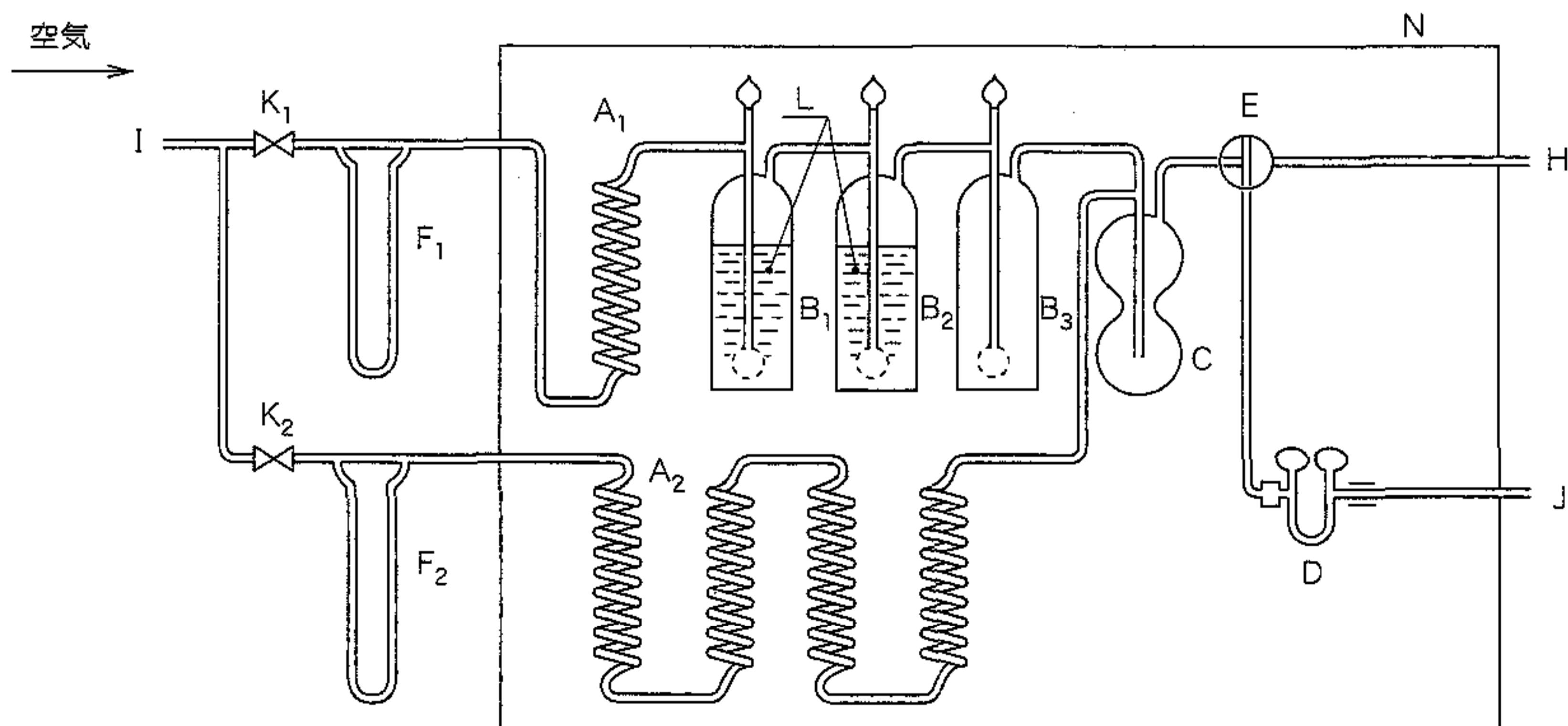


図4-溶剤蒸気吸着性能試験装置の一例

A ₁ , A ₂	温度調節用蛇管
B ₁ , B ₂ , B ₃	共通すり合わせろ過板付ガス洗淨瓶(250 mL)
C	混合瓶 (球内径 60 mm 二球連続式)
D	吸着試験用 U 字管
E	三方コック
F ₁	溶剤蒸気発生空気用流量計
F ₂	希釈空気用流量計
N	恒温槽又は恒温水槽
H	余剰ガス出口
I	乾燥空気入口
J	排気口
K ₁ , K ₂	ガス流量調節コック
L	溶剤

図 4—溶剤蒸気吸着性能試験装置の一例 (続き)

d) $1/n$ 溶剤蒸気を含む空気の調製 恒温槽の温度を 25 ± 0.5 °C に調節する。溶剤を図 4 の溶剤蒸気発生瓶 B₁, B₂ に入れ, コック E は, H 方向に流れるように設定しておく。計算量の乾燥空気の流量 (V_1 L/min) を, コック K₁ を調節しながら流す。希釈用空気は, コック K₂ を調節して計算量の乾燥空気の流量 (V_2 L/min) を流す。

V_1 及び V_2 の乾燥空気の流量は, 次の式によって算出する。

$$V_1 = 2 \times \frac{1}{n} \times \left(1 - \frac{P_1}{101.325} \right) \dots\dots\dots (10)$$

$$V_2 = 2 \times \left(1 - \frac{1}{n} \right) \dots\dots\dots (11)$$

ここに, V_1 : 溶剤蒸気発生瓶に通じる乾燥空気の流量 (L/min)
 2 : $1/n$ 溶剤蒸気を含む空気の流量 (L/min)
 n : 溶剤の希釈倍数
 P_1 : 規定の温度における溶剤の飽和蒸気圧 (kPa)
 101.325: 標準大気圧 (kPa)
 V_2 : 希釈用乾燥空気の流量 (L/min)

25 °C, $1/10$ 希釈割合のアセトン, シクロヘキサン及びトルエンについての計算例を, 次に示す。

例 1 アセトン

25 °C のアセトンの飽和蒸気圧は, 30.8 kPa である。

$$V_1 = 2 \times \frac{1}{10} \times \left(1 - \frac{30.8}{101.325} \right) = 0.139$$

$$V_2 = 2 \times \left(1 - \frac{1}{10} \right) = 1.80$$

乾燥空気をコック K₁ で調節して 0.139 L/min を流量計 F₁ に, コック K₂ で調節して 1.80 L/min を流量計 F₂ に流すと, $1/10$ 希釈割合の混合空気 2.0 L/min が得られる。

例 2 シクロヘキサン

25 °C のシクロヘキサンの飽和蒸気圧は, 13.0 kPa である。

$$V_1 = 2 \times \frac{1}{10} \times \left(1 - \frac{13.0}{101.325} \right) = 0.174$$

$$V_2 = 2 \times \left(1 - \frac{1}{10}\right) = 1.80$$

乾燥空気をコック K₁ で調節して 0.174 L/min を流量計 F₁ に、コック K₂ で調節して 1.80 L/min を流量計 F₂ に流すと、1/10 希釈割合の混合空気 2.0 L/min が得られる。

例3 トルエン

25 °C のトルエンの飽和蒸気圧は、3.79 kPa である。

$$V_1 = 2 \times \frac{1}{10} \times \left(1 - \frac{3.79}{101.325}\right) = 0.193$$

$$V_2 = 2 \times \left(1 - \frac{1}{10}\right) = 1.80$$

乾燥空気をコック K₁ で調節して 0.193 L/min を流量計 F₁ に、コック K₂ で調節して 1.80 L/min を流量計 F₂ に流すと、1/10 希釈割合の混合空気 2.0 L/min が得られる。

e) 操作 操作は、次のとおり行う。

- 1) 吸着試験用 U 字管の質量を 1 mg のけたまではかる。
- 2) 試料 5~10 g を U 字管に入れ 1 mg のけたまではかる。試料はあらかじめ 115±5 °C の恒温乾燥器中で 3 時間乾燥し、デシケーター（乾燥剤としてシリカゲルを使用）中で室温まで放冷する。
- 3) 25±0.5 °C に調節した溶剤蒸気吸着性能試験装置に所定の空気を流して、*n* 倍希釈の溶剤混合空気を作る。
- 4) U 字管を溶剤蒸気吸着性能試験装置の所定の位置に取り付け、コック E を J 方向に流れるように切り換え、U 字管に溶剤蒸気混合空気を通じて溶剤を吸着させる。このとき流量の変動があれば調節する。
- 5) 1 時間以上経過した後、U 字管を取り外し、乾いた紙又は布でよくぬぐい、直ちに質量をはかる。
- 6) 再び U 字管を溶剤蒸気吸着性能試験装置に取り付け、溶剤蒸気混合空気を 30 分間通じた後、U 字管を取り外し、乾いた紙又は布でよくぬぐい、直ちに質量をはかる。
- 7) 6) を繰り返して U 字管の増量が 5 mg 以内になったとき吸着操作をやめ、試料の増量を求める。

f) 計算 溶剤蒸気の吸着性能は、次の式によって算出し、小数点以下 1 けたに丸める。

$$Z = \frac{P}{S} \times 100 \dots\dots\dots(12)$$

ここに、 Z: 試料の溶剤蒸気の平衡吸着性能（質量分率%）
P: 試料の増量（g）
S: 試料の質量（g）

6.2 カラメル脱色性能

カラメル脱色性能は、次による。

a) 一般 試料にカラメル試験液を加えて吸着させた後ろ過し、ろ液の吸光度とカラメル試験液の吸光度とからカラメル脱色性能を求める。

注記 カラメル脱色性能は、主に粉末活性炭に用いられ、粒状活性炭に適用されることはまれである。

b) 試薬 試薬は、次のとおりとする。

- 1) 硫酸（1+4） JIS K 8951 に規定する硫酸を用いて調製したもの。
- 2) 硫酸（1+10） JIS K 8951 に規定する硫酸を用いて調製したもの。

- 3) 水酸化ナトリウム溶液 (200 g/L) JIS K 8576 に規定する水酸化ナトリウムを用いて調製したもの。
 - 4) 水酸化ナトリウム溶液 (100 g/L) JIS K 8576 に規定する水酸化ナトリウムを用いて調製したもの。
 - 5) 色度標準液 JIS K 8517 に規定する二クロム酸カリウムをめのう乳鉢で碎き, 105±5 °C に調節した恒温乾燥器中で 3~4 時間乾燥し, デシケーター (乾燥剤としてシリカゲルを使用) 中で放冷した後, その 0.310 g をはかりとり水を加えて溶かし, 全量フラスコ 1 000 mL に移し入れ, 水を標線まで加え色度標準液とする。この溶液を光度計を用い波長 430 nm の吸光度を測定する。
 - 6) カラメル原液 JIS K 8383 に規定するスクロースをデシケーター (乾燥剤としてシリカゲルを使用) 中で 24 時間以上乾燥し, その 60 g をはかりとり, 三角フラスコ 500 mL に移し入れる。水 240 mL を加えて室温 (20~30 °C) でかき混ぜながら溶かし, 硫酸 (1+4) 25 mL を全量ピペットで加え, 80±1 °C に調節した水浴中に入れる。三角フラスコ内の溶液をかき混ぜながら, 80 °C 近くまで上昇させた後, 更に 30 分間 80±1 °C に保つ。水浴中から三角フラスコを取り出し, 直ちに水酸化ナトリウム溶液 (200 g/L) 50 mL を全量ピペットで加え, 直ちに沸騰水浴中に三角フラスコを入れ 15 分間加熱する。沸騰水浴中から取り出して, 室温で一夜放置した後, pH 計を用いて硫酸 (1+10) 又は水酸化ナトリウム溶液 (100 g/L) を加えて, pH を 7.0±0.1 に調節する。全量フラスコ 500 mL に移し入れ, 水を標線まで加える。この溶液は, 冷暗所に保存し, 調製後 5 日間以上経過したものは使用してはならない。
 - 7) カラメル試験溶液 カラメル原液を水で体積比 1:20 に薄めて 30 分間放置した後, 光度計を用いて波長 430 nm の吸光度を測定する。カラメル試験溶液は, 6.2 b) 5) の色度標準液の吸光度に一致するように, 希釈割合を調製する。希釈割合が 1:(20~25) の範囲に入らない場合は使用してはならない。その場合は, 新たにカラメル原液を調製して用いる。
- c) 装置及び器具 装置及び器具は, 次による。
- 1) 恒温乾燥器 105±5 °C, 115±5 °C の温度範囲に調節できるもの。
 - 2) 振とう機 振幅が水平方向に 40~50 mm, 1 分間に 100~250 回往復できるもの。
 - 3) 分光光度計 JIS K 0115 に規定するもの。
 - 4) pH 計 JIS Z 8802 に規定する形式 0~II のいずれか。
 - 5) ろ紙 JIS P 3801 に規定する 5 種 C のもので, 直径 110 mm のもの。
- d) 操作 操作は, 次のとおり行う。
- 1) 試料 150 mg を 1 mg のけたまではかりとり, 共通すり合わせ三角フラスコ 100 mL に移し入れ, カラメル試験溶液 50 mL を全量ピペットで加える。試料は, あらかじめ 115±5 °C の恒温乾燥器中で 3 時間乾燥し, デシケーター (乾燥剤としてシリカゲルを使用) 中で室温まで放冷する。
 - 2) 振とう機を用いて室温 (20~30 °C) で 30 分間振とうする。
 - 3) ろ紙でろ過する。
 - 4) 初めのろ液約 20 mL を捨て, その後のろ液について直ちに波長 430 nm の吸光度を測定する。
 - 5) 別に, 空試験としてカラメル試験溶液 50 mL について, 1)~4) の操作を行う。
- e) 計算 カラメル脱色性能は, 次の式によって算出し, 小数点以下 1 けたに丸める。

$$D = \left(1 - \frac{E'}{E}\right) \times 100\% \dots\dots\dots (13)$$

ここに, D: カラメル脱色性能 (%)
 E': 試料によって脱色された液の吸光度
 E: 空試験の吸光度

6.3 粒度

粒度は、次による。

- a) 一般 粒状試料をふるい分け、各ふるい上に残った試料の質量から粒度を求める。
- b) 装置及び器具 装置及び器具は、次による。
 - 1) 恒温乾燥器 115±5 °Cの温度範囲に調節できるもの。
 - 2) ふるい JIS Z 8801-1 に規定する金属製網ふるい。ふるいの枠の寸法がふるい面から上の内径 200 mm のもの。
 - 3) ふるい振とう機 タイラー形ふるい振とう機又はこれに準じるもので、打数毎分 130～165 回、回転数毎分 240～295 回できるもの。
- c) 操作 操作は、次のとおり行う。
 - 1) 試料を 115±5 °Cの恒温乾燥器中で 3 時間乾燥し、デシケーター（乾燥剤としてシリカゲルを使用）中で室温まで放冷した後、約 100 g を 0.1 g のけたまではかりとる。
 注記 添着炭のように乾燥できない試料については、乾燥操作を省略してもよい。添着炭とは、特定物質に対する吸着能を増すために、酸、塩基又は金属塩類を含浸した活性炭のことをいう。
 - 2) その試料の示す粒度範囲の下限の目開きに対応する目開きよりも一段階小さい目開きのふるいから、上限の目開きに対応する目開きよりも一段階大きい目開きのふるいまで、段階的に 6～7 個のふるいを用いて、受け皿に目開きの小さいふるいから順に積み重ねる。この際、試料の粒度表示範囲が狭い場合には、適宜ふるいの数を減らし、粒度表示範囲が広い場合には、適宜ふるいの数を増やす。
 - 3) 試料を最上部のふるい上に入れ、ふたをしてふるい振とう機に取り付け、10 分間ふるい分ける。
 - 4) 各ふるい上及び受け皿に残った試料の質量を 0.1 g のけたまではかる。それぞれのふるい上及び受け皿に残った試料の質量の合計が、初めの試料の質量に対して 2 %以上の増減がある場合は、再試験を行う。
- d) 計算 粒度は、次の式によって算出する。

$$G_i = \frac{W_i}{S} \times 100 \dots\dots\dots(14)$$

ここに、
 G_i : 粒度（質量分率%）
 W_i : 各ふるい上及び受け皿に残った試料の質量（g）
 S : 各ふるい上及び受け皿に残った試料の質量の合計（g）

粒度 G_i とは、各ふるい（ i 番目）とその一段上のふるい（ $i+1$ 番目）の目開きの範囲の粒度を示す。

6.4 粒度分布（有効径、均等係数及び平均粒径）

粒度分布（有効径、均等係数及び平均粒径）は、次による。

- a) 一般 6.3 によって求めた粒度から、有効径及び均等係数を算出して粒度分布を求める。
 試料をふるい分け、その 10 %が通過したときのふるいの目開き M (mm) を有効径とする。また、試料の 60 %が通過したときのふるいの目開き N (mm) を求め、 N/M を均等係数とする。均等係数が小さくなるほど、試料の粒度分布の幅が小さくなることを示す。
- b) 操作 操作は、次のとおり行う。
 - 1) 表 3 のふるい分け試験表に、6.3 c) 2) で用いた各ふるいの目開きを記載する。
 - 2) 各ふるいの目開きに相当するふるい残留質量の欄に、残留した試料の質量を記載する。

- 3) 各ふるい上に残留した試料の残留百分率，ふるいを通過した試料の質量及び通過質量分率を，次の式によって求めそれぞれ記載する。

表3—ふるい分け試験表の一例

ふるいの目 開き (mm)	底器 (受け皿)	0.150	0.180	0.300	0.425	0.60	0.85	1.18	1.70	2.00	計
ふるい残留 質量 (g)	W_0	W_1	W_2	W_3	W_4	W_5	W_6	W_7	W_8	W_9	S
ふるい通過 質量 (g)	x_0	x_1	x_2	x_3	x_4	x_5	x_6	x_7	x_8	x_9	—
ふるい通過 質量分率 (%)	y_0	y_1	y_2	y_3	y_4	y_5	y_6	y_7	y_8	y_9	—
粒度 (%)	G_0	G_1	G_2	G_3	G_4	G_5	G_6	G_7	G_8	G_9	G

$$S = W_0 + W_1 + \dots + W_9$$

$$x_0 = 0$$

$$x_1 = W_0 + x_0$$

$$x_2 = W_0 + W_1 = W_1 + x_1$$

...

$$x_9 = W_0 + W_1 + \dots + W_8 = W_8 + x_8$$

$$y_0 = x_0 / S \times 100 = 0$$

$$y_1 = x_1 / S \times 100$$

$$y_2 = x_2 / S \times 100$$

...

$$y_9 = x_9 / S \times 100$$

$$G_0 = W_0 / S \times 100$$

$$G_1 = W_1 / S \times 100$$

$$G_2 = W_2 / S \times 100$$

...

$$G_9 = W_9 / S \times 100$$

$$G = G_0 + G_1 + \dots + G_9 = 100$$

- 4) 表3のふるい通過質量分率の数値を用い，対数確率紙上に粒度累計線図を作成する。
対数確率紙の横軸上にふるい通過質量分率 (%) をとり，縦軸上にふるいの目開き (mm) をとる。
これにふるい分け試験によって得られたそれぞれの値に対応する交点を図上に求め，これらの点を直線で結ぶ (図5参照)。
- 5) 有効径は，粒度累計線図において，横軸の10%の点の垂直線と粒度累計線との交点から，縦軸に水平線を引いて交点の示すふるい目開き (mm) を求めて有効径とする。
- 6) 均等係数は，粒度累計線図において，横軸の60%の点の垂直線と粒度累計線図との交点から，縦軸に水平線を引いて交点の示すふるいの目開き (mm) を求め，次の式によって算出する。

$$U = \frac{N}{M} \dots\dots\dots (15)$$

ここに、 U: 均等係数
 N: 60%粒径 (mm)
 M: 10%粒径 (有効径) (mm)

7) 平均粒径 (代表径) は、種々の方法で算出されるが、例を次に示す。

例 1 50%粒径 (D_{50} , メジアン径)

粒度累計線図において、横軸 50%の点の垂直線と粒度累計線図との交点から、縦軸に水平線を引いて交点の示すふるいの目開き (mm) を求める。

例 2 質量平均粒径

粒度 G_1, G_2, \dots, G_8 とそれぞれの下網と上網の目開きの平均 r_1, r_2, \dots, r_8 とから (表 4 参照), 質量平均粒径を次の式によって算出する。ただし、これは最下網と最上網の中にある試料の質量平均粒径を表す。

$$\text{質量平均粒径} = \frac{r_1 \times G_1 + r_2 \times G_2 + \dots + r_8 \times G_8}{G_1 + G_2 + \dots + G_8} \dots\dots\dots (16)$$

表 4—平均粒径試験表の一例

ふるいの目開き (mm)	底器 (受け皿)	0.150	0.180	0.300	0.425	0.60	0.85	1.18	1.70	2.00
粒度 (%)	G_0 0	G_1 0.1	G_2 0.9	G_3 6.5	G_4 22.5	G_5 40.2	G_6 20.9	G_7 8.2	G_8 0.7	G_9 0
ふるいの目開き平均 (mm)	—	r_1 0.165	r_2 0.240	r_3 0.363	r_4 0.513	r_5 0.725	r_6 1.02	r_7 1.44	r_8 1.85	—

$$r_1 = (0.150 + 0.180) / 2 = 0.165$$

$$r_2 = (0.180 + 0.300) / 2 = 0.240$$

...

$$r_8 = (1.70 + 2.00) / 2 = 1.85$$

例 3 調和平均粒径

例 2 と同様に、粒度 G_1, G_2, \dots, G_8 とそれぞれの下網と上網の目開きの平均 r_1, r_2, \dots, r_8 とから、調和平均粒径を次の式によって算出する。ただし、これは最下網と最上網の中にある試料の調和平均粒径を表す。

$$\text{調和平均粒径} = \frac{G_1 + G_2 + \dots + G_8}{G_1/r_1 + G_2/r_2 + \dots + G_8/r_8} \dots\dots\dots (17)$$

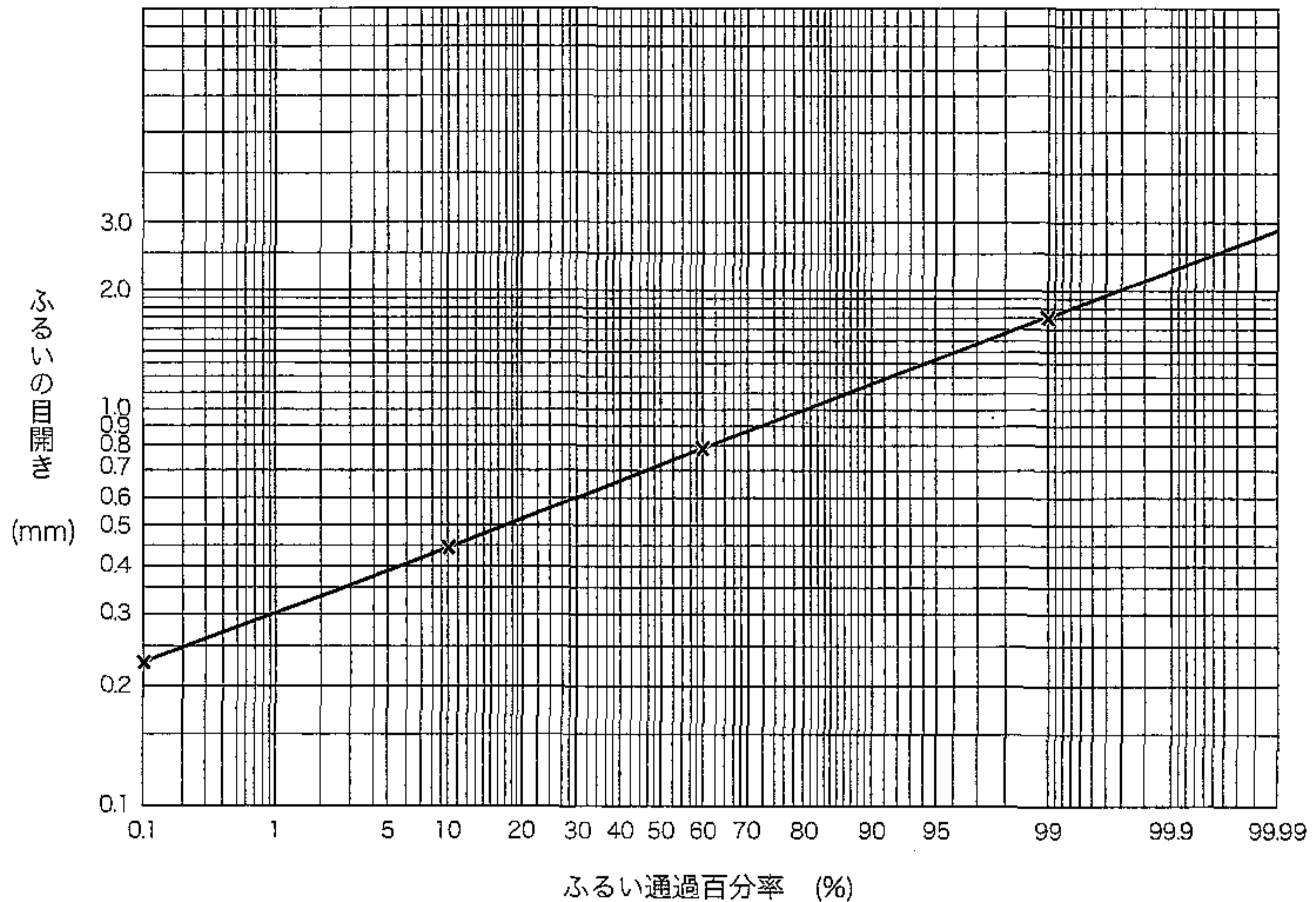


図5—粒度累計線図の一例

注記 図5に示す粒度累計線図によれば、有効径は0.45 mmとなり、均等係数は $0.78/0.45=1.7$ 、平均粒径の例1：50%粒径 (D_{50}) は0.70 mm、また、表4に示す平均粒径試験表の一例から平均粒径の例2：質量平均粒径=0.78 mm、例3：調和平均粒径=0.68 mmとなる。

6.5 硬さ

硬さは、次による。

- a) 一般 粒状試料を鋼球とともに入れた硬さ試験用皿を振とうした後ふるい分け、ふるい上に残った試料の質量を求め、元の試料の質量との比から硬さを求める。
- b) 装置及び器具 装置及び器具は、次による。
 - 1) ふるい JIS Z 8801-1 に規定する網ふるい。ふるいの枠の寸法がふるい面から上の内径 200 mm のもの。
 - 2) 硬さ試験用皿 材質は、JIS H 3100 に規定する C2680 P 又は C2720 P (黄銅板)。一例を図6に示す。
 - 3) ふるい振とう機 タイラー形ふるい振とう機又はこれに準じるもので、打数毎分 130~165 回、回転数毎分 240~295 回できるもの。
 - 4) 鋼球 直径 12.7 ± 0.1 mm、直径 9.5 ± 0.1 mm のもの各 15 個。
 - 5) メスシリンダー JIS R 3505 に規定するメスシリンダー 200 mL のもの。

単位 mm

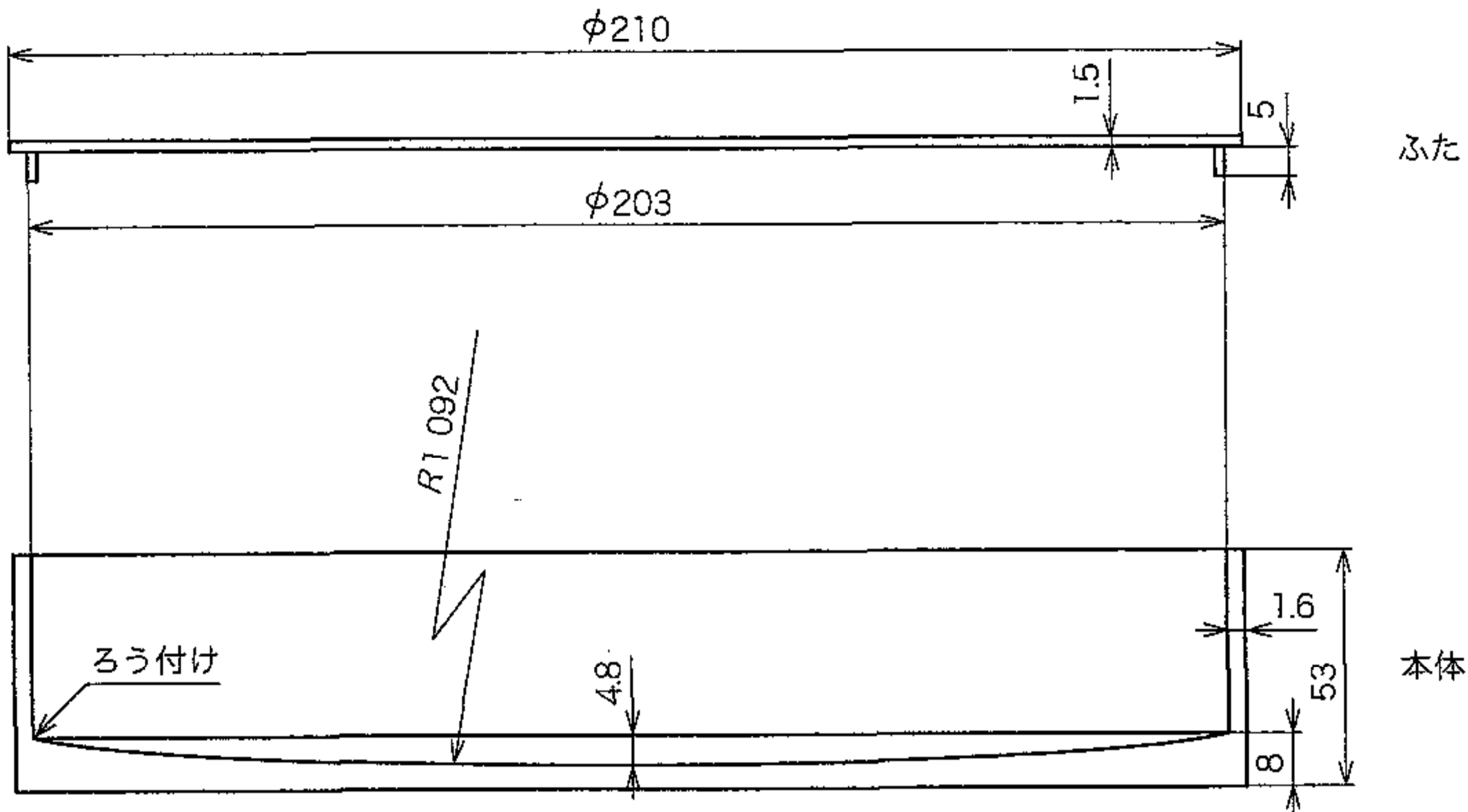


図 6—硬さ試験用皿の一例

c) 操作 操作は、次のとおり行う。

- 1) 試料を 6.3 c)の操作によって、粒度表示範囲の上限、下限に対応する目開きのふるい二つを用いて 10 分間ふるい分ける。
- 2) ふるい分けた試料をメスシリンダー 200 mL の 100 mL の標線まで軽くたたいて充てんする。この試料の質量を 0.1 g のけたまではかりとる。
- 3) 直径 12.7 mm 及び直径 9.5 mm の鋼球それぞれ 15 個とともに硬さ試験用皿に入れる。
- 4) ふるい振とう機に取り付け、30 分間振とうする。
- 5) 粒度表示範囲の下限に対応するふるいの目開きの 2 段下のふるい及び受け皿を用い、鋼球を除いた試料を全部入れ、ふるい振とう機に取り付ける。

注記 2 段下のふるいの例を、次に示す。

例 1 粒度表示範囲の下限に対応するふるいの目開きが 500 μm の場合、2 段下のふるいは 355 μm となる。

例 2 粒度表示範囲の下限に対応するふるいの目開きが 2.36 mm の場合、2 段下のふるいは 1.70 mm となる。

- 6) 3 分間振とうした後、ふるい上及び受け皿に残った試料の質量をそれぞれ 0.1 g のけたまではかりとる。試料の質量の合計が、初めにはかりとった質量に対し 2 % 以上の増減がある場合は再試験を行う。

d) 計算 硬さは、次の式によって算出する。

$$H = \frac{W}{S} \times 100 \dots\dots\dots (18)$$

ここに、
 H : 硬さ (質量分率%)
 W : 6.5 c) 6) のふるい上に残った試料の質量 (g)
 S : ふるい上及び受け皿に残った試料の質量の合計 (g)

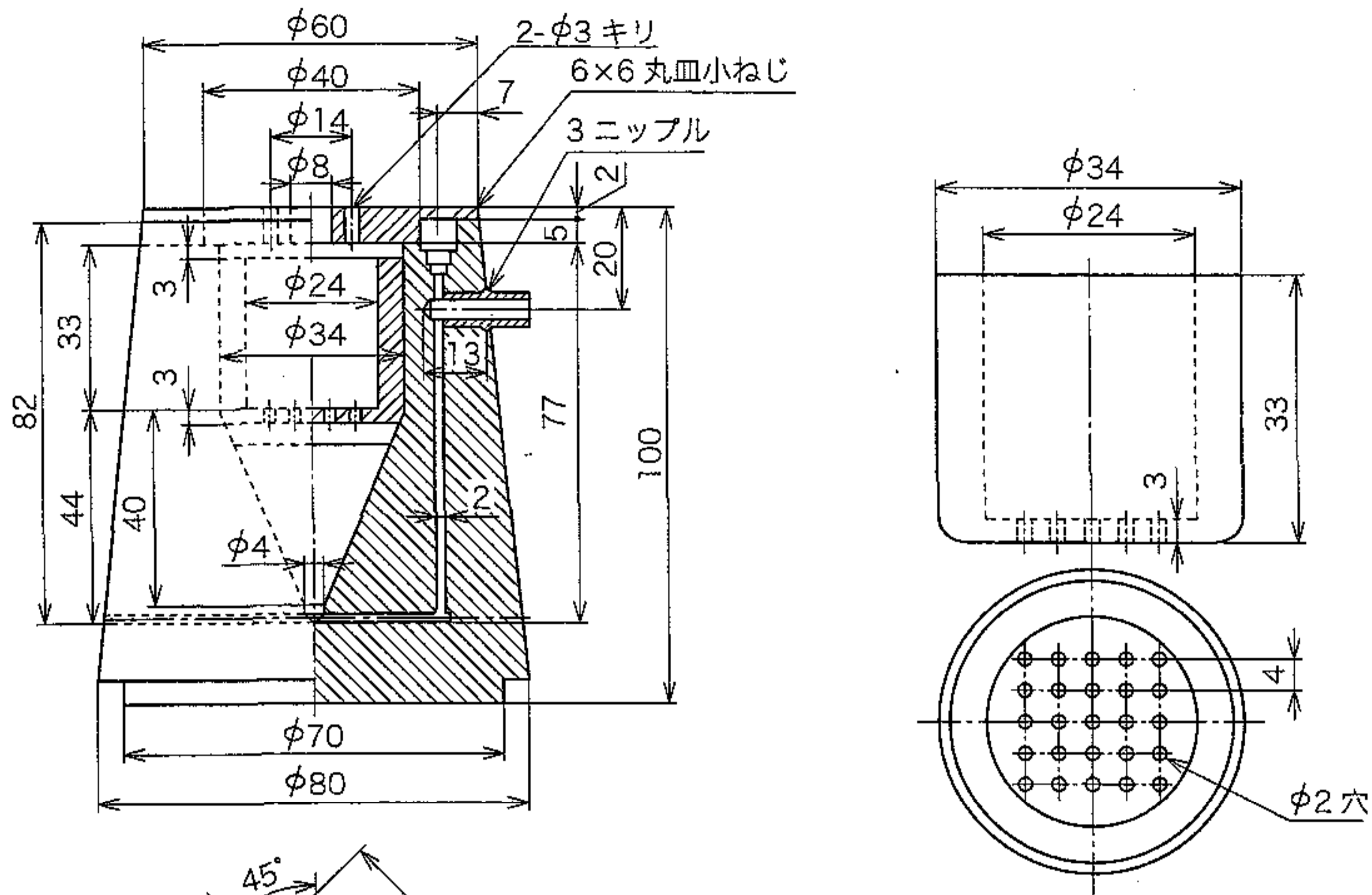
6.6 発火点

- a) 一般 粒状試料を空气中で一定の昇温速度で加熱し、試料の発火時の急激な温度上昇から発火点を求

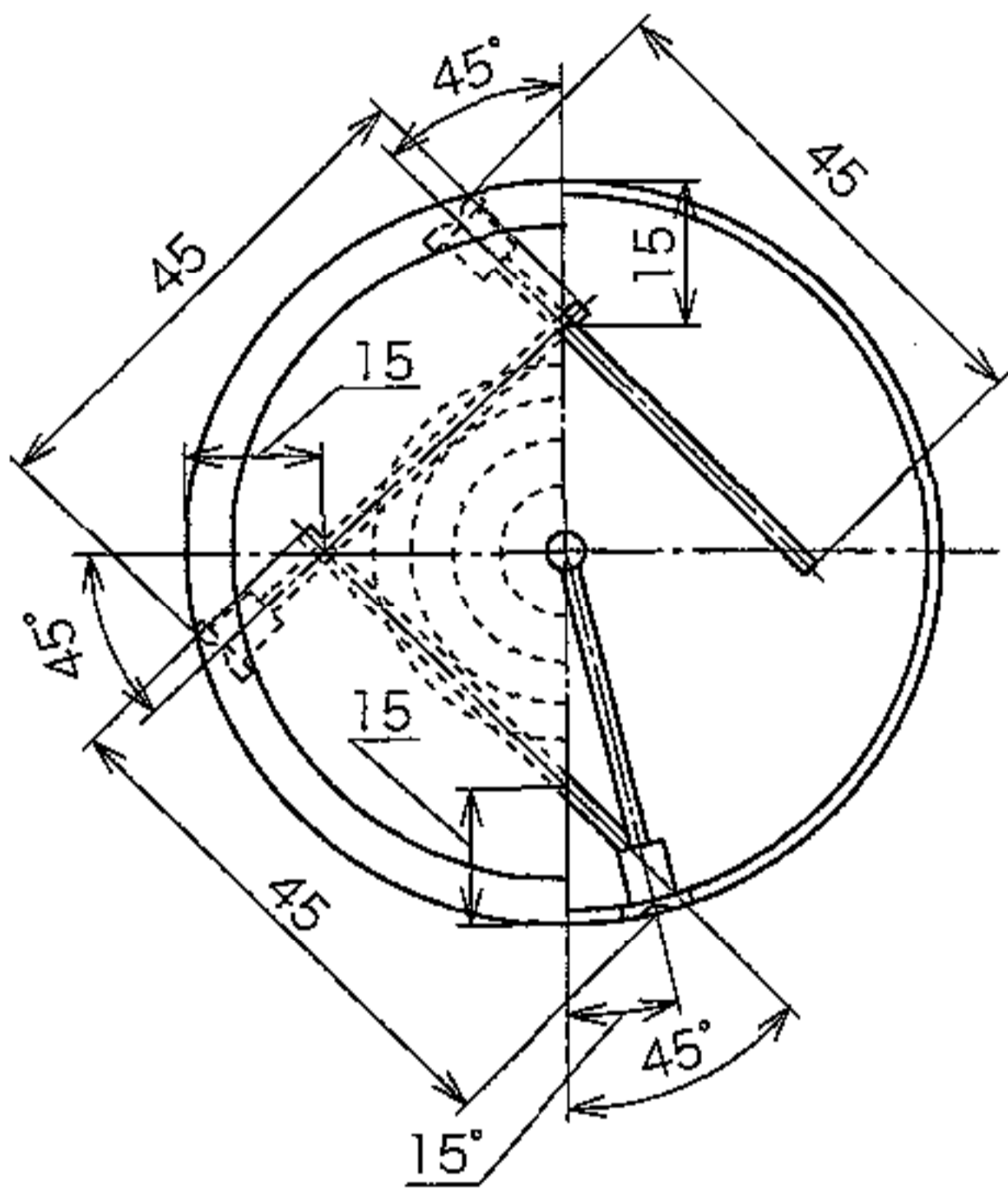
める。

- b) 装置及び器具 装置及び器具は、次による。
- 1) 恒温乾燥器 115 ± 5 °Cの温度範囲に調節できるもの。
 - 2) 発火点試験装置 材質は、JIS H 5120 に規定する青銅鑄物 2 種 (CAC403)、又は黄銅鑄物 2 種 (CAC202) を使用し、図 7 に示すもの。

単位 mm



B 試料充てん容器



A 試験器本体

- A 試験器本体
- B 試料充てん容器
2 mm 以下の細粒のときは粒度に応じた
ステンレス鋼の金網をすのこの上に付ける。
- C バーナー
- D 空気用流量計
- E 温度記録計
- F 熱電対
- G 乾燥空気

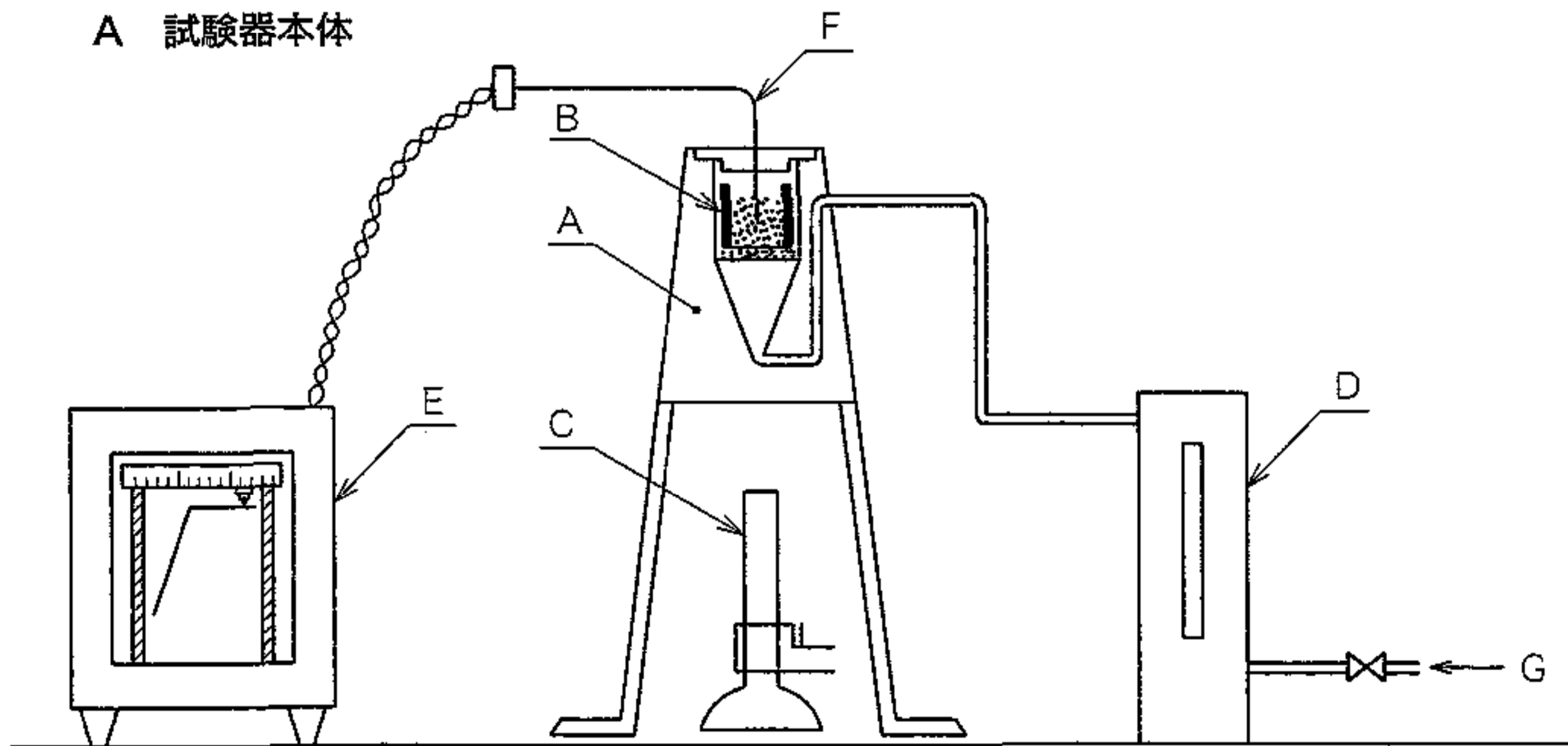


図 7-発火点試験装置

c) 操作 操作は、次のとおり行う。

- 1) 試料を 115 ± 5 °C の恒温乾燥器中で 3 時間乾燥し、デシケーター（乾燥剤としてシリカゲルを使用）中で室温まで放冷した後約 10 mL はかりとる。
- 2) この試料を発火点試験装置の試料充てん容器に充てんする。この場合、熱電対の先端を試料充てん容器のすのこに近いところに差し込み、その周囲に試料を入れる。
- 3) 乾燥空気を 500 mL/min の割合で通じ、ガスバーナーを用いて試験器本体を徐々に加熱する。
- 4) 毎分約 10 °C の割合で温度が上昇するようにガスバーナーを調節し、温度上昇速度を記録する。

d) 発火点の求め方 発火点の求め方は、次のとおり行う。

- 1) 発火点に達すると温度は急激に上昇する。時間を横軸に、温度を縦軸にとり時間と温度との関係線を描く。
- 2) 急上昇前の温度線の延長と急上昇後の温度線の延長との交点を発火点とし、発火点の表示は 10 °C 刻みで表す。

粒径が小さく、通気によって試料が飛散するおそれがある場合には、試料の上部を石英ウール又は金属ウールで覆い、試料の飛散を防止して測定してもよい。

6.7 充てん密度

充てん密度の試験方法には、手動充てん法と自動充てん法とがある。

6.7.1 手動充てん法

手動充てん法は、次による。

- a) 一般 粒状試料を、充てん密度測定容器に充てんし、ゴム板上でたたき、単位体積当たりの質量を求める。
- b) 装置及び器具 装置及び器具は、次による。
 - 1) 恒温乾燥器 115 ± 5 °C の温度範囲に調節できるもの。
 - 2) 充てん密度測定容器 材質はステンレス鋼で、図 8 に示す容積 200 mL のもの。

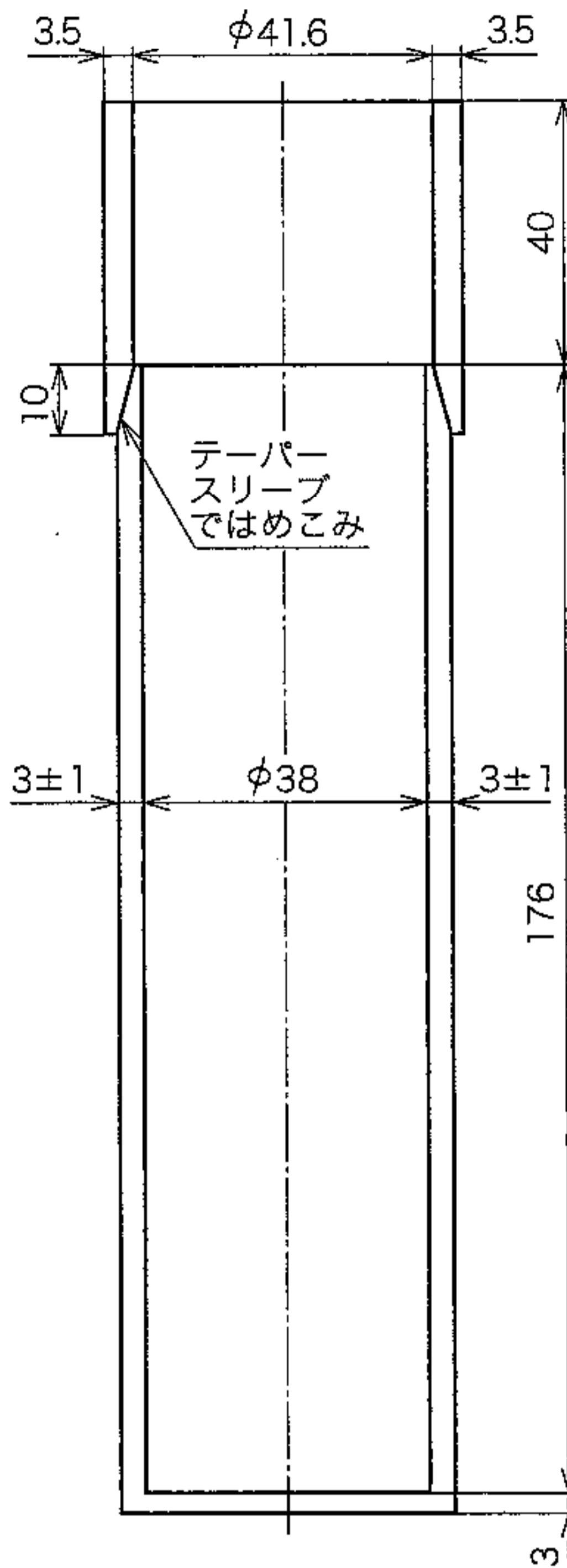


図 8—充てん密度測定容器

c) 操作 操作は、次のとおり行う。

- 1) 試料を 115±5 °Cの恒温乾燥器中で3時間乾燥し、デシケーター（乾燥剤としてシリカゲルを使用）中で室温まで放冷した後、充てん密度測定容器の容積の約 1/5 まで入れる。
- 2) 試料の上面が一定の高さになるまでゴム板上で静かにたたき、更に 6.7.1 c) 1) とほぼ同量の試料を加えてたたき。
- 3) この操作を繰り返し、容器の上端まで試料を充てんし、容器上部の筒を抜きとり、直定規を用いて盛り上がった部分を削り取り、試料の上面を水平にする。
- 4) 試料を充てん密度測定容器から取り出して、115±5 °Cに調節した恒温乾燥器中で3時間乾燥した後、デシケーター（乾燥剤としてシリカゲルを使用）中で放冷し、その質量を 0.1 g のけたまではかる。

注記 添着炭のように乾燥できない試料については、1)及び4)の乾燥操作を省略してもよい。

d) 計算 充てん密度は、次の式によって算出する。

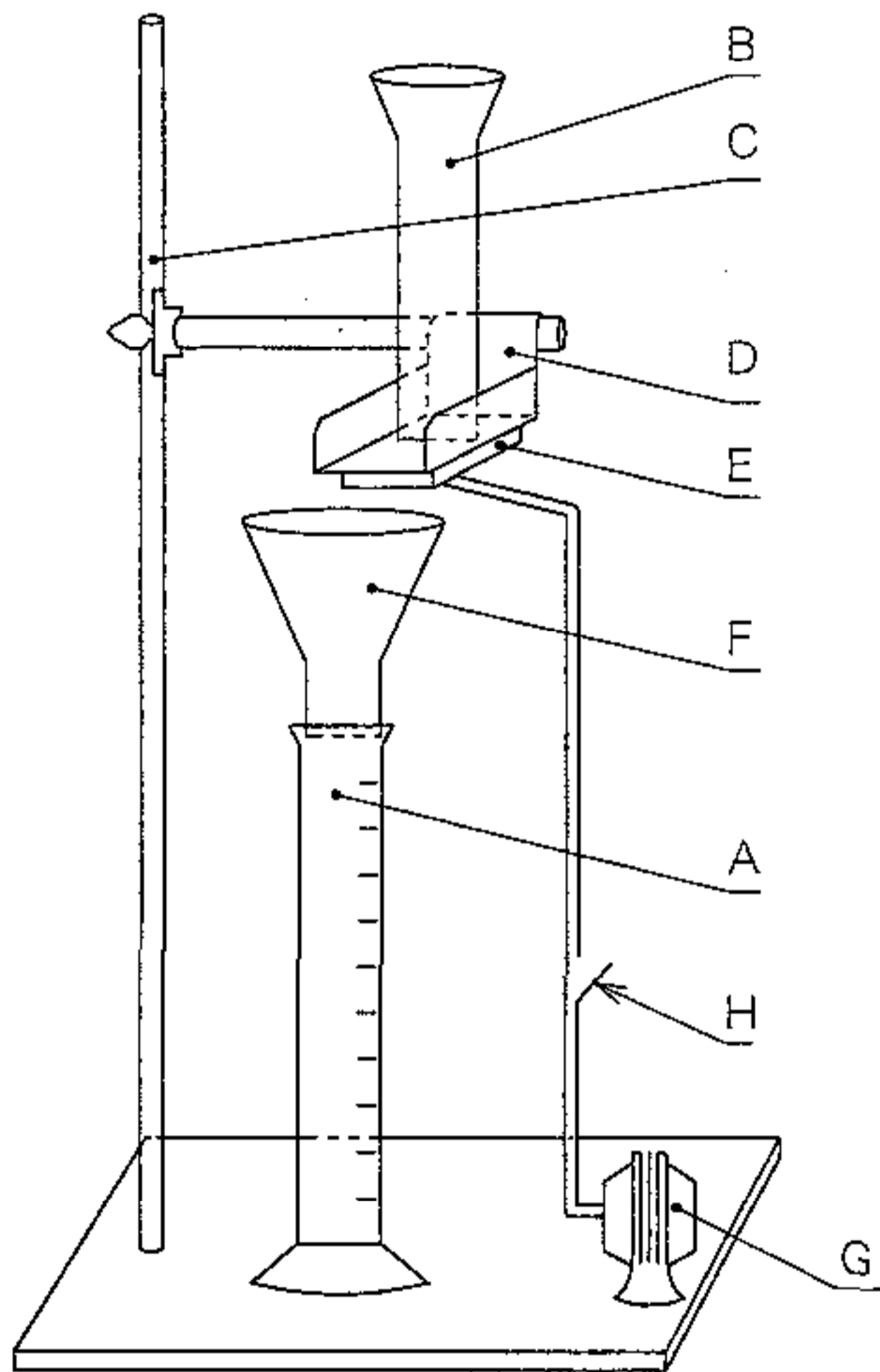
$$B = \frac{S}{V} \dots\dots\dots(19)$$

ここに、
 B : 充てん密度 (g/mL)
 S : 試料の質量 (g)
 V : 充てん密度測定容器の容積 (mL)

6.7.2 自動充てん法

自動充てん法は、次による。

- a) 一般 粒状試料を充てん密度測定装置を用いて、充てん密度測定容器に充てんし、単位体積当たりの質量を求める。
- b) 装置及び器具 装置及び器具は、次による。
 - 1) 恒温乾燥器 115 ± 5 °Cの温度範囲に調節できるもの。
 - 2) 充てん密度測定装置 図9に示すもの。

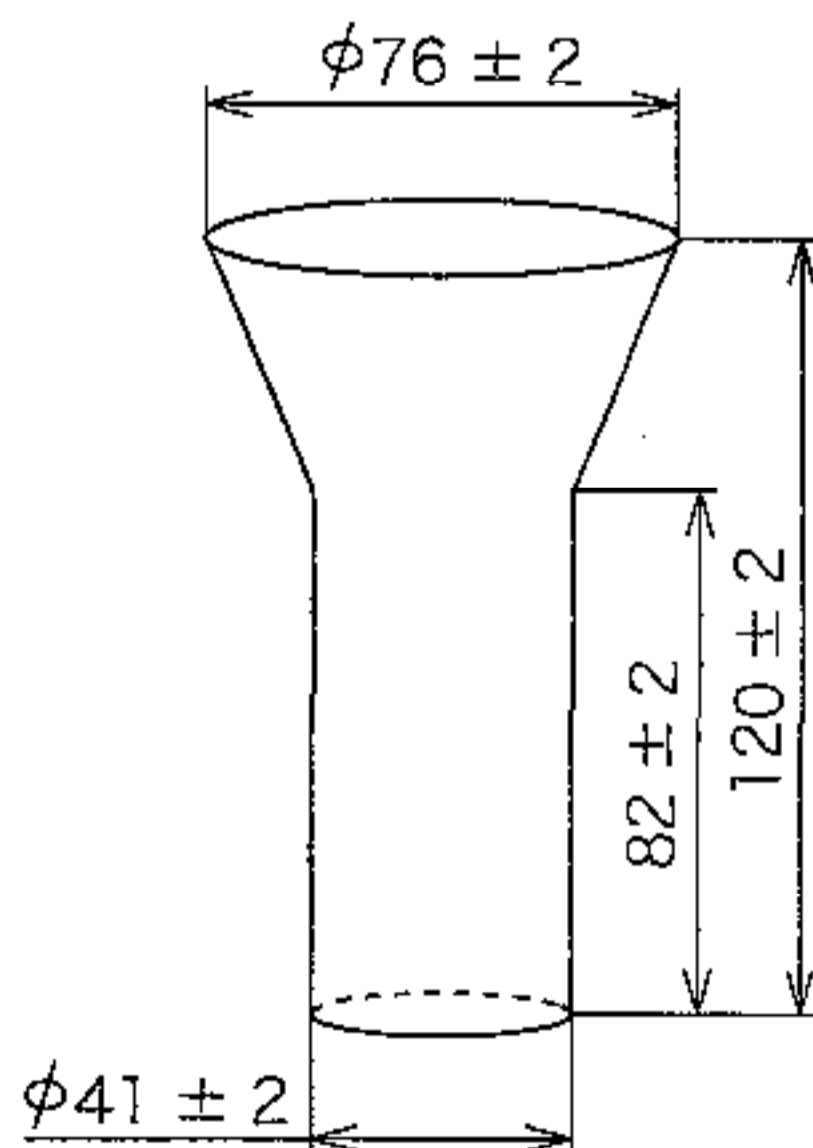


- A 充てん密度測定容器
- B 貯蔵漏斗 (スタンドに止める)
- C リングスタンド
- D 金属バイブレータ
- E ドアベルのブザー
- F 供給漏斗 (スタンドに止める)
- G 変圧器
- H スイッチ

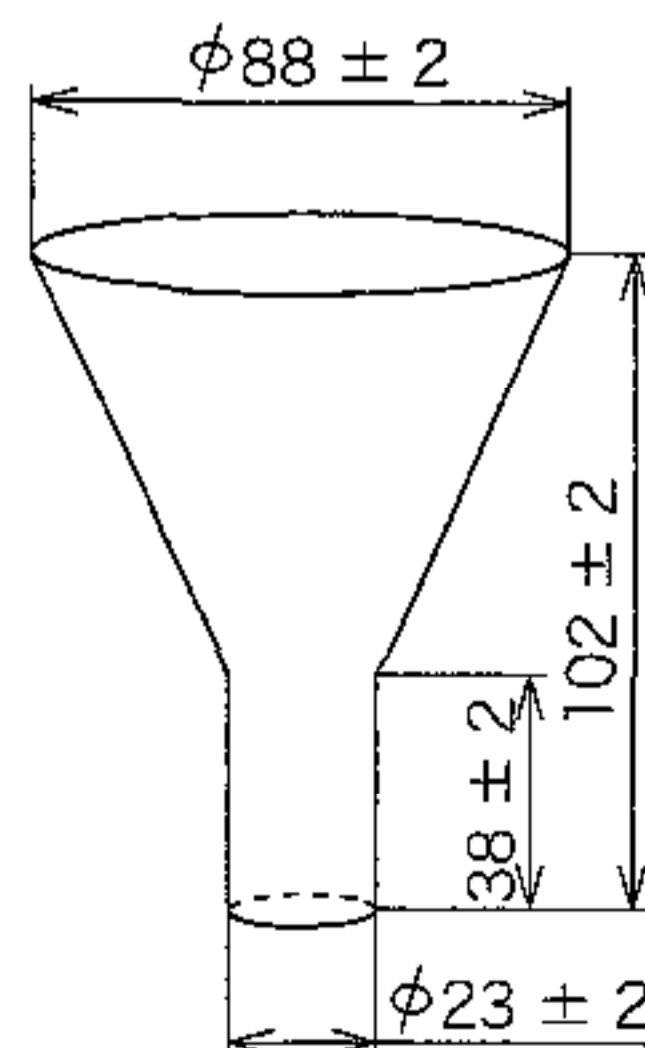
変圧器仕様

一次電圧	100 V
電力	10 VA
二次電圧	6~18 V
電気周波数	50~60 Hz

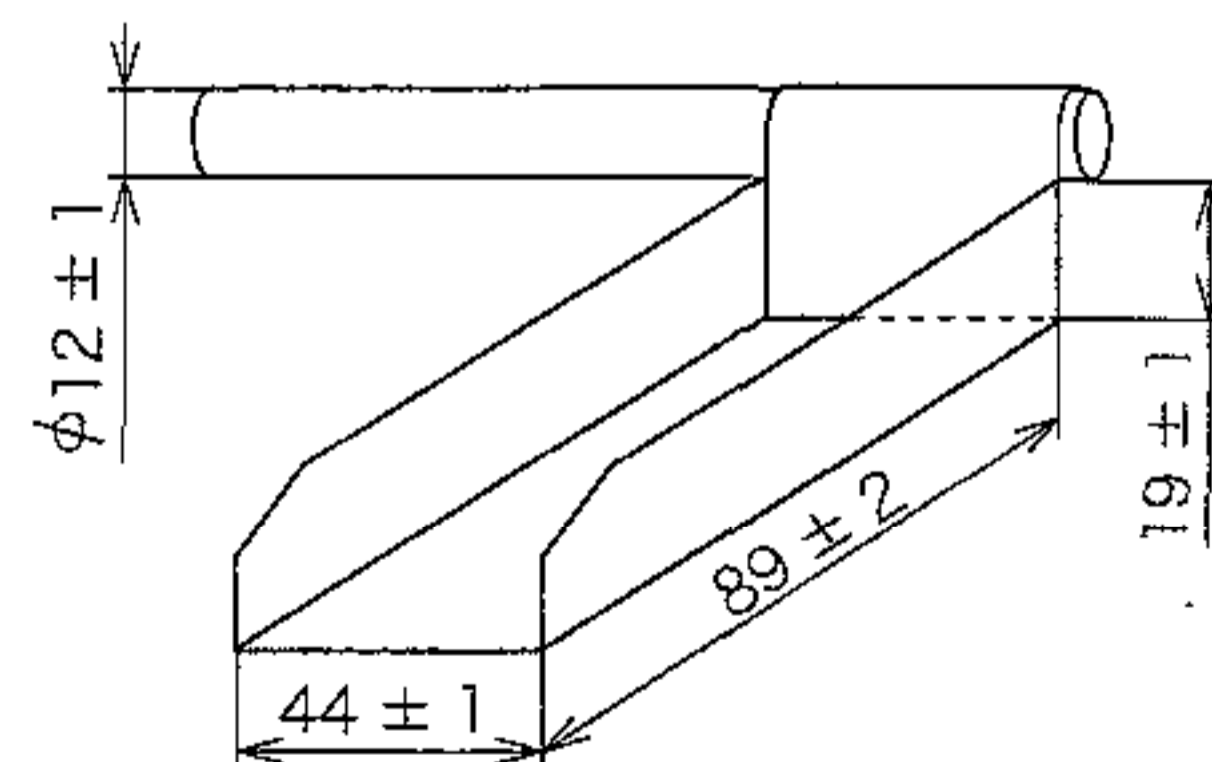
単位 mm



B 貯蔵漏斗



F 供給漏斗



D 金属バイブレータ

材質: ステンレス鋼 厚み 0.5~1.0 mm

図9-充てん密度測定装置

3) 充てん密度測定容器 JIS R 3505 に規定するメスシリンダー100 mL のもの。

c) 操作 操作は、次のとおり行う。

- 1) あらかじめ金属バイブレータのこう（勾）配を変えたり、貯蔵漏斗とバイブレータとの間隔を変えることなどによって、試料供給量を 0.75~1.0 mL/s になるように調節して、バイブレータの電源を切っておく。
- 2) 試料を 115±5 °C の恒温乾燥器中で 3 時間乾燥し、デシケーター（乾燥剤としてシリカゲルを使用）中で室温まで放冷した後、貯蔵漏斗に入れる。このとき、下の充てん密度測定容器にこぼれ落ちた試料は、貯蔵漏斗に戻す。
- 3) バイブレータの電源を入れ、試料を充てん密度測定容器の 100 mL の標線まで充てんする。
- 4) 試料を充てん密度測定容器から取り出して、115±5 °C に調節した恒温乾燥器中で 3 時間乾燥した後、デシケーター（乾燥剤としてシリカゲルを使用）中で放冷し、その質量を 0.1 g のけたまではかる。
- 5) 添着炭のように乾燥できない試料については、2) 及び 4) の乾燥操作を省略してもよい。
- 6) 試料の粒子が大きい場合は、充てん密度測定容器をメスシリンダー200 mL に変えてもよい。その場合には、貯蔵漏斗、供給漏斗、金属バイブレータ及び試料の供給量を粒子の大きさに応じて大きくする必要がある。

d) 計算 充てん密度は、式(19)によって算出する。

6.7.3 大粒用充てん法

大粒用充てん法は、次による。

- a) 一般 粒子径（50 % 粒径）5 mm 以上の粒状試料を、充てん密度測定容器に充てんし、単位体積当たりの質量を求める。
- b) 装置及び器具 装置及び器具は、次による。
 - 1) 恒温乾燥器 115±5 °C の温度範囲に調節できるもの。
 - 2) 充てん密度測定容器 JIS R 3505 に規定するメスシリンダーで、粒子径 5~7 mm の粒状試料はメスシリンダー1 000 mL を用い、粒子径 7 mm 以上の粒状試料はメスシリンダー2 000 mL を用いる。
- c) 操作 操作は、次のとおり行う。
 - 1) 試料を 115±5 °C の恒温乾燥器中で 3 時間乾燥し、デシケーター（乾燥剤としてシリカゲルを使用）中で室温まで放冷した後、粒子径に応じた充てん密度測定容器の標線まで充てんする。このとき、粒子径 5~7 mm の場合、連続的に手動で供給量 5~10 mL/s になるように充てんし、粒子径 7 mm 以上の場合は 20 mL/s になるように充てんする。充てん方法については、受渡当事者間で協定する。
 - 2) 試料を充てん密度測定容器から取り出し、115±5 °C に調節した恒温乾燥器中で 3 時間乾燥した後、デシケーター（乾燥剤としてシリカゲルを使用）中で放冷し、その質量を 0.1 g のけたまではかる。
 - 3) 添着炭のように乾燥できない試料については、1) 及び 2) の乾燥操作を省略してもよい。
- d) 計算 充てん密度は、式(19)によって算出する。

6.7.4 粉末用充てん法

粉末用充てん法は、次による。

- a) 一般 粉末試料を充てん密度測定容器に充てんし、単位体積当たりの質量を求める。
- b) 装置及び器具 装置及び器具は、次による。
 - 1) 恒温乾燥器 115±5 °C の温度範囲に調節できるもの。
 - 2) 充てん密度測定容器 JIS R 3505 に規定するメスシリンダー20 mL, 25 mL, 50 mL 又は 100 mL のもの。

- c) 操作 操作は、次のとおり行う。
- 1) 試料 15g をあらかじめ 115±5 °C に調節した恒温乾燥器中で 3 時間乾燥した後、デシケーター（乾燥剤としてシリカゲルを使用）中で室温まで冷却し、その質量を 10 mg のけたまではかりとる。
 - 2) 充てん密度測定容器に試料を入れ、バイブレータによって振動を与える。6.7.1 の方法に準じて手動充てんしてもよい。充てん方法については、受渡当事者間で協定する。
 - 3) 体積が一定になった時点で、そのときの体積を読み取る。
- d) 計算 充てん密度は、次の式によって算出する。

$$B = \frac{S}{V_s} \dots\dots\dots(20)$$

ここに、
B : 充てん密度 (g/mL)
S : 試料の質量 (g)
V_s : 試料が充てんされた容積 (mL)

6.8 乾燥減量

乾燥減量は、次による。

- a) 一般 試料を恒温乾燥器中で乾燥し、その減量を求める。
- b) 装置及び器具 装置及び器具は、次による。
- 1) 平形はかり瓶 JIS R 3503 に規定する平形はかり瓶 50×30 mm のもの。
 - 2) 恒温乾燥器 115±5 °C の温度範囲に調節できるもの。
- c) 操作 操作は、次のとおり行う。
- 1) ふたをした平形はかり瓶を 10 mg のけたまではかる。
 - 2) 試料約 5 g を平形はかり瓶にとり、はかり瓶の底面になるべく均等な厚さに広げ、ふたをした後、10 mg のけたまではかる。
 - 3) ふたを取り、はかり瓶及びふたを 115±5 °C に調節した恒温乾燥器中で 3 時間乾燥する。
 - 4) 乾燥後、デシケーター（乾燥剤としてシリカゲルを使用）中で放冷し、ふたをして質量を 10 mg のけたまではかる。
- d) 計算 乾燥減量は、次の式によって算出する。

$$F = \frac{S - N}{S} \times 100 \dots\dots\dots(21)$$

ここに、
F : 乾燥減量 (質量分率%)
S : 乾燥前の試料の質量 (g)
N : 乾燥後の試料の質量 (g)

6.9 強熱残分

強熱残分は、次による。

- a) 一般 試料を電気炉中で強熱灰化し、その残分を求める。
- b) 装置及び器具 装置及び器具は、次による。
- 1) 磁器るつぼ JIS R 1301 に規定する A 形、B 形又は C 形 30 mL のもの。
 - 2) 恒温乾燥器 115±5 °C の温度範囲に調節できるもの。
 - 3) 電気炉 800~900 °C の温度範囲に調節できるもの。
- c) 操作 操作は、次のとおり行う。
- 1) 試料 1~5 g をあらかじめ恒量にした磁器るつぼに 1 mg のけたまではかりとる。試料はあらかじめ 115±5 °C の恒温乾燥器中で 3 時間乾燥し、デシケーター（乾燥剤としてシリカゲルを使用）中で室

温まで放冷する。

- 2) 電気炉に入れ、初めは弱く加熱し、徐々に温度を上げて完全に灰化させた後、800～900 °Cで1時間強熱する。
 - 3) 強熱後、デシケーター（乾燥剤としてシリカゲルを使用）中で放冷し、質量を1 mgのけたまではかり残分を求める。
- d) 計算 強熱残分は、次の式によって算出する。

$$A = \frac{R}{S} \times 100 \dots\dots\dots(22)$$

ここに、
 A： 強熱残分（質量分率%）
 R： 残分（g）
 S： 試料の質量（g）

6.10 pH

pHは、次による。

- a) 一般 pHは、活性炭の水懸濁液のpHのことをいい、試料に水を加えて煮沸し、冷却した後、pH計で測定する。
- b) 装置
 - 1) pH計 JIS Z 8802に規定する形式0～IIのいずれか。
- c) 操作 操作は、次のとおり行う。

- 1) 試料を乾燥質量換算で、粉末試料の場合は1.0 g、粒状試料の場合は3.0 gをはかりとり、100～200 mLのビーカー、トールビーカー又は三角フラスコに移し入れる。活性炭は、乾燥すると性状（pH、塩化物など）が変化することがあるため、あらかじめ6.8によって乾燥減量を求め、次の式によって未乾燥試料の採取量を算出する。

$$S' = S \times \frac{1}{100 - W} \times 100 \dots\dots\dots(23)$$

ここに、
 S'： 未乾燥試料の採取量（g）
 S： 試料の質量（乾燥質量換算）（g）
 W： 乾燥減量（質量分率%）

- 2) 1)の試料に水100 mLを加えて、静かに沸騰が続くように5分間加熱する。
- 3) 室温まで冷却し、水を加えて100 mLとし、よくかき混ぜ、pH計を用いて懸濁液のpHを測定する。pHの測定方法として、ろ紙を用いてろ過し、そのろ液のpHを測定する方法もあるが、その場合には、ろ過した方法であることを明記する。

6.11 塩化物

塩化物は、試料の水抽出液の塩化物イオンを硝酸銀比濁法、イオンクロマトグラフ法又はイオン電極法のいずれかによって定量して求める。

6.11.1 硝酸銀比濁法

- a) 一般 試料溶液に、硝酸銀溶液を加えて白濁させ、塩化物イオン標準液と比濁して塩化物を定量する。
- b) 試薬 試薬は、次のものを用いる。
 - 1) 硝酸（1+2） JIS K 8541に規定する硝酸を用いて調製したもの。
 - 2) 硝酸銀溶液（20 g/L） JIS K 8550に規定する硝酸銀を用いて調製したもの。この溶液は、褐色瓶に入れて保存する。
 - 3) 塩化物イオン標準液（Cl：0.01 mg/mL） JIS K 8150に規定する塩化ナトリウム1.648 gをはかり

とり、水に溶かし全量フラスコ 1 000 mL に移し入れ、水を標線まで加える。この溶液から 10 mL を全量ピペットで別の全量フラスコ 1 000 mL にとり、水を標線まで加える。

c) 装置及び器具 装置及び器具は、次による。

- 1) 電気炉 600 °C の温度に調節できるもの。
- 2) 平底試験管 容量 50 mL のもの。
- 3) ろ紙 JIS P 3801 に規定する 5 種 C のもので、直径 110 mm のもの。

d) 操作 操作は、次のとおり行う。

- 1) 試料を乾燥質量換算で、粉末試料の場合は約 1 g、粒状試料の場合は約 3 g を 10 mg のけたまではかりとり、三角フラスコ 200 mL に移し入れる。
- 2) 水 100 mL を加え、静かに沸騰が続くように 5 分間加熱する。
- 3) 冷却後、水を加えて 100 mL にし、ろ紙を用いてろ過する。
- 4) 初めのろ液約 20 mL を捨て、その後のろ液から適当量 (Cl^- として 10~50 μg) を平底試験管にとる。
- 5) 水を加えて、30 mL とし、硝酸 (1+2) 5 mL を全量ピペットで加える。
- 6) 別に塩化物イオン標準液 (Cl^- : 0.01 mg/mL) を数個の平底試験管に段階的にとり、5) の操作を行う。
- 7) 5) 及び 6) の溶液に、硝酸銀溶液 (20 g/L) 1 mL を全量ピペットで加えて混合し、2 分間放置して白濁させ、試料液と標準液との白濁を目視によって比較し、試料液と同じ白濁を生じた塩化物イオン標準液 (Cl^- : 0.01 mg/mL) の使用量を求める。

e) 計算 塩化物は、次の式によって算出する。

$$Cl = 0.000\ 01 \times \frac{U}{S \times \frac{L}{100}} \times 100 \dots\dots\dots (24)$$

ここに、
 Cl : 塩化物 (質量分率%)
 0.000 01: 塩化物イオン標準液 1 mL 中の塩化物の量 (g/mL)
 U : 塩化物イオン標準液の使用量 (mL)
 S : 試料の質量 (乾燥質量換算) (g)
 L : 分取したろ液の量 (mL)
 100: 試料抽出に用いた液量 (mL)

6.11.2 イオンクロマトグラフ法

イオンクロマトグラフ法は、次による。

a) 一般 試料溶液中の塩化物イオンをイオンクロマトグラフ法によって定量し、塩化物の含量を求める。

注記 定量範囲は、0.1~25 mg Cl^- /L で、装置及び測定条件によって異なる。

b) 試薬 試薬は、次のものを用いる。

- 1) 水 JIS K 0557 に規定する A2 又は A3 の水。
- 2) 溶離液 溶離液は、装置の種類及び分離カラムに充てんした陰イオン交換体の種類によって異なる。溶離液を使用する場合は、分離状態を確認し、分離状態が良好な場合はその溶離液を用い、分離状態がよくない場合は溶離液の種類及び濃度を変える。溶離液の調製方法の例を、次に示す。

例 1 炭酸水素ナトリウム溶液 (4 mmol/L) + 炭酸ナトリウム溶液 (4 mmol/L)

JIS K 8622 に規定する炭酸水素ナトリウム 0.336 g と JIS K 8625 に規定する炭酸ナトリウム 0.424 g とを水に溶かして 1 L とする。

例 2 炭酸水素ナトリウム溶液 (1.7 mmol/L) + 炭酸ナトリウム溶液 (1.8 mmol/L)

JIS K 8622 に規定する炭酸水素ナトリウム 0.143 g と JIS K 8625 に規定する炭酸ナトリ

ウム 0.191 g とを水に溶かして 1 L とする。

例 3 グルコン酸カリウム溶液 (1.3 mmol/L) + 四ほう酸ナトリウム溶液 (1.3 mmol/L) + ほう酸溶液 (30 mmol/L) + アセトニトリル溶液 (100 g/L) + グリセリン溶液 (5 g/L)

グルコン酸カリウム 0.31 g, JIS K 8866 に規定する四ほう酸ナトリウム十水和物 0.50 g, JIS K 8863 に規定するほう酸 1.86 g, JIS K 8032 に規定するアセトニトリル 115 mL 及び JIS K 8295 に規定するグリセリン 4 mL を全量ピペットでとり, 水に溶かして 1 L とする。

溶離液を使用する場合の分離能の確認方法の一例を, 次に示す。

例 陰イオン混合標準液の一定量をシリンジでイオンクロマトグラフの分離カラムに注入し, 溶離液を一定の流量 (例えば, 1~2 mL/min) で流してクロマトグラムを求め, それぞれの陰イオンを分離 (分離度 1.3 程度) できるものを用いる。陰イオン混合標準液の調製は次による。

陰イオン混合標準液 (Cl^- : 0.01 mg/mL, NO_2^- : 0.01 mg/mL, PO_4^{3-} : 0.01 mg/mL, Br^- : 0.01 mg/mL, NO_3^- : 0.01 mg/mL, SO_4^{2-} : 0.01 mg/mL) 塩化物イオン標準液 (Cl^- : 0.1 mg/mL), 亜硝酸イオン標準液 (NO_2^- : 0.1 mg/mL), リン酸イオン標準液 (PO_4^{3-} : 0.1 mg/mL), 臭化物イオン標準液 (Br^- : 0.1 mg/mL), 硝酸イオン標準液 (NO_3^- : 0.1 mg/mL) 及び硫酸イオン標準液 (SO_4^{2-} : 0.1 mg/mL) それぞれ 50 mL を全量ピペットで全量フラスコ 500 mL にとり, 水を標線まで加える。

3) 再生液 装置の種類及びサプレッサの種類によって再生液が異なる。再生液を使用する場合は, 分離カラムとサプレッサとを組み合わせ, 再生液の性能を 6.11.2 b) 2) により確認する。再生液の性能が良好な場合は, その再生液を用い, 性能がよくない場合は, 再生液の濃度を変える。再生液の調製方法の例を, 次に示す。

例 1 硫酸 (15 mmol/L)

JIS K 8951 に規定する硫酸 50 mL を全量ピペットで全量フラスコ 1 000 mL にとり, 水を標線まで加える。この溶液 (硫酸 0.5 mol/L) 30 mL を全量ピペットで全量フラスコ 1 000 mL にとり, 水を標線まで加える。

例 2 硫酸 (25 mmol/L)

硫酸 (0.5 mol/L) 50 mL を全量ピペットで全量フラスコ 1 000 mL にとり, 水を標線まで加える。

4) 塩化物イオン標準液 (Cl^- : 10 mg/mL) JIS K 8005 に規定する塩化ナトリウムをあらかじめ約 600 °C で約 1 時間加熱し, デシケーター (乾燥剤として過塩素酸マグネシウムを使用) 中で 30~60 分間放冷した後, その 1.648 g をはかりとり, 水に溶かして全量フラスコ 100 mL に移し入れ, 水を標線まで加える。

5) 塩化物イオン標準液 (Cl^- : 1 mg/mL) 塩化物イオン標準液 (Cl^- : 10 mg/mL) 10 mL を全量ピペットで全量フラスコ 100 mL にとり, 水を標線まで加える。

6) 塩化物イオン標準液 (Cl^- : 0.1 mg/mL) 塩化物イオン標準液 (Cl^- : 1 mg/mL) 10 mL を全量ピペットで全量フラスコ 100 mL にとり, 水を標線まで加える。

c) 装置及び器具 装置及び器具は, 次による。

1) シリンジ 50~200 μL のもの。

2) イオンクロマトグラフ 次に示す条件を満たすもので, 塩化物イオン, 亜硝酸イオン, リン酸イオン, 臭化物イオン, 硝酸イオン及び硫酸イオンなどを検出できるもの。

2.1) 分離カラム ステンレス鋼製又は四ふつ化エチレン樹脂製のものに, 陰イオン交換体 (表層皮膜

形又は全多孔性シリカ形など)を充てんしたもの。

注記 分離カラムは、定期的に性能を確認するとよい。

2.2) サプレッサ イオン交換膜を用いるもの、イオン交換カラムを用いるもの、イオン交換樹脂を用いるものなどがある。ただし、サプレッサを使用しない装置では省略することができる。

2.3) 検出器 電気伝導度検出器、紫外吸収検出器又はそれと同等以上の能力をもつもの。

2.4) 記録計 JIS K 0127 による。

d) 操作 操作は、次のとおり行う。

1) イオンクロマトグラフ装置を作動できる状態にし、分離カラムに溶離液を一定の流量(例えば、1~2 mL/min)で流し、サプレッサには再生液を一定の流量で流しておく。再生液が必要なサプレッサを使用する場合だけ再生液を使用する。

2) シリンジを用いて、6.11.1 d) 1)~4)の操作で得られたる液の一定量(50~200 µLの適当量)をイオンクロマトグラフに注入し、一定の流量(例えば、1~2 mL/min)の溶離液で溶離し、クロマトグラムを記録する。塩化物イオンの濃度がCl⁻:25 mg/L以上の試料を試験する場合は、水でCl⁻:25 mg/L以下の適切な濃度に薄めるか又は注入量を少なくする。

3) クロマトグラム上の塩化物イオンに相当するピークについて、ピーク高さ又はピーク面積を測定する。

4) 空試験として、水について6.11.1 d) 1)~4)の操作を行って得られたる液を用いて、クロマトグラムを記録し結果を補正する。

5) 検量線から塩化物イオンの量を求め、試料中の塩化物イオンの濃度を求める。

e) 検量線の作成 検量線の作成は、次のとおり行う。

1) 塩化物イオン標準液(Cl⁻:0.1 mg/mL)0.1~25 mLを段階的に全量フラスコ100 mLにとり、水を標線まで加える。6.11.2 d) 1)~3)の操作を行い、それぞれの塩化物イオンに相当するピーク高さ又はピーク面積を求める。

2) 空試験として、水について6.11.1 d) 1)~4)の操作を行い、それぞれの塩化物イオンに相当するピーク高さ又はピーク面積を補正した後、塩化物イオンの量とピーク高さ又はピーク面積との関係線を作成し、検量線とする。

3) 検量線は、試験のたびごとに作成する。

f) 計算 塩化物は、次の式によって算出する。

$$Cl = \left(\frac{0.001 \times U}{S} \times \frac{100}{1000} \right) \times 100 \dots\dots\dots(25)$$

ここに、 Cl: 塩化物(質量分率%)
 0.001: 1 mg=0.001 gの換算係数
 U: 検量線から求めた塩化物イオンの濃度(mgCl⁻/L)
 S: 試料の質量(乾燥質量換算)(g)
 100: 試料抽出に用いた液量(mL)
 1000: 1 L=1000 mLの換算係数

注記 塩化物イオンの濃度がCl⁻:1 mg/Lのとき、亜硝酸イオンはNO₂⁻:200 mg/L以下ならば妨害しない。

6.11.3 イオン電極法

イオン電極法は、次による。

- a) 一般 試料に酢酸塩緩衝液を加え、pH を約 5 に調節し、塩化物イオン電極を指示電極として電位を測定し、塩化物イオンを定量する。

注記 1 この方法における定量範囲と繰返し分析精度とを、次に示す。

定量範囲： Cl^- として 5～1 000 mg/L

繰返し分析精度：変動係数で 5～20 %

注記 2 この方法で定量する場合は、硫化物イオンが妨害する。

- b) 試薬 試薬は、次のものを用いる。

- 1) 酢酸塩緩衝液 (pH5) JIS K 8548 に規定する硝酸カリウム 100 g と JIS K 8355 に規定する酢酸 50 mL とを全量ピペットで水 500 mL に加えて溶かし、これに水酸化ナトリウム溶液 (100 g/L) を加えて、pH 計を用いて pH を 5 に調節し、水を加えて 1 L とする。
- 2) 塩化物イオン標準液 (Cl^- : 1 000 mg/L) JIS K 8005 に規定する容量分析用標準物質の塩化ナトリウムをあらかじめ 600 °C で約 1 時間加熱し、デシケーター (乾燥剤として過塩素酸マグネシウムを使用) 中で放冷した後、その 1.648 g をはかりとり水に溶かして全量フラスコ 100 mL に移し入れ、水を標線まで加える。
- 3) 塩化物イオン標準液 (Cl^- : 100 mg/L) 塩化物イオン標準液 (Cl^- : 1 000 mg/L) 20 mL を全量ピペットで全量フラスコ 200 mL にとり、水を標線まで加える。
- 4) 塩化物イオン標準液 (Cl^- : 10 mg/L) 塩化物イオン標準液 (Cl^- : 100 mg/L) 20 mL を全量ピペットで全量フラスコ 200 mL にとり、水を標線まで加える。この溶液は、使用時に調製する。
- 5) 塩化物イオン標準液 (Cl^- : 5 mg/L) 塩化物イオン標準液 (Cl^- : 100 mg/L) 10 mL を全量ピペットで全量フラスコ 200 mL にとり、水を標線まで加える。この溶液は、使用時に調製する。

- c) 装置及び器具 装置及び器具は、次による。

- 1) 電位差計 最小目盛 1 mV の高入力抵抗電位差計 (例えば、デジタル式 pH-mV 計、拡大スパン付 pH-mV 計及びイオン電極用電位差計など)。
- 2) 指示電極 塩化物イオン電極。
- 3) 参照電極 二重液絡形又は塩橋参照電極 (ダブルジャンクションのスリーブ形参照電極又はセラミック形参照電極で抵抗の小さいもの)。
- 4) マグネチックスターラー 回転による発熱で、液温に変化を与えないもの。

- d) 検量線の作成 検量線の作成は、次のとおり行う。

- 1) 塩化物イオン標準液 (Cl^- : 5 mg/L) 100 mL を全量ピペットでビーカー 200 mL にとり、酢酸塩緩衝液 (pH5) 10 mL を全量ピペットで加える。

注記 酢酸塩緩衝液は、測定時において pH を約 5 に調節し、イオン強度を一定にするためのものである。

- 2) 指示電極及び参照電極を溶液に浸し、マグネチックスターラーで泡が電極に触れない程度に強くかき混ぜる。マグネチックスターラーを長時間使用すると、発熱して液温に変化を与えることがあるので、液温の変化に注意する。

指示電極は、塩化物イオン標準液 (Cl^- : 5 mg/L) に浸し、指示値が安定してから電位を測定する。指示電極の感応膜にきずが付くと、検量線のこう (勾) 配 (電位こう配) が小さくなり、応答速度も遅くなるので注意する。また、指示電極の感応膜が汚れると、応答速度が遅くなるのでエタノール (95) を含ませた脱脂綿又はやわらかい紙で汚れをふきとり、水で洗浄する。

使用する参照電極の内筒液には塩化カリウム溶液 (3 mol/L～飽和溶液)、外筒液には硝酸カリウ

ム溶液 (100 g/L) を用いる。塩化カリウム溶液は、液温の低下で塩化カリウムの結晶が析出し、固着して電気抵抗が大きくなることがある。この場合、電位差計の指示が不安定になるので注意する。また、外筒液に内筒液が混入してくるので、外筒液は定期的に取り替える必要がある。

- 3) 液温をはかり、電位差計で電位を測定する。塩化物イオン電極の応答時間は液温 10~30 °C の場合、塩化物イオンの濃度が Cl^- : 5 mg/L 以上ならば 1 分間以内である。
 - 4) 塩化物イオン標準液 (Cl^- : 10 mg/L)、塩化物イオン標準液 (Cl^- : 100 mg/L) 及び塩化物イオン標準液 (Cl^- : 1 000 mg/L) それぞれ 100 mL を全量ピペットでビーカー 200 mL にとり、酢酸塩緩衝液 10 mL を全量ピペットで加え、液温を 6.11.3 d) 3) の液温 ± 1 °C に調節し、6.11.3 d) 2) 及び 3) によって電位を測定する。
 - 5) 片対数紙の対数軸に塩化物イオンの濃度を取り、均等軸に電位をとってその関係線を作成し、検量線とする。塩化物イオン標準液 (Cl^- : 10 mg/L) と塩化物イオン標準液 (Cl^- : 1 000 mg/L) との電位差は、液温が 25 °C の場合 110~120 mV の範囲に入り、塩化物イオンの濃度 Cl^- : 5~1 000 mg/L の間の検量線は直線になる。
- e) 操作 操作は、次のとおり行う。
- 1) 試料 100 mL を全量ピペットでビーカー 200 mL にとり、酢酸塩緩衝液 10 mL を全量ピペットで加え、液温を 6.11.3 d) 3) の液温 ± 1 °C に調節する。試料が酸性の場合には、水酸化ナトリウム溶液 (40 g/L) で、アルカリ性の場合には、酢酸 (1+10) であらかじめ pH を 5 に調節する。また、試料に硫化物イオンが含まれている場合には、あらかじめ酢酸亜鉛溶液 (100 g/L) を加え、硫化物イオンを固定してろ紙を用いてろ過し、ろ液の pH を約 5 に調節する。
 - 2) 6.11.3 d) 2) 及び 3) の操作を行い検量線から塩化物イオンの濃度を求め、試料中の塩化物イオンの濃度を求める。

注記 1 イオン濃度計を使用する場合は、塩化物イオン標準液 (Cl^- : 10 mg/L) と塩化物イオン標準液 (Cl^- : 1 000 mg/L) を用い、6.11.3 d) 2) 及び 3) の操作を行いイオン濃度計の指示値を Cl^- : 10 mg/L と Cl^- : 1 000 mg/L とになるように調節する。さらに、塩化物イオン標準液 (Cl^- : 5 mg/L) 及び塩化物イオン標準液 (Cl^- : 100 mg/L) を用いて、イオン濃度計の指示値を確認する。

注記 2 主な共存物質の許容限度を最大比率で、次に示す。

共存物質	許容限度
NO_3^- , SO_4^{2-} , PO_4^{3-}	10^4
F^-	10^2
Br^-	10^{-2}
I^- , CN^- , S^{2-}	10^{-3}

注記 3 イオン電極による電位差滴定法 試料 100 mL を全量ピペットでビーカーにとり、試料の pH を 7 に調節し、塩化物イオン電極又は銀イオン電極を用い、6.11.3 d) 2) 及び 3) の操作によって電位を測定しながら 10~100 mol/L 硝酸銀溶液で滴定し、滴定曲線を作図して終点を求める。滴定曲線の変曲点は、よう化物イオン、臭化物イオン及び塩化物イオンの順になる。それぞれの変曲点から終点を求め、各イオン濃度を求める。10 mmol/L 硝酸銀溶液 1 mL は、 I^- 1.269 mg、 Br^- 0.799 mg 及び Cl^- 0.354 5 mg に相当する。

- f) 計算 検量線から塩化物イオン濃度 (Cl^- : mg/L) を求め、6.11.2 f) によって塩化物 (質量分率%) を計算する。

6.12 鉄

鉄は、塩酸水溶液で抽出し、その抽出液中の鉄をフェナントロリン吸光光度法、アセチレン-空気原子吸光法（フレイム）、又は誘導結合プラズマ発光分光分析法（ICP 発光分光分析法）のいずれかによって定量して求める。

6.12.1 フェナントロリン吸光光度法

フェナントロリン吸光光度法は、次による。

- a) 一般 試料に塩酸及び水を加えて煮沸し、ろ過した後、ろ液に塩化ヒドロキシルアンモニウムを加えて鉄を還元する。1,10-フェナントロリン溶液を加えた後、酢酸アンモニウムを加えて発色させ、その吸光度を測定し鉄を求める。
- b) 試薬 試薬は、次のとおりとする。
 - 1) 塩酸 (1+1) JIS K 8180 に規定する塩酸を用いて調製したもの。
 - 2) 塩酸 (1+4) JIS K 8180 に規定する塩酸を用いて調製したもの。
 - 3) 塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液 (100 g/L) JIS K 8201 に規定する塩化ヒドロキシルアンモニウムを用いて調製したもの。
 - 4) 1,10-フェナントロリン溶液 (1 g/L) 1,10-フェナントロリン溶液の調製は、次による。
 - 4.1) JIS K 8202 に規定する塩化 1,10-フェナントロリニウム-水和物 1.3 g を水に溶かして 1 L にする。
 - 4.2) JIS K 8789 に規定する 1,10-フェナントロリン-水和物 1.1 g を JIS K 8102 に規定するエタノール (95) 100 mL に溶かし、水を加えて 1 L にする。
 - 5) 酢酸アンモニウム溶液 (500 g/L) JIS K 8359 に規定する酢酸アンモニウムを用いて調製したもの。
 - 6) 鉄標準原液 (Fe : 1 mg/mL) 鉄標準原液は、次のうちいずれかを用いる。
 - 6.1) 鉄 (99.5 %以上) 1.00 g を塩酸 (1+1) 30 mL 中に入れ、加熱し溶かす。放冷した後、全量フラスコ 1 000 mL に入れ、水を標線まで加える。
 - 6.2) JIS K 8979 に規定する硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物 7.02 g を塩酸 (1+1) 20 mL と適量の水とに溶かし、全量フラスコ 1 000 mL に入れ、水を標線まで加える。
 - 7) 鉄標準液 (Fe : 0.01 mg/mL) 鉄標準原液 10 mL を全量ピペットで全量フラスコ 1 000 mL にとり、塩酸 (1+1) 20 mL を全量ピペットで加えた後、水を標線まで加える。
- c) 装置及び器具 装置及び器具は、次による。
 - 1) 恒温乾燥器 115±5 °Cの温度範囲に調節できるもの。
 - 2) 分光光度計 JIS K 0115 に規定するもの。
 - 3) ろ紙 JIS P 3801 に規定する 5 種 C のもので、直径 110 mm のもの。
- d) 操作 操作は、次のとおり行う。
 - 1) 試料は、粉末の場合は 1 g、粒状の場合は 3 g を 10 mg のけたまではかりとり、三角フラスコ 200 mL に移す。試料はあらかじめ 115±5 °Cの恒温乾燥器中で 3 時間乾燥し、デシケーター（乾燥剤としてシリカゲルを使用）中で室温まで放冷する。
 - 2) 塩酸 (1+4) 100 mL を加え、静かに沸騰が続くように約 10 分間加熱する。
 - 3) 冷却後、水を加えて 100 mL とし、ろ紙を用いてろ過する。初めのろ液約 20 mL を捨て、その後のろ液をとる。
 - 4) ろ液の適量（鉄として 5~100 µg を含む。）を全量フラスコ 25 mL に分取し、塩酸(1+4)で 10 mL にする。
 - 5) この溶液に、塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液 (100 g/L) 3 滴を加え振り混ぜる。
 - 6) さらに、1,10-フェナントロリン溶液 (1 g/L) 5mL を加え振り混ぜ、次に酢酸アンモニウム溶液 (500

g/L) 5 mL を加え振り混ぜる。溶液は、規定の順序どおりに加える。室温まで冷却し、水を標線まで加える。約 20 分間放置し溶液を発色させる。溶液が発色したときの pH は、約 4~5 になる。

- 7) この溶液の一部を吸収セルに入れ、波長 510 nm の吸光度を測定する。
 - 8) 空試験として、塩酸 (1+4) 10 mL を全量ピペットで全量フラスコ 25 mL にとり、この操作の 5)~7) を行い試験溶液の吸光度を補正する。
 - 9) 検量線から、鉄の量を求める。
- e) 検量線の作成 鉄標準液 (Fe : 0.01 mg/mL) の 0.5~10 mL を段階的にとり、全量フラスコ 25 mL に入れ、塩酸 (1+4) で 10 mL にする。6.12.1 d) 5)~8) を行い鉄の量と吸光度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。

- f) 計算 鉄は、次の式によって算出する。

$$Fe = \frac{0.001 \times T}{S \times \frac{L}{100}} \times 100 \dots\dots\dots (26)$$

ここに、
Fe : 鉄 (質量分率%)
 0.001 : 1 mg = 0.001 g の換算係数
T : 検量線から求めた鉄の量 (mg)
S : 試料の質量 (g)
L : 使用したろ液の量 (mL)
 100 : 試料抽出に用いた液量 (mL)

6.12.2 アセチレン-空気原子吸光法 (フレイム)

アセチレン-空気原子吸光法 (フレイム) は、次による。

- a) 一般 試料の抽出溶液をアセチレン-空気などのフレイム中に噴霧し、鉄による原子吸光を波長 248.3 nm で測定して、鉄を定量する。
- b) 試薬
 - 1) 鉄標準液 (Fe : 0.01 mg/mL) 6.12.1 b) 7) によるもの。
- c) 装置及び器具 装置及び器具は、次による。
 - 1) 恒温乾燥器 115 ± 5 °C の温度範囲に調節できるもの。
 - 2) 原子吸光分析装置
 - 3) 鉄中空陰極ランプ
- d) 操作 操作は、次のとおり行う。
 - 1) 6.12.1 d) 1)~3) の操作によって得られたろ液をフレイム中に噴霧し、波長 248.3 nm の指示値を読み取る。
 - 2) 空試験として、塩酸 (1+4) をフレイム中に噴霧し、波長 248.3 nm の指示値を読み取り、ろ液の値を補正する。
 - 3) 検量線から、鉄の濃度を求める。
- e) 検量線の作成 鉄標準液 (Fe : 0.01 mg/mL) の 3~60 mL を段階的にとり、全量フラスコ 100 mL に入れ、ろ液と同じ塩酸濃度になるように塩酸を加え、水を標線まで加える。この溶液をフレイム中に噴霧し、波長 248.3 nm の指示値を読み取り、鉄の濃度と指示値との関係線を作成し、検量線とする。別に、空試験として、塩酸 (1+4) を用いて同様の操作を行い、指示値を補正する。

検量線の作成は、試料測定時に行う。

f) 計算 鉄は、次の式によって算出する。

$$Fe = \left(\frac{0.001 \times T}{S} \times \frac{100}{1000} \right) \times 100 \dots\dots\dots(27)$$

ここに、
 Fe: 鉄 (質量分率%)
 0.001: 1 mg=0.001 g の換算係数
 T: 検量線から求めた鉄の濃度 (mg/L)
 S: 試料の質量 (g)
 100: 試料抽出に用いた液量 (mL)
 1000: 1 L=1000 mL の換算係数

6.12.3 ICP 発光分光分析法

ICP 発光分光分析法は、次による。

- a) 一般 試料の抽出溶液を誘導結合プラズマ中に噴霧し、鉄による発光を波長 238.204 nm で測定して、鉄を定量する。
- b) 試薬 試薬は、次のとおりとする。
 - 1) 内標準原液 (Y: 1 mg/mL) 酸化イットリウム (III) 0.318 g をビーカーにとり、JIS K 8180 に規定する塩酸 3 mL を加え加熱しながら溶かし、放冷した後、全量フラスコ 250 mL に移し、水を標線まで加える。この溶液は、褐色瓶に入れて冷暗所に保管する。
 - 2) 内標準液 (Y: 0.005 mg/mL) 内標準原液 5 mL を全量ピペットで全量フラスコ 1000 mL にとり、水を標線まで加える。この溶液は、使用するたびごとに調製する。
 - 3) 鉄標準液 (Fe: 0.01 mg/mL) 6.12.1 b) 7) によるもの。
 - 4) 硝酸 JIS K 8541 に規定するもの。
- c) 装置及び器具 装置及び器具は、次による。
 - 1) 恒温乾燥器 115±5 °C の温度範囲に調節できるもの。
 - 2) ICP 発光分光分析装置 超音波噴霧装置を備えたもの。
 - 3) フローガス JIS K 1105 に規定するアルゴン 2 級のもの。
- d) 操作 操作は、次のとおり行う。
 - 1) 6.12.1 d) 1)~3) の操作によって得られたろ液 50 mL を全量ピペットでビーカー 100 mL にとり、硝酸 1 mL を全量ピペットで加え、液量が 45 mL 以下になるまで静かに加熱する。
 - 2) 放冷した後、全量フラスコ 50 mL に移し入れ、内標準液 (Y: 0.005 mg/mL) 5 mL を全量ピペットで加え、水を標線まで加える。この溶液を検液とする。
 - 3) 検液の一定量を ICP 発光分光分析装置に導入し、波長 238.204 nm で発光強度を測定し、イットリウムに対する発光強度比を求める。
 - 4) 空試験として、塩酸 (1+4) を用いてこの操作の 1)~3) を行い、イットリウムの発光強度比を補正する。
- e) 検量線の作成 鉄標準液 (Fe: 0.01 mg/mL) の 3~60 mL を段階的にとり、全量フラスコ 100 mL に入れ、ろ液と同じ塩酸濃度になるように塩酸を加え、水を標線まで加える。この溶液 50 mL を全量ピペットでビーカー 100 mL にとり、硝酸 1 mL を全量ピペットで加え、液量が 45 mL 以下になるまで静かに加熱する。放冷した後、全量フラスコ 50 mL に移し入れ、内標準液 (Y: 0.005 mg/mL) 5 mL を全量ピペットで加え、水を標線まで加え検液とする。この検液を ICP 発光分光分析装置に導入し、波長 238.204 nm で発光強度を測定し、イットリウムに対する発光強度比を求める。別に、空試験として、塩酸 (1+4) を用いて同様の操作を行い、発光強度比を補正する。

検量線の作成は、試料測定時に行う。

- f) 計算 検量線から試験溶液中の鉄濃度 (mg/L) を求め、6.12.2 f)によって鉄 (質量分率%) を計算する。

6.13 亜鉛

亜鉛は、微酸性水溶液で抽出し、その抽出液中の亜鉛をアセチレン-空気原子吸光法 (フレイム)、電気加熱原子吸光法 (フレイムレス)、誘導結合プラズマ発光分光分析法 (ICP 発光分光分析法) 又は ICP 質量分析法のいずれかによって定量する。

6.13.1 アセチレン-空気原子吸光法 (フレイム)

アセチレン-空気原子吸光法 (フレイム) は、次による。

- a) 一般 試料の亜鉛抽出液をアセチレン-空気フレイム中に噴霧し、亜鉛による原子吸光を波長 213.9 nm で測定して、亜鉛を定量する。
- b) 試薬
- 1) 亜鉛標準液 (Zn : 0.1 mg/mL) JIS K 0102 の 53.1 a) 1)による。
 - 2) 亜鉛標準液 (Zn : 10 µg/mL) JIS K 0102 の 53.1 a) 2)による。
 - 3) 硝酸 6.12.3 b) 4)による。
- c) 装置及び器具 装置及び器具は、次による。
- 1) 恒温乾燥器 115±5 °Cの温度範囲に調節できるもの。
 - 2) アセチレン-空気原子吸光分析装置 バックグラウンド補正が可能なもの。
 - 3) 亜鉛中空陰極ランプ
 - 4) ろ紙 6.12.1 c) 3)による。
- d) 操作 操作は、次のとおり行う。
- 1) 試料約 4.0 g を 10 mg のけたまではかり、三角フラスコに入れ pH 約 4 の水 180 mL を加える。試料はあらかじめ 115±5 °Cの恒温乾燥器中で 3 時間乾燥し、デシケーター (乾燥剤としてシリカゲルを使用) 中で室温まで放冷する。ここで使用する pH 約 4 の水は、硝酸を水で 100 倍に薄めた溶液 0.1 mL に、水を加えて 180 mL とすることによって調製する。
 - 2) 三角フラスコを、わずかに沸騰が持続する程度に約 10 分間加熱する。
 - 3) 冷却した後、溶液の量が 200 mL となるよう水を加えてよくかき混ぜ、ろ紙でろ過する。
 - 4) 初めのろ液約 30 mL を捨て、残りのろ液を試験溶液とする。
 - 5) 試験溶液を JIS K 0121 の 6.の操作に従って、フレイム中に噴霧し、波長 213.9 nm の指示値を読み取る。
 - 6) 空試験として、水を用いて 1)~4)の操作を行い得られた溶液を、5)の操作を行って指示値を読み取り、試験溶液の指示値を補正する。
 - 7) 検量線から亜鉛濃度を求める。
- e) 検量線の作成 亜鉛標準液 (Zn : 10 µg/mL) 0.5~20 mL を全量フラスコ 100 mL に段階的にとり、試料溶液と同じ酸濃度となるように酸を加えた後、水を標線まで加え、d) 5)の操作を行う。別に、水について同様の操作を行い溶液を調製し、d) 5)の操作を行って、標準液について得られた指示値を補正し、亜鉛の量と指示値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。
- f) 計算 亜鉛は、次の式によって算出する。

$$Zn = \frac{T \times 0.2}{S} \times 1000 \dots\dots\dots (28)$$

ここに、
 Zn : 亜鉛 (mg/kg)
 T : 検量線から求めた亜鉛濃度 (mg/L)
 0.2 : 抽出液量 (L)
 S : 試料の質量 (g)
 $1\ 000$: $1\ \text{kg}=1\ 000\ \text{g}$ の換算係数

6.13.2 電気加熱原子吸光法 (フレイムレス)

電気加熱原子吸光法 (フレイムレス) は、次による。

- a) 一般 試料の亜鉛抽出液を電気加熱炉で原子化し、亜鉛による原子吸光を波長 213.9 nm で測定して、亜鉛を定量する。
- b) 試薬
 - 1) 水 6.11.2 b) 1) による。
 - 2) 硝酸 (1+1) JIS K 9901 に規定するものを用いて調製する。
 - 3) 亜鉛標準液 ($Zn : 1\ \mu\text{g/mL}$) 6.13.1 b) 2) に規定する亜鉛標準液 10 mL を全量ピペットで全量フラスコ 100 mL にとり、硝酸 (1+1) 2 mL を加え、水を標線まで加える。この溶液は、使用時に調製する。
- c) 装置及び器具 装置及び器具は、次による。
 - 1) 恒温乾燥器 $115 \pm 5\ ^\circ\text{C}$ の温度範囲に調節できるもの。
 - 2) 電気加熱原子吸光分析装置 電気加熱方式でバックグラウンド補正が可能なもの。
 - 3) 発熱体 黒鉛製又は耐熱金属製のもの。
 - 4) 亜鉛中空陰極ランプ
 - 5) フローガス JIS K 1105 に規定するアルゴン 2 級のもの。
 - 6) マイクロピペット JIS K 0970 に規定するプッシュボタン式液体用微量体積計 5~50 μL 又は自動注入装置。
- d) 操作 操作は、次のとおり行う。
 - 1) 6.13.1 d) 1)~4) の操作によって得られた試験溶液の一定量 (例えば、10~50 μL) をマイクロピペットで発熱体に注入し、JIS K 0121 の 6. の操作に従って乾燥 ($100\sim 120\ ^\circ\text{C}$ で 30~40 秒間) した後、灰化 ($600\sim 1\ 000\ ^\circ\text{C}$ で 30~40 秒間) し、次に原子化 ($2\ 200\sim 2\ 700\ ^\circ\text{C}$ で 3~6 秒間) し、波長 213.9 nm の指示値を読み取る。
 - 2) 空試験として、水を用いて溶液を調製し、1) の操作を行って指示値を読み取り、試験溶液について得られた指示値を補正する。
 - 3) 検量線から亜鉛の量を求める。
- e) 検量線の作成 亜鉛標準液 ($Zn : 1\ \mu\text{g/mL}$) 0.1~2 mL を全量フラスコ 100 mL に段階的にとり、試料溶液と同じ酸濃度となるように酸を加えた後、水を標線まで加え、d) 1) の操作を行う。別に、水について同様の操作を行い溶液を調製し、d) 1) の操作を行って、標準液について得られた指示値を補正し、亜鉛の量と指示値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。
- f) 計算 検量線から試験溶液中の亜鉛濃度 (mg/L) を求め、6.13.1 f) によって亜鉛 (mg/kg) を計算する。

6.13.3 ICP 発光分光分析法

ICP 発光分光分析法は、次による。

- a) 一般 試料の亜鉛抽出液を誘導結合プラズマ中に噴霧し、亜鉛による発光を波長 213.856 nm で測定し

て、亜鉛を定量する。

b) 試薬

- 1) 亜鉛標準液 (Zn : 10 µg/mL) 6.13.1 b) 2)による。
- 2) 混合標準液 (Cu : 10 µg/mL, Zn : 10 µg/mL, Pb : 10 µg/mL, Cd : 8 µg/mL, Mn : 10 µg/mL, Fe : 10 µg/mL, Ni : 10 µg/mL, Co : 10 µg/mL) JIS K 0102 の 52.4 a) 2)による。

c) 装置及び器具 装置及び器具は、次による。

- 1) 恒温乾燥器 115±5 °Cの温度範囲に調節できるもの。
- 2) ICP 発光分光分析装置 超音波噴霧装置を備えたもの。
- 3) ろ紙 6.12.1 c) 3)による。

d) 操作 操作は、次のとおり行う。

- 1) 6.13.1 d) 1)~4)の操作によって得られた試験溶液を JIS K 0116 の 5.8 の操作に従って、試料導入部を通してプラズマ中に噴霧し、波長 213.856 nm の発光強度を測定する。
- 2) 空試験として、水を用いて溶液を調製し、1)の操作を行って指示値を読み取り、試験溶液について得られた指示値を補正する。
- 3) 検量線から亜鉛濃度を求める。

e) 検量線の作成 亜鉛標準液 (Zn : 10 µg/mL) 0.1~60 mL を全量フラスコ 100 mL に段階的にとり、試料溶液と同じ酸濃度となるように酸を加えた後、水を標線まで加え、d) 1)の操作を行う。別に、水について同様の操作を行い、溶液を調製し d) 1)の操作を行って標準液について得られた指示値を補正し、亜鉛の量と指示値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。

f) 計算 検量線から試験溶液中の亜鉛濃度 (mg/L) を求め、6.13.1 f)によって亜鉛 (mg/kg) を計算する。

6.13.4 ICP 質量分析法

ICP 質量分析法は、次による。

a) 一般 試料の亜鉛抽出液に内標準物質を加え、試料導入部を通して誘導結合プラズマ中に噴霧し、亜鉛及び内標準物質のそれぞれの質量・荷電数におけるイオンの電流を測定する。亜鉛イオンの電流と内標準物質イオンの電流との比を求めて、亜鉛を定量する。

b) 試薬

- 1) 水 6.11.2 b) 1)による。
- 2) 硝酸 (1+1) 6.13.2 b) 2)による。
- 3) イットリウム溶液 (Y : 1 µg/mL) JIS K 0102 の 52.5 a) 3)による。
- 4) 亜鉛標準液 (Zn : 1 µg/mL) 6.13.2 b) 3)による。
- 5) 亜鉛標準液 (Zn : 50 ng/mL) 亜鉛標準液 (Zn : 1 µg/mL) 50 mL を全量ピペットで全量フラスコ 1000 mL にとり、硝酸 (1+1) 3 mL を加えた後、水を標線まで加える。この溶液は、使用時に調製する。
- 6) 混合標準液 (Cu : 1 µg/mL, Zn : 1 µg/mL, Pb : 1 µg/mL, Cd : 1 µg/mL, Mn : 1 µg/mL, Cr : 1 µg/mL) JIS K 0102 の 52.5 a) 6)による。

c) 装置及び器具 装置及び器具は、次による。

- 1) 恒温乾燥器 115±5 °Cの温度範囲に調節できるもの。
- 2) ICP 質量分析装置
- 3) ろ紙 6.12.1 c) 3)による。

d) 操作 操作は、次のとおり行う。

- 1) 6.13.1 d) 1)～4)の操作によって得られた試験溶液の適量 (Zn として 0.05～50 μg を含む。) を全量フラスコ 100 mL にとり、イットリウム溶液 1 mL を全量ピペットで加え、硝酸の最終濃度が 0.1～0.5 mol/L となるように硝酸 (1+1) を加えた後、水を標線まで加える。
 - 2) 1)の溶液を試料導入部を通して誘導結合プラズマ中に噴霧し、亜鉛及びイットリウムの質量/荷電数における指示値を読み取り、亜鉛の指示値とイットリウムの指示値との比を求める。
 - 3) 空試験として、水を用いて溶液を調製し、2)の操作を行って指示値を読み取り、試験溶液について得られた指示値を補正する。
 - 4) 検量線から亜鉛濃度を求める。
- e) 検量線の作成 亜鉛標準液 (Zn : 50 ng/mL 又は Zn : 1 $\mu\text{g/mL}$) 1～50 mL を全量フラスコ 100 mL に段階的にとり、イットリウム溶液 1 mL を加え、d) 1)の試験溶液と同じ酸濃度となるように硝酸 (1+1) を加えた後、水を標線まで加え、d) 2)の操作を行う。別に、空試験として全量フラスコ 100 mL にイットリウム溶液 1 mL を全量ピペットでとり、d) 1)の試験溶液と同じ酸濃度となるように硝酸 (1+1) を加えた後、水を標線まで加え、d) 2)の操作を行って、標準液について得られた指示値を補正し、亜鉛の量に対する指示値とイットリウムの指示値との比の関係線を作成し、検量線とする。

検量線の作成は、試料測定時に行う。

f) 計算 検量線から試験溶液中の亜鉛濃度 (mg/L) を求め、6.13.1 f)によって亜鉛 (mg/kg) を計算する。

6.14 カドミウム

カドミウムは、微酸性水溶液で抽出し、その抽出液中のカドミウムをアセチレン-空気原子吸光法 (フレイム)、電気加熱原子吸光法 (フレイムレス)、誘導結合プラズマ発光分光分析法 (ICP 発光分光分析法) 又は ICP 質量分析法のいずれかによって定量する。

6.14.1 アセチレン-空気原子吸光法 (フレイム)

- a) 一般 試料のカドミウム抽出液をアセチレン-空気フレイム中に噴霧し、カドミウムの原子吸光を波長 228.8 nm で測定して、カドミウムを定量する。
- b) 試薬
 - 1) カドミウム標準液 (Cd : 0.1 mg/mL) JIS K 0102 の 55.1 a) 1)による。
 - 2) カドミウム標準液 (Cd : 10 $\mu\text{g/mL}$) JIS K 0102 の 55.1 a) 2)による。
- c) 装置及び器具 装置及び器具は、次による。
 - 1) 恒温乾燥器 115 \pm 5 $^{\circ}\text{C}$ の温度範囲に調節できるもの。
 - 2) アセチレン-空気原子吸光分析装置 バックグラウンド補正が可能なもの。
 - 3) カドミウム中空陰極ランプ
 - 4) ろ紙 6.12.1 c) 3)による。
- d) 操作 操作は、次のとおり行う。
 - 1) 試験溶液を 6.13.1 d) 1)～4)によって調製する。
 - 2) 試験溶液を JIS K 0121 の 6.の操作に従って、フレイム中に噴霧し、波長 228.8 nm の指示値を読み取る。
 - 3) 空試験として、水を用いて溶液を調製し、2)の操作を行って指示値を読み取り、試験溶液について得られた指示値を補正する。
 - 4) 検量線からカドミウム濃度を求める。
- e) 検量線の作成 カドミウム標準液 (Cd : 10 $\mu\text{g/mL}$)、0.5～20 mL を全量フラスコ 100 mL に段階的にと

り、試験溶液と同じ酸濃度となるように酸を加えた後、水を標線まで加え d) 2) の操作を行う。別に、水について同様の操作を行い、溶液を調製し d) 2) の操作を行って標準液について得られた指示値を補正し、カドミウムの量と指示値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。

f) 計算 カドミウムは、次の式によって算出する。

$$Cd = \frac{T \times 0.2}{S} \times 1\,000 \dots\dots\dots (29)$$

ここに、
 Cd: カドミウム (mg/kg)
 T: 検量線から求めたカドミウム濃度 (mg/L)
 0.2: 抽出液量 (L)
 S: 試料の質量 (g)
 1 000: 1 kg=1 000 g の換算係数

6.14.2 電気加熱原子吸光法 (フレイムレス)

電気加熱原子吸光法 (フレイムレス) は、次による。

a) 一般 試料のカドミウム抽出液を電気加熱炉で原子化し、カドミウムによる原子吸光法を波長 228.8 nm で測定して、カドミウムを定量する。

b) 試薬

1) 水 6.11.2 b) 1) による

2) 硝酸 (1+1) 6.13.2 b) 2) による。

3) 硝酸パラジウム (II) 溶液 (Pd: 10 µg/mL) JIS K 0102 の 54.2 a) 3) による。

4) カドミウム標準液 (Cd: 1 µg/mL) 6.14.1 b) 2) に規定するカドミウム標準液 10 mL を全量ピペットで全量フラスコ 100 mL にとり、硝酸 (1+1) 2 mL を全量ピペットで加えた後、水を標線まで加える。

5) カドミウム標準液 (Cd: 0.1 µg/mL) カドミウム標準液 (Cd: 1 µg/mL) 10 mL を全量ピペットで全量フラスコ 100 mL にとり、硝酸 (1+1) 2 mL を全量ピペットで加えた後、水を標線まで加える。

c) 装置及び器具 装置及び器具は、次による。

1) 恒温乾燥器 115±5 °C の温度範囲に調節できるもの。

2) 電気加熱原子吸光分析装置 電気加熱方式でバックグラウンド補正が可能なもの。

3) 発熱体 黒鉛製又は耐熱金属製のもの。

4) カドミウム中空陰極ランプ

5) フローガス JIS K 1105 に規定するアルゴン 2 級のもの。

6) マイクロピペット JIS K 0970 に規定するプッシュボタン式液体用微量体積計 5~500 µL 又は自動注入装置。

d) 操作 操作は、次のとおり行う。

1) 6.13.1 d) 1)~4) の操作によって得られた試験溶液 15 mL ずつを全量ピペットでそれぞれ全量フラスコ 20 mL にとり、カドミウム標準液を加えないものと、0.2~2 mL の範囲で段階的に 3 段階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に硝酸 (1+1) を加えた後、水を標線まで加える。

2) 1) の操作を行った試料の 100 µL 以上の一定量をマイクロピペットで小形容器にとり、これと同体積の硝酸パラジウム (II) 溶液 (Pd: 10 µg/mL) を加え、よく混ぜ合わせる。

- 3) 2)の操作を行った試料の一定量 (例えば, 10~50 μL) をマイクロピペットで発熱体に注入し, JIS K 0121 の 6.の操作に従って乾燥 (100~120 $^{\circ}\text{C}$ で 30~40 秒間) した後, 灰化 (500~800 $^{\circ}\text{C}$ で 30~40 秒間) し, 次に原子化 (1 600~2 200 $^{\circ}\text{C}$ で 3~6 秒間) し, 波長 228.8 nm の指示値を読み取る。
 - 4) 空試験として, 水を用いて溶液を調製し, d) 2)及び 3)の操作を行って指示値を読み取り, 試験溶液について得られた指示値を補正する。
 - 5) カドミウム添加量と指示値との関係線を作成し, カドミウムの量を求め, 試料溶液中のカドミウム濃度を求める。
- e) 計算 カドミウムは, 次の式によって算出する。

$$Cd = \frac{T \times 0.2}{S} \times 1\,000 \dots\dots\dots(30)$$

ここに, Cd : カドミウム (mg/kg)
 T : d) 5)から求めたカドミウム濃度 (mg/L)
 0.2: 抽出液量 (L)
 S : 試料の質量 (g)
 1 000: 1 kg=1 000 g の換算係数

6.14.3 ICP 発光分光分析法

ICP 発光分光分析法は, 次による。

- a) 一般 試料のカドミウム抽出液を試料導入部を通して, 誘導結合プラズマ中に噴霧し, カドミウムによる発光を波長 214.438 nm で測定してカドミウムを定量する。
- b) 試薬
 - 1) カドミウム標準液 (Cd : 8 $\mu\text{g/mL}$) 6.14.1 b) 1)のカドミウム標準液 40 mL を全量ピペットで全量フラスコ 500 mL にとり, 硝酸 (1+1) 10 mL を全量ピペットで加え, 水を標線まで加える。
 - 2) 混合標準液 (Cu : 10 $\mu\text{g/mL}$, Zn : 10 $\mu\text{g/mL}$, Pb : 10 $\mu\text{g/mL}$, Cd : 8 $\mu\text{g/mL}$, Mn : 10 $\mu\text{g/mL}$, Fe : 10 $\mu\text{g/mL}$, Ni : 10 $\mu\text{g/mL}$, Co : 10 $\mu\text{g/mL}$) JIS K 0102 の 52.4 a) 2)による。
- c) 装置及び器具 装置及び器具は, 次による。
 - 1) 恒温乾燥器 115 \pm 5 $^{\circ}\text{C}$ の温度範囲に調節できるもの。
 - 2) ICP 発光分光分析装置 超音波噴霧装置を備えたもの。
 - 3) ろ紙 6.12.1 c) 3)による。
- d) 操作 操作は, 次のとおり行う。
 - 1) 6.13.1 d) 1)~4)の操作によって得られた試験溶液を JIS K 0116 の 5.8 の操作に従って, 試料導入部を通してプラズマ中に噴霧し, 波長 214.438 nm の発光強度を測定する。
 - 2) 空試験として, 水を用いて溶液を調製し, 1)の操作を行い, 試験溶液について得られた指示値を補正する。
 - 3) 検量線からカドミウム濃度を求める。
- e) 検量線の作成 カドミウム標準液 0.1~25 mL を全量フラスコ 100 mL に段階的にとり, 試験溶液と同じ酸濃度となるように酸を加えた後, 水を標線まで加え d) 1)の操作を行う。別に, 水について同様の操作を行い, 溶液を調製し d) 1)の操作を行って標準液について得られた指示値を補正し, カドミウムの量と発光強度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。
- f) 計算 検量線から試験溶液中のカドミウム濃度 (mg/L) を求め, 6.14.1 f)によってカドミウム (mg/kg)

を計算する。

6.14.4 ICP 質量分析法

- a) 一般 試料のカドミウム抽出溶液に内標準物質を加え、誘導結合プラズマ中に噴霧し、カドミウム及び内標準物質のそれぞれの質量・荷電数におけるイオンの電流を測定する。カドミウムイオンの電流と内標準物質イオンの電流の比を求めカドミウムを定量する。
- b) 試薬
- 1) 水 6.11.2 b) 1)による。
 - 2) 硝酸 (1+1) 6.13.2 b) 2)による。
 - 3) イットリウム溶液 (Y : 1 µg/mL) 6.13.4 b) 3)による。
 - 4) カドミウム標準液 (Cd : 1 µg/mL) 6.14.2 b) 4)による。
 - 5) カドミウム標準液 (Cd : 50 ng/mL) カドミウム標準液 (Cd : 1 µg/mL) 50 mL を全量ピペットで全量フラスコ 1 000 mL にとり、硝酸 (1+1) 3 mL を全量ピペットで加えた後、水を標線まで加える。この溶液は、使用時に調製する。
 - 6) 混合標準液 (Cu : 50 ng/mL, Zn : 50 ng/mL, Pb : 50 ng/mL, Cd : 50 ng/mL, Mn : 50 ng/mL, Cr : 50 ng/mL) JIS K 0102 の 52.5 a) 7)による。
- c) 装置及び器具 装置及び器具は、次による。
- 1) 恒温乾燥器 115 ± 5 °C の温度範囲に調節できるもの。
 - 2) ICP 質量分析装置
- d) 操作 操作は、次のとおり行う。
- 1) 6.13.1 d) 1)~4)の操作によって得られた試験溶液の適量 (Cd として 0.05~50 µg を含む。) を全量フラスコ 100 mL にとり、イットリウム溶液 1 mL を全量ピペットで加え、硝酸の最終濃度が 0.1~0.5 mol/L となるように硝酸 (1+1) を加えた後、水を標線まで加える。
 - 2) 1)の溶液を試料導入部を通して誘導結合プラズマ中に噴霧し、カドミウム及びイットリウムの質量・荷電数における指示値を読み取り、カドミウムの指示値とイットリウムの指示値との比を求める。
 - 3) 空試験として、水を用いて溶液を調製し d) 2)の操作を行い、試験溶液について得られた指示値を補正する。
 - 4) 検量線からカドミウム濃度を求める。
- e) 検量線の作成 カドミウム標準液 (Cd : 50 ng/mL 又は Cd : 1 µg/mL) 1~50 mL を全量フラスコ 100 mL に段階的にとり、イットリウム溶液 1 mL を全量ピペットで加え、d) 1)での試験溶液と同じ酸濃度となるように硝酸 (1+1) を加えた後、水を標線まで加える。この溶液について、d) 2)の操作を行う。別に空試験として全量フラスコ 100 mL にイットリウム溶液 1 mL を全量ピペットで加え、d) 1)の試料と同じ酸濃度になるように硝酸 (1+1) を加えた後、水を標線まで加える。d) 2)の操作を行って標準液について得られた指示値の比を補正し、カドミウムの量に対する指示値とイットリウムの指示値との比の関係線を作成し、検量線とする。
- 検量線の作成は、試料測定時に行う。
- f) 計算 検量線から試験溶液中のカドミウム濃度 (mg/L) を求め、6.14.1 f)によってカドミウム (mg/kg) を計算する。

6.15 鉛

鉛は、微酸性水溶液で抽出し、その抽出液中の鉛をアセチレン-空気原子吸光法 (フレイム)、電気加熱

原子吸光法（フレイムレス）、誘導結合プラズマ発光分光分析法（ICP 発光分光分析法）又は ICP 質量分析法のいずれかによって定量する。

6.15.1 アセチレン-空気原子吸光法（フレイム）

a) 一般 試料の鉛抽出液をアセチレン-空気フレイム中に噴霧し、鉛の原子吸光を波長 283.3 nm で測定して、鉛を定量する。

b) 試薬

1) 鉛標準液 (Pb : 0.1 mg/mL) JIS K 0102 の 54.1 a) 1) による。

c) 装置及び器具 装置及び器具は、次による。

1) 恒温乾燥器 115±5 °C の温度範囲に調節できるもの。

2) アセチレン-空気原子吸光分析装置 バックグラウンド補正が可能なもの。

3) 鉛中空陰極ランプ

4) ろ紙 6.12.1 c) 3) による。

d) 操作 操作は、次のとおり行う。

1) 試験溶液を 6.13.1 d) 1)~4) によって調製する。

2) 試験溶液を JIS K 0121 の 6. の操作に従って、フレイム中に噴霧し、波長 283.3 nm の指示値を読み取る。

3) 空試験として、水を用いて溶液を調製し 2) の操作を行って指示値を読み取り、試験溶液について得られた指示値を補正する。

4) 検量線から鉛濃度を求める。

e) 検量線の作成 鉛標準液 (Pb : 0.1 mg/mL) 1~20 mL を全量フラスコ 100 mL に段階的にとり、試験溶液と同じ酸濃度となるように酸を加えた後、水を標線まで加え d) 2) の操作を行う。別に、水について同様の操作を行い、溶液を調製し d) 2) の操作を行って標準液について得られた指示値を補正し、鉛の量と指示値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。

f) 計算 鉛は、次の式によって算出する。

$$Pb = \frac{T \times 0.2}{S} \times 1\,000 \dots\dots\dots (31)$$

ここに、
Pb : 鉛 (mg/kg)
T : 検量線から求めた鉛濃度 (mg/L)
 0.2 : 抽出液量 (L)
S : 試料の質量 (g)
 1 000 : 1 kg=1 000 g の換算係数

6.15.2 電気加熱原子吸光法（フレイムレス）

電気加熱原子吸光法（フレイムレス）は、次による。

a) 一般 試料の鉛抽出液を電気加熱炉で原子化し、鉛による原子吸光を波長 283.3 nm で測定して、鉛を定量する。

b) 試薬

1) 水 6.11.2 b) 1) による。

2) 硝酸 (1+1) 6.13.2 b) 2) による。

3) 硝酸パラジウム (II) 溶液 (Pd : 10 µg/mL) JIS K 0102 の 54.2 a) 3) による。

- 4) 鉛標準液 (Pb : 1 µg/mL) 6.15.1 b) 1)に規定する鉛標準液 10 mL を全量ピペットで全量フラスコ 1 000 mL にとり, 硝酸 (1+1) 20 mL を全量ピペットで加えた後, 水を標線まで加える。
- c) 装置及び器具 装置及び器具は, 次による。
- 1) 恒温乾燥器 115±5 °Cの温度範囲に調節できるもの。
 - 2) 電気加熱原子吸光分析装置 電気加熱方式でバックグラウンド補正が可能なもの。
 - 3) 発熱体 黒鉛製又は耐熱金属製のもの。
 - 4) 鉛中空陰極ランプ
 - 5) フローガス JIS K 1105 に規定するアルゴン 2 級のもの。
 - 6) マイクロピペット JIS K 0970 に規定するプッシュボタン式液体用微量体積計 10~500 µL 又は自動注入装置。
- d) 操作 操作は, 次のとおり行う。
- 1) 6.13.1 d) 1)~4)の操作によって得られた試験溶液 15 mL ずつを全量ピペットでそれぞれ全量フラスコ 20 mL にとり, 鉛標準液 (Pb : 1 µg/mL) を加えないものと, 0.1~2 mL の範囲で段階的に 3 段階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に硝酸 (1+1) を加えた後, 水を標線まで加える。
 - 2) 1)の操作を行った試料の 100 µL 以上の一定量をマイクロピペットで小形容器にとり, これと同体積の硝酸パラジウム (II) 溶液 (Pd : 10 µg/mL) を加え, よく混ぜ合わせる。
 - 3) 2)の操作を行った試料の一定量 (例えば, 10~50 µL) をマイクロピペットで発熱体に注入し, JIS K 0121 の 6.の操作に従って乾燥 (100~120 °Cで 30~40 秒間) した後, 灰化 (500~800 °Cで 30~40 秒間) し, 次に原子化 (1 800~2 500 °Cで 3~6 秒間) し, 波長 283.3 nm の指示値を読み取る。
 - 4) 空試験として, 水を用いて溶液を調製し 2)及び 3)の操作を行って, 試験溶液について得られた指示値を補正する。
 - 5) 鉛添加量と指示値との関係線を作成し, 鉛の量を求め, 試料溶液中の鉛濃度を求める。
- e) 計算 鉛は, 次の式によって算出する。

$$Pb = \frac{T \times 0.2}{S} \times 1\,000 \dots\dots\dots (32)$$

ここに, Pb : 鉛 (mg/kg)
 T : d) 5)から求めた鉛濃度 (mg/L)
 0.2 : 抽出液量 (L)
 S : 試料の質量 (g)
 1 000 : 1 kg=1 000 g の換算係数

6.15.3 ICP 発光分光分析法

ICP 発光分光分析法は, 次による。

- a) 一般 試料の鉛抽出液を試料導入部を通して, 誘導結合プラズマ中に噴霧し, 鉛による発光を波長 220.351 nm で測定し, 鉛を定量する。
- b) 試薬
- 1) 鉛標準液 (Pb : 10 µg/mL) 6.15.1 b) 1)の鉛標準液 10 mL を全量ピペットで全量フラスコ 100 mL にとり, 硝酸 (1+1) 10 mL を全量ピペットで加え, 水を標線まで加える。
 - 2) 混合標準液 (Cu : 10 µg/mL, Zn : 10 µg/mL, Pb : 10 µg/mL, Cd : 8 µg/mL, Mn : 10 µg/mL, Fe : 10 µg/mL, Ni : 10 µg/mL, Co : 10 µg/mL) JIS K 0102 の 52.4 a) 2)による。

c) 装置及び器具 装置及び器具は、次による。

- 1) 恒温乾燥器 115±5 °Cの温度範囲に調節できるもの。
- 2) ICP 発光分光分析装置
- 3) ろ紙 6.12.1 c) 3)による。

d) 操作 操作は、次のとおり行う。

- 1) 6.13.1 d) 1)～4)の操作によって得られた試験溶液を JIS K 0116 の 5.8 の操作に従って、試料導入部を通してプラズマ中に噴霧し、波長 220.351 nm の発光強度を測定する。
- 2) 空試験として、水を用いて溶液を調製し 1)の操作を行い、試験溶液について得られた指示値を補正する。
- 3) 検量線から鉛濃度を求める。

e) 検量線の作成 鉛標準液 (Pb : 10 µg/mL) 1～20 mL を全量フラスコ 100 mL に段階的にとり、試験溶液と同じ酸濃度となるように酸を加えた後、水を標線まで加え d) 1)の操作を行う。別に、水について同様の操作を行い、溶液を調製し d) 1)の操作を行って標準液について得られた指示値を補正し、鉛の量と発光強度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。

f) 計算 検量線から試験溶液中の鉛濃度 (mg/L) を求め、6.15.1 f)によって鉛 (mg/kg) を計算する。

6.15.4 ICP 質量分析法

a) 一般 試料の鉛抽出溶液に内標準物質を加え、試料導入部を通して誘導結合プラズマ中に噴霧し、鉛及び内標準物質のそれぞれの質量/荷電数におけるイオンの電流を測定する。鉛イオンの電流と内標準物質イオンの電流との比を求め鉛を定量する。

b) 試薬

- 1) 水 6.11.2 b) 1)による。
- 2) 硝酸 (1+1) 6.13.2 b) 2)による。
- 3) イットリウム溶液 (Y : 1 µg/mL) 6.13.4 b) 3)による。
- 4) 鉛標準液 (Pb : 1 µg/mL) 6.15.2 b) 4)による。
- 5) 鉛標準液 (Pb : 50 ng/mL) 鉛標準液 (Pb : 1 µg/mL) 50 mL を全量ピペットで全量フラスコ 1 000 mL にとり、硝酸 (1+1) 3 mL を全量ピペットで加えた後、水を標線まで加える。この溶液は、使用時に調製する。
- 6) 混合標準液 (Cu : 50 ng/mL, Zn : 50 ng/mL, Pb : 50 ng/mL, Cd : 50 ng/mL, Mn : 50 ng/mL, Cr : 50 ng/mL) JIS K 0102 の 52.5 a) 7)による。

c) 装置及び器具 装置及び器具は、次による。

- 1) 恒温乾燥器 115±5 °Cの温度範囲に調節できるもの。
- 2) ICP 質量分析装置
- 3) ろ紙 6.12.1 c) 3)による。

d) 操作 操作は、次のとおり行う。

- 1) 6.13.1 d) 1)～4)の操作によって得られた試験溶液の適量 (Pb として 0.05～50 µg を含む。) を全量フラスコ 100 mL にとり、イットリウム溶液 1 mL を全量ピペットで加え、硝酸の最終濃度が 0.1～0.5 mol/L となるように硝酸 (1+1) を加えた後、水を標線まで加える。
- 2) 1)の溶液を試料導入部を通して誘導結合プラズマ中に噴霧し、鉛及びイットリウムの質量・荷電数における指示値を読み取り、鉛の指示値とイットリウムの指示値との比を求める。

- 3) 空試験として、水を用いて溶液を調製し 2)の操作を行い、試験溶液について得られた指示値を補正する。
- 4) 検量線から鉛濃度を求める。
- e) 検量線の作成 鉛標準液 (Pb : 50 ng/mL 又は Pb : 1 µg/mL) 1~50 mL を全量フラスコ 100 mL に段階的にとり、イットリウム溶液 1 mL を全量ピペットで加え、d) 1)の試験溶液と同じ酸濃度となるように硝酸 (1+1) を加えた後、水を標線まで加え、d) 2)の操作を行う。別に、空試験として全量フラスコ 100 mL にイットリウム溶液 1 mL を全量ピペットで加え、d) 1)の試料と同じ酸濃度になるように硝酸 (1+1) を加えた後、水を標線まで加える。d) 2)の操作を行って標準液について得られた指示値の比を補正し、鉛の量に対する指示値とイットリウムの指示値との比の関係線を作成し、検量線とする。
検量線の作成は、試料測定時に行う。
- f) 計算 検量線から試験溶液中の鉛濃度 (mg/L) を求め、6.15.1 f)によって鉛 (mg/kg) を計算する。

6.16 ひ素

ひ素は、微酸性水溶液で抽出し、その抽出液中のひ素をジエチルジチオカルバミド酸銀吸光光度法、水素化物発生原子吸光法又は水素化物発生 ICP 発光分光分析法のいずれかによって定量する。

6.16.1 ジエチルジチオカルバミド酸銀吸光光度法

ジエチルジチオカルバミド酸銀吸光光度法は、次による。

- a) 一般 ひ素を水素化ひ素として発生させ、ジエチルジチオカルバミド酸銀 (N,N-ジエチルカルバモジチオ酸銀) のクロロホルム溶液に吸収させ、生成する赤紫の吸光度を測定し、ひ素を定量する。
- b) 試薬
 - 1) 塩酸 JIS K 8180 に規定するひ素分析用のもの。
 - 2) 塩酸 (1+1) JIS K 8180 に規定するものを用いて調製する。
 - 3) 硝酸 JIS K 8541 に規定するもの。
 - 4) 硫酸 JIS K 8951 に規定するもの。
 - 5) 硫酸 (1+5) JIS K 8951 に規定するものを用いて調製する。
 - 6) よう化カリウム溶液 (200 g/L) JIS K 8913 に規定するよう化カリウム 20 g を水に溶かし、100 mL とする。
 - 7) 塩化すず (II) 溶液 JIS K 0102 の 61.1 a) 7)による。
 - 8) 酢酸鉛 (II) 溶液 JIS K 0102 の 61.1 a) 8)による。
 - 9) 亜鉛 JIS K 8012 に規定するひ素分析用のもの。ただし、JIS Z 8801-1 に規定する試験用ふるいでふるい分け、目開き 1 400 µm のふるいを通り、1 000 µm のふるいに止まるものを用いる。
 - 10) ジエチルジチオカルバミド酸銀溶液 JIS K 0102 の 61.1 a) 10)による。
 - 11) クロロホルム JIS K 8322 に規定するもの。
 - 12) ひ素標準液 (As : 0.1 mg/mL) JIS K 0102 の 61.1 a) 12)による。
 - 13) ひ素標準液 (As : 1 µg/mL) ひ素標準液 (As : 0.1 mg/mL) 10 mL を全量ピペットで全量フラスコ 1 000 mL にとり、水を標線まで加える。この溶液は、使用時に調製する。
- c) 装置及び器具 装置及び器具は、次による。
 - 1) 恒温乾燥器 115±5 °Cの温度範囲に調節できるもの。
 - 2) 水素化ひ素発生装置 JIS K 0102 の 61.1 b) 1)による。
 - 3) 光度計 分光光度計又は光電光度計
- d) 操作 操作は、次のとおり行う。

- 1) 6.13.1 d) 1)~4)の操作によって得られた試験溶液の適量(Asとして2~10 µgを含む。)を、JIS K 0102の61.1 c)に従って測定する。
- e) 検量線の作成 ひ素標準液(As:1 µg/mL) 2~10 mLを水素化ひ素発生装置に段階的にとり、硫酸3 mLを全量ピペットで加えた後、水で約40 mLとし、d)に従って吸光度を測定し、ひ素の量と吸光度の関係線を作成し、検量線とする。
- f) 計算 ひ素は、次の式によって算出する。

$$As = \frac{T \times 0.2}{S} \times 1\,000 \dots\dots\dots(33)$$

ここに、
 As : ひ素 (mg/kg)
 T : 検量線から求めたひ素濃度 (mg/L)
 0.2 : 抽出液量 (L)
 S : 試料の質量 (g)
 1 000 : 1 kg=1 000 g の換算係数

6.16.2 水素化物発生原子吸光法

水素化物発生原子吸光法は、次による。

- a) 一般 ひ素を水素化ひ素とし、水素-アルゴンフレーム中に噴霧し、ひ素による原子吸光を波長 193.7 nm で測定し、ひ素を定量する。
- b) 試薬
- 1) 塩酸 6.16.1 b) 1)による。
 - 2) 塩酸 (1+1) 6.16.1 b) 2)による。
 - 3) 硝酸 6.16.1 b) 3)による。
 - 4) 硫酸 (1+1) JIS K 8951 に規定するものを用いて調製する。
 - 5) 過マンガン酸カリウム溶液 (3 g/L) JIS K 8247 に規定する過マンガン酸カリウム溶液 0.3 g を水に溶かし、100 mL とする。
 - 6) よう化カリウム溶液 (200 g/L) 6.16.1 b) 6)による。
 - 7) 塩化すず (II) 溶液 JIS K 0102 の 61.2 a) 7)による。
 - 8) 亜鉛粉末 JIS K 8013 に規定するひ素分析用のもの。
 - 9) 鉄 (III) 溶液 (Fe : 10 mg/mL) JIS K 0102 の 61.2 a) 9)による。
 - 10) アルゴン JIS K 1105 に規定するアルゴン 2 級のもの。
 - 11) ひ素標準液 (As : 0.1 µg/mL) 6.16.1 b) 13) のひ素標準液 (As : 1 µg/mL) 10 mL を全量ピペットで全量フラスコ 100 mL にとり、2)の塩酸 (1+1) 2 mL を全量ピペットで加えた後、水を標線まで加える。この溶液は、使用時に調製する。
- c) 装置及び器具 装置及び器具は、次による。
- 1) 恒温乾燥器 115±5 °Cの温度範囲に調節できるもの。
 - 2) 水素化ひ素発生装置 JIS K 0102 の 61.2 b) 1)による。
 - 3) 原子吸光分析装置 バックグラウンド補正が可能なもの。
 - 4) ひ素中空陰極ランプ
- d) 操作 操作は、次のとおり行う。
- 1) 6.13.1 d) 1)~4)の操作によって得られた試験溶液の適量(Asとして0.1~1 µgを含む。)を、JIS K 0102の61.2 c)に従って測定する。

- e) 検量線の作成 ひ素標準液 ($As: 0.1 \mu\text{g/mL}$) 1~10 mL を段階的にとり、d) に従って測定し、ひ素の量と指示値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。

- f) 計算 検量線から試験溶液中のひ素濃度 (mg/L) を求め、6.16.1 f) によってひ素 (mg/kg) を計算する。

6.16.3 水素化物発生 ICP 発光分光分析法

- a) 一般 ひ素を水素化ひ素とし、試料導入部を通して誘導結合プラズマ中に噴霧し、ひ素による発光を波長 193.696 nm で測定して、ひ素を定量する。

b) 試薬

- 1) 塩酸 6.16.1 b) 1) による。
- 2) 硝酸 6.16.1 b) 3) による。
- 3) 硫酸 (1+1) 6.16.2 b) 4) による。
- 4) 臭化カリウム溶液 (1 mol/L) JIS K 8506 に規定する臭化カリウム 11.9 g を水に溶かし、100 mL とする。
- 5) テトラヒドロほう酸ナトリウム溶液 (10 g/L) テトラヒドロほう酸ナトリウム 5 g を水酸化ナトリウム溶液 (0.1 mol/L) に溶かし 500 mL とする。この溶液は、使用時に調製する。
- 6) アルゴン JIS K 1105 に規定するアルゴン 2 級のもの。
- 7) ひ素標準液 ($As: 0.1 \mu\text{g/mL}$) 6.16.2 b) 11) による。

- c) 装置及び器具 装置及び器具は、次による。

- 1) 恒温乾燥器 115 ± 5 °C の温度範囲に調節できるもの。
- 2) 水素化ひ素発生装置 JIS K 0102 の 61.3 b) 1) による。
- 3) ICP 発光分光分析装置

- d) 操作 操作は、次のとおり行う。

- 1) 6.13.1 d) 1)~4) の操作によって得られた試験溶液の適量 (As として $0.05 \sim 0.5 \mu\text{g}$ を含む。) を、JIS K 0102 の 61.3 c) に従って測定する。

- e) 検量線の作成 ひ素標準液 ($As: 0.1 \mu\text{g/mL}$) 0.5~5 mL を全量フラスコ 50 mL に段階的にとり、試験溶液と同じ酸濃度になるように、酸及び臭化カリウム溶液を加えた後、水を標線まで加え、d) の操作を行う。別に、水を用いて溶液を調製し、d) の操作を行って、標準液について得られた発光強度を補正し、ひ素の量と発光強度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。

- f) 計算 検量線から試験溶液中のひ素濃度 (mg/L) を求め、6.16.1 f) によってひ素 (mg/kg) を計算する。

7 試験報告書

次の事項を、必要に応じて試験報告書に記載する。

- a) 規格番号
- b) 試験項目
- c) 試験方法及び条件
- d) 試験結果
- e) 試験年月日
- f) 製造番号又はロット番号
- g) 製造業者名又はその略号

JIS K 1474 : 2007

活性炭試験方法 解 説

この解説は、本体に規定した事柄及びこれに関連した事柄を説明するもので、規定の一部ではない。

この解説は、財団法人日本規格協会が編集・発行するものであり、この解説に関する問合せは、財団法人日本規格協会へお願いします。

1 制定・改正の趣旨

活性炭 JIS は、昭和 27 年（1952 年）3 月 8 日に JIS K 1426（粉末活性炭）及び JIS K 1412（粒状活性炭）として制定され、昭和 33 年（1958 年）に改正されたものの、技術進歩とともに活性炭の用途範囲が広がり、要求される品質も多様化してきたことから、画一的な品質規格の要求がなくなり、JIS K 1426 及び JIS K 1412 は廃止された。しかし、活性炭の代表的な性状について、統一した試験方法の必要性が高まり、昭和 42 年（1967 年）9 月 1 日に JIS K 1470（粉末活性炭試験方法）が制定され、昭和 50 年（1975 年）9 月 1 日に JIS K 1474（粒状活性炭試験方法）が制定された。その後、これらの JIS も制定から 10 年以上経過し、分析技術が進歩したこと、また、これらの JIS に規定されていた項目及び試験方法に共通のものがあることから、平成 3 年（1991 年）11 月 1 日に JIS K 1474（活性炭試験方法）として統合され制定された。その後、試験方法に環境破壊及び人体への有害性の高い試薬を使用していたことから、平成 11 年（1999 年）4 月 20 日に使用する試薬についてだけ改正を行った。今回の改正は、制定後 10 年以上が経過し、試験方法を見直す必要があること、新しい分析装置が一般的に使用される状況になったことから改正が必要となった。

2 制定・改正の経緯

活性炭試験方法の改正に当たっては、解説の箇条 1 の趣旨に基づき日本無機薬品協会活性炭部会技術委員会において、規定内容を検討した。その結果、平成 11 年に追補で行った改正内容を採用し、規定されている試験方法の見直しが必要となった。また、新たな分析装置による試験方法が一般化してきたことから試験装置を追加し利用者の利便性の向上を図ることとした。

このため、日本無機薬品協会は、平成 17 年（2005 年）4 月に JIS 改正原案作成のため活性炭試験方法 JIS 改正原案作成委員会及び分科会を設置、改正原案を作成し、平成 18 年（2006 年）3 月に財団法人日本規格協会に提出した。この原案について、平成 19 年 4 月 17 日に開かれた日本工業標準調査会標準部会 一般化学技術専門委員会において審議され、正式に議決され改正の運びとなった。

3 主な改正点

主な改正点を、次に示す。

- a) 試験項目の操作内容の見直しを行った。
- b) 追補による規定内容を採用した。
- c) 塩化物の測定方法に、イオン電極法を追加した。

- d) 鉄の測定方法に、ICP 発光分光分析法を追加した。
e) 重金属試験方法の抽出方法を改正した。

4 審議中に問題となった事項

今回の JIS K 1474 の改正審議で問題となった主な事項は、次のとおりである。

- a) **6.16.1 ジエチルジチオカルバミド酸銀吸光光度法** この項目において、ジエチルジチオカルバミド酸銀溶液の調製にクロロホルムを使用しているため、毒性の点からピリジンを使用した方がよいのではないかとの意見が出されたが、毒性・安全性については、いずれもほぼ同程度かピリジンの方が危険性が大きく、悪臭を発生させる、また、試験方法として引用している JIS K 0102 (工場排水試験方法) においてもクロロホルムを使用していることから、溶剤の変更は行わないこととした。

なお、クロロホルムとピリジンとの危険性情報について解説表 1 に示す。

解説表 1—クロロホルムとピリジンとの危険性情報の比較

項目		クロロホルム	ピリジン
管理濃度 (体積分率 ppm)		10	
許容範囲	ACGIH (1999) TLV-TWA (体積分率 ppm)	10	5
	(mg/m ³)	49	16
	OSHA PEL TWA (体積分率 ppm)	50 (上限)	5
	NIOSH REL TWA (体積分率 ppm)	2/H (上限)	
	MSHA TWA (体積分率 ppm)	50 (上限)	
	(mg/m ³)	240 (上限)	15
日本産業衛生学会勧告値 (体積分率 ppm)		10	
刺激性	ラビット (皮膚) (mg)	10/24Hopen	
	ラビット (皮膚) (mg)	500/24H	500/4H
	ラビット (眼) (mg)	20/24H	
吸入毒性	マウス (LCL0) (g/m ³)	28/56M	
	ラット (LCL50) (g/m ³)	75/1H	28.5/1H
	ラット (LCL50) (g/m ³)	47.5/4H	
	ヒト (TCL0) (g/m ³)	10/1Y	
	ヒト (LCL0) (体積分率 ppm)	25 000/5M	
	ヒト (TCL0) (g/m ³)	5 000/7M	
経口毒性	マウス (LD50) (mg/kg)	36	1 500
	ラット (LD50) (mg/kg)	908	891
経皮毒性	ラビット (LD50) (g/kg)	>20	1.12
臭気いき (閾) 値 (体積分率 ppm)		3.8	0.063

解説表 1 の用語は、次のとおりである。

ACGIH : American Conference of Governmental Industrial Hygienists, Inc 米国産業衛生専門家会議

TLV-TWA : time weighted average concentration 時間加重平均値の許容濃度

OSHA : Occupational Safety and Health Administration 米国労働安全衛生局

NIOSH : National Institute for Occupational Safety and Health 米国国立労働安全衛生研究所

MSHA : The Mine Safety and Health Act of 1970 1997 年に基づく規制値

LCL0 : lethal concentration 経気道による最小致死濃度

LCL50 : lethal concentration 経気道による半数致死濃度

LD50 : 半数致死量

注記 出典 : 労働安全衛生法 MSDS 対象物質全データ (2000 年版) 化学工業日報社刊

5 適用範囲

活性炭は、粉末状と粒状があり、工業薬品として主に解説表 2 に示すような用途で使用されている。

解説表 2—活性炭の用途

用途	単位 t	
	粉末活性炭	粒状活性炭
製糖・でん粉糖	1 743	—
工業薬品	7 454	2 287
医薬	1 027	—
アミノ酸	1 907	—
醸造	942	—
水処理	13 808	42 082
ガス吸着	7 344	20 443
溶剤回収	—	1 005
触媒	—	627
食品	—	951
その他	1 463	3 166
輸出	1 152	5 092
合計	36 840	75 652
注記 出典：日本無機薬品協会統計（平成 16 年度）		

一般の工業用活性炭の関連する法規としては、消防法 [指定可燃物 (10 トン以上)]、食品衛生法 (食品添加物) がある。

なお、繊維状活性炭の試験方法については、JIS K 1477 に規定されている。

6 規定項目の内容

規定項目の内容は、次のとおりである。

- a) **6.1.1 液相における吸着等温線の求め方** この項目は、液相における活性炭の吸着性能を評価するための吸着等温線の求め方について定めたものであり、旧規格では、振とう機について、振幅が水平方向に 40~50 mm、1 分間に 200~300 回往復できるものと規定していたが、厳密な性能比較のため恒温振とう機を利用することを考慮し、振とう回数についての規定を 1 分間に 100~250 回往復できるものに変更した。
- b) **6.1.1.1 よう素吸着性能** この項目は、室温におけるよう素吸着等温線を求め、よう素残留濃度 2.5 g/L (0.02 mol/L) のときの吸着量をよう素吸着性能として定めたものであり、本体の 6.1.1 と同様に振とう機の規定を変更した。また、旧規格において、ろ過膜 (孔径 0.45 μm) を用いてろ過を行っても差し支えないことを解説に記載していたが、今回の改正で規定内容に取り入れることとした。
- c) **6.1.1.2 メチレンブルー吸着性能** この項目は、室温におけるメチレンブルー吸着等温線を求め、メチレンブルー残留濃度 0.24 mg/L のときの吸着量をメチレンブルー吸着性能として定めたものであり、本体の 6.1.1 と同様に振とう機の規定を変更した。また、ろ過に用いるろ紙は、目皿の大きさに合うように JIS P 3801 に規定する 5 種 C のものを適宜切り取って使用する。

幾つかの活性炭試料について、異なる吸着温度、振とう回数でメチレンブルー吸着性能を測定した結果を、次の解説表 3 に示す。

なお、メチレンブルー吸着性能は通常 10 mL/g 刻みで表すが、ここでは参考データのため 1 mL/g 刻みで表している。

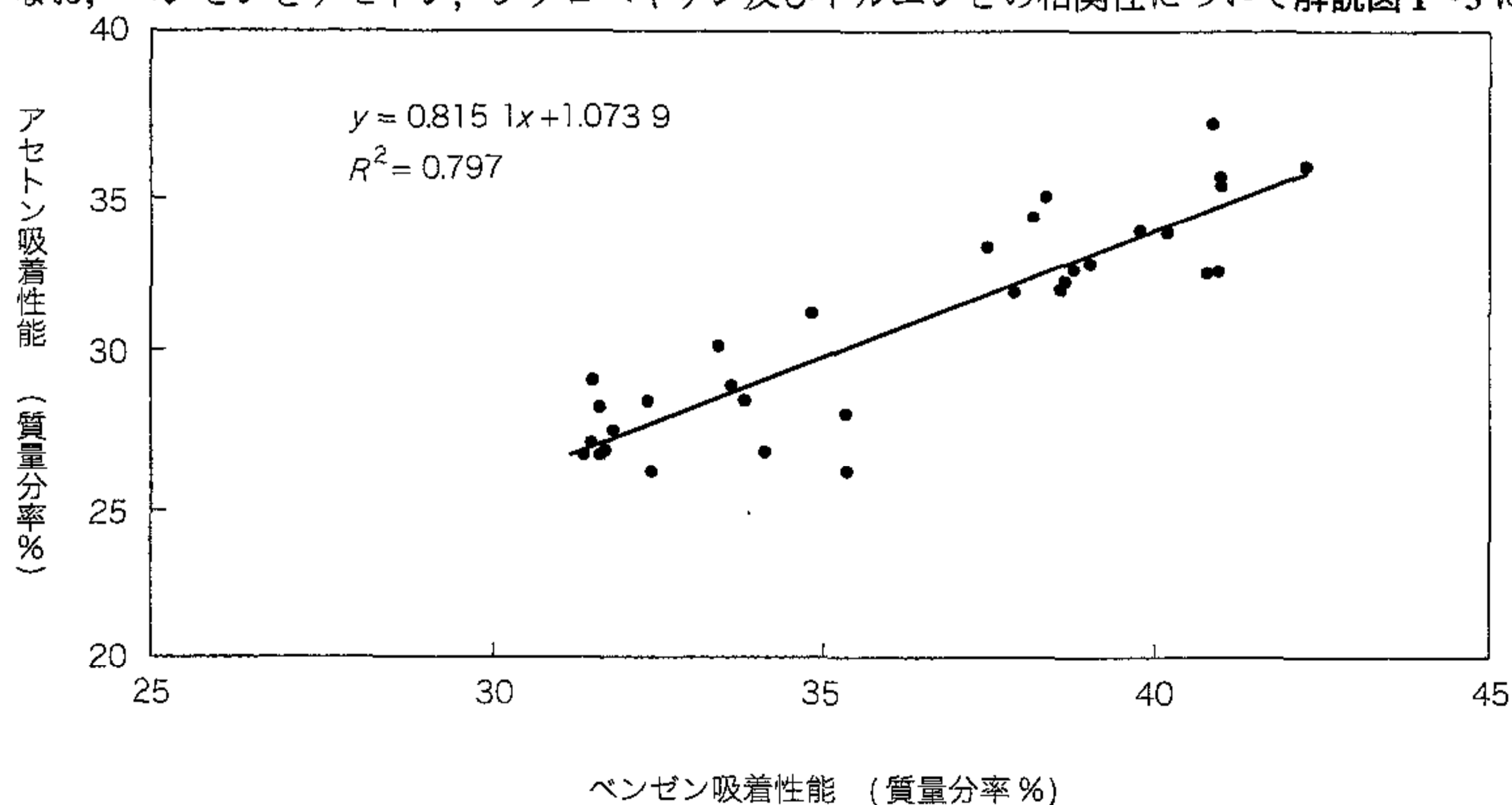
解説表 3—吸着条件の違いによるメチレンブルー吸着性能の比較データ

試験条件		メチレンブルー吸着性能 (mL/g)			
吸着温度 (°C)	振とう回数(回/分)	サンプル A	サンプル B	サンプル C	サンプル D
15	100	149	195	63	141
	150	150	197	66	147
	200	150	197	66	148
25	100	166	206	72	159
	150	166	210	74	160
	200	165	209	75	162
35	100	179	204	80	170
	150	184	216	83	173
	200	181	212	83	174

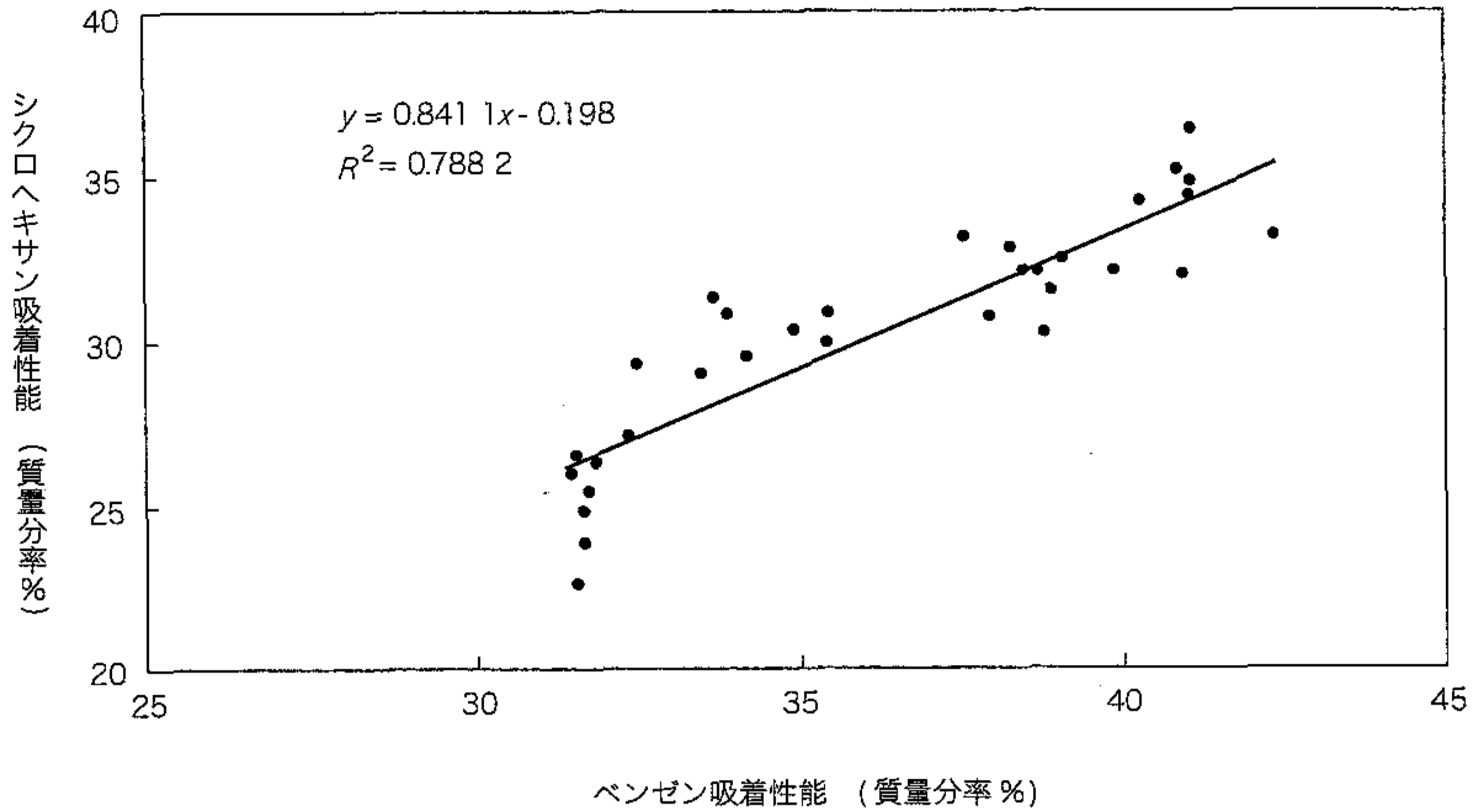
解説表 3 に示すとおり、振とう回数による吸着性能の測定値にはほとんど差が見られないが、吸着温度によって吸着性能が異なる。このため、吸着性能を測定する場合は、25 °C 付近の室温が望ましく、特に必要な場合は、恒温振とう機を使用することが望ましい。

- d) 6.1.2 溶剤蒸気の吸着性能 この項目は、溶剤蒸気を含む空気を試料に通し、質量が一定になったときの試料の増量から平衡吸着性能を求めるものである。この試験に用いる溶剤は、旧規格である JIS K 1474:1999 (追補 1) と同じである。追補改正のときに溶剤蒸気の吸着性能の試験に用いる試薬 (例として示されているもの。) を有害性の低い試薬に変更しているが、今回の改正において、環境衛生上好ましくないとされている四塩化炭素とベンゼンを使用しないようにした。溶剤蒸気の吸着性能の指標として広く用いられてきたベンゼンは、アセトン、シクロヘキサン及びトルエンとの高い相関性が認められ、これら 3 種類の試薬の吸着性能からベンゼン吸着性能への読み替え、又はその逆についても可能であることから、今回の改正でベンゼンを削除することとした。

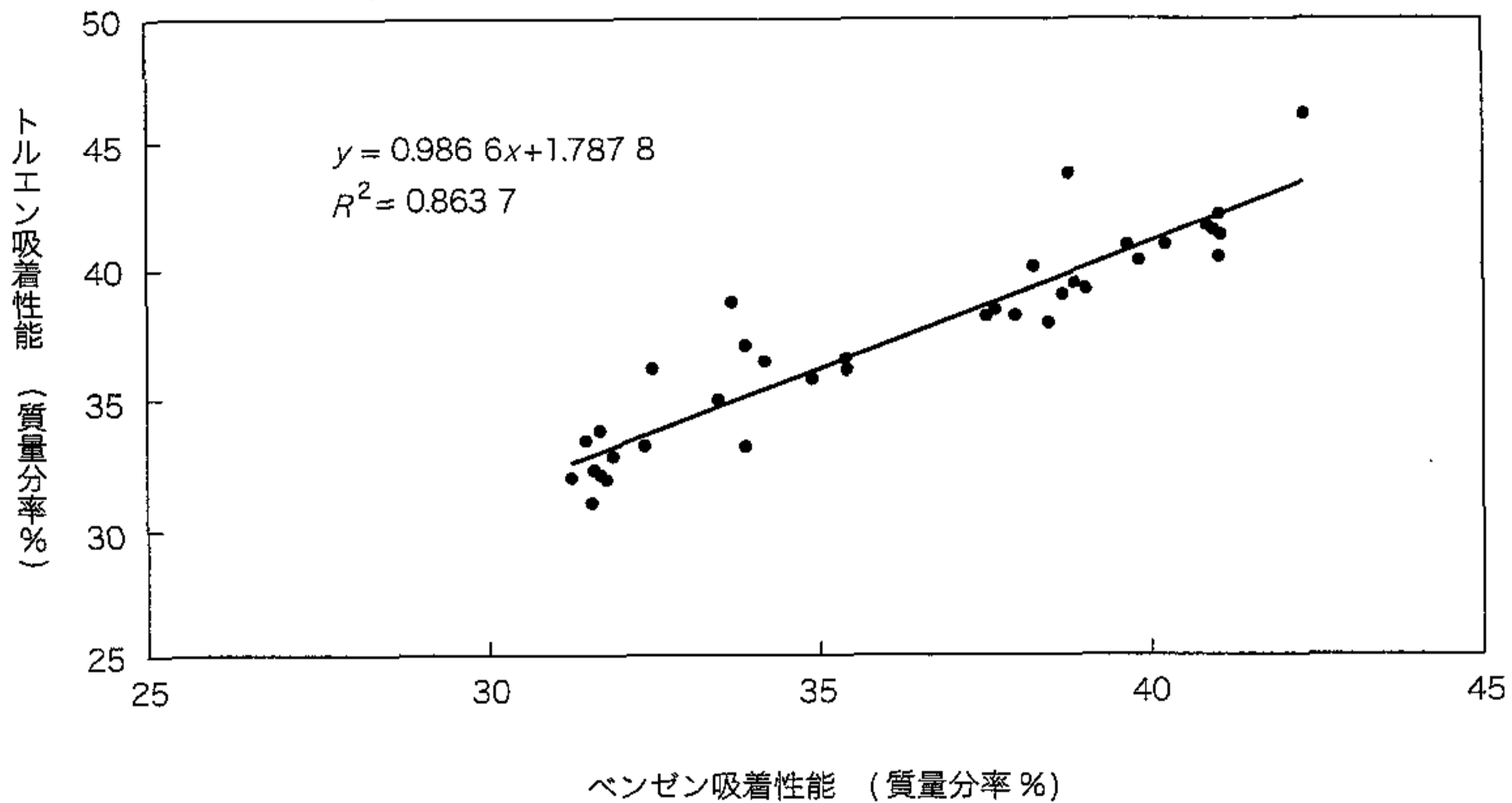
なお、ベンゼンとアセトン、シクロヘキサン及びトルエンとの相関性について解説図 1~3 に示す。



解説図 1—ベンゼンとアセトンとの関係



解説図 2—ベンゼンとシクロヘキサンとの相関性



解説図 3—ベンゼンとトルエンとの相関性

- e) **6.2 カラメル脱色性能** この項目は、カラメル試験液を吸着させ、ろ液とカラメル試験液の吸光度とからカラメル脱色性能を求めるものであり、本体の 6.1.1 と同様に振とう機の規定を変更した。

幾つかの活性炭試料について、異なる吸着温度、振とう回数でカラメル脱色性能を測定した結果を、次の解説表 4 に示す。

なお、解説表 4 中のサンプル A は薬品賦活性炭で、サンプル B~E は水蒸気賦活性炭である。

解説表 4—吸着条件の違いによるカラメル脱色性能の比較データ

試験条件		カラメル脱色性能 (%)				
吸着温度 (°C)	振とう回数(回/分)	サンプル A	サンプル B	サンプル C	サンプル D	サンプル E
21.8	100	96.3	97.2	92.1	86.0	95.0
	200	96.8	97.6	92.4	86.4	95.5
	250	96.7	97.1	93.6	86.7	95.8
22.5	100	96.5	97.2	93.5	86.3	95.4
	200	97.1	97.1	93.2	85.7	95.2
	250	97.1	97.1	93.7	87.7	95.5
23.2	100	96.8	97.0	92.7	87.1	94.6
	200	97.0	97.2	93.3	86.8	95.5
	250	96.4	96.8	93.3	86.7	95.1

解説表 4 に示すとおり、カラメル脱色性能の測定値は、振とう回数にほとんど影響を受けないことから、本体の 6.1.1 と同様に振とう機の規定を変更した。

- f) **6.3 粒度** この項目は、粒状活性炭の粒度を規定するものである。ここで規定する粒度とは、その試料の全質量に対する特定の粒径範囲の質量分率%を示す。一般的に、その試料が示す粒度範囲の上限の目開き上の粒度及び下限の目開き下の粒度、又は上限と下限の目開きの間の粒度を用いて、その試料の粒径範囲を示すことができる。一例を、次に示す。

例 試料が示す粒度範囲が 0.18~1.70 mm の場合、次のいずれかによって示す。

1.70 mm 上 0.7 質量分率%, 0.18 mm 下 0.1 質量分率%

0.18~1.70 mm 99.2 質量分率%

また、この粒度範囲の下限の目開きに対応する目開きよりも一段階小さい目開きのふるいから、上限の目開きに対応する目開きよりも一段階大きい目開きまで段階的に 6~7 個のふるいで測定した粒度から、本体の 6.4 で規定する粒度分布を求めることができる。

なお、添着炭の含水率が高い場合、又は添着した物質が揮発性をもつ場合は乾燥時に質量の減少が大きいため、乾燥操作を省略することができることとした。

- g) **6.4 粒度分布 (有効径, 均等係数及び平均粒径)** この項目は、粒度測定結果から粒度分布 (有効径, 均等係数, 平均粒径) を求めるものであり、今回の改正で平均粒径について規定した。平均粒径は種々の方法で算出されるが、代表的なものとして 50 % 粒径 (=D50, メジアン径), 質量平均粒径, 調和平均粒径を例示した。また、旧規格では、均等係数の意味について均等係数が 1 に近いほど“良好な粒度分布を示す”と説明していたが、この主観的表現を“粒度分布の幅が小さくなる”と改めた。
- h) **6.5 硬さ** この項目は、粒状活性炭の機械的強度を測定するものであり、磨耗強度 (一部衝撃強度) を表す方法である。活性炭の硬さは、静置状態で使用するときの再生を繰り返す場合、また、流動又は振動状態で使用する場合に重要である。

この試験方法では、試料を硬さ試験用皿の中で 30 分間振とうした後、粒度表示範囲の下限に対応するふるいの目開きの 2 段下のふるいでふるい分けるが、ASTM D 3802-79 では、2 段下のふるいの代わりに 1/2 の目開きのふるいを用いるため、この試験方法より高い値が得られる。

なお、鋼球は JIS B 1501 (玉軸受用鋼球) に規定する玉軸受け用を使用するとよい。

- i) **6.6 発火点** この項目は、粒状活性炭充てん層に空気を送りながら加熱昇温して発火するときの温度を求め、活性炭の発火点を規定するものである。発火点の試験方法として、この規格と同様の加熱空気送風-温度測定方法は、ASTM D 3466-76 があり、発火・燃焼による急激な質量減少によって発火

点を求める熱重量 (TG) 分析法もある。しかし、試験装置、試験条件、試験方法が異なれば測定結果も異なり、それぞれの相関性も得られていない状況である。

発火点は、従来粒状活性炭が対象であったが、近年排ガス処理に粉末活性炭が使用されることがあるため、粉末活性炭にもこの試験方法が適用できるように規定内容を追加した。

活性炭は、使用時に被吸着質の吸着熱又は反応熱（重合、分解、酸化などによるもの）などによって活性炭の温度が上昇し、吸着質が発火したり、活性炭本来の発火点より低い温度で発火することもある。

- j) **6.7 充てん密度** この項目は、活性炭の単位体積当たりの質量を規定するものである。粒度の項で解説した理由と同様に、添着炭に限っては乾燥操作を省略することができる。

今回の改正に当たり、粒子径（50 %粒径）が 5 mm 以上に対する充てん密度の測定方法として、大粒用手動充てん法を追加した。粒子径（50 %粒径）5 mm 以上のような大粒の活性炭の充てん密度を測定する場合、粒子径に対して測定容器の径が小さいと実際の使用時の容器での充てん密度とのかい（乖）離が大きく弊害が生じるため、粒子径に応じたメスシリンダーを使用する必要がある。このため、測定条件については受渡当事者間で協定することを規定した。

- k) **6.8 乾燥減量** この項目は、乾燥減量を規定するものであり、この試験方法で得られる乾燥減量のほとんどは水分である。このため、乾燥減量を求める計算は湿潤基準（乾燥前の試料を基準にする）で算出される。

活性炭は、使用目的によっては発じんを抑制するため、含水調製されたものが取り扱われている。

この規定項目の内容は、旧規格からの変更はない。

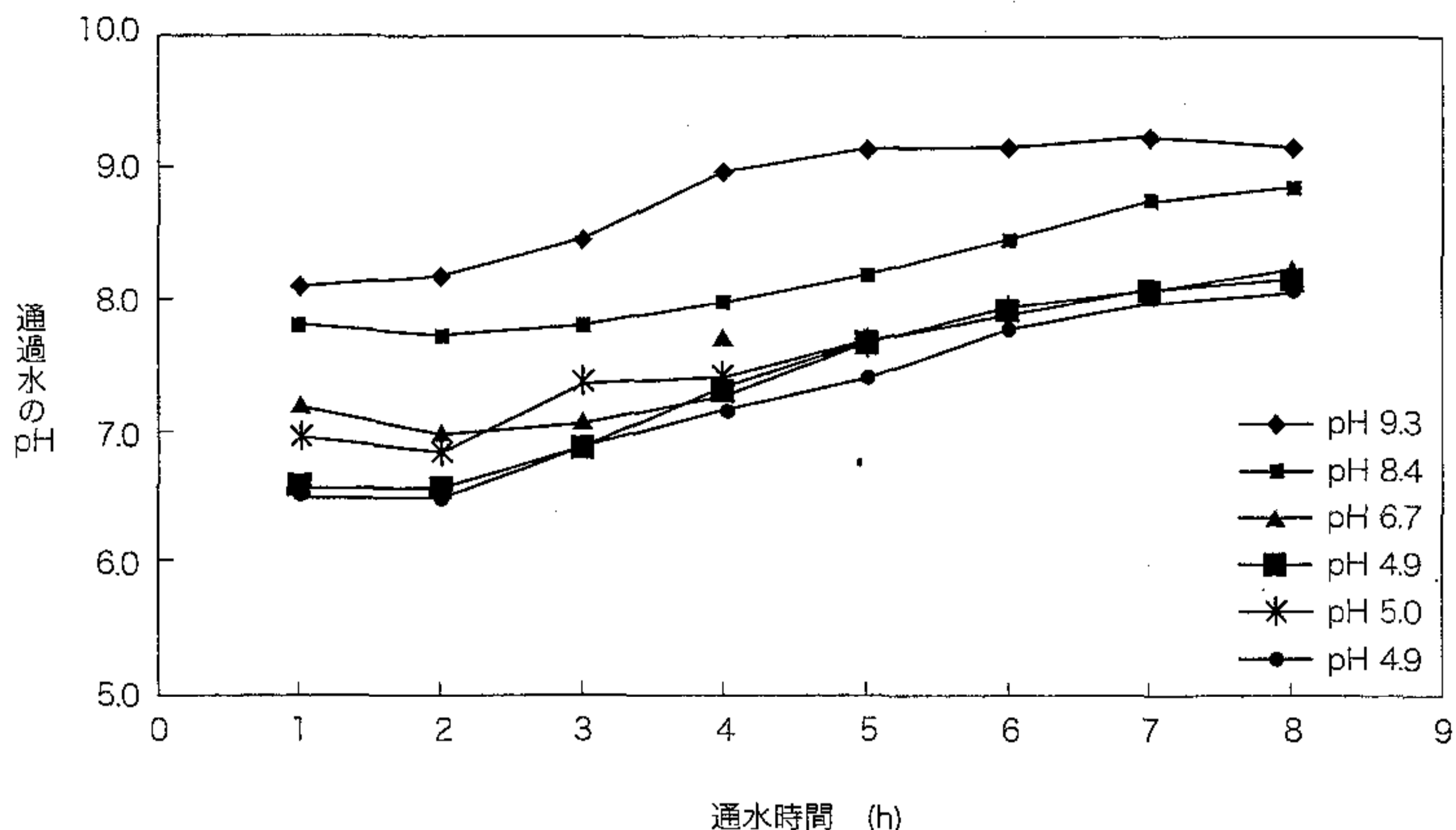
- l) **6.9 強熱残分** この項目で規定する強熱残分とは、活性炭中の灰分を規定するものである。一般に活性炭の強熱残分は、吸着性能にはほとんど影響を及ぼすことはないが、食品、醸造、医薬品、糖類などの精製、触媒又は触媒担体並びに浄水の用途では弊害を与えることもあり、あらかじめ脱灰精製されたものが用いられている。

この規定項目の内容は、旧規格からの変更はない。

- m) **6.10 pH** この項目は、活性炭の懸濁液（水抽出液）の pH を測定するものである。今回の改正では、使用する pH 計を JIS Z 8802 に規定する II 型から 0～II 型に変更し、より高精度の pH 計の使用も可能とした。また、使用するガラス容器が 200 mL 三角フラスコに限定されていたものを利便性を考慮し、100～200 mL のビーカー、トールビーカー、三角フラスコが使用できるように変更した。

一般に、pH は活性炭の製造条件によって異なり、精製の度合いの指標とみなされることがあるが、活性炭使用のときに、pH の影響が大きい場合は事前に pH を調整した活性炭を用いている。

この項目での測定値と実際に活性炭を使用したときの水（液）の pH は、水（液）の性状、使用条件によって異なるのが一般的である。一例として、pH の異なる粒状活性炭の充てん層に水道水を流したときの通過水の pH を解説図 4 に示す。



解説図 4-カラム通水試験 (乾燥品) 活性炭の pH による影響

注記 試験条件は、次のとおり。

カラム : 直径 28 mm, 充てん高さ 80 mm

水道水 : pH 7.2

SV (空間速度) : 6/h

出典 : 第 47 回全国水道研究発表会 (4-38) (平成 8 年)

- n) **6.11 塩化物** この項目は、活性炭から水で抽出される塩化物を測定するものであり、今回の改正に当たりイオン電極法を新たに規定した。イオン電極法は、希薄な濃度の測定は困難であるが、迅速に測定できる特色をもち、電極の改良と相まって急速に使用されつつある分析方法である。

この項目では、現状の分析機器の普及状況に合わせ、利用できる分析機器を追加し、より広範囲のものを利用できるように規定した。

- o) **6.12 鉄** 今回の改正に当たり、機器分析の多様化に対応して高性能な分析機器を利用できるように、引用した JIS K 0102 に採用されている誘導結合プラズマ発光分光分析法 (ICP 発光分光分析法) を追加した。

- p) **6.13 亜鉛, 6.14 カドミウム, 6.15 鉛及び 6.16 ひ素** これらの重金属成分を測定するに当たり、試料溶液の調製は旧規格同様に食品添加物公定書によっているが、当該公定書が 7 版に改訂されていることから改訂内容に合わせて見直しを行った。また、分析方法については、JIS K 0102 を引用した。

旧規格では、ひ素については試験方法としてフレイム原子吸光法が規定されていたが、検出限界が亜鉛及びカドミウムに対して一けた落ちることから他の重金属成分の分析精度とのバランスをとるため今回の改正では採用しなかった。

7 懸案事項

審議中に問題となったひ素の吸光光度法の使用溶媒であるクロロホルムを含め、亜鉛、カドミウム、鉛、の重金属測定項目は、試料溶液の調製を食品添加物公定書によって、分析方法は JIS K 0102 を引用していることから、これらが改正された場合はそれぞれの項目についても見直しを行う必要がある。

8 その他

活性炭とは、高い吸着能力をもつ、主成分が炭素の多孔質固体のことであり、有機質原料を炭化・賦活して製造され、内部に発達したマイクロ細孔をもっている。このため、一般的にはよう素吸着性能が 800 mg/g 以上の吸着能力をもつが、特定物質に対する吸着能力及び吸着選択性を増すために、よう素吸着性能を 800 mg/g 以下（例えば、500 mg/g 程度）に細孔を特別に制御したもの、酸、アルカリ、金属塩類などの薬品を活性炭に含浸、担持したもの（添着炭）もある。

9 原案作成委員会の構成表

原案作成委員会の構成表を、次に示す。

活性炭試験方法 JIS 原案作成委員会 構成表

	氏名	所属
(委員長)	安部 郁夫	大阪市立工業研究所
(委員)	清田 健二	財団法人日本規格協会
	白坂 建吾	武田キリン食品株式会社
	磯部 卓	東レ株式会社
	田中 俊介	日本ヘルス工業株式会社
	村上 弘志	三菱化学株式会社
(主査)	○ 野呂 忠民	株式会社ツルミコール
	○ 高阪 務	フタムラ化学株式会社
	○ 毛利 元哉	日本エンバイロケミカルズ株式会社
	○ 大西 寛二	三菱化学カルゴン株式会社
(事務局)	金古 博文	日本無機薬品協会

注記 ○印は、分科会委員を示す。

活性炭試験方法 JIS 原案作成委員会分科会 構成表

	氏名	所属
(主査)	野呂 忠民	株式会社ツルミコール
(委員)	高阪 務	フタムラ化学株式会社
	毛利 元哉	日本エンバイロケミカルズ株式会社
	大西 寛二	三菱化学カルゴン株式会社
	阿部 進	クラレケミカル株式会社
	天本 和馬	カーボンテック株式会社
	榊原 吉延	株式会社キャタラー
	可児 良弘	太平化学産業株式会社
	白石 建三	セラケム株式会社
(事務局)	金古 博文	日本無機薬品協会
	辻本 浩一	日本無機薬品協会

(文責 野呂 忠民)

★内容についてのお問合せは、規格開発部標準課 [FAX(03)3405-5541 TEL(03)5770-1571] へご連絡ください。

★JIS 規格票の正誤票が発行された場合は、次の要領でご案内いたします。

(1) 当協会発行の月刊誌“標準化ジャーナル”に、正・誤の内容を掲載いたします。

(2) 原則として毎月第3火曜日に、“日経産業新聞”及び“日刊工業新聞”のJIS発行の広告欄で、正誤票が発行されたJIS規格番号及び規格の名称をお知らせいたします。

なお、当協会のJIS予約者の方には、予約されている部門で正誤票が発行された場合、自動的にお送りいたします。

★JIS規格票のご注文は、出版事業部出版サービス第一課 [TEL(03)3583-8002 FAX(03)3583-0462] 又は下記の当協会名古屋支部、関西支部におきましても承っておりますので、お申込みください。

JIS K 1474
活性炭試験方法

平成19年6月20日 第1刷発行

編集兼
発行人 島 弘 志

発行所

財団法人 日本規格協会

〒107-8440 東京都港区赤坂4丁目1-24

<http://www.jsa.or.jp/>

札幌支部	〒060-0003	札幌市中央区北3条西3丁目1 札幌大同生命ビル内 TEL (011)261-0045 FAX (011)221-4020
東北支部	〒980-0811	仙台市青葉区一番町2丁目5-22 穴吹第19 仙台ビル内 TEL (022)227-8336(代表) FAX (022)266-0905
名古屋支部	〒460-0008	名古屋市中区栄2丁目6-1 白川ビル別館内 TEL (052)221-8316(代表) FAX (052)203-4806
関西支部	〒541-0053	大阪市中央区本町3丁目4-10 本町野村ビル内 TEL (06)6261-8086(代表) FAX (06)6261-9114
広島支部	〒730-0011	広島市中区基町5-44 広島商工会議所ビル内 TEL (082)221-7023 FAX (082)223-7568
四国支部	〒760-0023	高松市寿町2丁目2-10 JPR 高松ビル内 TEL (087)821-7851 FAX (087)821-3261
福岡支部	〒812-0025	福岡市博多区店屋町1-31 グヴィンチ博多内 TEL (092)282-9080 FAX (092)282-9118

Printed in Japan

NH/H

JAPANESE INDUSTRIAL STANDARD

Test methods for activated carbon

JIS K 1474 : 2007

(JICIA/JSA)

Revised 2007-06-20

Investigated by
Japanese Industrial Standards Committee

Published by
Japanese Standards Association

定価 3,045 円 (本体 2,900 円)

ICS 71.060.10

Reference number : JIS K 1474:2007(J)