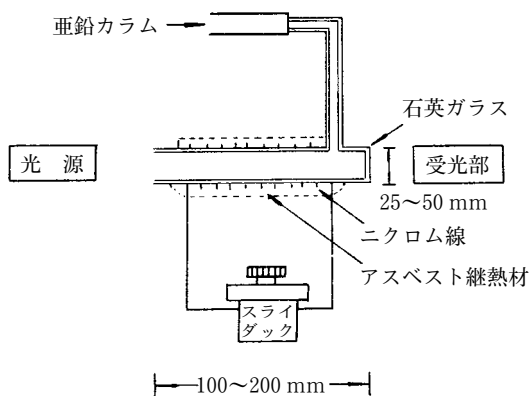


- A : 注射器 (ツベルクリン用又はガスクロ用 2 ml)
 B : 注射針
 C : ガスクロ用シリコンゴム栓
 D : キャップ (すり合わせ)
 E : 砂状亜鉛 (無ヒ素亜鉛, 16—32メッシュ)
 F : カラム
 G : グラスウール
 H : 液溜め
 I : CaCl₂ (乾燥用)
 J : キャップ (すり合わせ)
 K : ガス出口
 L : N₂ 又は Ar 入口

第7-7図 亜鉛カラム



第7-8図 吸収セル

32メッシュに篩別したもの) 約100gを密に充てんする。

② 注射器：ツベルクリン用注射器またはガスクロマトグラフ用注射器で内容2mlのものに、注射針を付けて使用する。なお、注射針はガスクロマトグラフ用の側孔を有するものは使用できない。

③ 石英製吸収セル：吸収セルの一例を第7-8図に示す。吸収セルの直径は、原子吸光装置の光路に応じて適宜設定する。また、吸収セルの長さも原子吸光装置のアトマイザー部の空間の大きさに応じて設定するが、通常100~200mmぐらいが適当である。

注：窒素またはアルゴン流量が、感度および空試験値に影響を与えるので、あらかじめ標準溶液および空試験溶液の吸光度と流量の関係求めて、至適流量を決定する。

【装置の連結】

フレイムレス方式およびフレイム方式による装置の連結は、それぞれ第7-9図および第7-10図のようにする。

装置各部の条件を次のように設定する。

フレイムレス方式

N₂ または Ar 流量：0.5~3 l/min

測定波長：193.7 または 197.2 nm

吸収セル温度：約700°C (一連の測定の間、温度が変動しないように留意する)

フレイム方式

N₂ または Ar 総流量：8~12 l/min

カラムを通過する N₂ または Ar 流量：2~8 l/min

H₂ 流量：1~2 l/min

測定波長：193.7 または 197.2 nm

【試験操作】

試験溶液および空試験溶液の調製

ジエチルジチオカルバミン酸銀法と同様に操作して調製する。

【定 量】

① 試験溶液 V ml (25 ml 以下とする) および空試験溶液 V ml づつをそれぞれビーカーにとり、25%クエン酸二アンモニウム溶液 5 ml およびメチルオレンジ試液数滴を加えたのち、液の色が赤色から黄色に変色するまで、強アンモニア水または10%アンモニア水を滴加する。これを容量50 ml のメスフラスコに移し、ビーカーは約5 ml の水で洗い、洗液をメスフラスコに入れ、次に塩酸10 ml、ヨウ化カリウム溶液5 ml および塩化第一スズ溶液1 ml を加え、水を加えて正確に50 ml とする。この溶液を約20分間放置した後、その a ml (通常1 ml) づつを注射筒を用いて、第7-7図の注入口から一定速度で亜鉛カラム内に注入して、原子吸光度法を行い、吸光度を測定してそれぞれ A および Ab とする。

② ヒ素標準溶液および水 v ml (通常5~10 ml) づつを容量50 ml のメスフラスコにとり、次に、塩酸10 ml、ヨウ化カリウム溶液5 ml および塩化第一スズ溶液1 ml を加え、水を加えて正確に50 ml とする。

以下①と同様に操作して吸光度を測定し、それぞれ A_s および A_o とする。

〔計 算 式〕

$$As(\text{mg/l}) = 1 \times v \times \frac{A - Ab}{As - Ao} \times \frac{\text{試験溶液の全量}(ml)}{V} \times \frac{1}{\text{試料採取量}(ml)}$$

v : 採取した標準溶液の量 (ml)

V : 定量操作に供した試験溶液の量 (ml)

試験溶液の全量 : 試料から操作して調製した試験溶液の全量 (ml)

試料採取量 : 試験溶液の調製のつめに採取した試料の量 (ml)

A : 試験溶液からの吸光度

Ab : 空試験溶液からの吸光度

As : 標準溶液からの吸光度

A_o : 水からの吸光度

7-30 二酸化炭素、炭酸水素イオンおよび炭酸イオンの定量

(1) 総二酸化炭素の重量法による定量

〔現地試験〕

〔原 理〕

現地で、試料中の二酸化炭素、炭酸水素イオンおよび炭酸イオンを、生石灰または水酸化ナトリウム溶液にすべて炭酸塩として固定して、試料を試験室にもち帰り、塩酸を加えて、二酸化炭素を発生させこれを粒状ソーダ石灰に吸収し、秤量して総二酸化炭素を定量する。

〔試 薬〕

① 水酸化ナトリウム溶液 : 5%水酸化ナトリウム

溶液に少量づつ塩化バリウム溶液を加え、炭酸イオンを炭酸バリウムとして沈降させ、その上澄液を空气中的二酸化炭素を吸収しないように注意して使用する。

② 生石灰 : 使用直前に電気炉で焼いてから用いる。

③ フェノールフタレイン試液

〔器具および装置〕

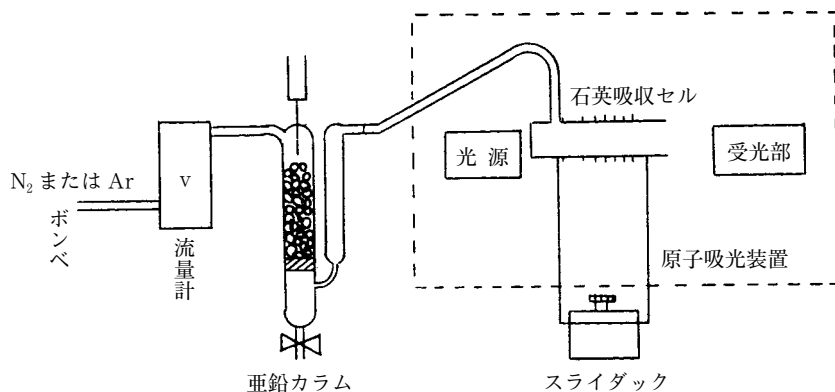
炭酸固定用採取フラスコ : 現地における試験操作の項を参照

〔試験操作〕

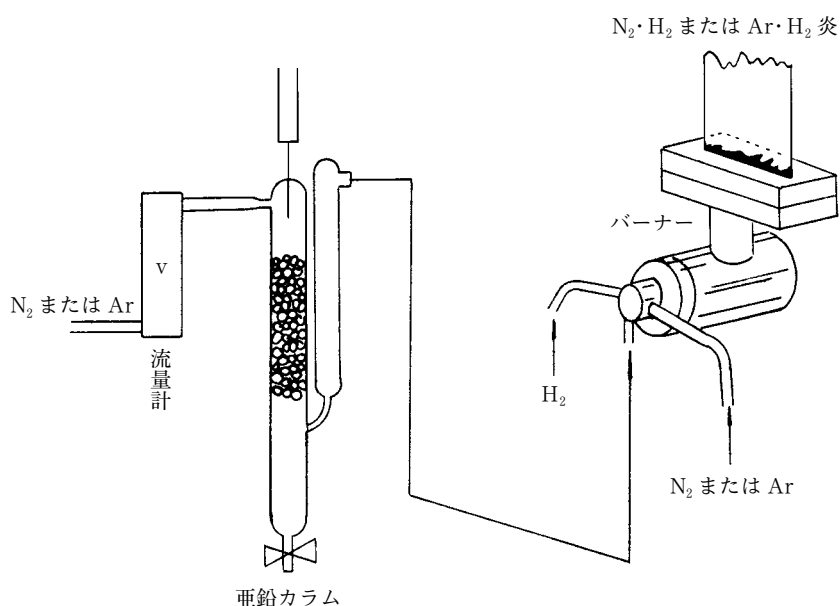
準備 : 硬質ガラス製の丸底フラスコ (内容 300 ml) 2 個を準備し、各フラスコに、生石灰 3~5 g あるいは、5%水酸化ナトリウム溶液 50~60 ml と少量のフェノールフタレイン試液を入れる。直ちにゴム栓を密に施し、内容物とも、フラスコの全重量をフラスコ毎に秤量して記録する。口元をポリエチレン紙でおおい、現地に携行する。

試料の採取にあたり、ゴム栓を2本のガラス管付ゴム栓にかえる。(第7-1図参照)

第1のガラス管の端 b は、ゴム栓上前より 2~3 cm 出し、



第7-9図 装置の連結 (フレイムレス方式)



第7-10図 装置の連結 (フレイム方式)

他端 c はフラスコの中央に達する。第 2 のガラス管の端 a は、ゴム栓上約 25 cm の長さで出し、下端 d はゴム栓下面よりわずかに出す。a または b 端を拇指でふさぎ、a 端が鉦水中に没しないように鉦水中に沈め、拇指をゆるめて徐々に鉦水を流入させて、内容の約 2/3 を満したのち引き上げ、初めのゴム栓にかえ密栓し軽くふりまぜてのち、口元をぬらした硫酸紙でおおい緊縛して試験室に送る。試験室到着後、硫酸紙をとりさり、内容物、ゴム栓共フラスコを秤量し、採取試料量を算出する。

〔試験室試験〕

〔試 薬〕

- ① 硫酸銅軽石：軽石を小石大の粒状とし、5%硫酸銅に浸し、デシケーター中で乾燥する。
- ② 塩化カルシウム：無水物、粒状、元素分析用
- ③ ソーダ石灰：小粒

〔器具および装置〕

第 7-11 図中冷却器 (B) を 2 孔を有するゴム栓で分解フラスコ (A) につなぎ、このゴム栓は現地で採水に用いたフラスコに共通させる。他の一孔には長管のついた小形の分液漏斗 (a) をさしこみ、その管端をびん底にとどかせる。冷却器上部はゴム管で図のように連結した 7 個の U 字管とつなぐ。その中で第 1, 2, 3 および 4 管はやや大形で第 5, 6 および 7 管は小形である。これらの管中第 1 管は空とし、第 2 管は硫酸銅をしみこませ、乾燥した粒状の軽石をつめる。

第 3 および 4 管には粒状、塩化カルシウム、第 5 および 6 管 (内容約 20 ml) にはそれぞれの 5/6 容まで軽く湿めさせた粒状ソーダ石灰をつめ、残りの 1/6 容には粒状塩化カルシウムをつめる。

この第 5 および 6 管は二酸化炭素の吸収に役立つ (カリ球を代用することもできる)。第 7 管は第 6 管に接する半量には粒状塩化カルシウム、残りの半量には粒状ソーダ石灰をつめる。第 7 管に接して小形ペリゴー管をつけ、それには水をいれておき、装置内のガス気流の調節にあてる。

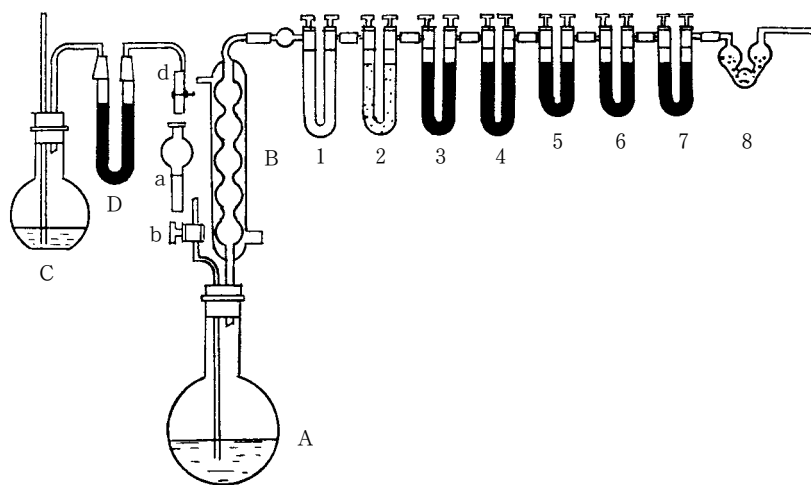
塩化カルシウムは通常微量の塩基性塩を含むことがあるから、新たにつめた塩化カルシウム管は使用前約 10 分間これに二酸化炭素を通じたのち、約 20 分間空気を通じ全く遊離の二酸化炭素を除かなければならない。

〔試験操作〕

現地処理した試料をつめたフラスコの被包をとってその重量をはかる。この際試料が多い場合には、その内容がフラスコ全容の約 1/2 以下になるように、別のフラスコに移してから重量をはかり、その重量から先に秤量したフラスコの風袋を差引いて供試料の量とする。

つぎに開栓して数粒の沸騰石を入れる。(この際硫酸黄泉では 30% 過酸化水素水 2~3 ml を加えて、20 分間放置する) ついで冷却器 (B) および分液漏斗 (a) を有するゴム栓をはめ、分液漏斗の活栓 (b) を閉じ 20% 塩酸約 35 ml を (a) に入れる。つぎに第 5 および 6 管を除いた U 字管をつなぎ、ペリゴー管にアスピレーターをつないでから、気密度を検し、最初はゆるく吸引する。フラスコ中の気泡は短時間でやむ。ついでアスピレーターをはずし、あらかじめ秤量した第 5 および 6 管を所定の位置につなぎ、全装置をつけ終わってから、分液漏斗 (a) から徐々に塩酸を滴加して、ペリゴー管の気泡数を毎秒約 2 個に調節する。塩酸の全量をつかい終れば、分解を完了したものと見なしてよい。

つぎに分液漏斗 (a) の先端に、ソーダ石灰をつめた U 字管 (D) を止金をはめたゴム管 (d) でつなぎ (D) 管の他端には 30% 水酸カリウム溶液をつめた洗気びん (C) をつなぐ。つぎに分液漏斗の活栓 (b) を開いてゴム管 (d) の止金をゆるめアスピレーターを用いて、全装置内にゆるく空気を通ずる。この際分解フラスコ (A) は沸騰しない程度に加熱する。この際第 5 管は始めあたたかく感ずるが、二酸化炭素の吸収がはじまるとかなり冷たく感ずる。二酸化炭素の吸収がほぼ終わってから、なお、20~30 分間空気の通入



第 7-11 図 総二酸化炭素定量装置