

101 醸造用水

101-1 試料の採取

JIS K 0094:1994（工業用水・工場排水の試料採取方法）による。

なお、重金属の試験のための試料は、採取時に試料1 ℓにつき、36%塩酸（有害金属測定用）10 mlの割合で加えてよく振り混ぜる。

101-2 性 状

検体について濁り、沈殿、色、味を調べ、次に50～60℃に加温して臭気を調べる。

101-3 pH

pH計を用いて検体のpHを測定する。

101-4 蒸発残留物

検体250 mlをあらかじめひょう量した蒸発皿にとり、水浴上で蒸発乾固し、更に110℃で恒量になるまで乾燥してひょう量し、蒸発皿の重さを差し引いた値(mg)を4倍して蒸発残留物のmg/ℓとする。検体に浮遊物があるときはろ過し、ろ液を検体とする。

101-5 硝酸性窒素

101-5-1 試薬

30%塩化ナトリウム溶液

硫酸(4:1)

水125 mlに硫酸500 mlをかき混ぜながら除々に加えた後、室温まで冷却する。本試薬は、密栓して保存する。

ブルシン・スルファニル酸溶液

ブルシン硫酸(7水塩)1 gとスルファニル酸0.1 gを、塩酸3 mlを加えた水約70 mlで溶かした後、更に水を加えて100 mlとする。本試薬は、褐色ガラスびん中に密栓して保存すると数か月は安定である。次第に淡赤色を呈してくるが、使用には差し支えない。

硝酸性窒素標準原液(1 mg NO₃-N/ml)

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6.066 gを1 ℓ容メスフラスコにとり、滅菌水で溶かして全量を1 ℓとする。本試薬は、クロロホルム1 mlを加えて乾熱滅菌した褐色ガラスびん中に保存する。

硝酸性窒素標準溶液(0.001 mg NO₃-N/ml)

硝酸性窒素標準原液10 mlを1 ℓ容メスフラスコにとり、水を加えて全量を1 ℓとし、更にその100 mlを別の1 ℓ容メスフラスコにとり、水を加えて全量を1 ℓとする。本試薬は、使用の都度調製する。

101-5-2 試験操作

検体10 ml(又は硝酸性窒素0.0005~0.008 mgを含む量)と、水を加えて10 mlとしたものを25 ml容共栓付比色管にとり、30%塩化ナトリウム溶液2 mlを加えてよく混和する。次に、硫酸(4:1)10 mlを静かに加えてよく混和し、流水で冷やし、20℃の恒温水槽中に静置して温度を一定とした後、ブルシン・スルファニル酸溶液0.5 mlを加えてよく混和する。次に、共栓付比色管を沸騰水浴中に宙づりにして20分浸した後、直ちに流水で冷却し、20℃の恒温水槽中に静置し、これを検液とする。

検液の一部を吸収セルにとり、波長415 nmにおける吸光度を測定する。

硝酸性窒素標準溶液 0、0.5~8 mlを段階的に数個の25 ml容共栓付比色管にとり、各々に水を加えて10 mlとする。以下検体と同様に操作して吸光度を測定し、硝酸性窒素量(mg)と吸光度との間で、検量線を作成する。この検量線により求めた検液中の硝酸性窒素量(mg)をaとして、次式によって検体10中の硝酸性窒素量(mg)を算出する。

$$\text{硝酸性窒素}(\text{NO}_3\text{-N mg/l}) = a \times 100$$

101-6 亜硝酸性窒素

101-6-1 試薬

1%スルファニルアミド溶液

水60 mlに塩酸10 mlを攪拌しながら徐々に添加する。この溶液にスルファニルアミド($\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$)1 gを溶かし、水を加えて100 mlとする。

1%N-(1-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(2塩酸塩)($\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2 \cdot 2\text{HCl}$)1 gを水で溶かして100 mlとし、褐色ガラスびん中に保存する。本試薬は、調製後1週間以内に使用する。

亜硝酸性窒素標準原液(1 mg $\text{NO}_2\text{-N/ml}$)

硫酸デシケーター内で18~25時間乾燥した亜硝酸ナトリウム(NaNO_2)4.926 gを1 l容メスフラスコにとり、滅菌水で溶かして全量を1 lとする。本試薬は、クロロホルム1 mlを加えて乾熱滅菌した褐色ガラスびん中に入れ、冷蔵庫内に保存する。本試薬は、1年以内に使用する。

亜硝酸性窒素標準溶液(0.0001 mg $\text{NO}_2\text{-N/ml}$)

亜硝酸性窒素標準原液10 mlを1 l容メスフラスコにとり、滅菌水を加えて全量を1 lとし、更にその10 mlを別の1 l容メスフラスコにとり、滅菌水を加えて全量を1 lとする。本試薬は、使用の都度調製する。

101-6-2 試験操作

検体10 ml(又は亜硝酸性窒素として0.01~1 μg を含む量)と、水を加えて10 mlとしたものを25 ml容共栓付試験管にとり、1%スルファニルアミド溶液1 mlを加え、5分間静置する。次に、1%N-(1-ナフチル)エチレンジアミン溶液1 mlを加え、栓をしてよく混和し、更に20分間静置し、これを検液とする。

検液の一部を吸収セルにとり、波長540 nmにおける吸光度を測定する。

亜硝酸性窒素標準溶液 0、0.1~10 mlを段階的に数個の25 ml容共栓付試験管にとり、

各々に水を加えて10 mlとする。以下、検体と同様に操作して吸光度を測定し、10 ml中の亜硝酸性窒素量(μg)と吸光度との間で、検量線を作成する。この検量線により求めた検液10 ml中の亜硝酸性窒素(μg)をaとして、次式によって検体1 l中の亜硝酸性窒素量(mg)を算出する。

$$\text{亜硝酸性窒素 (NO}_2\text{-N mg/l)} = 0.1 \times a$$

101-7 アンモニア性窒素

101-7-1 試薬

0.2%(有効塩素)次亜塩素酸ナトリウム溶液

次亜塩素酸ナトリウム溶液(市販品)の有効塩素量2 g相当量及び水酸化ナトリウム15 gを水で溶かして1 lとする。本試薬は、褐色ガラスびん中に入れ冷暗所に保存する。

本試薬は、使用の都度有効塩素濃度を測定し、その濃度が0.1~0.2%の範囲にあれば使用できる。

4%水酸化ナトリウム溶液

EDTA・水酸化ナトリウム混液

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム(2水塩)0.93 gを4%水酸化ナトリウム溶液で溶かして250 mlとする。

1-ナフトール溶液

1-ナフトール1.6 gをアセトン・エチルアルコール溶液(15:85)で溶かして100 mlとする。本試薬は、褐色ガラスびん中に入れて冷暗所に保存すると約2か月は安定である。

0.1 Mチオ硫酸ナトリウム溶液

チオ硫酸ナトリウム(5水塩)26 g及び炭酸ナトリウム0.2 gをとり、無炭酸水1 lで溶かした後、イソamilアルコール10 mlを加えて全量を1 lとする。よく振り混ぜた後、栓をして2日間静置後力価Fを標定する。

本試薬の力価Fの標定は次による。

(標定法) 16.67 mM(3.5675 g/l)ヨウ素酸カリウム溶液25 mlを300 ml容共栓三角フラスコに正確にとり、ヨウ化カリウム2 g及び硫酸(1:5) 5 mlを加え、直ちに栓をして静かに振り混ぜ、暗所に5分間静置した後、水100 mlを加え、遊離したヨウ素を上記チオ硫酸ナトリウム溶液を用いて滴定する。液の褐色が淡黄色に変わったらデンプン溶液数滴を加え、生じた青色が消えるまで滴定する。使用したチオ硫酸ナトリウム溶液の全量をa mlとすれば、力価Fは次式によって求められる。

$$F = 25/a$$

別に、同一条件で空試験を行ってチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量を補正する。

デンプン溶液

デンプン(じゃがいもデンプン)1 gを水100 mlとよく混和し、これを熱水200 ml中に絶えずかき混ぜながら徐々に加え、液が半透明になるまで煮沸した後、溶液を静置し、その上澄液を用いる。必要以上に長く加熱すると、溶液の鋭敏度が減少する。

アンモニア性窒素標準原液(0.1 mg NH₄-N/ml)

塩化アンモニウム0.382 gを1 ℓ容メスフラスコにとり、水で溶かして全量を1 ℓとする。本試薬は、褐色ガラスびん中に入れて冷暗所に保存する。

アンモニア性窒素標準溶液(0.01 mg NH₄-N/ml)

アンモニア性窒素標準原液100 mlを1 ℓ容メスフラスコにとり、水を加えて全量を1 ℓとする。本試薬は、使用の都度調製する。

101-7-2 試験操作

検体50 ml(又はアンモニア性窒素として0.001~0.05 mgを含む量を取り、水を加えて50 mlとしたもの)を100 ml容共栓付比色管にとり、0.2% (有効塩素) 次亜塩素酸ナトリウム溶液1 mlを加えて混和し、2分間静置した後5分間以内にEDTA・水酸化ナトリウム混液1 mlを加えて混和し、1分間静置する。次に、5分以内に1-ナフトール溶液5 mlを加えて混和した後、25~30℃で15分間静置し、これを検液とする。

検液の一部を吸収セルにとり、波長720 nm付近における吸光度を測定する。

アンモニア性窒素標準溶液 0、0.1~5 mlを段階的に数個の100 ml容共栓付比色管にとり、各々に水を加えて全量を50 mlとする。以下検体と同様に操作して吸光度を測定し、50 ml中のアンモニア性窒素量(mg)と吸光度との間で、検量線を作成する。この検量線により求めた検液50 ml中のアンモニア性窒素(mg)をaとして、次式によって検体1 ℓ中のアンモニア性窒素量(mg)を算出する。

$$\text{アンモニア性窒素(NH}_4\text{-N mg/ℓ)} = a \times 20$$

(注) 有効塩素濃度測定法

次亜塩素酸ナトリウム液(有効塩素5~12%)10 mlを200 ml容メスフラスコにとり、水を加えて200 mlとする。この液10 mlを300 ml容共栓付三角フラスコにとり、水90 mlを加える。次に、ヨウ化カリウム1~2 g及び硫酸(1:5)5 mlを加え、直ちに栓をして静かに振り混ぜ、暗所に5分間静置した後、0.1 Mチオ硫酸ナトリウム溶液を用いて滴定する。液の褐色が淡黄色に変わったならデンプン溶液2 mlを加え、生じた青色が消えるまで滴定する。使用した0.1 Mチオ硫酸ナトリウム溶液の全量をa mlとし、この力価をFとすると、次亜塩素酸ナトリウム液の有効塩素濃度は次式によって求められる。

$$\text{有効塩素濃度(C) (Cl}_2 \text{ \%)} = \frac{a \times F \times 200 / 10}{10} \times 0.00355 \times 100$$

101-8 クロール

101-8-1 試薬

3-14-1による。

101-8-2 試験操作

検体100 mlをビーカーにとり、3-14-1の標定法に倣って硝酸銀溶液で滴定する。その滴定値をb mlとすれば、検体中のCl⁻のmg/ℓは次式によって求められる。

$$\text{Cl}^-(\text{mg/ℓ}) = 1.00 \times F \times b \times 10$$

(注) 検体のpHは6.5~10.5の範囲になるように調整する。また、Cl⁻が50 mg/ℓを超え

るときはそれ以下になるように希釈する。

101-9 リン酸

JIS K 0101:1998 (工業用水試験方法) の43.1による。

101-10 鉄

A) 吸光度法

JIS K 0101:1998 (工業用水試験方法) の60.1による。

B) 原子吸光法

101-10-1 試薬

ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム溶液

ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム1 gを水に溶かして100 mlとする。

6 N塩酸

水に濃塩酸52.8 mlを攪拌しながら徐々に加え、100 mlにフィルアップする。

酢酸ナトリウム溶液

酢酸ナトリウム(試薬特級以上の純度のもの)25 gを水に溶かして100 mlとする。

メチルイソブチルケトン (原子吸光分析用)

水飽和としたものを用いる。

鉄標準溶液

硫酸第一鉄アンモニウム [(NH₄)₂SO₄·FeSO₄·6H₂O、特級] 0.7021 gを水約50 mlに溶解し、10%硫酸20 mlを加え、水で全量を1 lとする。本試薬1 mlはFe²⁺0.1 mgを含む。

101-10-2 装置

原子吸光分析装置一式

鉄中空陰極ランプ

101-10-3 検体の前処理

検体50 mlを100 ml容トールビーカーにとり、6 N塩酸1 mlを加え、突沸に注意しながら5分間静かに煮沸する。

次に、100 ml容スキューブ型分液ロートに移し、ビーカー内を約20 mlの水で洗浄し、洗液も分液ロートに移す。酢酸ナトリウム溶液5 ml、ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム溶液1 mlを加えて振り混ぜ、3分間放置する。

更に、メチルイソブチルケトン2.5 mlを加え、2分間激しく振り混ぜた後静置し、下層を捨て上層を試験操作に供する。

101-10-4 試験操作

JIS K 0102:2013 (工場排水試験方法) の57.2による。

ただし、ベースラインの補正はメチルイソブチルケトンを用いて行う。

101-11 有機物(過マンガン酸カリウム消費量)

101-11-1 試薬

N/100シュウ酸溶液

シュウ酸($C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$ 、特級)0.6303 gを水に溶かして1 ℓとし、褐色ガラスびん中に保存する。本試薬は1か月ごとに新しく調製する。

硫酸溶液

硫酸(1:3)にN/100過マンガン酸カリウム液を微紅色を呈するまで加える。

N/100過マンガン酸カリウム溶液

過マンガン酸カリウム0.33 gを水1 ℓに溶かし、1～2時間静かに煮沸して一夜放置後ガラスろ過器でろ過し、ろ液を褐色ガラスびんに保存する。

本試薬の力価Fの標定は次による。

(標定法) 三角フラスコにシュウ酸溶液10 mlをとり、水50 ml、硫酸溶液5 mlを加え、5分間煮沸する。これに標定しようとする過マンガン酸カリウム溶液で、検体の微赤色が30秒間消失しなくなるまで滴定する。その滴定値をa mlとすれば、力価Fは次式によって求められる。

$$F = 10/a$$

本試薬は、使用の都度標定する。

101-11-2 試験操作

検体100 mlを三角フラスコにとり、硫酸溶液5 ml、過マンガン酸カリウム溶液10 mlを加え、101-11-1の標定法に倣って加熱し、シュウ酸溶液10 mlを加えて、直ちに過マンガン酸カリウム溶液で逆滴定し、検体の微赤色が30秒間消失しなくなるまで滴定する。その滴定値をb mlとすれば、検体中の有機物を酸化するに要する過マンガン酸カリウム量は、次式によって算出される。

$$\text{過マンガン酸カリウム消費量(mg/ℓ)} = 0.316 \times F \times (10+b-a) \times 1000/100$$

(注) 1 滴定終了時の温度は60℃以上とする。滴定中の温度は80℃を超えてはならない。

2 有機物が多量の場合は、適宜希釈する。

3 検体100 ml中に塩素イオンが約30 mg以上存在すると妨害を生じる。この場合は、あらかじめ検体中の塩素イオンに相当する量の硝酸銀溶液(10w/v%) (本試薬1 mlは塩素イオン21 mgに対応する。)を加え、十分に混和した後に試験操作を行う。

101-12 カルシウム及びマグネシウム

101-12-1 試薬

EDTA溶液

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム(2水塩)5 g、塩化マグネシウム($MgCl_2 \cdot 6H_2O$)0.10 gを水に溶かして1 ℓとする。

本試薬の力価Fの標定は次による。

(標定法) 下記のカルシウム標準溶液10 mlをとり、水40 ml、緩衝液1 ml、指示薬数滴を加えて絶えずかき混ぜながら、標定しようとするEDTA溶液で検体の赤色が消えるまで滴定する。その滴定値をa mlとすれば、力価Fは次式によって求められる。

$$F = 10/a$$

カルシウム標準溶液は、105°Cで一夜乾燥した炭酸カルシウム(特級)1.250 gをとり、これが溶解するまで希塩酸を加え、次に200 mlの水を加え数分間煮沸して炭酸ガスを除去する。冷却後メチル・レッドを指示薬として希アンモニア水で中和、オレンジ色にし、水で1 ℓとする。本試薬1 mlはCa²⁺0.500 mgを含む。

指示薬

エリオクロムブラックT [(1-オキシ-2-ナフチルアゾ)-5-ニトロ-2-ナフトール-4-スルホン酸ナトリウム] 0.5 gと塩酸ヒドロキシルアミン4.5 gを60%(v/v)以上のエチルアルコール100 mlに溶かす。本試薬は1か月ごとに新しく調製する。

緩衝液

塩化アンモニウム67.5 gを570 mlの濃アンモニア水に溶かし、水で1 ℓとし、密栓して保存する。

101-12-2 試験操作

検体50 mlに緩衝液1 ml、指示薬数滴を加えて絶えずかき混ぜながら、EDTA溶液で検体の赤色が消えるまで滴定する。その滴定値をb mlとすれば、検体中のカルシウム及びマグネシウムの量は次式によってCa²⁺として算出される。

$$\text{Ca}^{2+}(\text{mg}/\ell) = 1000/50 \times 0.5 \times b \times F$$

(注) 1 試料中に、Mn、Al、Co、Ni、ポリリン酸が多いか、又は多量のCaを含むときは適宜希釈する。

2 測定時はpH 10前後が最適で、それ以上ではMg(OH)₂が沈殿し、それ以下ではMgと色素の錯塩が不安定となる。

101-13 カルシウム

A) 滴定法

101-13-1 試薬

EDTA溶液

101-12-1による。ただし、塩化マグネシウムを加えない。

本試薬の力価Fの標定は次による。

(標定法) 101-12-1のカルシウム標準溶液10 mlをとり、水40 ml、下記の水酸化カリウム溶液1 ml、指示薬0.2 gを加えて絶えずかき混ぜながら、標定しようとするEDTA溶液で検体の赤ないし赤紫色が青色になるまで滴定する。その滴定値をa mlとすれば、力価Fは次式によって求められる。

$$F = 10/a$$

指示薬

2-ヒドロキシ-1-(2'-ヒドロキシ-4'-スルホ-1'-ナフチルアゾ)-3-ナフトン酸0.5 gと硫酸カリウム(無水)約50 gを均一になるまでよくすりつぶす。

水酸化カリウム溶液

水酸化カリウム約46 gを水に溶かして100 mlとする。

101-13-2 試験操作

検体50 mlに水酸化カリウム溶液1 ml、指示薬0.2 gを加えて絶えずかき混ぜながら、EDTA溶液で検体が赤ないし赤紫色が青色になるまで滴下し、なお1～2滴のEDTA溶液を加えて変色がなくなるまで滴定する。その滴定値をb mlとすれば、次式によって検体中のカルシウム量は次式によって算出される。

$$\text{Ca}^{2+}(\text{mg}/\ell) = 1000/50 \times 0.5 \times b \times F$$

なお、滴定は5分以内に行う。

B) 原子吸光法

101-13-3 試薬

ランタン溶液

塩化ランタン($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 5.3 gを水に溶かして100 mlとする。

カルシウム標準溶液

101-12-1による。

101-13-4 装置

原子吸光分析装置一式

カルシウム中空陰極ランプ

101-13-5 検体の前処理

検体のカルシウムの含有率が定量範囲内にある場合には、検体1 mlにランタン溶液1 mlを添加し、試験操作をする。

カルシウムの含有率が定量範囲以外の場合には、JIS K 0121:2006（原子吸光分析通則）、以下「通則」という)の5に従い、水を用いて希釈したもの1 mlにランタン溶液1 mlを添加し、試験操作をする。

101-13-6 試験操作

カルシウム中空陰極ランプを点灯し、安定した後422.6 nmの波長で通則6の分析操作に従い吸光度を測定し、通則6.4によって作成した検量線からカルシウム量を求め、希釈率を乗じて検体中の $\text{Ca}^{2+}(\text{mg}/\ell)$ とする。全操作にわたって空試験を行い、結果を補正する。

101-14 マグネシウム

A) 滴定法

検体中のマグネシウム量は、101-12 で求めたカルシウム及びマグネシウムの濃度、101-13 で求めたカルシウムの濃度から、次式によって求められる。

$$\text{Mg}^{2+}(\text{mg}/\ell) = ((\text{カルシウム及びマグネシウムの mg}/\ell) - (\text{カルシウムの mg}/\ell)) \times 24/40$$

(注) これらの値を総硬度(アメリカ式硬度)、カルシウム硬度、マグネシウム硬度で表す場合は次式による。

$$\text{総硬度}(\text{CaCO}_3 \text{ mg}/\ell) = (\text{マグネシウムの mg}/\ell \times 4.118) + (\text{カルシウムの mg}/\ell \times 2.497)$$

$$\text{カルシウム硬度}(\text{CaCO}_3 \text{ mg}/\ell) = \text{カルシウムの mg}/\ell \times 2.497$$

$$\text{マグネシウム硬度}(\text{CaCO}_3 \text{ mg}/\ell) = \text{総硬度} - \text{カルシウム硬度}$$

B) 原子吸光法

101-14-1 試薬

マグネシウム標準溶液

塩化マグネシウム ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 、特級) 8.3645 gを水に溶かし、1 ℓとする。本試薬1 mℓは Mg^{2+} 1.0 mgを含む。

101-14-2 装置

原子吸光分析装置一式

マグネシウム中空陰極ランプ

101-14-3 検体の前処理

101-13-5に準じる。ただし、ランタン溶液は添加しない。

101-14-4 試験操作

101-13-6に準じる。ただし、マグネシウム中空陰極ランプは285.2 nmの波長を用いる。

101-15 電気伝導率

電気伝導度測定器を用いて検体の25℃における電気伝導率を μS (マイクロ・ジーメンズ)/cm で表す。

101-16 カリウム

JIS K 0102:2013 (工場排水試験方法) の49.1による。

101-17 マンガン

JIS K 0102:2013 (工場排水試験方法) の56.2による。