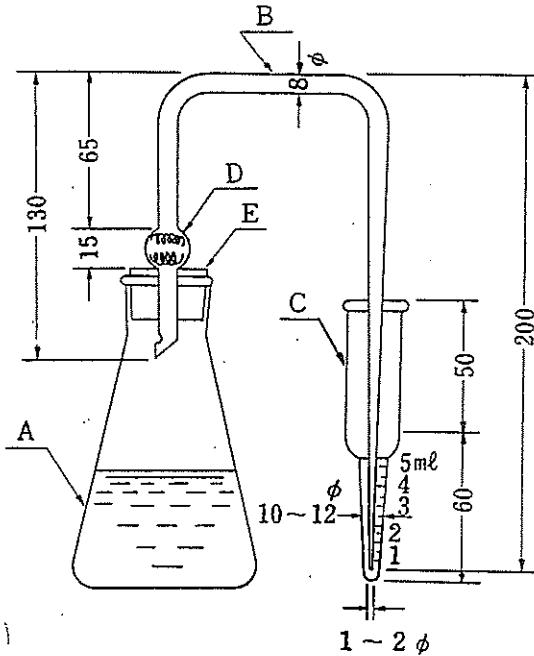


(2) 光電分光光度計又は光電光度計
 圖三 ヒ化水素発生装置



- A : ヒ化水素発生びん
80ml
- B : 導管
- C : ヒ化水素吸尿管
- D : 酢酸鉛溶液で湿したガラスウールを詰める。
- E : ゴムせん
(単位: mm)

(1) 試料の採取及び保存
 銅の検査の例による。
 (2) 試験操作
 (a) 前処理
 検水(200ml)ヒ素として0.001ないし0.02mgを含むもの又はヒ素として0.001ないし0.02mgを含むように検水に蒸留水を加えて200mlとしたものをビーカーに採り、塩酸5mlを加え、検水が約300mlになるまで加熱濃縮し、放冷後、これを試験溶液とする。
 (b) 分析
 (1)で得られた試験溶液をヒ化水素発生ビンAに移し入れ、蒸留水を加えて約400mlとした後、ヨウ化カリウム溶液(15W/V% 5ml)を加えて二ないし三分間放置する。次に塩化第一水素溶液1mlを加えて混合し、一分間放置する。これに、砂状亜鉛3gを加え、直ちにヒ化水素発生びんAに酢酸鉛溶液を浸したガラスウール又は脱脂綿を詰めた導管B及びびん

9

(一) 試薬

- (1) フェニールフタレイン・エタノール溶液
 - (2) シアンイオンの検査の例による。
 - (3) 水酸化ナトリウム溶液(10W/V%)
 - (4) 水酸化ナトリウム100gを蒸留水に溶かして1lとしたもの
 - (5) リン酸
 - (6) 過塩素酸
 - (7) アリザリンコンプレクソン溶液
 - (8) アリザリンコンプレクソン(2,2'-ジヒドロキシアントラキノニル-3-メチルアミン-N,N'-二酢酸)0.385gをできるだけ少量の水酸化ナトリウム溶液(10W/V%)に溶かし、蒸留水10mlを加えた後、溶液の色が紫から赤になるまで塩酸(19.9)を徐々に加え、更に蒸留水を加えて100mlとしたもの
 - (9) 硝酸ランタン溶液
 - (10) 酢酸緩衝液
 - (11) 酢酸ナトリウム(三水塩)100gを蒸留水約200mlに溶かし、酢酸約1mlを加えてよく混ぜた後、pH値が5.2になるように酢酸を加え、更に蒸留水を加えて1lとしたもの
 - (12) アセトン
 - (13) フッ素標準原液
 - (14) フッ化ナトリウムを白金さ中で、摂氏500ないし550度で四ないし五分間加熱し、デシケーター中で放冷後、その2.210gを蒸留水に溶かして1lとしたもの
 - (15) この溶液1mlは、フッ素1mgを含む。
 - (16) この溶液は、ポリエチレンびんに入れて保存する。
 - (17) フッ素標準原液を蒸留水で100倍に薄めた溶液100mlに蒸留水を加えて1lとしたもの
 - (18) この溶液1mlは、フッ素0.001mgを含む。
 - (19) この溶液は、使用の部度調整する。
 - (20) 器具及び装置
 - (21) フッ素蒸留装置
- 原則として図四に示すところによる。

(二) 検量線の作成

ヒ素標準液(0.120mlを段階的にヒ化水素発生びんAに採り、それぞれに塩酸5mlと蒸留水を加えて約400mlとする。以下(2)の(2)ただし、ヨウ化カリウム溶液(15W/V%)を加える操作以後の操作に限る。)と同様に操作してヒ素の量と吸光度との関係を求める。

(三) 検水の中のヒ素の濃度を算定する。

かじめジエチルジチオカルバミン酸銀・ピリジン溶液(0.5W/V% 5ml)を入れた吸尿管Cを連結して、常温で一時間水素ガスを発生させ、この間付随して発生したヒ化水素をジエチルジチオカルバミン酸銀・ピリジン溶液(0.5W/V%)に吸収させる。
 この吸収液の一部を吸収セル(20mm)に採り、光電分光光度計又は光電光度計を用いて、ジエチルジチオカルバミン酸銀・ピリジン溶液(0.5W/V%)を対照として、波長535nm付近で吸光度を測定し、(四)により作成した検量線から試験溶液中のヒ素の量を求め、検水の中のヒ素の濃度を算定する。

四 試験操作

検水五〇ml (六価クロムとして〇・〇〇一ないし〇・〇〇五mgを含むもの又は六価クロムとして〇・〇〇一ないし〇・〇〇五mgを含むように検水に蒸留水を加えて五〇mlとしたもの) を比色管に採り、ジフェニルカルバジド溶液一・五mlを加えて混合し、五分間放置する。

この溶液の一部を吸収セル(一〇mm)に採り、光電分光光度計又は光電光度計を用いて、検水と同様に操作した空試験液を対照として波長五四〇nm付近で吸光度を測定し、(四)により作成した検量線から検水中の六価クロムの濃度を算定する。

四 検量線の作成

六価クロム標準液〇ないし五mlを段階的に比色管に採り、それぞれ蒸留水を加えて五〇mlとする。以下(四)と同様に操作して、六価クロムの量と吸光度との関係を求める。

7 カドミウム

(一) 試薬

(1) 硝酸

クエン酸アンモニウム溶液(二五W/V%)

鉛の検査の例による。

ブロムチモールブルー・エタノール溶液

鉛の検査の例による。

アンモニア水

ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム溶液(五W/V%)

鉛の検査の例による。

メチルインジゴチロン

カドミウム標準原液

金属カドミウム(純度九九・九%以上のもの)一・〇〇〇gを硝酸一〇mlと蒸留水九〇mlとの混合液に加熱溶解させ、蒸留水を加えて一lとしたもの

この溶液一mlは、カドミウム一mgを含む。

(8) カドミウム標準液

カドミウム標準原液を蒸留水で一〇〇倍に薄めたもの

この溶液一mlは、カドミウム〇・〇一mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(二) 器具及び装置

(1) 分液漏斗

容量一〇〇mlのもの

(2) 原子吸光度計

(三) 試料の採取及び保存

銅の検査の例による。

四 試験操作

(1) 前処理

検水二〇〇ml(カドミウムとして〇・〇〇一ないし〇・〇〇三mgを含むもの又はカドミウムとして〇・〇〇一ないし〇・〇〇三mgを含むように検水に蒸留水を加えて二〇〇mlとしたもの)をローカーに採り、以下鉛の検査の例により操作する。

(2) 分析

(1)で得られた試験溶液を銅の検査の例により操作する。

この場合において、「銅」とあるのは「カドミウム」と、「三三四・七nm」とあるのは「三三八・八nm」と読み替えるものとする。

四 検量線の作成

カドミウム標準液〇ないし三mlを段階的に分液漏斗に採り、それぞれ蒸留水を加えて五〇mlとする。以下(四)の(1)ただし、クエン酸アンモニウム溶液(二五W/V%)を加える操作以後の操作に限る。及び(2)と同様に操作して、カドミウムの量と吸光度との関係を求める。

8 ヒ素

(一) 試薬

(1) 塩酸

ヨウ化カリウム溶液(一五W/V%)

ヨウ化カリウム一五gを蒸留水に溶かして一〇〇mlとしたもの

この溶液は、使用の都度調製する。

(3) 塩化第一すず溶液

塩化第一すず(三水塩)四〇gを塩酸一〇〇mlに溶かしたもの

この溶液は、使用の都度調製する。

(4) 砂状亜鉛

粒径が一ないし一・四mmでヒ素を含まないもの

(5) 酢酸鉛溶液

酢酸鉛(三水塩)一〇gに酢酸一滴を加え、蒸留水に溶かして一〇〇mlとしたもの

(6) ジエチルジチオカルバミン酸銀・ピリジン溶液(〇・五W/V%)

ジエチルジチオカルバミン酸銀一gをピリジン二〇〇mlに溶かしたもの

(7) ヒ素標準原液

三酸化ヒ素一・三三〇gを水酸化ナトリウム溶液(二〇W/V%)五mlに溶かし、蒸留水約四〇〇mlを加え、硫酸(一一・九)で中和した後、蒸留水を加えて一lとしたもの

この溶液一mlは、ヒ素一mgを含む。

(8) ヒ素標準液

ヒ素標準原液を蒸留水で一〇〇倍に薄めた溶液一〇〇mlに蒸留水を加えて一lとしたもの

この溶液一mlは、ヒ素〇・〇〇一mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(二) 器具及び装置

(1) ヒ素発生装置

原則として(三)に示すものによる。

- (3) 亜鉛標準液
亜鉛標準原液を蒸留水で一〇〇倍に薄めたもの
この溶液一mlは、亜鉛〇・〇一mgを含む。
この溶液は、使用の都度調製する。
- (二) 装置
原子吸光度計
- (三) 試料の採取及び保存
銅の検査の例による。
- (四) 試験操作
前処理
検査水二〇〇ml(亜鉛として〇・〇〇二ないし〇・〇〇三mgを含むもの又は亜鉛として〇・〇〇一ないし〇・〇〇三mgを含むように検査水に蒸留水を加えて二〇〇mlとしたもの)をビーカーに採り、以下銅の検査の例により操作する。
- (2) 分析
(1)で得られた試験溶液を銅の検査の例により操作する。この場合において、「銅」とあるのは「亜鉛」と、「三三四・七nm」とあるのは「二二三・八nm」と読み替えるものとする。
- (四) 検査線の作成
亜鉛標準液〇ないし三mlを段階的にメスフラスコに採り、それぞれに硝酸二mlと蒸留水を加えて二〇mlとする。以下(四)(2)と同様に操作して亜鉛の量と吸光度との関係を求める。
- 5
鉛
- (一) 試薬
- (1) 硝酸
クエン酸アンモニウム溶液(二五W/V%)
クエン酸アンモニウム(原子吸光分析用)二五gを蒸留水に溶かして一〇〇mlとしたもの
ブロムチモールブルー・エタノール溶液
ブロムチモールブルー〇・一gをエタノール(九五V/V%)五〇mlと蒸留水五〇mlとの混合液に溶かしたもの
- (2) アンモニア水
- (3) ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム溶液(五W/V%)
ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム五gを蒸留水に溶かして一〇〇mlとしたもの
メチルイソブチルケトン
- (4) 鉛標準原液
硝酸鉛一・五九九gを硝酸一〇mlと蒸留水九〇mlとの混合液に溶かし、蒸留水を加えて一lとしたもの
この溶液一mlは、鉛一mgを含む。
- (5) 鉛標準液
鉛標準原液を蒸留水で一〇〇倍に薄めたもの
この溶液一mlは、鉛〇・〇一mgを含む。
この溶液は、使用の都度調製する。
- (二) 器具及び装置
(1) 分液ロート
容量一〇〇mlのもの
原子吸光度計
- (2) 試料の採取及び保存
銅の検査の例による。
- (四) 試験操作
前処理
検査水二〇〇ml(鉛として〇・〇〇二ないし〇・〇〇一mgを含むもの又は鉛として〇・〇〇二ないし〇・〇〇一mgを含むように検査水に蒸留水を加えて二〇〇mlとしたもの)をビーカーに採り、硝酸二ml(あらかじめ試料に加えられた硝酸を含む)を加え、静かに加熱濃縮する。液量が約五〇mlに達した後、直ちに加熱を停止し、放冷後、この溶液を分液ロートに採る。これにクエン酸アンモニウム溶液(二五W/V%)二mlを加えた後、ブロムチモールブルー・エタノール溶液数滴を指示薬として加え、液の色が黄から緑になるまでアンモニア水を加えて中和する。次にジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム溶液(五W/V%)一〇mlを加えて振り混ぜ数分放置後、メチルイソブチルケトン一〇mlを加えて激しく振り混ぜ、静置後、メチルイソブチルケトン層を分取してこれを試験溶液とする。
- (2) 分析
(1)で得られた試験溶液を銅の検査の例により操作する。この場合において、「銅」とあるのは「鉛」と、「三三四・七nm」とあるのは「二八三・三nm」と読み替えるものとする。
- (四) 検査線の作成
鉛標準液〇ないし一〇mlを段階的に分液ロートに採り、それぞれに蒸留水を加えて五〇mlとする。以下(四)(1)(ただし、クエン酸アンモニウム溶液(二五W/V%)を加える操作以後の操作に限る。)及び(2)と同様に操作して、鉛の量と吸光度との関係を求める。
- 6
六価クロム
- (一) 試薬
- (1) ジフェニルカルバジッド溶液
ジフェニルカルバジッド〇・一gをエタノール(九五V/V%)五〇mlに溶かし、更に硫酸(一九)二〇〇mlを加えたもの
- (2) 六価クロム標準原液
重クロム酸カリウム二・八二九gを硝酸一〇mlと蒸留水九〇mlとの混合液に溶かし、更に蒸留水を加えて一lとしたもの
この溶液一mlは、六価クロム一mgを含む。
- (3) 六価クロム標準液
六価クロム標準原液を蒸留水で一〇〇倍に薄めた溶液一〇〇mlに蒸留水を加えて一lとしたもの
この溶液一mlは、六価クロム〇・〇一mgを含む。
この溶液は、使用の都度調製する。
- (二) 装置
光電分光光度計又は光電光度計
- (三) 試料の採取及び保存
試料は、あらかじめ硝酸及び蒸留水でよく洗浄したガラスびん又はポリエチレンびんに採取し、速やかに試験する。

四 試験操作

(1) 前処理

検水二〇〇ml(銅として〇・〇〇二ないし〇・〇八mgを含むもの又は銅として〇・〇〇二ないし〇・〇八mgを含むように検水に蒸留水を加えて二〇〇mlとしたもの)をビーカーに採り、硝酸二ml(あらかじめ試料に加えられる硝酸を含む)を加え、静かに加熱濃縮する。液量が約一〇mlに達した後、直ちに加熱を停止してメスフラスコに採り、蒸留水を加えて二〇mlとし、これを試験溶液とする。ただし、沈でん物がある場合は、ガラスフィルターでろ過し、これを試験溶液とする。

(2) 分析

原子吸光度計の光源ランプ(銅中空陰極ランプ)を点灯させ、適当な電流値に調整する。アセチレンガス又は水素ガスに点火した後、ガス及び圧縮空気の流量を調整する。

(1)で得られた試験溶液をフレイム中に噴霧し、波長三二四・七nmで吸光度を測定し、(5)により作成した検量線から試験溶液中の銅の量を求め、検水中の銅の濃度を算定する。

(四) 検量線の作成

銅標準液〇ないし八mlを段階的にメスフラスコに採り、それぞれに硝酸二mlと蒸留水を加えて二〇mlとする。以下(四)(2)と同様に操作して銅の量と吸光度との関係を求める。

2 鉄

(一) 試薬

(1) 塩酸

塩酸ヒドロキシルアミン溶液(一〇W/V%)

塩酸ヒドロキシルアミン一〇gを蒸留水に溶かして二〇〇mlとしたもの

(3) 一、一〇一フェナントロリン溶液

一、一〇一フェナントロリン塩酸塩〇・一二gを蒸留水に溶かして一〇〇mlとしたもの

(4) 酢酸緩衝液

酢酸アンモニウム二五〇gを酢酸七〇〇mlに溶かし、蒸留水を加えて一ととしたもの

(5) 鉄標準原液

硫酸第一鉄アンモニウム(六水塩)七・〇二gを少量の蒸留水に溶かした後、これに塩酸三mlと蒸留水を加えて一ととしたもの

(6) 鉄標準液

鉄標準原液を蒸留水で一〇〇倍に薄めたもの

この溶液一mlは、鉄〇・〇一mgを含む。

(二) 装置

光電分光光度計又は光電光度計

試料の採取及び保存

銅の検査の例による。

(四) 試験操作

(1) 前処理

検水一〇〇ml(鉄として〇・〇〇五ないし〇・一mgを含むもの又は鉄として〇・〇〇五ないし〇・一mgを含むように検水に蒸留水を加えて一〇〇mlとしたもの)をビーカーに採り、塩酸三mlを加えて液量が約五〇mlになるまで加熱濃縮し、室温で放冷後、これを試験溶液とする。ただし、沈でん物がある場合は、ろ過し、これを試験溶液とする。

(2) 分析

(1)で得られた試験溶液を比色管に採り、塩酸ヒドロキシルアミン溶液(一〇W/V%)一ml、一、一〇一フェナントロリン溶液五ml及び酢酸緩衝液二〇mlを加え、更に蒸留水を加えて全量を一〇〇mlとし、三〇分間放置する。

この溶液の一部を吸収セル(一〇mm)に採り、光電分光光度計又は光電光度計を用いて、検水と同様に操作した空試験液を対照として、波長五二〇nm付近で吸光度を測定し、(四)により作成した検量線から試験溶液中の鉄の量を求め、検水中の鉄の濃度を算定する。

(四) 検量線の作成

鉄標準液〇ないし一〇mlを段階的に比色管に採り、それぞれに塩酸三mlと蒸留水を加えて約五〇mlとする。以下(四)(2)と同様に操作して鉄の量と吸光度との関係を求める。

3 マンガン

(一) 試薬

(2) (1) マンガン標準原液

金属マンガン(純度九九・九%以上のもの)一・〇〇〇gを硝酸一〇mlと蒸留水九〇mlとの混合液に加熱溶解させ、蒸留水を加えて一ととしたもの

この溶液一mlは、マンガン一mgを含む。

(3) マンガン標準液

マンガン標準原液を蒸留水で一〇〇倍に薄めたもの

この溶液一mlは、マンガン〇・〇一mgを含む。

(二) 装置

原子吸光度計

試料の採取及び保存

銅の検査の例による。

(四) 試験操作

(1) 前処理

検水二〇〇ml(マンガンとして〇・〇〇二ないし〇・一mgを含むもの又はマンガンとして〇・〇〇二ないし〇・一mgを含むように検水に蒸留水を加えて二〇〇mlとしたもの)をビーカーに採り、以下銅の検査の例により操作する。

(2) 分析

(1)で得られた試験溶液を銅の検査の例により操作する。この場合において、「銅」とあるのは「マンガン」と、「三二四・七nm」とあるのは「二七九・五nm」と読み替えるものとする。

(四) 検量線の作成

マンガン標準液〇ないし一〇mlを段階的にメスフラスコに採り、それぞれに硝酸二mlと蒸留水を加えて二〇mlとする。以下(四)(2)と同様に操作してマンガンの量と吸光度との関係を求める。

4 亜鉛

(一) 試薬

(2) (1) 亜鉛標準原液

金属亜鉛(純度九九・九%以上のもの)一・〇〇〇gを硝酸一〇mlと蒸留水九〇mlとの混合液に加熱溶解させ、蒸留水を加えて一ととしたもの

この溶液一mlは、亜鉛一mgを含む。

を還元フラスコに採り、硫酸一〇mlと硝酸五mlを加えてよく混合する。次に過マンガン酸カリウム溶液(五W/V%)二〇mlを加えて振り混ぜ、還流冷却器を装着した後、摂氏約九五度の水浴中に還元フラスコを浸して、二時間加熱する。放冷後、還流冷却器を取り外し、塩酸ヒドロキシルアミン溶液(一〇W/V%)八mlを加えて振り混ぜ、過剰の過マンガン酸イオンを還元した後、二五〇mlの刻線まで蒸留水を加えてこれを試験溶液とする。

(2) 分析

原子吸光度計の光源ランプ(水銀中空陰極ランプ又は水銀ランプ)を点灯させ、ダイヤフラムポンプの通気量を適量に調整する。

(1)で得られた試験溶液に、塩化第一ナトリウム溶液一〇mlを加え、直ちに通気装置に接続し、ダイヤフラムポンプを動作させて発生する水銀蒸気を吸収セルに送入する。波長二五三・七nmで吸光度が一定値となつてから測定し、(4)により作成した検量線から試験溶液中の水銀の量を求め、検水中の水銀の濃度を算定する。

(4) 検量線の作成

水銀標準液〇ないし二〇mlを段階的に還元フラスコに採り、それぞれに蒸留水を加えて二〇〇mlとする。以下(4)の(1)及び(2)と同様に操作して水銀の量と吸光度との関係を求める。

3 有機リン

(1) 試薬

チオ硫酸ナトリウム溶液(〇・三W/V%)

チオ硫酸ナトリウム三gを蒸留水に溶かして一〇としたもの

塩酸(一一)

n-ヘキサン

エタノール(九九・五V/V%)

パラフィン

砂状亜鉛

亜硝酸ナトリウム溶液(〇・二五W/V%)

この溶液は、使用の都度調製する。

スルファミン酸アンモニウム溶液(二・五W/V%)

この溶液は、かつ色びんに入れて保存する。

この溶液は、調製後一週間以内使用する。

N-(1-ナフチル)エチレンジアミン溶液

硝酸性窒素及び亜硝酸性窒素の検査の例による。

EPN標準原液

EPN〇・一gをエタノール(九九・五V/V%)に溶かして一〇〇mlとしたもの

この溶液一mlは、EPN一・〇mgを含む。

EPN標準液

EPN標準原液をエタノール(九九・五V/V%)で二〇倍に薄めたもの

この溶液一mlは、EPN〇・〇五mgを含む。

(1) 器具及び装置

還流冷却装置

容量一〇〇mlのすり合わせ蒸留三角フラスコに還流冷却器を付したものと

分液漏斗

容量三〇〇mlのもの

(3) 光電分光光度計又は光電光度計

試料は、あらかじめ蒸留水でよく洗浄したガラスびんに採取し、速やかに試験する。ただし、残留塩素が存在する場合はチオ硫酸ナトリウム溶液(〇・三W/V%)を加え、残留塩素を除去する。

(4) 試験操作

取水一〇〇ml(EPNとして〇・〇一ないし〇・二mgを含むもの又はEPNとして〇・〇一ないし〇・二mgを含むように検水に蒸留水を加えて一〇〇mlとしたもの)を分液漏斗に採り、塩酸(一一)五mlとn-ヘキサン二〇mlを加えて五分間振とうし、静置後、n-ヘキサン層を分取する。更に残留した液に対してn-ヘキサン二〇mlを用いて同様の抽出操作を行い、n-ヘキサン層を分取する。分取したn-ヘキサンを合し、蒸留水五mlで二回洗浄した上、乾いたる紙ですり合わせ蒸留三角フラスコに過す。これにエタノール(九九・五V/V%)五ml、塩酸(一一)一ml、蒸留水九ml及び砂状亜鉛〇・五gを加え、水浴上でn-ヘキサンを除去する。残液にエタノール(九九・五V/V%)一〇mlとパラフィン〇・五gを加え、還流冷却器を付けて水浴上で一分間煮沸する。放冷後、少量の脱脂綿を用いて過し容量五〇mlのメスフラスコにろ液を採り、次にすり合わせ蒸留三角フラスコと脱脂綿とを蒸留水約六mlで三回洗浄し、その洗浄液をろ液に合する。塩酸(一一)一mlと亜硝酸ナトリウム溶液(〇・二五W/V%)一mlを加えてよく混合する。一〇分後にスルファミン酸アンモニウム溶液(二・五W/V%)一mlを加えてよく混合する。更に一〇分後にN-(1-ナフチル)エチレンジアミン溶液(二W/V%)二mlを加えてよく混合し、これに蒸留水を加えて五〇mlとし、二〇分間放置する。

この溶液の一部を吸収セル(二〇mm)に採り、光電分光光度計又は光電光度計を用いて、検水と同様に操作した空試験液を対照として波長五六〇nm付近でその吸光度を測定し、(4)により作成した検量線から検水中の有機リンの量をEPNの量として求め、その濃度を算定する。

(4) 検量線の作成

EPN標準液〇ないし四mlを段階的に分液漏斗に採り、蒸留水を加えて一〇〇mlとする。

以下(4)と同様に操作してEPNの量と吸光度との関係を求める。

法第四条第一項第三号に掲げる要件に係る事項についての検査方法

1 銅

(1) 試薬

銅標準原液

金属銅(純度九九・九%以上のもの)一・〇〇〇gを硝酸一〇mlと蒸留水九〇mlとの混合液に加熱溶解させ、蒸留水を加えて一〇としたもの

この溶液一mlは、銅一mgを含む。

銅標準液

銅標準原液を蒸留水で一〇〇倍に薄めたもの

この溶液一mlは、銅〇・〇一mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(1) 装置

原子吸光度計

試料の採取及び保存

試料は、あらかじめ硝酸及び蒸留水でよく洗浄したガラスびん又はポリエチレンびんに採取し、試料一lにつき硝酸二mlを加えて保存し、一か月以内に試験する。

(一) この溶液は、使用の都度調製する。

(二) 器具及び装置

(1) 蒸留装置

(2) 光電分光光度計又は光電光度計

(三) 試料の採取及び保存

試料は、あらかじめ蒸留水でよく洗浄したガラスびん又はポリエチレンびんに採取し、直ちに粒状の水酸化ナトリウムを加えて、pH値二以上の強アルカリ性とし、速やかに試験する。ただし、残留塩素を含む場合には、採取後、直ちに亜ヒ酸ナトリウム溶液(0.5W/V%)を加えて残留塩素を除去する。

(四) 試験操作

(1) 前処理

検水二五〇ml(シアンイオンとして〇.〇〇二五ないし〇.〇〇五mgを含むもの又はシアンイオンとして〇.〇〇二五ないし〇.〇〇五mgを含むように検水に蒸留水を加えて二五〇mlとしたもの)をあらかじめ数個の沸騰石を入れた蒸留フラスコに採り、フェニールフタレイン・エタノール溶液数滴を指示薬として加え、硫酸(一三三五)で中和する。これに酢酸亜鉛溶液二〇mlを加えた後、更に硫酸(一三三五)一〇mlを加え、留出速度が毎分二ないし三mlとなるように加熱蒸留する。留出液は、あらかじめ水酸化ナトリウム溶液(四W/V%)三〇mlを入れた容器に冷却器の先端が浸るように入れて受け、留出液が約一八〇mlに達した後、直ちに蒸留を停止する。これに冷却器の洗浄液を加えた後、更にフェニールフタレイン・エタノール溶液数滴を指示薬として加え、酢酸(一三三五)で中和後、蒸留水を加えて全量を二五〇mlとし、これを試験溶液とする。

(2) 分析

(1)で得られた試験溶液二〇mlを比色管に採り、リン酸緩衝液一〇ml及びクロロミンT溶液〇.二五mlを加え、密栓して振り混ぜる。二ないし三分間放置後、ピリジン・ピラゾロン混液一五mlを加えてよく混合し、室温で約三〇分間放置する。

この溶液の一部を吸収セル(一〇mm)に採り、光電分光光度計又は光電光度計を用いて、検水と同様に操作した空試験液を対照として波長六二〇nm付近で吸光度を測定し、因により作成した検量線から試験溶液中のシアンイオンの量を求め、検水中のシアンイオンの濃度を算定する。

(四) 検量線の作成

シアンイオン標準液〇ないし四mlを段階的に比色管に採り、それぞれに蒸留水を加えて二〇mlとした後、以下(四)(2)と同様に操作して、シアンイオンの量と吸光度との関係を求める。

2

(一) 試薬

硝酸

過マンガン酸カリウム溶液(5W/V%)

過マンガン酸カリウム五〇gを蒸留水に溶かして一lとし、ろ過して得たもの

塩酸ヒドロキシルアミン溶液(一〇W/V%)

塩酸ヒドロキシルアミン一〇gを蒸留水に溶かして一〇〇mlとしたもの

塩化第一すず溶液

塩化第一すず(二水塩)一〇gを蒸留水六〇mlと硫酸三mlとの混合液に加えて、かき混ぜながら加熱溶解させた後、冷却し、窒素ガスを通気して溶液中の水銀を除き、蒸留水を加えて一〇〇mlとしたもの

この溶液は、使用の都度調製する。

(6) 水銀標準原液

塩化第二水銀〇.一三五gを硝酸一〇mlと蒸留水七五mlとの混合液に溶かし、蒸留水を加えて一lとしたもの

(7) 水銀標準液

水銀標準原液を蒸留水で一〇〇倍に薄めた溶液一〇〇mlに、硝酸一mlと蒸留水を加えて一lとしたもの

この溶液一mlは、水銀〇.〇〇〇一mgを含む。

(一) 器具及び装置

還元フラスコ

還流冷却器付きの容量三五〇mlの三角フラスコで、容量二五〇mlを示す位置に刻線をつけ

たもの

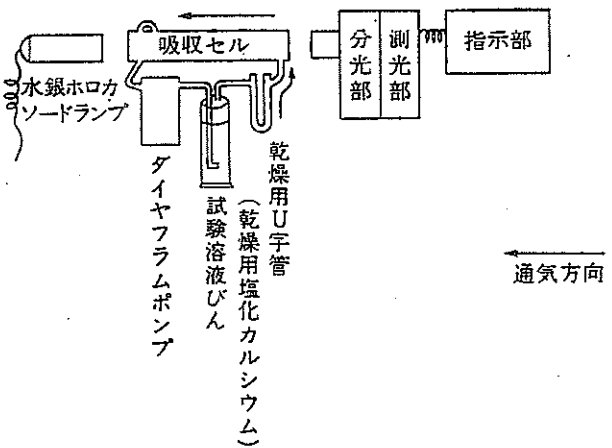
(2) 原子吸光度計

付属器具との配置は、原則として図二に示すところによる。

(3) 吸収セル

ガラス製又は塩化ビニル製の円筒で両端に石英ガラス窓を装着したもの

図二 原子吸光度計と付属器具との配置



(三) 試料の採取及び保存

試料は、あらかじめ硝酸及び蒸留水でよく洗浄したガラスびん又はポリエチレンびんに採取し、試料一lにつき硝酸二mlを加えて保存し、二週間以内に試験する。

(四) 試験操作

(1) 前処理

検水二〇〇ml(水銀として〇.〇〇〇一ないし〇.〇〇二mgを含むもの又は水銀として〇.〇〇〇一ないし〇.〇〇二mgを含むように検水に蒸留水を加えて二〇〇mlとしたもの)

(3) 試験管
内径約一八mm、長さ約一八〇mmのもので、綿せんをし乾熱滅菌したもの

(4) ダーラム発酵管
ア) ダーラム発酵管(大)

底部から二五ml及び七五mlの位置に刻線を付けた大試験管(内径約二四mm)にダーラム管(内径約六mm、高さ約五〇mm)を切口を下にして入れ、綿せんをして乾熱滅菌したもの
イ) ダーラム発酵管(小)

底部から一〇ml及び二〇mlの位置に刻線を付けた小試験管(内径約一八mm)にダーラム管(内径約六mm、高さ約三〇mm)を切口を下にして入れ、綿せんをして乾熱滅菌したもの
ホ) 卵器

(5) 一般細菌の検査の例による。

(6) 試料の採取及び保存
一般細菌の検査の例による。

(7) 試験操作

(1) 推定試験
検水五〇mlを三倍濃度乳糖ブイヨン培地を入れたダーラム発酵管(大)に加え、摂氏三三ないし三七度のふ卵器内で四五ないし五一時間培養し、ガスの発生を観察する。この場合、ガスの発生がなければ大腸菌群陰性である。

(2) 確定試験

推定試験においてガスの発生を観察したときは、直ちに当該発酵管中の菌液一白金耳量をブリリアントグリーン乳糖胆汁ブイヨン培地を入れたダーラム発酵管(小)に移植し、摂氏三五ないし三七度のふ卵器内で四五ないし五一時間培養し、ガスの発生を観察する。この場合、ガスの発生がなければ大腸菌群陰性である。

(3) 完全試験

確定試験においてガスの発生を観察したときは、直ちに当該発酵管中の菌液一白金耳量をエオシメチレンブルー寒天(平板)培地に独立した集落が発生するように画線塗まつた後、ペトリ皿を逆さにして摂氏三五ないし三七度のふ卵器内に収め、二二ないし二六時間培養する。発生した定型的集落又は二個以上の亜定型的集落を白金耳で採り、乳糖ブイヨン培地を入れたダーラム発酵管(小)及び普通寒天(斜面)培地を入れた試験管にそれぞれ移植し、摂氏三五ないし三七度で四五ないし五一時間培養する。この場合、ダーラム発酵管にガスの発生を観察しなければ大腸菌群陰性である。ガスの発生を観察したときは、普通寒天(斜面)培地に発生した集落についてグラム染色を行い、それがグラム陰性無芽胞の桿菌であれば、大腸菌群陽性である。

二 法第四條第一項第二号に掲げる要件に係る事項についての検査方法
1 シアンイオン

(H) 試薬

(1) 亜硝酸ナトリウム溶液(〇・五W/V%)
亜硝酸ナトリウム〇・五gを蒸留水に溶かして一〇〇mlとしたもの

(2) フェニールフタレイン・エタノール溶液
フェニールフタレイン〇・五gをエタノール(九五V/V%)九〇mlに液かし、蒸留水を加えて一〇〇mlとした後、この溶液が紅色を呈するまで水酸化ナトリウム溶液(〇・一W/V%)を加えたもの

(3) 硫酸(一三三五)

(4) 酢酸亜鉛溶液
酢酸亜鉛(二水塩)一〇〇gを蒸留水に溶かして一lとしたもの

(5) 水酸化ナトリウム溶液(四W/V%)
水酸化ナトリウム四〇gを蒸留水に溶かして一lとしたもの

(6) 酢酸(一三三五)

(7) リン酸緩衝液

(8) クロラミンT溶液
クロラミンT(三水塩)一・二五gを蒸留水に溶かして一〇〇mlとしたもの

(9) ビリジン・ピラゾロン混液
この溶液は、使用の都度調製する。

(10) 一フェニルニールニール
〇mlに溶かし(完全に溶けきらなくてもよい)、室温に冷却した溶液にピス(一フェニルニール)三・五gを加えて混合したものを

(11) この溶液は、使用の都度調製する。

(12) クロム酸カリウム溶液

(13) 塩素イオンの検査の例による。

(14) 硝酸銀溶液(〇・一規定)

(15) 硝酸銀一七gを蒸留水に溶かして一lとしたもの

(16) この溶液は、かつ色びんに入れて保存する。

(17) なお、以下の操作により硝酸銀溶液(〇・一規定)の力価を定める。塩化ナトリウム標準液(〇・一規定)二五mlを白磁皿に採り、クロム酸カリウム溶液(〇・二ml)を指示薬として加え、硝酸銀溶液(〇・一規定)を用いて微だいたい色が消えずに残るまで滴定する。別より力価を算定する。

(18) 補正した硝酸銀溶液(〇・一規定)のml数aから次式に

(19) 補正した硝酸銀溶液(〇・一規定)のml数bから次式に

(20) シアンイオン標準原液

(21) シアン化カリウム二・五gを蒸留水に溶かして一lとしたもの

(22) なお、標準原液調製の都度、次に定める方法により、その含有するシアンイオンの濃度を測定する。

(23) この溶液一〇〇mlをピーカーに採り、水酸化ナトリウム溶液(四W/V%)〇・五mlを加えた後、パラジメチルアミノベンジリデンローダニン・アセトン溶液(〇・〇二W/V%)〇・五mlを指示薬として加え、液の色が黄から赤になるまで硝酸銀溶液(〇・一規定)で滴定し、これに要した硝酸銀溶液(〇・一規定)のml数bから、次式により溶液に含まれるシアンイオンの量(mg/ml)を算定する。

(24)
$$\text{シアンイオン(mg/ml)} = \frac{b \times f}{100} \times 5.20$$

(25) この式において、fは硝酸銀溶液(〇・一規定)の力価を表す。

(26) シアンイオン標準液

(27) シアンイオンとして一〇mgに相当するシアンイオン標準原液に蒸留水を加えて一lとした溶液一〇〇mlと水酸化ナトリウム溶液(四W/V%)五〇mlとの混合液に蒸留水を加えて一lとしたもの

(28) この溶液一mlは、シアンイオン〇・〇〇二mgを含む。

蒸留水一〇〇mlを数個の沸騰石を入れた三角フラスコに採り、これに硫酸(一十二)五mlと過マンガン酸カリウム溶液(〇・〇一規定)五mlを加え、五分間煮沸した後、シュウ酸ナトリウム溶液(〇・〇一規定)一〇mlを加えて脱色を確認した後、直ちに過マンガン酸カリウム溶液(〇・〇一規定)を微紅色が消えずに残るまで滴加する。

次にこれに硫酸(一十二)五mlと過マンガン酸カリウム溶液(〇・〇一規定)五・〇mlとを加え、五分間煮沸した後、シュウ酸ナトリウム溶液(〇・〇一規定)一〇・〇mlを加え、直ちに過マンガン酸カリウム溶液(〇・〇一規定)を用いて微紅色が消えずに残るまで滴定し、これに要した過マンガン酸カリウム溶液(〇・〇一規定)のml数aから次式により力価を算定する。

$$F = \frac{10}{a + 5.0}$$

(4) 沸騰石

なお、これは過マンガン酸カリウムを消費するものではないこと。

(二) 試料の採取及び保存

硝酸性窒素及び亜硝酸性窒素の検査の例による。

(三) 試験操作

検水一〇〇mlをあらかじめ数個の沸騰石を入れた三角フラスコに採り、硫酸(一十二)五mlと過マンガン酸カリウム溶液(〇・〇一規定)一〇mlを加え、五分間煮沸した後、シュウ酸ナトリウム溶液(〇・〇一規定)一〇mlを加えて脱色を確認した後、直ちに過マンガン酸カリウム溶液(〇・〇一規定)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(〇・〇一規定)のml数bから、次式により検水に含まれる過マンガン酸カリウム消費量(mg/l)を算定する。

$$F = \frac{1000}{b \times 1.0} \times (p \times 1.0 - 10) \times \frac{1000}{100} \times 0.316$$

この式において、Fは過マンガン酸カリウム溶液(〇・〇一規定)の力価を表わす。

4 一般細菌

(一) 培地

標準寒天培地

ヘプトン(カゼインのパンクレアチン水分解物)五g、粉末酵母エキス二・五g、ブドウ糖一g及び粉末寒天約一五gを蒸留水一lに加熱溶解させ、滅菌後のpH値が六・九ないし七・一となるように炭酸ナトリウム溶液(一〇W/V%)を加えて調整し、摂氏二二度で一五分間高圧蒸気滅菌した後、速やかに冷水に浸し冷却する。

(二) 器具及び装置

(1) 採水びん

容量一〇〇mlの共せん付きガラスびんを乾熱滅菌したもの。

なお、残留塩素を含む試料を採取する場合には、あらかじめ試料一〇〇mlにつきチオ硫酸ナトリウムの粉末〇・〇二ないし〇・〇五gを入れ、摂氏二二度で二〇分間高圧蒸気滅菌した共せん付きガラスびんを使用する。

(2) ビベット

容量一ないし二mlのメスビベットで、乾熱滅菌したもの。

(3) ストリカウ

直径約九mm高さ約一・五mmのガラス製で、乾熱滅菌したもの又はプラスチック製で、エチレンオキサイドガスで滅菌したもの。

(4) ふ卵器

温度を摂氏三五ないし三七度に保持しうるもの。

(三) 試料の採取及び保存

試料は、採取びんに採取し、速やかに試験する。ただし、速やかに試験できない場合には、摂氏一ないし五度の冷暗所に保存し、一二時間以内に試験する。

(四) 試験操作

検水をメスビベットにより正確に一mlずつ採り、二枚以上のペトリざらに入れる。これにあらかじめ加熱溶解させた摂氏四五ないし五〇度に保った標準寒天培地を約一五mlずつ加えて十分に混合し、培地が固まるまで静置する。次にペトリざらを逆さまにして摂氏三五ないし三七度のふ卵器内に収め、二二ないし二六時間培養する。培養後、各ペトリざらの集落数を数え、その値を平均して菌数とする。

5 大腸菌群

(一) 培地

(1) 乳糖ブイオン培地

肉エキス三g、ヘプトン一〇g及び乳糖五gを蒸留水一lに加熱溶解し、滅菌後のpH値が六・八ないし七・二となるように炭酸ナトリウム溶液(二〇W/V%)を加えて調整した後、更にブロムチモールブルー溶液(〇・二W/V%)二mlを加え、ダイラム発酵管(小)に約一〇mlずつ分注し、摂氏二二度で一五分間高圧蒸気滅菌した後、速やかに冷水に浸して冷却する。

(2) 三倍濃厚乳糖ブイオン培地

肉エキス九g、ヘプトン三〇g及び乳糖一五gを乳糖ブイオン培地の例により調整後、ブロムチモールブルー溶液(〇・二W/V%)三六mlを加え、ダイラム発酵管(大)へ約二五mlずつ分注し、摂氏二二度で一五分間高圧蒸気滅菌した後、速やかに冷水に浸して冷却する。

(3) ブリアントグリーン乳糖胆汁ブイオン培地

ヘプトン一〇g、乳糖一〇g及び乾燥牛胆汁粉末二〇gを蒸留水に溶かして約九七〇mlとし、pH値が七・二になるように炭酸ナトリウム溶液(一〇W/V%)を加えて調整した後、ブリアントグリーン溶液(〇・二W/V%)一三・三mlと蒸留水を加えて全量を一lとする。次にこれをろ過し、ダイラム発酵管(小)に約一〇mlずつ分注し、摂氏二二度で一五分間高圧蒸気滅菌した後、速やかに冷水に浸して冷却する。

(4) 普通寒天(斜面)培地

肉エキス五g、ヘプトン一〇g、食塩五g及び粉末寒天約一五gを蒸留水一lに加熱溶解し、滅菌後のpH値が六・八ないし七・二となるように炭酸ナトリウム溶液(一〇W/V%)を加えて調整した後、試験管に約一〇mlずつ分注し、摂氏二二度で一五分間高圧蒸気滅菌した後、試験管を斜めに静置して培地を固まらせる。

(5) エオシンメチレンブルー寒天(平板)培地

ヘプトン一〇g、リン酸一水素カリウム二g及び粉末寒天約一七gを蒸留水約九〇〇mlに加熱溶解させた後、滅菌後のpH値が六・八ないし七・二となるように炭酸ナトリウム溶液(二〇W/V%)を加えて調整する。次に乳糖一〇g、エオシン黄溶液(二W/V%)二〇ml、メチレンブルー溶液(〇・五W/V%)一三ml及び蒸留水を加えて全量を一lとし、摂氏二二度で一五分間高圧蒸気滅菌した後、ペトリざらに約一五mlずつ分注し、静置して培地を固まらせ、次いで無菌的に培地表面を乾燥させる。

(二) 器具及び装置

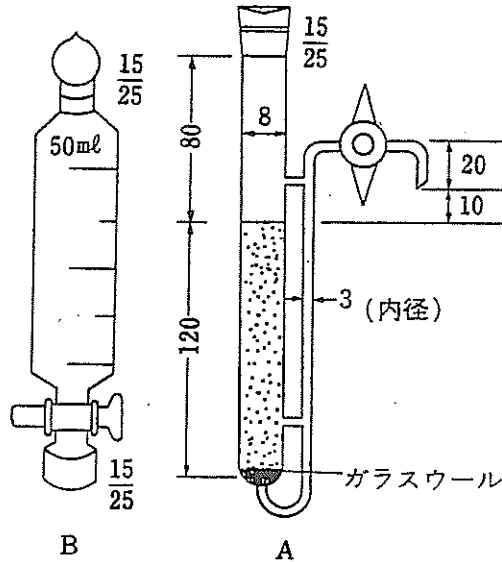
(1) ペトリざら

一般細菌の検査の例による。

(2) 白金耳

使用の都度火炎滅菌する。

図一 硝酸性窒素還元用カラム



A : クロマトグラフ
用カラム管
B : 円筒型分液ロー
ト
(単位: mm)

(三) 試料の採取及び保存

試料は、あらかじめ蒸留水でよく洗浄したガラスびん又はポリエチレンびんに採取し、速やかに試験する。

(四) 試験操作

(1) 前処理

検水(硝酸性窒素及び亜硝酸性窒素の合計量として 0.002 ないし 0.02 mgを含み、その量が、 9.8 ml以下であるもの)をビーカーに採り、塩化ナトリウム溶液(0.6 W/V%) 2 mlと蒸留水を加えて 100 mlとする。この溶液 5 mlずつを用いてカラムの上部を二回洗浄し、次いで残りの溶液をカラムに流す。初めの流出液 15 mlを捨て、次の流出液の 10 mlを採り、これを試験溶液とする。

(2) 分析

(1)で得られた試験溶液にスルファニルアミド溶液(1 W/V%) 1 mlを加えてよく振り混ぜ、五分間放置後、 $N-(1-ナフチル)$ エチレンジアミン溶液 1 mlを加え、室温で 20 分間放置する。

この溶液の一部を吸収セル(20 mm)に採り、光電分光光度計又は光電光度計を用いて、検水と同様に操作した空試験液を対照として、波長 540 nm付近で吸光度を測定し、(四)に

り作成した検量線から試験溶液中の硝酸性窒素及び亜硝酸性窒素の合計量を求め、検水中の硝酸性窒素及び亜硝酸性窒素の濃度を算定する。

(四) 検量線の作成

硝酸性窒素標準液 0.1 mlを段階的にビーカーに採り、以下(四)(1)及び(2)と同様に操作して、硝酸性窒素の量と吸光度との関係を求める。

2 塩素イオン

(一) 試験

(1) クロム酸カリウム溶液

クロム酸カリウム 50 gを蒸留水約 200 mlに溶かし、赤い沈殿が生ずるまで硝酸銀溶液(5 W/V%)を加え、ろ過して得た溶液に蒸留水を加えて 1 としたもの

(2) 硝酸銀溶液(0.1 規定)

硝酸銀 1.7 gを蒸留水に溶かして 1 としたもの
この溶液は、かつ色びんに入れて保存する。

なお、以下の操作により硝酸銀溶液(0.1 規定)の力価 f を求める。

塩化ナトリウム標準液(0.1 規定) 2.5 mlを白磁ざらに採り、クロム酸カリウム溶液 0.2 mlを指示薬として加え、硝酸銀溶液(0.1 規定)を用いて微だいたい色が消えずに残るまで滴定する。別に、同様に操作して空試験を行い、補正した硝酸銀溶液(0.1 規定)の ml 数 a から次式により力価を算定する。

$$f = \frac{25}{a}$$

(二) 試料の採取及び保存

試料は、あらかじめ蒸留水でよく洗浄したガラスびん又はポリエチレンびんに採取し、保存する。

(三) 試験操作

検水 100 mlを白磁ざらに採り、クロム酸カリウム溶液 0.5 mlを加えた後、液が微だいたい色となるまで硝酸銀溶液(0.1 規定)で滴定し、これに要した硝酸銀溶液(0.1 規定)の ml 数 b を求め、次式により検水に含まれる塩素イオンの量(mg/l)を算定する。

$$\text{塩素イオン}(mg/l) = (b - c) \times f \times \frac{100}{1000} \times 0.355$$

この式において、 f は硝酸銀溶液(0.1 規定)の力価を表わし、 c は蒸留水を用いて検水と同様に操作したときに要した硝酸銀溶液(0.1 規定)の ml 数を表わす。

3 有機物等(過マンガン酸カリウム消費量)

(一) 試験

(1) 硫酸($1:1$)

なお、この溶液を作る場合には、以下の点に注意すること。

蒸留水 200 mlに硫酸 100 mlを攪拌しながら徐々に加え、水浴上で加温しながら過マンガン酸カリウム溶液(0.5 W/V%)を過マンガン酸カリウムの微紅色が消えずに残るまで滴加する。

(2) シュウ酸ナトリウム溶液(0.1 規定)

摂氏 150 ないし 200 度で 1 ないし 1.5 時間乾燥させ、デシケーター中で放冷したシュウ酸ナトリウム 0.67 gを蒸留水に溶かして 1 としたもの

(3) 過マンガン酸カリウム溶液(0.1 規定)

この溶液は、かつ色びんに入れて保存する。

なお、以下の操作により、過マンガン酸カリウム溶液(0.1 規定)の力価 f を求める。