

化学課資料

503

No. 17

鉍 泉 分 析 法

地質調査所技術部化学課

昭和36年12月

正 誤 表

◇ 鉍 泉 分 析 法

頁, 行	誤	訂 正
2 上 12	フェノール溶液	フェノールフタレイン溶液
2 下 3	化学課試料	化学課資料
6 上 6	炭酸カルシウ	炭酸カルシウム
18 上 12	PHを約12に	PHを約13に
18 下 9	PH12	PH13

鉍 泉 分 析 法

前 田 憲 二 郎

地 質 調 査 所 技 術 部 化 学 課

昭 和 3 6 年 1 2 月

目 次

1.	総 論	1
2.	現地における調査および試験	1
3.	反 応	2
4.	水素イオン濃度	2
5.	遊離炭酸	3
6.	化合炭酸イオン	3
7.	重炭酸イオン	4
8.	水酸イオン	4
9.	塩素イオン	5
10.	硫酸イオン	6
11.	総硫化水素	7
12.	臭素イオン	9
13.	ヨウ素イオン	10
14.	蒸発残留物	11
15.	ケ イ 酸	12
16.	アルミニウムイオン	12
17.	全 鉄	13
18.	第一鉄イオンおよび第二鉄イオン	15
19.	カルシウムイオン	17
20.	マグネシウムイオン	19
21.	マンガンイオン	21
22.	ホウ酸イオン	22
23.	ナトリウムイオンおよびカリウムイオン	23

1. 総 論

本分析法は、鉱泉が鉱泉の規定量（温泉法）あるいは療養泉の規定量の限界値に入るか否かを知るために施行するものではなく、当所の温泉調査において、地質と温泉との関連の探究、あるいは受託調査において、温泉掘さくに伴う既存温泉の泉質試験、ならびに温泉源の保護対策として、泉質の変化を知る試験などに応用することを目的とするものであり、そこにおのずと一般水質分析法と異なり、検水の採取量の多い場合、あるいは操作の複雑多岐にわたる部分もあるが、精度に重点をおいたので免れ得ない処理法である。

2. 現地における調査および試験

2.1 調査事項

2.1.1 源泉名称

2.1.2 源泉所在地 市町村番地を記載する

2.1.3 標 高

2.1.4 日 時

2.1.5 気 象

a) 天候 試料採取当日およびその前 2 日間の天候を記載し、特に雨量を明らかにする。

b) 気温

c) 気圧

2.1.6 周囲の状況

a) 自然湧出の状況

b) 掘さくの深さおよび口径

c) 誘導管の種類および口径

d) 動力装置の種類（圧搾空気式、吸上式など）および能力

e) 水位

2.1.7 源泉から利用施設までの距離、誘導施設の概要、加熱の有無およびその方法

2.2 現地試験項目

湧出量、泉温、外観（色および濁り）、臭味、反応、ガス、水素イオン濃度、硫化水素、遊離炭酸、化合炭酸イオン、重炭酸イオン、第一鉄イオン
他の試験項目は実験室において行なう。

3. 反 応

3.1 要 旨

鉍泉の反応はメチルオレンジ溶液およびフェノールフタレイン溶液を用いて検する。

3.2 試 薬

メチルオレンジ溶液

フェノールフタレイン溶液

3.3 操 作

2個の試験管に鉍水約10mlずつとり、一方にメチルオレンジ溶液2~3滴を、他方にはフェノールフタレイン溶液2~3滴を加え、その色調を観察する。

鉍泉が両指示薬に対してアルカリ性色の場合は水酸イオン(OH⁻)を含み、化合炭酸イオン(CO₃²⁻)および重炭酸イオン(HCO₃⁻)を伴う。メチルオレンジ溶液に対してアルカリ性、フェノール溶液に対して酸性の場合は遊離の弱酸、すなわち重炭酸イオン(HCO₃⁻)のはかに遊離炭酸(free CO₂)を含む。また鉍泉がメチルオレンジ溶液に対して中性色、フェノールフタレイン溶液に対して酸性色の場合は、重炭酸イオン(HCO₃⁻)を含まず遊離の弱酸、すなわちメタホウ酸(HBO₂)、遊離炭酸(free CO₂)を含む。両指示薬に対して酸性の場合は重炭酸イオン(HCO₃⁻)を含まないでさらに強い遊離酸を含む。

4. 水素イオン濃度 (PH)

4.1 要 旨

鉍泉の水素イオン濃度(pH)測定には比色法とガラス電極法とが用いられている。比色法は指示薬が一定の変色を示すのを利用して、標準比色管の示す色調と比較測定し、一般鉍泉に適用しているが、色度、濁度、濃厚塩類などの妨害で測定が不正確になる場合はガラス電極法を用いる。

4.2 操 作

比色法は検水5mlを比色管にとり、指示薬用ピペットで適当な指示薬を0.25ml加え、静かにまぜ合わせ、0.2pHおきに調整した比色標準溶液^{注)}の色をWalpole比色器を用いて比較しpHを測定する。

ガラス電極法については化学課試料502「ガス付随水分析法」pHの項参照。

注) 標準溶液が市販されているが、時日の経過に従って褪色するから、1年以上経過したものは使用できない。

5. 遊離炭酸 (Free CO₂)

5.1 要 旨

検水にフェノールフタレイン溶液を加え、 $\frac{N}{20}$ 水酸化ナトリウム標準溶液で中和滴定する。

5.2 試 薬

フェノールフタレイン溶液

$\frac{N}{20}$ 水酸化ナトリウム標準溶液

5.3 操 作

検水 200~300 ml を共セン付三角フラスコ (容量 300~500 ml) にとり、フェノールフタレイン溶液約 0.1 ml を加え、 $\frac{N}{20}$ 水酸化ナトリウム標準溶液で微紅色を呈するまで滴定し (注)、センを密にして激しくふりまぜ、その色が約 5 分間消失しない点を終点とする。次式により遊離炭酸 (Free CO₂ $\frac{mg}{\ell}$) を算出する。

計 算 式

$$\text{遊離炭酸} \left(\frac{mg}{\ell} \right) = 2.201 \times f \times n \times \frac{1000}{S}$$

n ; $\frac{N}{20}$ 水酸化ナトリウム標準溶液使用量 (ml)

S ; 検水採取量 (ml)

注) 鉄イオンが多量に存在する場合は、滴定の進むにつれて水酸化鉄の沈殿が生じて終点が見にくくなるから、その場合は酒石酸カリウム・ナトリウム溶液 (ロッシュェル塩) (3%) を 2~3 滴加えると滴定し易い。

6. 化合炭酸イオン (CO₃²⁻)

6.1 要 旨

検水にフェノールフタレイン溶液を加え、 $\frac{N}{20}$ 塩酸標準溶液で中和滴定する。

6.2 試 薬

フェノールフタレイン溶液

$\frac{N}{20}$ 塩酸標準溶液

6.3 操 作

検水 100 ml を三角フラスコ (容量 300 ml) にとり、フェノールフタレイン溶液約 0.1 ml を加え $\frac{N}{20}$ 塩酸標準溶液で紅色から無色になるまで滴定し終点とする。次式により化合炭酸イオン (CO₃²⁻ $\frac{mg}{\ell}$) を算出する。

計算式

$$\text{化合炭酸イオン} \left(\frac{\text{mg}}{\ell} \right) = 3000 \times f \times n \times \frac{1000}{S}$$

n ; $\frac{N}{20}$ 塩酸標準溶液使用量 (ml)

S ; 検水採取量 (ml)

7. 重炭酸イオン (HCO_3^-)

7.1 要 旨

検水にメチルオレンジ溶液を加え、 $\frac{N}{20}$ 塩酸標準溶液で中和滴定する。

7.2 試 薬

メチルオレンジ溶液

$\frac{N}{20}$ 塩酸標準溶液

7.3 操 作

検水 100 ml を三角フラスコ (容量 300 ml) にとり、メチルオレンジ溶液を数滴加え $\frac{N}{20}$ 塩酸標準溶液で黄色より赤色に変色するまで滴定し終点とする。次式により重炭酸イオン (HCO_3^- $\frac{\text{mg}}{\ell}$) を算出する。

計算式

$$\text{重炭酸イオン} \left(\frac{\text{mg}}{\ell} \right) = 3051 \times f \times n \times \frac{1000}{S}$$

n ; $\frac{N}{20}$ 塩酸標準溶液使用量 (ml)

S ; 検水採取量 (ml)

検水が炭酸イオン (CO_3^{2-}) を含む時の計算式

$$\text{重炭酸イオン} \left(\frac{\text{mg}}{\ell} \right) = 3051 \times f \times (n - 2n') \times \frac{1000}{S}$$

n' ; 6.3 で滴定した $\frac{N}{20}$ 塩酸標準溶液使用量 (ml)

8. 水酸イオン (OH^-)

8.1 要 旨

検水中の炭酸イオン、リン酸イオンなどを塩化ストロンチウムにより沈殿させたのち、フェノールフタレイン溶液を加え $\frac{N}{50}$ 硫酸標準溶液で中和滴定する。

8.2 試 薬

$\frac{N}{50}$ 硫酸標準溶液

塩化ストロンチウム溶液 ; 塩化ストロンチウム ($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 45g を水に溶解し 1ℓ とする。

フェノールフタレイン溶液

8.3 操 作

検水 100 ml^{注1)} を共セン付三角フラスコ (容量 300 ml) にとり、直ちにかきまぜながら塩化ストロンチウム溶液を炭酸イオン、リン酸イオン^{注2)} の各 10 ppm につき 1 ml の割合に加え、さらに 4 ml を過剰に加えて空気中の炭酸ガスを吸収しないように軽くセンをして加熱する。2~3 秒煮沸後 2~3 分間放置し、センを密にして冷却する。つぎにセンをとりフェノールフタレイン溶液約 0.1 ml を加えよくかきまぜながら直ちに $\frac{N}{50}$ 硫酸標準溶液で紅色から無色になるまで滴定し終点とする。次式により水酸イオン ($\text{OH}^{-\text{mg}}/\ell$) を算出する。

計算式

$$\text{水酸イオン} \left(\frac{\text{mg}}{\ell} \right) = 0.340 \times f \times n \times \frac{1000}{S}$$

n : $\frac{N}{50}$ 硫酸標準溶液使用量 (ml)

S : 検水採取量

注1) 水酸イオンの量が 100 ml 中に 15 mg 以上含まないように採取する。

注2) 炭酸イオン、リン酸イオンの含有量が不明の場合は、適当に塩化ストロンチウム溶液の過剰を加える。あまり過剰に加えると硫酸ストロンチウムの沈殿が生じて液が濁る。しかし試験結果には影響ない。

9. 塩素イオン (Cl^{-})

9.1 要 旨

Mohr法により中性の鉱泉にクロム酸カリウム溶液を加え、硝酸銀標準溶液で滴定する。

9.2 試 薬

炭酸カルシウム ; 特級

クロム酸カリウム溶液 (5%)

$\frac{N}{10}$ 硝酸銀標準溶液

9.3 操 作

検水^{注1)} 50~100 ml をとりこれにクロム酸カリウム溶液 (5%) 約 1 ml を加え、かきまぜながら $\frac{N}{10}$ 硝酸銀標準溶液で滴定し、最後の 1 滴で消失しない微赤カッ色を呈するまで滴定し終点^{注2)} とする。次式により塩素イオン ($\text{Cl}^{-\text{mg}}/\ell$) を算出^{注3)} する。

計算式

$$\text{塩素イオン} \left(\frac{\text{mg}}{\ell} \right) = 3.5457 \times f \times n \times \frac{1000}{S}$$

n ; $\frac{N}{10}$ 硝酸銀標準溶液使用量 (ml)

s ; 検水採取量 (ml)

注1) 検水に硫化水素を含むことが多いから、その場合は硫化水素臭がなくなるまで煮沸し冷後滴定する。

検水が酸性の場合は一たん生成したクロム酸銀が酸に溶解して終点の変色が不明瞭になるので、この場合は炭酸カルシウムをやや過剰に加え(ビーカーの底に炭酸カルシウムが少し残る程度)、加熱して炭酸ガスを追い出してから滴定する(未分解の炭酸カルシウムが存在していても反応終点の判定には妨げとならない)。

検水がアルカリ性の場合は硝酸銀がアルカリで分解されて正確な結果が得られないから、この場合は硝酸で微酸性としたのち上記操作に準じて炭酸カルシウムで中和してから滴定する。

注2) 検水に多量の有機物が存在して着色し、終点不明瞭な場合は、検水を加熱して過マンガン酸カリウム溶液を検水が微紫赤色となるまで加え約5分間煮沸する。もし溶液が退色すればさらに数滴の過マンガン酸カリウム溶液を加える。過剰の過マンガン酸カリウムを分解するために数滴のアルコールを加え、約10分間煮沸後放置し二酸化マンガンをろ過してロ液について滴定する。

注3) 本法はヨウ素イオン、臭素イオンも塩素イオンと共に滴定されるので、後記によって定量したヨウ素イオン量と臭素イオン量とを差引いて補正すべきである。

10. 硫酸イオン (SO_4^{2-})

10.1 普通泉 ^{注1)}

10.1.1 要旨 検水を塩酸酸性として蒸発乾固し、析出したケイ酸をろ別しロ液に塩化バリウム溶液を加え硫酸バリウムを沈殿させ、その沈殿をしゃく熱し重量をはかる。

10.1.2 試薬 塩化バリウム溶液(10%)、硝酸銀溶液(5%)、臭素水(飽和) 塩化アンモニウム含有アンモニア水

10.1.3 操作 検水100~300mlを蒸発ザラにとり、塩酸3mlを加え水浴上で蒸発乾固したのち、さらに砂浴上で120~160℃に加熱する。残サを塩酸2mlでうるおし、熱水約50mlを加えて数分間加熱したのちろ過し析出したケイ酸を温水でよく洗浄する。ロ液 ^{注2)}に水を加え約150mlにし、煮沸しながら熱塩化バリウム溶液(10%)を滴加し、沈殿が生じなくなってからさらに過剰に約1ml加える。しばらく煮沸を続け1夜間放置後ろ過、温

水で充分洗浄する(洗液を硝酸銀溶液(5%)で試験し塩素イオンの反応がなくなるまで洗浄する)。沈殿を重量既知の磁製のつぼに入れ、始め静かに加熱したのち約800℃で30分間強熱してヒヨウ量し、次式によって硫酸イオン(SO_4^{2-} $\frac{\text{mg}}{\ell}$)を算出する。

計算式

$$\text{硫酸イオン} \left(\frac{\text{mg}}{\ell} \right) = 0.4115 \times W \times \frac{1000}{S}$$

W ; 硫酸バリウム重量 (mg)

S ; 検水採取量 (ml)

注1) 普通泉とは硫化水素を含まない鉱泉水である。

注2) 緑バン泉、明バン泉などのように鉄およびアルミニウムを多量に含む検水では、塩化バリウムを用いて沈殿させる前に、ロ液に少量の臭素水を加え加熱したのち塩化アンモニウム含有アンモニア水を加え鉄およびアルミニウムを沈殿させる。沈殿を口過洗浄しロ液を塩酸酸性とし、以下本文操作に準じて塩化バリウム溶液(10%)を加え硫酸バリウムを沈殿させる。

10.2 硫黄泉

10.2.1 要旨 採水現地において検水に酢酸カドミウムを加えて硫化カドミウムを沈殿させ、密セシて試験室に送り沈殿を口別しロ液より硫酸バリウムを沈殿させる。

10.2.2 試薬 酢酸カドミウム溶液; 特級酢酸カドミウム3.5gに酢酸40mlを加え水に溶解して全量を1ℓとする。

アンモニア水(10%)

硝酸銀溶液(5%)

塩化バリウム溶液(10%)

10.2.3 操作 現地において検水100~300mlを共セン付ガラスビンにとり、酢酸カドミウム溶液5~30ml^{注)}を加え硫化カドミウムを沈殿させ、アンモニア水(10%)を全満して密セシて試験室に送る。これを口過したのちロ液に塩酸を加えて酸性とし、煮沸しながら熱塩化バリウム溶液(10%)を加え、硫酸バリウムを沈殿させ以下10.1.3に準じて硫酸イオンを定量する。

注) 検水の硫化水素含有量により酢酸カドミウム溶液の添加量を加減する。

11. 総硫化水素 (H_2S)

11.1 要旨

検水に酢酸カドミウム溶液を加え硫化カドミウムの沈殿を生ぜしめ、この沈殿に一定量のヨウ素標準溶液と塩酸を加え、過剰のヨウ素をチオ硫酸ナトリウム標準溶液で滴定し定量する。

11.2 試 薬

酢酸カドミウム溶液；酢酸カドミウム5gを酢酸30mlに溶解し、水を加えて全量を100mlとする。

酢酸（20%）および（1%）

酢酸ナトリウム溶液（20%）

N/20 ヨウ素標準溶液

N/20 チオ硫酸ナトリウム標準溶液

澱粉溶液^{注1)}

11.3 操 作

検水100~200mlを静かに共セン付三角フラスコ（容量250ml）にとり、酸性の場合は酢酸ナトリウム溶液（20%）2~5mlを加え、アルカリ性の場合は酢酸（20%）2~5mlを加えて弱酸性とし、酢酸カドミウム溶液5~10mlを加え密センしてよくふりませ一週間放置し、生じた硫化カドミウムの沈殿をろ過し酢酸（1%）で洗浄する。沈殿はろ紙と共に元の三角フラスコに入れ、水100ml、N/20 ヨウ素標準溶液^{注2)}および塩酸5~10mlを加え、ただちに密センして激しくふりませる。約10分間放置後澱粉溶液を加え過剰のヨウ素をN/20 チオ硫酸ナトリウム標準溶液で滴定し、青色の消失する点を終点とする。別に同容のN/20 ヨウ素標準溶液および塩酸をとり、N/20 チオ硫酸ナトリウム標準溶液で滴定し空試験を行ない、本操作の滴定値より差引いて次式により硫化水素（ $H_2S^{mg/l}$ ）を算出する。

計算式

$$\text{硫化水素} \left(\frac{mg}{l} \right) = 2.408 \times f \times (n_1 - n_2) \times \frac{1000}{S}$$

n_1 ; N/20 ヨウ素標準溶液使用量 (ml)

n_2 ; N/20 チオ硫酸ナトリウム標準溶液使用量 (ml)

S ; 検水採取量 (ml)

注1) 必要以上に長時間煮沸すると溶液の鋭敏度が減る。

注2) 始め予備試験として検水100~200mlをとり、急冷したのち酢酸で弱酸性とし澱粉溶液を加えN/20 ヨウ素標準溶液で滴定して消費した量を求めておくと、

$N/20$ ヨウ素標準溶液の必要量がわかる。

12. 臭素イオン (Br^-)

12.1 要 旨

検水中の臭素イオンを塩素で酸化して臭素酸イオンとし、ヨウ化カリウムを加えてヨウ素を遊離せしめ、 $N/100$ チオ硫酸ナトリウム標準溶液で滴定し定量する。

12.2 試 薬

次亜塩素酸ナトリウム溶液^{注1)}

塩酸 (1 + 4)

沈降炭酸カルシウム ; 特級

ギ酸ナトリウム溶液 (20%)

モリブデン酸アンモニウム溶液 (10%)

$N/100$ チオ硫酸ナトリウム標準溶液

ヨウ化カリウム ; 特級

12.3 操 作

検水 50~100ml を三角フラスコ (容量 200ml) にとり、次亜塩素酸ナトリウム溶液 1~2ml を加えふりまぜながら塩酸 (1 + 4) 数滴を加えて弱酸性にすると塩素の黄色が溶液に着色する。これに沈降炭酸カルシウムを加えて溶液が微かに乳濁する程度とする。この溶液を砂浴上で約 10 分間加温したのち冷水で十分に急冷する。つぎに別の三角フラスコ (容量 300ml) に小口紙をつけた小型漏斗をつけ、炭酸カルシウム、鉄、アルミニウムなどを口別し 2~3 回洗浄する。口液に塩酸 (1 + 4) 5~10ml を加え酸性とし、ヨウ化カリウムの少量および触媒としてモリブデン酸アンモニウム溶液 (10%) 1 滴を加えふりまぜる。これを $N/100$ チオ硫酸ナトリウム標準溶液で滴定し、溶液が淡黄色となつてから澱粉溶液を加え、青紫色の消失するまで滴定し終点とする。次式によって臭素イオン (Br^- mg/l) を算出する。^{注2)}

なお全操作を通じて空試験を行なう必要がある。

計算式

$$\text{臭素イオン (mg/l)} = 0.1332 \times f \times n \times \frac{1000}{S}$$

n ; $N/100$ チオ硫酸ナトリウム標準溶液使用量 (ml)

S ; 検水採取量 (ml)

注1) 次亜塩素酸ナトリウム溶液はアンチホルミンの名称で市販されている。

注2) この方法はヨウ素イオンと臭素イオンの含量が算出されるから、別にヨウ素イオンを定量して補正しなければならない。

13. ヨウ素イオン (I^-)

13.1 要 旨

検水を硫酸酸性とし過酸化水素水を加えてヨウ素を遊離せしめ、これを四塩化炭素に抽出し標準ヨウ素の四塩化炭素抽出液と比色し定量する。

13.2 試 薬

過酸化水素水 (3 %)

硫酸 (6 N)

四塩化炭素

モリブデン酸アンモニウム溶液 (10 %)

$N/100$ チオ硫酸ナトリウム標準溶液

ヨウ化カリウム標準溶液 (A) ; 特級ヨウ化カリウム $0.0654g$ を正確にはかりとり、メスフラスコ (容量 $500ml$) に入れ 水に溶解して $500ml$ とする。この溶液 $1ml$ はヨウ素イオン $0.1mg$ を含む。

ヨウ化カリウム標準溶液 (B) ; 上記ヨウ化カリウム標準溶液 (A) を 10 倍にうすめる。この溶液 $1ml$ はヨウ素イオン $0.01mg$ を含む。

13.3 操 作

検水 $100\sim 200ml$ を分液漏斗 (容量 $300ml$) にとり、硫酸 (6 N) $12\sim 20ml$ 、過酸化水素水 (3 %) $12\sim 20ml$ およびモリブデン酸アンモニウム溶液 (10 %) 1 滴を加えよくふりまぜる。つぎに四塩化炭素 $10ml$ を加え密センして激しくふりまぜヨウ素イオンを四塩化炭素に抽出し、四塩化炭素相を比色管に移す。さらに四塩化炭素 $10ml$ を加えて再抽出し^{注1)} 前抽出液に加える。別に任意量のヨウ素標準溶液を分液漏斗 (容量 $300ml$) にとり水 $100\sim 200ml$ を加え前記同様操作して数本の標準ヨウ素の四塩化炭素抽出液をつくり比色管に移し、これと検水より抽出したヨウ素の四塩化炭素抽出液と比色して^{注2)} 定量する。

注1) 抽出はヨウ素イオンの色がなくなるまで繰り返すべきであるが、普通の検水では2回の抽出で充分である。

注2) ヨウ素イオンの多い場合はヨウ素の四塩化炭素抽出液を乾いた口紙で共セン付三角フラスコ(容量100ml)に口過し、四塩化炭素で2~3回洗浄したのち $N/100$ チオ硫酸ナトリウム標準溶液で滴定し、液が無色になった点を終点とする。なお滴定の際ときどき共センをして激しくふりまぜ、チオ硫酸ナトリウム標準溶液と四塩化炭素のヨウ素イオンとがよく反応するようにしなければならない。つぎの式によりヨウ素イオン(I^- mg/l)を算出する。

計算式

$$\text{ヨウ素イオン} \left(\frac{\text{mg}}{\text{l}} \right) = 1.2692 \times f \times n \times \frac{1000}{S}$$

n ; $N/100$ チオ硫酸ナトリウム標準溶液使用量 (ml)
S ; 検水採取量 (ml)

14. 蒸発残留物 (T.S.M 総固形物)

14.1 要 旨

検水の一定量を重量既知の白金ザラにとり、水浴上で蒸発乾固し130℃で乾燥ヒョウ量し、増量を蒸発残留物とする。

14.2 操 作

検水^{注1)}100~300ml^{注2)}をと、その一部をあらかじめ強熱しデシケータ中に放冷後ヒョウ量してある白金ザラ(容量120ml)に注ぎ、水浴上で蒸発しときどき残りの検水を注加して全部を蒸発乾固させる。これを恒温乾燥器中に移し、130℃^{注3)}で2時間乾燥しデシケータ中に放冷後ヒョウ量し、再び乾燥を続け始め恒量とする。白金ザラの蒸発乾固前後の重量差を求めつぎの式によって蒸発残留物($\frac{\text{mg}}{\text{l}}$)を算出する。

計算式

$$\text{蒸発残留物} \left(\frac{\text{mg}}{\text{l}} \right) = W \times \frac{1000}{S}$$

W ; 蒸発乾固前後の重量差 (mg)
S ; 検水採取量 (ml)

注1) 長期間ビン中に保存した検水は酸化鉄や炭酸カルシウムを析出したり、その容器からケイ酸を溶出するから、検水は良質のガラスビンを塩酸で処理しよく水洗したものに採取保存すべきである。

注2) 単純泉の場合は300ml以上採取するのがよい。

注3) 酸性泉の場合は恒量を得がたいから180℃で乾燥する。

15. ケイ酸 (H_2SiO_3)

15.1 要 旨

蒸発残留物を定量したのち、その残留物に塩酸を加えて乾固し、ケイ酸を不溶性ケイ酸としてこしわけ、強熱してはかりケイ酸とする。

15.2 試 薬

フッ化水素酸；特級

融解合剤；無水炭酸ナトリウムと無水炭酸カリウムを等量ませ合わせる。

15.3 操 作

蒸発残留物を定量したのち、白金ザラ中の残留物を温水でうるおし塩酸約 1 ml を加えて酸性にし水浴上で乾固し、さらに砂浴上で約 160°C で $30\sim60$ 分間加熱し含水ケイ酸を脱水して不溶性ケイ酸とし、冷後塩酸 ($1+1$) 5 ml と温水を加え加温し可溶性分を溶解する。ち密な口紙で口過し、はじめは温塩酸 (2%)、つぎに温水で充分洗浄し、口液および洗液を合した液 (A) は全鉄、アルミニウム、カルシウム、マグネシウムなどの定量用に保存する。沈殿は口紙と共に湿ったまま重量既知の磁製のつぼに入れ^{注)} 徐徐に乾燥し、充分脱水したのち $1000\sim1100^\circ\text{C}$ で $30\sim60$ 分間強熱し、デシケーター中で放冷後はかり、ヒヨウ量前後の増量を求めつぎの式によりケイ酸 (H_2SiO_3 mg/ℓ) を算出する。

計算式

$$\text{ケイ酸} (\text{mg}/\ell) = 1.300 \times W \times \frac{1000}{S}$$

W； るつぼのヒヨウ量前後の重量差 (mg)

S； 検水採取量 (ml)

注) セツ膏泉その他についてケイ酸を精密に定量するにはフッ化水素酸処理を必要とする。この場合はじめから白金るつぼを用いヒヨウ量後沈殿を少量の水でしめし、硫酸 ($1+1$) を 2 滴とフッ化水素酸 5 ml を加え、砂浴上で加熱し蒸発乾固する。つぎに $1000\sim1100^\circ\text{C}$ で約 10 分間強熱し冷後ヒヨウ量し、その前後のヒヨウ量差をケイ酸 (H_2SiO_3) 量とする。このるつぼの中に残サが残るからこれに少量の融解合剤を加えて融解し、少量の塩酸に溶解し口液 (A) に合わせる。

16. アルミニウムイオン (Al^{3+})

16.1 要 旨

ケイ酸分離後の溶液 (A) に塩化アンモニウムと過酸化水素水を加え、アンモニア水で

中和し沈殿をこしわけ、これを強熱して冷後をはかる。この酸化第二鉄と酸化アルミニウムの含量から、別に定量した酸化第二鉄を差引いてアルミニウムイオンとする。

16.2 試 薬

塩化アンモニウム溶液（10%）

過酸化水素水（3%）

硝酸アンモニウム溶液（2%）；アンモニア水数滴を加えて弱アルカリ性にしておく。

16.3 操 作

15.3でケイ酸を分離した溶液（A）に塩化アンモニウム溶液（10%）5mlと過酸化水素水（3%）3mlを加え、かきまぜながらアンモニア水を少しずつ滴加し中和する。さらに数滴のアンモニア水を過剰に加え弱アルカリ性として煮沸する。過剰のアンモニアを追い出したのち温所に暫らく静置し沈殿が沈降したら口過し、沈殿は温硝酸アンモニウム溶液（2%）で数回洗浄する。口液および洗液は合併してカルシウム、マグネシウムの定量に用いることができる（B）。沈殿^{注1}は口紙と共に重量既知の磁製るつぽに入れ、乾燥灰化したのち700~800C^{注2}で30分間強熱し冷後ヒヨウ量する。ヒヨウ量前後の重量差を酸化アルミニウム（ Al_2O_3 ）と酸化第二鉄（ Fe_2O_3 ）の含量とし、この沈殿を別項（全鉄の項）で処理して得た酸化第二鉄（ Fe_2O_3 ）量を差引いて酸化アルミニウムとし、つぎの式によってアルミニウムイオン（ Al^{3+} mg/l）を算出する。

計算式

$$\text{アルミニウムイオン (mg/l)} = 0.5291 \times (W_1 - W_2) \times \frac{1000}{S}$$

W_1 ; 酸化アルミニウムと酸化第二鉄の含量 (mg)

W_2 ; 酸化第二鉄量 (mg)

S ; 検水採取量 (ml)

注1) 緑バン泉、明バン泉などの場合は再沈殿を行なう必要がある。

注2) この温度以上にすると後記17.2.3全鉄定量に際し影響を及ぼすので注意しなければならない。（17.2.3注2参照）

17. 全 鉄 (Total Fe)

16.3のアルミニウムイオン定量の操作中に得た酸化アルミニウムと酸化第二鉄の含量に塩酸を加えて溶解し、鉄量の比較的多い場合は容量法、少ない場合は比色法により定量する。

17.1 容量法 (Zimmerman Rainhardt 法)

17.1.1 要 旨 酸化アルミニウムと酸化第二鉄の沈殿を塩酸に溶解し、塩化第一スズ溶液を加え還元し、塩化第二水銀溶液、硫酸マンガ・リン酸混液を加え $N/20$ 過マンガ酸カリウム標準溶液で滴定する。

17.1.2 試 薬

$N/20$ 過マンガ酸カリウム標準溶液

硫酸マンガ・リン酸混液；硫酸マンガ ($MnSO_4 \cdot 4H_2O$) 50g を水 250ml に溶解し、リン酸 (45%) 250ml, 硫酸 100ml, および水 150ml をまぜ合わせてつくる。

塩化第一スズ溶液；塩酸 100ml をビーカー (容量 300ml) に入れ加温し、塩化第一スズ ($SnCl_2 \cdot 2H_2O$) 50g を少量ずつ加え溶解し水で 1ℓ にうすめる。この溶液に少量の粒状金属スズを入れ褐色ビンに密センして保存する。

塩化第二水銀溶液 (飽和)

ピロ硫酸カリウム

17.1.3 操 作 163 アルミニウム定量操作中に得た酸化第二鉄と酸化アルミニウムの含量である沈殿をガラス棒で充分すりつぶし、ピロ硫酸カリウム約 5g を加えはじめ徐々に熱しのちに強熱する。放冷後塩酸 3~5ml と温水を加え加温して溶解し、ビーカーに移しアンモニア水を加えて鉄を沈殿させろ過洗浄する。沈殿をもとのビーカーに洗いもどし、塩酸 (1+1) 5~10ml を加え溶液が 5~10ml になるまで加熱濃縮する。これに塩化第一スズ溶液を 1 滴ずつ加え還元したのち、さらに過剰に 1 滴加え、水で充分に冷却する。これに塩化第二水銀溶液 (飽和) 5ml を加えよくふりまぜ、これを冷水で 200~300ml にうすめる。硫酸マンガ・リン酸混液 10ml を加えよくふりまぜながら、 $N/20$ 過マンガ酸カリウム標準溶液で最後の 1 滴によって溶液が微紫紅色を呈するまで滴定し終点とする。つぎの式によって全鉄 (Total Fe mg/ℓ) を算出する。

計算式

$$\text{全鉄 (mg/\ell)} = 2.793 \times f \times n \times \frac{1000}{S}$$

n ; $N/20$ 過マンガ酸カリウム標準溶液使用量 (ml)

S ; 検水採取量 (ml)

17.2 比色法 (ジピリジル法)

17.2.1 要 旨 酸化アルミニウムと酸化第二鉄の沈殿を塩酸に溶解し、亜硫酸ナトリ

ウム溶液を加えて還元し緩衝溶液とジピリジル溶液を加えて発色させ比色する。

17.2.2 試 薬

ジピリジル溶液(0.4%)

緩衝溶液；酢酸ナトリウム2.72gを水50.0mlに溶解する。

亜硫酸ナトリウム溶液(1%)^{注1)}

第1鉄イオン標準溶液；硫酸第一鉄アンモニウム $[\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 0.7022gを水50.0mlおよび硫酸2.0mlに溶解し、水で1ℓにうすめる。この溶液1mlは0.1mgの第一鉄イオンを含む。

17.2.3 操 作 1.63アルミニウムイオン定量操作で得た酸化第二鉄と酸化アルミニウムの含量である沈殿をガラス棒で充分すりつぶし、塩酸(1+1)5~10mlを加えて砂浴上で鉄を溶解、蒸発乾固する。塩酸(1+1)1~2滴を加え目盛比色管へ洗い移し、亜硫酸ナトリウム溶液(1%)数滴を加えよくふりませ第二鉄イオンを還元する。つぎに緩衝溶液1mlとジピリジル溶液(0.4%)0.5~1mlを加えふりませで発色させ水で30mlとする。なお同時に第一鉄イオン標準溶液の任意量を上記の目盛比色管と同じものにとり、比色用検液と同様処理し30mlとし発色させ、約20℃で1時間放置後比色する。

注1) 特級亜硫酸ナトリウムにはほとんど鉄が含まれていないからそのまま使用できる。

注2) 強熱した沈殿を充分すりつぶすことによって鉄が完全に塩酸に分解する。少しでも未分解物があった場合は、再び塩酸を加え分解を繰り返す。前項アルミニウムイオン 定量の操作中に700~800℃で強熱の際、これ以上の温度に上げると酸化鉄が塩酸に溶けにくくなり、ピロ硫酸カリウム処理をしなければならないから充分注意しなければならない。

注3) 光電光度計で測定する場合は520mμ附近のフィルターを用いる。

18. 第一鉄イオン(Fe^{2+})および第二鉄イオン(Fe^{3+})

第二鉄イオンは重炭酸イオンあるいは炭酸イオンと共存し得ないから、メチルオレンジ溶液に対してアルカリ性を呈する鉱泉では鉄は第一鉄イオンの形だけで存在するものである。このような検水は実験室に送ってから定量して、これを第一鉄イオンとして表示する。メチルオレンジ溶液に対して中性あるいは酸性を呈する鉱泉では第一鉄イオンと同時に第二鉄イオンが共存し、きわめて不安定であるから速かに現地において分析を行なうべきで

ある。

第一鉄イオン定量の際、鉄イオン量の比較的が多い場合は容量法、少ない場合は比色法を行ない、得られた値と実験室に送って定量した全鉄量の差を第二鉄イオンの量とする。

18.1 容量法

18.1.1 要旨 検水をアマルガム還元器に入れ炭酸ガスを通じ、硫酸5 ml、硫酸マンガ、リン酸混液10 mlを加え $N/20$ 過マンガン酸カリウム標準溶液で滴定する。

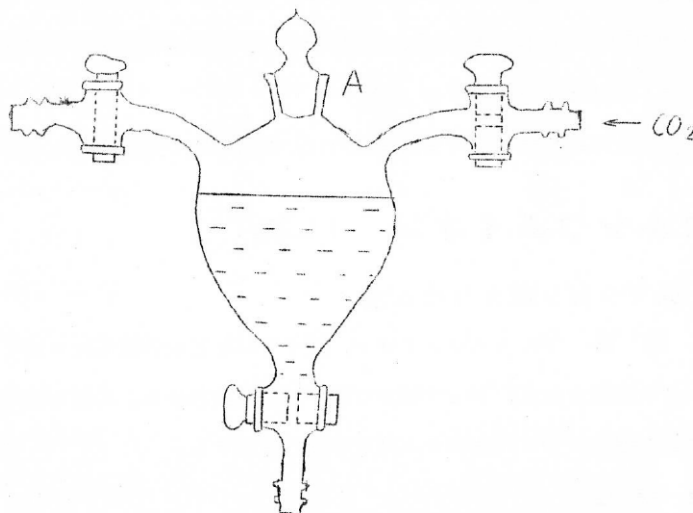
18.1.2 試薬

$N/20$ 過マンガン酸カリウム標準溶液

硫酸マンガ・リン酸混液；17.1.2参照

硫酸（20%）

第 1 図 アマルガム還元器



18.1.3 操作 アマルガム還元器（図1）に炭酸ガスを通じてできるだけ空気と置換させたのち、検水^注200~300 mlをとり、硫酸（20%）5 mlを加え酸性とし、硫酸マンガ・リン酸混液10 mlを加え軽くふりませながら還元器（A）から $N/20$ 過マンガン酸カリウム標準溶液を滴加し、検水が微紫紅色を呈するまで滴定し終点とする。つぎの式により第一鉄イオン（ Fe^{2+} mg/l）を算出する。

計算式

$$\text{第一鉄イオン (mg/l)} = 2.7925 \times f \times n \times \frac{1000}{S}$$

n ; $N/20$ 過マンガン酸カリウム標準溶液使用量 (ml)

S ; 検水採取量 (ml)

注) 検水が硫化水素を含む場合は、硫酸酸性にし煮沸して除去したのち操作する。

18.2 比色法 (ジピリジル法)

18.2.1 要 旨 検水に緩衝溶液とジピリジル溶液を加え発色させ、第一鉄イオン標準溶液を同様処理したものと比色定量する。

18.2.2 試 薬

ジピリジル溶液 (0.4%)

緩衝溶液 ; 酢酸ナトリウム 2.72 g に酢酸 5 ml を加え水で 50.0 ml にする。

第一鉄イオン標準溶液 ; 17.2.2 参照

18.2.3. 操 作 検水 2.5 ml を目盛付比色管にとり、緩衝溶液 1~2 ml、ジピリジル溶液 (0.4%) 0.5~1 ml を加え、よくふりまぜて発色させ水で 30 ml にする。同時に第一鉄イオン標準溶液の任意量を目盛付比色管にとり、比色用検水と同様操作して 30 ml とし、約 20°C で 1 時間放置後比色する。

注) 検水に硫化水素が含まれる場合は、硫酸酸性で煮沸除去したのち操作する。

19. カルシウムイオン (Ca^{2+})

19.1 過マンガン酸カリウム法

19.1.1 要 旨 アルミニウムイオン、鉄イオンなどを分離したロ液 (B) にシュウ酸アンモニウム溶液を加え、シュウ酸カルシウムを沈殿させる。沈殿を硫酸で分解し遊離したシュウ酸を過マンガン酸カリウム標準溶液で滴定する。

19.1.2. 試 薬

シュウ酸アンモニウム溶液 (飽和)

$N/20$ 過マンガン酸カリウム標準溶液

硫酸 (1+20)

アンモニア水

19.1.3 操 作 16.3 においてアルミニウムイオン、鉄イオンなどを分離したロ液 (B) を煮沸し、これにシュウ酸アンモニウム溶液 (飽和) 5~10 ml をかきまぜながら徐々に加え、水浴上で加温しアンモニア水 4~5 滴を加えかきまぜて数時間放置する。ろ過水洗し完全にシュウ酸アンモニウムを除き、ロ液、洗液は合併してマグネシウムイオン定

量用に保存しておく(C)。沈殿はもとのビーカーに洗いもどし、口紙に付着した微量の沈殿は温硫酸(1 + 2)を注いで溶解、水洗してビーカーに加える。さらに硫酸(1 + 2) 2 0 mlを加え液量を約2 0 0 mlにうすめ、6 0 ~ 7 0 °Cに加温して絶えずかきまぜながら N/20 過マンガン酸カリウム標準溶液で滴定し、最後の1 滴によって溶液の微紫紅色が約1 5 秒以上着色しているようになった点を終点とする。つぎの式によってカルシウムイオン(Ca^{2+} mg/l)を算出する。

計算式

$$\text{カルシウムイオン (mg/l)} = 1.002 \times f \times n \times \frac{1000}{S}$$

n ; N/20 過マンガン酸カリウム標準溶液使用量 (ml)
S ; 検水採取量 (ml)

19.2 EDTA法

19.2.1 要 旨 検水に水酸化ナトリウム溶液を加えてpHを約12に調節し、NN指示薬を用いてEDTA標準溶液で滴定する。

19.2.2 試 薬

シアン化カリウム溶液(1 0 %)

トリエタノールアミン(1 + 1)

水酸化ナトリウム溶液(8 N)

NN指示薬(希釈粉末あるいは液状)

M/100 EDTA標準溶液

19.2.3 操 作 検水1 0 0 mlを磁製蒸発ザラ(容量2 0 0 ~ 3 0 0 ml)にとり、トリエタノールアミン(1 + 1) 1 ml, 注1)シアン化カリウム溶液(1 0 %)数滴注2)を加え、水酸化ナトリウム溶液(8 N)約4 mlを加えてpH12に調節したのち、NN指示薬を加えてかきまぜながらM/100 EDTA標準溶液注3)で滴定し、赤味が消えて完全に青色に変色する点を終点とする。つぎの式によりカルシウムイオン(Ca^{2+} mg/l)を算出する。

計算式

$$\text{カルシウムイオン (mg/l)} = 0.4008 \times f \times n \times \frac{1000}{S}$$

n ; M/100 EDTA標準溶液使用量 (ml)
S ; 検水採取量 (ml)

注1) アルミニウムイオン(Al^{3+}), マンガンイオン(Mn^{2+})などの妨害イオンのマスクング剤として用いる。

注2) 銅イオン (Cu^{2+}), 鉄イオン (Fe^{2+}), 亜鉛イオン (Zn^{2+}) などの妨害イオンのマスキング剤として用いる。

注3) $M/100$ EDTA 標準溶液の標定はつぎの通りに行なう。

$M/100$ 塩化カルシウム標準溶液のつくり方 ; 炭酸カルシウム (CaCO_3) 100% に対して 1,0000 g を正確にはかりとり, 少量の塩酸を加えて完全に溶解したのちメスフラスコ (容量 1 l) に入れ水を標線まで加える。本溶液 1 ml はカルシウムイオン (Ca^{2+}) 0.4008 mg を含む。

標定法 ; $M/100$ 塩化カルシウム標準溶液 2.5 ml を磁製蒸発ザラにとり, 水を加えて約 50 ml とし, これにシアン化カリウム溶液 (10%) 数滴, 水酸化ナトリウム溶液 (8N) 4 ml, NN 指示薬を加えてかきまぜながら $M/100$ EDTA 標準溶液で滴定し, 赤味が消えて完全に青色に変色する点を終点とし, つぎの式によって力価 (f) を算出する。

計算式

$$f = \frac{2.5}{n}$$

n ; $M/100$ EDTA 標準溶液使用量 (ml)

20. マグネシウムイオン (Mg^{2+})

20.1 重量法

20.1.1 要旨 シュウ酸カルシウムを分離した口液 (C) にリン酸アンモニウム溶液とアンモニア水とを加え激しくかきまぜ, リン酸アンモニウムマグネシウムを沈殿させる。沈殿をこしわけ, 強熱してピロリン酸マグネシウムとしてヒヨウ量する。

20.1.2 試薬

リン酸アンモニウム溶液 (10%)

アンモニア水

20.1.3 操作 19.1.3 においてシュウ酸カルシウムを分離した口液 (C) 注1) に, リン酸アンモニウム溶液 (10%) 5 ml と全量の $\frac{1}{6}$ に相当するアンモニア水を加え, ガラス棒で激しくかきまぜて沈殿を生成せしめ, 一夜間冷所に放置する。ち密な口紙で口過しアンモニア水 (5%) で充分洗浄注2) する。沈殿注3) を重量既知の磁製のつぼに入れ乾燥灰化し 900~1000°C で約 30 分強熱する。冷後ヒヨウ量して重量増加分をピロリン酸マグネシウムとし, つぎの式によりマグネシウムイオン (Mg^{2+} mg/l) を算出する。

計算式

$$\text{マグネシウムイオン}(\text{mg}/\ell) = 0.2185 \times W \times \frac{1.000}{S}$$

W ; ピロリン酸マグネシウムの重量 (mg)

S ; 検水採取量 (ml)

注1) EDTA標準溶液によって容量法を行なう場合は、水酸化ナトリウム溶液(8N) 6~8mlを加えることによってpH10に調節できる。

注2) 口液に硝酸と硝酸銀溶液を加えて、白濁を認められなくなるまで洗浄する。

注3) 可検溶液中にアンモニウム塩類やアルカリ塩類が多量に含まれる場合には、沈殿を塩酸に溶解して再沈殿操作を行なう。

注4) 内容15mlのものを使用する。

2.0.2 EDTA法

2.0.2.1 要旨 検水に緩衝溶液を加えてpH10に調節し、エリオクロムブラックT(E. B. T)を指示薬として $M/100$ EDTA標準溶液で滴定する。この際マグネシウムイオンだけでなく、カルシウムイオンも同時に定量されるので、1.9.2.3で定量されたカルシウムイオンを差引いてマグネシウムイオン(Mg^{2+} mg/ ℓ)の量を算出する。

2.0.2.2 試薬

シアン化カリウム溶液(10%)

塩酸ヒドロキシルアミン溶液(10%)

トリエタノールアミン(1+1)

E. B. T指示薬

緩衝溶液; 塩化アンモニウム6.75gをアンモニア水570mlに溶解し、水で全量を1 ℓ とする。

$M/100$ EDTA標準溶液

2.0.2.3 操作 検水100mlを磁製蒸発ザラ(容量200~300ml)にとり、塩酸ヒドロキシルアミン溶液(10%)3ml, トリエタノールアミン(1+1)1ml, シアン化カリウム溶液(10%)数滴を加えてふりまぜ、つぎに緩衝溶液3~4ml^{注)}を加えpHを約10に調節したのち、E. B. T指示薬を2~3滴加え、ガラス棒でかきまぜながら $M/100$ EDTA標準溶液で滴定し、赤味が消えて完全に青色に変色する点を終点とする。

つぎの式によりマグネシウムイオン(Mg^{2+} mg/ ℓ)を算出する。

計算式

$$\text{マグネシウムイオン} \left(\frac{\text{mg}}{\text{ℓ}} \right) = 0.2432 \times f \times (n' - n) \times \frac{1000}{S}$$

n' ; カルシウムイオンとマグネシウムイオンの含量に相当する EDTA 標準溶液使用量 (ml)

n ; 19.2.3 で求めたカルシウムイオンに相当する EDTA 標準溶液使用量 (ml)

S ; 検水採取量 (ml)

注) 緩衝溶液が水で 10 倍したものが pH 約 10 を示さなければならない。

21. マンガンイオン (Mn^{2+})

21.1 要 旨

検水中のマンガンイオンを過ヨウ素酸カリウムで酸化して紫紅色の過マンガン酸イオンとし、比色定量する。

21.2 試 薬

過ヨウ素酸カリウム ; 特級

リン酸

$N/20$ 過マンガン酸カリウム標準溶液

21.3 操 作

検水^{注1)} 100~300 ml を目盛付ビーカー (容量 300 ml) にとり、硝酸 1~2 ml および硫酸 2 ml を加えて無水硫酸の白煙がなくなるまで蒸発を続ける。残留物に水 50 ml、硫酸 4 ml を加えて加熱溶解し、不溶解物があれば別して比色用検液とする。これに鉄^{注2)}の含量に従ってリン酸 1~2 ml を加え、つぎに過ヨウ素酸カリウム^{注3)} を 0.1~0.3 g 加えて静かにかきまぜながら加熱し、1 分間煮沸を続けたのち水浴上に移し 30~60 分間加温発色せしめる。発色溶液は冷却し水を加えて全量を正確に 50 ml とする。別に同型目盛付ビーカーに水と硫酸 4 ml、リン酸 1~2 ml を加えて 50 ml としたものに、 $N/20$ 過マンガン酸カリウム標準溶液をビュレットより滴加してふりませ、検水を入れたビーカーの色度と同色になるまで滴加する。つぎの式によりマンガンイオン (Mn^{2+} mg/ℓ) を算出する。

計算式

$$\text{マンガンイオン} \left(\frac{\text{mg}}{\text{ℓ}} \right) = 0.5495 \times f \times n \times \frac{1000}{S}$$

n ; $N/20$ 過マンガン酸カリウム標準溶液使用量 (ml)

S ; 検水採取量 (ml)

注1) 検水の採取量は酸性泉または弱酸性泉では100 mlでよいが、中性泉あるいはアルカリ性鉱泉では約300 ml採取する。

注2) 一般鉱泉には鉄量が少いからリン酸を加える必要がない。

注3) 100 ml中2 mgのマンガンイオンを酸化するには約50 mgの過ヨウ素酸カリウムを必要とする。

注4) 光電光度計で測定する場合は波長520 m μ 附近のフィルターを用いる。

22. メタホウ酸 (HBO₂)

22.1 要 旨

検水を微酸性にして煮沸し炭酸類を分解除去し、中和後マンニット少量とフェノールフタレイン溶液を加え、水酸化ナトリウム標準溶液で中和滴定する。

22.2 試 薬

塩酸(1+4)および塩酸(0.1 N)

N/20 水酸化ナトリウム標準溶液および水酸化ナトリウム溶液(0.5 N)

マンニット;特級

フェノールフタレイン溶液

パラニトロフェノール溶液

22.3 操 作

検水^{注1)} 100~200 mlを三角フラスコ^{注2)} (容量300 ml)にとり、パラニトロフェノール溶液数滴を加え塩酸(1+4)を1滴ずつ加えて僅かに酸性としたのち、水浴上で約10分間加熱し、三角フラスコに還流冷却器をつけて約5分間煮沸し炭酸ガスを追い出す。このまま水道水で冷却したのち還流冷却器をとりはずし水酸化ナトリウム溶液(0.5 N)^{注3)}を1滴ずつ、無色の液が急に黄変するまで滴加し、再び塩酸(0.1 N)を加えて無色とする。これをN/20 水酸化ナトリウム標準溶液で正確に中和する(半滴で僅かに黄色味が帯びるところを終点とする)。これにマンニット1 gおよびフェノールフタレイン溶液1 mlを加えN/20 水酸化ナトリウム標準溶液で滴定し、帯黄紅色を呈するときにさらにマンニット0.2 gを加える。もし紅色が消えるときは引き続き滴定し帯黄紅色になった点を終点とする。なお同量の水を用いて上記同様操作して空試験を行ない、次式によりメタホウ酸(HBO₂ mg/l)を算出する。

計算式

$$\text{メタホウ酸} \left(\frac{\text{mg}}{\text{g}} \right) = 2.195 \times f \times n \times \frac{1000}{S}$$

n ; $\frac{\text{N}}{20}$ 水酸化ナトリウム標準溶液使用量 (ml)

S ; 検水採取量 (ml)

注1) 鉄イオン、アルミニウムイオンの多い鉱泉の場合は、白金ザラに検水を取り水酸化ナトリウム溶液 (0.5 N) 1~2 ml を加え水浴上で加温後、三角フラスコに口過して沈殿を除く。

注2) 硬質ビーカーはガラス中のホウ素が溶出し、空実験値が大となるから、石英製三角フラスコを用いる方がよい。

注3) 水酸化ナトリウム溶液 (0.5 N) は大体の濃度でよい。

注4) 塩酸 (0.1 N) は大体の濃度でよい。

23. ナトリウムイオン (Na^+)、カリウムイオン (K^+)

化学課資料 501 「工業用水分析法 (工業用水源調査にともなう水質試験法)」 第2版

IV. 13. ナトリウムイオン, 14. カリウムイオンの項参照

地質調査所化学課資料として分析法の集録を昭和34年から行っているが、
今後は、発行順に番号を付けると共に、三桁の数字でもって分類を行い、そ
の最初の一桁は次の項目を示すことにする。

最初の一桁

- 通則，分光分析，地化学探鉱など一般的な項目
- 1 金属元素
- 2 非金属元素
- 3 ケイ酸塩，ヨウ業原料
- 4 鉱物
- 5 水（工業用水，温泉，ガス水など）
- 6 石炭，ガス

昭和36年12月

地質調査所技術部化学課

川崎市久本町 135

