

(別添 2)

環境基準健康項目の追加に係る測定方法

1 硝酸性窒素及び亜硝酸性窒素

(1) 硝酸性窒素 (別紙 1)

次の方法により硝酸イオン濃度を測定し、換算計数 0 . 2 2 5 9 を乗ずる。

日本工業規格 K 0102 の 43.2.1 (還元蒸留 - インドフェノール青吸光光度法)、43.2.3 (銅・カドミウムカラム還元 - ナフチルエチレンジアミン吸光光度法) 又は 43.2.5 (イオンクロマトグラフ法) に定める方法

(2) 亜硝酸性窒素 (別紙 1)

次の方法により亜硝酸イオン濃度を測定し、換算計数 0 . 3 0 4 5 を乗ずる。

日本工業規格 K 0102 の 43.1.1 (ナフチルエチレンジアミン吸光光度法) 又は 43.1.2 (イオンクロマトグラフ法) に定める方法

2 ほう素 (別紙 2)

日本工業規格 K 0102 の 47.1 (メチレンブルー吸光光度法) 若しくは 47.3 (I C P 発光分光分析法) に定める方法又は付表 6 (I C P 質量分析法) に掲げる方法

3 全ふっ素 (別紙 3)

日本工業規格 K 0102 の 34.1 (ランタン - アリザリンコンプレキソン吸光光度法) に定める方法又は付表 7 (イオンクロマトグラフ法) に掲げる方法

(別紙 1)

43. 亜硝酸イオン(NO_2^-)及び硝酸イオン(NO_3^-)

43.1 亜硝酸イオン(NO_2^-) 亜硝酸イオンの定量には、ナフチルエチレンジアミン吸光度法又はイオンクロマトグラフ法を適用する。亜硝酸イオンは変化しやすいから、試験は試料採取後直ちに行う。直ちに行えない場合には 3.3によって保存し、できるだけ早く試験する。ただし、イオンクロマトグラフ法を適用する場合には、3.3の保存処理を行わず、試料採取後直ちに試験する。

43.1.1 ナフチルエチレンジアミン吸光度法 試料にはスルファニルアミド(4-アミノベンゼンスルホンアミド)を加え、これを亜硝酸イオンによってジアゾ化し、N-1-ナフチルエチレンジアミン(二塩化N-1-ナフチルエチレンジアンモニウム)を加えて生じる赤い色のアゾ化合物の吸光度を測定して亜硝酸イオンを定量する。

定量範囲： NO_2^- 0.6～6 μg 、繰返し分析精度：変動係数で3～10%

a) 試薬 試薬は、次のものを用いる。

- 1) 水 JIS K 0557に規定するA3の水
- 2) 4-アミノベンゼンスルホンアミド溶液 JIS K 9066に規定するスルファニルアミド(4-アミノベンゼンスルホンアミド) 2 gをJIS K 8180に規定する塩酸60mlと水約80mlに溶かし、更に水を加えて200mlとする。
- 3) 二塩化N-1-ナフチルエチレンジアンモニウム溶液 JIS K 8197に規定するN-1-ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩(二塩化N-1-ナフチルエチレンジアンモニウム) 0.2 gを水に溶かして200mlとする。着色ガラス瓶に入れて保存し、1週間以上経過したものは使用しない。
- 4) 亜硝酸イオン標準液(1 mg NO_2^- /ml) JIS K 8019に規定する亜硝酸ナトリウムを105～110℃で約4時間加熱し、デシケーター中で放冷した後、亜硝酸ナトリウムの純度を求め⁽¹⁾、 NaNO_2 100%に対して1.50 gに相当する亜硝酸ナトリウムをとり、少量の水を溶かして全量フラスコ1000mlに移し入れ、水を標線まで加える。使用時に調製する。又はJIS K 0032に規定する亜硝酸イオン標準液の1000を用いる。
- 5) 亜硝酸イオン標準液(20 μg NO_2^- /ml) 亜硝酸イオン標準液(1 mg NO_2^- /ml)10mlを全量フラスコ500mlにとり、水を標線まで加える。使用時に調製する。
- 6) 亜硝酸イオン標準液(2 μg NO_2^- /ml) 亜硝酸イオン標準液(20 μg NO_2^- /ml)20mlを全量フラスコ200mlにとり、水を標線まで加える。使用時に調製する。

注⁽¹⁾ JIS K 8019の6.(1)による。

b) 装置 装置は、次のとおりとする。

- 1) 光度計 分光光度計又は光電光度計

c) 操作 操作は、次のとおり行う。

- 1) 試料をろ紙5種C(又はろ紙6種)を用いてろ過し、初めのろ液約50mlは捨て、その後のろ液⁽²⁾の適量(NO_2^- として0.6～6 μg を含む。)をメスシリンダー(有栓形)10 mlにとり、水を加えて10mlとする。
- 2) 4-アミノベンゼンスルホンアミド溶液 1 mlを加えて振り混ぜ、約5分間放置した後、

二塩化N-1-ナフチルエチレンジアンモニウム溶液 1 mlを加えて振り混ぜ、室温で約20分間放置する。

- 3) 溶液の一部を吸収セルに移し、波長540nm付近の吸光度を測定する。
- 4) 空試験として水10mlをメスシリンダー(有栓形)10mlにとり、2)及び3)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。
- 5) 検量線から亜硝酸イオンの量を求め、試料中の亜硝酸イオンの濃度($\text{mg N O}_2^-/\text{L}$)を算出する。

検量線 亜硝酸イオン標準液($2 \mu\text{g N O}_2^-/\text{ml}$) 3 ~ 30mlを段階的に全量フラスコ100 mlにとり、水を標線まで加える。その中からそれぞれ10mlをメスシリンダー(有栓形)10mlにとり、2) ~ 4)の操作を行って亜硝酸イオン(N O_2^-)の量と吸光度との関係線を作成する。

注⁽²⁾ ろ過しても、色、濁りが残る場合には、JIS K 0101 36.アンモニウムイオン36.1.1凝集沈殿法(3)操作(3.1)の硫酸亜鉛による凝集沈殿又は次の硫酸アルミニウム凝集沈殿法によって除去する。

硫酸アルミニウム凝集沈殿法は、試料100mlにつき硫酸カリウムアルミニウム溶液(JIS K 8255に規定する硫酸カリウムアルミニウム・12水 5 gを水に溶かして100mlとする。) 2 ml及び水酸化ナトリウム溶液(40 g/L)を加えて水酸化アルミニウムのフロックを生成させ、数分間放置した後、ろ過(初めのろ液約20mlは捨てる。)して澄明な溶液とする。

凝集沈殿処理すると水酸化アルミニウムに亜硝酸イオンが一部吸着されて発色が低下するので、別に、亜硝酸イオン標準液($2 \mu\text{g N O}_2^-/\text{ml}$)を段階的にとり、同様に処理したものをを用いて検量線を作成して定量する。

備考1. 一般に、亜硝酸イオンは、残留塩素などの酸化性物質と共存することはないが、亜硝酸イオンが存在しなくても残留塩素及びクロロアミン類(モノクロロアミン、ジクロロアミン、三塩化窒素)などが存在すると赤に発色して亜硝酸イオンとして誤認されることがある。

試料中の酸化性物質の存在を確認するには、次のように操作する。

試料100mlをとり、ふっ化カリウム溶液(300 g/L) 1 mlとJIS K 9501に規定するアジ化ナトリウム0.5 gを加える。塩酸(1 + 1)を加えて酸性(pH約1)とし、JIS K 8913に規定するよう化カリウム0.5 gを加えてかき混ぜた後、暗所に数分間放置する。これに指示薬としてでんぷん溶液(10 g/L)[19.のa)5)による。] 2 mlを加える。よう素でんぷんの青い色が認められる場合は、酸化性物質が存在する。このような試料について亜硝酸イオンを試験するには、この操作を行った後よう素でんぷんの青い色が消えるまで、亜硫酸ナトリウム溶液(50mmol/L)で滴定し、その消費量から、試料中の酸化性物質の量に相当する亜硫酸ナトリウム溶液(50mmol/L)の量を求め、この量を試料に添加した後、1) ~ 5)の操作を行う。

2. 亜硝酸体窒素で表示する場合は、次の換算式を用いる。

亜硝酸体窒素($\text{mg N O}_2^- \cdot \text{N}/\text{L}$) = 亜硝酸イオン($\text{mg N O}_2^-/\text{L}$) \times 0.3045

43.1.2 イオンクロマトグラフ法 試料中の亜硝酸イオンをイオンクロマトグラフ法で定

量する。この方法を適用する場合には、3.3の保存処理を行わず、試料採取後直ちに試験する。

定量範囲： NO_2^- 0.5～40mg/L⁽³⁾、繰返し分析精度：変動係数で2～10%（装置、測定条件によって異なる。）

注⁽³⁾ サプレッサと組み合わせる方式の場合には、0.1～40mg NO_2^- /L

a) 試薬 試薬は、次のものを用いる。

1) 水 JIS K 0557に規定するA 2又はA 3の水

2) 溶離液 35.3a)2)による。

3) 再生液 35.3a)3)による。

4) 亜硝酸イオン標準液(5 mg NO_2^- /ml) JIS K 8019に規定する亜硝酸ナトリウムを105～110℃で約4時間加熱し、デシケーター中で放冷した後、亜硝酸ナトリウムの純度を求め⁽¹⁾、 NaNO_2 100%に対して0.750 gに相当する亜硝酸ナトリウムを取り、少量の水に溶かして、全量フラスコ100mlに移し入れ、水を標線まで加える。使用時に調製する。

5) 亜硝酸イオン標準液(0.5mg NO_2^- /ml) 亜硝酸イオン標準液(5 mg NO_2^- /ml)10mlを全量フラスコ100mlにとり、水を標線まで加える。使用時に調製する。

6) 陰イオン混合標準液[(0.1mg Cl^- 、0.5mg NO_2^- 、0.5mg Br^- 、0.5mg NO_3^- 、1 mg SO_4^{2-})/ml] 35.3a)6)による。

b) 器具及び装置 器具及び装置は、35.3b)による。ただし、検出器は、紫外吸光検出器を用いてもよい。

c) 準備操作 準備操作は、35.3c)による。

d) 操作 操作は、次のように行う。

1) 35.3d)1)及び2)の操作を行う。

2) クロマトグラム上の亜硝酸イオンに相当するピークについて、指示値⁽⁴⁾を読み取る。

3) 試料を薄めた場合には、空試験として試料と同量の水について、1)及び2)の操作を行って試料について得た指示値⁽⁴⁾を補正する。

4) 検量線から、亜硝酸イオンの濃度を求め、試料中に亜硝酸イオンの濃度(mg NO_2^- /L)を算出する。

検量線 亜硝酸イオン標準液(0.5mg NO_2^- /ml)⁽⁵⁾0.1～8 mlを段階的に全量フラスコ100mlにとり、水を標線まで加える。この溶液について1)及び2)の操作を行ってそれぞれの亜硝酸イオンに相当する指示値⁽⁴⁾を読み取る。別に、空試験として水について1)及び2)の操作を行ってそれぞれの亜硝酸イオンに相当する指示値⁽⁴⁾を補正した後、亜硝酸イオン(NO_2^-)の量と指示値との関係線を作成する。

検量線の作成は、試料の測定時に行う。

注⁽⁴⁾ ピーク高さ又はピーク面積

⁽⁵⁾ 亜硝酸イオン以外の陰イオンを同時に試験する場合には、陰イオン混合標準液[(0.1mg Cl^- 、0.5mg NO_2^- 、0.5mg Br^- 、0.5mg NO_3^- 、1 mg SO_4^{2-})/ml]を用いる。

備考3. 亜硝酸イオンの濃度が1 mg/Lのとき塩化物イオンは50mg/L以下、臭化物イ

オン200mg/L以下及び硫酸イオン500mg/L以下ならば妨害しない。

4. 35.の備考7.による。

43.2 硝酸イオン(NO_3^-) 硝酸イオンの定量には、還元蒸留-インドフェノール青吸光光度法、還元蒸留-中和滴定法、銅・カドミウム還元-ナフチルエチレンジアミン吸光光度法、ブルシン吸光光度法又はイオンクロマトグラフ法を適用する。

この試験は試料採取後直ちに行う。直ちに行えない場合には、3.3によって保存し、できるだけ早く試験する。ただし、イオンクロマトグラフ法を適用する場合には、3.3の保存処理を行わず、試料採取後直ちに試験する。

43.2.1 還元蒸留-インドフェノール青吸光光度法 試料に水酸化ナトリウムを加えて蒸留を行い、アンモニウムイオン及び一部の有機窒素化合物の分解で生じたアンモニアを除去した後、デバルダ合金を加えて亜硝酸イオン及び硝酸イオンをアンモニアに還元して蒸留し、留出したアンモニアを硫酸(25mmol/L)に吸収させる。次に、この留出液中のアンモニウムイオンをインドフェノール青吸光光度法によって定量し、硝酸イオンと亜硝酸イオンの含量を求め、その値から、別に、亜硝酸イオンを定量して差し引き、硝酸イオンの量を算出する。

定量範囲： NO_3^- 17~340 μg 、繰返し分析精度：変動係数で3~10%

a) **試薬** 試薬は、次のものを用いる。

- 1) **水** JIS K 0557に規定するA3の水
- 2) **硫酸(25mmol/L)** 42.1a)2)による。
- 3) **硫酸(1+35)** JIS K 8951に規定する硫酸を用いて調製する。
- 4) **水酸化ナトリウム溶液(40g/L)** 21.a)3)による。
- 5) **水酸化ナトリウム溶液(300g/L)** JIS K 8576に規定する水酸化ナトリウム30gを水に溶かして100mlとする。使用時に調製する。
- 6) **デバルダ合金** JIS K 8653に規定するもので粉末のもの。
- 7) **ナトリウムフェノキシド溶液** 42.2a)3)による。
- 8) **次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素10g/L)** 42.2a)4)による。
- 9) **アンモニウムイオン標準液(1mg NH_4^+ /ml)** 42.2a)5)による。
- 10) **アンモニウムイオン標準液(10 μg NH_4^+ /ml)** 42.2a)6)による。

b) **器具及び装置** 器具及び装置は、次のとおりとする。

- 1) **ガラス器具類** 使用前に水でよく洗う。
- 2) **蒸留装置** 42.1b)1)による。使用前に水でよく洗う。
- 3) **光度計** 分光光度計又は光電光度計

c) **操作** 操作は、次のとおり行う。

- 1) 試料の適量(NO_3^- として0.14mg以上を含む。)をとり、試料が中性でない場合には、水酸化ナトリウム溶液(40g/L)又は硫酸(1+35)でpHを約7に調節する。
- 2) これを水で蒸留フラスコに洗い移し、水酸化ナトリウム溶液(300g/L)10mlと沸騰石(粒径2~3mm)数個を加え、水を加えて約350mlとし、42.1c)3)~5)の蒸留操作を行って(6)アンモニアを除去し、冷却器と逆流止めを取り外し、冷却器の内管と逆流止めの内外を水でよく洗う。
- 3) 蒸留フラスコ中の残留液を放冷する。

- 4) 受器に別のメスシリンダー(有栓形)200mlを用い、硫酸(25mmol/L)50mlを入れる。
- 5) 蒸留フラスコ中の残留液にデバルダ合金 3 gを手早く加え、水を加えて約350mlとした後、装置を組み立てる。
- 6) 42.1c)4)~6)の操作を行う⁽⁷⁾。
- 7) 6)で得た留出液の適量(NH_4^+ として5~100 μg を含む。)を全量フラスコ50mlに分取し、水を加えて約25mlとする。
- 8) 42.2c)2)~5)の操作を行って吸光度を測定する。
- 9) 空試験として水約100mlを蒸留フラスコにとり、水酸化ナトリウム溶液(300 g/L)10 mlを加えた後、4)~6)の操作を行う。
- 10) 9)で得た留出液について7)と同量を全量フラスコ50mlに分取し、8)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。
- 11) 42.2c)の検量線から、分取した留出液中のアンモニウムイオンの量(mg N H_4^+)を求める。
- 12) 別に、43.1によって試料中の亜硝酸イオンの濃度($\text{mg N O}_2^-/\text{L}$)を求める。
- 13) 次の式によって試料中の硝酸イオンの濃度($\text{mg N O}_3^-/\text{L}$)を算出する。

$$N = a \times 3.437 \times \frac{1000}{V_1} \times \frac{200}{V_2} - C \times 1.348$$

ここに、N：硝酸イオン($\text{mg N O}_3^-/\text{L}$)

a：11)で求めた留出液中のアンモニウムイオン(mg)

3.437：アンモニウムイオンを硝酸イオンの相当量に換算するときの係数
(62.00 / 18.04)

V_1 ：試料(ml)

V_2 ：7)で分取した留出液(ml)

C：12)で求めた試料中の亜硝酸イオン($\text{mg N O}_2^-/\text{L}$)

1.348：亜硝酸イオンを硝酸イオンの相当量に換算するときの係数
(62.00 / 46.01)

注⁽⁶⁾ この操作では、受器には硫酸(25mmol/L)に代え、水を入れておいてもよい。

⁽⁷⁾ 蒸留の始めに泡立ちが激しいときは加熱を弱め、約10分間経過して泡立ちが静まってから再び蒸留する。

備考5. c)2)の操作で留出したアンモニアには、試料中に存在したアンモニウムイオンのほか、有機窒素化合物の分解によって生じたものを含む場合があるから、この留出液を用いて試料中のアンモニウムイオンの定量を行ってはならない。

6. 硝酸体窒素で表示する場合には、次の換算式を用いる。

$$\text{硝酸体窒素}(\text{mg N O}_3^- - \text{N}/\text{L}) = \text{硝酸イオン}(\text{mg N O}_3^-/\text{L}) \times 0.2259$$

43.2.3 銅・カドミウムカラム還元-ナフチルエチレンジアミン吸光光度法 試料中の硝酸イオンを銅・カドミウムカラムによって還元して亜硝酸イオンとし、ナフチルエチレンジアミン吸光光度法によって定量し、硝酸イオンの濃度を求める。

定量範囲： N O_3^- 0.8~8 μg 、繰返し分析精度：変動係数で3~10%

a) **試薬** 試薬は、次のものを用いる。

1) **水** JIS K 0557に規定するA3の水

- 2) **塩酸 (1 + 11)** JIS K 8180に規定する塩酸を用いて調製する。
- 3) **塩化アンモニウム-アンモニア溶液** JIS K 8116に規定する塩化アンモニウム100 gを水約700mlに溶かした後、JIS K 8085に規定するアンモニア水50mlを加え、更に水を加えて1 Lとする。
- 4) **カラム活性化液** 水約700mlに水酸化ナトリウム溶液(80 g /L)70mlを加えたものにJIS K 8107に規定するエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物38 g及びJIS K 8983に規定する硫酸銅()五水和物12.5 gを溶かし、更に水酸化ナトリウム溶液(80 g /L)を滴加して溶液のpHを7とした後、水を加えて1 Lとする。
- 5) **銅・カドミウムカラム充てん剤** 粒状カドミウム(粒径0.5 ~ 2 mm)約40 gを三角フラスコ300mlにとり、塩酸(1 + 5)約50mlを加えて振り混ぜて、カドミウムの表面を洗浄し、洗液を捨て、水約100mlずつで5回洗浄する。次に、硝酸(1 + 39)約50 mlを加えて振り混ぜてカドミウムの表面を洗浄し、洗液を捨てる。この操作を2回行った後、水約100mlずつで5回洗浄する。次に、カラム活性化液200mlを加えて約24時間放置し、カドミウムの表面に銅の皮膜を形成させる。この銅-カドミウムカラム充てん剤は、このまま密栓して保存することができる。

なお、この方法で調整したものに代え、市販の銅-カドミウムカラム充てん剤を用いてもよい。

- 6) **カラム充てん剤** 塩化アンモニウム-アンモニア溶液を水で10倍に薄める。
 - 7) **4-アミノベンゼンスルホンアミド溶液** 43.1.1a)2)による。
 - 8) **二塩化N-1-ナフチルエチレンジアミン溶液** 43.1.1a)3)による。
 - 9) **硝酸イオン標準液(1 mg NO₃⁻ /ml)** JIS K 8548に規定する硝酸カリウムをあらかじめ105 ~ 110 °Cで約3時間加熱し、デシケーター中で放冷する。その1.63 gをとり、水に溶かして全量フラスコ1000mlに移し入れ、水を標線まで加える。0 ~ 10 °Cの暗所に保存する。又はJIS K 0031に規定する硝酸イオン標準液の1000を用いる。
 - 10) **硝酸イオン標準液(10 µg NO₃⁻ /ml)** 硝酸イオン標準液(1 mg NO₃⁻ /ml)10mlを全量フラスコ1000mlにとり、水を標線まで加える。使用時に調製する。
- b) **器具及び装置** 器具及び装置は、次のとおりとする。

- 1) **銅・カドミウムカラム** 図43.1(A)に示すようなガラス管の底部にJIS K 8251に規定するガラスウールを詰め、カラム充てん液を満たした後、銅・カドミウムカラム充てん剤を空気に触れないように流し入れる。上部にガラスウールを詰め、円筒形滴下漏斗を取り付ける。次に、円筒形滴下漏斗から、カラム充てん液100ml、硝酸イオン標準液(1 mg NO₃⁻ /ml)をカラム充てん液で100倍に薄めた溶液200ml、更にカラム充てん液100mlの順で、流量約10ml/minで流下させる。このとき、カラム内の溶液の液面は、充てん剤よりわずかに上部になるようにする。

なお、銅・カドミウムカラムを使用しないときは、銅・カドミウムカラム充てん剤が空気に触れないように、上部までカラム充てん液を入れておく。銅・カドミウムカラムは使用に伴って劣化し、硝酸イオンの亜硝酸イオンへの還元率が低下するので、必要に応じ、カラム活性化液を用いて再生する。再生には銅・カドミウムカラムにカラム活性化液を満たし、2 ~ 3時間放置した後、カラム充てん液で洗浄する⁸⁾。

2) **光度計** 分光光度計又は光電光度計

注(⁸) 試料について15～20回使用するごとにカラム活性化液約20mlを銅・カドミウムカラムに流し、次に、カラム充てん液約100mlで洗浄すれば、硝酸イオンの還元率の低下を防ぐことができる。

図43.1 銅・カドミウムカラムの一例 (略)

c) **操作** 操作は、次のとおり行う。

- 1) 試料をろ紙5種C(又はろ紙6種)でろ過し、初めのろ液約50mlは捨てる(⁹)(¹⁰)。その後のろ液の適量(NO_3^- として $8\mu\text{g}$ 以上、 NO_2^- 及び NO_3^- の含量が NO_3^- として $80\mu\text{g}$ 以下を含む。)を全量フラスコ100mlにとる。
- 2) これに塩化アンモニウム-アンモニア溶液10mlを加え、更に水を標線まで加えて還元用溶液とする。
- 3) 上部の円筒形滴下漏斗に還元用溶液を入れ、銅・カドミウムカラム内の液面を銅・カドミウムカラム充てん剤よりわずかに上部に保ちながら約 $10\text{ml}/\text{min}$ で流下させ、流出液約30mlを捨てる。還元用溶液を追加し、同様に流下させ、その後の30mlをメスシリンダー50mlに集める。
- 4) この流出液から10mlを共栓試験管にとり、43.1.1c)2)及び3)の操作を行う。
- 5) 空試験として水を全量フラスコ100mlにとり、2)～4)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。
- 6) 検量線から4)での流出液10ml中の硝酸イオンの量を求め、試料中の硝酸イオンの濃

度[亜硝酸イオン及び硝酸イオンの含量の濃度(硝酸イオン換算量)]($\text{mg NO}_3^-/\text{L}$)を算出する。

7) 別に、43.1.1によって試料中の亜硝酸イオンの濃度($\text{mg NO}_2^-/\text{L}$)を求める。

8) 次の式によって試料中の硝酸イオン濃度($\text{mg NO}_3^-/\text{L}$)を算出する。

$$N = a - b \times 1.348$$

ここに、N：硝酸イオン($\text{mg NO}_3^-/\text{L}$)

a：6)で算出した試料中の亜硝酸イオン及び硝酸イオンの含量($\text{mg NO}_3^-/\text{L}$)

b：7)で求めた試料中の亜硝酸イオン($\text{mg NO}_2^-/\text{L}$)

1.348：亜硝酸イオンを硝酸イオンの相当量に換算するときの係数($62.00/46.01$)

検量線 硝酸イオン標準液($10\mu\text{g NO}_3^-/\text{ml}$)0.8～8mlを全量フラスコ100mlに段階的にとり、2)～5)の操作を行って硝酸イオン(NO_3^-)の量と吸光度との関係線を作成する。

注⁽⁹⁾ 注⁽²⁾による。ただし、凝集沈殿処理しても色が残る場合には、この方法を適用することはできない。このような場合には、43.2.1又は43.2.2によって定量する。

(¹⁰) 酸化性物質及び還元性物質は妨害するので、あらかじめ除去する。残留塩素などの酸化性物質が共存する場合には、当量の亜硫酸ナトリウム溶液(6.3g/L)又は亜ひ酸ナトリウム溶液[JIS K 8044に規定する三酸化二ひ素0.5gを水酸化ナトリウム溶液(40g/L)5mlに溶かした後、塩酸(1+11)6mlを加え水で100mlとする。]を加えた後、試験する。

また、亜硫酸イオンなどの還元性物質が共存する場合には、弱アルカリ性にして当量の過酸化水素(1+100)を加えた後、試験する。

43.2.5 **イオンクロマトグラフ法** 試料中の硝酸イオンをイオンクロマトグラフ法で定量する。この方法を適用する場合には、3.3の保存処理を行わず、試料採取後直ちに試験する。

定量範囲： NO_3^- 0.5～40mg/L(¹⁶)、繰返し分析精度：変動係数で2～10%(装置、測定条件によって異なる。)

注⁽¹⁶⁾ サプレッサと組み合わせる方式の場合には、0.1～40mg NO_3^-/L

a) **試薬** 試薬は、次のものを用いる。

1) **水** JIS K 0557に規定するA 2又はA 3の水

2) **溶離液** 35.3a)2)による。

3) **再生液** 35.3a)3)による。

4) **硝酸イオン標準液(5mg NO_3^-/ml)** JIS K 8548に規定する硝酸カリウムをあらかじめ 105 ± 2 で約2時間加熱し、デシケーター中で放冷する。その0.815gをとり、少量の水に溶かして全量フラスコ100mlに移し入れ、水を標線まで加える。0～10の暗所に保存する。

5) **硝酸イオン標準液(0.5mg NO_3^-/ml)** 硝酸イオン標準液(5mg NO_3^-/ml)10mlを全量フラスコ100mlにとり、水を標線まで加える。使用時に調製する。

6) **陰イオン混合標準液[(0.1mg Cl^- 、0.5mg NO_2^- 、0.5mg Br^- 、0.5mg NO^- 、1mg**

SO_4^{2-})/ml] 35.3a)6)による。

- b) **器具及び装置** 器具及び装置は、35.3b)による。ただし、検出器は、紫外吸光検出器を用いてもよい。
- c) **準備操作** 準備操作は、35.3c)による。
- d) **操作** 操作は、次のとおり行う。

- 1) 35.3d)1)及び2)の操作を行う。
- 2) クロマトグラム上の硝酸イオンに相当するピークについて、指示値⁽¹⁷⁾を読み取る。
- 3) 試料を薄めた場合には、空試験として試料と同量の水について、1)及び2)の操作を行って試料について得た指示値⁽¹⁷⁾を補正する。
- 4) 検量線から硝酸イオンの濃度を求め、試料中の硝酸イオンの濃度(mg NO_3^- /L)を算出する。

検量線 硝酸イオン標準液(0.5mg NO_3^- /ml)⁽¹⁸⁾ 0.1～8 mlを段階的に全量フラスコ100mlとり、水を標線まで加え、1)及び2)の操作を行ってそれぞれの硝酸イオンに相当する指示値⁽¹⁷⁾を読み取る。別に、空試験として水について1)及び2)の操作を行ってそれぞれの硝酸イオンに相当する指示値を補正した後、硝酸イオン(NO_3^-)の量と指示値との関係線を作成する。検量線の作成は、試料の測定時に行う。

注⁽¹⁷⁾ ピーク高さ又はピーク面積

⁽¹⁸⁾ 硝酸イオン以外の陰イオンを同時に試験する場合には、陰イオン混合標準液[(0.1mg Cl^- 、0.5mg NO_2^- 、0.5mg Br^- 、0.5mg NO_3^- 、1 mg SO_4^{2-})/ml]を用いる。

備考9. 硝酸イオンの濃度が1 mg/Lのとき臭化物イオンは200mg/L以下及び硫酸イオン500mg/L以下ならば妨害しない。

10. 35.の備考7.による。

(別紙 2)

47. **ほう素 (B)** ほう素の定量には、メチレンブルー吸光光度法、アゾメチンH吸光光度法又はICP発光分光分析法を適用する。

47.1 **メチレンブルー吸光光度法** ほう素化合物に硫酸とふっ化水素酸を加えてテトラフルオロほう酸イオンとした後、メチレンブルー[3,7-ビス(ジメチルアミノ)フェノチアジン-5-イウムクロリド]を加え、生成するイオン会合体を1,2-ジクロロエタンで抽出し、その吸光度を測定してほう素を定量する。

定量範囲：B 0.1～1 µg、繰返し分析精度：変動係数で3～10%

a) **試薬** 試薬は、次のものを用い、ポリエチレン瓶に保存する。

- 1) **水** JIS K 0557に規定するA3の水(ただし、石英ガラス又は金属製の蒸留器を用いて調製したもの。)
- 2) **硫酸 (3 + 97)** JIS K 8951に規定する硫酸を用いて調製する。
- 3) **ふっ化水素酸 (1 + 9)** JIS K 8819に規定するふっ化水素酸を用いて調製する。
- 4) **硫酸銀溶液 (0.3 g/L)** JIS K 8965に規定する硫酸銀0.15 gを水に溶かして 500ml とする。
- 5) **メチレンブルー溶液 (0.4 g/L)** JIS K 8897に規定するメチレンブルー(通常は三水和物)0.48 gを水に溶かして100mlとする。この溶液10mlを全量フラスコ100mlにとり、水を標線まで加える。
- 6) **1,2-ジクロロエタン** JIS K 8465に規定するもの
- 7) **ほう素標準液 (0.1mg B/ml)** JIS K 8863に規定するほう酸0.572 gをとり、水に溶かし、全量フラスコ1000mlに移し入れ、水を標線まで加える。
- 8) **ほう素標準液 (1 µg B/ml)** ほう素標準液 (0.1mg B/ml) 10mlを全量フラスコ1000mlにとり、水を標線まで加える。
- 9) **ほう素標準液 (0.1 µg B/ml)** ほう素標準液 (1 µg B/ml) 20mlを全量フラスコ200mlにとり、水を標線まで加える。使用時に調製する。

b) **器具及び装置** 器具及び装置は、次のとおりとする。

- 1) **ガラス器具** 石英ガラス又はソーダ石灰ガラス製のもの
- 2) **分液漏斗** ポリエチレン製50ml
- 3) **光度計** 分光光度計又は光電光度計

c) **操作** 操作は、次のとおり行う。

- 1) 試料⁽¹⁾⁽²⁾の適量(Bとして0.1～1 µgを含む。)を分液漏斗にとり、水で15mlとし、硫酸(3 + 97) 3 ml、メチレンブルー溶液(0.4 g/L) 3 ml及び1,2-ジクロロエタン10 mlを加えて約1分間振り混ぜ、放置する⁽³⁾⁽⁴⁾。
- 2) 1,2-ジクロロエタン層を捨て⁽⁵⁾、水層にふっ化水素酸(1 + 9) 3 mlを加えて約1時間放置する。
- 3) 1,2-ジクロロエタン10mlを加え、約1分間激しく振り混ぜて、放置する。
- 4) 1,2-ジクロロエタン層を別の分液漏斗に移し、硫酸銀溶液(0.3 g/L) 5 mlを加えて約1分間振り混ぜ、1,2-ジクロロエタン層を洗い、放置する。

- 5) 1,2-ジクロロエタン層の一部を吸収セルに入れ、1,2-ジクロロエタンを対照液として波長660nm付近の吸光度を測定する。
- 6) 空試験として水15mlをとり、1)～5)の操作を行って試料について得た吸光度を補正する。
- 7) 検量線からほう素の量を求め、試料中のほう素の濃度(mg B /L)を算出する。
 検量線 ほう素標準液(0.1 μ g B /ml) 1～10mlを分液漏斗50mlに段階的にとり、1)～6)の操作を行い、ほう素(B)の量と吸光度との関係線を作成する。

注⁽¹⁾ 有機物が多量に共存する場合には、試料の一定量を白金皿にとり、JIS K 8625に規定する炭酸ナトリウム0.1gを加えて蒸発乾固した後、融解する。放冷後、水を加え、加熱して融成物を溶かし、硫酸(3+97)を加えて中和した後、液量を一定とする。

この溶液の適量(Bとして0.1～1 μ gを含む。)を分液漏斗にとり、水を加えて15mlとし、硫酸(3+97)3mlとふっ化水素酸(1+9)3mlとを加えて振り混ぜ、約1時間放置する。次に、メチレンブルー溶液(0.4g/L)3mlを加えて振り混ぜた後、1,2-ジクロロエタン10mlを加えて約1分間激しく振り混ぜ、ほう素のイオン会合体を抽出する。以下、4)以降の操作を行う。

⁽²⁾ 試料が中性でない場合には、硫酸(3+97)又は水酸化ナトリウム溶液(40g/L)で中和する。

⁽³⁾ ふっ化物イオンが共存する場合は1)の操作を行うと、ほう素が抽出され失われるから、注⁽¹⁾の操作を行う。

⁽⁴⁾ 1,2-ジクロロエタン層と水層とが分かれるには、かなりの時間を要する。

⁽⁵⁾ この抽出で、試料中の陰イオン界面活性剤などが除かれる。

備考1. クロム酸イオンは妨害するが、過酸化水素(1+100)数滴を加えた後、煮沸して過剰の過酸化水素を分解すれば妨害しない。

2. 分液漏斗及び吸収セルなどにメチレンブルーが付着したときは、エタノールで洗う。

47.3 ICP発光分光分析法 試料を誘導結合プラズマ中に噴霧し、ほう素による発光を波長249.773nmで測定してほう素を定量する。

定量範囲：B 20～8000 μ g/L、繰返し分析精度：変動係数で2～10%(装置、測定条件によって異なる。)

a) **試薬** 試薬は、次のものを用い、ポリエチレン瓶に保存する。

1) **水** 47.1a)1)による。

2) **ほう素標準液(20 μ g B/ml)** 47.1a)7)のほう素標準液(0.1mg B/ml)50mlを全量フラスコ250mlにとり、水を標線まで加える。使用時に調製する。

b) **器具及び装置** 器具及び装置は、次のとおりとする。

1) **ガラス器具** 47.1b)1)による。

2) **ICP発光分光分析装置**

c) **操作** 操作は、次のとおり行う。

1) 試料⁽⁶⁾をJIS K 0116の5.8(ICP発光分光分析の定量分析)に従って、試料導入部を通してプラズマ中に噴霧し、波長249.773nmの発光強度を測定する⁽⁸⁾⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾。

- 2) 空試験として水について1)の操作を行って試料について得た発光強度を補正する。
- 3) 検量線からほう素の量を求め、試料中のほう素の濃度($\mu\text{g B/L}$)を算出する。

検量線 ほう素標準液($20\mu\text{g B/ml}$) $0.1\sim 40\text{ml}$ を全量フラスコ 100ml に段階的にとり水を標線まで加える。この溶液について、1)の操作を行う。別に、空試験として水について1)の操作を行って標準液について得た発光強度を補正し、ほう素(B)の量と発光強度との関係線を作成する。検量線の作成は試料測定時に行う。

注⁽⁸⁾ 波長の異なる2本以上のスペクトル線の同時測定が可能な装置では内標準法によることができる。内標準法を用いるときは、試料の適量を全量フラスコ 100ml にとり、イットリウム溶液($50\mu\text{g Y/ml}$) [酸化イットリウム() 0.318g をとり、JIS K 9901に規定する高純度試薬-硝酸 5ml を加え加熱して溶かし、窒素酸化物を追い出し、冷却後、全量フラスコ 250ml に移し入れ、水を標線まで加える。この溶液 10ml を全量フラスコ 200ml にとり、水を標線まで加える。] 10ml を加えた後、水を標線まで加える。この溶液についてc) 1)の噴霧操作を行って波長 249.773nm と同時に 371.029nm (イットリウム)の発光強度を測定し、ほう素とイットリウムとの発光強度の比を求める。

別に、ほう素標準液($20\mu\text{g B/ml}$) $0.1\sim 40\text{ml}$ を全量フラスコ 100ml に段階的にとり、イットリウム溶液($50\mu\text{g Y/ml}$) 10ml をそれぞれ加え、水を標線まで加える。この溶液についてc) 1)の噴霧操作を行って波長 249.773nm と同時に 371.029nm の発光強度を測定し、ほう素の濃度に対するほう素とイットリウムとの発光強度比の関係線を作成し、検量線とする。この検量線から、試料について得た発光強度比に相当するほう素の量を求め、試料中のほう素の濃度($\mu\text{g B/L}$)を算出する。

- (⁹) 塩類の濃度が高い試料で、検量線法が適用できない場合には、JIS K 0116の5.8.3(2)に規定する標準添加法を用いるとよい。ただし、この場合は試料の種類によらずバックグラウンド補正を行う必要がある。
- (¹⁰) 高次のスペクトル線が使用可能な装置では、高次のスペクトル線を用いて測定してもよい。

また、精度、正確さを確認してあれば、他の波長を用いてもよい。

備考5. ほう素を含む溶液をプラズマ中に噴霧した場合には、メモリー効果が他の元素の場合より大きいため、次の溶液を噴霧する前に、水を十分な時間噴霧して前の試料の影響を除去する。

付表 6

ほう素の測定方法

1 試薬(注1)

- ほう素標準原液 (200 μ g B / κ)
日本工業規格 K 8863に定めるほう酸0.572 g を水に溶かし50 κ としたもの
- ほう素標準液 (2 μ g B / κ)
ほう素標準原液 1 κ を全量フラスコ100 κ にとり、水を標線まで加えたもの(使用時に調製する。)

(注1) 全ての試薬は、ポリエチレン瓶に保存する。また、使用する水は石英ガラス又は金属製の蒸留器を用いて調製し、試薬の調製、試験操作及び検量線の作成には、この水を用いる。

2 器具及び装置(注2)

ICP質量分析装置

(注2) ガラス器具は石英ガラス又は軟質ガラス製のものを用いる。

3 試験操作

- 試料を ICP質量分析装置に導入し、ほう素(11)の測定質量数のイオンカウント値を測定する(注3)(注4)(注5)。
- 空試験として試料と同量の水をとり、試料と同様に ▪ の操作を行って得たイオンカウント値を補正する。
- 検量線から分析対象物質の量を求め、試料中の分析対象物質の濃度を算出する。

(注3) 懸濁物質を含む場合には、ろ過又は遠心分離によって除去する。

(注4) 内標準法を用いる場合には、試料の適量を全量フラスコ100 κ にとり、市販の原子吸光分析用1,000mg / \bullet 標準溶液を希釈して得られた1 μ g/ κ 標準溶液(イットリウム又はインジウム)を1~10 κ の一定量を加えた後、水を標線まで加える。この溶液について、3の ▪ の操作を行って、分析対象物質の質量数におけるイオンカウント値と内標準元素[イットリウム(89)又はインジウム(115)]の質量数におけるイオンカウント値との比を求める。

別に、ほう素標準液を全量フラスコ100 κ に段階的にとり、内標準溶液(1 μ g / κ)1~10 κ の一定量をそれぞれ加えた後、水を標線まで加える。この溶液について3の ▪ の操作を行って、分析対象物質の質量数におけるイオンカウント値と内標準元素[イットリウム(89)又はインジウム(115)]の質量数におけるイオンカウント値との比を求め、分析対象物質の量との関係線を作成する。検量線の作成は試料測定時に行う。

(注5) 塩濃度が高い試料は水を用いて希釈して測定する。

4 検量線の作成

ほう素標準液を全量フラスコ100 κ に段階的にとり、水を標線まで加える。この溶液について、3の ▪ の操作を行って標準液について得たイオンカウント値を測定し、分析対象物質の量とイオンカウント値の関係線を作成する。検量線の作成は試料測定時に行う。

備考

この測定方法における用語の定義その他でこの測定方法に定めのない事項については、日本工業規格に定めるところによる。

(別紙3)

34. **ふっ素化合物** ふっ素化合物は、ふっ化物イオン、金属ふっ化物などを総称し、ふっ化物イオンとして表す。ふっ化物イオンの定量には、ランタン-アリザリンコンプレキソン吸光光度法又はイオン電極法を適用する。

34.1 **ランタン-アリザリンコンプレキソン吸光光度法** ランタン()とアリザリンコンプレキソンとの錯体がふっ化物イオンと反応して生じる青い色の複合錯体の吸光度を測定して、ふっ化物イオンを定量する。

定量範囲： F^- 4 ~ 50 μ g、繰返し分析精度：変動係数で3 ~ 10%

備考1. この方法は、陰イオンの影響は少ないが、陽イオンの影響が多く、特にアルミニウム、カドミウム、コバルト、鉄、ニッケル、ベリリウム、鉛などが妨害するので、あらかじめ蒸留してふっ化物イオンを分離する。

a) **試薬** 試薬は、次のものを用いる。

- 1) **過塩素酸** JIS K 8223に規定するものを、加熱して白煙を発生させた後、放冷したものの。
- 2) **りん酸** JIS K 9005に規定するもの。
- 3) **水酸化ナトリウム溶液(100 g/L)** 28.2.1a)3)による。
- 4) **二酸化けい素** JIS K 8885に規定する二酸化けい素で粒径100 ~ 150 μ mのもの⁽¹⁾。
- 5) **フェノールフタレイン溶液(5 g/L)** 15.の備考2.による。
- 6) **ランタン-アリザリンコンプレキソン溶液⁽²⁾** アリザリンコンプレキソン(1,2-ジヒドロキシアントラキノン-3-イルメチルアミン-N,N-二酢酸二水和物)0.192 gをアンモニア水(1 + 10) 4 mlと酢酸アンモニウム溶液(200 g/L) 4 mlに溶かし、これを酢酸ナトリウム溶液(JIS K 8371に規定する酢酸ナトリウム三水和物41 gを水400 mlに溶かし、JIS K 8355に規定する酢酸24 mlを加えたもの。)中にかき混ぜながら加える。この溶液をかき混ぜながらJIS K 8034に規定するアセトン400 mlを徐々に加え、更にランタン溶液[酸化ランタン()0.163 gを塩酸(1 + 5)10 mlに加え、加熱して溶かしたもの。]を加えてかき混ぜる。放冷後、酢酸又はJIS K 8085に規定するアンモニア水でpH計を用いてpHを約4.7に調節した後、水を加えて1 Lとする。
- 7) **ふっ化物イオン標準液(0.1 mg F^- /ml)** JIS K 8005に規定する容量分析用標準物質のふっ化ナトリウムを白金皿にとり、500 で約1時間加熱し、デシケーター中で放冷する。NaF 100%に対してその0.221 gをとり、少量の水に溶かし、全量フラスコ1000 mlに移し入れ、水を標線まで加える。ポリエチレン瓶に入れて保存する。又はJIS K 0030に規定するふっ化物イオン標準液の F^- 100を用いる。
- 8) **ふっ化物イオン標準液(2 μ g F^- /ml)** ふっ化物イオン標準液(0.1 mg F^- /ml)10 mlを全量フラスコ500 mlにとり、水を標線まで加える。

注⁽¹⁾ 結晶質のものを用いる。品質が分からない場合には、白金るつぼ中で1150以上で約1時間加熱し、デシケーター中で放冷したものを用いる。この場合ふっ化物イオン標準液(2 μ g F^- /ml)10 mlをとり、c)2) ~ 5)及び1) ~ 5)

を行って回収率を確認する。

(²) 市販品を用いてもよい。

参考 市販のアルフッソンを用いる場合は、その2.5 gを水に溶かして50mlとする。
使用時に調製する。

b) **器具及び装置** 器具及び装置は、次のとおりとする。

- 1) **蒸留装置** 図34.1に一例を示す。
- 2) **光度計** 分光光度計又は光電光度計

c) **蒸留操作** 蒸留操作は、次のとおり行う。

- 1) 試料の適量(³)(Fとして30µg以上を含む。)を磁器蒸発皿又はビーカーにとり、フェノールフタレイン溶液(5 g/L)2,3滴を加え、水酸化ナトリウム溶液(100 g/L)を滴下して微アルカリ性とした後、加熱して約30mlに濃縮する。
- 2) 図34.1の蒸留フラスコ中に水約10mlで洗い移す。次に、二酸化けい素約1 g、りん酸1 ml及び過塩素酸40ml[又はJIS K 8951に規定する硫酸(⁴)30ml]を加える(⁵)。受器の全量フラスコ250mlには水20ml(⁶)を加え、逆流止めの先端は水面下に保つ。
- 3) 蒸留フラスコを直接加熱(⁷)し、蒸留フラスコ内の液温が約140 に達してから、水蒸気を通す。
- 4) 蒸留温度を145±5、留出速度を3～5 ml/minに調節し、受器の液量が約220mlになるまで蒸留を続ける。
- 5) 冷却器と逆流止めを取り外し、冷却器の内管及び逆流止めの内外を少量の水で洗い、洗液も受器に加え、更に水を標線まで加える。

注(³) 溶存のふっ化物イオンを試験するときは、試料をろ紙5種Cでろ過し、初めのろ液約50mlを捨て、その後のろ液を用いる。

(⁴) JIS K 8951に規定する硫酸をビーカーに入れ、加熱して盛んに白煙を発生させた後、放冷したもの。

(⁵) 蒸留フラスコには、沸騰石(粒径2～3 mm)約10個を入れる。

(⁶) 試料中にふっ化物イオン以外のハロゲン化物が多量に含まれる場合には、水酸化ナトリウム溶液(40 g/L)数滴とフェノールフタレイン溶液(5 g/L)数滴を加えておく。受器中の溶液は蒸留が終わるまで微紅色を保つように、必要に応じて水酸化ナトリウム溶液(40 g/L)を滴加する。

なお、この場合は蒸留が終わった後、留出液に硫酸(1+35)を微紅色が消えるまで滴加し、以下、5)の操作を行う。

(⁷) 蒸留フラスコ中の液面まで加熱できるようにフレイムを調節する。油浴、グリセリン浴などを用いてもよい。

備考2. 蒸留フラスコに代えて二重管形の蒸留フラスコを用いてもよい。この場合、その外筒にJIS K 9520に規定する1,1,2,2-テトラクロロエタン(沸点:146.3)を入れ、外筒を直接加熱して1,1,2,2-テトラクロロエタンが沸騰し始めてから水蒸気を通す。1,1,2,2-テトラクロロエタンを長時間使用すると分解して着色するとともに沸点が降下する。この場合は蒸留して146の留分を集める。

なお、使用後の1,1,2,2-テトラクロロエタンを処分するときは環境汚染

を生じないように注意する。

図34.1 蒸留装置の一例 (略)

d) **操作** 操作は、次のとおり行う。

- 1) c)の蒸留操作で得た留出液から30ml以下の適量(F^- として4~50 μ g以上を含む。)を全量フラスコ50mlにとる。
- 2) ランタン-アリザリンコンプレキソン溶液(⁸)20mlを加え、更に水を標線まで加えて振り混ぜ、約1時間放置する。
- 3) 別に、水30mlを全量フラスコ50mlにとり、2)の操作を行う。
- 4) 試料について2)で得た溶液の一部を吸収セルに移し、3)の溶液を対照液として波長620nm付近の吸光度を測定する。

- 5) 検量線からふっ化物イオンの量を求め、試料中のふっ化物イオンの濃度 ($\text{mg F}^-/\text{L}$) を算出する。

検量線 ふっ化物イオン標準液 ($2 \mu\text{g F}^-/\text{ml}$) 2 ~ 25ml を全量フラスコ50ml に段階的にとり、2) ~ 4) の操作を行って吸光度を測定し、ふっ化物イオン (F^-) の量と吸光度との関係線を作成する。

注⁽⁸⁾ 34.1a) の参考で調製したアルフッソン溶液を用いる場合には、その 5 ml と JIS K 8034 に規定するアセトン 10ml を試料溶液に加えた後、水を標線まで加える。

付表 7

全ふっ素の測定方法

1 試薬

- 水
日本工業規格 K 0557 に規定する A 3 の水
- 溶離液
溶離液は装置の種類及び分離カラムに充てんした陰イオン交換体の種類によって異なるので、分離の状態を確認する。分離状態が良くない場合には、溶離液の種類及び濃度を変えて検討し、良好ならその溶離液を用いる。
- 除去液
除去液は装置の種類及び溶離液によって、異なるのであらかじめ分離カラムと組合せて性能を確認する。除去液の性能が良くない場合には、除去液の種類及び濃度を変えて検討し、良好ならその除去液を用いる。
- ふっ素イオン標準液 (100mg F⁻ / ・)
日本工業規格 K 8005 に規定する容量分析用標準物質のフッ化ナトリウムを白金皿にとり、500 ℃ で約 1 時間加熱しデシケーター中で放冷した後、フッ化ナトリウム 100% に対して、その 0.221 g をとり、少量の水に溶かし、全量フラスコ 100cc に移し入れ、水を標線まで加えたもの (ポリエチレン瓶に入れて保存する。)
- ふっ素イオン標準液 (5 mg F⁻ / ・)
ふっ素イオン標準液 (100mg F⁻ / ・) 5cc を全量フラスコ 100cc にとり、水を標線まで加えたもの
- ふっ素イオン標準液 (0.5mg F⁻ / ・)
ふっ素イオン標準液 (100mg F⁻ / ・) 5cc を全量フラスコ 100cc にとり、水を標線まで加えたもの

2 器具及び装置

- シリンジ
容量 1 ~ 10cc のもの
- イオンクロマトグラフ
次に掲げる条件を満たすもので、0.1mg / ・ のふっ素イオンを検出できるもの (分離カラムと除去カラム (注 1) を組合せた方式のものと分離カラム単独の方式のものがある。)
 - ア 分離カラム
ステンレス鋼製又は合成樹脂製のものに、強塩基性陰イオン交換体を充てんしたもの
 - イ 検出器
電気伝導度検出器

(注 1) 溶離液中の陽イオンを水素イオンに変換するためのもので、溶離液中の陽イオン濃度に対して十分なイオン交換容量を持った陽イオン交換膜又は同様な性能を持った陽イオン交換体を充てんしたもの。除去液と組合せて用いる。

3 試験操作

- 準備操作
 - ア 試料を孔径 0.45µm のろ過材又はろ紙 5 種 C (又はろ紙 6 種) でろ過する。
 - イ 試料の電気伝導率が 10mS / m (100µS / cm) (25 ℃) 以上の場合には、電気伝導

率が10mS / m以下になるように、水で一定の割合に薄める。

▪ 操作

ア イオンクロマトグラフを作動できる状態にし、分離カラムに溶離液を一定の液量（例えば毎分1～2 μ ）で流しておく。除去カラムを必要とする装置では除去液を一定の流量で流しておく。

イ ▪の操作を行った試料の一定量（例えば50～200 μ の一定量）をシリンジを用いてイオンクロマトグラフの分離カラムに注入し、一定の流量（例えば毎分1～2 μ ）の溶離液で溶離し、クロマトグラムを記録する。

ウ クロマトグラム上のふっ素イオンの保持時間に相当するピークについて、指示値を読み取る。

エ 試料を薄めた場合には、イの空試験として試料と同量の水をシリンジでとり、イの操作を行って試料について得た結果を補正する。

オ あらかじめ4により作成した検量線を用いて試料中のふっ素イオンの量を求め、試料中の濃度を求める。

4 検量線の作成

ふっ素イオン標準液（0.5mg F⁻ / μ ）を段階的に全量フラスコ100 μ にとり、水を標線まで加える。この溶液について3の▪のアからウの操作を行ってそれぞれのふっ素イオンに相当する指示値を読み取る。別に、空試験として水について3の▪のアからウの操作を行ってそれぞれのふっ素イオンに相当する指示値を補正した後、ふっ素イオンの量と指示値との関係線を作成する。検量線の作成は、試料測定時に行う。

備考

この測定方法における用語の定義その他でこの測定方法に定めのない事項については、日本工業規格に定めるところによる。

