

水質基準の設定・改正経緯

1. 水道法における水質基準

- (1) 水道法 (p. 3) の目的「清浄にして豊富低廉な水の供給」を達成するため、同法第4条において水質基準が規定されている。
- (2) 第4条においては、第1項で病原生物 (第1号)、有毒物質 (第2号)、銅、鉄、フッ素、フェノール等 (第3号)、pH (第4号)、臭気 (第5号)、外観 (第6号) の区分を例示して水道により供給される水の水質上の要件を規定するとともに、第2項では、「前号各号の基準に関して必要な事項は、厚生労働省令で定める」として、具体的な基準については、省令に委任している。

2. 水質基準に関する省令及びその改正経緯

- (1) 「水質基準に関する省令」(以下、省令という) は、昭和33年に制定されて以来以下の改定経過をたどっている。

| | | | |
|-------|--------|------------------------------|----|
| 昭和33年 | 7月16日 | 厚生省令第23号 (制定) p. | 4 |
| 昭和35年 | 6月1日 | 厚生省令第20号 (一部改正) p. | 14 |
| 昭和41年 | 5月6日 | 厚生省令第11号 (全部改正) p. | 15 |
| 昭和53年 | 8月31日 | 厚生省令第56号 (全部改正) p. | 21 |
| 平成4年 | 12月21日 | 厚生省令第69号 (全部改正) p. | 36 |
| 平成11年 | 6月29日 | 厚生労働省令第68号 (一部改正) . p. | 39 |
| 平成13年 | 3月30日 | 厚生労働省令第81号 (一部改正) . p. | 40 |
| 平成14年 | 3月27日 | 厚生労働省令第43号 (一部改正) . p. | 41 |

- (2) このうち、主たるものは、昭和33年 (制定、29項目)、昭和41年 (全部改正、29項目→26項目)、昭和53年 (全部改正、26項目→26項目)、平成4年 (全部改正、26項目→46項目) である。
- (3) 昭和53年までの各省令では、水道法第4条第1項各号で定められた要件に関して必要な事項が、各号ごとに規定されており、また、検査方法が省令中に記載されている。
- (4) 現行省令は平成4年、生活環境審議会の答申を受けて改正されたものであり、人の健康に影響が生じない水準を基として基準を設定した「健康に関連する項目」29項目及び水道水として生活利用上あるいは水道施設の

管理上障害が生ずるおそれのない水準として基準を設定した「水道水が有すべき性状に関する項目」17項目の計46項目につき基準が設定されている。

- (5) 「検査方法」は、省令において検査方法名のみが記載され、その詳細については、通知（「水道水質に関する基準の制定について」）で定められている。
- (6) また、「水質基準を補完する項目」として、おいしい水などより質の高い水道水を供給するための「快適水質項目」、人の健康に関連する項目であって将来的に検出レベルの上昇が懸念され全国的な監視が必要な「監視項目」が、通知で定められている。
- (7) その後、省令は、平成11年6月に検査方法としてICP-MS法を導入するための改正、平成13年3月に濁度等の検査方法として自動測定法を導入するための改正、平成14年3月に鉛の水質基準値を0.05mg/Lから0.01mg/Lとするための改正が行われ、現在に至っている。

○水道法（昭和三十二年法律第七十七号）（抄）

（この法律の目的）

第一条 この法律は、水道の布設及び管理を適正かつ合理的ならしめるとともに、水道を計画的に整備し、及び水道事業を保護育成することによつて、清浄にして豊富低廉な水の供給を図り、もつて公衆衛生の向上と生活環境の改善とに寄与することを目的とする。

（水質基準）

第四条 水道により供給される水は、次の各号に掲げる要件を備えるものでなければならない。

- 一 病原生物に汚染され、又は病原生物に汚染されたことを疑わせるような生物若しくは物質を含むものでないこと。
 - 二 シアン、水銀その他の有毒物質を含まないこと。
 - 三 銅、鉄、弗素、フェノールその他の物質をその許容量をこえて含まないこと。
 - 四 異常な酸性又はアルカリ性を呈しないこと。
 - 五 異常な臭味がないこと。ただし、消毒による臭味を除く。
 - 六 外観は、ほとんど無色透明であること。
- 2 前項各号の基準に関して必要な事項は、厚生労働省令で定める。

◎厚生省令第二十三号

水道法(昭和三十三年法律第七十七号)第四条第二項の規定に基づき、水質基準に関する省令を次のとおり定める。

昭和三十三年七月十六日

厚生大臣 橋本 龍伍

水質基準に関する省令

水道法(昭和三十三年法律第七十七号)第四条第一項各号の水質基準のうち、別表第一から別表第六までの事項の部に掲げる事項について、これらの表の検査方法の部に規定する方法によつて行つた検査において適合すべき基準は、それぞれ、これらの表の基準の部に規定する基準とする。

附 則

この省令は、公布の日から施行する。

別表第一

一 病原生物に汚染されたことを疑わせるような生物及び物質に関する事項

- (一) アンモニア性窒素及び亜硝酸性窒素
- (二) 硝酸性窒素
- (三) 塩素イオン
- (四) 有機物等(過マンガン酸カリウム消費量)
- (五) 一般細菌
- (六) 大腸菌群

二 基準

- (一) アンモニア性窒素及び亜硝酸性窒素は、同時に検出してはならない。
- (二) 硝酸性窒素は、 10 ppm をこえてはならない。
- (三) 塩素イオンは、 200 ppm をこえてはならない。
- (四) 有機物、無機物の過マンガン酸カリウム消費量は、 10 ppm をこえてはならない。
- (五) 一般細菌(普通寒天培地に集落を形成する生菌をいう)は、 1 cc 中 100 をこえてはならない。
- (六) 大腸菌群(グラム陰性の無芽胞性の桿菌であつて、乳糖を分解して、酸とガスを形成するすべての好気性又は通性嫌気性の菌をいう)は、 50 cc 中に検出してはならない。

三 検査方法

(一) アンモニア性窒素及び亜硝酸性窒素

アンモニア性窒素

検液約 50 cc を比色管にとり、これにロツセル塩溶液 2 cc 及びネスラー試薬 1 cc を加えて混和するとき淡黄色ないしかつ色を呈してはならない。

亜硝酸性窒素

検液約 50 cc を比色管にとり、これにGR亜硝酸試薬約 0.3 g を加えて混和し、 10 分間置置するとき桃色ないし紫紅色を呈してはならない。

試薬

ロツセル塩溶液

酒石酸カリウムナトリウム($\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_6 \cdot \text{KN}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 50 g を蒸留水 100 cc に溶かしてろ過した後、ネスラー試薬 5 cc を加える。

ネスラー試薬

ヨウ化水銀(HgI_2) 100 g を蒸留水の 50 cc ないし 70 cc と乳鉢中でよくすりませ、これにヨウ化ナトリウム(NaI)末四五 g を加えて溶かし、次に水酸化ナトリウム(NaOH) 1100 g を蒸留水 900 cc に溶かした液を少しずつ加えて混和し、最後に蒸留水を加えて 1000 cc とする。

GR亜硝酸試薬

粉末にした酒石酸 [$\text{C}_2\text{H}_4(\text{OH})_2(\text{COOH})_2$] 八九 g にアルファ・ナフチルアミン ($\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NH}_2$) 1 g 及びスルファニル酸 ($\text{C}_6\text{H}_4 \cdot \text{NH}_2 \cdot \text{SO}_3\text{H} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 10 g を加えて混和する。

(三) 硝酸性窒素

1. 検液の適量を取り、蒸留水を加えて二五ccとし、これに酢酸アニリン溶液二ccを加えて加熱し、煮沸寸前で一五度（摂氏とする。以下同じ。）以下に冷却し、酢酸ナトリウム一g及び粉末亜鉛二gを加えてよくふりませ、一〇分間静置した後、これを比色管にろ入し、蒸留水を加えて三〇ccとする。別に、適当な数の管に標準原液の適量を取り、各管に蒸留水を加えて、二五ccとし、以下検液と同様に操作して、これを比色管にろ入し、蒸留水を加えて三〇ccとし、これを標準液とする。次に検液及び標準液の各管に、六規定塩酸と六規定酢酸の等量の混合液二ccずつを加え、さらに五分間ないし六分間静置した後、アルファ・ナフチルアミン溶液一ccずつを加え、三〇分間静置する。このとき呈する検液の色を標準液の色と比較し、検液と同様の色を呈する標準液に含まれる標準原液のcc数(a)を求め、次式によつて検液に含まれる硝酸性窒素の量(ppm)を算定する。

$$\text{硝酸性窒素 (N ppm)} = a \times \frac{1000}{\text{検液 cc}} \times 0.01$$

光电比色計を用いて検査する場合は、波長五二〇 mμ ないし五五〇 mμ で測定する。

試薬

酢酸アニリン溶液

精製アニリン (C₆H₅·NH₂) 三ccに氷酢酸三ccを加え、さらに蒸留水を加えて一〇〇ccとする。

アルファ・ナフチルアミン溶液

アルファ・ナフチルアミン (C₁₀H₇·NH₂) 二gに氷酢酸一九ccを加え、さらに蒸留水を加えて一〇〇ccとする。

標準原液

一〇五度ないし一〇度で乾燥した硝酸カリウム(KNO₃) 〇・七二一八gを蒸留水に溶かして一〇〇ccとし、その一〇〇ccに蒸留水を加えて一〇〇〇ccとする。

(四) 塩素イオン

検液の適量を白磁皿にとり、クロム酸カリウム溶液約〇・五ccを加えた後、検液が微類かつ色を呈するまで百分の一規定硝酸銀溶液を用いて滴定し、これに要した硝酸銀溶液のcc数(a)を求め、次式により検液に含まれる塩素イオンの量(ppm)を算定する。

$$\text{塩素イオン (Cl⁻ ppm)} = a \times \frac{1000}{\text{検液 cc}} \times 0.3546$$

試薬

クロム酸カリウム溶液

クロム酸カリウム (K₂Cr₂O₇) 五〇gを少量の蒸留水に溶かした後、これに微赤色の沈でんが生ずるまで硝酸銀溶液を加えてろ過し、ろ液を蒸留水で一〇〇〇ccとする。

(四) 有機物等

検液の適量を三角フラスコにとり、蒸留水を加えて一〇〇ccとし、精製粒状浮石の数個及び稀硫酸約五ccを加え、これに百分の一規定過マンガン酸カリウム溶液一〇ccを加えて加熱し、五分間煮沸する。次に百分の一規定酢酸ナトリウム溶液一〇ccを加えて脱色させ、ただちに百分の一規定過マンガン酸カリウム溶液を用いて微紅色が消えずに残るまで滴定し、前後に要した過マンガン酸カリウム溶液のcc数(a)を求め、次式により検液の過マンガン酸カリウム消費量(ppm)を算定する。

$$\text{過マンガン酸カリウム消費量 (KMnO₄ ppm)} = (a - 10) \times \frac{1000}{\text{検液 cc}} \times 0.316$$

試薬

稀硫酸

蒸留水二容に硫酸一容を、容器を動揺しながらしずかに加えた後、水浴上であたためながら、過マンガン酸カリウム溶液を微紅色が消えずに残るまで滴加する。

(四) 一般細菌

あらかじめチオ硫酸ナトリウム粉末の〇・〇二gないし〇・〇五gを入れて、高圧滅菌した採水びんを用いて採取した検液からその一ccをペトリ皿にとり、これに、溶かして約四五度に保つた普通寒天培地約一五ccを加え、固まらないやうによく混和し、冷後、逆さにして三五度ないし三七度で、二二時間ないし二六時間培養して、菌数を計算する。

丙 大腸菌群

推定試験

検液からその一〇ccずつ五本又は五〇ccを濃厚乳糖ブイヨン¹⁴試験管に移植し、三五度ないし三七度で四五時間ないし五一時間培養したときガス発生をみなければ、大腸菌群陰性である。

確定試験

推定試験においてガス発生をみたときは、ただちに、この一白金耳をBGLB¹⁵試験管に移植し、三五度ないし三七度で四五時間ないし五一時間培養したときガス発生をみなければ、大腸菌群陰性である。

完全試験

確定試験においてガス発生をみたときは、ただちに、この一白金耳を、EMB¹⁶平板培地又は遠藤平板培地に、三五度ないし三七度で二四時間培養し、独立した集落が発生するようにする。発生した定型的集落又は二以上の非定型的集落をこすり菌して、それぞれ普通乳糖ブイヨン¹⁴試験管及び寒天斜面に移植し、三五度ないし三七度で培養し、四八時間内にガス発生をみたときは、その寒天斜面に発生した集落についてグラム染色を行い、グラム陰性の無芽胞性の桿菌があれば、大腸菌群陽性である。

別表第二

一 シアン、水銀その他の有毒物質に関する事項

- (一) シアン
- (二) 水銀
- (三) 有機燐

二 毒草

シアン、水銀及び有機燐は、検出してはならない。

三 検査方法

(一) シアン

フェニールフタリン溶液一cc及び〇・〇五パーセント硫酸銅溶液〇・五ccを試験管にとり、襪色するまで静置した後、これに残留塩素を除去した検液約一五ccを加えたとき、ただちに紅色を呈してはならない。

試薬

フェニールフタリン溶液

フェニールフタリン(C₆H₅O₂) 〇・五gを水酸化ナトリウム1gを含む蒸留水一五〇ccに溶かし、亜鉛片二筒ないし三筒を加える。

(二) 水銀

検液二〇〇ccを分液ロートにとり、一〇規定硫酸二cc、クロロホルム一cc及び稀ジチゾン溶液一ccを加えて、三〇秒間強くふりませたとき、クロロホルム層が、だいたい色ないしだいたいかつ色を呈してはならない。

試薬

稀ジチゾン溶液

ジチゾン〇・〇一gをクロロホルム一〇〇〇ccに溶かす。

(三) 有機燐

検液一〇ccをとり、これに五規定塩酸二cc及び亜鉛末〇・五gを加え、時計皿でおおい、五分間弱く煮沸し、放冷後ろ過する。このろ液に〇・二五パーセント亜硝酸ナトリウム溶液一ccを加えてかきませ、一〇分間静置した後、二・五パーセントスルファミン酸アンモニウム溶液一ccを混和し、再び一〇分間静置する。次に、一パーセントロー(一)ナフチルエチレンジアミンジハイドロクロライド溶液二ccを加えてしばらくした後、赤紫色を呈してはならない。

別表第三

一 銅、鉄、弗素、フェニールその他の物質の許容量に関する事項

- (一) 銅
- (二) 鉄
- (三) 弗素
- (四) 鉛
- (五) 亜鉛
- (六) クロム
- (七) 砒素
- (八) マンガン

- (ハ) 硫酸
- (イ) フェノール
- (ロ) 硫酸イオン
- (ニ) カルシウム、マグネシウム等(硬度)

基準

次の表の上欄に掲げる物質は、同表の下欄に掲げる量を超えてはならない。

| | |
|-------------------|-----------|
| 銅 | — ppm |
| 鉄 | 〇・三 ppm |
| 弗素 | 〇・八 ppm |
| 鉛 | 〇・一 ppm |
| 亜鉛 | — ppm |
| クロム | 〇・〇五 ppm |
| 砒素 | 〇・〇五 ppm |
| マンガン | 〇・三 ppm |
| 硫酸 | 五〇 ppm |
| フェノール | 〇・〇〇五 ppm |
| 硫酸イオン | 二〇〇 ppm |
| カルシウム・マグネシウム等(硬度) | 三〇〇 ppm |

三 検査方法

(一) 銅

検液の適量を取り、一〇パーセント塩酸数滴及び蒸留水を加えて約四〇ccとした後、五分間煮沸する。冷後、これを比色管にろし、一〇パーセントアンモニア水で中和し、クエン酸アンモニウム溶液五ccを加えた後、蒸留水を加えて五〇ccとする。別に数個の同型比色管に標準原液の適量を取り、クエン酸アンモニウム溶液五ccずつを加えた後、各管に蒸留水を加えておのおの五〇ccとし、これを標準液とする。次に、検液及び標準液の各管に一〇パーセントアンモニア水一cc及びジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム溶液一ccを加えて混和した後、検液の色を標準液と比較し、検液と同様の色を呈する標準液に含まれる標準原液のcc数(a)を求め、次式により、検液に含まれる銅の量(ppm)を算定する。

$$\text{銅(Cu ppm)} = a \times \frac{1000}{\text{検液cc}} \times 0.01$$

光電比色計を用いて検査する場合は、四塩化炭素で抽出したものに波長四四〇nmで測定する。

試薬

クエン酸アンモニウム溶液

クエン酸アンモニウム $[\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7(\text{NH}_4)_3 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ 二〇gを蒸留水に溶かして一〇〇ccとし、アンモニア水を滴加して弱アルカリ性とする。

ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム溶液

ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム $[N(C_2H_5)_2 \cdot CS_2Na] \cdot O$ 1g を蒸留水に溶かして 100cc とする。

標準原液

硫酸銅 $(CuSO_4 \cdot 5H_2O) \cdot O$ 3.93g を蒸留水に溶かし、硫酸 1cc を加えた後、蒸留水で 100cc とし、その 100cc に蒸留水を加えて 1000cc とする。

(イ) 鉄

検液の適量を三角フラスコにとり、蒸留水を加えて約 100cc とした後、10パーセント塩酸 3cc を加え、約 75cc になるまで煮沸し、冷後比色管に入する。別に、数個の同型比色管に標準原液の適量を取り、10パーセント塩酸 3cc ずつを加えた後、各管に蒸留水を加えて、おのおの約 75cc とし、これを標準液とする。

次に、検液及び標準液の各管に塩酸ヒドロキシルアミン溶液 1cc とオルト・フェナントロリン溶液 5cc を加え、アンモニア水でコンゴレッド紙が赤変するまで中和した後、酢酸緩衝液 5cc を加え、蒸留水で 100cc とし、三分間静置する。このとき呈する検液の色を標準液の色と比較し、検液と同様の色を呈する標準液に含まれる標準原液の cc 数 (a) を求め、次式により検液に含まれる鉄の量 (ppm) を算定する。酢酸緩衝液は、氷酢酸 28.8cc 及び酢酸ナトリウム $(CH_3COONa \cdot 3H_2O)$ 6.8g を蒸留水に溶かして 1000cc としたものを使用する。

$$\text{鉄 (Fe ppm)} = a \times \frac{1000}{\text{検液 cc}} \times 0.01$$

光電比色計を用いて検査する場合は、波長 520 mμ で測定する。

塩酸ヒドロキシルアミン溶液

塩酸ヒドロキシルアミン $(2H_2OH \cdot HCl)$ 10g を蒸留水 100cc に溶かす。

オルト・フェナントロリン溶液

塩酸オルト・フェナントロリン $(C_{12}H_8N_2 \cdot HCl) \cdot O$ 1.1g を蒸留水 100cc に溶かす。

標準原液

硫酸第一鉄アンモニウム $[FeSO_4(NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O]$ 7.026g を少量の蒸留水に溶かし、10パーセント塩酸 3cc 及び蒸留水を加えて 1000cc とし、その 100cc に蒸留水を加えて 1000cc とする。

(ロ) 弗素

検液の適量を比色管にとり、蒸留水を加えて 100cc とする。

別に、数個の同型比色管に標準原液の適量を取り、各管に蒸留水を加えて、100cc とし、これを標準液とする。次に、検液及び標準液の各管にジルコニウムアリザリン溶液 5cc ずつを加えて混和し、室温に一時静置する。このとき呈する検液の色を標準液の色と比較し、検液の色と同様の色を呈する標準液に含まれる標準原液の cc 数 (a) を求め、次式により検液に含まれる弗素の量 (ppm) を算定する。

$$\text{弗素 (F ppm)} = a \times \frac{1000}{\text{検液 cc}} \times 0.01$$

試薬

ジルコニウムアリザリン溶液

オキシ塩化ジルコニウム $(ZrOCl_2 \cdot 8H_2O) \cdot O$ 3g を蒸留水 50cc に溶かした後、ふりませながらアリザリンモノスルホン酸ナトリウム $(C_{12}H_{10}O_4 \cdot SO_3Na) \cdot O$ 0.7g を蒸留水 50cc に溶かした液を少量ずつ加え、これを数分間静置して、透明となった後、酸過液 (8パーセント塩酸一容及び七パーセント硫酸一容の混液) を加えて 1000cc とし、静置して溶液の色を黄色に変化させる。

(ハ) 鉛

検液の適量を分液ロットにとり、クエン酸アンモニウム溶液 2cc、10パーセントシアン化カリウム溶液 2cc 及び 20パーセント塩酸ヒドロキシルアミン溶液 1cc を加える。次に、フェノールレッド溶液 2滴を加え、検液が赤色を呈するまでアンモニア水を加え、これから抽出用ジチゾン溶液 5cc ずつで鉛を抽出し、この操作を抽出用ジチゾン溶液が固有の緑色を保つようになるまで繰り返す。次に、毎回使用した抽出用ジチゾン溶液を分液ロットにうつし、これに 1パーセント硝酸 20cc を加えて 30秒間ふりませた後、クロロホルム層をすて、残液に稀ジチゾン溶液 20cc 及びアンモニア加シアン化カリウム溶液 5cc を加え、30秒間ふりませた後クロロホルム層を分取する。

別に、標準原液一〇ccを分液ロートにとり、一パーセント硝酸二〇cc、稀ジチゾン溶液二〇cc及びアンモニア加シアン化カリウム溶液五ccを加え、三〇秒間ふりまぜた後、クロロホルム層を分取する。次に、検液及び標準原液から分取したクロロホルム層を光電比色計を用い、波長五〇〇mμで検液に対する吸光度(a)及び標準原液に対する吸光度(b)を測定し、次式により検液に含まれる鉛の量(ppm)を算定する。

$$\text{鉛(Pb ppm)} = \frac{a}{b} \times \frac{1000}{\text{検液cc}} \times 0.1$$

試薬

クエン酸アンモニウム溶液

クエン酸(C₆H₈O₇·H₂O)四〇gを蒸留水九〇ccに溶かし、フェニールレッド溶液二滴ないし三滴を加え、液が赤色を呈するまでアンモニア水を加える。

アンモニア加シアン化カリウム溶液

一〇パーセントシアン化カリウム溶液二〇ccに二八パーセントアンモニア水一五cc及び蒸留水を加えて一〇〇ccとする。

抽出用ジチゾン溶液

ジチゾン(C₆H₅·N=NCS·NH·NH·C₆H₅)〇・〇三gをクロロホルム一〇〇ccに溶かす。

稀ジチゾン溶液

別表第二、一の(四)水銀の項に規定する稀ジチゾン溶液に同じ。

標準原液

硝酸鉛[Pb(NO₃)₂]〇・一五九九gを〇・五パーセント硝酸一〇〇ccに溶かし、蒸留水を加えて一〇〇ccとし、その一〇ccに蒸留水を加えて一〇〇ccとする。

(四) 亜鉛

検液の適量を取り、濃縮して約一〇〇ccとし、これに二パーセント塩酸二滴ないし三滴を加えた後、一〇パーセント水酸化ナトリウム溶液で中和し、これに一〇パーセントシアン化カリウム溶液一ccを加えて過剰し、二分間ないし三分間静置した後、ホルマリン三ccを加え、十分の一規定塩酸を滴加して、pH値を約七とする。次に、緩衝液二〇ccを加え、CBT溶液を指示薬とし、ブロー赤色が青色に変るまで百分の一モルEDTA(エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム)溶液で滴定し、これに要したEDTA溶液のcc数(a)を求め、次式により検液に含まれる亜鉛の量(ppm)を算定する。緩衝液は、マレイン酸(NO₂CCH₂CHCO₂H……ツム酸)一・二二八gを少量の蒸留水に溶かし、一規定水酸化ナトリウム溶液一〇ccを加えた後、蒸留水で一〇〇ccとし、pH値が七のものを使用する。

$$\text{亜鉛(Zn ppm)} = a \times \frac{1000}{\text{検液cc}} \times 0.6538$$

試薬

CBT溶液

クロムブラックT(C₆H₇N₂O₇Cl₂)〇・五g及び塩酸ヒドロキシルアミン(NH₂OH·HCl)四・五gを九〇容量パーセントエチルアルコール一〇〇ccに溶かす。

(六) クロム

検液の適量を三角フラスコにとり、これに過塩素酸五ccを加え、ロートで蒸をしてドラフト内で白煙が生ずるまで加熱した後、冷却する。次に、蒸留水二五ccを加えて二分間煮沸した後、一〇パーセントアンモニア水で中和する。ここに生じた沈殿をろ別し、ろ液を一〇パーセント硫酸で、わずかに酸性とし、比色管に移し、蒸留水を加えて五〇ccとする。別に、数個の同型比色管に標準原液の適量を取り、各管に蒸留水を加えて五〇ccとし、これを標準液とする。次に、検液及び標準液の各管にジフェニルカルバチッド溶液二・五ccずつを加えて混和し、五分間静置する。このとき呈する検液の色を標準液の色と比較し、検液と同様の色を呈する標準液に含まれる標準原液のcc数(a)を求め、次式により検液に含まれるクロムの量(ppm)を算定する。

$$\text{クロム(Cr ppm)} = a \times \frac{1000}{\text{検液cc}} \times 0.901$$

試薬

ジフェニルカルバチッド溶液

ジフェニルカルバチッド[OC(NH·NH·C₆H₅)₂]〇・二gを九〇容量パーセントエチルアルコール一〇〇ccに溶かし、一〇パーセント硫酸四〇ccを混和する。

標準原液

クオイン酸カリウム($K_2C_2O_4$) 0.3734gを蒸留水に溶かして1000ccとし、その100ccに蒸留水を加えて1000ccとする。

(4) 砒素

検液の適量を蒸発皿にとり、過酸化ナトリウムの少量を加えてアルカリ性とし、蒸発濃縮して約100ccとした後、ガス発生びんに移し、蒸留水を加えて100ccとする。これに20パーセント無砒性硫酸20cc、10パーセントヨウ化カリウム溶液4cc及び塩化第一錫溶液四滴を加え、水浴上で約90度に加熱した後、約5度になるまで冷却し、次に、砒素を含まない径0.6mmないし0.8mmの砂状面鉛約5gを加え、ただちに、ろ過管及び臭化水銀紙を入れた管を連結し、そのまま一五分間静置した後、室温でガス発生を一時間継続させ、呈色した臭化水銀紙を取り出す。同時に、別に数個の同型ガス発生びんに標準原液の適量を取り、蒸留水を加えて各100ccとした後、以下検液の試験と同様に操作して標準比色紙をつくる。次に、検液によつて着色した臭化水銀紙を標準比色紙と比較し、検液と同様の色を呈する標準比色紙に要した標準原液のcc数

(a)を求め、次式により検液に含まれる砒素の量(ppm)を算定する。

$$\text{砒素(As ppm)} = a \times \frac{100}{\text{検液cc}} \times 0.01$$

試薬

塩化第一錫溶液

砒素を含まない塩化第一錫($SnCl_2 \cdot 2H_2O$) 40gを三五パーセント無砒性塩酸に溶かして1000ccとする。

臭化水銀紙

定量用厚質ろ紙を幅2.5mm、長さ22cmの大きさに切り、これを臭化水銀($HgBr_2$) 5gを九五容積パーセントエチルアルコール100ccに溶かした液に一時浸した後、乾かす。

標準原液

三酸化砒素(As_2O_3) 1.3204gを20パーセント水酸化ナトリウム溶液25ccに溶かし、蒸留水約400ccを加えた後、硫酸で酸性とし、蒸留水を加えて1000ccとし、その100ccに蒸留水を加えて1000ccとする。

(5) マンガン

検液の適量を磁皿にとり、少量の炭酸ナトリウムを加えて水浴上で蒸発乾固し、蒸留水約50ccを加えて煮沸した後、ろ別水洗し、残留物をなるべく少量の30パーセント硝酸に溶かし、磁皿に移し、蒸発乾固する。これを蒸留水に溶かし、硝酸約1cc及び5パーセント硝酸銀溶液少量を加えて塩素イオンを沈せ、さらに、硝酸銀溶液数ccを加え、ここに生じた沈をろ別水洗し、ろ液と洗液を集め、約400ccとする。別に、数個のビーカーに標準原液の適量を取り、おのおのに硝酸1cc、硝酸銀溶液数cc及び蒸留水約400ccずつを加えこれを標準液とする。次に、検液及び標準液のおのおのに過硫酸アンモニウム約1gずつを加え、水浴上に約20分間温めて、紅色を現れさせ、冷後、検液及び標準液をそれぞれ比色管に移し、おのおのに蒸留水を加えて50ccとし混和した後、検液の色を標準液の色と比較し、検液の色と同様の色を呈する標準

原液のcc数(a)を求め、次式により検液に含まれるマンガンの量(ppm)を算定する。

$$\text{マンガン(Mn ppm)} = a \times \frac{100}{\text{検液cc}} \times 0.1$$

標準原液

過マンガン酸カリウム($KMnO_4$) 0.2877gを蒸留水約100ccに溶かし、五パーセント硫酸を加えて酸性とし、しずかに加熱して煮沸する。次に、10パーセント塩酸溶液を滴加して脱色させ、冷後蒸留水を加えて1000ccとする。

(6) 砒酸

検液の適量を比色管にとり、蒸留水を加えて100ccとする。別に、数個の同型比色管に標準原液の適量を取り、蒸留水を加えて各100ccとし、これを標準液とする。次に、検液及び標準液の各管に四パーセント塩酸5cc及びモリブデン酸アンモニウム溶液5ccを加え、五分後に亜硫酸ナトリウム溶液10ccを加えて混和し、青色に発色させた後、蒸留水を加えて50ccとする。次

に、一〇分間静置した後、検液の色を標準液の色と比較し、検液の色と同様の色を呈する標準液に含まれる標準原液のcc数(a)を求め、次式により検液に含まれる硫酸の量(ppm)を算定する。

$$\text{硫酸}(\text{SiO}_2, \text{ppm}) = a \times \frac{1000}{\text{検液cc}} \times 0.1$$

光電比色計を用いて検査する場合は、波長六一五m μ ないし八一五m μ で測定する。

試薬

モリブデン酸アンモニウム溶液

モリブデン酸アンモニウム[(NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O]二〇gに蒸留水一五〇ccを加えて、加熱して溶かす。次に、アンモニア水を加えてpH値を七ないし八に調整し、蒸留水を加えて二〇〇ccとする。

亜硫酸ナトリウム溶液

亜硫酸ナトリウム(Na₂SO₃)一七〇gを蒸留水に溶かして一〇〇〇ccとする。

標準原液

無水硫酸(SiO₂)〇・二gと炭酸ナトリウム(Na₂CO₃)三gを白金カップに入れ、融解した後、水に溶かしてろ過し、ろ液に蒸留水を加えて二〇〇ccとし、その適量を取り、一cc中硫酸(SiO₂)〇・一mgを含むように蒸留水を加える。

(4) フェノール

検液一〇〇ccに一〇パーセント硫酸銅溶液二cc及びメチルオレンジ溶液数滴を加え、次に、検液の色が紅色を呈するまで磷酸溶液を加えた後、これを蒸留フラスコに移して蒸留する。留液が一八〇ccに達したとき蒸留を止め、フラスコ中の混液が沸騰しなくなつてからこれに蒸留水二〇ccを追加し、再び蒸留を続け、さらに二〇ccの留液を取り、総量を二〇〇ccとする。この留液八〇ccを比色管にとり、磷酸緩衝液四ccを加える。このときのpH値は、九・二ないし九・六でなければならない。次に、ギブス試薬二滴を加えて混和した後、三七度の恒温槽内に一時間静置した後、二五度以下に冷却し、n-ブチルアルコール二〇ccを加えて烈しく振とうし、静置する。このとき、アルコール層は、青色を呈してはならない。磷酸緩衝液は、磷酸(H₃BO₃)三・一g及び塩化カリウム(KCl)三・五gを適量の蒸留水に溶かし、これに一規定水酸化カリウム溶液三二ccを加えて一〇〇〇ccとしたものを使用する。

試薬

ギブス試薬

二・六ジブロムキノロンクロロイミド(C₆H₂Br₂ONCl)〇・一gを九五容量パーセントエチルアルコール二五ccに溶かしてろ過する。

(5) 硫酸イオン

検液の適量を取り、これに蒸留水を加えて約五〇ccとし、アルカリ度に相当する量の五十分の一規定塩酸を加えた後、さらに五ccを追加する。これを沸騰させながら五十分の一規定塩化バリウム溶液一〇ccを加え、数分間煮沸を続けた後、すみやかに冷却し、五十分の一規定塩化マグネシウム溶液二cc、塩化アンモニウム(NH₄Cl)六七・五gを二八パーセントアンモニア水五七〇ccに溶かし、蒸留水を加えて一〇〇〇ccとしたアンモニア緩衝液一・五cc及びC B T溶液五滴を加え、ただちに百分の一モルEDTA溶液で滴定して、そのcc数(a)を求める。別に、同量の検液を取り、蒸留水を加えて約五〇ccとし、これに五十分の一規定塩化マグネシウム溶液二cc、アンモニア緩衝液一・五cc及びC B T溶液五滴を加え、ただちに百分の一モルEDTA溶液で青色を呈するまで滴定して、そのcc数(b)を求め、次式により検液に含まれる硫酸イオンの量(ppm)を算定する。

$$\text{硫酸イオン}(\text{SO}_4^{2-}, \text{ppm}) = [(10 + b) - a] \times \frac{1000}{\text{検液cc}} \times 0.96$$

試薬

C B T溶液

亜鉛の項に規定するC B T溶液に同じ。