

10 g を水に溶かして 100 ml とする。

⑥ アンモニア水 (1+3)

⑦ ブロムチモールブルー (BTB) 指示薬：ブロムチモールブルー 0.1 g をエタノール 50 ml に溶かし、水で薄めて 100 ml とする。

#### 〔器具および装置〕

原子吸光分光光度計 (予混バーナー) 一式

#### 〔試験操作〕

現地処理した試料に、あらかじめ直接原子吸光光度法 (波長 228.8 nm) を行い、カドミウムが検出されたものについて、以下の定量操作を行う。

現地処理した試料 (Cd として 0.005~0.02 mg を含む)  $V$  ml を分液ロートにとり、25%クエン酸アンモニウム溶液 10 ml 及び BTB 指示薬数滴を加え、溶液の色が黄色から緑色に変わるまでアンモニア水 (1+3) で中和し、これに 10%硫酸アンモニウム溶液 10 ml を加える。次に、DDTC 溶液 10 ml を加え、混和し、10 分間放置したのち MIBK 20 ml を加えて激しく振とうし、静置後 MIBK 層を分離し、これを試験溶液とする。別に空試験溶液及びカドミウム標準原液を段階的に分液ロートにとり、水を加えて  $V$  ml とし、以下 25%クエン酸アンモニウム溶液を加える操作以後の操作を行い、試験溶液と共に波長 228.8 nm で吸光度を測定し、検量線から試験溶液中のカドミウム量を求め、試料中のカドミウム濃度を算定する。

#### 〔計算式〕

$$\text{Cd}^{2+}(\text{mg}/l) = W \times \frac{1,000}{V}$$

$W$  : 試験溶液中の Cd の量 (mg)

$V$  : 試料採取量 (ml)

## 7-36 陰イオン類 (フッ化物・塩化物・臭化物・硫酸・リン酸・亜硝酸および硝酸) の一斉分析

### (1) イオンクロマトグラフ法による定量

#### 〔原理〕

試料を溶離液に注入し、イオン交換樹脂を充てんしたカラムに通過させ、各イオンのカラムに対する親和性の相違によって分離し、電気伝導度検出器などによって陰イオンを定量する。

#### 〔試料の採取および保存〕

試料は、精製水で洗浄したポリエチレンびんに採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合には、冷暗所に保存し、24 時間以内に試験する。

#### 〔試薬〕

① イオンクロマトグラフ用精製水：蒸留水 (イオン交換水) を約  $0.2 \mu\text{m}$  のミリポアーフィルターでろ過したもので、クロマトグラフにおいて測定対象イオンの保持時間にピークを有しないこと。

② 溶離液：サプレッサ型イオンクロマトグラフでは、炭酸水素ナトリウムと炭酸ナトリウムを混合してそれぞれ 1.5~4 mmol/l, 0.75~4 mmol/l になるように調製したものなどを使用する。ノンサプレッサ型イオンクロマトグラフでは、*p*-ヒドロキシ安息香酸とビス (2-ヒドロキシエチル) イミノトリス (ヒドロキシメチル) メタンを混合してそれぞれ 8 mmol/l, 3.2 mmol/l, あるいはフタル酸と四ホウ酸ナトリウムを混合してそれぞれ 2.5 mmol/l, 15 mmol/l になるように調製したものなどを使用する。

③ 除去液：10~25 mmol/l 硫酸などを使用する。

④ フッ化物イオン標準原液：白金るつぼ中で 500~550°C で 40~50 分間加熱し、デシケーター中で放冷したフッ化ナトリウム 2.210 g をメスフラスコ 1 l にとり、精製水に溶かして全量を 1 l とする。本溶液は、ポリエチレンびんに入れて保存する。

フッ化物イオン標準原液 1 ml = 1 mg F<sup>-</sup>

⑤ 塩化物イオン標準原液：500~550°C で 40~50 分間加熱し、デシケーター中で放冷した塩化ナトリウム 1.649 g をメスフラスコ 1 l にとり、精製水に溶かして全量を 1 l とする。

塩化物イオン標準原液 1 ml = 1 mg Cl<sup>-</sup>

⑥ 臭化物イオン標準原液：105~110°C で乾燥し、デシケーター中で放冷した臭化ナトリウム 1.288 g をメスフラスコ 1 l にとり、精製水に溶かして全量を 1 l とする。

臭化物イオン標準原液 1 ml = 1 mg Br<sup>-</sup>

⑦ 硫酸イオン標準原液：恒量になるまで 800°C で加熱し、デシケーター中で放冷した硫酸ナトリウム 1.479 g をメスフラスコ 1 l にとり、精製水に溶かして全量を 1 l とする。

硫酸イオン標準原液 1 ml = 1 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>

⑧ リン酸イオン標準原液：105~110°C で乾燥し、デシケーター中で放冷したリン酸一水素ナトリウム 1.495 g をメスフラスコ 1 l にとり、精製水に溶かして全量を 1 l とする。

リン酸イオン標準原液 1 ml = 1 mg PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>

⑨ 亜硝酸イオン標準原液：105~110°C で 4 時間乾燥し、デシケーター中で放冷した亜硝酸ナトリウム 4.926 g をメスフラスコ 1 l にとり、滅菌精製水に溶かして全量を 1 l とする。本溶液は、細菌により変質し

やすいのでクロロホルム 1 ml を加え、乾燥滅菌した褐色の硬質ガラスびんに入れ、冷蔵庫内に保存し、ほぼ 1 年以内に使用する。

亜硝酸イオン標準原液 1 ml = 1 mg NO<sub>2</sub><sup>-</sup>

⑩ 硝酸イオン標準原液：105～110℃ で 4 時間乾燥し、デシケーター中で放冷した硝酸ナトリウム 1.370 g をメスフラスコ 1 l にとり、滅菌精製水に溶かして全量を 1 l とする。本溶液は、クロロホルム 1 ml を加え、乾燥滅菌した褐色の硬質ガラスびんに入れて保存する。

硝酸イオン標準原液 1 ml = 1 mg NO<sub>3</sub><sup>-</sup>

⑪ 陰イオン混合標準液：フッ化物イオン標準原液 25 ml、塩化物イオン標準原液 100 ml、臭化物イオン標準原液 50 ml、硫酸イオン標準原液 100 ml、リン酸イオン標準原液 100 ml、亜硝酸イオン標準原液 5 ml 及び硝酸イオン標準原液 10 ml をメスフラスコ 1 l にとり、精製水を加えて全量を 1 l とする。本溶液は、使用のつど調製する。ただし、測定対象イオンと試料中の濃度を考慮して混合割合を変えてもよい。

陰イオン混合標準液 1 ml = 0.025 mg F<sup>-</sup>, 0.1 mg Cl<sup>-</sup>, 0.05 mg Br<sup>-</sup>, 0.1 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, 0.1 mg PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, 0.005 mg NO<sub>2</sub><sup>-</sup>, 0.01 mg NO<sub>3</sub><sup>-</sup>

#### 〔器具および装置〕

- ① ミリポアーフィルター：孔径約 0.2 μm。
- ② シリンジ：容量 1～2 ml。
- ③ イオンクロマトグラフ
- (1) 試料導入部：ループインジェクト方式で、サンプルループ容量 50～200 μl のもので、イオンクロマトグラフに試料の一定量を再現性良く注入できるもの。
- (2) 陰イオン分離カラム：ステンレス製又は合成樹

脂製のカラムに陰イオン交換体（表層被覆形又は全多孔性シリカ形）を充てんしたもので、各イオンの分離度が 1.3 程度以上の性能を有し、分離カラムの懸濁物質や有機物による汚染を防ぐため、プレカラム（ガードカラム）が接続していることが望ましい。

- (3) 溶離液流速：1～2 ml/min。
- (4) 除去液流速：0.5～4 ml/min（サプレッサ型のみ）。
- (5) 検出器：恒温槽内に設置された又は温度補償機能付き電気伝導度検出器。

#### 〔試験操作〕

##### 前処理

試料をミリポアーフィルターでろ過し、初めのろ液約 10 ml は捨て、残りのろ液を試験溶液とする。

測定対象陰イオンの濃度が定量上限を超えている場合には、一定割合に精製水で希釈し、試験溶液とする。

#### 〔定 量〕

① 試験溶液で洗浄したシリンジを用いて、サンプルループの数倍の容量の試験溶液をイオンクロマトグラフに注入し電気伝導度を測定し、各陰イオンの保持時間に相当する位置のピーク高さ又はピーク面積を求める。

② 陰イオン混合標準液 0, 0.2～100 ml を段階的に数個のメスフラスコ 100 ml にとり、各々に精製水を加えて 100 ml とし、以下①と同様に操作して、各陰イオンの濃度 (mg/l) とピーク高さ又はピーク面積との検量線を作製する。

#### 〔計 算 式〕

陰イオン (mg/l) = C × 希釈倍率

C：試験溶液中の各陰イオンの濃度 (mg/l)

## 8. 分析表（イオン表）の作成

### 8-1 分析表の構成

鉱泉分析試験によって得られた各成分の定量値は、分析表として総括し、その泉質判定資料とする。

分析表は、主要成分および副成分の定量値を総括するイオン表と、微量成分についての分析結果を総括する微量成分表とから構成される。

### 8-2 イオン表の構成

イオン表の第 1 欄には、鉱泉の成分を陽イオン、陰イオン、非解離成分、溶存ガス成分の順に、化学名および化学記号で記入する。第 2 欄には、鉱泉 1 kg 中の各成分の量を mg 単位で示し、解離成分総量、溶存物質総量（ガス成分を除く）および総成分の合計値とを附記し、各数値は、実数 4 桁以内、少数以下 1 位までとする。少数 2 位は、含有量が 0.1 mg/kg 以上の