

化学参考资料 6



工業用水分析法

後藤 隼 次

33 34

目次

1	試料採取法	1
2	時の記載事項	1
3	PH 及び RPH	1
4	アルカリ度	1
5	容存酸素	2
6	鉄イオン (Fe^{2+} および Fe^{3+})	4
7	塩素イオン	5
8	亜硝酸イオン	6
9	硫酸イオン	7
10	アンモニウムイオン	7
11	ナトリウムイオン	8
12	カリウムイオン	10
13	カルシウムイオン	10
14	マグネシウムイオン	11
15	全硬度	12
16	ケイ酸	12
17	過マンガン酸消費量	14
18	リン酸イオン	15

1. 試料採取法

1.1 河川水、湖沼等

河川、湖沼及び、掘井戸で採水器を使用して採取する場合には、採水器を密栓したまま、適当な水面下の位置に係掛したのち、栓を開いて試料を採取する。

1.2 ポンプ井戸

連続運転していない井戸については少なくとも30分間揚水したのち試料を採取する。又水道及び水層より採取する場合には5~10ℓ放出後採取する。

1.3 試料採取量

ボーリ瓶2本(全量1.34ℓ)

2. 試料採取時の記載事項

2.1 採取箇所の名称

2.2 年、月、日

2.3 水源(深井戸、浅井戸、表流、伏流等の別)

2.4 水質状態(揚水ポンプの形及び試料採取箇所、自噴井等)

2.5 採取時の試料の外観(臭気、濁り、味、色)

2.6 水温(0.1度目盛の水銀温度計を用いる。)

2.7 天候(前日、当日)

3. PH及びR_pH

3.1 PH

3.1.1 電極法

測定は現在のところ電極が着色又は、その他の理由により比色の出来ない場合について用いている。^{<注1>}

3.1.2 比色法

指示薬が一定の着色を示すのを利用して標準液と比較して測定する方法である。試料は比色用試験管に5mlに対し指示薬0.25mlを加え、直ちに比色瓶に入れて比色する。精度は、0.1まで測定出来る。

3.2 R_pH

試水を大量に対して平衡状態とした場合に示すPHで試料を比色試験管に取り、良く振り混ぜ、炭酸ガスなどを追出した後、指示薬を加えPHと同様に比色測定する。

<注1> 炭酸ガス、コロイド物質、遊離塩素、酸化剤及び還元剤などが含まれる場合。

<注2> S, Z, K, 水素イオン PH比色計

4. アルカリ度

水に含まれている水酸化物、炭酸塩、又は、重炭酸などのアルカリを中和するのに要する酸の量をアルカリ度という酸の PPM^{<注1>} 又は、これに相当する炭酸カルシウムの PPM^{<注2>} をもって表わす。硬水である軟水の標準液で滴定する場合硬水の PH が多くなるまで滴定するに要する酸量は硬水中に含まれる水酸化物の全量と炭酸塩の半量との和に相当するもので、これを Pアルカリ度、又は PH が 4 になるまで滴定するに要する酸量は全アルカリ度に相当するものでこれを Mアルカリ度という。

4.1 アルカリ度

4.1.1 測定法

フェノールフタレイン混合指示薬を用いて測定するアルカリ度で、検水 100ml を正確にビーカー又は、錫製ビーカーに取り、フェノールフタレイン混合指示薬 2~3 滴を加える。此の検水が紫色を呈するときは、炭酸塩か、水酸化物が存在するためであるから %硫酸標準溶液で滴定し、紫色を呈する点を終点とする。

4.1.2 算出法

$$P_1 = a \times \frac{1}{50} \times \frac{1000}{S} \qquad P_2 = a \times \frac{1000}{S}$$

P_1 : Pアルカリ度 (e PPM)^{<注1>} P_2 : Pアルカリ度 (CaCO₃ PPM)
 S : 検水採取量 (ml) a : 硫酸の ml 数

4.2 Mアルカリ度

4.2.1 測定法

検水 100ml を正確にビーカー又は、錫製ビーカーに取りメチルレッド混合指示薬を 2~3 滴加える。この時検水が青色を呈するときは水酸化物、炭酸塩又は、重炭酸が存在するためであるからよく振りまぜながら %硫酸標準溶液で滴定し、検水が灰色 (PH4.8) を呈するところを終点とする。

4.2.2 算出法

$$M_1 = a \times \frac{1}{50} \times \frac{1000}{S} \qquad M_2 = a \times \frac{1000}{S}$$

M_1 : Mアルカリ度 (e PPM) M_2 : Mアルカリ度 (CaCO₃ PPM)
 S : 検水採取量 (ml) a : 硫酸の ml 数

<注1> ミリグラム当量
 <注2> 1 升中のミリグラム

5. 溶存酸素

溶存酸素とは、水中に溶解している酸素を言う。^{<注1>}
 水中に還元性物質が共存しない場合は、L.W. Winkler 法を用い、還元性物質が共存する様な場合には重炭酸カルシウムと硫酸で炭酸ガスを発生させて、そのガスを利用

<注2>

にて定量する方法が適用される。

5.1 L.W.Winkler 法

5.1.1 要 旨

塩化マンガン濃溶液と水酸化ナトリウム濃溶液とを種水中で作用させる。はじめに生じた水酸化マンガンの白色沈殿が、溶解している酸素と反応してメタ亜マンガン酸 (H_2MnO_3) となるが、次にこの溶液を酸性にして次化カリウム溶液を用いると酸素を遊離するのでこの酸素を、チオ硫酸ソーダの標準溶液で滴定し、これから酸素量を求める。

5.1.2 試薬及び器具

● 塩化マンガン溶液

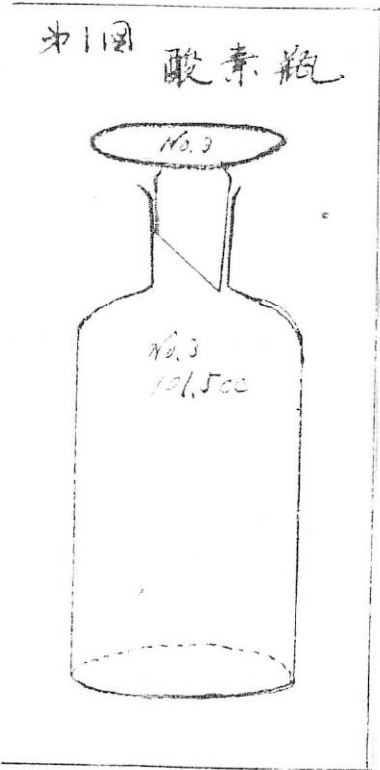
鉄を含まない塩化マンガン ($MnCl_2 \cdot 4H_2O$) 200g に濃塩酸 2ml を加えて 500ml の水に溶解する。

● 水酸化ナトリウム+次化カリウム溶液

水酸化ナトリウム 180g を 500ml の水に溶解しこの中に次化カリウム 50g を溶解する。

● 澱粉溶液 0.1%

● 酸素瓶



普通の瓶と違う点は第1図に示すように、其瓶の下部を斜めに切落してあること、栓の廻り合せを前分によくして、水を瓶の口まで満たして栓をすると少しも気泡を混入することなく水を採取することが出来る様になっていることなどである。瓶の内容積は約 100ml であるが、正確な容積は 0.1ml の精度で管筒に記入してあるから、栓は他の瓶のと同量へまづそれに番号をよく見てから栓をする。

5.1.3 分 析 方 法

種水を採取するのにホソフス又は、採水器の流出口にゴム管を附して、その方を酸素瓶の蓋に入水静かに水を流しこみ瓶の内部を試水で洗淨し、つぎに同じ操作を繰返して水が瓶の口から出る様にして少し流出させ少しつつゴム管を静かに取り去る。次に塩化マンガン溶液を 1ml ノスロベットで 0.5ml を出来るだけ瓶の底へ注入し、残りの 0.5ml は捨てる。次に水酸化ナトリウム+次化カリウム混合溶液を盛

化マンガン注入と同様に0.5 ml注入する。試薬の注入にあたっては気泡が入らない様に注意する。両液の注入後栓の下に気泡が入らない様にして手早く密栓する。次に栓を握る上下に2回乾倒を繰返しかきまぜて、沈殿と水とを良く混合させた後、1〜2時間放置し沈殿を液の底に沈降させる。その沈殿を傾斜法によって上部液を捨てた後、重試(試1) 5mlを加えて沈殿を溶解すると沈殿を溶解する。この沈殿を高チオ硫酸ナトリウム標準液で、硫黄溶液を指示薬として滴定する

5.1.4 算 出 式

$$0.08 \times n \times \frac{1000}{n-1} = 80 \times \frac{n}{n-1} \text{ mg/l}$$

$$0.05597 \times n \times \frac{1000}{n-1} = 55.97 \times \frac{n}{n-1} \text{ mg/l}$$

n : 高チオ硫酸ソーダの滴定量 ml V : 試液の容積

・ $\frac{1}{100}$ N 高チオ硫酸ナトリウム標準液の 1 ml は、酸素 0.045 原子、即ち 0.036g の酸素(O₂)に相当する。

・ 酸素の 0.045 原子の代りに標準状態における 0.045 原子に相当する。酸素 0.08 mg が 0.0045 原子に相当する。

・ 0.1 ml の差引く事は試薬をそれぞれ 0.5 ml ずつ加えるための、実際には 1 ml の差引く必要があるものと考えらるからである。

<注1> 重試水素、重硫酸ガス、カー鉄イオンなど

<注2> ガス水分測定参照

6. 鉄イオン (Fe²⁺ および Fe³⁺)

6.1 要 旨

第一鉄と第二鉄イオンの混合する場合は、始め酸性で第一鉄イオンと α-D-ピロリジンで比色測定し、次に別の検水を取り、重硫酸ナトリウム溶液で第二鉄イオンを第一鉄イオンに還元し、前と同じく α-D-ピロリジンによって鉄の総量と、始めの第一鉄イオンとの差から第二鉄イオンを算出する。

6.1.1 試 薬

- ・ α, α' ピロリジン <注2> 0.1% 水溶液
- ・ 検水溶液第一鉄用 { 6 N 酢酸ナトリウム溶液
27.2 g を水 500 ml に溶解する。
- ・ 検水溶液第二鉄用 { 6 N 酢酸ナトリウム溶液
500 ml 中に 6 ml の水酢酸を加えた溶液。
- ・ 第一鉄イオン標準溶液

硫酸第一鉄アンモニウム (FeSO₄(NH₄)₂SO₄ · 6H₂O) 0.7022 g をビーカー (容量 300 ml) に正確に秤とり水 100 ml を加えて溶解し、更に濃硫酸 20 ml

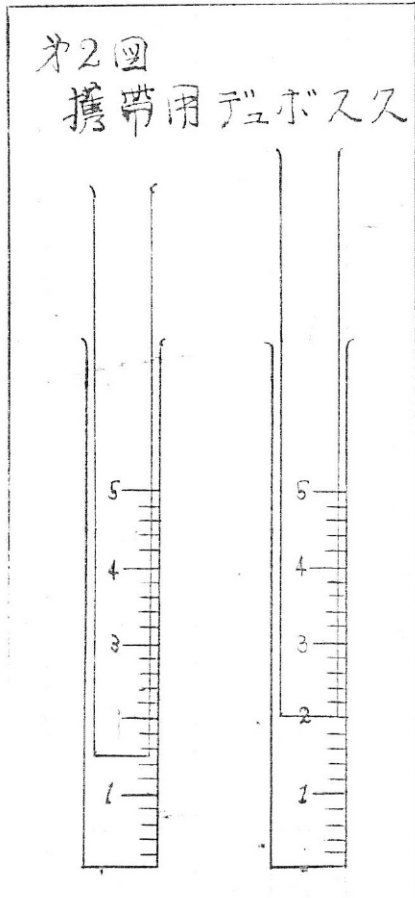
を加えた後、溶液を1ℓのメスフラスコに移し、水で標線まで調う。この溶液1mℓは0.1mgの鉄に相当する。

亜硫酸ナトリウム溶液

1%水酸化ナトリウム溶液を作り、それに適量の試験マンガンを加えてマンガン溶液として、更に過酸化水素水を加えて湯皿上で1日中に5~6回過酸化水素水を加え、鉄などを沈殿させる。過酸化水素水の蒸発しない少時間静置後、口過する。その溶液に無水亜硫酸ナトリウムに濃硫酸を加えて発生させた亜硫酸ガスを通ずる。

6.1.2 分析方法

溶液を試験管に10mℓ採取し、ホー鉄用緩衝溶液を1mℓと、次に0.1%チロシド0.1mℓを加えて振り混ぜ、5~10分間放置した後赤色を呈したら標準溶液と比色する。ホー鉄イオンの定量は別の試験管に試料10mℓを採取し、塩酸(1+1)1滴と還元剤1滴を加え、よく振り混ぜてホー鉄を還元する。次に全鉄用緩衝溶液1mℓと0.1%チロシド0.1mℓを加えて振り混ぜ、ホー鉄と同様に比色定量する。標準溶液は定量と同じ様に処理して、0.05, 0.10, 0.50PPM相当のものを発色させて、標準用ホースク比色計(ホー図参照)で比色定量する。又標準用光電比色計を使用すれば一層精密な定量も可能である。



6.1.3 算出式

- A ホー鉄イオン数値, PPM, Fe^{2+}
 - B 全鉄イオンの数値, PPM, Fe^{2+}, Fe^{3+}
 - C ホー鉄イオンの数値, PPM, Fe^{2+}
- $B - A = C$

(注1) 亜硫酸ナトリウム溶液の代りにビタミンCを用いる等もある。

(注2) 水50°C以下の温度で溶解する。

以上これまで述べた成分は少なくとも現地雨水直後分析を行わないと値が異なり、余り意味が乏しい結果となりやすい。

7. 塩素イオン(Cl^-)

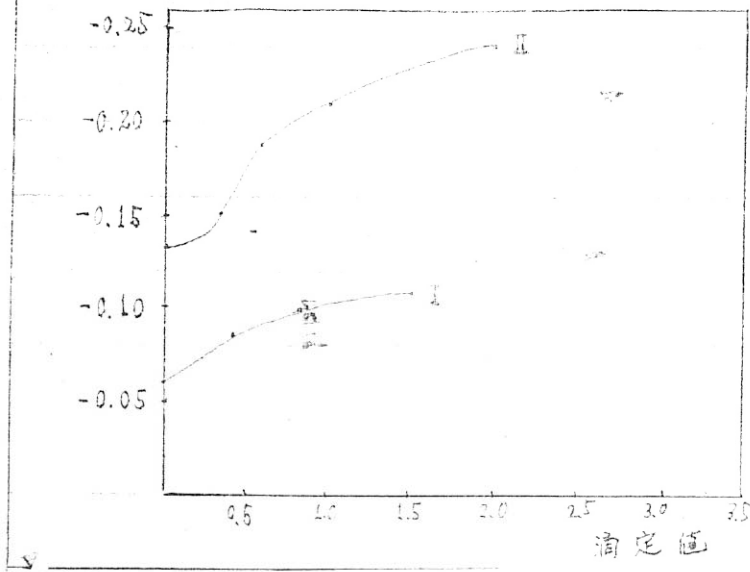
7.1 要旨

Mohr法でクロム酸カリウムを指示薬として $\frac{N}{10}$ ~ $\frac{N}{50}$ の硝酸銀溶液で滴定する手法である。硝酸銀溶液の濃度がその1mℓが Cl^- 1mg以下の場合には測定値を補正する必要がある(ホー図参照)

第3回

塩素イオン滴定補正曲線

I 検水 20ml II 検水 50ml



7.1.1 分析方法
 検水をビーカーに
 100ml 正位に採取し
 クロム酸カリウム
 (10%) 2~3滴加え
 $\frac{N}{10}$ 硝酸銀溶液と1滴
 ずつ注意して滴加し、
 微かに褐色を認めたら
 によく攪拌し、数分
 間経っても色が着か
 ぬ度をもって終点と
 する。終点の識別が
 難しいときは別のビ
 ーカーで終点前まで
 硝酸銀溶液を加え、
 同量の試水の量と比
 較しながら滴定を行

うとよい。

7.1.2 算式

$$A = 0.71 \times a \times \frac{1000}{S}$$

S : 検水の量 a : 滴定を要した硝酸銀溶液 ml 数

A : Cl (PPM)

$\frac{N}{10}$ AgNO₃ 1ml は 0.71 mg の Cl に相当する。

8. 亜硝酸イオン (NO₂)

8.1 要旨

水中の亜硝酸イオンにα-ナフトールアミンとスルファニル酸を加えて、アゾ色素のピンク色を発色せしめ比色する方法である。

8.1.1 試薬

Grüss - Romijn 試薬 (G, R と略す)

α-ナフトールアミン 1g
 スルファニル酸 10g
 酒石酸 8g

酒石酸を別鉢でよくすりつぶし、それに上記2試薬を加え、よく混合して固く粉を

り、外気にさらさない様にして茶褐色液に貯蔵する。

•標準溶液

亜硝酸ナトリウム 2.50g を水に溶解して 1ℓ としたのを原液として用いる。この溶液 1ml は 1μmol の NO_2^- に相当する。

8.1.2 分析 方法

検水をアンモニア比色管に 20cc 採取し、G.R. 試薬約 0.2g を加えよく振りまぜて溶解させ、20分間放置したのち標準溶液と比色定量する。標準溶液と同様に調整する。本法の定量範囲は 0.01 ~ 0.60 ppm である。

9. 硫酸イオン (SO_4^{2-})

9.1 要 旨

硫酸: の定量は SO_4^{2-} として 10 ppm 以下の場合に比濁法を用い、又 10 ppm 以上の場合は現在のところ硫酸バリウムとして重量法により定量を行う。

9.1.1 比 濁 法

9.1.2 試 薬

•塩化バリウム溶液

塩化バリウム 10g と塩化ナトリウム 59g を水 500ml に溶解する。

•硫酸根標準溶液

硫酸カリウム 0.4814g を水に溶解し 1ℓ にする。本溶液 1ml は硫酸イオン SO_4^{2-} として 0.1μmol にあたる。

9.1.3 分 析 方 法

検水を試験管に 10ml と採取し、硫酸 (1N) を 1滴加え溶液を弱酸性にする。此の溶液を 30℃ 前後に加熱し、塩化バリウム飽和溶液 2 ~ 3滴を加えて十分に振りまぜ、15 ~ 20分間放置した後標準溶液と比濁して定量する。標準溶液は検水と同様に作る。

10. アンモニウムイオン (NH_4^+)

10.1 要 旨

本法は、検水にアルカリ性ヨウ化チオ水銀カリウム溶液<注1>を用させて、褐色の錯塩を生成させ、その色を比色定量する。

10.1.1 試 薬

• アルカリ性ヨウ化チオ水銀カリウム溶液

ヨウ化カリウム 5g を水 5ml に溶かし、これにヨウ化チオ水銀 ($HgCl_2$) 2.5g を熱水 10ml に溶かした溶液を、少量ずつ加えてよく振りまぜ、まじりかたの一部が溶けず (赤色) に残る程度としたのち冷却する。これに水酸化カリウム 15g を水 30ml に溶かした溶液を加え、水を加えて全量を 100 ml とする。さらに上記の塩化チオ水

銀溶液 0.5ml を加えて振り、遠心分離して使用する。

• 薄五酸カリソーダ溶液 ^{<注2>} ($KAlO_2$)

50g を水 100ml の温水に溶解してネスラー試薬を5cc加える。

• アンモニウムイオン標準溶液

塩化アンモニウム 0.2966g を水に溶かして、メスフラスコ 1ℓ に入水、水を加えて全量を 1ℓ とする。本溶液 1ml は 0.1mg のアンモニウム (NH_4^+) に相当する。

10.1.2 分析手法

アンモニア比色管に検水を 20ml 採取し、薄五酸カリソーダ溶液 1ml を加え振りまぜ、次にネスラー試薬を 1cc 加え再び振りまぜる。この際標準液及び空実験も同時にやる。同様に操作した溶液は 80 份後比色定量する。定量範囲は 0.1~1.0ppm であつて、2~3 倍にうすめて定量出来る程度の試料は、本法を適用し得るが、それ以上の量のアンモニアを含む試料は空気を留めを留める ^{<注3>}。

<注> ネスラー試薬と書く。

<注2> ロッシェン蓋と言う。

<注3> ガス水分荷法を参照。

11. ナトリウムイオン (Na^+)

11.1 逆光分析法

11.1.1 概要

本法はナトリウムイオンを含む溶液を噴霧して酸水素炎中に送りこみ、この炎から発する光を分析して 589nm の波長部分を選び、その強さを電光的に直讀し、標準溶液の場合と比較して、ナトリウムイオンを定量する方法である。0.5~10000ppm まで定量出来る。

11.1.2 装置及び測定条件

日立製分光々電光装置 EPD-2A 型に、炎光装置をつけて使用する。スリット幅は 0.1mm、燃料圧は水素 0.2kg/cm²、酸素 0.8kg/cm² にて燃焼する。分析線の波長は 589nm を使用する。

11.1.3 試薬

• 標準溶液の調製

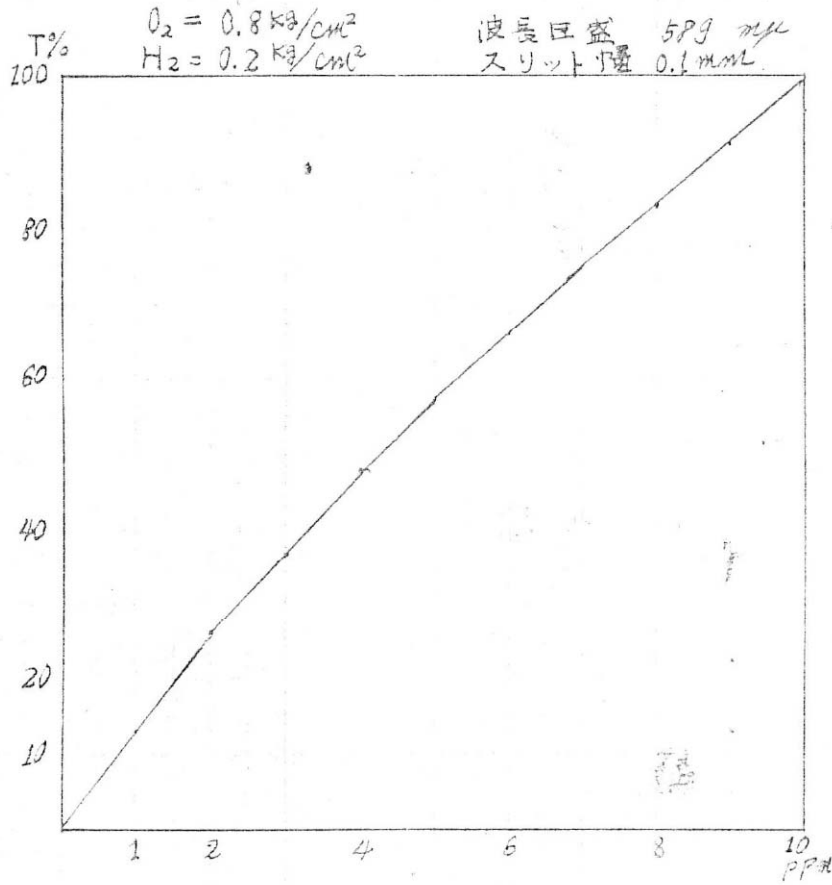
塩化ナトリウムを 500~650℃ に加熱乾燥して 2.5418g を 1ℓ に溶解すると Na^+ の 1000ppm 溶液が出来るとする。この溶液を用いて 1, 2, --- 10ppm の溶液、及び 10, 20, --- 100ppm の溶液を作っておく。

11.1.4 検量線の作成

標準溶液を用いて、1ppm から 10ppm までを 100% とした検量線 4 回を作り、又 10ppm から 100ppm までを 100% とした検量線 5 回を作る。これら 2 つの検

量器を用いて定量する。

第4回 水素リウム検量線 10ppm



1.5 分析方法

水口試液物の多いこと、又 100PPM 以上の値を示す検水は、100PPM 以下の値にするようにすすめる。これらを測定用キューベットに入れ、分光分析装置にかける。検量線と対照して検水中のナトリウムイオンの量を決定する。

①> 検水のナトリウムイオンの全濃度が同一でも、 Na 589 $\text{m}\mu$ の光の透過率は溶液の組成によって変化するから、厳密にはナトリウムを塩化ナトリウムとして溶かすようにしなければならない。

②> 干渉物質の存在は一般に、検水をすすめることにより減少する。

③> 同じ部屋で塵埃、飛煙、噴霧などを発生させたり、また喫煙などしないようにする。

④> 分析者の指、セッケン、試薬、口紙、蒸餾水などから Na が混入されることある。

2 カリウム (K^+)

ナトリウムと同様の装置を用いて測定し、分析線 768 $\text{m}\mu$ の波長を用い、他のナトリウムと同様に検出して測定定量する。標準溶液は塩化カリウムを用いる。検量線は

6図及びその参照

カリウム (Ca^{2+})

① 要旨

カリウム定量は

① 検水指示薬とし

② D.T.A による直

③ 滴法を用いる

④ する。

2.1 分析方法

① 検水 50ml を正確

② 量ビーカーに

③ 取り、 NaOH 化

④ カリウム (5%) を

⑤ 2 ml 加えよ

⑥ 取り混ぜ、次に

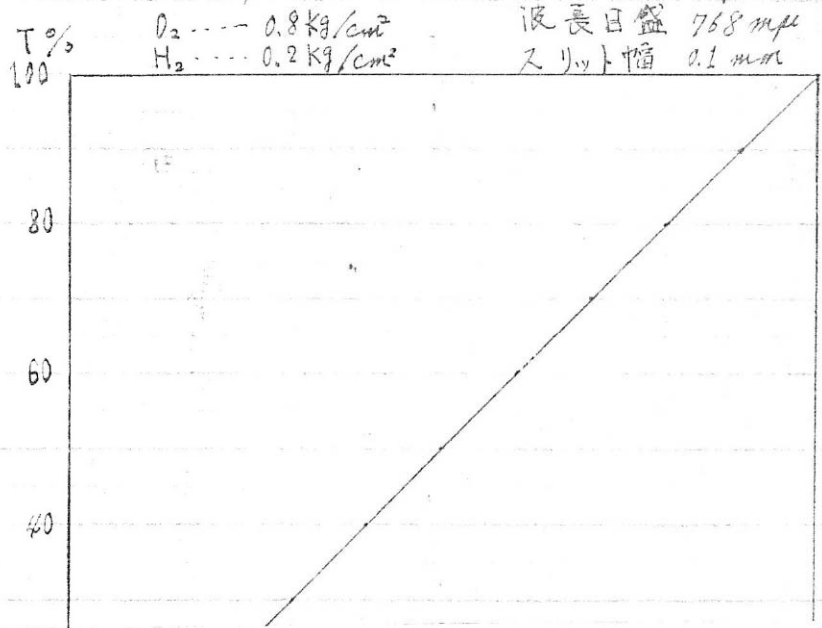
⑦ リエタノールを

⑧ 3 ~ 4

⑨ ml 加え取りませ

⑩ 後、検液 1 N

図6 カリウム検量線 10PPM



水酸化ナトリウム 4~5 ml 加える pH を 12 に調節した後、指示薬、^{<注3>} M X を加え 0.01M の EDTA で滴定を行い、赤色から紫色に変色する点を終^{<注4>}点とする。その滴定量 (aml) でカルシウム^{<注5>}を定量する。

13.1.2 算出式

$$A = a \times 0.4008 \times \frac{1000}{S} \quad (\text{PPM})$$

a: 滴定に要した EDTA ml 数
S: 検水採取量
A: Ca^{2+} PPM

<注1> Fe^{2+} , Ca^{2+} , Zn^{2+} などの有害元素がある場合

を考慮して隠蔽剤を加える。

<注2> Al^{3+} , Mn^{2+} など <注1> と同じである。

<注3> 硫酸カリウムとムレキサイドの混合試薬。

<注4> 蛍光灯を用いると終点が見易い。

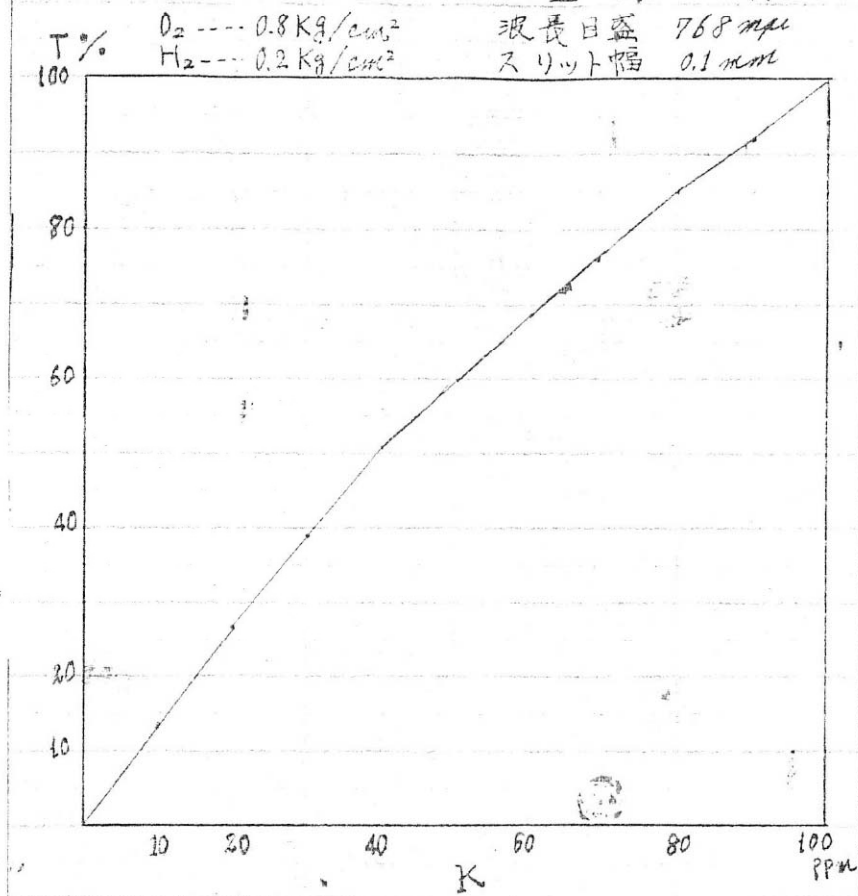
14. マグネシウム (Mg^{2+})

14.1 要旨

マグネシウムもカルシウムと同様に、EDTA を EDTA を指示薬として定量するのであるが、この場合はマグネシウムだけでなく、共存するカルシウムも同時に定量されるので、前記によって定量されたカルシウムを差し引いてマグネシウムの量を算出する。

14.1.1 分析方法

図 7 カリウム検量線 100 PPM



検水をローカーに正確に50ml採取し、カルシウムと同様にシアン化カリウム及びトリエタールアミンなどを初め振り混ぜて、PH10 緩衝液（塩化アンモニウム＋アンモニア水）を3～4mlを加えて、PHを約10に調節した後、EBT指示薬を加え0.01MのEDTAで滴定を行い、赤紫から青色になるまで滴定する。この時消費したEDTAのml数はカルシウムとマグネシウムの含量に相当する。

14.1.2 算 出 法

$$B = (c - d) \times 0.2432 \times \frac{1000}{S} \quad (\text{ppm})$$

a: カルシウムに相当するEDTAのml数(前記の方法で求める。)

b: カルシウムとマグネシウムの含量に相当するEDTAのml数。

S: 検本の採取量 $B = \text{Mg}^{2+}$ ppm

(例) 熱水アロコーワとエリオアロームアフラック下の混合水

15. 全 炭 酸 (ドイツ)

15.1 要 旨

全炭酸は、カルシウムとマグネシウムの量から計算により算出する事で、これはドイツ標準として表示される。ドイツ標準は、水中100ml中に含まれる酸化カルシウムのmg数をあらわす。即ち100ml中に含まれるものを1とすると、又マグネシウムが含まれる時は酸化カルシウムに換算して知る。

15.1.1 算 出 法

検水100mlをとり、EDTAと同様に処理して得られたEDTAの滴定ml数に、0.5615を乗ずるとドイツ標準が得られる。

16. 可 食 酸 (SiO₂)

重量法と比色法とがあるが、前者では比色法を種々検討した結果、モリブデン法が最も良いと思われるので、本稿では主に本法について詳述する。

16.1 比 色 法 (モリブデン法)

16.1.1 要 旨

本法は、溶解しているドイツ酸がPH1.2～1.5において、モリブデン酸アンモニウムと作用して帯黄緑色に至る反応に基づく方法である。検量範囲は10ppm～50ppm SiO₂で、精度は比色法を常用して±2%である。

16.1.2 試薬及び器具

モリブデン酸アンモニウム溶液 (10%)

モリブデン酸アンモニウム (NH₄)₂MoO₄・4H₂O 21.2g に水150mlとアンモニア水25mlを加え溶解して溶液を、アンモニアを除去したのち冷却し水を加えて200mlとする。

- シュウ酸溶液 (10%)

シュウ酸 $[(COOH)_2 \cdot 2H_2O]$ 12g を水に溶かし、水で全量を 100ml とする。

- ケイ酸標準溶液

無水ケイ酸 (SiO_2) 0.2g および炭酸ナトリウム 3g を白金ワットに入れ、蒸解したのち水に溶かして 200ml のメスフラスコに移し、水で全量を 200ml とする。この溶液 1ml はケイ酸 1mg に相当するはずであるが、その一定量を取り、重量法によってケイ酸を求め、正確な濃度を決定する。

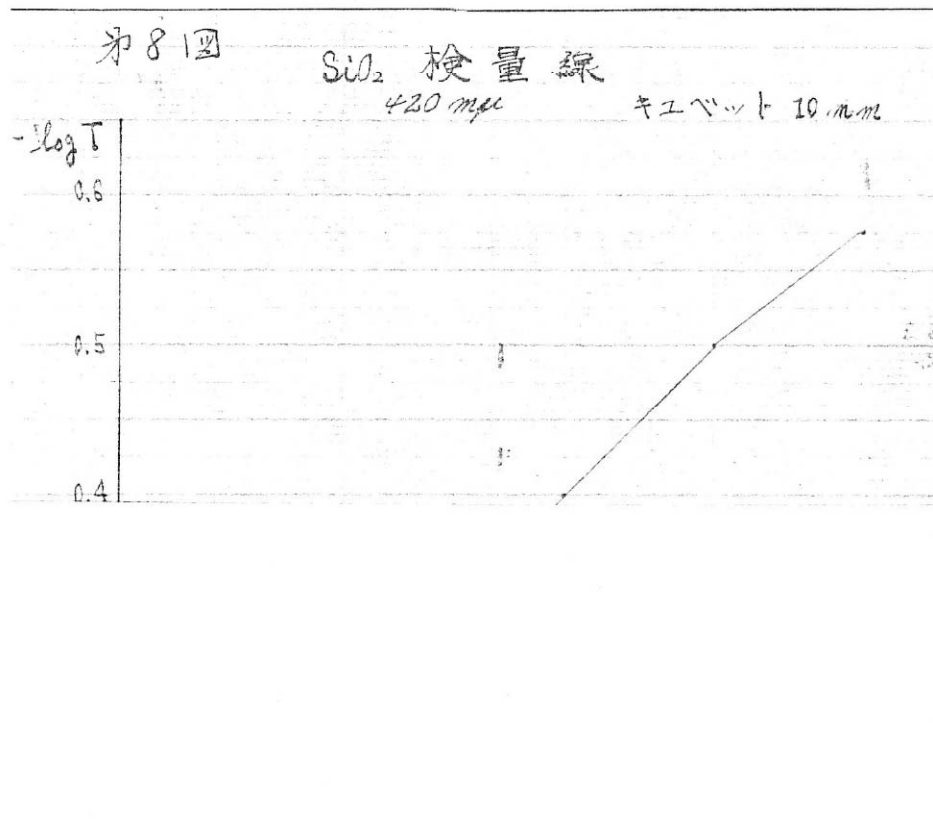
- 試験用試薬類はすべてポリエチレン製容器を使用し、又水はケイ酸を含まぬものを使用する。

16.13 分析手法

検水 50ml をビーカーに採取し、コマゴメピペットでモリブデン酸アンモニウム溶液 2ml を加え、すかさず塩酸 (5+4) 1ml を加えてよく振りまぜ、5 分間放置したのちシュウ酸溶液 1.5ml を加え振りまぜ、1 分間以内に光電比色計で比色する。

16.14 検量線について参照

平間製信帯用光電比色計を使用、フィルター 420 m μ 、キュベット 10 mm。



17. 過マンガン酸消費量

過マンガン酸カリウムは強酸化剤であるから、水中の有機物などが溶けて汚れた水であるときは、これを酸化する働きをもっている。しかし過マンガン酸カリウムの還元は有機物の種類によってちがう。又有機物はかりでなく亜硫酸、硫化物、チー銀イオン等の酸化にも消費されるから、過マンガン酸カリウム消費量をもって直ちに水中の有機物の量とすることは出来ない。しかしカメレオン消費量などと呼ばれて水の汚れの程度を知る一つの手段になっている。

17.1 汎 業

・ $\frac{N}{50}$ 過マンガン酸カリウム標準溶液の調製

水 100 ml を三角フラスコ（容量 300 ml）に採取し、これに硫酸（1+3）10 ml を加え、つぎに $\frac{N}{50}$ 過マンガン酸カリウム溶液 5 ml を加えて加熱後、沸騰水浴中にフラスコを入れ 30 分間加熱する。次に $\frac{N}{50}$ シュウ酸ナトリウム標準溶液 10 ml を加え紫色し、再び過マンガン酸カリウム溶液で微紅色を呈するまで滴定する。この溶液に、更に過マンガン酸カリウム 5 ml を加え、沸騰水浴中で 30 分間加熱したら再び同様にシュウ酸ナトリウム標準溶液 10 ml を加え、60~80℃ に保ちながら過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。ここで 2 回目に加えた過マンガン酸カリウム溶液 5 ml と、滴定に要した過マンガン酸カリウム溶液の合計 ml 数（ X ）を求め、次式により過マンガン酸カリウム標準溶液の力価（ F ）を算出する。

$$F = \frac{10}{X}$$

17.2 分 析 方 法

酸性法とアルカリ性法とがある。

17.2.1 酸性法

検水 100 ml を正確に三角フラスコ（容量 300 ml）内に採取し、硫酸（1+3）10 ml を加え $\frac{N}{50}$ 過マンガン酸カリウム標準溶液 10 ml を加え加熱して、沸騰したら沸騰水浴中にフラスコを入れ 30 分間加熱する。沸騰水浴中の水面は常に検水より上部にある事、又加えた過マンガン酸カリウム標準溶液が、 $\frac{1}{2}$ 量以上残る様にしておく必要がある。次に $\frac{N}{50}$ シュウ酸ナトリウム標準溶液 10 ml を加え 60~80℃ に保ちながら、過マンガン酸カリウム標準溶液で滴定し微紅色を呈する点を終点とする。別に同一条件で空試験を行う。

17.2.2 アルカリ性法

アルカリ性法は、硫酸イオンが 300 ppm 以上含まれる検水について行われる試験方法である。前記の酸性法と分析操作方法は同一であり、ただ硫酸の酸性にする代りに水酸化ナトリウム溶液（25%）で検水を中和して、過剰に 5 ml 加えて行う事

がうにけである。

17.2.3 算 出 式

$$A = (a - b) - C \times \frac{1000}{S} \times 0.632 \text{ (ppm)}$$

a : 検水に消費した過マンガン酸カリウム標準溶液の mL 数

b : 過シュウ酸ソーダ標準溶液の mL 数

C : 空実験に消費した過マンガン酸カリウム標準溶液の mL 数

S : 検水の採取量 A : 過マンガン酸カリウム消費量 (ppm)

18. リン酸イオン (P)

18.1 要 旨

塩化オースズを還元剤として用いる方法で、リン酸イオンにモリブデン酸アンモニウムを添加して得られるヘテロポリ化合物を選別すると、モリブデン青を生ずる反応に基づく方法である。

18.2 試 薬

・ モリブデン酸アンモニウム硫酸混合溶液

硫酸モリブデン酸アンモニウム水溶液 1 室と硫酸 (1:1) 3 室を混合する

・ 塩化オースズ溶液

塩化オースズ ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 2.5g を濃塩酸 10 mL に溶解し、水で 100 mL とし 2~3 個の粒状スズを加えて貯える。

・ リン酸標準溶液

100 mL の乾錫したリン酸二水素カリウム (KH_2PO_4) 0.439g を少量の水に溶解し、還元剤として硫酸 3 mL を加え水で 100 mL とする。この溶液 1 mL は 1.0 mg の P を含むから適当に希釈して使用する。

18.3 分 析 方 法

検水 10 mL を試験管にとり、モリブデン酸アンモニウム硫酸混合液 3 滴を加えよく振りまぜる。次に塩化オースズ溶液半滴を加え振りまぜ、発色した青色を 15~20 分後で標準溶液と比色する。

<注> 塩化オースズは必要に応じて少量とする。

<注> 試薬は定数する pH に依ること。

参 考 文 献

1. 工業用水試験方法, JIS, K0101~1957
2. 三宅恭雄, 水質分析(理化学報6) 小山音彦 (1949)
3. 日本化学会編 実験化学講座 15 分析化学(上) 丸善 (1958)
4. 日本化学会編 実験化学講座 14 地球化学 丸善 (1958)

5. 上野景平 キレート滴定法 南江堂 (1956)
6. 金原均 二
 平島公 同
 石和田 麟章 天然ガス(調査と資源) 朝倉書店 (1958)
7. 菅原 健 化学実験専科一冊第12巻, 河出書房 (1941)
 (R.P.H. の詳細は同巻 P 542)

工業用水分析法正誤表

頁	行	誤	正
1	9	(全量 1.34 l)	(全量約 1.34 l)
2	2	アルカリ度という	アルカリ度といひ
2	7	4.1 アルカリ度	4.1 P アルカリ度
2	下 2	共存しない場合は	共存しない場合には
3	4	塩化マンガニ濃溶液	塩化マンガニの濃溶液
3	4	水酸化ナトリウム濃溶液	水酸化ナトリウムの濃溶液
3	4	作用させる	作用させると
4	11	$\frac{1}{100} N$	$\frac{N}{100}$
4	下 11	(デピリゲルによつて鉄の総量と)(始め)の間に右記文章を入れる。	を(キ-鉄付として定量する。此の総量と)
5	2	鉄に相当する。	Fe に相当する
5	16	可能である。次に右記文章挿入	(波長 517 m μ)
6	下 13	α : 滴定を要した。	滴定に要した。
7	11	硫酸…の	硫酸根の
10	10	…にす	…に留意する必要がある。
11	下 5	EBT を	EBT ^{注(1)} を
12	3	EBT 指示薬を	EBT 指示薬で
13	第8回 SiO ₂ ppm	10. 20. 40. 60 50 ppm	10. 20. 30 40 50 ppm.
14	2	溶けて	溶けていて
14	3	であるときは	であるときには
14	下 11	(容量 300 ml) 内に	(容量 300 ml) に
14	下 6	標準溶液で滴定	標準溶液で逆滴定