

# 分析方法

## (1) 試料水の採取

河川水の水質は川岸近くと川の中央部とで異なり、水深によっても異なる。各部分の水を採取し混合させればよいが、正確な混合は困難である。

河川中央部の表層水を柄杓で採取した。大きな河川については橋の上からロープでバケツを下ろして採取した。

試料水は1ℓのポリエチレンびんに空気が入らないように満たし、密栓をする。冷蔵庫に保管し、翌日分析した。

室内での模型河川・リンの除去装置の実験では採取後、直ちに分析した。

## (2) 分析方法

### 温度の測定

アルコール棒温度計を使用。水温は直接川に温度計を入れて測定。大きな川はバケツに汲み上げた水の水温を測定した。気温は日陰で体から温度計を50cm以上離して測定した。

### pH

コンパクトpHメーターを使用。

### COD

KMnO<sub>4</sub>直火5分間酸化法。

## ア. 分析の意義

一定の強力な強化剤（例えば過マンガン酸カリウム溶液）で一定の条件で試水を処理し、どのくらい酸化されるものがあるかを示したものである。

CODは通常有機物量の尺度と解釈されている。

## イ. 試薬

- ・0.100 規定過マンガン酸カリウム溶液
- ・0.100 規定シュウ酸溶液
- ・1：3 硫酸溶液（水3容に硫酸1容を加える）

## ウ. 操作

- 0.100 規定過マンガン酸カリウム溶液を蒸留水で10倍に薄めて0.0100 規定過マンガン酸カリウム溶液を作る。
- 0.100 規定シュウ酸を蒸留水で10倍に薄め、0.0100 規定シュウ酸溶液を作る。
- 200ml 三角フラスコを用意し、その中に川の水50ml、0.0100 規定過マンガン酸カリウム溶液10ml、1：3 硫酸溶液5mlを入れる。
- フラスコを火にかける。沸騰してから5分間煮沸を続ける。
- 5分間煮沸した後、火からおろし0.0100 規定シュウ酸溶液を10ml入れる。
- ピュレットに0.0100 規定過マンガン酸カリウム溶液を入れ、フラスコの溶液に薄い色がつくまで滴下し、ピュレットの数値を読む。

## エ．計算

CODの値 (O<sub>2</sub> - ppm) の計算式

$$10 / V \times F \cdot \text{KMnO}_4 \times (a - b) \times 8$$

V : 試水の量 (ml)      a : 滴定値 (ml)      b : ブランク値 (ml)

F : 0,0100 規定 KMnO<sub>4</sub> 溶液のファクタ -

\* 蒸留水のブランク値は 2.48ml であった。

本分析法の酸化条件は、KMnO<sub>4</sub> 5分直火煮沸である。これは比較的広く採用されているKMnO<sub>4</sub> 30分 沸騰水中加熱の値とほぼ等しいとされている。30分 沸騰水中加熱と比較してデータにバラツキが大きいと言われているが、私達はガスバーナーの炎の大きさなど、加熱の条件を一定にすることによって安定した結果を得ている。加熱時間が5分ですむので、効率よく分析が出来る。

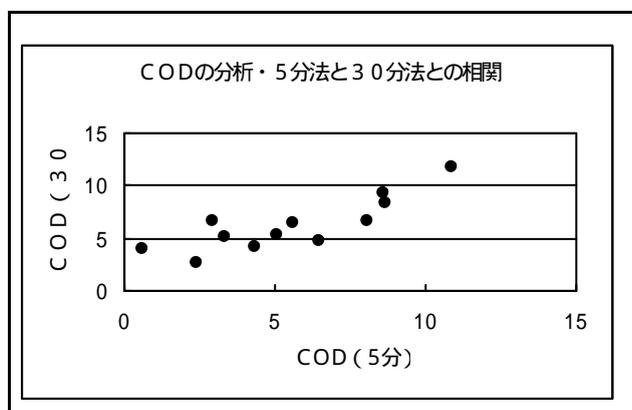
(日本分析化学会北海道支部 水の分析・新版 化学同人)

下表に5分直火煮沸と30分沸騰水中加熱の比較を示した。

採水が7月31日。冷蔵庫に保管し、5分直火煮沸法での分析は8月1日、30分沸騰水中加熱法での分析は8月2日である。(30分法 半田高久 水質調査法 丸善)

分析結果 平成10年7月31日(金)

|    | 河川名(橋)     | COD<br>5分 | COD<br>30分 |
|----|------------|-----------|------------|
| 1  | 柿田川(柿田橋)   | 0.60      | 3.98       |
| 2  | 黄瀬川(黄瀬川大橋) | 4.31      | 4.26       |
| 3  | 狩野川(黒瀬橋)   | 2.38      | 2.63       |
| 4  | 狩野川(御成橋)   | 3.34      | 5.05       |
| 5  | 塚田川(せせらぎ橋) | 8.59      | 9.33       |
| 6  | 江川(江川橋)    | 10.84     | 11.70      |
| 7  | 観音川(緑橋)    | 2.96      | 6.66       |
| 8  | 新中川(間門橋)   | 6.46      | 4.66       |
| 9  | 沼川(原小学校前)  | 8.08      | 6.71       |
| 10 | 前川(原小学校前)  | 5.62      | 6.42       |
| 11 | 浪人川(ポンプ場)  | 8.66      | 8.32       |
| 12 | むじな川(御園橋)  | 5.09      | 5.25       |
|    | 平均         | 5.56      | 6.25       |



5分法でCODの値が低い柿田川と観音川で30分法との値が大きい。そのため平均値で0.69の差が生じた。

柿田川と観音川を除いた10カ所の平均を計算すると5分法が5.28、30分法が5.36となり、差は0.08となる。

一度だけの比較であり、5分法と30分法で測定日に一日のずれがあり、柿田川や観音川などで差が大きいなど問題点が残るが、ほぼ1:1の正の相関関係が得られた。

## DO (ウインクラー法)

### ア. 分析の意義

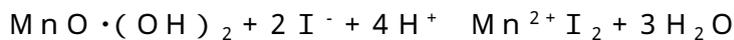
DOは水中に溶けている酸素の濃度を示す。汚濁した河川は、DOの値が小さく、水中生物に影響を与えている。

### イ. 原理

水中で $Mn^{2+}$ は $OH^-$ と反応して白色の $Mn(OH)_2$ を生じる。もし水中に $O_2$ が存在するときは、 $Mn(OH)_2 + 1/2 O_2 \rightarrow MnO \cdot (OH)_2$ となり、褐色の沈殿を生ずる。

この反応を酸素の固定という。

次にこれに $I^-$ イオンを共存をさせて塩酸を加えると



$O_2$ に当量の $I_2$ が遊離する。この $I_2$ をチオ硫酸ナトリウムで適定する。



### ウ. 試薬

- ・硫酸マンガン溶液： $MnSO_4$  100 gを純粋に溶かして250 mlとする。
- ・ヨウ化カリウム - 水酸化カリウム溶液： $NaOH$  (100 g)と $KI$  (30 g)を純水に溶かして200 mlとする。
- ・塩酸 (1 + 1)
- ・0.02 Nチオ硫酸ナトリウム溶液： 約5 gのチオ硫酸ナトリウムを水1リットルに溶かす。濃さは、次の0.100 Nヨウ素酸カリウム標準液で標定する。
- ・0.100 Nヨウ化カリウム標準溶液  
 $KIO_3$  1.783 gを純水に溶かし、メスフラスコで500 mlとする。

### エ. 操作

<採水>

- 河川の水はバケツに採取する。酸素びんにサイホンを利用して試料水を移す。
- $MnSO_4$ を0.5 ml入れ、次に $KI - NaOH$ を0.5 mlを入れる。その時気泡が入らないように注意する。
- 気泡を入れないように栓をし、よく振る。
- 酸素の固定後は直射日光をあてず放置する。
- 酸素びんのまま水中に沈め、できるだけ早く分析する。

<適定> 直射日光をさけて行う。

- $HCl$ を2 ml入れ、栓をしてよく振り、沈殿物を溶かす。
- ビュレットに0.025 Nチオ硫酸ナトリウム溶液を入れ、適定する。黄色が薄くなったら、デンプン溶液を入れる。そして青色が消えるまで滴定する。

### ハ. 計算

酸素ビンの体積を $V$ 、0.025 Nチオ硫酸ナトリウム適定液の適定値を $n$  mlとすれば、1リットルの試薬中の $O_2$  mg / lは次式で示される。

$$O_2 \text{ mg / l} = n \times \frac{160 \times f \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}{V - 1.0}$$

(半田高久 水質調査法 丸善)

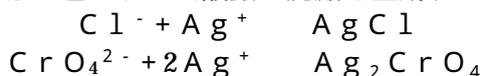
## Cl<sup>-</sup> (Mohr法)

### ア．分析の意義

人間は、毎日約10gの食塩(NaCl)を必要とし、同時に汗や尿となってそれだけの塩化物イオンが排泄される。また、化学工場では多量の食塩を用いて種類の化学薬品を作り、それが種類の産業で使用され、結局工場排水となって排出される。

### イ．原理

試料水を硝酸銀溶液で適定すると、塩化物イオンは銀イオンと反応して塩化銀の白色沈殿を生ずる。終点の判定には、クロム酸カリウムを添加しておき、過剰の銀イオンが赤かっ色のクロム酸銀の沈殿を生成することを利用する。



### ウ．試薬

- ・0.0282N 塩化ナトリウム (NaCl) 標準溶液
- ・0.0282N 硝酸銀適定液  
硝酸銀 3.4g を上皿天秤にとり、純粋 100ml に溶かし、褐色瓶に保存する。
- ・5%クロム酸カリウム指示薬

### エ．操作

- 蒸留水 20ml をピペットでとり、三角フラスコの中に入れる。
- クロム酸カリウム 1ml をピペットでとり、三角フラスコの中に入れる。
- 硝酸銀溶液をビュレットで一滴ずつ入れてある程度色がついたらやめる。
- 採ってきた水で 1. 2. 3. の操作を行い、3 でできた蒸留水と同じ色にする。
- 着色に使用した硝酸銀適定液の量を測定する。

### オ．計算

$$\text{Cl}^- \text{ ml/l} = 35.45 \times f \text{ AgNO}_3 \times (x - b)$$

f = 0.0282N 硝酸銀適定液の力価

x = 適定値

b = 蒸留水でのブランク

Mohr法は比較的高濃度の Cl<sup>-</sup> を測定する方法である。文献では、「10ppm 以下の値になると多少のバラツキは見られる」と書かれていた。水質が良くなり、Cl<sup>-</sup> の濃度が低い河川もあるが、私達化学部では操作の d. に注意しながら先輩と同じ Mohr 法で測定している。

< Mohr 法の精度 > 精度を確認するため、20, 10, 5 ppm の塩化ナトリウム水溶液を調整し、Mohr 法で 2 回測定した。

| 溶液 Cl <sup>-</sup> (ppm) | b    | x    | 測定値 Cl <sup>-</sup> (ppm) | 平均 Cl <sup>-</sup> (ppm) |
|--------------------------|------|------|---------------------------|--------------------------|
| 20                       | 0.35 | 2.25 | 20.7                      | 19.9                     |
|                          |      | 2.10 | 19.1                      |                          |
| 10                       | 0.30 | 1.30 | 10.9                      | 10.7                     |
|                          |      | 1.25 | 10.4                      |                          |
| 5                        | 0.30 | 0.80 | 5.5                       | 5.2                      |
|                          |      | 0.75 | 4.9                       |                          |

滴定値で 0.05ml の誤差が生じ、バラツキはあるものの、ほぼ近い値が得られた。

(日本分析化学会北海道支部 水の分析 - 第4版 - 化学同人)

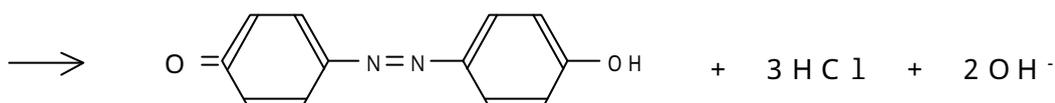
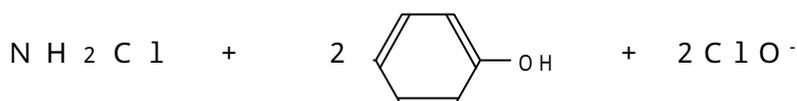
## NH<sub>4</sub><sup>+</sup> - N インドフェノール法

### 1 . 分析の意義

アンモニウムイオンは、主としてタンパク質の分解によって生じるから水中にアンモニウムイオンの含量の大きいことはタンパク質の供給が大きいことを意味し水の汚染の一つの目安になる。また尿中の尿素は、アンモニウムイオンに変化しやすいので、尿による汚染にはアンモニウムイオンが検出されている。

### 2 . 原理

アンモニア窒素が次亜塩素酸塩の共存のもとでフェノールと以下のように反応して生ずるインドフェノール青の吸光度で測定して定量する方法である。



### 3 . 試薬

#### ・アンモニア窒素標準原液

3.819 gのNH<sub>4</sub>Clを純水に溶かして1lとする。

(アンモニア窒素 1000ppm・6か月間安定)

#### ・アンモニア窒素標準液溶

2 mlのアンモニア標準原液を純水に溶かして100 mlとする。

(アンモニア窒素 20ppm・4日間安定)

#### ・緩衝溶液

リン酸ナトリウム(12水和物) 30 g、クエン酸ナトリウム(2水和物) 30 gおよびEDTA(二ナトリウム塩) 3 gを純水に溶かして1lとする。pHは約12になる。

#### ・フェノール・ニトロプルシッド溶液

60 gのフェノールを緩衝溶液にとかしたのち、0.2 gのニトロプルシッドナトリウム加えて溶かし、緩衝溶液で1lとする。pHは約12になる。冷暗所に保存し、3週間ごとに新しく調整し、使用直前に室温にする。

#### ・1 Mの水酸化ナトリウム溶液

40 gのNaOHを純水に溶かして1lとする。

#### ・次亜塩次亜塩素酸 ナトリウム溶液

市販の次亜塩素酸 ナトリウム(5%)を純水に溶かし0.02%とする。

### 4 . 操作

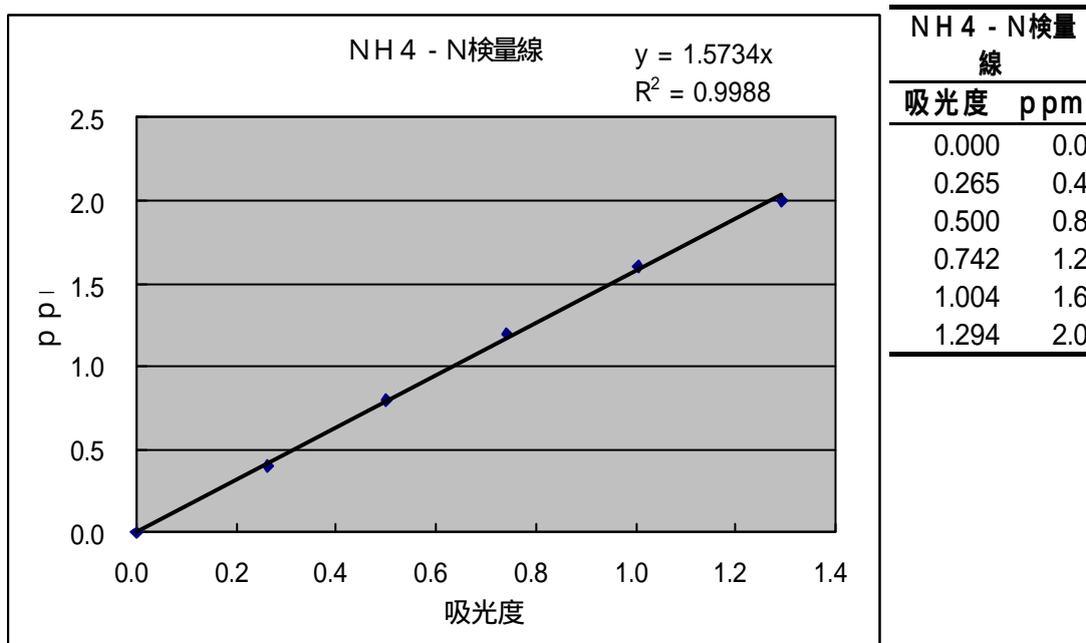
ア. 試料水 25 mlをピペットで、メスシリンダ - にとる。

イ. 10 mlのフェノール・ニトロプルシッドナトリウム溶液を混合し、すばやく次亜塩

素酸 ナトリウを加え50mlとする。

ウ．室温で45分間放置したのちセルに移し、から試験液を対照として635nmにおける吸光度を測定する。

エ．別に、アンモニア標準溶液0～5mlを用いて同様に操作し、あらかじめ検量線を作成しておき、これから試料水中のアンモニアの量を求める。



#### オ 有効塩素の定量法

市販の次亜塩素酸ナトリウム溶液10mlをメスフラスコにとり、水を加えて200mlとする。

ヨウ化カリウム1～2g、および酢酸(1+1)6mlを加えて密栓しよく振り混ぜ暗所に約5分間放置後、 $2I^- + ClO^- + 2H^+ \rightarrow I_2 + Cl^- + H_2O$ の反応で遊離したヨウ素を0.05Nチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定し溶液の黄色が薄くなったところでデンプン溶液3mlを加え、青色が消えるまで滴定する。

( $I_2 + 2Na_2S_2O_3 \rightarrow 2NaI + Na_2S_4O_6$ ) 同時に空試験を行って補正する。

計算  
 有効塩素(%) =  $\frac{a \times f \times 200 / 10}{10}$

a = 0.05Nチオ硫酸ナトリウムの滴定量(ml)

f = 0.05Nチオ硫酸ナトリウムのファクター

(日本分析化学会北海道支部 水の分析 - 第3版 - 化学同人)

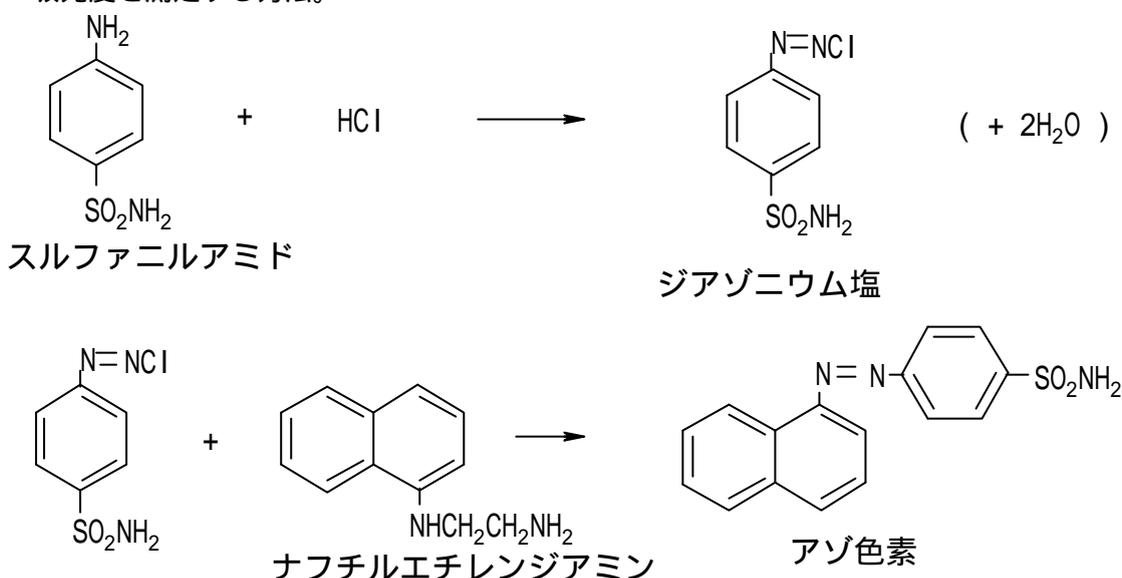
## NO<sub>2</sub> - N スルファニルアミド・ナフチルエチレンジアミン発色法。

### 1. 分析の意義

水中での窒素の変化を知るためにこの分析をする。水中の有機物のうちでタンパク質は、微生物によって分解して、アンモニウムイオンとなり、さらに酸化され、亜硝酸イオン、硝酸イオンに変化する。その結果、水の浄化作用がどのくらいはたらいっているか調べることができる。

### 2. 原理

亜硝酸イオン態窒素が酸性溶液中で芳香族第一アミン（スルファニルアミド、スルファニル酸など）と反応して生ずるアゾ化合物に芳香族アミン類（ナフチルエチレンジアミン、*p*-ナフチルアミンなど）を加えてカップリングして生じるジアゾ化合物の赤色の吸光度を測定する方法。



### 3. 試験

- スルファニルアミド溶液  
スルファニルアミド 1 g を 10 % 塩酸 100 ml に溶かす。
- ナフチルエチレンジアミン溶液  
N-(1-ナフチル)エチレンジアミン二塩酸塩 0.1 g を水に溶かして 100mg とする。
- 亜硝酸窒素標準原液  
105 ~ 110 °C で約 4 時間乾燥し、デシケーター中で放冷した NaNO<sub>2</sub> の 1.50 g を計り取り、水に溶かしてメスフラスコで 1 リットルとする。この溶液 1 ml は亜硝酸窒素 0.3mg を含む。
- 亜硝酸窒素標準溶液  
亜硝酸窒素標準原液 10 ml をメスフラスコで 200 ml とする。この溶液 1 ml は亜硝酸イオン態窒素 0.0003 mg を含む。

### 4. 操作

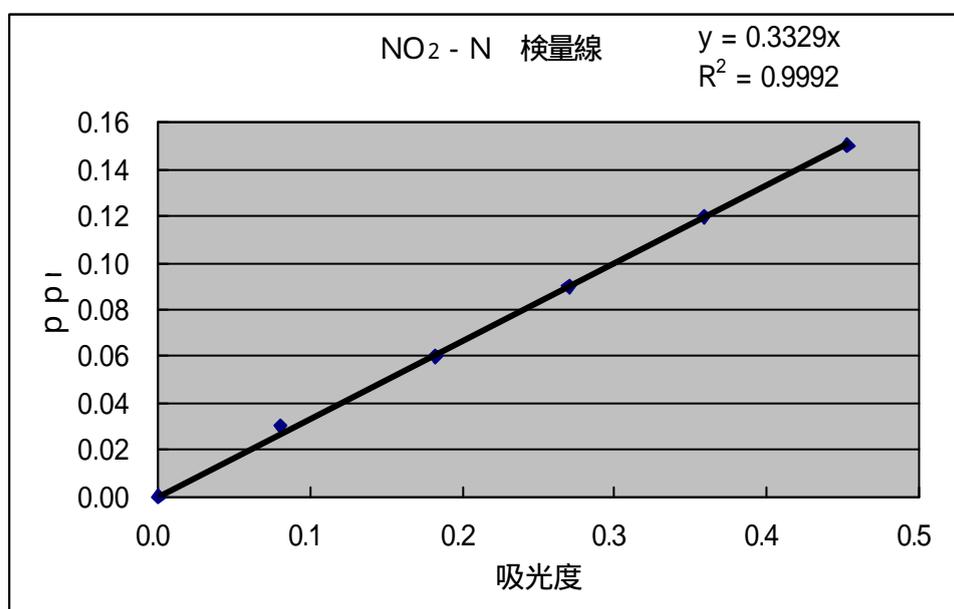
- 検水 10 ml を共せん付き試験管にとり、これにスルファニルアミド溶液 1 ml を加えてよく降り交ぜ 15 分間静置したのち、ナフチルエチレンジアミン溶液 1 ml を加え混ぜ、20 分間静置する。
- 10 mm の吸収セルを用いて 540 nm で吸光度を測定する。

### ウ．検量線の作成

亜硝酸窒素標準溶液 (NO<sub>2</sub>-N 0.0003 mg / ml) 0 ~ 5 ml を段階的にとり水で総量を 10 ml としたのち、操作法と同様に処理して亜硝酸窒素量と吸光度との検量線を作成する。

エ．試料水の吸光度から、検量線を使って亜硝酸イオンの濃度を求める。

| NO <sub>2</sub> - N 検量線 |      |
|-------------------------|------|
| 吸光度                     | ppm  |
| 0.000                   | 0.00 |
| 0.080                   | 0.03 |
| 0.182                   | 0.06 |
| 0.270                   | 0.09 |
| 0.359                   | 0.12 |
| 0.453                   | 0.15 |



(日本分析化学会北海道支部 水の分析 - 第3版 - 化学同人)

### NO<sub>3</sub> - N 紫外吸光度法

#### 1．分析の意義，原理

天然では窒素化合物はバクテリアの作用によりその形態がさまざまに変化する。環境の還元的なときは亜硝酸イオンやアンモニウムイオンに富み、酸化的なときは硝酸イオンに富む。窒素の物質代謝を研究する場合には、測定可能なあらゆる形態の窒素を測定すべきである。

硝酸イオン態窒素の 220 nm での吸収を測定する紫外線吸光度法である。

#### 2．試薬

pH調整液：塩酸 (1 + 500)

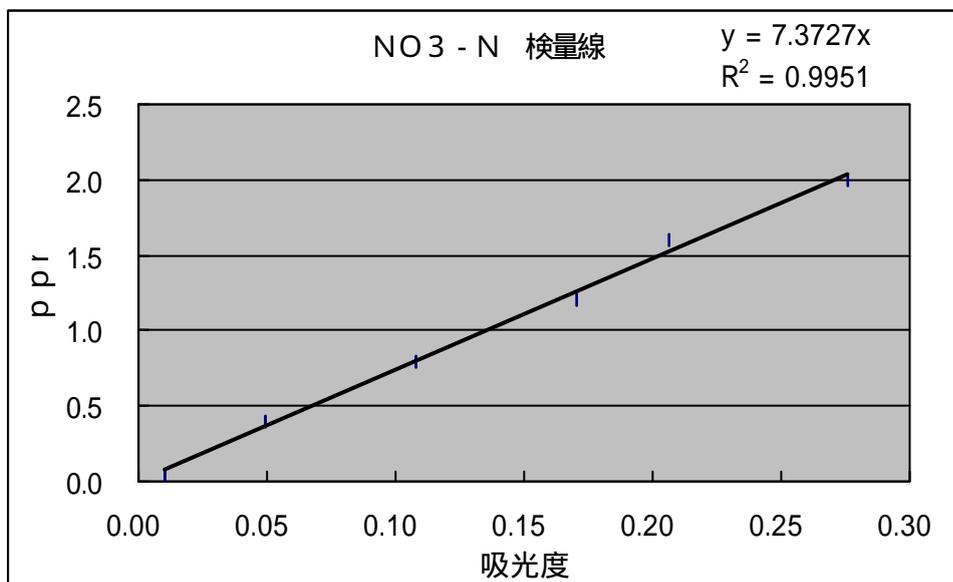
### 3. 分析操作

検水を共栓試験管（容量30ml）に分取し、pH調整液を5ml加えて、検水のpHを2～3に調整する。

検液を一部を吸収セル（10mlまたは50ml）に移し、波長220nmにおける吸光度を測定する。

別に作成した検量線を使ってNO<sub>3</sub>-Nの濃度を調べる。

| NO <sub>3</sub> -N<br>検量線 |      |
|---------------------------|------|
| 吸光度                       | ppm  |
| 0.010                     | 0.04 |
| 0.049                     | 0.40 |
| 0.108                     | 0.80 |
| 0.170                     | 1.20 |
| 0.206                     | 1.60 |
| 0.276                     | 2.00 |



硝酸イオン窒素の分析はカドミウム還元法が有効である。以前はカドミウム還元法を採用したが、分析後の廃液にカドミウムがかなり含まれ、後処理が難しいため、現在は紫外吸収法を採用している。ただし、硝酸イオンだけでなく有機物も紫外線を吸収する性質がある。水中の有機物がどの程度紫外線を吸収するか調べたいと考えている。

（日本分析化学会北海道支部 水の分析 - 第4版 - 化学同人）

### T - N（全窒素）

アルカリ・ペルオキシ二硫酸カリウム・オートクレーブ酸化、紫外吸光度法。

#### 1. 分析の意義

窒素はイオン態窒素だけでなく有機態窒素の形態でも水中に存在する。そしていずれは分解してイオン態窒素になる。全ての状態の窒素を合計して全窒素（T - N）という。

#### 2. 試薬

- 水酸化ナトリウム・ペルオキシ二硫酸カリウム溶液：蒸留水（以下水と略す）500mlに水酸化ナトリウム（NaOH）20gを溶かしたのち、ペルオキシ二硫酸カリウム

( $K_2S_2O_8$ ) 15 g を溶かす。本溶液は使用時に調製する。

- ・ pH調整液：塩酸(1+16), 塩酸(1+60), 塩酸(1+500)
- ・ 硝酸窒素標準原液：105~110 で約4時間乾燥させて、デシケーター中で放冷した  $KNO_3$  0.722 g を水に溶かして1 L とする。この溶液1 ml は  $NO_3 - N$  として 0.1mg を含む。クロロホルム数滴を加えて褐色ビンに保存する。
- ・ 硝酸窒素標準液：硝酸窒素標準原液を精製水で25倍に希釈する。この溶液1 ml は窒素 0.004mg を含む。使用時に調製する。

### 3. 操作

- ア. 前処理：検水50 ml を分解瓶に取り、水酸化ナトリウム・ペルオキシ二硫酸カリウム溶液10 ml を加え、ただちに、密栓し混合する。この分解瓶をオ-トクレ-プに入れて加熱し、約120 に達してから30分間加熱分解する。分解瓶を取り出し放冷する。
- イ. 分析操作：前処理により得られた溶液の上澄み液25 ml を共栓試験管(容量30ml)に分取し、pH調整液5 ml を加えて溶液のpHを2~3に調整し、これを検液とする。
- ウ. 検液の一部をセル(10 mm または50 mm)に移し、波長220 mmにおける吸光度を測定する。
- エ. 空試験として水50 ml を分解瓶にとり、以下同様の操作を行って吸光度を測定し、試料について得た吸光度を補正する。
- オ. 検量線の作成 窒素標準溶液( $4 \mu g / ml$ ) 1~50 ml を段階的にメスフラスコ(容量100 ml)にとり、水を加えて100 ml とする。その25 ml をそれぞれ共栓試験管(容量30 ml)に分取し、塩酸(1+500) 5 ml を加えたのち、一部を吸収セルに移し、波長220 mmの吸光度を測定する。  
(検量線は12頁と同じ)

### 4. 濃度の計算

操作ア~エおよび検量線から分取した検水中の全窒素量を求め、次式によって試料中の全窒素濃度(mg N / l)を算出する。

$$\text{窒素濃度 (mg / l)} = a \times 60 / 25 \times 1000 / 50$$

a：検量線を用いて求めた前処理後に分取した検水25 ml 中の窒素量(mg)を示す。

(日本分析化学会北海道支部 水の分析 - 第4版 - 化学同人)

$PO_4^{3-} - P$  (リン酸イオンリン)  
アスコルビン酸還元、モリブデン青法。

#### 1. 原理(モリブデン青法)

リン酸イオンは酸性溶液中でモリブデン酸と反応して、黄色のリンモリブデン酸錯体を生成する。これをアスコルビン酸で還元すると濃い青色を呈する。この際、アンチモンが共存すると青色がより強くなる。この青色の強度はリン酸イオン濃度に比例するので吸光度法により定量できる。

## 2. 試薬

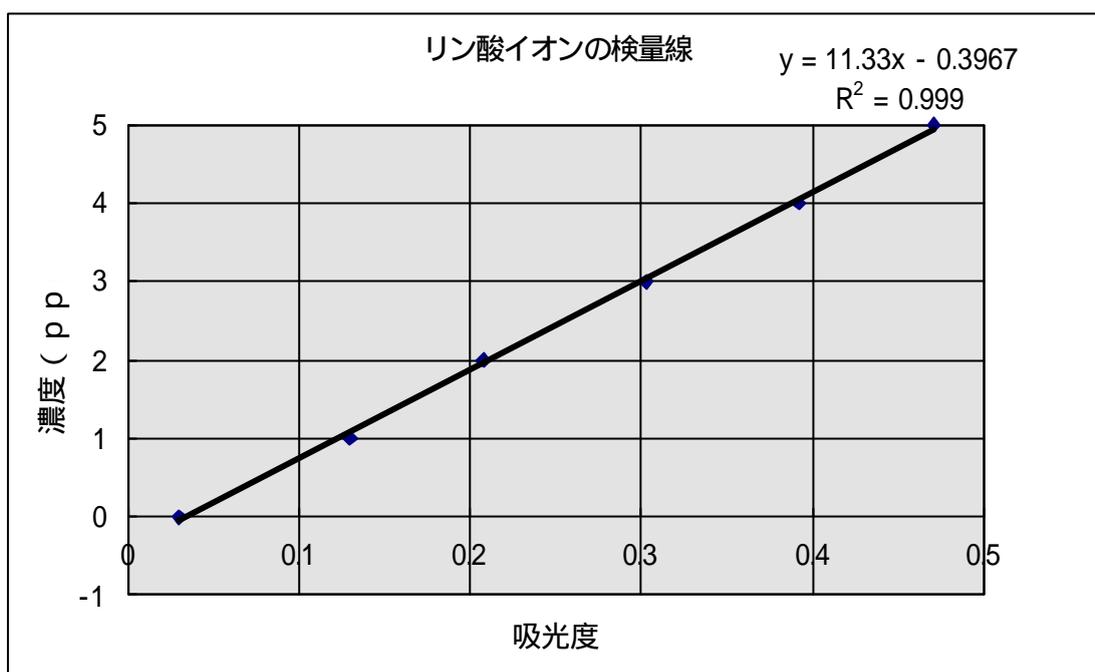
- ・ 2.5 M 硫酸  
水 500 ml に濃硫酸 70 ml を少しづつ静かに加える。
- ・ 酒石酸アンチモルニルカリウム溶液  
酒石酸アンチモルニルカリウム  $[K(SbO)C_4H_4O_6 \cdot 1/2H_2O]$  1.3715 g を水に溶かし、500 ml メスフラスコに移し、水で標線まで薄める。
- ・ モリブデン酸アンモニウム溶液  
モリブデン酸アンモニウム  $[(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O]$  20 g を 500 ml の水に溶かす。
- ・ 0.1 M アスコルビン酸溶液  
1.76 g のアスコルビン酸を水 100 ml に溶かす。使用直前に調整する。
- ・ 混合試薬  
上で調整した 2.5 M 硫酸 50 ml、酒石酸アンチモルニルカリウム溶液 5 ml、モリブデン酸アンモニウム溶液 15 ml およびアスコルビン酸溶液 30 ml を順次加えてよく混合する。この溶液は数時間しかもたないので使用直前に調整する。
- ・ リン酸イオン標準溶液  
110 で乾燥したリン酸二水素カリウム ( $KH_2PO_4$ ) 7.165 g をとり、水に溶かして 1 l メスフラスコに移し、水で標準まで薄める。この溶液 1 ml は 5 mg の  $PO_4^{3-}$  を含む。使用するときにはこれを適当に薄めて用いる。この溶液には微生物、藻、カビなどが発生しやすいので、古い溶液は用いない方がよい。

## 3. 操作

- ア. 40 ml ピペットにて試料水を 50 ml メスフラスコにとる。
- イ. 混合試薬 8 ml を加えてよく混ぜる。
- ウ. 水で標線まで薄めてよく混ぜる。
- エ. 少なくとも 10 分間放置し、30 分以内に 880 ~ 890 nm の波長で吸光度を測定する。
- オ. 上記 1 - 4 の操作を水を用いて行い、から試験値を求める。
- カ. 試料の吸光度測定値よりから試験値を差し引き、あらかじめ作成した検量線よりリン酸イオン濃度を求める。

吸光度測定の際、参考文献によると 880 ~ 890 nm の波長で測定するように定められているが、ここでは、 $PO_4^{3-}$  1 ppm を 350 ~ 1040 nm の波長で測定し、特に高い値をだした波長 900 nm を実際の測定に使用した。

試料水の放置時間は、 $PO_4^{3-}$  5 ppm を 10 分間ずつ 6 回、0 分をむ 50 分間を測定してみた。そこでは、はじめの 30 分間序々に値が上がったが、30 分以降はあまり変化が見られず、実際の測定では 30 分後測定を使用した。



( 水の分析第3版 日本分析化学会北海道支部編 化学同人 )

### T - P (全リン)

ペルオキシ硫酸カリウム・オートクレーブ分解。アスコルビン酸還元、モリブデン青法。

#### 1. 分析の意義と原理

( 過硫酸分解法 )

水中のリンは、種々の形態の溶溶性あるいは懸濁性成分として存在する。全リンは、これらのリンを分解し、すべてリン酸イオン態リンとしたのち、吸光度法により定量する。

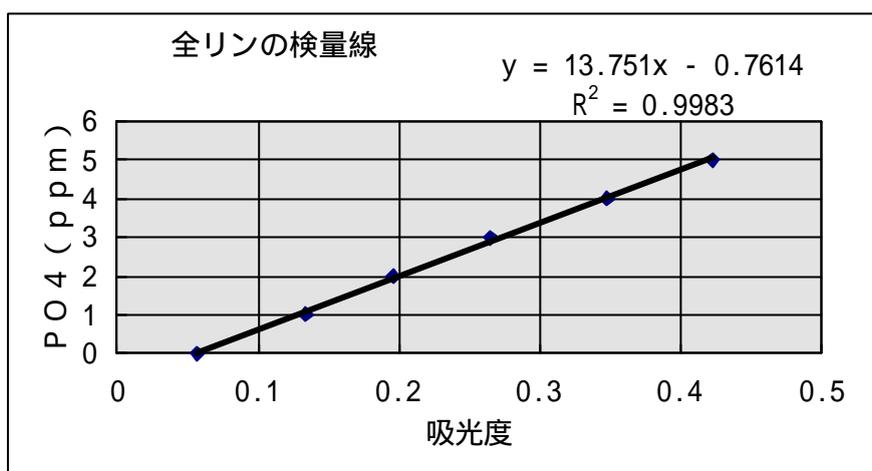
分解法荷は、分解剤の種類や分解条件の異なる種の方法が用いられているが、ここでは酸化力は弱い、操作が容易で再現性がよいととされているペルオキシニ硫酸カリウム ( $K_2S_2O_8$ ) を用いる湿式分解法を使用した。

#### 2. 試薬

- ・ ペルオキシニ硫酸カリウム溶液 ( 5 % )  
使用直前に作る。
- ・ リン酸イオン態リン定量用試薬 ( 14 頁と同じ )

#### 3. 操作

- ア、試料水 50 ml を分解瓶似とる。ペルオキシニ硫酸カリウム溶液 8 ml を加えたのち高圧蒸気滅菌器に入れ、 $1.055 \text{ kg/cm}^2$  の圧力下、 $120^\circ\text{C}$  で 30 分間加熱分解する。放冷後全量を 60 ml とし、その上澄み液についての定量法により吸光度を測定する。
- イ、標準溶液について同様の操作を行い、検量線を作成する。これに基づき、試料水中の全リン濃度をリン酸態リンとして求める。



( 水の分析第3版 日本分析化学会北海道支部編 化学同人

## L A S

メチレンブルー、クロロホルム抽出法。

### 1 . 分析の意義

アルキルベンゼンスルホン塩酸(合成洗剤の主成分)を塩基性染料(陽イオン性色素)であるメチレンブルー - ( M B ) と反応させ、クロロホルムに抽出する比色法である。

### 2 . 試薬

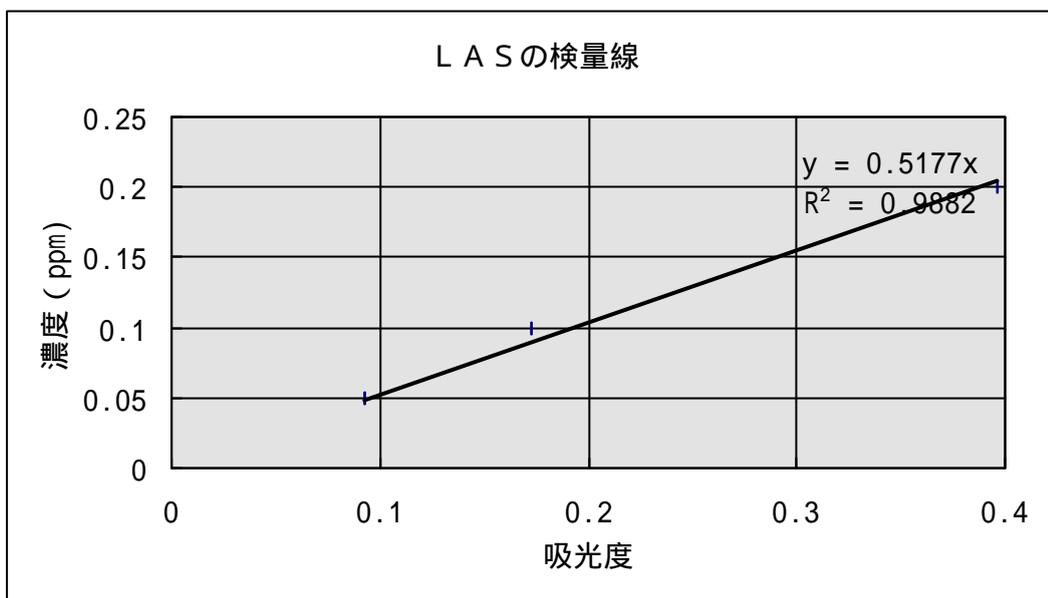
- ・陰イオン界面活性剤標準液溶  
L A S の標準物質として ドデシル硫酸ナトリウム  
[  $\text{NaO}_2\text{SO}(\text{CH}_2)_{11}\text{C}_\text{H}_3$  ] の  $1000\text{mg} / \text{l}$  液溶を調製し、希釈して用いる。
- ・リン酸ナトリウム緩衝液  
無水リン酸水素二ナトリウム (  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  )  $10\text{g}$  を水に溶かし水酸化ナトリウム溶液で  $\text{pH} 10$  になるように調節しながら水で  $1\text{l}$  とする。
- ・メチレンブルー溶液 ( 抽出用 )  
M B ( メチレンブルー - 塩酸塩 )  $0.35\text{g}$  を水に溶かして  $1\text{l}$  とし、かっ色びんに保存する。
- ・クロロホルム  
特級試薬をそのまま使用。
- ・  $0.5\text{N H}_2\text{SO}_4$

### 3 . 操作

ア . 試料水の適当量を  $200\text{ml}$  分液漏斗 A にとり、水を加えて  $100\text{ml}$  とする。これにリン酸ナトリウム緩衝液  $10\text{ml}$ 、M B 溶液  $0.5\text{ml}$ 、クロロホルム  $15\text{ml}$  を加える。

イ . 分液漏斗 A を 2 分間振とうし、静置して水溶液相とクロロホルム相とが分離したのち ( 試料水によって両相の分離が悪い場合には、ガラス棒によって漏斗内をすばやくかき混ぜ分離をたすける ) クロロホルム相をあらかじめ  $110\text{ml}$ 、M B 溶液  $0.5\text{ml}$ 、 $0.25\text{M H}_2\text{SO}_4$   $2\text{ml}$  を入れてある分液漏斗 B に移し、2 分間振とうし、静置後、クロロホルム相をガラスウールまたは脱脂綿を通して ( 水の工

- マルジョンを除去する) 2 cmセルに入れる。  
 ウ．クロロホルム相を対照液として、波長 654 nm 吸光度を測定し、あらかじめ作成した検量線を用いて定量する。



低濃度領域の検量線

(日本分析化学会北海道支部 水の分析 - 第3版 - 化学同人)

- \* ~ はビュレットを使用した容量分析。 ~ は分光光度計を使用した比色分析。  
 分光光度計は島津UV - 1200 およびUV - 1200Vを使用した。



容量分析 (塩化物イオン)



分光光度計 (島津UV - 1200)