

# 動力炉・核燃料開発事業団東海事業所標準分析作業法

## 放 出 管 理 編

Manual of Standard Procedures for Sampling and Analysis of  
Radioactive Effluents and Gases Discharging into Environment

1979年4月

動力炉・核燃料開発事業団

東 海 事 業 所

複製あるいは入手については、下記にお問い合わせください。

茨城県那珂郡東海村 〒 319-11

動力炉・核燃料開発事業団

東海事業所技術部研究管理課 ☎ 東海 (02928) 2-1111 内線 238

Power Reactor and Nuclear Fuel Development Corporation

Enquiries about copyright and reproduction should be addressed to ;

Tokai Works, Power Reactor and Nuclear Fuel Development  
Corporation,

Tokai, Ibaraki, Post No 319-11, Japan.

## 動力炉・核燃料開発事業団東海事業所標準分析作業法

### 放 出 管 理 編

北原義久\*，吉村征二\*，大和愛司\*

野村 保\*，梶 輝\*，今熊義一\*

江尻英夫\*，吉崎裕一\*，長山賢治\*

清水武彦\*，堀越義紀\*\*

### 要 旨

東海事業所から環境へ放出される排水および排気中に含まれる放射性物質および公害規制物質の測定管理に必要な採取法，分析法および放出管理法について本事業所標準分析作業法の基準に従ってマニュアル化した。公害規制物質の分析法は JIS-K-0102 に準拠した。

このマニュアルは，標準分析作業法放出管理編，PNCT 852-75-07（1975年3月）の改訂版であり，特に安全取扱い法に主体をおき，改訂したもので，分析作業の一般安全の内容を充実したものとした。

---

\* 安全管理部環境安全課

\*\* 放射線管理第1課

April, 1979

Manual of Standard Procedures for Analysis of Radioactive  
Effluents and Gases Discharged into Environment

Y. Kitahara, S. Yoshimura, A. Yamato  
T. Nomura, A. Kaji, Y. Imakuma  
H. Ejiri, Y. Yoshizaki, K. Nagayama  
T. Shimizu, Y. Horikoshi

Abstract

This manual includes standard procedures for analysis of radioactive materials and chemical pollutants in liquid and gaseous waste effluent discharged into environment.

These procedures are used to control the amounts of radioactive materials and chemical pollutants discharged from the nuclear facilities of Tokai Works of PNC.

The first edition was published in 1975. Almost all analytical procedures have been modified and new procedures have been used for these five years, so the second edition revised entirely was to be published this time.

## 目 次

## —排水放出管理分析法—

〔タイトル〕	〔コード番号〕
排水中の全 $\alpha$ 放射能測定法	45・712・58・ALPHA・01(1979)
排水中の全 $\beta$ 放射能測定法	45・712・58・BETA・01(1979)
排水中の $r$ 線放射性核種分析法	45・712・55・GE・01(1979)
排水中の $^{89}\text{Sr}$ , $^{90}\text{Sr}$ 分析法	45・712・51・SR・01(1979)
排水中の $^{129}\text{I}$ 分析法	45・712・51・I 129・01(1979)
排水中のトリチウム分析法	45・712・57・H 3・01(1979)
排水中のウラン分析法	45・712・54・U・01(1979)
排水中のプルトニウム分析法	45・712・54・PU・01(1979)
排水中の $^{234}\text{Th}$ 分析法	45・712・51・TH 234・01(1979)
排水中のpH測定法	45・712・24・PH・01(1979)
排水中の懸濁物質(SS)分析法	45・712・11・SS・01(1979)
排水中の酸素消費量(COD)分析法	45・712・14・COD・01(1979)
排水中の生物化学的酸素消費量(BOD)分析法	45・712・14・BOD・01(1979)
排水中の油分(n-ヘキサン抽出物質)分析法	45・712・11・OIL・01(1979)
排水中のフッ素分析法(イオン電極法)	45・712・24・F・01(1979)
排水中のフッ素分析法(吸光光度法)	45・712・32・F・02(1979)
排水中の導電率測定法	45・712・21・CONDU・01(1979)
排水中の水銀分析法	45・712・38・HG・01(1979)
排水中のヒ素分析法	45・712・32・AS・01(1979)
排水中の全クロム分析法	45・712・32・CR・01(1979)
排水中のクロム酸〔Cr(VI)として〕分析法	45・712・32・CR(6)・01(1979)
排水中のシアン分析法	45・712・32・CN・01(1979)
排水中の鉛分析法	45・712・38・PB・01(1979)
排水中のカドミウム分析法	45・712・38・CD・01(1979)
排水中の亜鉛分析法	45・712・38・ZN・01(1979)
排水中の銅分析法	45・712・32・CU・01(1979)
排水中の溶解性マンガン分析法	45・712・32・MNSOL・01(1979)
排水中の溶解性鉄分析法	45・712・32・FESOL・01(1979)

## —排気放出管理分析法—

〔タイトル〕	〔コード番号〕
排気中のトリチウム分析法	44・612・57・H3・01(1979)
排気中の <sup>90</sup> Sr 分析法	44・612・51・SR 90・01(1979)
排気中の <sup>129</sup> I, <sup>131</sup> I 分析法	44・612・55・I・01(1979)
排気中のウラン分析法	44・612・54・U・01(1979)
排気中のプルトニウム分析法	44・612・54・PU・01(1979)

## —安 全—

分析作業の一般安全	40・ . . . 01 (1979)
-----------	---------------------

# 排水放出管理分析

排水中の全 $\alpha$ 放射能測定法

## 1. 要 旨

全 $\alpha$ 放射能測定法は試料からの $\alpha$ 線をZnS (Ag) 検出器を用いて、エネルギー区分なしに測定し、プルトニウム、ウラン等の校正線源と比較する事によって、試料中の放射能を( $\mu\text{Ci}/\text{cm}^3$ )単位で示す方法である。

本法は簡便であり、排水中のプルトニウム、ウラン等の濃度が、法令等に規定された基準内にあるか否かを判断するために有効である。

## 2. 適用範囲および分析精度

本法は全 $\alpha$ 放射能濃度が $3 \times 10^{-8} \mu\text{Ci}/\text{cm}^3$ 以上の排水試料に適用する。60分測定で信頼度99.73%である。

## 3. 試薬および装置

- 1) 硝 酸
- 2) 赤外線ランプ乾燥器
- 3) ガスバーナー
- 4) ZnS (Ag) シンチレーション放射能測定装置
- 5) 導電率計

## 4. 安 全

汚染の恐れのある作業については、ゴム手袋を着用し慎重に行なうこと。

## 5. 分析操作

操 作	備 考
1) あらかじめよく攪拌した試料 10ml を正確に試料皿 (50mm $\phi$ ステンレス製) に分取し硝酸 1 滴を加える。	1) 再処理排水の場合、分取前に塩濃度補正のため導電率を測定する。測定法はマニュアル参照のこと。  試料皿は試料が一樣になるように、あらかじめ試料皿を焼付けしドライウェル (1:19) コーティングをおこなっておく。
2) 赤外線乾燥器下で乾燥する。	
3) 乾燥後、試料皿をガスバーナ上でかるく焼付ける。	



操 作	備 考
4) 焼付けの終わった試料はデシケータ中で放冷する。 5) ZnS (Ag) シンチレーション放射能測定装置により測定する。	5) 測定は装置の「取扱い説明書」に従う。

## 6. 計 算

## イ. 一般排水の場合

$$\text{全}\alpha = \left[ \left( \frac{N_s}{t_s} - \frac{N_b}{t_b} \right) \pm \left( \frac{N_s}{t_s^2} + \frac{N_b}{t_b^2} \right)^{\frac{1}{2}} \right] \times \frac{1}{2.22} \times \frac{1}{W} \times \frac{1}{E} \times 10^{-6} \quad (\mu\text{Ci}/\text{cm}^3)$$

ここで、

 $N_s$  ; 試料の全計数値 $t_s$  ; 試料の計測時間 (分) $N_b$  ; 自然計数値 $t_b$  ; 自然計数の計測時間 (分) $W$  ; 試料量 ( $\text{cm}^3$ ) $E$  ; 計数効率

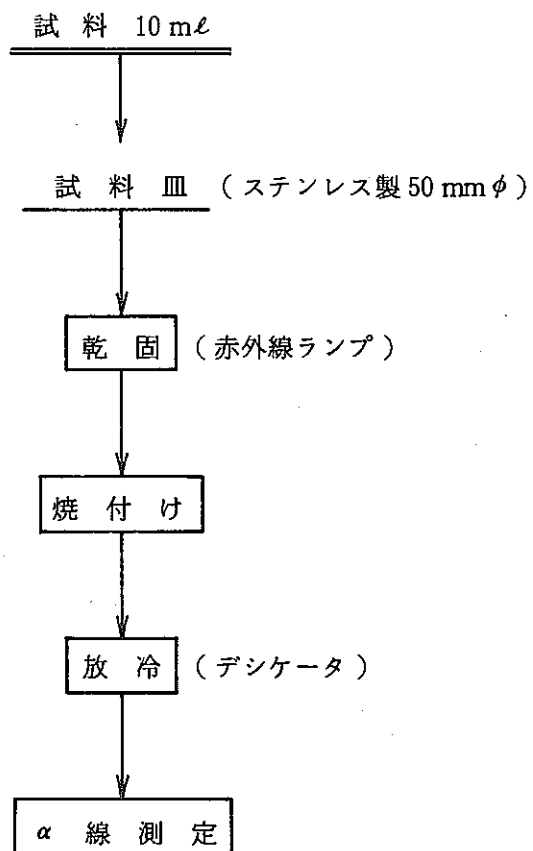
## ロ. 再処理排水の場合

上式で求めた値に塩濃度補正を施す。再処理排水で硝酸ナトリウムが含まれている場合は、それにより $\alpha$ 線が吸収された実際の濃度より低い結果となるので、硝酸ナトリウムによる $\alpha$ 放射能吸収曲線を作成し、補正係数を求め補正しなければならない。図1に吸収曲線を示す。また排水中の硝酸ナトリウムの濃度は、あらかじめ導電率と硝酸ナトリウム濃度の関係 (図2) を作成しておき、導電率を測定することにより求める。

## 7. 解説と文献

この方法による $\alpha$ 放射能は必ずしも全 $\alpha$ 核種濃度を与えるとは言えないが、蒸発残渣の少ない試料に対しては有効である。また主な核種であるプルトニウム、ウランなどは加熱により揮発しないので残渣中の有機物等揮発性の物質や塩類はバーナーで赤熱して燃焼または揮発させたのち測定するのがよい。

## 8. 工程図



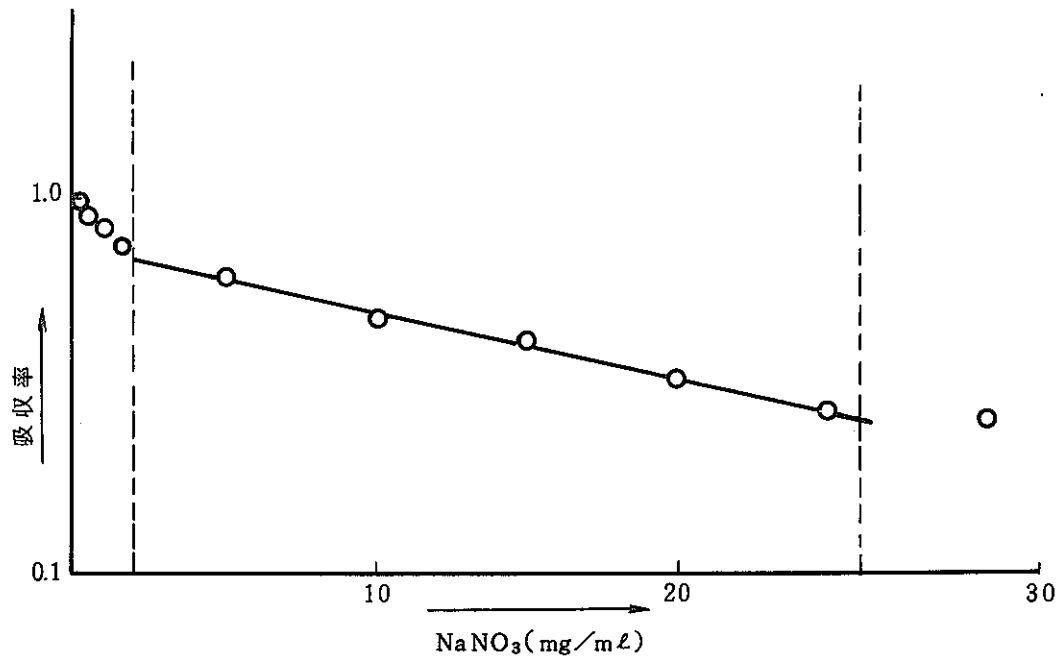
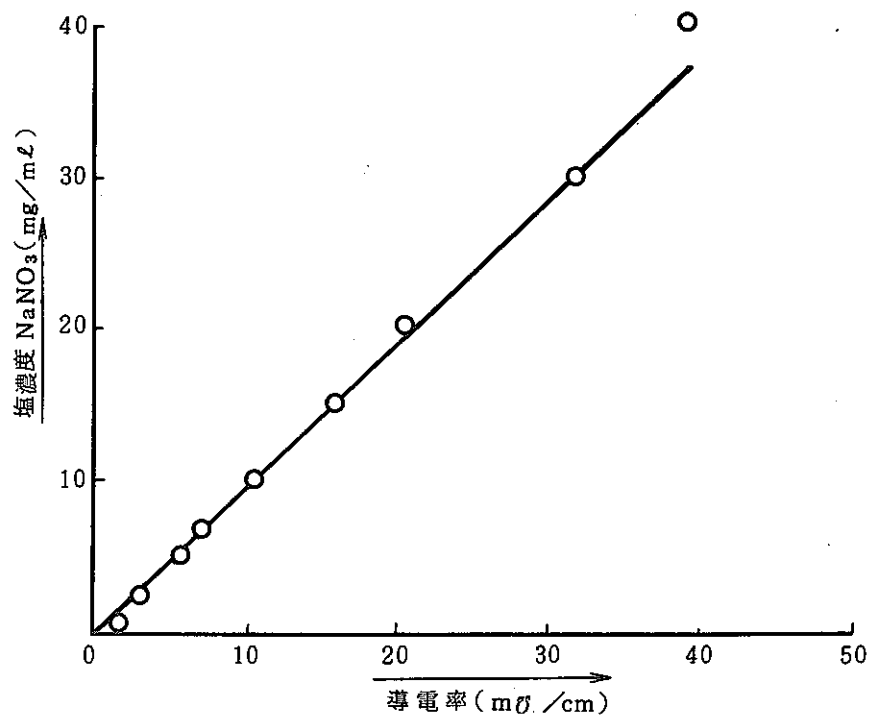
図1 硝酸ナトリウムの $\alpha$ 線吸収曲線

図2 硝酸ナトリウムと導電率

排水中の全 $\beta$ 放射能測定法

## 1. 要 旨

全 $\beta$ 放射能測定は試料からの $\beta$ 線をエネルギー区分なしに測定し、校正線源の放射能との比較により、試料中の放射能を〔 $\mu\text{Ci}/\text{cm}^3$ 〕単位で示す方法である。排水適量を分取し、蒸発乾固後有機物分解を行なう。希硝酸で溶解し、ステンレス製試料皿に移し、赤外線ランプで乾燥する。GM計数装置により $\beta$ 線を測定する。再処理海洋放出排水については試料を直接試料皿に分取する。

## 2. 適用範囲および分析精度

本法は全 $\beta$ 放射能濃度が $6 \times 10^{-9} \mu\text{Ci}/\text{cm}^3$ 以上の排水試料に適用する。60分測定で信頼度99.73%である。

## 3. 試薬および装置

- 1) 硝 酸 (1+13)
- 2) 過塩素酸
- 3) 赤外線ランプ乾燥器
- 4) GM式放射能測定装置

## 4. 安 全

- 1) 酸類の皮ふ、眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。
- 2) 汚染の恐れのある作業についてはゴム手袋を着用し慎重に行うこと。

## 5. 分析操作

操 作	備 考
1. 再処理海洋放出排水の場合 1) よく振りまぜて均一にした試料10mlをホールピペットを用い分取する。 2) 試料皿(50mm $\phi$ ステンレス製)に静かに注ぐ。 3) 赤外線ランプ乾燥器で完全に乾燥する。 4) デシケータ内で放冷し、測定試料とする。	1) 安全ピペットを用いて吸引すること。

操 作	備 考
5) G M式放射能測定装置で測定する。  ロ. その他の施設および一般排水の場合 1) よく振りまぜて均一にした試料適量をビーカーにとり、砂浴上で蒸発乾固させる。 2) ビーカーを1 M硝酸で洗い測定皿に少量ずつ移し、赤外線ランプ下で完全に乾燥する。 3) デシケーター内で放冷し、測定試料とする。	5) 測定は装置の「取扱い説明書」に従う。  1) 分取した試料に適量の硝酸を加える。有機物が存在する場合過塩素酸数滴と硝酸を加えて有機物分解させる。過塩素酸は完全に追い出すこと。

## 6. 計 算

$$\text{全}\beta = \left[ \left( \frac{N_s}{t_s} - \frac{N_b}{t_b} \right) \pm \left( \frac{N_s}{t_s^2} + \frac{N_b}{t_b^2} \right)^{\frac{1}{2}} \right] \times \frac{1}{2.22} \times \frac{1}{W} \times \frac{1}{E} \times 10^{-6} \quad (\mu\text{Ci}/\text{cm}^3)$$

ここで、

$N_s$  : 試料の全計数値

$t_s$  : 試料の計測時間 (分)

$N_b$  : 自然計数値

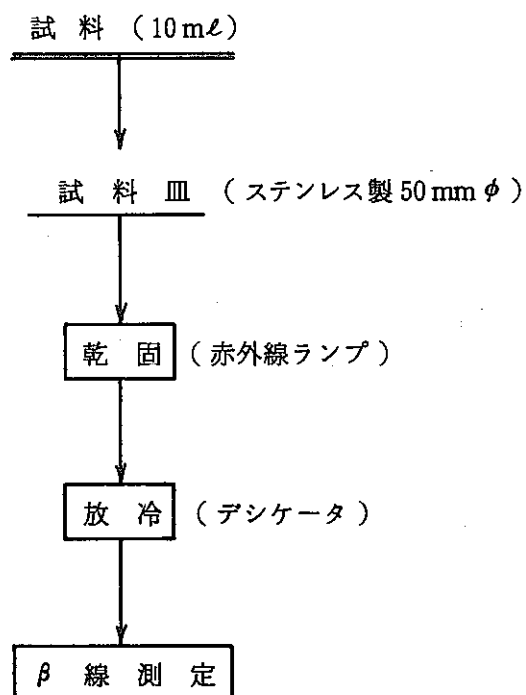
$t_b$  : 自然計数の計測時間 (分)

$W$  : 試料量 ( $\text{cm}^3$ )

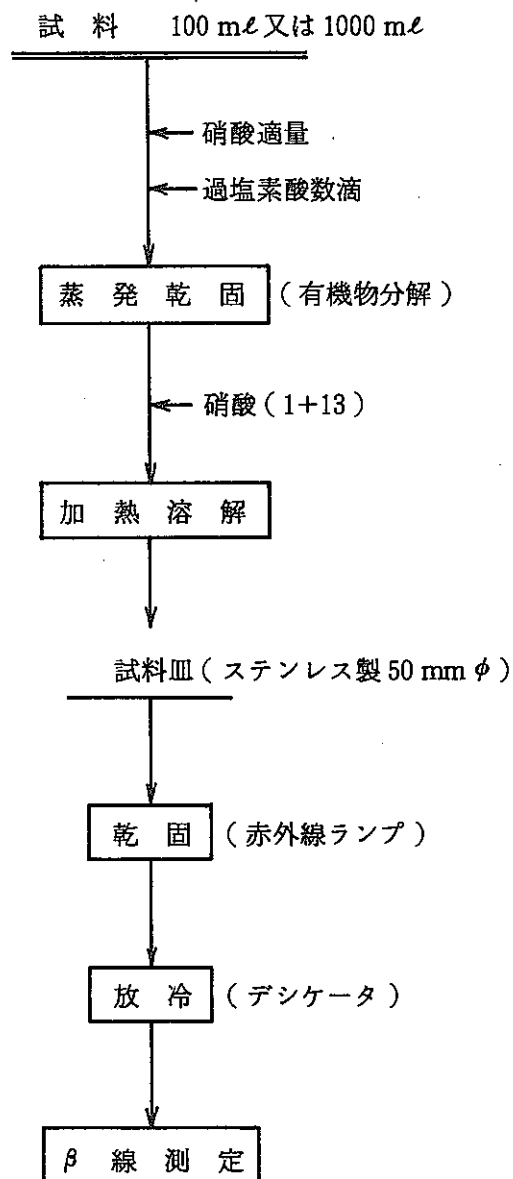
$E$  : 計数効率

## 7. 工程図

・再処理排水



・一般排水



排水中の $\gamma$ 線放射性核種分析法(Ge 検出器による $\gamma$ 線スペクトロメトリ)

## 1. 要 旨

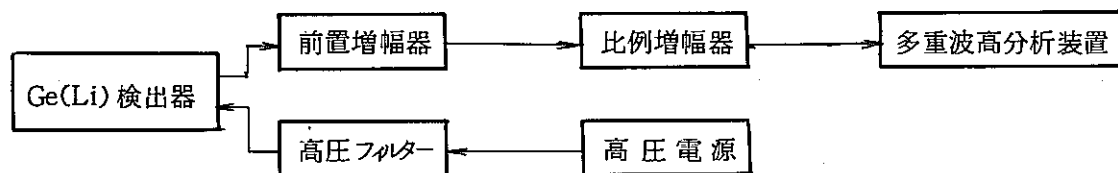
本法は、排水試料中の $\gamma$ 線放射性核種を Ge 検出器で測定し、光電ピーク面積法によって定量する方法である。

## 2. 適用範囲および分析精度

本法は排水中に $^{95}\text{Zr}$ 、 $^{95}\text{Nb}$ 、 $^{103}\text{Ru}$ 、 $^{106}\text{Ru}$ 、 $^{131}\text{I}$ 、 $^{134}\text{Cs}$ 、 $^{137}\text{Cs}$ 、 $^{141}\text{Ce}$  および $^{144}\text{Ce}$ が下記の濃度以上存在する場合に適用する。それぞれ 5,000 秒測定で信頼度 99.73 %の精度である。

核種	検出限界値目安値 $\mu\text{Ci}/\text{cm}^3$	核種	検出限界値目安値 $\mu\text{Ci}/\text{cm}^3$
$^{95}\text{Zr}$	$5 \times 10^{-7}$	$^{134}\text{Cs}$	$5 \times 10^{-7}$
$^{95}\text{Nb}$	$3 \times 10^{-7}$	$^{137}\text{Cs}$	$4 \times 10^{-7}$
$^{103}\text{Ru}$	$4 \times 10^{-7}$	$^{141}\text{Ce}$	$4 \times 10^{-7}$
$^{106}\text{Ru}$	$3.1 \times 10^{-6}$	$^{144}\text{Ce}$	$3.3 \times 10^{-6}$
$^{131}\text{I}$	$3.6 \times 10^{-7}$		

## 3. 試薬および装置



## Ge(Li) 検出器

型 式	CANBERRA 7229
検出器寸法	44.5 mm $\phi$ $\times$ 38 mmL (59.1 cc)
適正バイアス	+ 3,000 V
半値幅	2.1 KeV
相対効率	11 %

## 4. 安 全

- 1) 汚染の恐れのある作業についてはゴム手袋を着用し慎重に行うこと。
- 2) 電源電圧 (AC 100V) のコードの接続不良には十分注意する。
- 3) 液体チッ素の取り扱いには換気、ガス圧、火傷等十分注意する。

## 5. 分析操作

操 作	備 考
1) 試料を十分攪拌しながら正確に 50ml をビーカーにとる。	
2) 0.5 g の寒天粉末を加える。	
3) 寒天粉末が溶解するまでガラス棒で攪拌しながら加熱する。	3) ふきこばれないように注意する。
4) 試料をスチロール製容器に移し、アイスバスを用いて急冷しゲル状にする。	4) 攪拌しながら急冷する。 5～6分後にゲル状になる。
5) 容器に蓋をしてビニール袋に入れ密封する。	
6) Ge(Li) 半導体検出器で測定し、光電ピーク面積法によって定量する。	6) 測定は装置の「取扱い説明書」に従う。

## 6. 計 算

光電ピーク法による核種定量

- 1) 核種の定量の際、それぞれの核種について放出  $\gamma$  線が数多くある場合に用いるピークは  $\gamma$  線放出率が大きく、他のピークの妨害の少ないものを選ぶ必要がある。
- 2) 核種濃度  $C$  ( $\mu\text{Ci}/\text{cm}^3$ ) は次式によって求める。

$$C = \frac{NP}{3.7 \times 10^4 \cdot \epsilon_{\text{peak}} \cdot \eta \cdot M} \quad (1)$$

ここで、

NP : 正味のピーク部分の計数率 (cps)

 $\epsilon_{\text{peak}}$  : ピーク計数効率 (図1を参照のこと) $\eta$  : 着目したガンマ線の放出割合M : 試料の体積 ( $\text{cm}^3$ )

なお、正味のピーク部分の計数率 NP は(2)式を用いるが、そのピーク境界チャンネルは、低エネルギー側については計数値が上がり始める1つ手前のチャンネルを、高エネルギー側については計数値が次のチャンネルの計数値とほぼ等しくなるチャンネルを採用するものとする。計数値が小さくてその変動が激しくピーク境界が上記の方法で決めにくい場合には、図2で示した 1/10 幅に相当するチャンネル数をピークチャンネルより差し引いた (高エネルギー側境界の場合は「加えた」) 整数チャンネルをピーク境界とする。

NP は以下のように求めるものとする。

$$NP = \left\{ \sum_{i=a}^b Ni - \frac{1}{2} (Na + Nb) - \frac{1}{2} (Na + Nb) (b-a) \right\} / T \quad (2)$$



ここで、

Ni : i チャンネルの計数値

a : 低エネルギー側のピーク境界チャンネル

b : 高エネルギー側のピーク境界チャンネル

Na : a チャンネルの計数値

Nb : b チャンネルの計数値

T : 測定時間 (秒)

3) NP の標準偏差  $\sigma_{NP}$  は次のように表わされる。

$$\sigma_{NP} = \sqrt{\frac{\sum_{i=a}^b Ni + \frac{1}{2} (Na + Nb) + \left(\frac{b-a}{2}\right)^2 (Na + Nb)}{T^2}} \quad (3)$$

従って核種濃度 C の標準偏差  $\sigma_c$  は、

$$\sigma_c = \frac{\sigma_{NP}}{3.7 \times 10^4 \cdot \epsilon_{peak} \cdot \eta \cdot M} \quad (4)$$

もしバックグラウンドスペクトルに定量しようとするピークと同一エネルギー範囲にピークがある場合には、この奇与分を差し引かなければならない。バックグラウンドスペクトル中の正味のピーク部分の計数率を  $NP_{B.G.}$  とすると、核種濃度 C は

$$C = \frac{NP - NP_{B.G.}}{3.7 \times 10^4 \cdot \epsilon_{peak} \cdot \eta \cdot M} \quad (5)$$

その標準偏差  $\sigma_c$  は、

$$\sigma_c = \frac{1}{3.7 \times 10^4 \cdot \epsilon_{peak} \cdot \eta \cdot M} \sqrt{\sigma_{NP}^2 + \sigma_{NP(B.G.)}^2} \quad (6)$$

ここで標準偏差  $\sigma_{NP(B.G.)}$  はバックグラウンドスペクトルにおける  $\sigma_{NP}$  に対応するものとする。

それぞれの核種の計算式は次のようになる。

$${}^{95}\text{Zr} (\mu\text{Ci}/\text{cm}^3) = \frac{NP}{3.7 \times 10^4 \times 7.49 \times 10^{-3} \times 0.548 \times 50} = NP \times 1.32 \times 10^{-4}$$

$${}^{95}\text{Nb} (\mu\text{Ci}/\text{cm}^3) = \frac{NP}{3.7 \times 10^4 \times 7.40 \times 10^{-3} \times 0.998 \times 50} = NP \times 7.32 \times 10^{-5}$$

$${}^{103}\text{Ru} (\mu\text{Ci}/\text{cm}^3) = \frac{NP}{3.7 \times 10^4 \times 1.19 \times 10^{-2} \times 0.89 \times 50} = NP \times 5.10 \times 10^{-5}$$

$$\begin{array}{l} {}^{106}\text{Ru} (\mu\text{Ci}/\text{cm}^3) \\ 622.1 \text{ KeV} \end{array} = \frac{\text{NP}}{3.7 \times 10^4 \times 9.20 \times 10^{-3} \times 0.099 \times 50} = \text{NP} \times 5.93 \times 10^{-4}$$

$$\begin{array}{l} {}^{131}\text{I} (\mu\text{Ci}/\text{cm}^3) \\ 364.5 \text{ KeV} \end{array} = \frac{\text{NP}}{3.7 \times 10^4 \times 1.75 \times 10^{-2} \times 0.82 \times 50} = \text{NP} \times 3.77 \times 10^{-5}$$

$$\begin{array}{l} {}^{134}\text{Cs} (\mu\text{Ci}/\text{cm}^3) \\ 604.7 \text{ KeV} \end{array} = \frac{\text{NP}}{3.7 \times 10^4 \times 9.49 \times 10^{-3} \times 0.98 \times 50} = \text{NP} \times 5.80 \times 10^{-5}$$

$$\begin{array}{l} {}^{137}\text{Cs} (\mu\text{Ci}/\text{cm}^3) \\ 661.6 \text{ KeV} \end{array} = \frac{\text{NP}}{3.7 \times 10^4 \times 8.61 \times 10^{-3} \times 0.85 \times 50} = \text{NP} \times 7.39 \times 10^{-5}$$

$$\begin{array}{l} {}^{141}\text{Ce} (\mu\text{Ci}/\text{cm}^3) \\ 145.5 \text{ KeV} \end{array} = \frac{\text{NP}}{3.7 \times 10^4 \times 4.31 \times 10^{-2} \times 0.493 \times 50} = \text{NP} \times 2.54 \times 10^{-5}$$

$$\begin{array}{l} {}^{144}\text{Ce} (\mu\text{Ci}/\text{cm}^3) \\ 133.5 \text{ KeV} \end{array} = \frac{\text{NP}}{3.7 \times 10^4 \times 4.60 \times 10^{-2} \times 0.107 \times 50} = \text{NP} \times 1.10 \times 10^{-4}$$

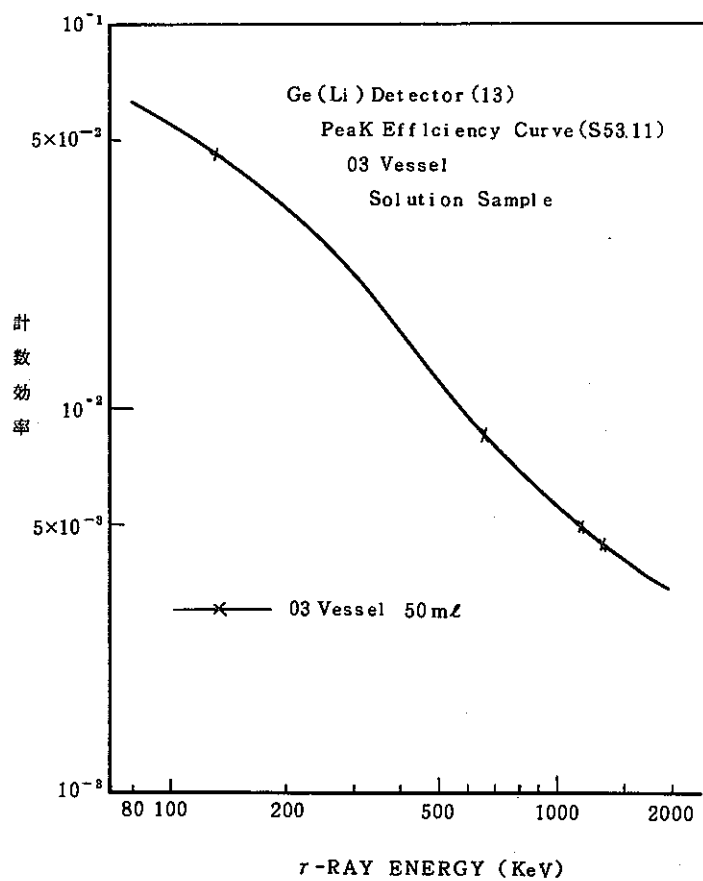


図1 ガンマ線エネルギーと计数効率との関係

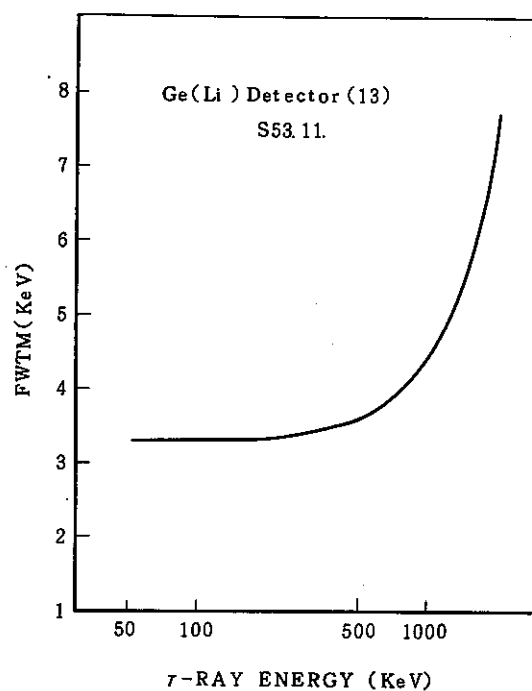
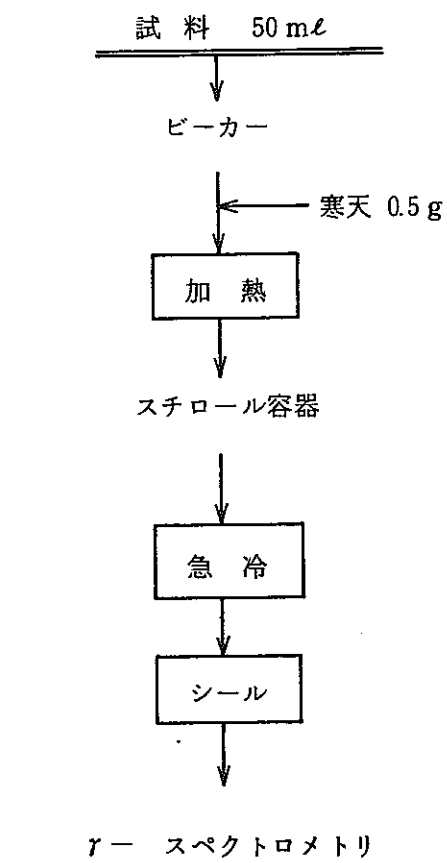


図2 ガンマ線エネルギーと FWTM との関係

## 7. 工程図



排水中の  $^{89}\text{Sr}$ ,  $^{90}\text{Sr}$  分析法

## 1. 要 旨

試料を分取し蒸発乾固ののち、有機物分解を行い、0.5 M HCl-0.02 M HF 溶液に溶解して陽イオン交換分離を行ない乾固後、0.1 M HNO<sub>3</sub> にてバイアルビンに移し、液体シンチレーションカウンターにて  $^{89}\text{Sr}$ ,  $^{90}\text{Sr}$ ,  $^{90}\text{Y}$  の  $\beta$  線を測定し、 $^{89}\text{Sr}$ ,  $^{90}\text{Sr}$  を定量する。

## 2. 適用範囲および分析精度

本法は  $^{89}\text{Sr}$  濃度が  $6 \times 10^{-8} \mu\text{Ci}/\text{cm}^3$ ,  $^{90}\text{Sr}$  濃度が  $3 \times 10^{-8} \mu\text{Ci}/\text{cm}^3$  以上の排水試料に適用できる。10 分間測定で信頼度 99.73 % である。

## 3. 試薬および装置

- 1) 0.5 M 塩酸 - 0.02 M フッ化水素酸溶液
- 2) 過塩素酸
- 3) 硝酸 ; 0.7 M, 1.2 M, 0.1 M
- 4) 陽イオン交換樹脂 ; 50 W×8 100 ~ 200 mesh (Dowex)
- 5) イオン交換カラム ; 図 1
- 6) 液体シンチレータ ; アクアゾル II
- 7) マイクロチューブポンプ ; MP - 1001 (東京理化器機)
- 8) 液体シンチレーションカウンター ; LSC - 651 (AloKA)

## 4. 安 全

- 1) 酸, アルカリ類の皮ふ, 眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないよう注意すること。
- 2) 汚染の恐れのある作業については慎重に行うこと。

## 5. 分析操作

操 作	備 考
1) 試料 200 ml をビーカーにとり蒸発乾固する。 2) HClO <sub>4</sub> を数滴加え, 有機物分解する。 3) 0.5 M 塩酸 - 0.02 M フッ化水素酸 10 ml で加温溶解する。	3) 過酸化水素水を 1 ~ 2 滴加えると溶解する。

操 作	備 考
4) 放冷後, あらかじめ樹脂をコンディショニングしたイオン交換カラムに, 3) の溶液をマイクロチューブポンプ流量 1.5 にてフィードする。ピーカを 0.5 M 塩酸—0.02 M フッ化水素酸 5 ml × 2 回で洗浄し, イオン交換カラムにフィードする。	4) 樹脂は陽イオン交換樹脂 50W × 8, 100~200 mesh 4ml をイオン交換カラムにつめ, 蒸留水約 100ml をマイクロチューブポンプにて流す。その後 3~4 M 塩酸約 100ml を同じく流し, 再び蒸留水を流しておく。
5) 0.5 M 塩酸—0.02 M フッ化水素酸 50ml をマイクロチューブポンプ流量 1.5 にて洗浄する。	5) マイクロチューブポンプ流量 1.5 (0.97 ml/min)
6) 0.7 M 硝酸 溶液 50ml を, 5) と同様に操作する。	
7) 1.2 M 硝酸 溶液 50ml を, 5) と同様に操作する。分離液は 100ml ピーカに受け, 蒸発乾固する。	7) この操作にて, Sr が分離するので 7) の操作開始時刻と終了時刻を控えておく。開始時刻と終了時刻の間を Sr の分離時刻とする。
8) 過塩素酸を数滴加え有機物分解する。	
9) 0.1 M 硝酸 8ml にて溶解し 20ml 用バイアルに移す。	
10) バイアルに液体シンチレータ (アクアゾル II) 12ml を加え, 全量を 20ml とする。	10) 同様に BG として 0.1 M 硝酸 8ml と液体シンチレータ 12ml をバイアルに入れる。
11) バイアルを湯浴にて 50℃ に加温し, 良く搅拌する。	
12) 放冷後, 液体シンチレーションカウンタにて $\beta$ 線測定する。	12) 測定開始時刻と終了時刻を控えておく。中間を測定時刻とする。
13) 7 日間放置後, 12) と同様に測定する。	13) 測定開始時刻と終了時刻を控えておく。

## 6. 計 算

$$\left\{ \begin{array}{l} \Sigma_1 = \frac{1}{T_s} (C_1 - B_1) \text{ cpm} \\ \Sigma_2 = \frac{1}{T_s} (C_2 - B_2) \text{ cpm} \end{array} \right.$$

$$^{89}\text{Sr} = e^{-\lambda_1 T_1} \equiv a$$

$$^{90}\text{Y} = 1 - e^{-\lambda_2 T_1} \equiv b$$

$$^{89}\text{Sr} = e^{-\lambda_1 T_2} \equiv c$$

$$^{90}\text{Y} = 1 - e^{-\lambda_2 T_2} \equiv d$$

$$\Sigma_1 = {}^{90}\text{Sr} (\epsilon_2 + b \epsilon_3) + {}^{89}\text{Sr} a \epsilon_1$$

$$\Sigma_2 = {}^{90}\text{Sr} (\epsilon_2 + d \epsilon_3) + {}^{89}\text{Sr} c \epsilon_1$$

$$1) \quad {}^{90}\text{Sr} = \frac{\Sigma_1 C - \Sigma_2 a}{(\epsilon_2 + b \epsilon_3) c - (\epsilon_2 + d \epsilon_3) a} \times \frac{1}{2.22} \times \frac{1}{200} \times \frac{1}{10^6}$$

( $\mu\text{Ci}/\text{cm}^2$ )

$$2) \quad {}^{89}\text{Sr} = \frac{\Sigma_1 - {}^{90}\text{Sr} (\epsilon_2 + b \epsilon_3)}{a \epsilon_1} \times \frac{1}{2.22} \times \frac{1}{200} \times \frac{1}{10^6}$$

( $\mu\text{Ci}/\text{cm}^3$ )

ここで、

- |               |                     |                                   |
|---------------|---------------------|-----------------------------------|
| {             | $C_1$ :             | 1 回目測定における試料の計数値                  |
|               | $C_2$ :             | 2 回目測定                   "        |
|               | $B_1$ :             | 1 回目測定における B.G の計数値               |
|               | $B_2$ :             | 2 回目測定                   "        |
|               | $\epsilon_1$ :      | ${}^{89}\text{Sr}$ の計数効率 (0.95)   |
|               | $\epsilon_2$ :      | ${}^{90}\text{Sr}$ "       (0.90) |
|               | $\epsilon_3$ :      | ${}^{90}\text{Y}$ "       (0.99)  |
|               | $T_1$ :             | 分離時刻から 1 回目測定までの経過時間              |
|               | $T_2$ :             | "       2 回目       "              |
|               | $\lambda_1$ :       | ${}^{89}\text{Sr}$ の壊変定数          |
| $\lambda_2$ : | ${}^{90}\text{Y}$ " |                                   |
| $T_s$ :       | 測定時間 (分)            |                                   |

### 3) 誤差

$$\sigma_{{}^{90}\text{Sr}} = \frac{\sqrt{\left(\frac{C}{T_s}\right)^2 \times (C_1 + B_1) + (C_2 + B_2) \times \left(\frac{a}{T_s}\right)^2}}{(\epsilon_2 + b \times \epsilon_3) \times c - (\epsilon_2 + d \times \epsilon_3) \times a} = \sigma_1$$

(dpm)

$$\sigma_{{}^{89}\text{Sr}} = \frac{\sqrt{\frac{(C_2 + B_2)}{T_s} + (\sigma_1)^2 \times (\epsilon_2 + b \times \epsilon_3)^2}}{a \times \epsilon_1}$$

(dpm)

よって

$$\sigma_{{}^{90}\text{Sr}} = \frac{\sqrt{\left(\frac{C}{T_s}\right)^2 \times (C_1 + B_1) + (C_2 + B_2) \times \left(\frac{a}{T_s}\right)^2}}{(\epsilon_2 + b \times \epsilon_3) \times c - (\epsilon_2 + d \times \epsilon_3) \times a} \times \frac{1}{2.22} \times \frac{1}{200} \times \frac{1}{10^6}$$

( $\mu\text{Ci}/\text{cm}^2$ )

$$\sigma_{{}^{89}\text{Sr}} = \frac{\sqrt{\frac{(C_2 + B_2)}{T_s} + (\sigma_1)^2 \times (\epsilon_2 + b \times \epsilon_3)^2}}{a \times \epsilon_1} \times \frac{1}{2.22} \times \frac{1}{200} \times \frac{1}{10^6}$$

( $\mu\text{Ci}/\text{cm}^3$ )

## 7. 参考文献及び解説

HASL - 300 "Procedures manual" NYO - 4700 (1972)

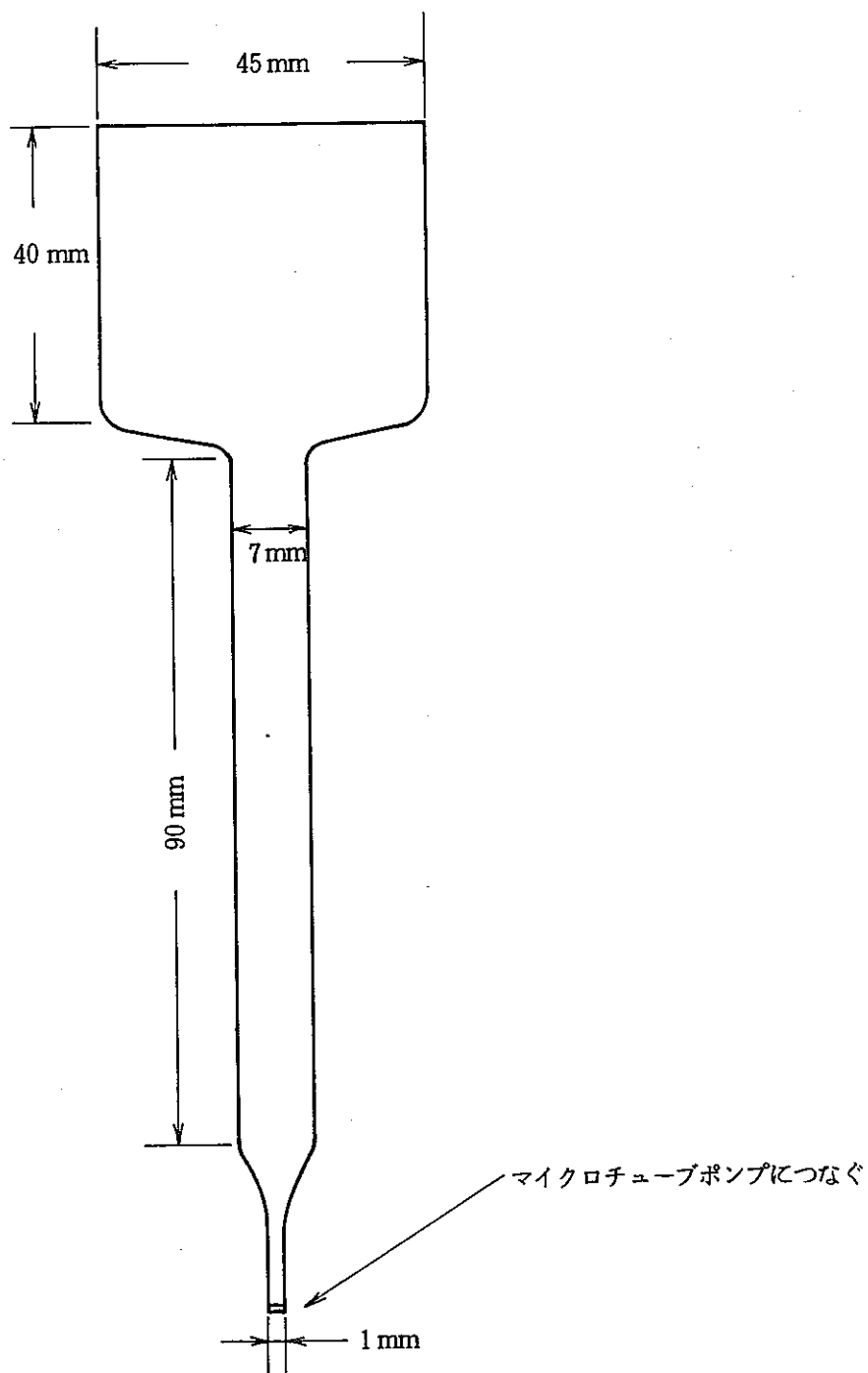
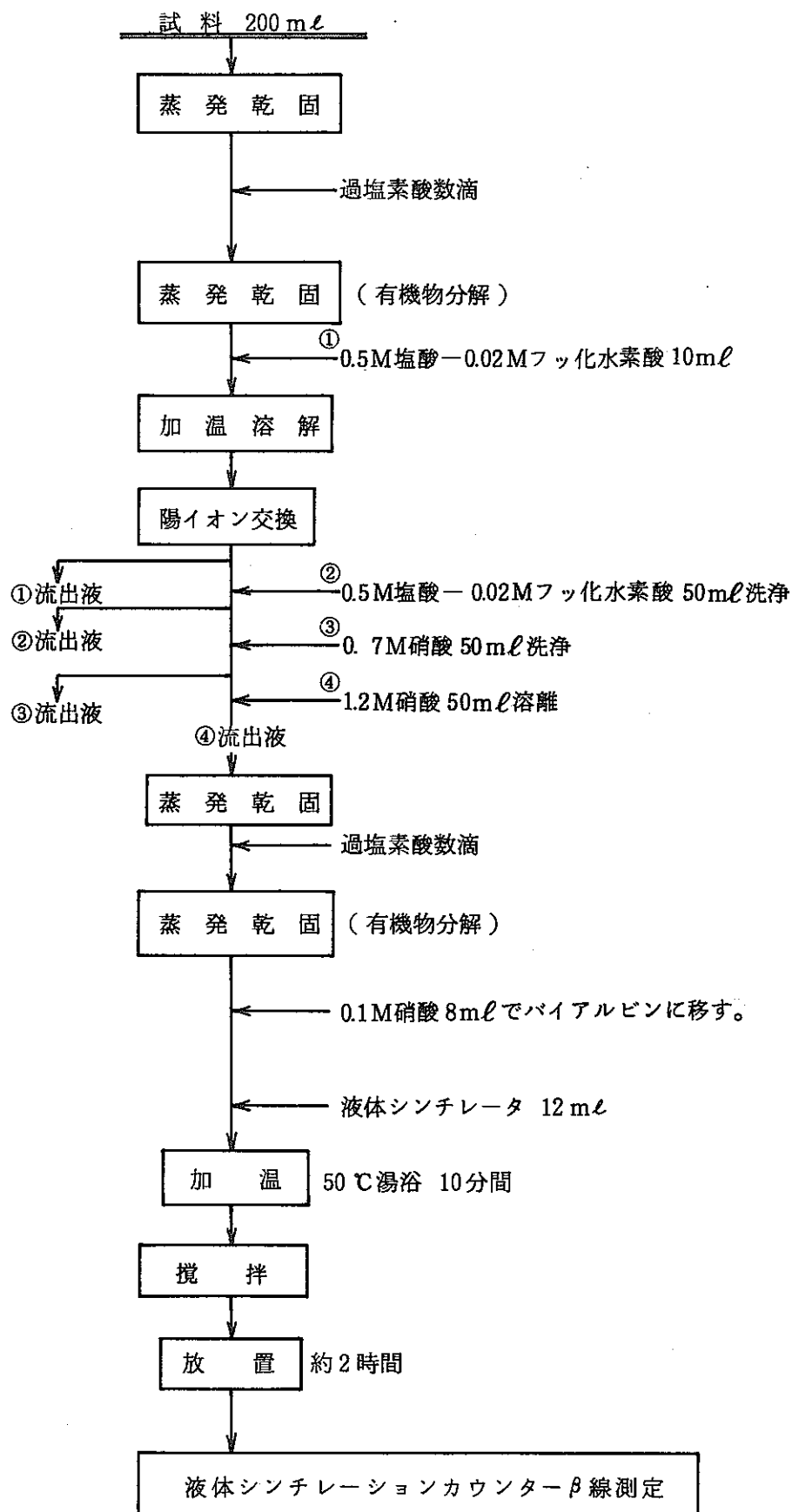


図1. イオン交換カラム



## 8. 工程図



## 排水中の $^{129}\text{I}$ 分析法

### 1. 要 旨

本法はFe, La, 共沈にて, Ru, Ce などをスカベンジしたあと,  $\text{PdI}_2$  の沈殿を生成させ,  $^{129}\text{I}$  の  $\gamma$  線を Ge 検出器で測定し, 光電ピーク面積法によって定量する方法である。

### 2. 適用範囲および分析精度

本法は  $^{129}\text{I}$  濃度が  $4 \times 10^{-8} \mu\text{Ci}/\text{cm}^3$  以上の排水試料に適用できる。50,000 秒測定で信頼度 99.73 %である。

### 3. 試薬および装置

- 1) Fe 担体溶液 (10mg/ml) : 特級  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  4.84g を  $\text{HCl}$  (1 + 11) 50ml で溶解し水で 100ml にする。
- 2) La 担体溶液 (10mg/ml) :  $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  5.35g を水で溶解して正確に 200ml にする。
- 3) I 担体溶液 (10mg/ml) : 特級 KI 1.308g を水に溶解して正確に 100ml にする。
- 4) Ce 担体溶液 (10mg/ml) :  $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  3.10g を水に溶解して正確に 100ml にする。
- 5) Ru 担体溶液 (10mg/ml) :  $\text{RuCl}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  2.0g を水に溶解して正確に 100ml にする。
- 6) Cs 担体溶液 (10mg/ml) :  $\text{CsCl}$  3.17g を水に溶解して正確に 250ml にする。
- 7)  $\text{PdSO}_4$  溶液 :  $\text{PdSO}_4$  1.0g を  $\text{HCl}$  (1 + 5) 100ml で溶解し水で 200ml にする。
- 8) 2 ~ 3 % NaOH 溶液
- 9) 1 %  $\text{NaHSO}_3$  溶液
- 10) マグネチックスターラ
- 11) Ge 半導体検出器
- 12) 波高分析装置

### 4. 安 全

- 1) 酸類, アルカリ類の皮ふ, 眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。
- 2) 汚染の恐れのある作業についてはゴム手袋を着用し慎重に行うこと。

## 5. 分析操作

操 作	備 考
1) 試料 200ml をビーカーにとる。 2) Fe, La, I, Cs, Ce, Ru の担体溶液を各 1ml 加えよく攪拌する。 3) 1% NaHSO <sub>3</sub> 溶液を 2 ml 加える。 4) マグネチックスターラにて攪拌しながら 2 ~ 3 % NaOH 溶液を加えて PH を 9 以上にし、水酸化物の沈殿をつくる。 5) ミリポアフィルター 0.45 μ で吸引ろ過しろ液は 500 ml コニカルビーカーに受け沈殿はすてる。 6) コニカルビーカーを砂浴上で加熱沸騰する。 7) 放冷後良く攪拌しながら PdSO <sub>4</sub> 溶液 3 ml を加え PdI <sub>2</sub> の沈殿を生成させ加温熟成する。 8) 放冷後ミリポアフィルター 3 μ で吸引ろ過しフィルターをプラスチック容器に移しシールする。 9) <sup>129</sup> I の γ 線を Ge 半導体検出器で測定し光電ピーク法によって定量する。	3) ヨウ素を I <sup>-</sup> に調製する。 4) 沈殿がビーカーの底に沈むまで静置する。 9) 測定は波高分析装置の取扱い説明書にしたがう。

## 6. 計 算

光電ピーク法による核種の定量

- 1) 核種の定量の際、それぞれの核種について放出ガンマ線が数多くある場合には定量に用いるピークはガンマ線放出率が大きく、他のピークの妨害の少ないものを選ぶ必要がある。
- 2) 核種濃度 C (μCi/cm<sup>3</sup>) は次式によって求める。

$$C = \frac{NP}{3.7 \times 10^4 \cdot \epsilon_{\text{peak}} \cdot \eta \cdot M} \quad (1)$$

ここで、

NP : 正味のピーク部分の計数率 (cps)

 $\epsilon_{\text{peak}}$  : ピーク計数効率 $\eta$  : 着目したガンマ線の放出割合M : 試料の重量又は体積 (cm<sup>3</sup>)

なお、正味のピーク部分の計数率 NP は (2) 式を用いるが、そのピーク境界チャンネルは、低エネルギー側については計数値が上がり始める 1 つ手前のチャンネルを、高エネルギー側については計数値が次のチャンネルの計数値とほぼ等しくなるチャンネルを採用するものとする。

計数値が小さくてその変動が激しくピーク境界が上記の方法で決めにくい場合には、 $1/10$  幅に相当するチャンネル数をピークチャンネルより差し引いた（高エネルギー側境界の場合は「加えた」）整数チャンネルをピーク境界とする。

NP は以下のように求めるものとする。

$$NP = \left\{ \sum_{i=a}^b Ni - \frac{1}{2} (Na + Nb) - \frac{1}{2} (Na + Nb) (b - a) \right\} / T \quad (2)$$

ここで、

Ni : i チャンネルの計数値

a : 低エネルギー側のピーク境界チャンネル

b : 高エネルギー側のピーク境界チャンネル

Na : a チャンネルの計数値

Nb : b チャンネルの計数値

T : 測定時間 (秒)

3) NP の標準偏差  $\sigma_{NP}$  は次のように表わされる。

$$\sigma_{NP} = \sqrt{\frac{\sum_{i=a}^b Ni + \frac{1}{2} (Na + Nb) + \left(\frac{b-a}{2}\right)^2 (Na + Nb)}{T^2}} \quad (3)$$

従って核種濃度 C の標準偏差  $\sigma_c$  は、

$$\sigma_c = \frac{\sigma_{NP}}{3.7 \times 10^4 \cdot \epsilon_{peak} \cdot \eta \cdot M} \quad (4)$$

もしバックグラウンドスペクトルに定量しようとするピークと同一エネルギー範囲にピークがある場合には、この寄与分を差し引かなければならない。バックグラウンドスペクトル中の正味のピーク部分の計数率を  $NP_{B.G.}$  とすると、核種濃度 C は、

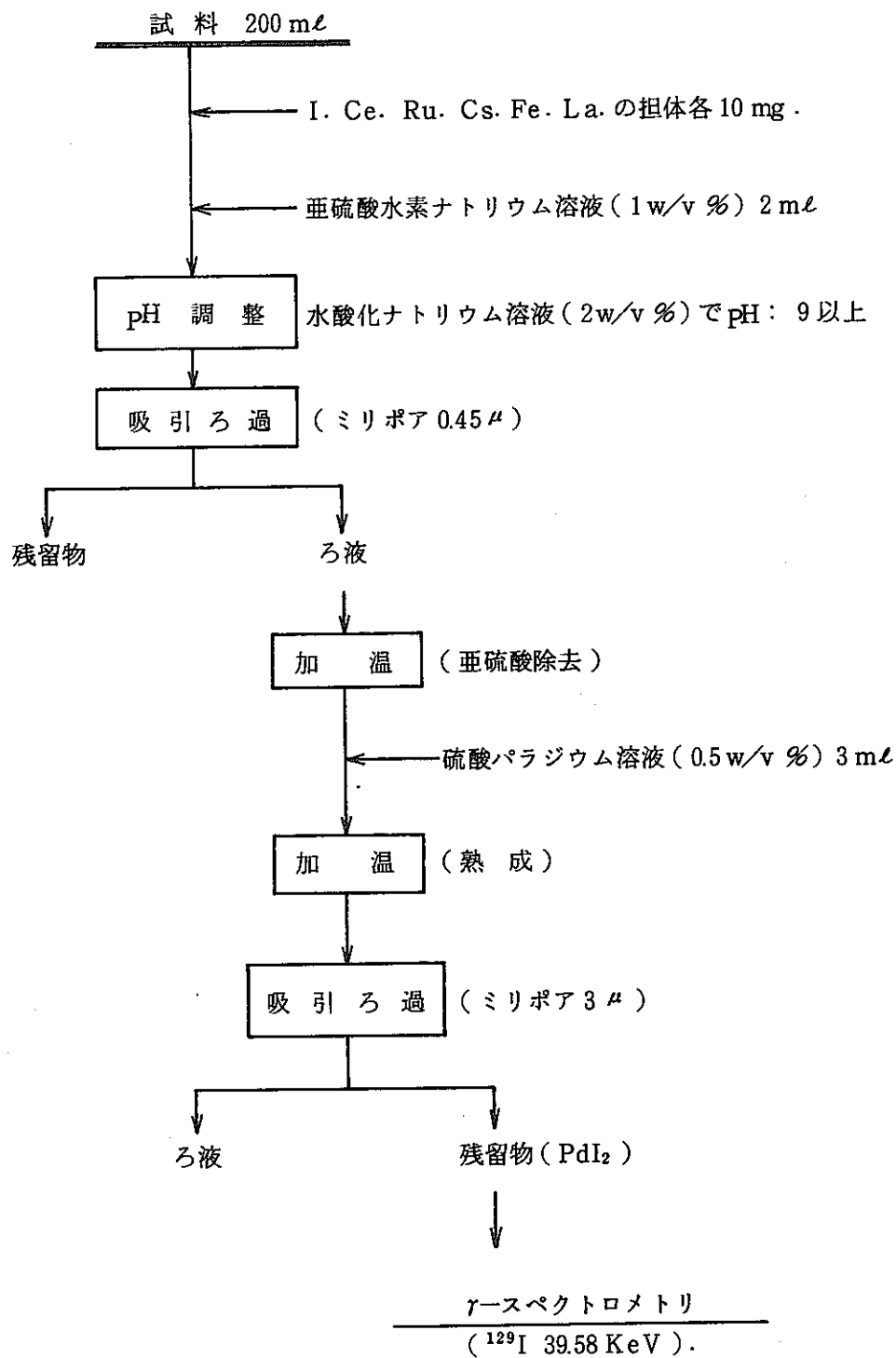
$$C = \frac{NP - NP_{B.G.}}{3.7 \times 10^4 \cdot \epsilon_{peak} \cdot \eta \cdot M} \quad (5)$$

その標準偏差  $\sigma_c$  は、

$$\sigma_c = \frac{1}{3.7 \times 10^4 \cdot \epsilon_{peak} \cdot \eta \cdot M} \sqrt{\sigma_{NP}^2 + \sigma_{NP(B.G.)}^2} \quad (6)$$

ここで標準偏差  $\sigma_{NP(B.G.)}$  はバックグラウンドスペクトルにおける  $\sigma_{NP}$  に対応するものとする。

## 7. 工程図



## 排水中のトリチウム分析法

## 1. 要 旨

試料を測定用バイアルビンにとり、液体シンチレータを加え、よく振り混ぜたのち、液体シンチレーションカウンターにより、トリチウムの $\beta$ 線 ( $\beta_{\max}$  18 keV) を測定する。

## 2. 適用範囲および分析精度

本法はトリチウムの濃度が  $1 \times 10^{-4} \mu\text{Ci}/\text{cm}^3$  以上の排水試料に適用できる。試料量 1 ml, 測定時間 1 分で信頼度 99.73 % である。

## 3. 試薬および装置

- 1) 液体シンチレータ ; アクアゾル II または同等の性質を有するもの
- 2) トリチウム標準液 ; RCC (Radiochemical Center, U. K.) 製標準液
- 3) シンチレーションバイアル ; 容量 20 ml 低カリガラス
- 4) 液体シンチレーションカウンター ; Aloka 製 LSC-651 型または同等の性能を有するもの

## 4. 安 全

- 1) 酸、アルカリ類の皮ふ、眼への飛散及び濃厚ガスの吸入等のないように注意する。
- 2) 汚染の恐れのある作業についてはゴム手袋を着用し慎重に行うこと。

## 5. 分析操作

操 作	備 考
1) 試料 1 ml を正確にバイアルに取り、シンチレータ 15 ml を加える。キャップをしてよく振り混ぜる。	1) 液が浸み出さないようしっかりとキャップをすること。
2) バイアルの外壁をよく拭いから液体シンチレーションカウンターによりトリチウムの $\beta$ 線を測定する。	2) 測定器の使用については、備え付けの取扱い説明書によること。クエンチング補正用標準線源としては、測定器に備え付けのもの、または精度の高い分析が必要な場合は、3H標準溶液と使用しているシンチレータで新たに作成する。
3) 試料および標準線源と同時に純水 1 ml をバイアルに入れ、これにシンチレータ 15 ml を加えブランク試料として測定する。	

## 6. 計 算

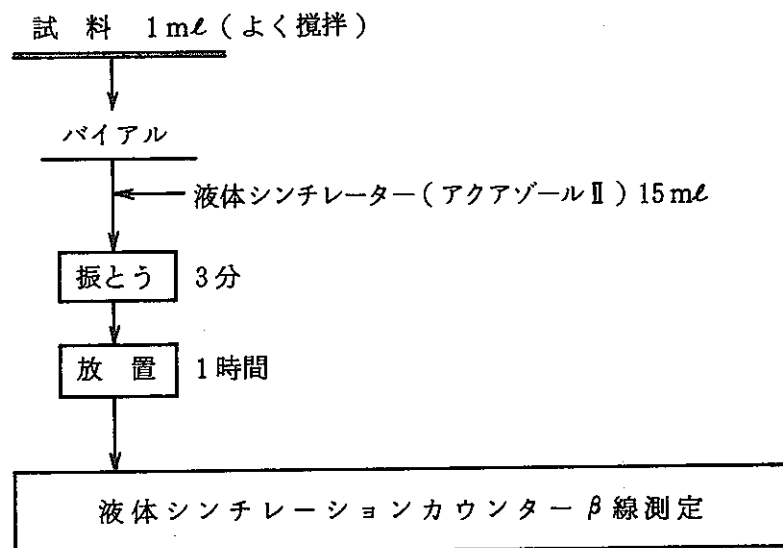
$$\text{トリチウム濃度 } (\mu\text{Ci}/\text{cm}^3) = \left( \frac{A_S}{T_S \times E_S} - \frac{A_B}{T_B \times E_B} \right) \times \frac{100}{2.22} \times \frac{1}{10^6}$$

ただし

 $A_S$  ;  $T_S$  (min.) における試料の計数 $A_B$  ;  $T_B$  (min.) におけるブランク試料の計数 $E_S$  ; 試料の計数効率 (%) $E_B$  ; ブランク試料の計数効率 (%) $T_S$  ; 試料の測定時間 (min.) $T_B$  ; ブランク試料の測定時間 (min.)

$$\text{標準偏差 ; } \sigma_c (\mu\text{Ci}/\text{cm}^3) = \sqrt{\frac{A_S}{T_S^2 \times E_S^2} + \frac{A_B}{T_B^2 \times E_B^2}} \times \frac{100}{2.22} \times \frac{1}{10^6}$$

## 7. 工程図



## 排水中のウラン分析法

### 1. 要 旨

試料を蒸発乾固し、硝酸、過塩素酸で有機物分解を行う。次に硝酸系陰イオン交換法により、プルトニウム、トリウムを除去し、TBP抽出法でウランを分離してステンレス板に電着する。シリコン半導体検出器を接続した $\alpha$ 線波高分析器で測定し定量する。

### 2. 適用範囲および分析精度

本法はウランの濃度が $1 \times 10^{-9} \mu\text{Ci}/\text{cm}^3$ 以上の排水試料に適用できる。15時間測定で信頼度99.73%である。

### 3. 試薬および装置

- 1)  $^{232}\text{U}$ 標準溶液 ; 10dpm/ml 程度のものを用いる。
- 2) 硝酸 (3+10), (3+2)
- 3) 過塩素酸
- 4) 硝酸 (1+9)
- 5) アンモニア水 (1+1)
- 6) 過酸化水素水
- 7) チモールブルー指示薬 ; チモールブルー 100mg をエチルアルコール 20ml に溶解し、水で 100ml にする。
- 8) 50% TBP-キシレン溶液
- 9) 炭酸アンモニウム溶液 ; 炭酸アンモニウム 50g を水 500ml に溶解しアンモニア水 165ml を加え、水で 1ℓ にする。
- 10) 陰イオン交換樹脂 ; (イ)ダイヤイオン SA# 100 (100~200 mesh Cl形)あるいはDowex 1×8 (100~200 mesh Cl形)を次のようにコンデショニングする。
  - (1) 樹脂 500ml を 3ℓ のビーカーに入れ、2ℓの水を加えてよく攪拌する。静置し樹脂が沈降したら上澄をデカンテーションにより除く。この操作を3回繰返す。
  - (2) 水酸化ナトリウム溶液 (120g NaOH 1ℓ) を 1ℓ 加えよく攪拌する。上澄液をデカンテーションにより除く。
  - (3) 1ℓの水を加えよく攪拌する。上澄液をデカンテーションにより除く。
  - (4) 塩酸 (1+1) 2ℓを加えよく攪拌する。上澄液をデカンテーションにより除く。
  - (5) (1)の要領で樹脂を水洗する。





操 作	備 考
9) 放冷後硝酸 (3 + 10) 10ml で 100ml 分液ロートに移し TBP-キシレン 15ml を加え 2 分間振とうする。	9) ウランは有機相へ抽出される。TBP-キシレン溶液を使用する際は引火源のないフードの前で行うこと。
10) 2 分間放置後水相を別の分液ロート (あらかじめ TBP-キシレン 15ml を入れておく) に移し 2 分間振とうする。	
11) 2 分間放置後水相は捨て有機相を最初の分液ロートに合せる。硝酸 (3 + 10) 20ml を加え 2 分間振とうする。	
12) 2 分間放置後水相を捨て、炭酸アンモニウム溶液 20ml を加え 2 分間振とうする。	12) ウランは水相へ逆抽される。炭酸アンモンで逆抽するときは軽く手で振ってガス抜きをした後 2 分間振とうする。
13) 2 分間放置後、水相を 100ml ビーカにとり有機相に炭酸アンモニウム溶液 20ml を加え 2 分間振とうする。	14) 有機相を貯留する場合は水で十分洗浄 (酸を除く) 後、定められた容器に入れる。燃焼処理や蒸発処理を行ったり水と共に排出してはならない。
14) 2 分間放置後、水相を 100ml ビーカに合せ蒸発乾固する。有機相は定められた容器へ貯留する。	
15) 過塩素酸数滴を加え白煙が生じなくなるまで蒸発乾固する。	
16) 硫酸 (1 + 9) 5 ml を加え加熱溶解する。	
17) 放冷後、チモールブルー 1 滴を加える。次に溶液が黄色に変色するまでアンモニア水 (1 + 1) を滴加する。	18) pH 約 2 に調整される。
18) 硫酸 (1 + 9) 3 滴を正確に加える。	
19) 電着板をセットした電着セルに少量の水を用いて移す。	
20) 電着装置に電着セルをセットし DC 1A で 4 時間通電する。	
21) 電着セルを取りはずす前にアンモニア水 2 滴を加え 1 分間通電する。	
22) 電着装置から電着セルを取りはずし、電解液を捨てる。セル内を水で十分洗浄したのち電着板を取りはずす。	

操 作	備 考
23) 電着板を水でよく洗いドライヤーで乾燥する。ヒーター上で10分間赤熱する。	
24) あらかじめ調整してある波高分析器でシリコン半導体検出器を用い真空中で電着されたウランを測定する。測定時間は15時間以上行なう。	24) 波高分析器は <sup>232</sup> U, <sup>234</sup> U, <sup>235</sup> U, <sup>238</sup> Uの標準試料で校正し、ウランの測定範囲を決めておく。またバッククラウンドもあらかじめ15時間以上測定しておく。
25) 標準ウラン線源と同じチャンネル範囲の計数(S <sub>1</sub> , S <sub>2</sub> )を読みとり計算する。データの読み出しは、組込のプリンタで行う。	(B <sub>1</sub> , B <sub>2</sub> )
26) 次式に従ってウランを定量する。	25) 波高分析器の取扱い説明書に従う。

## 6. 計 算

$$\text{ウラン濃度 (pCi/ml)} A = \frac{\frac{S_1}{t} - \frac{B_1}{t_b}}{\frac{S_2}{t} - \frac{B_2}{t_b}} \cdot K \cdot \frac{1}{2.22} \cdot \frac{1}{W}$$

$$\sigma A = A \cdot \sqrt{\frac{S_1 t_b^2 + B_1 t^2}{(S_1 t_b - B_1 t)^2} + \frac{S_2 t_b^2 + B_2 t^2}{(S_2 t_b - B_2 t)^2} + \left(\frac{\sigma K}{K}\right)^2}$$

$$Y = \frac{\frac{S_2}{t} - \frac{B_2}{t_b}}{\frac{f}{100} \cdot K} \cdot 100$$

A : ウラン放射能濃度 (pCi/ml)

 $\sigma_A$  : ウラン放射能濃度の誤差 (pCi/ml)

K : スパイクした U-232 量 (dpm)

 $\sigma_K$  : スパイクした U-232 量誤差 (dpm)

t : 試料測定時間 (分)

 $t_b$  : B. G 測定時間 (分)S<sub>1</sub> : 試料測定におけるウランチャンネル計数値 (counts)S<sub>2</sub> : 試料測定における U-232 チャンネル計数値 (counts)B<sub>1</sub> : B. G 測定におけるウランチャンネル計数値 (counts)B<sub>2</sub> : B. G 測定における U-232 チャンネル計数値 (counts)

Y : 回収率 (%)

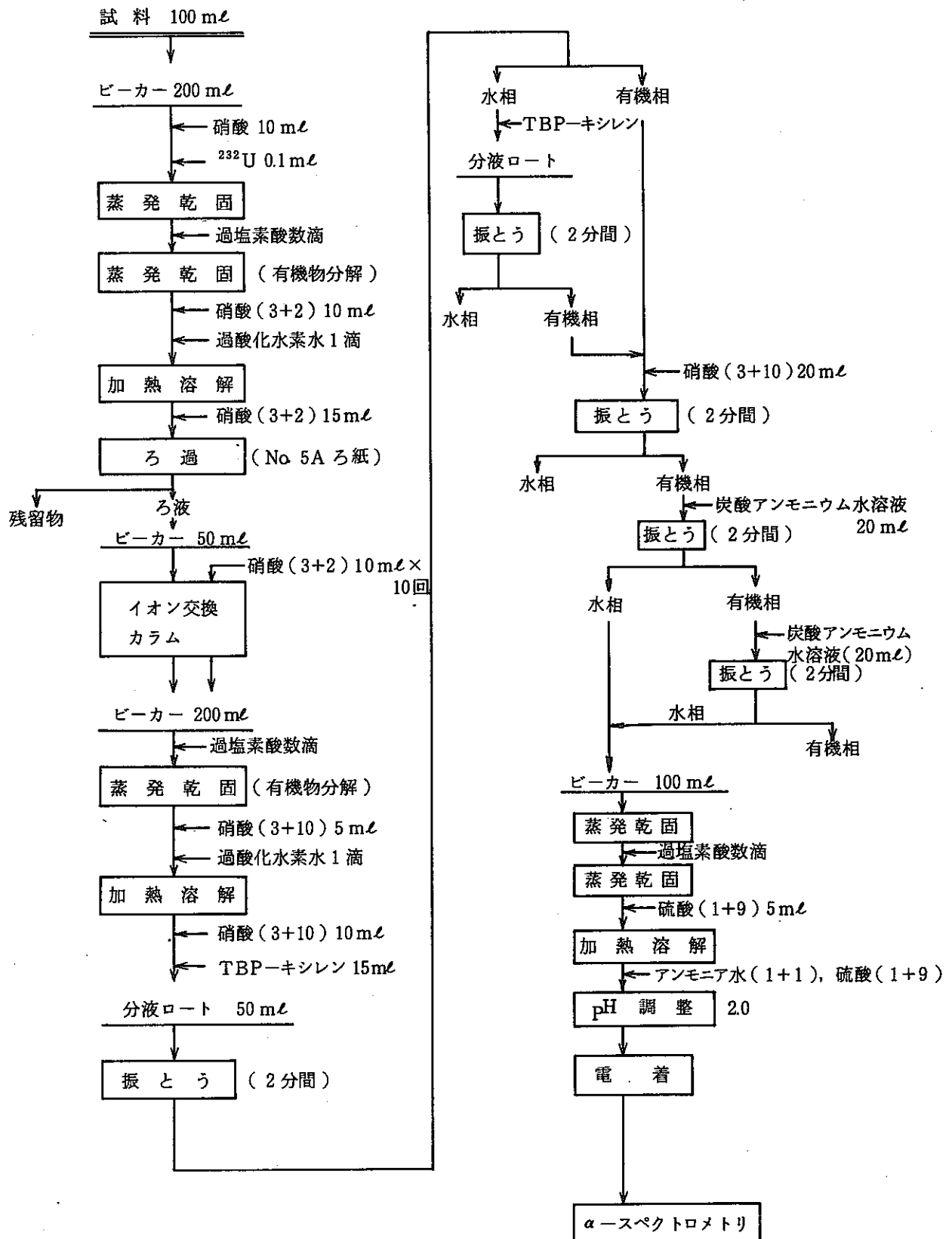
f : 計数効率 (%)

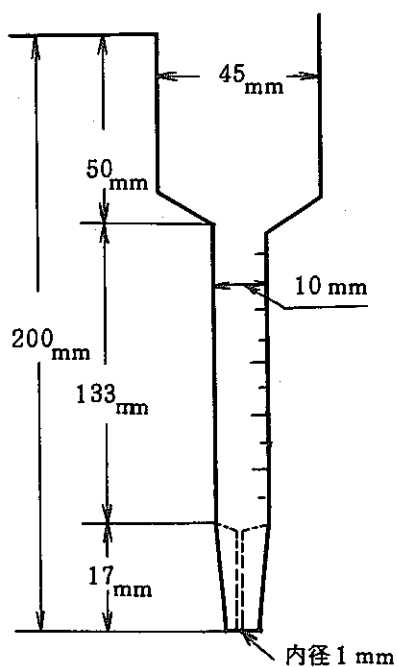
W : 試料量 (ml)

## 7. 解説および文献

- (1) 井上義和, 阪上正信 ; Journal of Radiation Research 11-2, 98 ~ 106 (1970)
- (2) Norton Y. Chu ; Anal. Chem, 43(3), 449 (1971)

## 8. 工程図

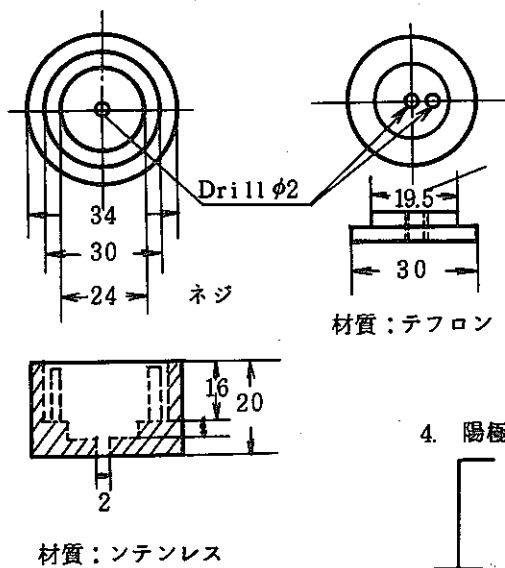
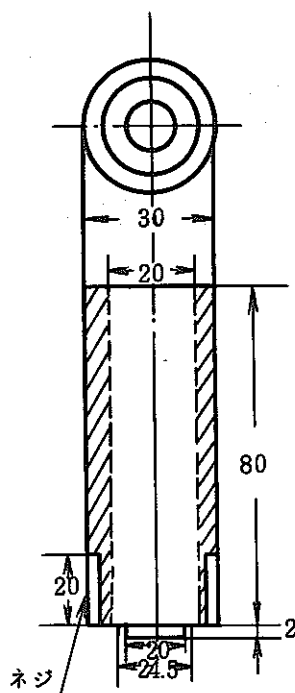




1. 電着筒

2. 電着台

3. 上蓋



材質: テフロン

4. 陽極

材質: 白金線

5. 組立図

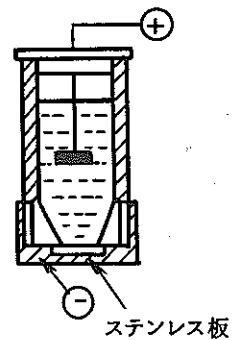
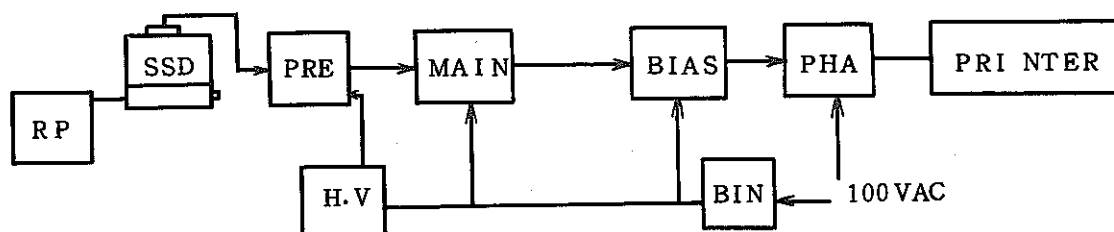


図2 電着セル

図3  $\alpha$ 線スペクトロメータ

PHA : 多重波高分析器

RP : 真空ポンプ

PRE : PRE AMP

MAIN : MAIN AMP

SSD : 検出器および真空容器 : 有感面積  $450\text{mm}^2$ ,

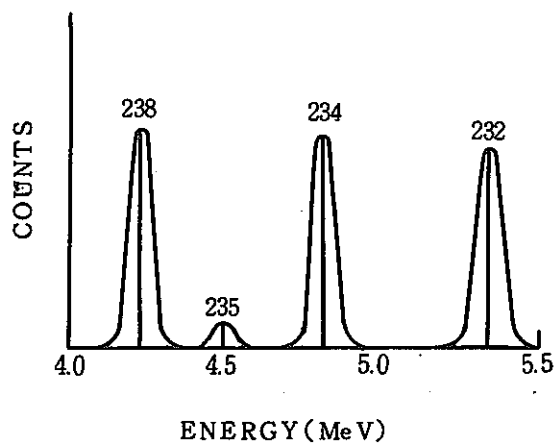
FWHM 25keV 程度の検出器を使用

HV : 検出器用高圧電源

BIN : 低圧電源付筐体

## 〔ウランの同位体〕

ウランには15の同位体があり、このうち $^{232}\text{U}$ ,  $^{234}\text{U}$ ,  $^{235}\text{U}$ ,  $^{238}\text{U}$ が主要な $\alpha$ 放射体である。これらの測定スペクトルは大略右図のようになる。



## 排水中のプルトニウム分析法

## (TOA-キシレン抽出法)

## 1. 要 旨

試料を蒸発乾固し、硝酸、過塩素酸で有機物分解を行う。次に硝酸で溶解し TOA 抽出法でプルトニウムを分離したのちステンレス板上に電着する。シリコン半導体検出器を接続した  $\alpha$  線波高分析器で測定し定量する。

## 2. 適用範囲および分析精度

本法はプルトニウムの量が  $5 \times 10^{-10} \mu\text{Ci}/\text{cm}^3$  以上の試料に適用する。この場合の計測時間は 15 時間、信頼度 99.73 % である。

## 3. 試薬および装置

- 1)  $^{236}\text{Pu}$  標準溶液 ; 10 dpm/ml 程度のものを用いる。
- 2) 硝酸 (3 + 2)
- 3) 塩酸 (7 + 3)
- 4) 硫酸 (1 + 9)
- 5) 過酸化水素水
- 6) 過塩素酸
- 7) アンモニア水 (1 + 1)
- 8) チモールブルー指示薬 ; チモールブルー 100mg をエチルアルコール 20ml に溶解し、水で 100 ml にする。
- 9) 10% TOA-キシレン溶液 ; TOA (Tri-n-octylamine) 100ml をキシレン 900ml に溶解する。使用する直前に  $\text{HNO}_3$  (3 + 2) の等量で予備平衡を行う。
- 10) ヨウ化水素酸-塩酸混合溶液 (HI : 0.1M, HCl : 8 M) ; ヨウ化水素酸 (57%) 13.6ml と塩酸 708ml を混合し水で正確に 1 l にする。
- 11) 分液ロート ; 100ml
- 12) 電着セル ; 図 1
- 13) 電着板 ; 厚さ 1 mm, 直径 24.5 mm SUS 304 ステンレス板, 希硝酸で煮沸洗浄しておく。
- 14) 電着装置
- 15)  $\alpha$  線波高分析器 ; 図 2



## 4. 安全

- 1) 酸類, アルカリ類の皮ふ, 眼への飛散または濃厚ガスの吸入などのないように注意する。
- 2) 汚染の恐れのある作業についてはゴム手袋を着用し慎重に行うこと。
- 3) TOA-キシレン溶液の使用に際しては火気に充分注意し, 引火源のないフード前で使用する。  
使用後のTOA-キシレンは水で十分洗い酸を取りのぞいたのち定められた容器に貯留すること。

## 5. 分析操作

操 作	備 考
1) 試料 100ml をビーカーにとり $^{236}\text{Pu}$ 標準溶液 0.1ml, 硝酸 10ml を加え蒸発乾固する。	1) 試料をよく振りまぜてから採取し $^{236}\text{Pu}$ は正確に加えること。
2) 過塩素酸数滴を加え, 白煙が生じなくなるまで加熱する。	
3) 硝酸 (3+2) 10ml, 過酸化水素水 1 滴を加え加熱溶解する。	
4) 放冷後 Na 5 A ろ紙でろ過し, ろ液は分液ロート (100ml) に受ける。	
5) 10 % TOA-キシレン溶液 15ml を加え 2 分間振とうし, 2 分間放置する。	5) プルトニウム, トリウム, ウラン等が有機相に抽出する。 TOA-キシレンを使用する際は引火源のないフード前で行うこと。
6) 水相を別の分液ロート (あらかじめ 10 % TOA-キシレン溶液 15ml を入れておく) に移し 2 分間振とうする。2 分間放置後水相は捨てる。	
7) 有機相を最初の分液ロートに合せ, 硝酸 (3+2) 20ml を加える。2 分間振とうする。	
8) 2 分間放置後, 水相は捨てる。塩酸 (7+3) 20ml を加え, 2 分間振とうする。	
9) 2 分間放置後, 水相は捨てる。塩酸 (7+3) 20ml を加え, 2 分間振とうする。	9) この操作を 2 度繰返し, トリウムを完全に除去する。
10) 2 分間放置後, 水相は捨てる。次にヨウ化水素酸-塩酸混合液 20ml を加え 2 分間振とうする。	11) プルトニウムは水相へ逆抽出される。
11) 2 分間放置後, 水相を 100ml ビーカーにとる。有機相にヨウ化水素酸-塩酸混合液 20ml を加え 2 分間振とうする。	12) 有機相を貯留する場合は水で十分洗浄 (酸を除く) 後, 定められた容器に入れる。燃焼処理や蒸発処理を行ったり水と共に排出してはならない。
12) 2 分間放置後, 水相を 100ml ビーカーに合せる。有機相は定められた容器へ貯留する。	

操 作	備 考
13) 水相を蒸発乾固する。過塩素酸数滴を加え、白煙が生じなくなるまで蒸発乾固する。	
14) 硫酸(1+9) 5ml を加え加熱溶解する。	
15) 放冷後チモールブルー 1 滴を加え溶液が黄色になるまでアンモニア水(1+1)を滴加する。	
16) 硫酸(1+9) 3 滴を滴加する。	16) pH 2 に調整される。
17) 電着板をセットした電着セルに少量の水を用いて移す。	
18) 電着装置に電着セルをセットし DC 1A で 4 時間通電する。	
19) 電着セルを取りはずす前にアンモニア水 2 滴を加え 1 分間通電する。	
20) 電着装置から電着セルをはずし、電解液を捨てる。セル内を水で十分洗浄したのち、電着板を取りはずす。	
21) 電着板を水でよく洗いドライヤーで乾燥する。ヒーター上で 10 分間赤熱する。	
22) あらかじめ調整してある波高分析器でシリコン半導体検出器を用い真空中で電着されたプルトニウムを測定する。測定時間は 15 時間以上行なう。	22) 波高分析器は $^{236}\text{Pu}$ , $^{238}\text{Pu}$ , $^{239}\text{Pu}$ の標準試料で校正し、プルトニウムの測定範囲を決めておく。またバックグラウンドもあらかじめ 15 時間以上測定しておく。(B <sub>1</sub> , B <sub>2</sub> )
23) 標準プルトニウム線源と同じチャンネル範囲の計数(S <sub>1</sub> , S <sub>2</sub> )を読みとり計算する。データの読み出しは組込のプリンタで行う。	
24) 次式に従ってプルトニウムを定量する。	24) 波高分析器の取扱い説明書に従う。

## 6. 計 算

$$^{239, 240}\text{Pu} \text{ (pCi/ml) } A = \frac{\frac{S_1}{t} - \frac{B_1}{t_b}}{\frac{S_2}{t} - \frac{B_2}{t_b}} \cdot K \cdot \frac{1}{2.22} \cdot \frac{1}{W}$$

$$\sigma_A = A \cdot \sqrt{\frac{S_1 t_b^2 + B_1 t^2}{(S_1 t_b - B_1 t)^2} + \frac{S_2 t_b^2 + B_2 t^2}{(S_2 t_b - B_2 t)^2} + \left(\frac{\sigma_K}{K}\right)^2}$$

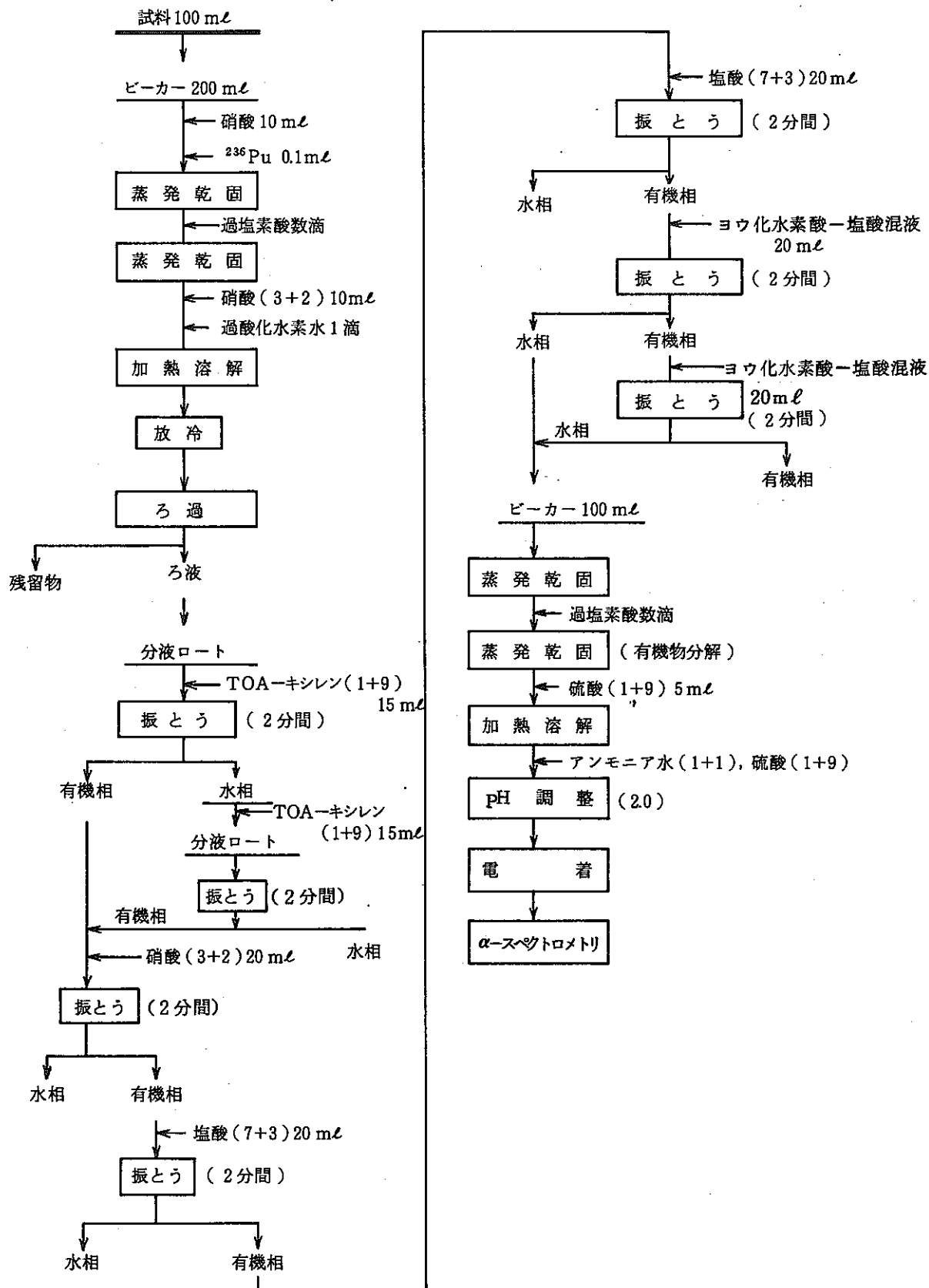
$$Y = \frac{\frac{S_2}{t} - \frac{B_2}{t_b}}{\frac{f}{100}} \cdot K \cdot 100$$

- A : Pu-239, 240 放射能濃度 (pCi/ml)  
 $\sigma_A$  : Pu-239, 240 放射能濃度誤差 (pCi/ml)  
K : スパイクしたPu-236 量 (dpm)  
 $\sigma_K$  : スパイクしたPu-236 量誤差 (dpm)  
t : 試料測定時間 (分)  
 $t_b$  : B. G 測定時間 (分)  
 $S_1$  : 試料測定におけるPu-239, 240 チャンネル計数値 (counts)  
 $S_2$  : 試料測定におけるPu-236 チャンネル計数値 (counts)  
 $B_1$  : B. G 測定におけるPu-239, 240 チャンネル計数値 (counts)  
 $B_2$  : B. G 測定におけるPu-236 チャンネル計数値 (counts)  
Y : 回収率 (%)  
f : 計数効率 (%)  
W : 試料量 (ml)

## 7. 解説および文献

- (1) 井上義和, 阪上正信 ; Journal of Radiation Research 11-2, 98 ~ 106 (1970)
- (2) Norton Y. Chu ; Anal. Chem, 43(3), 449 (1971)
- (3) 長沢, 坪 ; 原燃公社東海事業所資料, No. 9 極微量プルトニウムの分析法の研究  
(昭和42年6月5日)
- (4) 阪上正信, 今井利夫, 第15回日本放射線影響学会 (1972, 1A-21)

## 8. 工程図



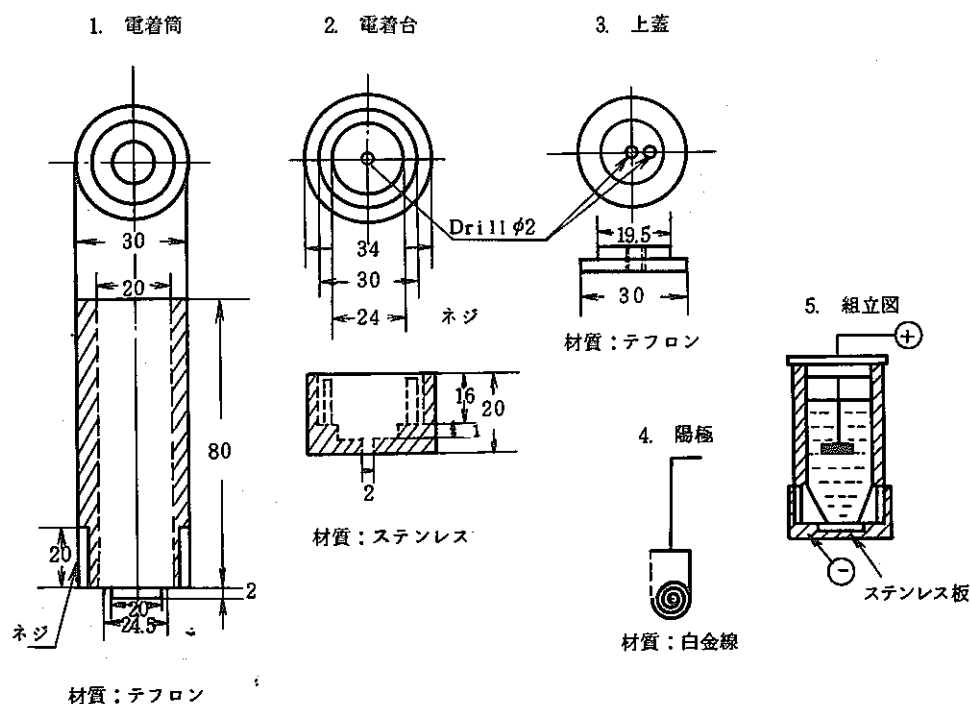


図1 電着セル

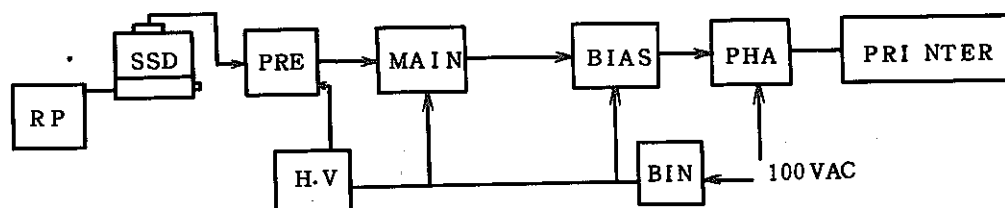


図2 α線スペクトロメータ

PHA : 多重波高分析器

RP : 真空ポンプ

PRE : PRE AMP

MAIN : MAIN AMP

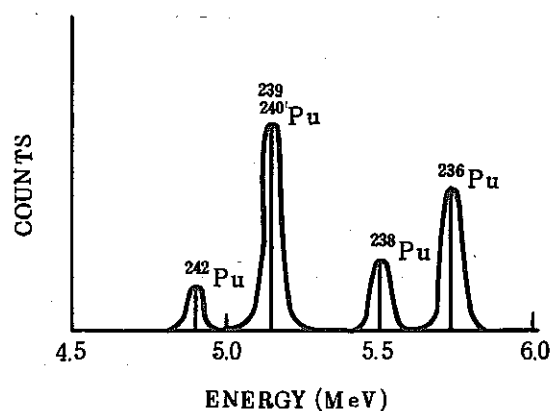
SSD : 検出器および真空容器 : 有感面積  $450\text{mm}^2$  , FWHM 25 keV 程度の検出器を使用

HV : 検出器用高圧電源

BIN : 低圧電源付筐体

〔プルトニウムの同位体〕

プルトニウムには16の同位体があり、  
このうち $^{236}\text{Pu}$ ,  $^{238}\text{Pu}$ ,  $^{239}\text{Pu}$ ,  $^{240}\text{Pu}$ ,  $^{242}\text{Pu}$ が主  
要な $\alpha$ 放射体である。これらの測定スペク  
トルは大略右図のようになる。



排水中の $^{234}\text{Th}$ 分析法

## 1. 要 旨

本法は排水中の $^{234}\text{Th}$ をFe共沈し、 $^{234}\text{Th}$ の $\gamma$ 線をGe検出器で測定し、光電ピーク面積法によって定量する方法である。

## 2. 適用範囲および分析精度

本法は $^{234}\text{Th}$ 濃度が $3 \times 10^{-9} \mu\text{Ci}/\text{cm}^3$ 以上の排水試料に適用できる。50,000秒測定で信頼度99.73%である。

## 3. 試薬および装置

- 1) Fe担体溶液(10mg/ml): 特級 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  4.84gを $\text{HCl}$ (1+11) 50mlで溶解し水で100mlにする。
- 2)  $\text{NH}_4\text{OH}$  (1+1)
- 3) マグネチックスターラ
- 4) Ge半導体検出器
- 5) 波高分析装置

## 4. 安 全

- 1) 酸類、アルカリ類の皮ふ、眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。
- 2) 汚染の恐れのある作業についてはゴム手袋を着用し慎重に行うこと。

## 5. 分析操作

操 作	備 考
1) 試料 100ml をビーカーにとる。 2) Fe担体溶液を 2 ml 加えてよく攪拌する。 3) $\text{NH}_4\text{OH}$ (1+1) 溶液を加えてpHを9以上にし水酸化物の沈殿をつくる。 4) ミリポアフィルター(3 $\mu$ )で吸引ろ過し、フィルターをプラスチック容器に移し、シールする。 5) $^{234}\text{Th}$ の $\gamma$ 線をGe半導体検出器で測定し、光電ピーク面積法によって定量する。	3) 沈殿がビーカーの底に沈むまで静置する。     5) 測定は波高分析装置の取扱い説明書にしたがう。

## 6. 計 算

光電ピーク面積法による核種定量

- 1) 核種の定量の際、それぞれの核種について放出ガンマ線が数多くある場合には定量に用いるピークはガンマ線放出率が大きく、他のピークの妨害の少ないものを選ぶ必要がある。
- 2) 核種濃度  $C$  ( $\mu\text{Ci}/\text{cm}^3$ ) は次式によって求める。

$$C = \frac{NP}{3.7 \times 10^4 \cdot \epsilon_{\text{peak}} \cdot \eta \cdot M} \quad (1)$$

ここで、

NP : 正味のピーク部分の計数率 (cps)

 $\epsilon_{\text{peak}}$  : ピーク計数効率 $\eta$  : 着目したガンマ線の放出割合M : 試料の重量又は体積 ( $\text{cm}^3$ )

なお、正味のピーク部分の計数率 NP は(2)式を用いるが、そのピーク境界チャンネルは、低エネルギー側については計数値が上がり始める 1 つ手前のチャンネルを、高エネルギー側については計数値が次のチャンネルの計数値とほぼ等しくなるチャンネルを採用するものとする。計数値が小さくてその変動が激しくピーク境界が上記の方法で決めにくい場合には、1/10 幅に相当するチャンネル数をピークチャンネルより差し引いた (高エネルギー側境界の場合は「加えた」) 整数チャンネルをピーク境界とする。

NP は以下のように求めるものとする。

$$NP = \left\{ \sum_{i=a}^b Ni - \frac{1}{2} (Na + Nb) - \frac{1}{2} (Na + Nb) (b - a) \right\} / T \quad (2)$$

ここで、

Ni : i チャンネルの計数値

a : 低エネルギー側のピーク境界チャンネル

b : 高エネルギー側のピーク境界チャンネル

Na : a チャンネルの計数値

Nb : b チャンネルの計数値

T : 測定時間 (秒)

- 3) NP の標準偏差  $\sigma_{NP}$  は次のように表わされる。

$$\sigma_{NP} = \sqrt{\frac{\sum_{i=a}^b Ni + \frac{1}{2} (Na + Nb) + \left(\frac{b-a}{2}\right)^2 (Na + Nb)}{T^2}} \quad (3)$$

従って核種濃度  $C$  の標準偏差  $\sigma_c$  は、

$$\sigma_c = \frac{\sigma_{NP}}{3.7 \times 10^4 \cdot \epsilon_{peak} \cdot \eta \cdot M} \quad (4)$$

もしバックグランドスペクトルに定量しようとするピークと同一エネルギー範囲にピークがある場合には、この寄与分を差し引かなければならない。バックグランドスペクトル中の正味のピーク部分の計数率を  $NP_{B.G.}$  とすると、核種濃度  $C$  は、

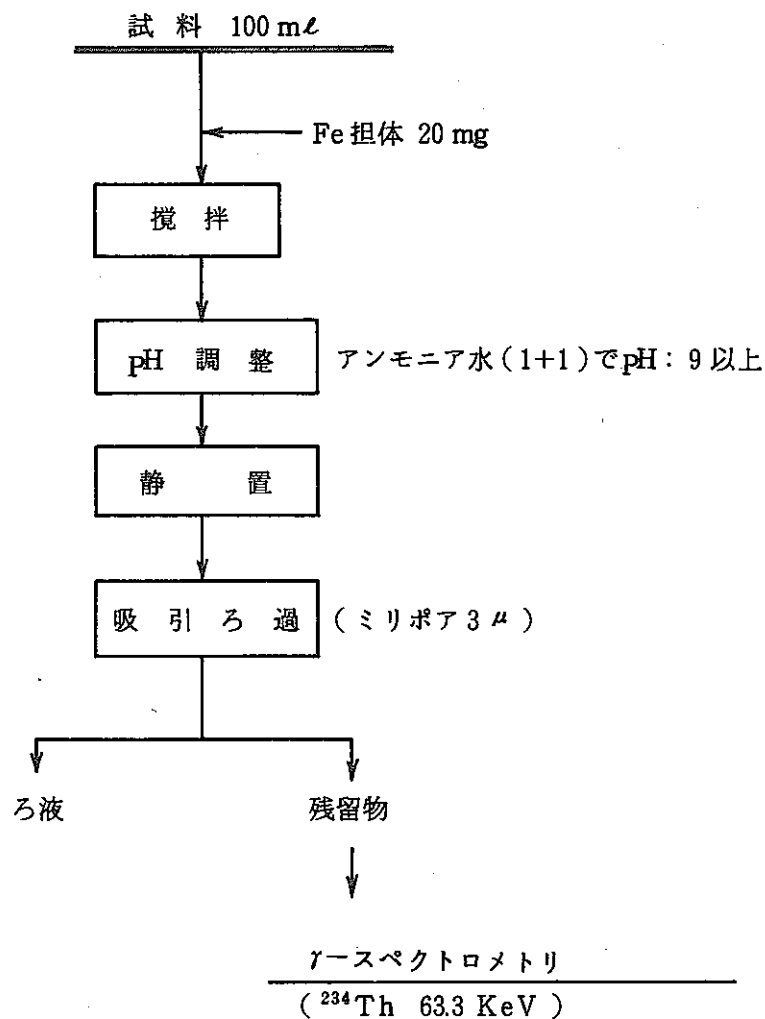
$$C = \frac{NP - NP_{B.G.}}{3.7 \times 10^4 \cdot \epsilon_{peak} \cdot \eta \cdot M} \quad (5)$$

その標準偏差  $\sigma_c$  は、

$$\sigma_c = \frac{1}{3.7 \times 10^4 \cdot \epsilon_{peak} \cdot \eta \cdot M} \sqrt{\sigma_{NP}^2 + \sigma_{NP(B.G.)}^2} \quad (6)$$

ここで標準偏差  $\sigma_{NP(B.G.)}$  はバックグランドスペクトルにおける  $\sigma_{NP}$  に対応するものとする。

## 7. 工程図





## 排水中のpH測定法

### 1. 要 旨

水溶液中の水素イオン濃度 $[H^+]$ の逆数の対数をその溶液のpHという。

$$pH = \log \frac{1}{[H^+]} = -\log [H^+]$$

ここでは、ガラス電極pHメーターによる測定法について記載する。

### 2. 適用範囲

0℃～95℃の水溶液に適用する。

### 3. 装 置

pHメーター、ろ紙

### 4. 安 全

汚染の恐れのある作業についてはゴム手袋を着用し慎重に行うこと。

### 5. 分析操作

操 作	備 考
1) 電源スイッチを入れ数分待つ。 2) ガラス電極（複合電極）は水で洗い、ろ紙で静かにふきとる。 3) 電極の先端を試料水中に浸しpH値を読みとる。	2) 電極の汚れのはなはだしい場合には、ガラス電極を塩酸(1+20)に、2時間以上浸したのち水で洗って清浄にする。 3) あらかじめ標準液でpH調整をしておく。測定後は電極の先端を水に浸しておく。

## 6. 解説および文献

標準液 ガラス電極による測定では、実用上の便宜のため表1に示す標準液を用いる。

表1 標準液の名称と組成

名 称	組 成
シュウ酸塩標準液	0.05mol/ℓ 四シュウ酸カリウム $\text{KH}_3(\text{C}_2\text{O}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 水溶液
フタル酸塩標準液	0.05mol/ℓ フタル酸水素カリウム $\text{C}_6\text{H}_4(\text{COOK})(\text{COOH})$ 水溶液
中性リン酸塩標準液	0.025mol/ℓ リン酸一カリウム $\text{KH}_2\text{PO}_4$ - 0.025mol/ℓ リン酸二ナトリウム $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ 水溶液
ホウ酸塩標準液	0.01mol/ℓ ホウ酸ナトリウム (ホウ砂) $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 水溶液
炭酸塩標準液	0.025mol/ℓ 炭酸水素ナトリウム $\text{NaHCO}_3$ - 0.025mol/ℓ 炭酸ナトリウム $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 水溶液

これらの水溶液の各温度における pH の実用上の値を表2に示す。表2に記載されていない温度における pH は、なだらかに補間した値を用いることができる。

表2 標準液の各温度における pH

温 度 ℃	標 準 液				
	シュウ酸塩	フタル酸塩	中性リン酸塩	ホウ酸塩	炭酸塩 <sup>(注)</sup>
0	1.67	4.01	6.98	9.46	10.32
5	1.67	4.01	6.95	9.39	(10.25)
10	1.67	4.00	6.92	9.33	10.18
15	1.67	4.00	6.90	9.27	(10.12)
20	1.68	4.00	6.88	9.22	(10.07)
25	1.68	4.01	6.86	9.18	10.02
30	1.69	4.01	6.85	9.14	( 9.97 )
35	1.69	4.02	6.84	9.10	( 9.93 )
38	—	—	—	—	9.91
40	1.70	4.03	6.84	9.07	—
45	1.70	4.04	6.83	9.04	—
50	1.71	4.06	6.83	9.01	—
55	1.72	4.08	6.84	8.99	—
60	1.73	4.10	6.84	8.96	—
70	1.74	4.12	6.85	8.93	—
80	1.77	4.16	6.86	8.89	—
90	1.80	4.20	6.88	8.85	—
95	1.81	4.23	6.89	8.83	—

(注) カッコ内の値は、2次補間値を示す。

備 考 特殊な pH 測定の場合には、この表の値を用いなくてもよい。

## 7. 文 献

- 1) 工業用水試験方法 JIS K 0101 - 1966 P. 9
- 2) pH 測定方法 JIS Z 8802 - 1958
- 3) 新販版水の分析, 日本化学会北海道支部 P. 193 (1972) 化学同人
- 4) 工場排水試験方法 JIS 0102 - 1971 P. 17

## 排水中の懸濁物質(SS)分析法

## 1. 要 旨

ろ過又は遠心分離によって分離される物質を懸濁物質といい重量既知のグラスファイバーフィルターペーパー (G.F.P.) でろ過した後 105 ~ 110 °C で 2 時間乾燥し放冷後重量を測定して前後の差から懸濁物質の量を求める。

## 2. 適用範囲および分析精度

一般の排水で 2 mm 目のふるいを通過した試料を用い定量下限は 5 mg である。

## 3. 試薬および装置

- (1) 任意の寸法の G.F.P.
- (2) ろ過器
- (3) 真空ポンプ
- (4) 天 秤
- (5) 乾燥器

## 4. 安 全

汚染の恐れのある作業については、ゴム手袋を着用し慎重に行うこと。

## 5. 分析操作

操 作	備 考
1) 任意の寸法の G.F.P. をろ過器の支持板上に固定する。	1) あらかじめ水洗後 105~110°C 2 時間乾燥して重量を測定したもの。
2) 真空ポンプのスイッチを入れる。	
3) 適量の試料を注ぎ入れて吸引ろ過をする。	3) 乾燥後の懸濁物質量が 5 mg 以上になるよう試料をとる。普通 200ml で十分である。ただしろ過しにくい試料ではメスシリンダ 10ml ずつを順次に液がろ過され終わる寸前に加え、ろ過速度がきわめて遅くなった採

操 作	備 考
4) 吸引しながら容器およびろ過器の壁に付着した懸濁物質を適量の蒸留水で GFP 上に洗い落す。 5) GFP をろ過器から取りはずして時計皿の上に移し乾燥器で 105 ~ 110 °C で 2 時間乾燥する。 6) 乾燥後デシケータ中で 1 時間放冷して重さをはかりろ過前後の差から懸濁物質の量を求める。	取を止め、そのときまでの合計量を試料量とする。 4) 水分をできるだけ吸引する。 5) GFP を取りはずす時の GFP の懸濁物質が飛散しない様に注意する。

## 6. 計 算

次式によって懸濁物質の ppm を求める。

$$S = a \times \frac{1000}{V} \text{ (ppm)}$$

ここに、

S : 懸濁物質 (ppm)

a : 試料のろ過前後の重さの差 (mg)

V : 試料量 (ml)

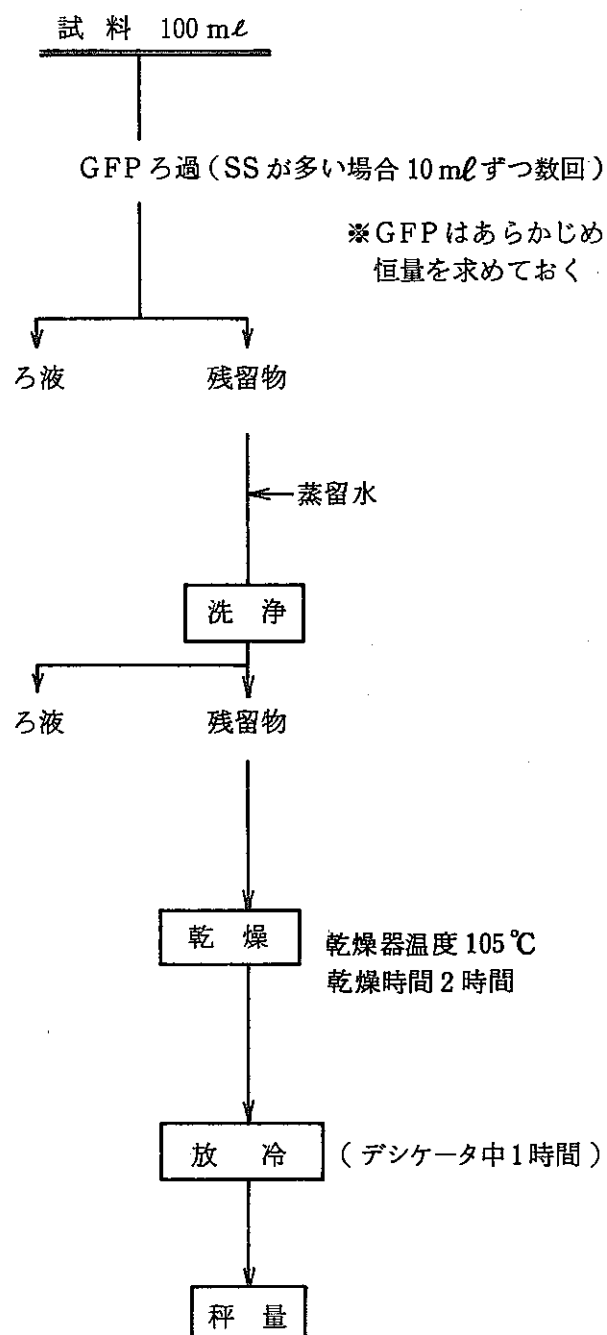
## 7. 解説と文献

油脂、グリース、ワックスなどを多量に含む試料水では、これらの物質の一部が懸濁物質として定量される。油脂類を除いた懸濁物質を定量したい場合には、ろ過、乾燥後重さをはかり終えたろ過器に n-ヘキサン 10ml ずつを数回注ぎ入れて油脂類を洗い出したのち乾燥し、再び重さをはかる。

## 文 献

工場排水試験方法 JIS K 0102 - 1971 P. 47

## 8. 工程図



## 排水中の酸素消費量(COD)分析法

(100℃における過マンガン酸カリウム消費適定法)

## 1. 要 旨

酸素消費量は、排水中の被酸化物質、主として有機物によって消費される酸素の量である。

試料に過マンガン酸カリウムの一定過剰量を加え、一定時間加熱反応させたのちに消費された過マンガン酸カリウムの量から酸素の量を求める方法である。

## 2. 適用範囲および分析精度

一般の排水に適用する。CODは酸化剤の濃度を変えないで試料を薄めた場合と試料水を薄めな  
いで酸化剤の濃度を上げた場合とでは値が同じにならないのが普通である。本法による下限の  
COD値は10mg/ℓである。

## 3. 試薬および装置

## 1) 蒸留水

2) 硫酸(1+2)；水2容に硫酸1容をかき混ぜながら徐々に加えたのち、うすい紅色を呈す  
るまで過マンガン酸カリウム溶液(0.5w/v%)を加える。

3) 硫酸銀；めのう乳ばちでよくすりつぶす。

4) N/40 しょう酸ナトリウム溶液(標定用)；しょう酸ナトリウム(標準試薬)をあらかじめ  
150～200℃で40～60分間加熱し硫酸デシケータ中で放冷したのち、 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  100%に対し  
1.675gを正しくはかりとり、水に溶かしてメスフラスコ1ℓに入れ、水を標線まで加える。  
この溶液1mlは、0.2mgOに相当する。

5) N/40 過マンガン酸カリウム溶液；過マンガン酸カリウム0.8gをフラスコにとり水約1100  
mlに溶かし、1～2時間静かに煮沸し、一夜暗所に放置したのち、上澄み液をガラスろ過器  
(ブフナー漏斗形)3G4でろ過する。(前後に水洗しない)。これを30分間蒸気洗浄した着色  
びんに入れ、暗所に保存する。標定水100mlを三角フラスコ300mlにとり、硫酸(1+2)  
10mlを加え、これにN/40 しょう酸ナトリウム溶液(標定用)10mlを正しく加え、60～  
80℃に保ちながら、このN/40 過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。

別に水100mlに硫酸(1+2)10mlを加えたものについて空試験を行なって補正する。補  
正したml数(x)から、次式によってN/40 過マンガン酸カリウム溶液のファクター(f)を算出  
する。

$$f = \frac{10}{x}$$

- 6) ウォータバス
- 7) マグネチックスターラ
- 8) ホットプレート
- 9) 自動ビュレット ; 白色, 茶色のもの各1台

#### 4. 安全

- 1) 酸類, アルカリ類の皮ふ, 眼への飛散及び濃厚ガスの吸入等のないように注意する。
- 2) 汚染の恐れのある作業については, ゴム手袋を着用し, 慎重に行うこと。
- 3) 過マンガン酸カリウムの粉体は爆発, 発熱, 発火の可能性があるので, みだりに強く刺激を与えてはならない。また, 有機物, 還元剤の混入に注意する。

#### 5. 分析操作

操 作	備 考
1) 試料 20 ~ 50 ml を 200 ml のコニカルビーカーに分取する。	1) 試料量は, 沸騰水浴中で 30 分間反応後の残留 N/40 過マンガン酸カリウム溶液が添加量 1/2 量以上残るよう採取すれば良い。
2) 蒸留水を加えて 100 ml とする。	
3) 硫酸 (1+2) 10 ml と硫酸銀の粉末 1 g を加え激しく振り混ぜて数分間放置する。	3) 普通の排水では 1 g の硫酸銀を加えておけばじゅうぶんであるが, とくに塩素イオンが多量に共存する場合には硫酸銀の添加量を増す必要がある。
4) N/40 過マンガン酸カリウム溶液 10 ml を正しく加えて沸騰水浴中にフラスコを入れ 30 分間加熱する。	4) 沸騰水浴の水面は, つねに試料水面よりも上部にあるようにする。
5) しゅう酸ナトリウム溶液 (N/40) 10 ml を正しく加える。	5) しゅう酸ナトリウムを加えてから明らかに上澄液が透明になるまで数分かかるものもある。
6) 60 ~ 80 °C に保ちながら N/40 過マンガン酸カリウム溶液で逆滴定して液の色がうすい紅色を呈する点を終点とする。	6) ホットプレート上において温度を保つ。
7) 別に同一条件で空試験を行なう。	7) 空試験は蒸留水 100 ml に硫酸・硫酸銀を加えて行なう。



## 6. 計 算

次式によって過マンガン酸カリウムによる酸素消費量のppmを算出する。

$$O = (b - a) \times f \times \frac{1000}{V} \times 0.2$$

ここに、

O : 過マンガン酸カリウムによる酸素消費量 (ppm)

b : 適定に要した全N/40 過マンガン酸カリウム溶液 (ml)

a : 空試験の滴定に要したN/40 過マンガン酸カリウム溶液 (ml)

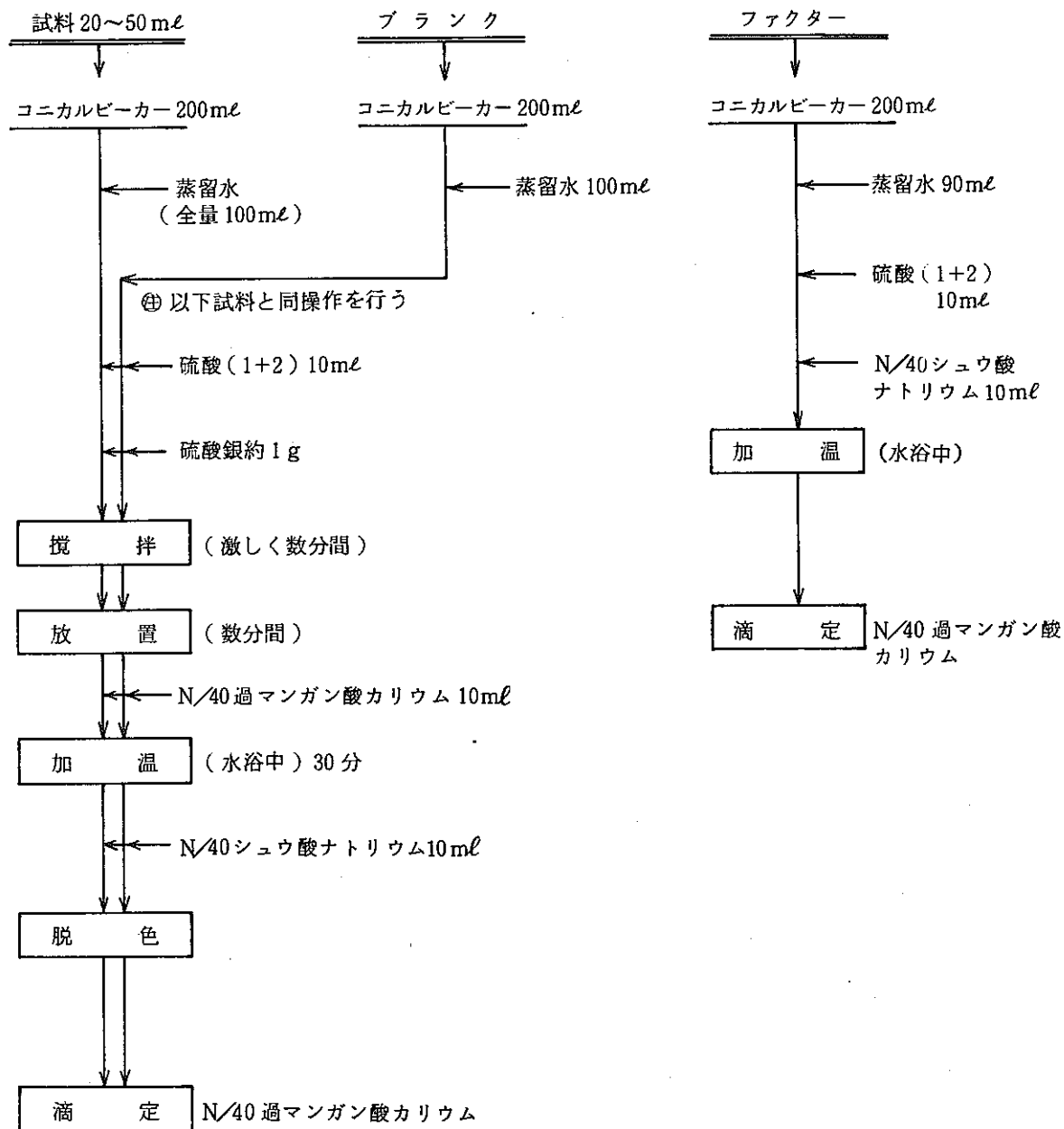
f : N/40 過マンガン酸カリウム溶液のファクター

V : 検水量 (ml)

## 7. 解説および文献

- 1) 200mg の塩素イオンに対する硫酸銀の当量は 0.98g である。塩素イオンが多く硫酸銀添加量を増した場合には硫酸銀の表面が生成する塩化銀によって被覆されるため、塩素イオンと反応しにくいので、十分に振り混ぜる必要がある。
- 2) 一般に塩素イオンと当量以上の硫酸銀が存在しても、酸素消費量の値には影響を与えない。塩素イオンに対応して添加する硫酸量を増した場合には、おのおの硫酸銀量に対する空試験値を求めて補正しなければならない。
- 3) 排水中の有機物、とくに炭素質の有機物は酸化されやすいが、窒素質の有機物は酸化されにくい。また亜硝酸塩、第一鉄塩、硫化物なども酸化される。したがって分析は、試料採取後ただちに行なわなければならない。
- 4) 新版水の分析 日本分析化学会北海道支部 1972 P. 250
- 5) 工場排水試験方法 JIS K 0102 - 1971 P. 26

## 8. 工程図



## 排水中の生物化学的酸素消費量(BOD)分析法

### 1. 要 旨

- 1) 試料水中に存在する有機物が生物化学的に分解される間に消費する酸素の量を求める。これは5日間試料水を一定温度 20℃で密閉容器中に保った場合の溶存酸素の減少量で表わし、試料水中の溶存酸素量以上に酸素を消費する場合には試料水を補強希釈水で適度に希釈して酸素消費量を求める。
- 2) 1)の方法のうち溶存酸素の測定はウインクラーアジ化ナトリウム変法で行なう硫酸マンガン溶液およびアルカリ性よう化カリウム-アジ化ナトリウム溶液（アジ化ナトリウムを添加して亜硝酸イオンの妨害を防ぐ）を加えて生ずる水酸化第一マンガンが溶存酸素によって酸化された水酸化第二マンガンとなり、これに硫酸を加えて酸性にすると、溶存酸素量に対応するよう素を遊離する。これをチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定し、溶存酸素を定量する方法である。

### 2. 適用範囲および分析精度

- 1) 有害金属、毒物が極端に多く、有機物の少ない排水にはむかない。多くのふ卵びんを用いかつ多くの希釈段階で試験を行なえば精度を高められるが、その場合でも信頼しうる値は有効数字2ケタ程度である。
- 2) この方法は、河川水、一般排水および下水中の溶存酸素の定量に適用し、亜硝酸イオン( $\text{NO}_2^-$ として) 0.3 ppm 以上でも影響はなく、第一鉄イオン ( $\text{Fe}^{2+}$ ) 1 ppm 以下は妨害しない。  
妨害物質は、硫化物、亜硫酸イオン、酸化されやすい有機物などの還元性物質、残留塩素、第二鉄イオンなどの酸化性物質である。第二鉄イオンは試験操作中硫酸で酸性にする前にふっ化カリウム溶液 (30 w/v %) 1 ml を加えれば、100~200 ppm あっても妨害を防ぐことができる。

### 3. 試薬および装置

- 1) 緩衝液 (A 液)；りん酸二カリウム 21.75 g，りん酸一カリウム 8.5 g，りん酸二ナトリウム (12 水塩) 44.6 g および塩化アンモニウム 1.7 g を水に溶かして 1 ℓ とする。この緩衝液の pH は 7.2 である。
- 2) 硫酸マグネシウム溶液 (B 液)；硫酸マグネシウム (7 水塩) 22.5 g を水に溶かして 1 ℓ とする。
- 3) 塩化カルシウム溶液 (C 液)；塩化カルシウム (無水) 27.5 g を水に溶かして 1 ℓ とする。
- 4) 塩化第二鉄溶液 (D 液)；塩化第二鉄 (6 水塩) 0.25 g を水に溶かして 1 ℓ とする。
- 5) 塩酸 (1 + 11)

- 6) 水酸化ナトリウム溶液 (4w/v%) ; 水酸化ナトリウム 4 g を水に溶かして 100ml とする。
- 7) N/40 亜硫酸ナトリウム溶液 ; 亜硫酸ナトリウム (無水) 1.6 g を溶かして 1 ℓ とする。  
この溶液は不安定であるから、使用のつど作る。
- 8) よう化カリウム
- 9) でんぷん溶液 ; でんぷん 1g を水約 10ml と混ぜて熱水 100 ml 中に移す。約 1 分間煮沸したのち冷却静置し上澄を用いる。トルエン数滴を加えておく。
- 10) 硫酸マンガン溶液 ; 硫酸マンガン (4 水塩) 480 g を水に溶かし、不溶解分があればろ過したのち、水 1 ℓ とする (この溶液の比重は 20 °C で 1.270 になるから結晶が不明の場合は、溶液の比重をはかるとよい)。この溶液は、酸性にしてよう化カリウム溶液を加えたとき、よう素を遊離してはならない。
- 11) アルカリ性よう化カリウム-アジ化ナトリウム溶液 ; 水酸化ナトリウム 500g (または水酸化カリウム 700g), よう化カリウム 150g (またはよう化ナトリウム 135g) およびアジ化ナトリウム 10g をそれぞれ水に溶かして 1 ℓ とし、かっ色びんに入れて暗所に保存する。この溶液は、酸性にしたときよう素を遊離してはならない。
- 12) ふっ化カリウム溶液 (30w/v%) ; ふっ化カリウム (無水) 30 g を水に溶かして 100ml とする。
- 13) N/40 よう素酸カリウム溶液 (標定用) ; よう素酸カリウム (標準試薬) を 120 ~ 140 °C で 2 時間乾燥し、硫酸デシケーター中で放冷したのち、KIO<sub>3</sub> 100 % に対し 0.2229g を正しくはかりとり、水に溶かしてメスフラスコ 250ml に入れ、水を標線まで加える。
- 14) N/40 チオ硫酸ナトリウム溶液 ; チオ硫酸ナトリウム (5 水塩) 6.5g および炭酸ナトリウム (無水) 0.2g をとり、炭酸を含まない水に溶かし、メスフラスコ 1 ℓ に入れ、水を標線まで加え、イソアミルアルコール 2 ml を加え、よく振り混ぜて 2 日間放置する。

標定 N/40 よう素酸カリウム溶液 (標定用) 25ml をピペットを用いて共栓付三角フラスコ 300ml にとり、よう化カリウム 2g および硫酸 (1 + 5) 5ml を加え、ただちに栓をして静かに振り混ぜ、暗所に 5 分間放置したのち水 100ml を加え、遊離したよう素をこの溶液で滴定し、溶液の黄色がうすくなってからでんぷん溶液 3 ml を加え、よう素でんぷんの青が消えるまで滴定を続ける。別に同一条件で空試験を行なって補正する。補正した ml 数 (x) から次式によってファクター (f) を算出する。

$$f = \frac{25}{x}$$

- 15) 希釈水 ; 水温をできるだけ 20 °C 近くに調節し、ばっ気して溶存酸素を飽和させておく。  
つぎにこれを適当なびんにとり、上記 A 液, B 液, C 液, D 液のおのおのを水 1 ℓ 当り 1ml ずつ加えて希釈水とする (このときの pH は 7.2 である。7.2 を示さないときはアルカリまたは酸を加えて pH 7.2 に調節する)。これをふ卵びんに詰めて希釈検水と共に恒温そうに 5 日間放

置し、5日後の希釈水の溶存酸素をはかる。通常恒温そうに入れる前の希釈水と、5日後の希釈水に対するN/40チオ硫酸ナトリウム溶液の滴定値が、希釈水200mlにつき0.2ml未満の差であればよい。

滴定値の差が0.2mlをこえても、希釈検水に対する滴定値から差し引いてはならない。試料が希釈されすぎているときと、適度の希釈では、その中で進行している生物化学反応の速度が異なるためである。

- 16) 植種希釈水<sup>(1)</sup>；植種を行なう場合<sup>(2)</sup>は、希釈水1ℓに対し、室温に24～36時間放置した沈殿下水の上澄み液<sup>(3)</sup>の場合は5～10ml、河川水<sup>(4)</sup>の場合は10～50ml、土壌抽出液<sup>(5)</sup>の場合は20～30mlを加えるのが適当<sup>(6)</sup>である。また、植種希釈水は使用当日調整する。

注<sup>(1)</sup> 検水に生物（好気性細菌、微生物）が存在しない場合、あるいはじゅうぶんに生存していない場合には希釈水に生物に添加したものをを用いる。これを植種希釈水という。

注<sup>(2)</sup> 植種物質には家庭生下水がよく用いられる。新鮮な生下水を20℃（または室温）に24～36時間放置したのち、その上澄み液を用いる。汚水中に硝化生物（アンモニウムイオンおよび亜硝酸イオンを酸化する生物）の多いものや、じゅうぶんな生物化学的平衡を有していない新鮮な汚水は好ましくない。

希釈水に植種したときは植種補正を行なわねばならない。この場合、恒温そうに入れる前の植種希釈水の溶存酸素と5日後の植種希釈水の溶存酸素をはかって、植種希釈水の5日間の溶存酸素消費量を求めて、この値を補正に用いることはできない。植種物質が非常に希薄な状態になっていると、正常な生物化学反応が進行しない。このような場合にはつぎのように操作する。

植種に用いた植種物質を希釈水で適当に希釈して、数個の希釈植種液を調製する。ついで恒温そうに入れる前の希釈植種液の溶存酸素量（ $B_1$ ）を測定する。希釈検水と共に恒温そうに5日間放置し、希釈植種液の溶存酸素量（ $B_2$ ）を測定する。

$$\frac{B_1 - B_2}{B_1} \times 100 \text{ が } 40 \sim 70 \text{ \% の範囲内にあるものを選び、植種補正值として } (B_1 -$$

$B_2) \times f$  を用いる。

注<sup>(3)</sup> 下水を植種に用いた場合正常なBODを示さない検水には土壌抽出液あるいは試験室においてとくにこの検水に適する生物の培養液などを用いる。

注<sup>(4)</sup> 常時排水（この検水）の放流を受けている河川の放流地点から相当下流の河川水を植種に用いると良好な結果を得ることができる。たとえ排水中に一般的には有害と考えられている物質が多量に共存しても、この排水の放流を受けている河川、湖沼などには、その排水を浄化する特殊な生物相が発達していることが多いので、このような排水の試験に一般下水を用いることは不適當である。

注<sup>(5)</sup> 土壌（植物の生育している土壌約200g）を水2ℓ中に加えてかき混ぜたのち、その上澄

み液を用いる。

注<sup>(6)</sup> 植種物質の量は、植種された希釈水中において、植種物質が示す5日間のBODが0.6 ppm以上であることが必要である。

- 17) ふ卵びん ; 正確に容量のわかっている細口共栓付ガラスびん 100 ~ 300ml。(栓を約45°に切り落したものを)あらかじめクロム酸・硫酸混液に浸し、水でじゅうぶんに洗い乾燥しておく。
- 18) 水 槽 ; 20 ± 1℃に調節されているもの。希釈検水中のそう類による炭素同化作用を防ぐために、日光をしゃ断しておく。
- 19) 2ℓメスシリンダー及びサイホン
- 20) 50ml自動ビューレット

#### 4. 安 全

- 1) 酸類、アルカリ類の皮ふ、眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。
- 2) 汚染の恐れのある作業についてはゴム手袋を着用し慎重に行うこと。
- 3) アジ化ナトリウムの取扱いに当ってはみだりに刺激を与えてはならない。爆発の可能性がある。アジ化ナトリウムは冷暗所に保管する。

#### 5. 分析操作

操 作	備 考
<p>(試料の前処理)</p> <p>試料が酸性あるいはアルカリ性の場合、残留塩素など酸化性物質を含む場合、溶存酸素あるいは溶存気体が過飽和である場合には、つぎの前処理を行なう。</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1) アルカリまたは酸を含有する試料 ; 塩酸 (1+1) または水酸化ナトリウム溶液 (4 w/v%) により試料の pH を約 7.0 に中和する。</li> <li>2) 残留塩素を含有する試料 ; あらかじめ検水 100ml ~ 1ℓ にヨウ化カリウム 1g を加え、残留塩素により遊離したよう素でんぷん溶液を指示薬として N/40 亜硫酸ナトリウム溶液で終点まで滴定する。この試験によってわかった N/40 亜硫酸ナトリウム溶液の滴定量を検水に加えて残留塩素を還元したのち、植種希釈水を用いて通常の希釈操作を行なう。</li> <li>3) 溶存酸素および溶存気体が過飽和である試料 ; 標準温度を 20℃ (溶存酸素の飽和量 8.84ppm) とする場合</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1) 植種希釈検水を調整してからその pH が変化してはならない。</li> </ol>

操 作	備 考
<p>には、冬季に採取した処理水、河川水などの溶存酸素および溶存気体が過飽和になっていることがしばしばある。また緑そう(藻類)の多い河川水や湖沼水では、同化作用の結果発生した酸素を含有するので過飽和になりやすい。これらの試料をふ卵びんに入れておくと、酸素がびん外に逸散しやすいから、あらかじめかき混ぜ、ばっ気その他により溶存酸素および溶存気体を飽和量以下に減量させておく必要がある。</p> <p>(BODの測定)</p> <p>1) 前処理を行なった検水を2ℓメスシリンダーに取り希釈水を加え2ℓにし、静かに攪拌する。</p> <p>2) あらかじめ用意した4本のふ卵びんにサイホンを用いて静かに分取する。</p> <p>3) それぞれ密栓したのち、その1本を残して恒温水槽に入れる。</p> <p>4) 残された1本は15分後に溶存酸素を測定する。</p> <p>5) 恒温水槽の3本は5日間放置後溶存酸素を測定する。</p> <p>(溶存酸素の測定)</p> <p>1) ふ卵びんのふたを静かにあけてこれを硫酸マンガ溶液1mlとアルカリ性よう化カウリウム-アジ化ナトリウム溶液1mlを検水中にピペットの先端をそう入して手早く加え、ただちに測定びん中に空気が残らないように密栓する。</p> <p>2) ついで数回連続反転して、生成した水酸化第一マンガンの沈殿が、びん全体に及ぶようにじゅうぶんに混合する。</p> <p>3) しばらく静置し、沈殿が沈降してきたら再び連続反転して混合し静置する。</p> <p>次に、沈殿が沈降し、検水の上澄み液が全体の1/3程度になったら測定びんを静かに開栓し、びんの首に沿って硫酸1mlを加えて再び密栓し、数回連続反転して、溶存酸素量に対応するよう素を遊離させる。</p>	<p>1) この希釈法を一般希釈法という。大体予想されるBODを含むように段階的に希釈倍率を変えた数種類の希釈検水を調製する。</p> <p>2) ふ卵びんへの分取は曝気しないよう十分注意する。</p> <p>3) 残されたふ卵びんの1本は室温に保存する。</p> <p>1) 試料に第二鉄イオンが存在すればふっ化カリウム溶液(30w/v%) 1mlを加える。</p> <p>3) すぐ測定できない場合には、この操作まで行ない、暗所に保存する。</p>

操 作	備 考
4) 測定びんから検水の適量を三角フラスコ又はコニカルビーカに分取する。	4) 滴定に都合のよい量又は全検水量をそのままでもよい。
5) N/40 チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定し、液の黄色がうすくなったら指示薬としてでんぶん溶液を 3 ml 加え液の青色が消えるまで滴定する。	5) 滴定終点の青色がきえる変化が早いので終点近くでは注意する。

## 6. 計 算

(BOD)

20℃における5日間のBOD (ppm) および15分間の酸素消費量ppmを算出する。

1) 植種を行なわないとき

$$\text{BOD (ppm)} = \frac{D_1 - D_2}{P}$$

2) 植種希釈水を用いたとき

$$\text{BOD (ppm)} = \frac{(D_1 - D_2) - (B_1 - B_2) \times f}{P}$$

3) 瞬時(15分間)の酸素消費量

$$\text{IDOD (ppm)} = \frac{D_c - D_1}{P}$$

ここに、

IDOD : 15分間の酸素消費量 (ppm)

 $D_1$  : 希釈検水を調整して15分後の溶存酸素量 (ppm) $D_2$  : ふ卵後の希釈検水の溶存酸素量 (ppm) $D_c$  : ふ卵前の希釈検水の溶存酸素量 (ppm) =  $(D_0 \times P) + (S \times P)$  $D_0$  : ふ卵前の希釈水の溶存酸素量 (ppm) $P$  : 希釈検水中の希釈水の占める割合  $\left(\frac{\text{希釈水}}{\text{希釈検水}}\right)$  $S$  : もとの検水の溶存酸素量 (ppm) $P$  : 希釈検水中の検水の占める割合  $\left(\frac{\text{希釈水}}{\text{希釈検水}}\right)$  $B_1$  : 植種物質のBOD測定におけるふ卵前の希釈植種液の溶存酸素量 (ppm) $B_2$  : ふ卵後の希釈植種液の溶存酸素量 (ppm) $f$  : 希釈植種液中の植種液の含有率(%)に対する希釈検水中の植種液の含有率(%)の比  
(x/y)



x : 希釈検水中の植種液の含有率(%)

y : 植種液のBOD測定における希釈率(%)

(溶存酸素)

次の式により溶存酸素のppmを算出する。

$$O = a \times f \times \frac{V_1}{V_2} \times \frac{1000}{V_1 - R} \times 0.2$$

ここに,

O : 溶存酸素(O) (ppm)

a : 滴定に要したN/40チオ硫酸ナトリウム溶液 (ml)

f : N/40チオ硫酸ナトリウム溶液のファクター

V<sub>1</sub> : 共せんを施したときの溶存酸素測定びんの容量(全検水量) (ml)

V<sub>2</sub> : 滴定のために溶存酸素測定びんから分取した検水量 (ml)

R : 検水に添加した試薬 (ml)。通常、硫酸マンガ溶液 1 ml とアルカリ性よう化カリウム-アジ化ナトリウム溶液 1 ml の合計 2 ml である。もし、ふっ化カリウムを加えれば、合計 3 ml となる。(最後に添加した硫酸の 1 ml は加算しない)。

## 7. 解説および文献

(BOD)

1) 15 分間の酸素消費量をはかるには、つぎのように操作する。

あらかじめ検水と希釈水の溶存酸素量を測定したのち、一定の割合で検水を希釈検水でうすめ、15 分間放置したのち溶存酸素量 (D<sub>1</sub>) を測定する。

初めにはかった検水と希釈水の溶存酸素量 (ppm) から希釈検水の溶存酸素量 (D<sub>c</sub>) を算出する。

2) 試料の正常な BOD を得るためにの希釈検水の溶存酸素の消費量 (20℃, 5 日間) は、3.5~6 ppm 以内である。希釈不足のため残留する溶存酸素が 1 ppm 以下であったり、逆に希釈しすぎて溶存酸素の消費量が 2 ppm 以下であるような場合には誤差を生じやすい。

3) メスシリンダー中に残っている希釈検水をもとにして、順次希釈倍率の高い希釈検水を調整し続けると、労力と時間を少なくすることができる。

4) 100 倍以上に希釈しなければならない場合には、あらかじめいったん他のメスフラスコ中に入れて適当に希釈したのち、通常の操作に移らなければならない。

5) 同一試料に対して希釈倍率の異なる希釈検水を多数調整したとき、試料中に還元物質が存在しない場合には、試験操作に要する労力や時間などを節約するために調整した希釈検水の 15 分後の溶存酸素の測定を省略してもよい。この場合、検水と希釈水または植種希釈水の溶存酸素だけを測定し、それぞれの希釈検水の D<sub>1</sub> を算出する。それぞれの希釈検水をふ卵びんに詰めて

恒温槽に5日間放置し、希釈検水の溶存酸素を測定し $D_2$ を求める。

- 6) 一般希釈法：あらかじめメスシリンダー2ℓに約半分までサイホンで、泡がはいらないように静かに希釈水を取り、次に、よく混ぜた検水を加え、希釈水または植種希釈水で全量を2ℓとする。均一な希釈検水とするために先端が円板状になっているガラス棒で、あわのはいらないように静かに上下して混ぜるとよい。
- 7) 5日間の溶存酸素の消費量が3.5～6 ppm以内にある希釈検水を取り出してBODの算出に用いる。
- 8) 硫化物、亜硫酸塩、第一鉄塩などの還元性物質が共存する場合には15分間の酸素消費量とBODとを区別しなければ、誤差の原因となるので注意を要する。
- 9) 植種物質の調製方法 排水に適応する生物の培養および排水が生物化学的作用をたやすく受けるかどうかを試験するには、つぎの方法を行なうとよい。

ガラス水槽（約6ℓ）に排水5ℓを入れ、塩酸（1+11）または水酸化ナトリウム溶液（4 w/v %）を用いて排水のpHを約7に調節しておく。下水、河川水など生物が豊富に存在する植種液100～300mlおよび緩衝液（A液）10～50mlを加える。よくかき混ぜたのち、この一部をとり、100℃における過マンガン酸カリウムまたは重クロム酸カリウムによる酸素消費量を測定しておく。つぎに排水を24～48時間連続ばっ気したのち、再びその一部をとり、100℃における過マンガン酸カリウムまたは重クロム酸カリウムによる酸素消費量を測定する。その測定値に顕著な変化がある場合には排水中に生物化学的反応が進行しているものと判定し、さらにばっ気を続けて排水に適応する生物を繁殖させる。もし、このような顕著な変化が生じない場合には、はじめに排水を希釈水で適当に希釈し、植種下水を加えたのち24～48時間ばっ気を行ない、前と同じ方法で前後の重クロム酸カリウムによる酸素消費量の変化、浮遊物量の変化などを検査する。その結果、酸素消費量の減少、浮遊物量の増加などの顕著な変化がある場合には、生物化学反応が活発になっていることのあらわれである。排水中の有機物の組成によっては、このような操作を1週間以上試みる必要がある。また、はじめにとる排水量を10%以下にして重クロム酸カリウムによる酸素消費量に顕著な変化が生じたら、徐々に希釈水に対する排水量の比率を増加してみることも必要である。このように水そう中で排水に適応する生物を培養したものを植種液として排水のBOD試験に用いる。

- 10) 希釈水あるいは植種希釈水中に毒物を含有するかどうかを試験し、またはBOD試験操作を確かめる方法。

BOD試験は生物化学反応に基づいてから、毒物の存在あるいは不活性の植種物質によって非常に影響を受ける。希釈水に使用する蒸留水には銅、鉛、すず、亜鉛などの金属イオンが含まれてはならない。また、ある種の植種物質は植種に使用できないことがある。これらの使用適否、あるいは試験操作の誤りを調べるために、つぎの方法が推奨される。

グルコース 150 ppm および グルタミン酸 150 ppm を含有する標準液を調整し、これらの標準

液の5～10mlを容量の正確にわかったふ卵びにとり、植種希釈水を満たして密栓し、20℃5日間のBODを測定する。

その結果、グルコース標準液とグルタミン酸標準液との等量混合液のBODは $220 \pm 10$  ppmである。もし、この値からの偏差が著しい場合には、希釈水の水質あるいは植種物質の活性度などに疑問がある。また、試験回数の5%以上の回数において、20ppm以上の偏差がある場合には、試験操作の全般について検討を行ない改善する。

#### (溶存酸素)

- 1) 試料が強酸性か強アルカリ性の場合、それをほぼ中和することのできる量のアルカリ性よう化カリウム-アジ化ナトリウム溶液〔水酸化ナトリウム溶液(50w/v%)に相当〕または硫酸を過剰に加える。アルカリ性よう化カリウム-アジ化ナトリウム溶液1mlは、アルカリ消費量(pH5.0)12.5epmに、硫酸1mlは、酸消費量(pH9.0)36epmに相当する。

この中和処理で加えた試薬量は、試算式中の試薬添加量に加算する。

- 2) かなりの量の妨害物質が含まれている場合には、正確な値を得ることは困難であるが、つぎの操作によって測定するとよい。

- (1) 硫化物や亜硫酸イオンなど、酸性でたやすくよう素で酸化される物質が含まれている場合には、あらかじめ試料のよう素を消費する量を測定しておき、採取した試料中の亜硫酸イオンに相当するよう素溶液を初めに加え、以下本文と同様に操作する。N/100 よう素溶液1mlは、亜硫酸イオン( $\text{SO}_3^{2-}$ ) 0.4mgに相当する。

- (2) 高濃度のアルカリ溶液中で容易に酸化される有機物を含む排水、都市下水、食品工場排水などの場合(ショート変法)は本文と同様に操作するが、試薬添加量を増し、硫酸マンガ溶液2ml、アルカリ性よう化カリウム-アジ化ナトリウム溶液2mlを加えて密栓し、20秒間連続反転してただちに開栓し、硫酸2mlを加え、ただちに以下、本文と同様に滴定して溶存酸素を測定する。この場合、試算式中の試薬添加量(R)は4mlになる。

- (3) 亜硝酸イオン、チオ硫酸イオンなどの還元性物質を多量に含む排水、たとえばパルプ工場排水などの場合には試料を2本とり、1本を予備試験用として下記のように処理する。

酸化処理 ; 予備試験用試料にアルカリ性次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素7w/v%)約0.2mlを加えて密栓し、20～30秒間連続反転し、還元性物質を酸化する。

還元処理 ; 開栓してよう化カリウム0.2g、硫酸(1+9)1mlを加えて酸性(試料が強アルカリ性なら酸濃度を濃くして酸性にする)にし、密栓し20～30秒間連続反転して、よう素を遊離させ(よう素が遊離しなければ、アルカリ性次亜塩素酸ナトリウム溶液の不足である)指示薬としてでんぶん溶液0.2mlを加え、わずかに液の色に青が残る程度になるまで、N/10 亜硫酸ナトリウム溶液を加える。

以上の操作で各試薬の最適添加量を求め、他の1本の溶存酸素測定びんの容量に換算し、アルカリ性次亜塩素酸ナトリウム溶液を加え、20～30秒間連続反転し、以下、本文と同様

に操作する。

試算式中の試薬添加量には、上記各試薬の添加量を加算する。

アルカリ性次亜塩素酸ナトリウム溶液は次の様に調節する。

有効塩素の定量方法 ; 次亜塩素酸ナトリウム溶液 10ml をメスフラスコ 200 ml にとり水を標線まで加える。この 10ml を正しく共栓付三角フラスコ 300ml にとり、水を加えて約 100ml とする。よう化カリウム 1~2g および酢酸 (1+1) 6ml を加えて密栓し、よく振り混ぜて暗所に約 5 分間放置後、N/20 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らでんぶん溶液 3 ml を加え、生じた青が消えるまで滴定する。

別に同一条件で空試験を行ない結果を補正する。

$$\text{有効塩素量 } w/v \% = \frac{a \times f \times \frac{200}{10}}{V} \times 0.001773 \times 100$$

ここに、a : N/20 チオ硫酸ナトリウム溶液 (ml)

f : N/20 チオ硫酸ナトリウム溶液のファクター

V : 次亜塩素酸ナトリウム溶液 (ml)

- (4) 残留塩素 ; クロム酸イオンなどの酸化性物質を含む排水、たとえばメッキ工場排水や塩素処理排水などの場合には試料を 2 本とり、1 本を予備試験用にし、(C)の還元処理と同様に行なって N/10 亜硫酸ナトリウムの最適添加量を求め、他の 1 本にびん容量に換算して N/10 亜硫酸ナトリウム溶液を加え、以下、本文と同様に操作する。

- (5) 多量の第一鉄イオンを含む排水、たとえば酸洗い工場排水などの場合には試料を 2 本とり 1 本を予備試験用にし、硫酸 1 ml, ふ化カリウム溶液 (30w/v %) 1ml および過マンガン酸カリウム溶液 (0.6w/v %) (この溶液 1ml は  $\text{Fe}^{2+}$  約 1mg を酸化する) 1ml を加え、密せんして数回反転し、5 分間放置する (5 分以内に紫紅色が消えればふたたび過マンガン酸カリウム溶液を加える。5 ml 以上加える必要があれば濃度を濃くする)。

次に、しゅう酸ナトリウム溶液 (1.5w/v %) 0.5 ~ 1.0 ml を加え密栓して数回反転し、暗所に放置し (脱色には 2~10 分間を要する)、わずかに紫紅色が残るようにする。

以上の操作で過マンガン酸カリウム溶液の最適添加量を求め、他の 1 本の容量に換算して上記の操作を行ない、以下、本文と同様に操作する。この場合、算式中の試薬添加量には、上記試薬の添加量を加算する。

#### (溶存酸素測定電極法)

JIS法によるBOD測定法は直接希釈検水中の溶存酸素量を化学分析法で求めている。これに対して、電気化学的原理を利用した隔膜電極は、電極を直接試料水に浸漬して溶存酸素量を求めるもので、一般に溶存酸素電極として知られ、使用されている。この溶存酸素電極を用いるBOD測定法は表1に示すごとく種々な方法があるがよく使用されているのは、曝気式酸素電極法によ

るBOD測定法である。この方法は、ふ卵びんが水封形のもので、ふ卵びん回転機構があり、一定時間ごとに角度が30度ずつ間欠的に回転する。攪拌器付酸素電極、曝気管、ふ卵びんの水封および栓取の自動操作機構を備えたステーションにより、ふ卵びんは自動的に水封、開栓され、酸素電極を挿入することによって溶存酸素量が測定される。一定時間後曝気管を挿入すると、曝気により酸素が供給でき、再び溶存酸素量が測定される。水封機構により閉栓して水封のままふ卵びんが回転し次の試料を同様に測定する。このように一つの試料について設定時間ごとに溶存酸素が間欠的に測定され、その測定値の差から酸素消費量を求め、BODを測定することができる。

表1 BOD自動測定法とJIS法の比較

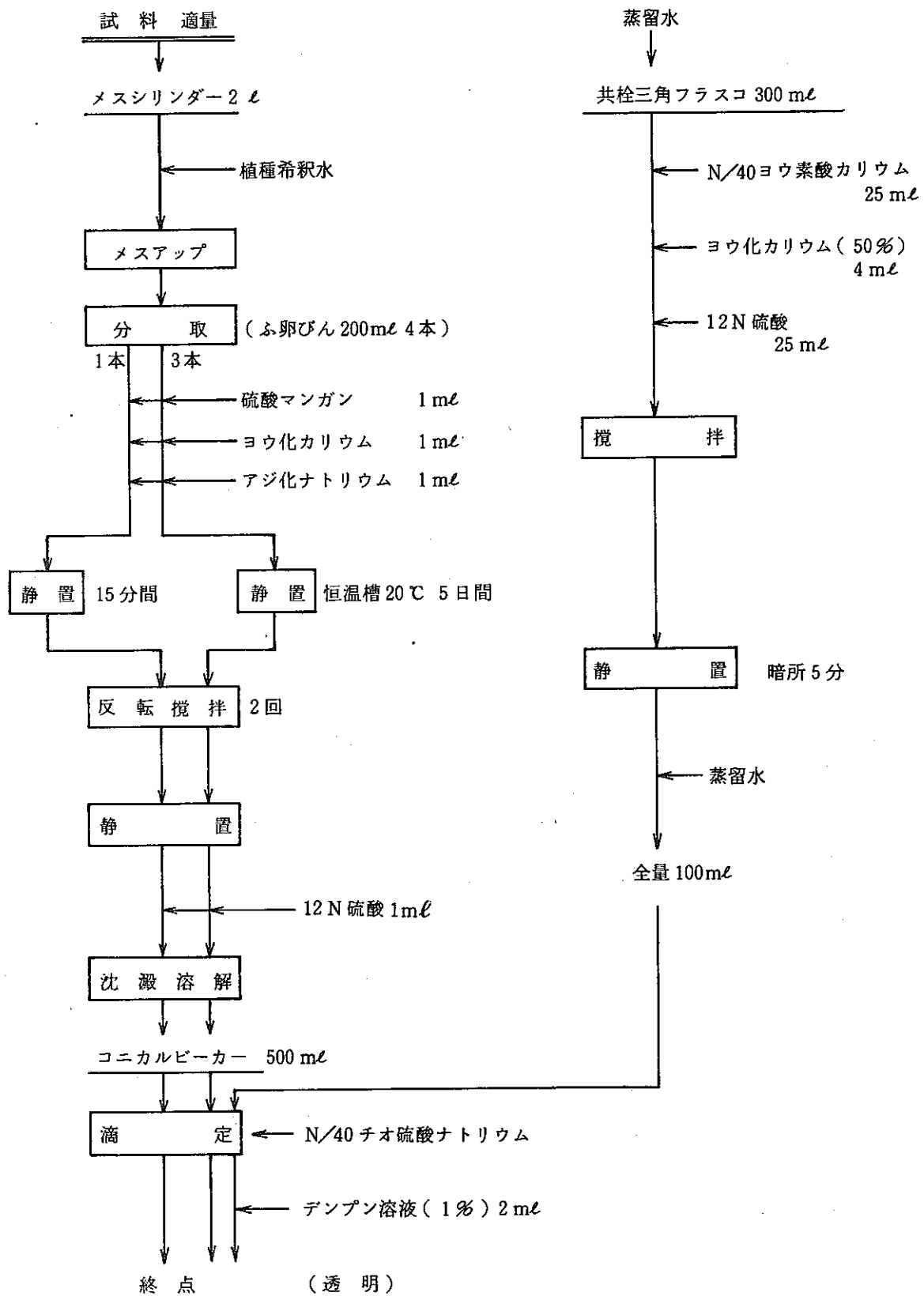
方 法		試料調製法	酸素供給法	炭素ガスの吸収	消費酸素の検出法	ふ卵びん中の液の状態	データ表示
JIS 法		標準希釈法	希釈水中の溶存酸素	な し	化学分析法	静 止	ふ卵期間前後の測定値より算出
自 動 測 定 法	検 圧 法	直接法	定電流電解による発生酸素ガス	あ り (吸収剤による)	マノメーターによる検圧で定電流電量法	攪 拌	消費酸素曲線の自記BODの直接表示
		希釈法	希釈水中の溶存酸素	な し	隔膜酸素電極法	攪 拌	消費酸素曲線の自記
	電 極 法	直接法	曝気法	あ り (曝気により気散)	"	" (間欠的に)	BODの直接表示
		希釈法 直接法	定電流電解による発生酸素ガス	あ り	電極法による溶存酸素の検出で定電流電量法	攪 拌	消費酸素曲線の自記BODの直接表示

なお、測定器の運転中は、回転機構等に手を入れる危険行為は避けるように注意すること。

## (文 献)

- 1) 工場排水試験方法 JIS K 0102 - 1971, P. 33・P. 73
- 2) 新版 水の分析 日本分析化学会北海道支部 P. 241・P. 259

## 8. 工程図



## 排水中の油分（n-ヘキサン抽出物質）分析法

### 1. 要 旨

ここでいうn-ヘキサン抽出物質とは、主として排水中に含まれる比較的揮発しにくい炭化水素、炭化水素誘導体、グリース、油状物質などである。試料から直接n-ヘキサン層に分配される物質を抽出し、n-ヘキサンを蒸発させたのちの残留物の重さを測定してn-ヘキサン抽出物質を定量する方法である。

### 2. 適用範囲および分析精度

この方法では通常、油分とよばれる物質を選択的に定量することは困難であって、油状物質以外のフェノール形化合物、コロイド状いおうなども定量値に含まれる。ただし、80℃付近の温度で一部または大部分が揮散する軽質炭化水素など、あるいは測定中に著しく酸化される油状物質を含む試料には適用できない。試料のpHを4以下の酸性にしたのち、水層からn-ヘキサン層に分配される物質を抽出し、n-ヘキサン蒸発後の残留物の重さをはかってn-ヘキサン抽出物質量を求める方法で、汚濁のはなはだしくない一般の排水に適用する。検出限界は0.5ppmである。

### 3. 試薬および装置

- 1) 塩酸（1+1）
- 2) 硫酸ナトリウム（無水）
- 3) メチルオレンジ溶液（0.1w/v%）メチルオレンジ 0.1gを熱水 100 mlに溶かし、冷却後使用する。
- 4) n-ヘキサン 蒸留したのをを用いる。
- 5) 分液漏斗
- 6) 乾燥器 80 ± 5℃に温度が調節できるもの。
- 7) 恒温水浴 80 ± 5℃に水温が調節できるもの。
- 8) ホットプレートまたはマントルヒータ 80 ± 5℃に温度が調節できる防爆型のもの。
- 9) 冷却器 リービッヒ冷却器 300mm 共通すり合わせのもの。
- 10) n-ヘキサン蒸発容器 アルミ製蒸発皿
- 11) シェーカ

## 4. 安全

- 1) 酸類, アルカリ類の皮ふ, 眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。
- 2) 汚染の恐れのある作業についてはゴム手袋を着用し慎重に行うこと。
- 3) n-ヘキサンは引火点-26℃と極めて低いため, 引火する危険性が高いので, 火気に十分注意し, 蒸留, 蒸発はドラフト内で行なう。

## 5. 分析操作

操 作	備 考
1) 分液漏斗を2個用意し, 採取した試料を分液漏斗aに移し, メチルオレンジ溶液2~3滴を加えつぎに液の色が赤に変わるまで塩酸(1+1)を加えてpH 4以下に調節する。 2) 試料容器を10mlずつのn-ヘキサンで2回洗い, 洗液を分液漏斗に加える。分液漏斗のせんを締め2分間激しく振り混ぜ, 5分間静置してn-ヘキサン相と水相を分離させる。 3) 水相を分液漏斗bに移し, さらに分液漏斗aを静かに振り動かして, できるだけ水相を分離して水相を分液漏斗bに移す。 4) 分液漏斗aの有機相に少量の蒸留水を加え軽く振りまぜ静置後水相を捨て, 有機相を200ml ビーカに移し分液漏斗内をn-ヘキサン10mlで2回洗浄し, 洗液をビーカに合わせる。 5) 分液漏斗bにn-ヘキサン20mlを加え, 以下同様にして水相を分液漏斗aに有機相を水洗後ビーカに合わせる。	1) 分液漏斗は使用前にn-ヘキサンでよく洗っておく。 試料の濁度等により分取量は異なる。 3) n-ヘキサン層が濁っていることがある。これは水分が含まれているか, 水溶性でかつn-ヘキサンに不溶性の物質が含まれているためである。 4) 通常水洗によってn-ヘキサン相は澄明になり懸濁物質は除かれるが, 水相がもち込まれて澄明なn-ヘキサン相が分離しにくい場合には水相をできるだけ分離したのち, 塩化ナトリウムまたは硫酸ナトリウム(無水)を加えると澄明なn-ヘキサン層が分離することがある。試料によってはアンモニウム塩が有効なことがあるが, n-ヘキサン可溶の試薬を加えてはならない。いずれの方法でも澄明にならないときは24時間放置するとよい。



操 作	備 考
6) 分液漏斗aにn-ヘキサン 20mlを加え、同様に操作し有機相をビーカに合わせる。	6) 3回抽出である。3回目は2分間振とう後10分間静置する。
7) ビーカの有機相に硫酸ナトリウム(無水)を適量加え、水分を完全に除去する。	
8) 水分を除去した有機相をNo.5Aろ紙でろ過し、ろ液を蒸留フラスコに受ける。ビーカとろ紙を少量のn-ヘキサンで数回洗浄し、洗浄液も蒸留フラスコに合わせる。	8) ろ紙と漏斗はn-ヘキサンで洗浄しておく。
9) 蒸留フラスコをマントルヒータに入れ、共通すり合わせのト字管および冷却器を接続してヒータの温度を約80℃に調節し、フラスコ内の液量が約10mlになるまで蒸留を続ける。	9) フラスコ内に沸石を入れる。
10) 液量が10mlになったらフラスコを取りはずし、室温まで冷却し、有機相を重量既知のアルミ製蒸発皿に移す。フラスコ内を少量のn-ヘキサン数回で洗浄し蒸発皿に合わせる。蒸発皿を80℃の恒温水浴上にのせ、完全にn-ヘキサンを蒸発させる。	10) 引火のおそれがないように十分注意し、通風をよくする。
11) 蒸発皿を80±5℃に調節した乾燥器中に移し正確に30分間乾燥したのち、乾燥剤を入れないデシケータ中に移し、正確に30分間放冷して重さを測定する。	
12) 蒸発皿の使用の前後の重さの差と試料分取量より、試料中の油分の濃度を算出する。	

## 6. 計 算

試料中のn-ヘキサン抽出物質のppmを次式によって算出する。

$$P = (a - b) \times \frac{1000}{V}$$

ここに、P : n-ヘキサン抽出物質 (ppm)

a : n-ヘキサン蒸発後の蒸発皿の重さ (mg)

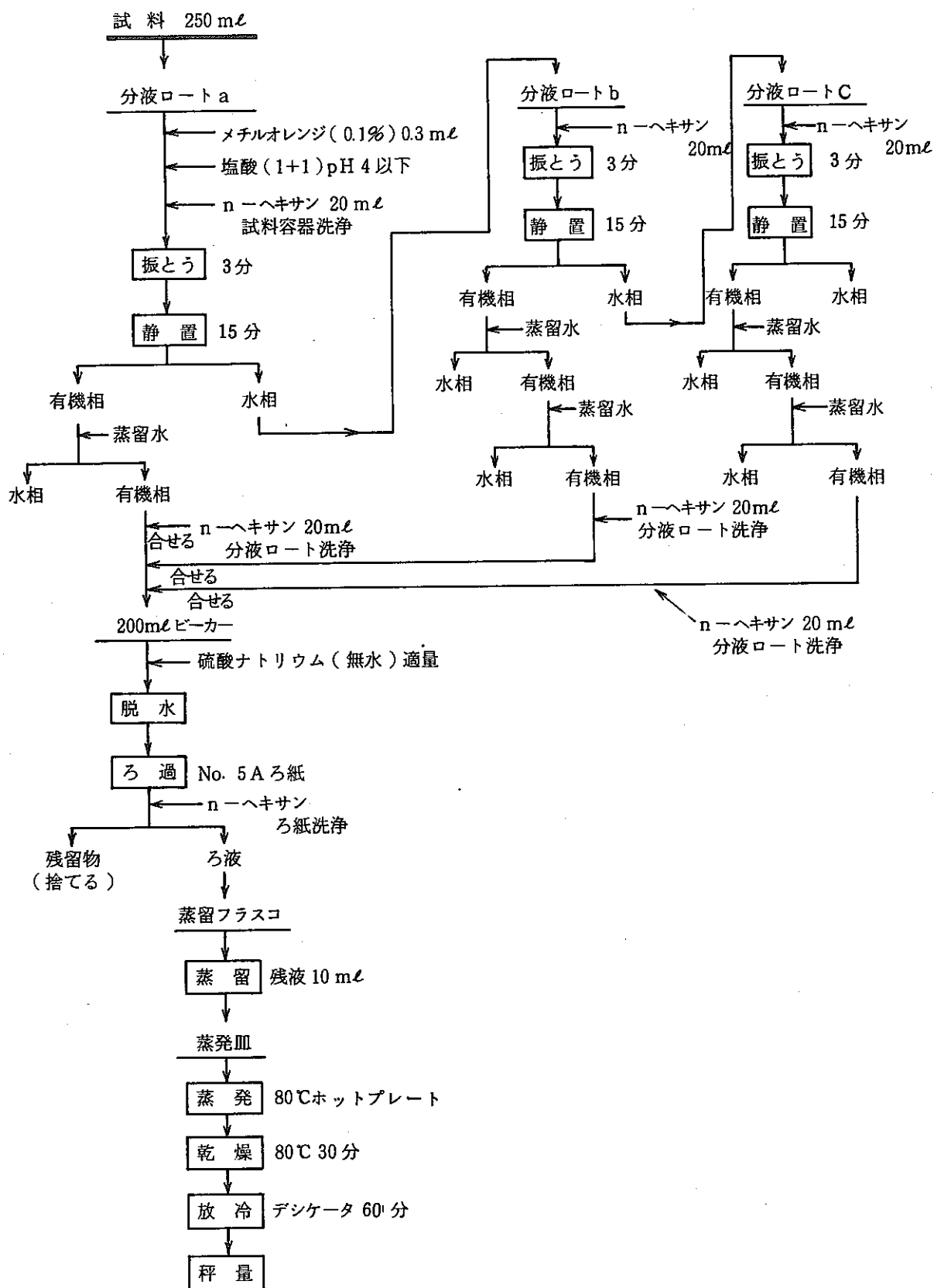
b : 試験前の蒸発皿の重さ (mg)

V : 試料 (ml)

## 7. 解説および文献

工場排水試験方法 JIS K 0102 - 1971 P. 47

## 8. 工程図



## 排水中のフッ素分析法

(イオン電極法)

## 1. 要 旨

フッ素イオンを含む排水と緩衝液を容積比 1 : 1 で混合し、フッ素イオン選択性電極で電位を測定しフッ素濃度を定量する。

## 2. 適用範囲および分析精度

本法は  $0.1 \mu\text{g F/ml}$  以上の試料に適用できる。

## 3. 試薬および装置

- 1) クエン酸ナトリウム 294g を水に溶かし塩酸 (1 + 1) で pH 6 に調整して水でうすめて 1 ℓ とする。
- 2) 塩酸 (1 + 1)
- 3) フッ素イオン標準原液 ( $10 \text{mg/ml}$ ) ; 特級フッ化ナトリウム (白金るつぼ中で 500 ~ 550 ℃ で 50 分間保ち、デシケータ中で放冷したもの) を 2.21g はかり取って、純水に溶解したのち、1 ℓ のメスフラスコに移し、水で標線まで希釈する。この液を原液としてポリエチレン製びんに保存する。これを必要に応じて希釈して使用する。
- 4) 電位測定メータ ; オリオン社製 801A 型
- 5) フッ素イオン選択性電極 ; オリオン社製 94-09 型
- 6) 比較電極 ; オリオン社製 90-01 型

## 4. 安 全

- 1) 酸類、アルカリ類の皮ふ、眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないよう注意すること。
- 2) 汚染の恐れのある作業についてはゴム手袋等を着用し慎重に行うこと。

## 5. 分析操作

操 作	備 考
1) フッ素イオン選択性電極、および比較電極を電位測定メータに接続し、比較電極を水に浸したのちスイッチ ON にする。	1) スイッチ ON ののち装置が安定するまで約 20 分間放置してから測定を行う。メータの温度標準値の調整を行う。

操 作	備 考
2) 試料 25mℓ を正確にとりポリエチレンビーカー (50mℓ) に入れる。	2) 試料はあらかじめpHを2~10に調整しておく。
3) クエン酸ナトリウム溶液 25mℓ を正確に加える。回転子で約5分間かきまぜたのち電位を測定する。	3) アルミニウム、カルシウムが多量に含まれている可能性のある試料については試料を2~10倍に希釈して電位を測定し定量値が一致することを確認する。
4) 同様の操作であらかじめ作成しておいた検量線よりフッ素イオン濃度を求める。	4) 6.計算参照のこと。

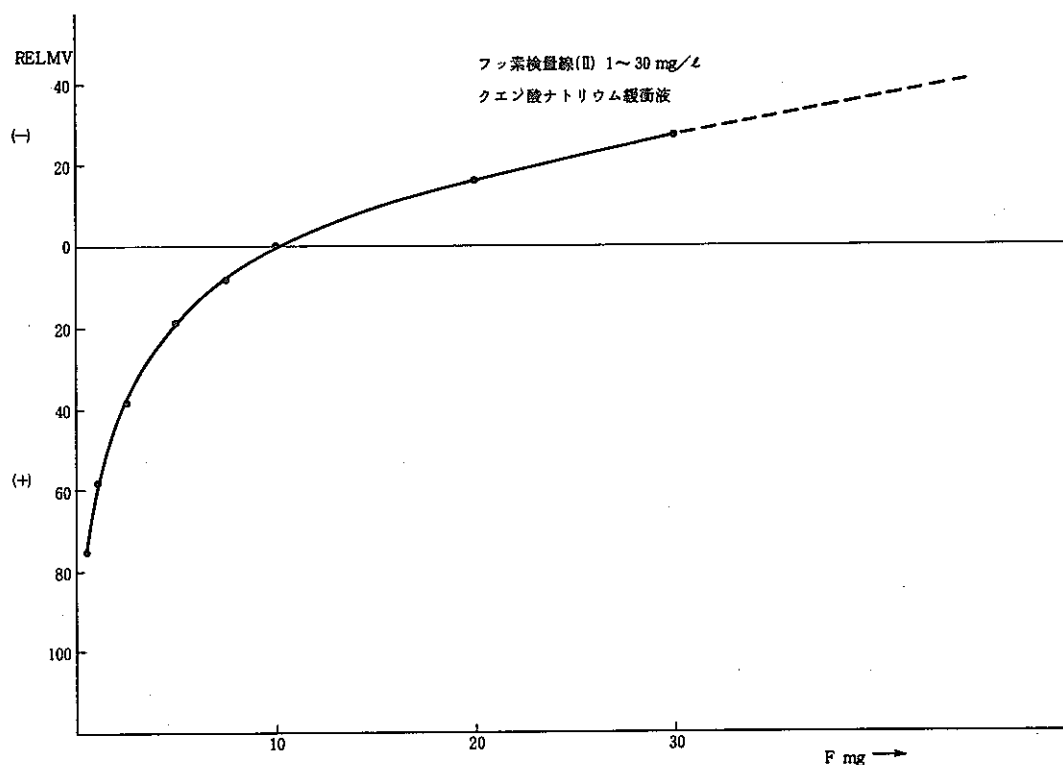
## 6. 計 算

### 検量線の作り方

フッ素イオン標準液を希釈して0.2 0.5 1.0 2.0 10.0  $\mu\text{g}/\text{mℓ}$  の濃度のものを調製し、以下、上記の方法に従って溶液の電位差を測定し、グラフ上に横軸にフッ素イオン濃度、縦軸に電位の関係をプロットして検量線を作成する。

注1 フッ素イオン濃度が2  $\mu\text{g}/\text{mℓ}$  以上では電位は再現性があるが、2  $\mu\text{g}/\text{mℓ}$  未満の濃度ではドリフトがあるのでこの濃度範囲では分析のつど検量線を作成する。

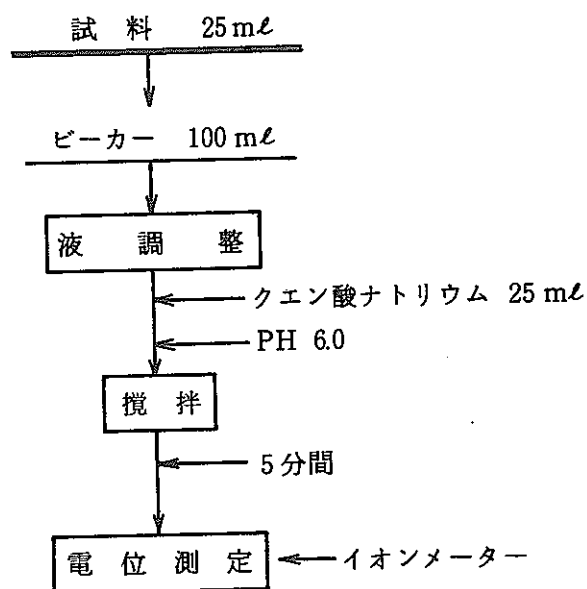
注2 検量線は試料溶液のフッ素イオン濃度に対して目盛っておくと直線読みとりができて便利である。



## 7. 文献および解説

- 1) 白石直典, 村田行生, 中川元吉, 小玉数信, 分析化学 23, 176 ~ 181 (1974)
- 2) 提 健一, 本山茂二, 落合健一, 寺門 茂, 日本分析化学会第 23 会予稿集 2B 08
- 3) 吉村征二, 大和愛司, 野村 保, 木村 均, 木下 睦, 日本保健物理学会 10 回研究発表会予稿集 45 (1984)

## 8. 工程図



## 排水中のフッ素分析法

(吸光光度法)

### 1. 要 旨

フッ素イオンがランタンとアリザリンコンプレキソンとの錯体がフッ素イオンと反応して青色の複合錯体を分光光度装置により測定しフッ素を定量する。

### 2. 適用範囲および分析精度

本法の $F^-$ の定量範囲は0.003～0.05 mgで、この場合の繰り返し標準偏差パーセントは10～3%である。

### 3. 試薬および装置

- 1) フェノールフタレインのエチルアルコール溶液 (0.5w/v%)
- 2) 水酸化ナトリウム溶液 (10w/v%) ; 水酸化ナトリウム 10 g に溶かして 100ml とする。
- 3) リン酸
- 4) 過塩素酸 ; 一度加熱して白煙を発生させて冷却したもの。
- 5) ランタン-アリザリンコンプレキソン溶液 ; アリザリンコンプレキソン 0.192g をアンモニア水 (1 + 10) 4ml と酢酸アンモニウム溶液 (20 w/v %) 4ml に溶かしこれを酢酸ナトリウム溶液 (酢酸ナトリウム 3 水塩 41g を水 500ml に溶かし酢酸 24ml を加えたもの) 中にかきまぜながら加える。この溶液をかきまぜながらアセトン 400ml を徐々に加え、さらにランタン溶液 (酸化ランタン 0.163g を 2 N 塩酸 10 ml に溶かしたもの) を加えてかきまぜ室温に冷却し酢酸またはアンモニア水で pH 4.7 付近に調節したのち水で液量を正しく 1 l にうすめる。
- 6) フッ素イオン標準液 (0.01mg  $F^-$ /ml) ; フッ化ナトリウム (標準試薬) を白金皿にとり、500～550℃で40～50分間加熱しデシケータ (硫酸入り) 中で放冷したのち NaF 100% に対し 2.24h を正しくはかり水に溶かしメスフラスコ 1 l に入れ水を標線まで加える。この溶液 1ml はフッ素イオン 1mg を含む、これを原液としてポリエチレンびんに保存する。使用のつど原液 10 ml をメスフラスコ 1 l にとり水を標線まで加える。
- 7) 装置 分光光度計 日立 100 - 10 形

### 4. 安 全

- 1) 酸類、アルカリ類の皮ふ、眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意すること。
- 2) 汚染の恐れのある作業についてはゴム手袋を着用し慎重に行うこと。
- 3) 蒸留時フラスコ内の液の飛散を防ぐため沸石を入れること。また蒸留はフード内で行うこと。

## 5. 分析操作

操 作	備 考
1) 試料の適量 ( $F^-$ として 0.05mg以下を含む)をメスフラスコ 50ml にはかりとる。この溶液にランタン-アリザリンコンプレキソン溶液 20ml を加え、水を標線まで加え振りまぜ約 1 時間静置する。	1) フッ素含有量が少ないときはメスフラスコ 25ml を用い、ランタンコンプレキソン溶液を 10ml 加え液量を 25ml とする。妨害イオンを含む試料は蒸留操作を行う。
2) この溶液の一部を吸収セルにうつし分光光度計により吸光度を測定する。	2) 測定条件 波長 620 nm セル 10 mm
3) 検量線によりフッ素イオンの濃度求める。	3) 6.計算参照のこと。

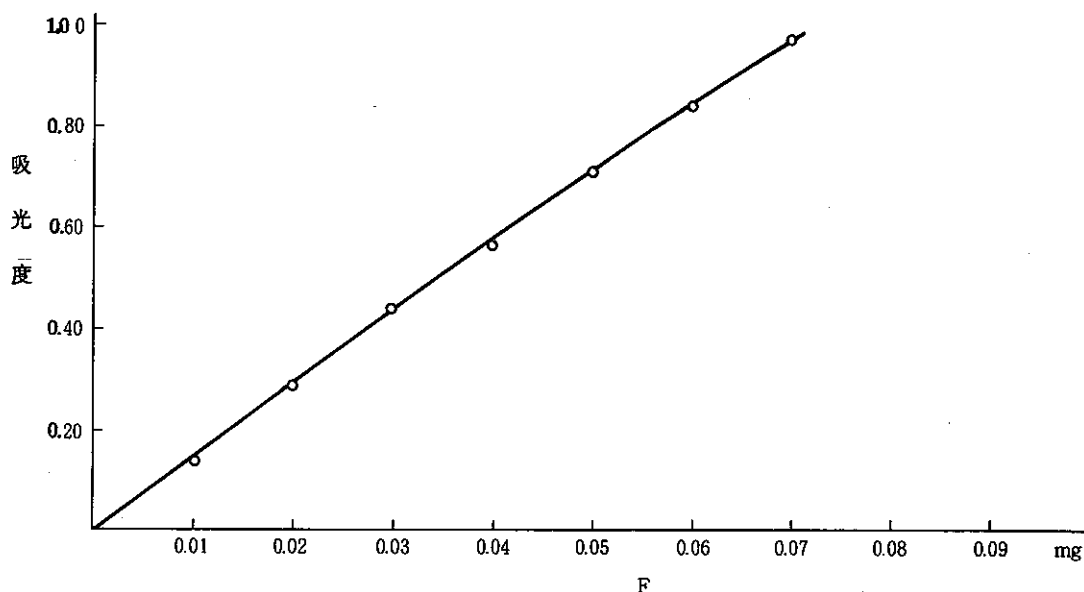
## 6. 計 算

## 検量線の作成

フッ素イオン標準液 ( $0.01 F^-/ml$ ) 1.0 2.0 3.0 4.0 5.0 ml を段階的にメスフラスコ 50ml にはかりとり上記の通り分析操作をつづけフッ素イオン量を測定し、フッ素イオン濃度を横軸に、吸光度を縦軸にとってグラフ用紙上にプロットして作成する。つぎに試料について吸光度を測定し検量線の直線領域によってフッ素イオンの濃度を求め ppm の単位により試料濃度を算出する。

フッ素イオン検量線(I)

Alfuson	7.5%	全量 50 ml
	620 nm	10 mm セル



## 7. 解説および文献

1) 工場排水試験法 JIS K 0102-74

2) 蒸留操作 ; 試料の適量 ( $F^-$  として 0.1mg 以上を含む) を蒸発皿にとり指示薬としてフェノールフタレインのエチルアルコール溶液 2~3 滴を加え、つぎに水酸化ナトリウムで微アルカリ性とする。加温し液量を 30ml に濃縮する。ケルダール、フラスコ 500ml に少量の水で洗い入れリン酸 1ml と過塩素酸 40ml を加える。(沸騰石 10ヶ位入れる)

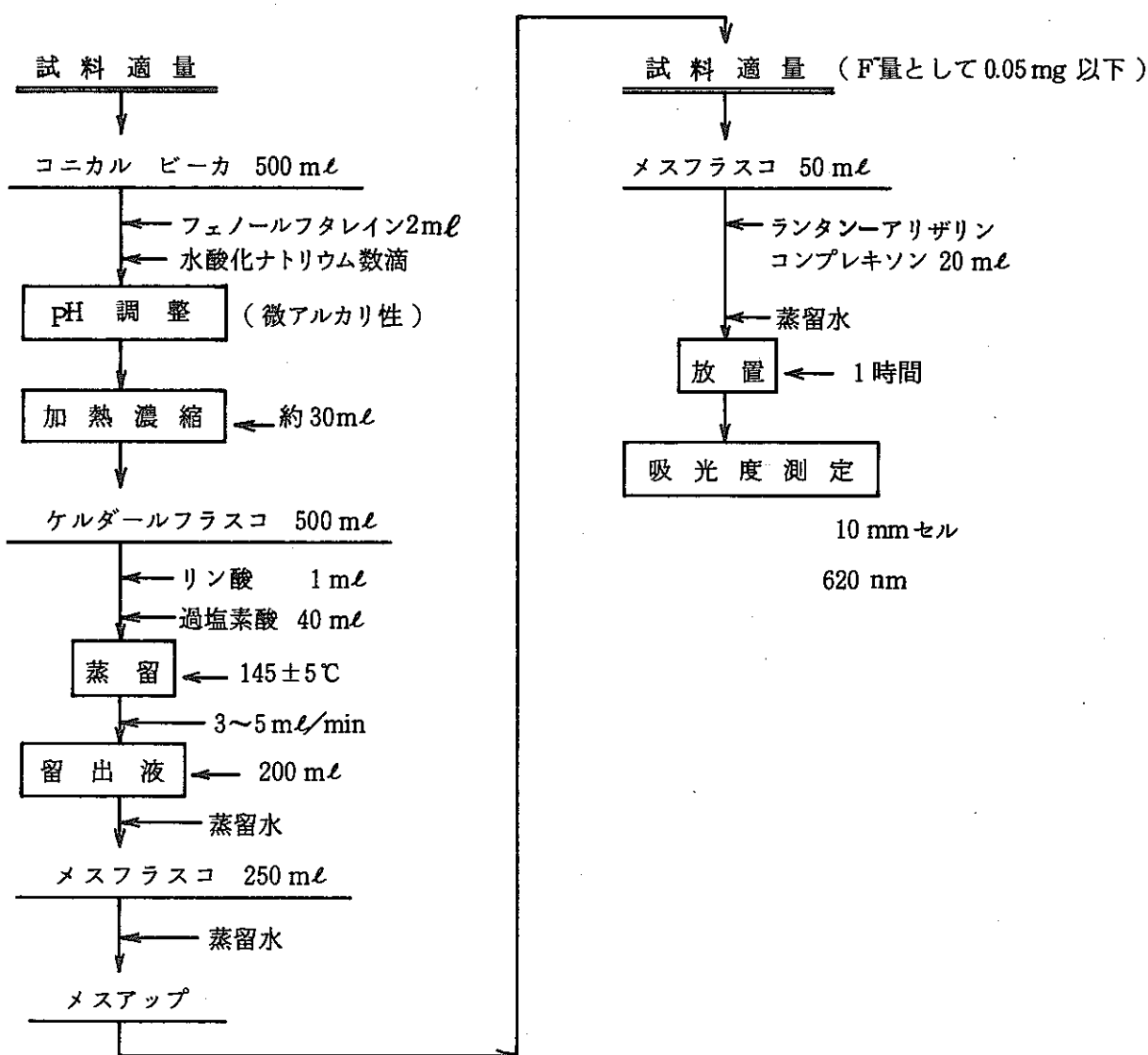
蒸留器の各部分を連絡したのち加熱して蒸留を始めフラスコ内の温度が 140℃ になれば水蒸気を通じ始め蒸留温度  $145^{\circ} \pm 5^{\circ} \text{C}$  に保つように熱源を調節する。

留出液は受器に受け、留出液量は約 200 ml とする。なお留出速度は 3~5 ml/min となるように調節し、終了後メスフラスコ 250ml にうつし標線まで水を加える。

## 8. 工程図

( 蒸 留 操 作 )

( 試 験 操 作 )





## 排水中の導電率25℃測定法

## 1. 要 旨

溶液の断面  $1\text{ cm}^2$ ，長さ  $1\text{ cm}$  の液体が  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$  でもつ電気抵抗をその溶液の比抵抗 ( $\Omega\text{cm}$ ) といひその逆数を導電率と呼び  $\sigma/\text{cm}$  で表わす。水の場合は  $\sigma/\text{cm}$  の百万分の 1 を単位とし  $\sigma/\text{cm}$  で表わす。試料水の導電率を測定することによりイオンに解離している塩類の大体の量を知ることができる。

## 2. 適用範囲および分析精度

試料の導電率が約  $100\text{ }\mu\sigma/\text{cm}$  以下のときはセル定数が約 0.1 であるセルを  $100\sim 2000\text{ }\mu\sigma/\text{cm}$  のときはセル定数が約 1 であるセルを  $2000\text{ }\mu\sigma/\text{cm}$  以上のときはセル定数が約 10 であるセルをとり、このセルを試料水で 2～3 回洗ったのち試料水で満たす。このセルを  $25\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$  に保ち（精度をとくに必要としない場合は温度補償回路（導電率計に組み入れられたもの）を用いる）導電率の測定を行ない、測定値が  $\pm 3\%$  以内に一致するまで試料水を数回とりかえて測定を繰り返す、その導電率を求め  $1\sigma/\text{cm}$  ( $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) で表わす。

## 3. 試薬および装置

- 1) 導電率計
- 2) 温度計（温度計は  $\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$  の精度のものを用いる。）

## 4. 安 全

汚染の恐れのある作業についてはゴム手袋を着用し慎重に行うこと。

## 5. 分析操作

操 作	備 考
1) あらかじめ導電率計の電源を入れておく。セルは水で 2～3 回洗う。 2) このセルを試料水で 2～3 回洗ったのち、試料水で満たす。 3) 試料水の温度を測定し、温度補償回路（導電率計に組み入れられたもの）を用い、補正し導電率を読みとる。 4) 測定用スイッチ、電源用スイッチを切る。セルは水中に保存する。	3) 導電率は温度により変化し、 $1\text{ deg}$ の上昇で約 $2\%$ 大になる。

## 6. 解説および文献

## セル定数の測定およびセルの検定

セル定数の測定またはセルの検定は、試料水を試験するたびに行なう必要はないが、定期的にはかって、その数値を確かめなければならない。

- (a) 塩化カリウム標準液 ; 粉末にした塩化カリウムを 105℃で2時間乾燥して 25℃で  $3\mu\text{S}/\text{cm}$  より小さい導電率の水を用い N/10 溶液は、この塩化カリウム 7.4365 g を、N/100 溶液は 0.7440 g を水に溶かし、 $20 \pm 1^\circ\text{C}$  で 1ℓ とする。また N/1000 溶液は、N/100 溶液 100ml を水でうすめて 1ℓ とする。これらの溶液は、ポリエチレンまたは硬質ガラスびんに密栓して保存する。

表1 塩化カリウム標準液の導電率

N	℃	$\mu\text{S}/\text{cm}$
1/10	0	7130
	18	11170
	25	12860
1/100	0	774
	18	1220
	25	1409
1/1000	25	147

- (b) 試験方法 ; セル定数を測定またはセルを検定しようとする場合はセルを水で 2～3 回よく洗い、塩化カリウム標準液で 2～3 回洗ったのち塩化カリウム標準液を満たす。このセルを  $25 \pm 0.5^\circ\text{C}$  に保ち、その導電率が  $\pm 3\%$  以内で一致するまで塩化カリウム標準液を数回とりかえてはかり、その値を表1の標準液と比較する。 $\pm 3\%$  以内で一致しないときは白金極面の白金黒を溶かして再び白金黒めっきをする必要がある。またセル定数を求めるときは次式により算出する。

$$J = \frac{L_{\text{KCL}} + L_{\text{H}_2\text{O}}}{L_{\text{XO}}}$$

ここに、

J : セル定数

$L_{\text{XO}}$  : 測定したセルの導電率 ( $\mu\text{S}/\text{cm}$ )

$L_{\text{KCL}}$  : この温度における使用した塩化カリウム標準液の導電率 ( $\mu\text{S}/\text{cm}$ )

$L_{\text{H}_2\text{O}}$  : 同じ温度における塩化カリウム標準液の調製に用いた水の導電率 ( $\mu\text{S}/\text{cm}$ )

## 7. 文 献

工場排水試験方法 JIS K 0102 - 1971 P. 17

## 排水中の水銀分析法

### 1. 要 旨

本法は、試料水に硫酸と過マンガン酸カリウムを加えて加熱し、有機水銀化合物を分解する。さらに過剰の過マンガン酸カリウムを塩酸ヒドロキシアルアミンで還元し、つづいて還元剤（塩化第一錫）を加え、空気を送り込み、水銀を気化させて、吸光度測定し定量する方法である。

### 2. 適用範囲および分析精度

本法は排水中にある  $0.1\mu\text{g}/\ell$  以上の Hg を定量することができる。この場合の繰り返しの標準偏差パーセントは 3% である。

### 3. 試薬および装置

- 1) 硫酸, (1 + 1)
- 2) 過マンガン酸カリウム溶液 (6 w/v%) ; 過マンガン酸カリウム 6g を水に溶かして 100ml とする。
- 3) 塩酸ヒドロキシアルアミン溶液 (20 w/v%) ; 塩酸ヒドロキシアルアミン 20g を水に溶かして 100 ml とする。
- 4) 塩化第一錫溶液 (10 w/v%) ; 塩化第一錫 (2 水塩) 10g に硫酸 3ml を加え、加温しながら淡白色になったら静かに水を加えながら加温溶解させて、放冷後全量を 100ml とする。
- 5) 水銀標準溶液 ( $0.005\text{ mgHg}/\text{ml}$ ) ; 塩化第二水銀 0.677g を水に溶かして、1ℓ のメスフラスコに入れ、水を標線まで加える。 ( $0.5\text{ mgHg}/\text{ml}$ ) この溶液 10ml を正しく 1ℓ のメスフラスコにとり、水を標線まで加える。この溶液 1ml は、Hg 0.005 mg を含む。
- 6) 平沼水銀濃度計 [MODEL HG - 1]
  - ① 測定方法 還元気化原子吸光法
  - ② 光 源 低圧水銀灯
  - ③ 受光器 光電管
  - ④ 検出感度  $0.005\mu\text{g}$
  - ⑤ 再現性 3% 以下

### 4. 安 全

- 1) 酸類、アルカリ類の皮ふ、眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意すること。
- 2) 汚染の恐れのある作業については慎重に行うこと。

- 3) 水銀濃度計による測定はフード内で行うこと。
- 4) 過マンガン酸カリウム粉末はみだりに強い攪拌等の刺激を与えたり、有機物や還元剤の混入に注意する。爆発、発熱の恐れがある。
- 5) 気化吸収用の過マンガン酸カリウム溶液は使用のつど作成すること。

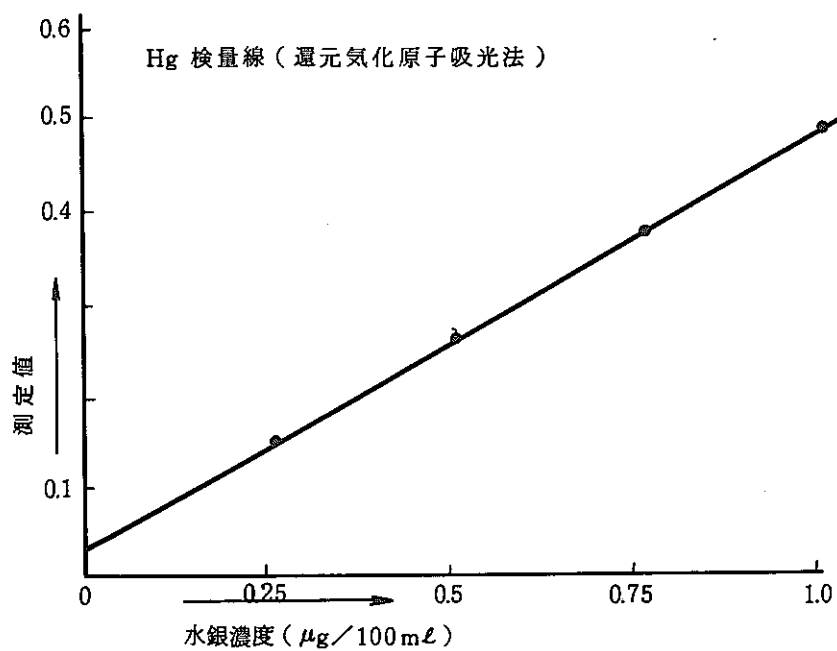
## 5. 分析操作

操 作	備 考
1) 試料 100 ml をコニカルビーカに分取し、硫酸 (1 + 1) 20 ml を加え軽く攪拌する。	1) 試料量は、定量範囲 (0.05 ~ 1 µg) に入るようにすればよい。
2) 過マンガン酸カリウム溶液 (6 w/v %) を 20 ml 加えた後、加温する。	2) 煮沸しないように静かに加温する。
3) 液の紫色が消えた時、加熱を止め 60℃以下に冷却後過マンガン酸カリウム溶液 (6 w/v %) 2 ml を加え再び加熱し、過マンガン酸カリウムの色が約 10 分間残るようになるまでこれを繰返す。	
4) 液温を 40℃以下に冷却後、過剰の過マンガン酸カリウムを塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (20 w/v %) を滴加しながら還元して室温に冷却する。	4) 還元が完了すると液は透明になる。
5) メスフラスコ 250 ml これを移しビーカを水でよく洗ってこれに加え、水で飽水にする。この溶液を 100 ml 正確に分取し硫酸 (1 + 1) 5 ml と塩化第一錫溶液 (10 w/v %) 10 ml を加え、平沼水銀濃度計にて測定する。	5) 硫酸と塩化第一錫溶液を加えた後、ただちに測定しなければ誤差を生ずる事になる。
6) あらかじめ作成した検量線から水銀量を求め、水銀の濃度を算出する。	6) 平沼水銀濃度計の取扱説明書に従う。

## 6. 計 算

### 検量線の作成

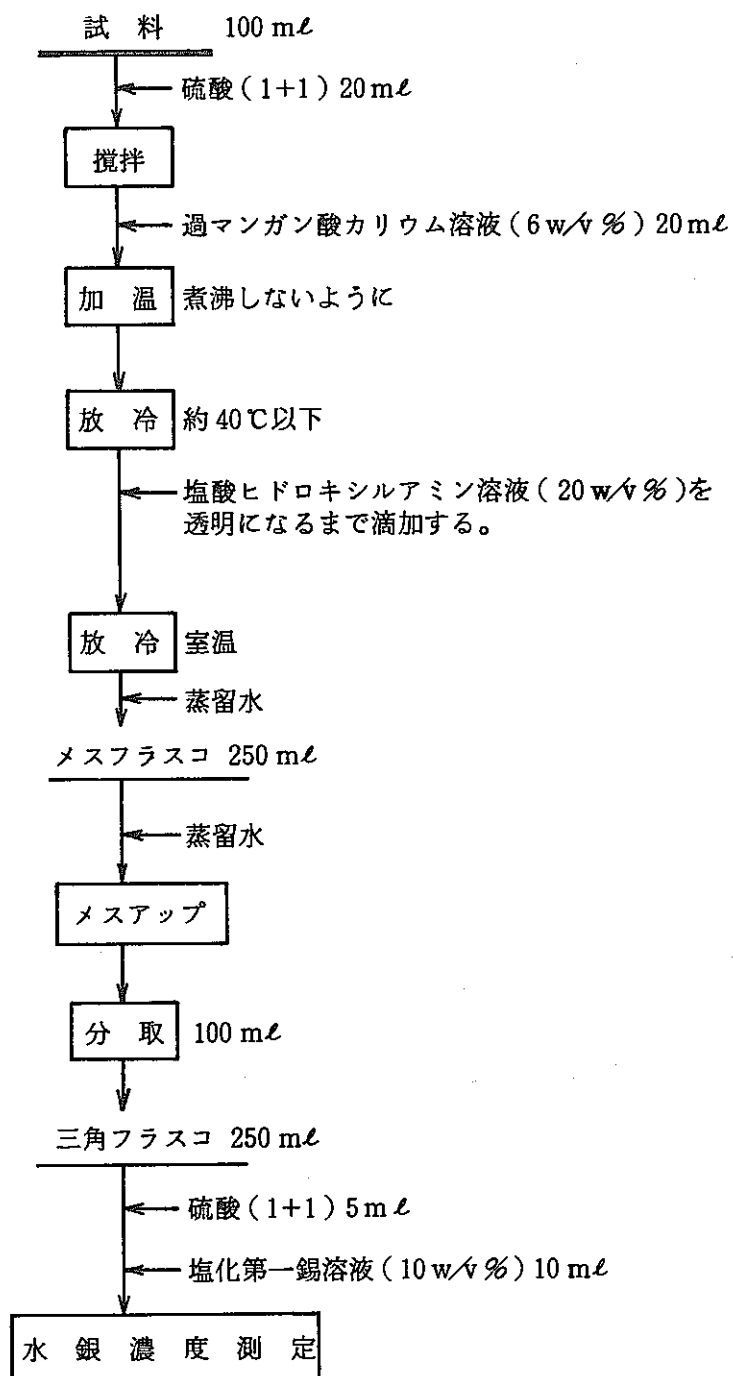
水銀標準溶液 (0.005 mg Hg/ml) 0 ~ 200 µl を段階的にとり、以下分析操作 1) ~ 6) に従って操作し、水銀量と吸光度との関係線を作成する。



## 7. 解説および文献

- 1) 梅崎芳美, 岩本和子, 分析化学 20, 173 (1971)

## 8. 工程図



## 排水中のヒ素分析法

### 1. 要 旨

本法は、硫酸酸性の試料水中から、ヒ素をヨウ化カリウムで還元したのち、チオナリド錯塩としてエチルエーテルで抽出分離し、再び水相に酸化逆抽出する。これにモリブデン酸アンモニウムと還元剤を加え、生ずる青色を比色定量する。

### 2. 適用範囲及び分析精度

本法のAsの定量範囲は0.001～0.04mgで、この場合の繰り返しの標準偏差パーセントは10～3%である。

### 3. 試薬および装置

- 1) 硝 酸
- 2) 硫酸 (2+1), (1+17)
- 3) ヨウ化カリウム溶液 (33 W/V %); ヨウ化カリウム 33 g を水に溶かして 100 mℓ とする。
- 4) チオナリド溶液; チオナリド 0.8 g をエチルアルコール (95 V/V %) 100 mℓ に溶かす。この溶液は使用のつど調製する。
- 5) チオ硫酸ナトリウム溶液 (1.5 W/V %); チオ硫酸ナトリウム 1.5 g を水に溶かして 100 mℓ とする。
- 6) エチルエーテル
- 7) 次亜臭素酸ナトリウム溶液; 40 mℓ の飽和臭素水に水 20 mℓ を加え、さらに 20 mℓ の Na OH (2 W/V %) を加える。
- 8) 硫酸ヒドラジン溶液; 飽和溶液
- 9) 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 25 g を水 300 mℓ に溶かす。硫酸 (比重 1.84) 75 mℓ を約 100 mℓ の水に加え、放冷後両液合わせて全量を 500 mℓ とする。
- 10) ヒ素標準溶液 (0.1 mg As / mℓ); 亜ヒ酸 0.1320 g を水酸化ナトリウム (4 W/V %) 10 mℓ に溶かし硫酸 (1+17) 10 mℓ を加えて中和したのち、水で全量を 1 ℓ とする。この溶液 1 mℓ は、As 0.1 mg を含む。使用時に適宜希釈して用いる。
- 11) 分液ロート; 200 mℓ
- 12) 光度計; 光電分光光度計

### 4. 安 全

- 1) 酸類、アルカリ類の皮ふ、眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。
- 2) 汚染の恐れのある作業についてはゴム手袋を着用し慎重に行うこと。

- 3) エチルエーテルは非常に揮発しやすく、引火点  $-45^{\circ}\text{C}$  と極めて低いためその取扱いに当たってはみだりに火気を近ずけるようなことを行ってはならない。
- 4) 分析中操作をあやまるとヒ化水素が発生する可能性があるので十分注意するとともに試料の有機物分解はフード内で行うこと。

## 5. 分析操作

操 作	備 考
1) 試料 500 mℓ をコニカルビーカーに分取し、硝酸 10 mℓ を加えて、液量 10 mℓ まで加温濃縮し、有機物分解をする。	1) 試料が有機物を多く含む場合は、分解しなくてはならない。分解の際にヒ素が 3 価の状態になると、ヒ化水素あるいは、ハロゲン化ヒ素として揮散するおそれがある。したがって分解は最初硝酸のみで濃縮分解し、ほとんど分解が終わったところに硫酸 10 mℓ を加え、着色がなくなつて硫酸白煙が生ずるところで分解をやめる。ヒ化水素の吸入のないように十分注意する。 また試料量は定量範囲 (0.001~0.04 mg) に入るよう分取すれば良い。
2) 放冷後、硫酸 10 mℓ を静かに加え、硫酸白煙が生ずるところまで、加温濃縮する。	
3) 放冷後、水で分液漏斗に移し、全量を約 100 mℓ とする。硫酸 (2+1) 15 mℓ およびヨウ化カリウム溶液 (33 W/V %) 2 mℓ を加え、振り混ぜ 15 分間静置して、ヒ素を還元する。	3) 水で分液漏斗に移す際には、硫酸の発熱に注意する。
4) 遊離したヨウ素の色が消えるまで、チオ硫酸ナトリウム溶液 (1.5 W/V %) を滴下する。さらにチオナリド溶液を 2 mℓ 加え、15 分間静置する。	4) チオ硫酸ナトリウム溶液 (1.5 W/V %) を加剰に加えると、低値となるので注意する。
5) エチルエーテル 40 mℓ を加え、約 1 分間激しく振り混ぜて、ヒ素チオナリド錯塩を抽出し、静置する。	

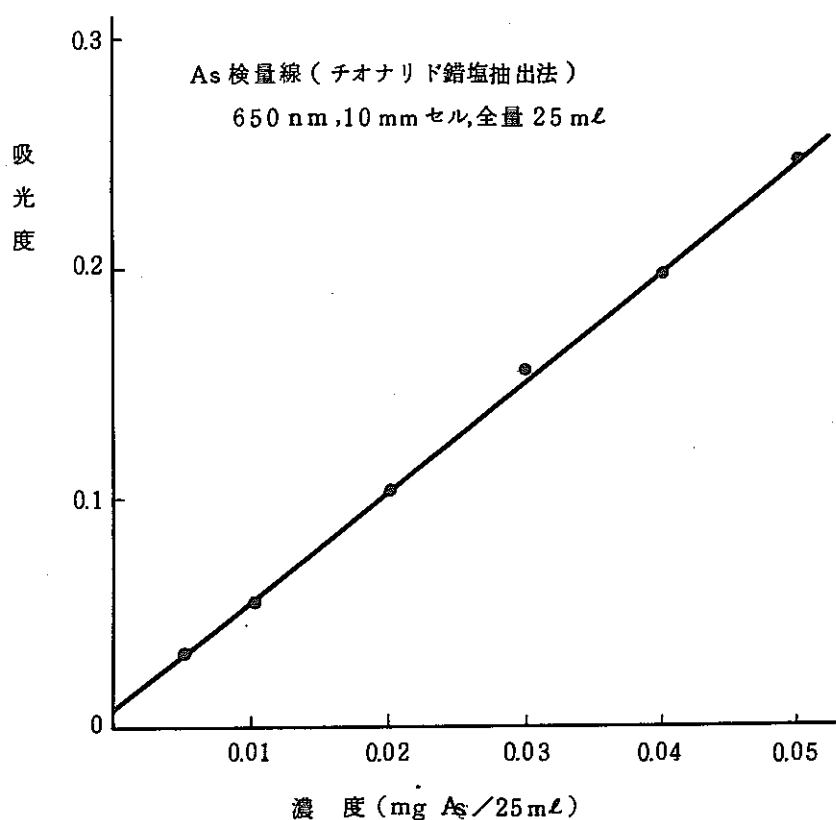


操 作	備 考
<p>6) 水相を捨てる。分液漏斗内面に水をふきつけるようにして有機層を洗浄し、水相は捨てる。この操作を2回繰り返す。</p> <p>7) 硫酸(1+17) 5mℓ および次亜臭素酸ナトリウム溶液 3 mℓを加え、約1分間激しく振り混ぜて、ヒ素を酸化し、水相に逆抽出し静置する。</p> <p>8) 水相をメスフラスコ 25mℓにとり、5 mℓの水で分液漏斗の器壁内面を洗浄し、洗液を同じメスフラスコに入れる。これにモリブデン酸アンモニウム溶液 1 mℓおよび硫酸ヒドラジン溶液 0.5 mℓを加えさらに標線まで水を加え振り混ぜる。</p> <p>9) メスフラスコを約 50℃の温浴で 30分間加温し、ヘテロポリ青の発色を完成させ、放冷後、溶液の一部を吸収セル(10 mm)に移す。</p> <p>10) 直ちに、波長 650 nm付近で、その吸光度を測定し、あらかじめ作成した検量線からヒ素量を求めヒ素のppmを算出する。</p>	<p>7) ヘテロポリ青の発色は酸度によりかなり影響される。酸濃度が高いときは、呈色が弱く、低いときは強くなる。したがって使用する酸やアルカリの濃度に注意して、使用量もメスピペットで正確にとらなければならない。</p>

## 6. 計 算

### 検量線の作成

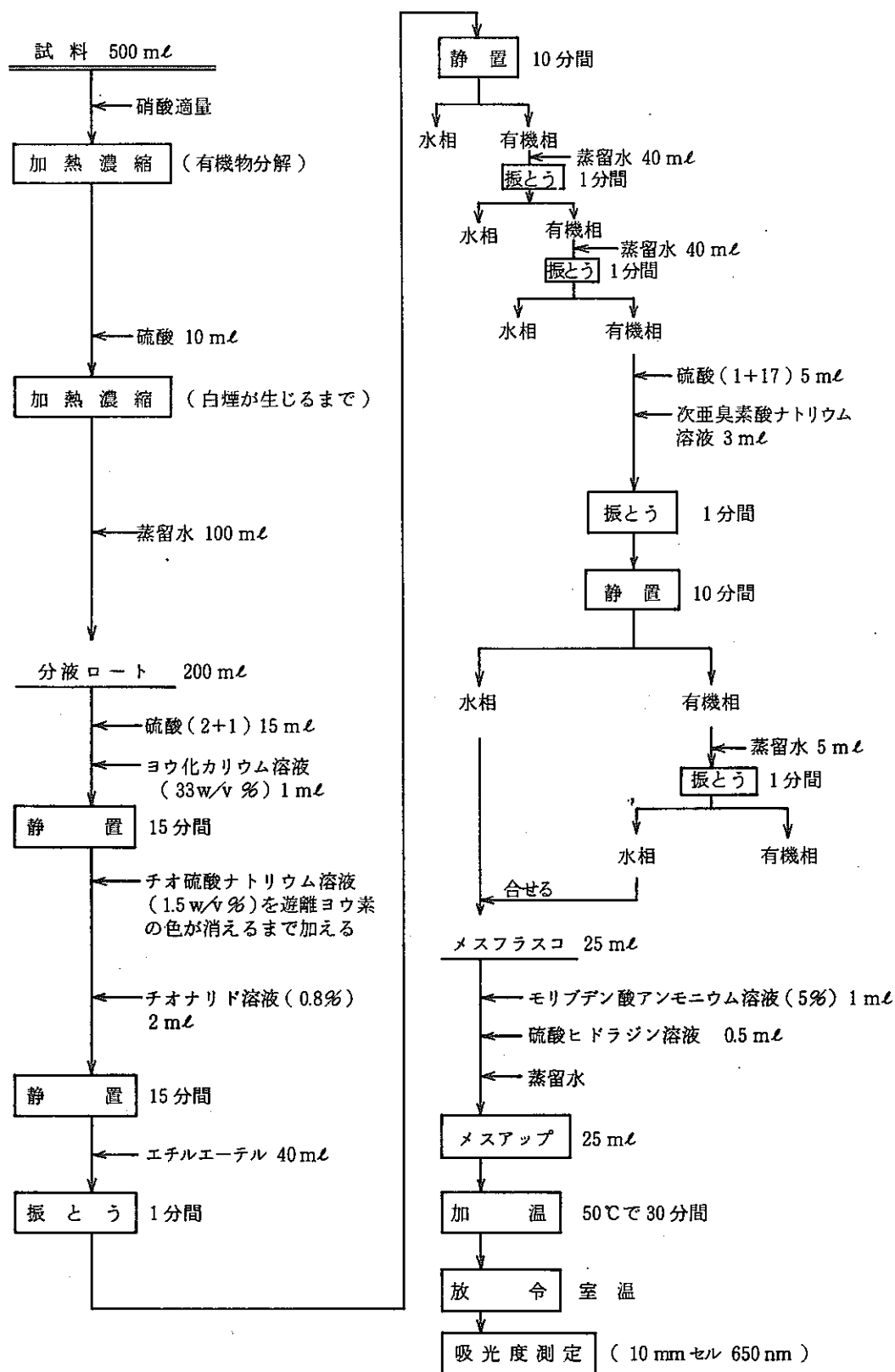
ヒ素標準液(0.1mg As/mℓ) 0~400 μℓを段階的にとり、以下分析操作1)~10)に従って操作し、ヒ素量と吸光度との関係線を作成する。



## 7. 文 献

- 1) 水の分析, 日本分析化学会北海道支部
- 2) 中谷省三: 分化, 12, 241 (1963)
- 3) 日本薬学会編: 衛生試験法注解 (1956)

## 8. 工程図



## 排水中の全クロム分析法

(ジフェニルカルバジド法)

### 1. 要 旨

本法は、クロムイオンを過マンガン酸カリウムでクロム酸イオンに酸化したのち、ジフェニルカルバジドを作用させ、生成する赤紫の水溶液の吸光度を測定して定量する方法である。

### 2. 適用範囲および分析精度

本法の全Crの定量範囲は0.002～0.05 mgで、この場合の、繰り返しの標準偏差パーセントは、10～3 %である。

### 3. 試薬および装置

- 1) 硫酸(1+1)
- 2) 硝酸
- 3) 過塩素酸
- 4) 過マンガン酸カリウム溶液(0.3W/V %); 過マンガン酸カリウム0.3gを水に溶かして100 mℓとする。
- 5) 亜硝酸ナトリウム溶液(10W/V %); 亜硝酸ナトリウム10gを水に溶かして100 mℓとする。この溶液は使用のつど調整する。
- 6) 尿素溶液(20 W/V %); 尿素20gを水に溶かして100 mℓとする。
- 7) エチルアルコール(95 V/V %)
- 8) ジフェニルカルバジド溶液(1W/V %); ジフェニルカルバジド0.5gをアセトン25mℓに溶かし、水25mℓを加える。この溶液の保存期間は、約1週間である。
- 9) クロム標準液(0.005 mg Cr/mℓ); 重クロム酸カリウム1.42gを水に溶かし、メスフラスコ1ℓに入れ、水を標線まで加える。この溶液10mℓをメスフラスコ1ℓに正しくとり、水を標線まで加える。
- 10) 光電分光光度計

### 4. 安 全

- 1) 酸類、アルカリ類の皮ふ、眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないよう注意する。
- 2) 汚染の恐れのある作業についてはゴム手袋を着用し、慎重に行うこと。
- 3) エチルアルコール(引火点13℃)、アセトン(引火点-18℃)と引火危険が高いのでみだりに火気を近づけてはならない。
- 4) 過マンガン酸カリウム、重クロム酸カリウムの取り扱いにあたっては、みだりに有機物および還元剤との混合をしてはならない。爆発、発熱の可能性がある。

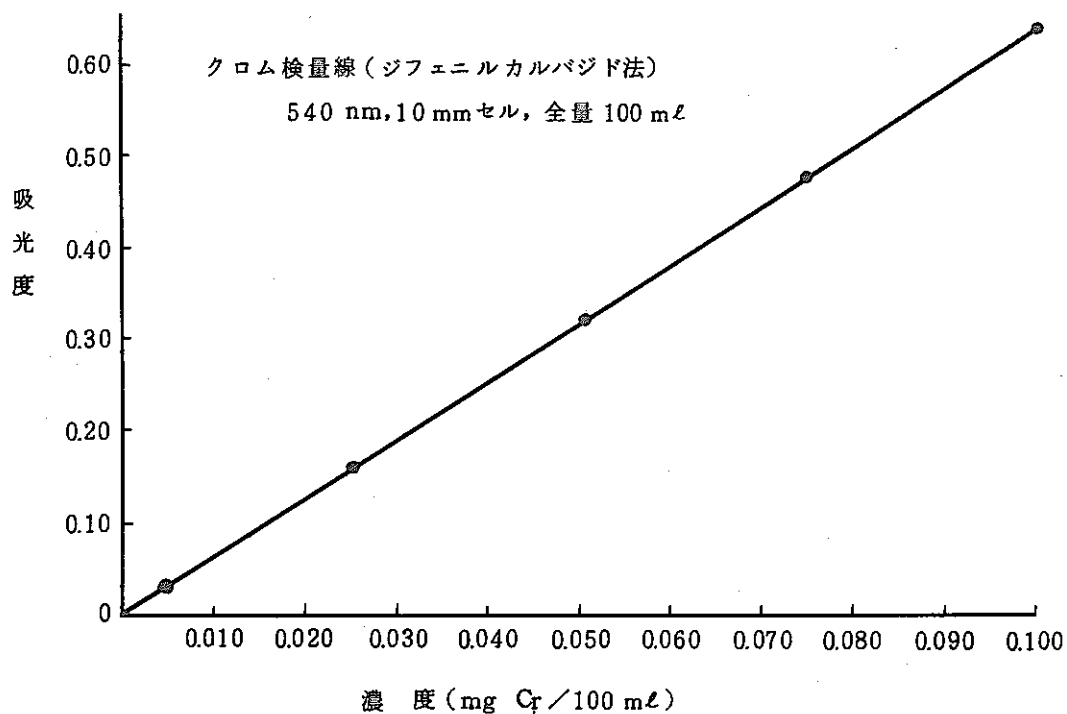
## 5. 分析操作

操 作	備 考
1) 試料 500 mℓ をコニカルビーカーに分取し、硝酸 10 mℓ、過塩素酸数滴を加え、蒸発乾固し、有機物分解する。	1) 試料量は定量範囲 (0.015 ~ 0.25 mg) に入るように分取すれば良い。  乾固後、有機物分解が不完全の場合は放冷後、硝酸、過塩素酸を適量加え蒸発乾固する。
2) 放冷後、硫酸 (1+1) 1.5 mℓ を加え加温溶解する。	
3) 放冷後、コニカルビーカー 200 mℓ に水で洗浄し、全量が 50 mℓ になるように移す。	
4) エチルアルコールを数滴加え、加熱して数分間煮沸し、全量が 30~40 mℓ になるまで濃縮し、放冷する。	4) クロム酸を還元してクロムイオンとするため、クロム酸の量により用いるエチルアルコール量を加減する。
5) 過マンガン酸カリウム溶液数滴を加え、加熱して過マンガン酸の微紅色が消えたならばさらに滴加し、5分間煮沸し、微紅色が残るまでこの操作を続ける。	
6) 放冷後、尿素溶液 (20 W/V %) 20 mℓ を加え、激しく攪拌しながら亜硝酸ナトリウム溶液 (10 W/V %) を滴加して過剰の過マンガン酸を分解する。	
7) 放冷後、メスフラスコ 100 mℓ に移し、少量の水で数回洗浄し、洗液もメスフラスコに移す。	
8) 液温を 15℃ にし、ジフェニルカルバジド溶液 (1 W/V %) 1 mℓ を加え直ちに振り混ぜ、さらに水を標線まで加えて振り混ぜ、5分間放置後吸収セル (10 mm) に移す。	8) 液温は、発色に非常に影響する。約 15℃ が最適である。
9) 直ちに波長 540 nm で吸光度測定し、あらかじめ作成した検量線からクロム量を求めクロムの ppm を算出する。	9) 吸光度は発色後 2~3 分後で最高となり徐々に減少するが、5~15 分間ぐらひはあまり変化しない。また発色後は光線からシャ断すれば、安定である。

## 6. 計 算

### 検量線の作成

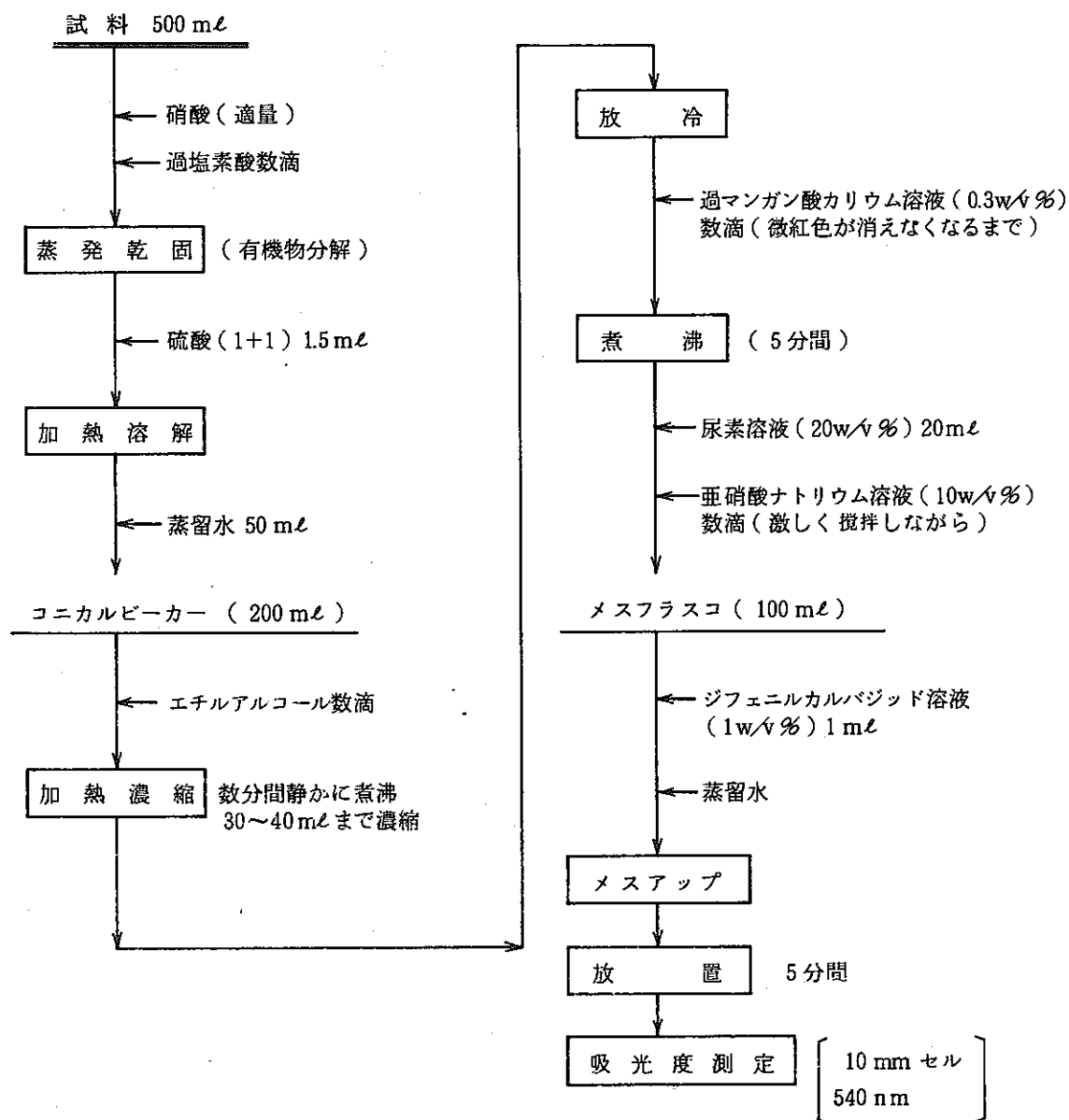
クロム標準液 (0.005 mg Cr / mL) 0~50 mL を段階的にとり、以下分析操作 1)~9) に従って操作し、クロム量と吸光度との関係線を作成する。



## 7. 解説および文献

- 1) 工場排水試験方法, JIS K 0102-1971, p. 145
- 2) 工業用水試験方法, JIS K 0101-1966, p. 97
- 3) E.B. Sandell, "Colorimetric Determination of Traces of Metals," 3rd ed., p. 392. Interscience Publ. (1959)

## 8. 工程図



## 排水中のクロム酸〔Cr(VI)として〕分析法

## 1. 要 旨

本法は、クロム酸イオンにジフェニルカルバジドを作用させて生成する赤紫の水溶液の吸光度を測定して定量する方法である。

## 2. 適用範囲および分析精度

本法のCr(VI)の定量範囲は0.002～0.05mgで、この場合の、繰り返しの標準偏差パーセントは、10～3%である。

## 3. 試薬および装置

- 1) 硫酸(1+1)
- 2) エチルアルコール(95V/V%)
- 3) ジフェニルカルバジド溶液(1W/V%); ジフェニルカルバジド0.5gをアセトン25mℓに溶かし、水25mℓを加える。この溶液の保存期間は、約1週間である。
- 4) クロム標準液(0.005mg Cr/mℓ); 重クロム酸カリウム1.42gを水に溶かし、メスフラスコ1ℓに入れ、水を標線まで加える。この溶液10mℓをメスフラスコ1ℓに正しくとり、水を標線まで加える。この溶液1mℓは、クロム(Cr VI)0.005mgを含む。
- 5) 光度計; 光電分光光度計

## 4. 安 全

- 1) 酸類、アルカリ類の皮ふ、眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。
- 2) 汚染の恐れのある作業についてはゴム手袋を着用し慎重に行うこと。
- 3) エチルアルコールの取扱いは、引火点が13℃と引火する危険性が高いのでみだりに火気を近づけるようなことを行ってはならない。

## 5. 分析操作

操 作	備 考
1) 試料50mℓをメスフラスコ100mℓにとり、硫酸(1+1)1.5mℓを加えて振り混ぜ、液温を15℃に冷却する。	1) 試料が着色していたり、酸性にしたとき還元作用をする物質が含まれているものは定量できない。 また試料量は定量範囲(0.002

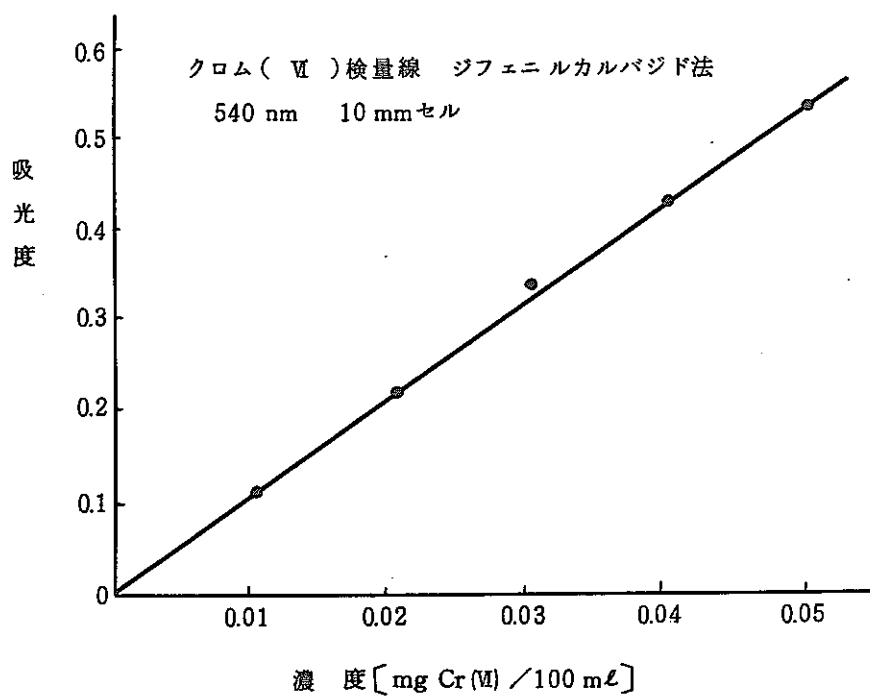


操 作	備 考
<p>2) これにジフェニルカルバジド溶液 (1W/V%) 1mℓ を加え直ちに振りまぜ、水を標線まで加えて振り混ぜ、5分間後にその一部を吸収セル(10mm)に移す。</p> <p>3) 別のビーカー 200 mℓ に操作、1) で分取した試料の同量を取り、硫酸 (1+1) 1.5mℓ を加え、エチルアルコール (95 V/V%) 少量を加え、煮沸してクロム酸を還元する。</p> <p>4) 液温を 15℃ に冷却し、メスフラスコ 100 mℓ に移し入れ、これにジフェニルカルバジド溶液 (1W/V%) 1mℓ と水を標線まで加えてよく振り混ぜ、5分後にその一部を吸収セル(10mm)に移す。</p> <p>5) この溶液を対照液として先に発色させた溶液の吸光度を波長 540 nm 付近で測定し、あらかじめ作成した検量線からクロム酸量を求め、クロム酸の ppm を算出する。</p>	<p>～0.05 mg) に入るよう分取すれば良い。</p>

## 6. 計 算

### 検量線の作成

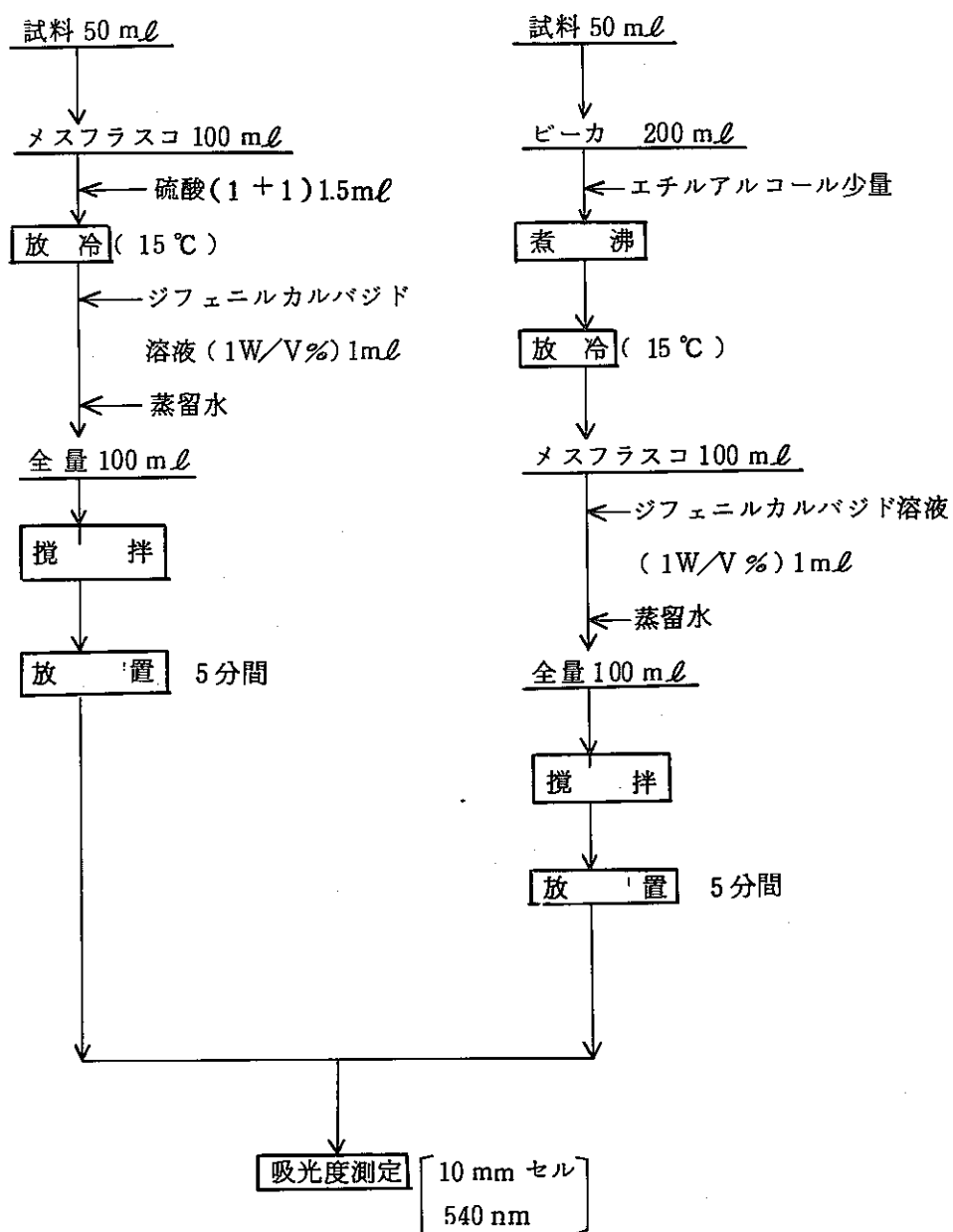
クロム標準液 (0.005 mgCr/mℓ) 0～10 mℓ を段階的にとり、以下分析操作 1)～5) に従って操作し、クロム量と吸光度との関係線を作成する。



## 7. 文 献

- 1) 工場排水試験方法 JIS KOIO2-1971, p. 145
- 2) 水の分析 日本分析学会北海道支部

## 8. 工程図



## 排水中のシアン分析法

### 1. 要 旨

本法は、試料水中のシアンイオンを酸性蒸留によって、シアン化水素を留出させ、これをアルカリ溶液に補集する。中和して一定量にしたのち、この溶液の適量を取り、クロラミンT溶液を加えて塩化シアンとし、さらにピリジン-ピラゾロン混液を加えて、これらと反応して生じる青色を比色定量する。

### 2. 適用範囲および分析精度

本法の $\text{CN}^-$ の定量範囲は0.005～0.05 mgで、この場合の繰り返しの標準偏差パーセントは10～2%である。

### 3. 試薬および装置

- 1) フェノールフタレイン溶液 (0.1 W/V %); フェノールフタレイン 0.05 g を (95 V/V %) エチルアルコール 50 mℓ に溶かす。
- 2) 水酸化ナトリウム溶液 (2 W/V %); 水酸化ナトリウム 2 g を 100 mℓ の水に溶かす。
- 3) EDTA 溶液 (10 W/V %); エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム (2 水塩) 10 g を水に溶かし、水酸化ナトリウム溶液で微アルカリ性としたのち、水で 100 mℓ とする。
- 4) リン酸
- 5) 酢酸 (1 + 1), (1 + 49)
- 6) 緩衝液 (pH 6.8); リン酸-カリウム 3.4 g とリン酸二ナトリウム (無水) 3.55 g を水に溶かして、全量を 1 ℓ とする。
- 7) クロラミンT 溶液 (1 W/V %), クロラミンT 1.25 g を水に溶かして 100 mℓ とする。この溶液は使用のつど調製する。
- 8) ピリジン-ピラゾロン混液; 1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン 0.25 g を 75 ℃ の熱水 100 mℓ に溶かして室温まで冷却し、(完全に溶けなくてもさしつかえない) これにビス (1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン) 0.02 g をピリジン 20 mℓ に溶かしたものを混ぜる。この溶液は、使用のつど調製する。
- 9) P-ジメチルアミノベンジリデンローダニンのアセトン溶液 (0.02 W/V %); P-ジメチルアミノベンジリデンローダニン 0.02 g をアセトン 100 mℓ に溶かす。
- 10) フルオレセインナトリウム (ウラニン) 溶液 (0.2 W/V %); フルオレセインナトリウム 0.2 g を 100 mℓ の水に溶かす。
- 11) 0.1 N 硝酸銀溶液; 硝酸銀 17 g をかっ色メスフラスコ 1 ℓ にとり、水を標線まで加える。この溶液は次のようにして標定ファクターを決める。塩化ナトリウム (標準試薬) を 500～600

℃で 40～50 分間加熱し、デンキーター中で放冷したのち、1.461 g を水に溶かして 250 mℓ メスフラスコに入れ、水を標線まで加える。この溶液 25 mℓ をピペットを用いてビーカーにとり約 25 mℓ の水および 5 mℓ のデキストリン溶液 (2W/V%) を加え、フルオレセインナトリウム溶液 (0.2W/V%) 3 滴を指示薬として加え、0.1 N 硝酸銀溶液で滴定する (黄緑色→赤色)。ここに要した 0.1 N 硝酸銀溶液の mℓ 数 (x) から、次式によってファクター (F) を算出する。

$$F = \frac{25}{x}$$

12) シアンイオン標準原液; シアン化カリウム 2.51 g を水に溶かし、メスフラスコ 1 ℓ にとり、水を標線まで加える。この溶液の濃度は、次のようにして決める。

この溶液 100 mℓ を三角フラスコに正しくとり、水酸化ナトリウム (4W/V%) を加えて、pH 11 以上とし、P-ジメチルアミノベンジリデンローダニンのアセトン溶液 (0.02W/V%) を指示薬として 0.5 mℓ 加え、試薬 11) で標定した硝酸銀標準溶液で滴定 (黄色→赤色) する。滴定に要した 0.1 N 硝酸銀溶液の mℓ 数 (a) から次式により、この液 1 mℓ 中のシアンの含量 (C, mg/mℓ) を求める (この溶液の濃度はほぼ  $\text{CN}^-$  1 g/ℓ である)。

$$C = a \times F \times 0.05204$$

13) シアンイオン標準溶液 (0.01 mg  $\text{CN}^-$ /mℓ); シアンイオンとして 10 mg に相当する量のシアンイオン標準原液をメスフラスコ 1 ℓ にとり、水酸化ナトリウム溶液 (4W/V%) 50 mℓ を加え、水を標線まで加える。この溶液は使用のつど調整する。

14) 蒸留装置; 右図 1

15) 光電分光光度計

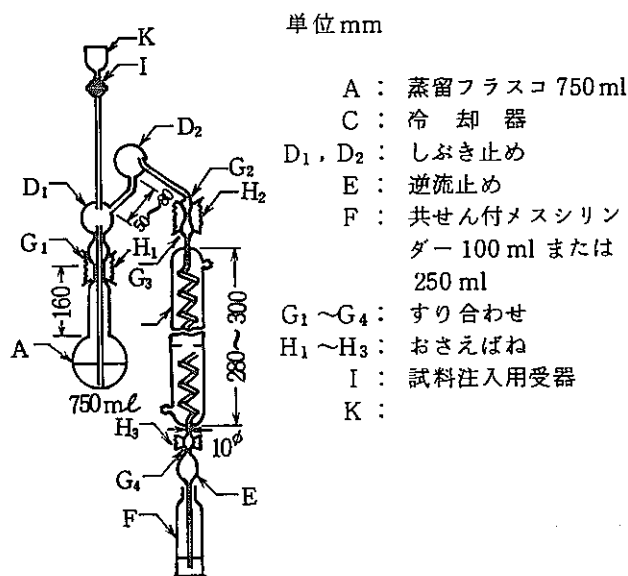


図1 蒸留装置

## 4. 安 全

- 1) 酸類, アルカリ類の皮ふ, 眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないよう注意する。
- 2) 汚染の恐れのある作業については, ゴム手袋を着用し慎重に行うこと。
- 3) 蒸留中, シアン化ガスの吸入等のないよう, ドラフト中で行なう。
- 4) エチルアルコール (引火点 13℃), ピリジン (引火点 20℃) と引火危険性が高いので, みだりに火気を近づけてはならない。

## 5. 分析操作

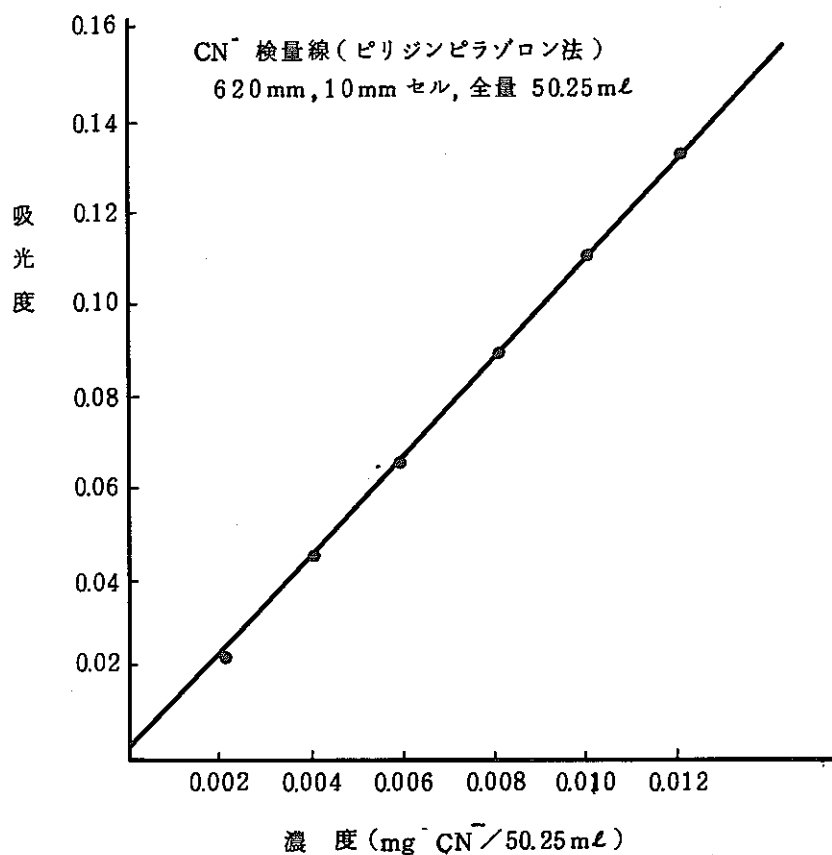
操 作	備 考
1) 試料 500 mℓ をコニカルビーカーに分取し, 指示薬としてフェノールフタレイン溶液 (0.1 W/V %) を数滴を加えて酢酸 (1+49) または, 水酸化ナトリウム溶液 (2 W/V %) で中和したのち, 蒸留フラスコに移す。	1) 試料量は, 定量範囲 (0.005 ~ 0.05 mg) に入るように分取すれば良い。
2) EDTA 溶液 (10 W/V %) 10 mℓ, リン酸 10 mℓ を加え, 毎分 2~3 mℓ の留出速度で蒸留を行なう。受器に共栓付メスシリンダ 250 mℓ を用い, その中に水酸化ナトリウム溶液 (2 W/V %) 40 mℓ を加え, 受器の液量が約 200 mℓ になったら蒸留をやめる。冷却器をはずし, 管の内外を少量の水で洗い, 洗液は受器中に加える。	2) 重金属類の含まない排水の場合には, EDTA 溶液の添加を省略してもよい。冷却器の管の先端は常に液面下約 15 mm に保つ。
3) この液を酢酸 (1+1) で約 pH 7 に中和する。さらに, メスフラスコ 250 mℓ に移し, 標線まで水を加える。	
4) この液をホールピペット 25 mℓ で分取し, 共栓付三角フラスコに移し入れる。	
5) 緩衝液 (pH 6.8) 10 mℓ とクロラミン T 溶液 (1 W/V %) 0.25 mℓ を加え, ただちに密栓して静かに振り混ぜ, 3 ~ 5 分間放置する。	
6) ピリジン-ピラズロン混液 15 mℓ を加えて 25℃ の水浴中に約 30 分間浸し, 液の色がうす紅色から紫色を経て安定な青になるまで発色させ, 放冷後, 溶液の一部を吸収セルに移す。	
7) 直ちに, 波長 620 nm 付近でその吸光度を測定し, あらかじめ作成した検量線からシアンイオン量を求め, シアンイオンの ppm を算出する。	

操 作	備 考
8) 全操作にわたって空試験を行ない、結果を補正する。	

## 6. 計 算

### 検量線の作成

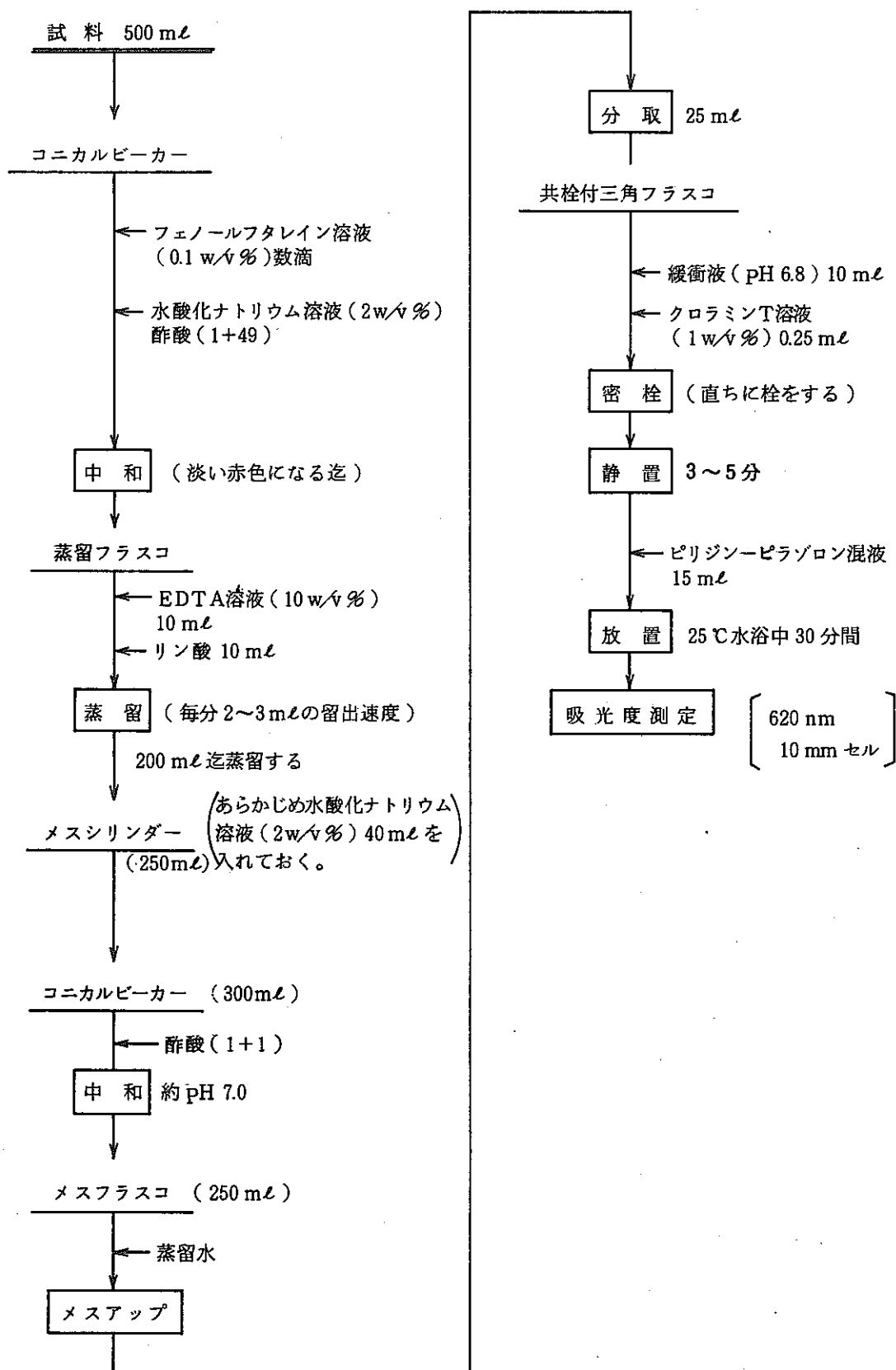
シアニオン標準溶液 ( $0.01 \text{ mg CN}^-/\text{m}\ell$ )  $0 \sim 5 \text{ m}\ell$  を段階的にとり、以下分析操作 1) ~ 8) に従って操作し、シアニオン量と吸光度との関係線を作成する。



## 7. 解説および文献

- 1) 工業用水試験方法, JIS K 0101-1966, P. 51.
- 2) 工場排水試験方法, JIS K 0102-1971, P. 90
- 3) J Epstein, Anal. Chem., 19, 272(1947)
- 4) 阿座上信治ほか, 工業用水, No 77, 17(1965)
- 5) 三村秀一, 用水と廃水, 7, 642(1965)
- 6) 田中忠義, 藤井久継, 工業用水, No 77, 24(1965)

## 8. 工程図





## 排水中の鉛分析法

(原子吸光分析法)

## 1. 要 旨

鉛イオンがジエチルジチオカルバミン酸ナトリウムと反応して生ずるキレート化合物をメチルイソブチルケトンで抽出し、原子吸光分析装置により測定し鉛を定量する。

## 2. 適用範囲および分析精度

本法のPbの定量範囲は0.2～0.25 ppmで、この場合の繰り返し標準偏差パーセントは10～2 %である。

## 3. 試薬および装置

- 1) 硝酸 (1+1), (1+10)
- 2) 無水硫酸ナトリウム
- 3) 過酸化水素水
- 4) メチルイソブチルケトン (MIBK)
- 5) アンモニア (1+1)
- 6) クエン酸二アンモニウム溶液 (10 W/V %); クエン酸二アンモニウム 10 g を水に溶かして 80 mℓ とし、アンモニア水 (1+1) を滴加して pH を約 6.0 に調節したのち液量を 100 mℓ とする。
- 7) ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム (DDTC) (1 W/V %); ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム (2 水塩) 1.3 g を水に溶かして 100 mℓ とする。
- 8) 鉛標準原液 (0.1 mg/mℓ); 金属鉛 (99.9 % 以上) 0.1 g を硝酸 (1+10) 50 mℓ に溶かし煮沸して酸化窒素ガスを追い出し、冷却後メスフラスコ 1 ℓ に入れ硝酸 (1+1) 5 mℓ を加え、水を標線まで加える。この溶液 1 mℓ は鉛 0.1 mg を含む。
- 9) 鉛標準液 (0.01 mg/mℓ), 鉛標準原液 10 mℓ をメスフラスコ 100 mℓ に入れ硝酸 (1+1) 5 mℓ を加え水を標線まで加える。
- 10) 原子吸光分析装置; (日立 170-50 型)

## 4. 安 全

- 1) 酸類、アルカリ類の皮ふ、眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないよう注意すること。
- 2) 汚染の恐れのある作業についてはゴム手袋を着用し慎重に行うこと。
- 3) 有機溶媒の使用時は火気に注意すること。
- 4) フレームの点火および消火等の取扱には十分注意すること。

## 5. 分析操作

操 作	備 考
1) 試料をかきまぜ 500 mℓ をコニカルビーカーに分取する。	1) 懸濁物がある場合、マグネチックスターラーでかきまぜ均一にする。
2) 硝酸 5 mℓ を加え反応が終ったのち加熱濃縮し 10 mℓ とする。 硝酸 5 mℓ と過酸化水素水 2 mℓ を加え、加熱をつづけ蒸発乾固する。	2) 懸濁物の分解が不十分の場合（有機物など）3) の操作を繰り返す。
3) 冷却後硝酸（1+1）2 mℓ および水 20 mℓ を加えて加熱溶解し No. 5 A ろ紙を用いてろ過し水で洗浄する。	3) 固形物がある場合ろ過する。
4) ろ液にクエン酸二アンモニウム溶液 10 mℓ をホールピペットで加えアンモニア水（1+1）で約 pH 6.5 に調節する。	4) 鉛量に比べ鉄量が多量に存在する試料の鉄の分離を行った場合 pH 9.5 以上で抽出操作する。 有機溶媒の取り扱いに注意する。
5) 分液ろ斗（容量 100 mℓ）に移し入れ DDTc 溶液 10 mℓ を加え、3 分間かくはんする。さらに MIBK を正確に 10 mℓ を加え振とう器で約 5 分間激しく振る。	
6) 5 分間静置し有機相と水相を分離する。有機相(A)は乾燥ビーカーに入れ保存する。	
7) 水相に MIBK を正確に 10 mℓ を加え抽出操作を繰り返し有機相(B)は上記の有機相(A)と合せる。	
8) 無水硫酸ナトリウム適量を加え脱水し乾燥ろ紙でろ過する。 ろ液はメスフラスコ（容量 25 mℓ）に入れ MIBK を標線まで加える。	
9) 抽出液を原子吸光装置により所定の条件で測定する。	9) 原子吸光装置の測定条件 波 長 2833 Å 光源電流 10 mA 燃料ガス、アセチレン 1.5 ℓ/min 空 気 15 ℓ/min
10) 検量線法により鉛の濃度を求める。	10) 6. 計算参照のこと

## 6. 計 算

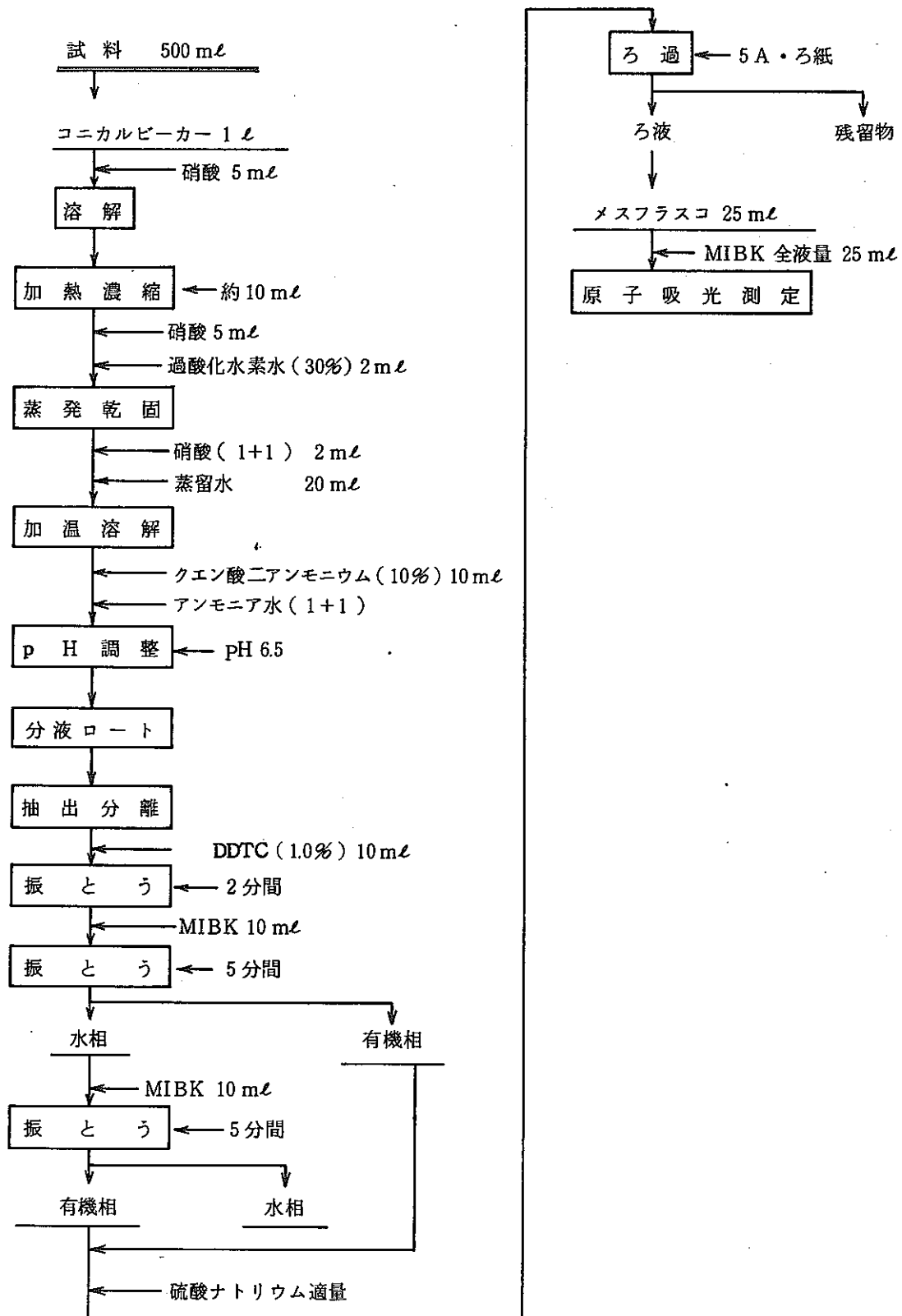
### 検量線の作成

鉛標準液 (0.01 mg/mL) を 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 mL を段階的にビーカー 100 mL ははかりとり上記の通り分析操作をつづけ鉛量を測定し、鉛濃度を横軸に吸光度を縦軸にとってグラフ用紙上にプロットして作成する。つぎに試料について吸光度を測定し、検量線の直線領域によって鉛の濃度を求め ppm の単位により試料濃度を算出する。

## 7. 解説および文献

- 1) 工場排水試験法, JIS K 0102-74
- 2)       "               "       K 0121-70
- 3) 原子吸光分析, 保田和彦, 長谷川敬彦共著, 234-2369

## 8. 工程図



## 排水中のカドミウム分析法

(原子吸光分析法)

### 1. 要 旨

カドミウムイオンがジエチルジチオカルバミン酸ナトリウムと反応して生ずる、キレート化合物をメチルイソブチルケトンで抽出し原子吸光分析装置により測定しカドミウムを定量する。

### 2. 適用範囲および分析精度

本法のCdの定量範囲は 0.04～1.5 ppm で、この場合の繰り返し標準偏差パーセントは 10～2 %である。

### 3. 試薬および装置

- 1) 硝酸 (1+1), (1+10)
- 2) 無水硫酸ナトリウム
- 3) 過酸化水素水
- 4) メチルイソブチルケトン (MIBK)
- 5) アンモニア水 (1+1)
- 6) クエン酸二アンモニウム溶液 (10 W/V %); クエン酸二アンモニウム 10 g を水に溶かして 80 mℓ とする。アンモニア水 (1+1) を滴加して PH を約 6.0 に調節したのち液量を 100 mℓ とする。
- 7) ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム (DDTC) (1 W/V %); ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム (2 水塩) 1.3 g を水に溶かして 100 mℓ とする。
- 8) カドミウム標準原液 (0.1 mg/mℓ); 金属カドミウム (99.9 %以上) を使用する。  
カドミウム標準液 (0.01 mg/mℓ)  
原子吸光分析装置; (日立 170-50 型)

### 4. 安 全

- 1) 酸類, アルカリ類の皮ふ, 眼への飛散および濃厚ガスの吸入のないよう注意すること。
- 2) 汚染の恐れのある作業についてはゴム手袋を着用し慎重に行うこと。
- 3) 有機溶媒の使用時は火気に注意すること。
- 4) フレームの点火および消火等の取扱には十分注意すること。

## 5. 分析操作

操 作	備 考
1) 試料 500 mℓ をコニカルビーカーに分取する。	1) 懸濁物がある場合マグネティックスターラーでかきまぜ均一にする。
2) 硝酸 5 mℓ を加え反応が終ったのち加熱濃縮し 10mℓ とする。	
3) 硝酸 5 mℓ と過酸化水素水 2 mℓ を加え加熱をつづけ蒸発乾固する。	3) 懸濁物の分解が不充分の場合 (有機物など) 3) の操作を繰り返す。
4) 冷却後、硝酸 (1+1) 2 mℓ および水 20 mℓ を加えて加温溶解し、No 5 A ろ紙を用いてろ過し水で洗浄する。	4) 固形物がある場合ろ過する。
5) ろ液にクエン酸二アンモニウム溶液 10mℓ をホールピペットで加え、アンモニア水 (1+1) で約 PH 6.5 に調整する。	5) カドミウム量に比べ鉄量が多量に存在する試料の鉄の分離を行った場合 PH 9.5 以上で抽出操作をする。
6) 分液ろ斗 (容量 100 mℓ) に移し入れ、DDTC 溶液を 10mℓ 加え、3 分間かくはんする。さらに MIBK を正確に 10 mℓ を加え振とう器で約 5 分間激しく振る。	6) 有機溶媒の取扱いに注意する。
7) 5 分間静置し、有機相と水相を分離する。有機相(A)は乾燥ビーカーに入れ保存する。	
8) 水相に MIBK を正確に 10 mℓ を加え抽出操作を繰り返し、有機相(B)は上記の有機相(A)と合せる。無水硫酸ナトリウム適量を加え脱水し、乾燥ろ紙でろ過する。ろ液はメスフラスコ (容量 25 mℓ) に入れ MIBK を標線まで加える。	
9) 抽出液を原子吸光装置により所定の条件で測定する。	9) 原子吸光装置の測定条件 波長 2288 Å, 光源電流 10mA 燃料ガス, アセチレン 1.5 ℓ/min 空 気 15 ℓ/min アセチレンガスを用いる場合は逆火と爆発を嚴重に注意する。
10) 検量線によりカドミウムの濃度を求める。	

## 6. 計 算

### 検量線の作成

カドミウム標準液 (0.01 mg/mL) を 0.1, 0.3, 0.6, 1.0 mL を段階的にビーカー 100 mL に  
はかりとり、上記の通り分析操作をつづけカドミウム量を測定し、カドミウム濃度を横軸に吸光  
度を縦軸にとってグラフ用紙上にプロットして作成する。つぎに試料について吸光度を測定し、  
検量線の直線領域によってカドミウムの濃度を求め ppm の単位により試料濃度を算出する。

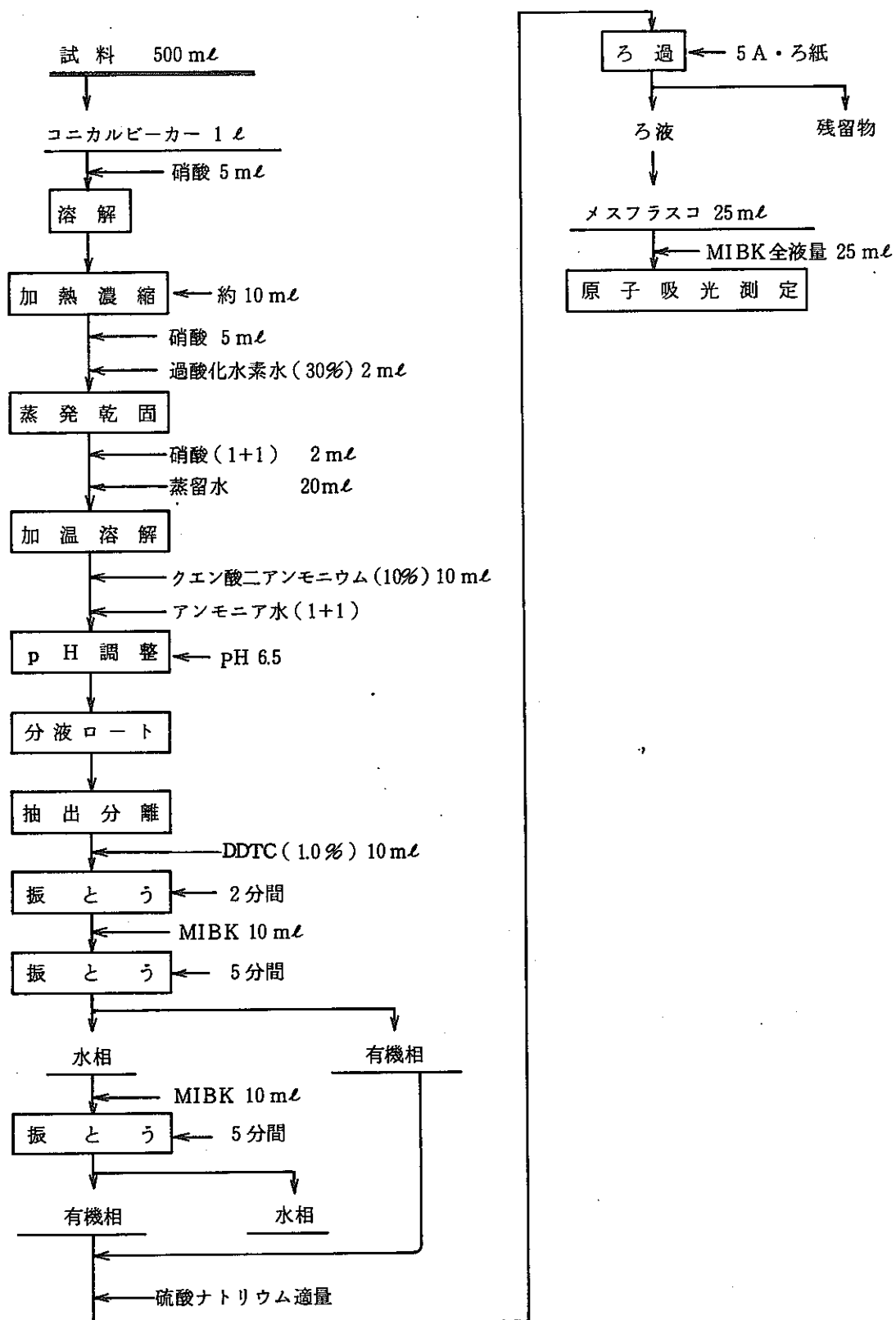
## 7. 解説および文献

工場排水試験法 JIS K 0102-74

“ “ K 0121-70

原子吸光分析 保田和彦, 長谷川敬彦著 234~236P

## 8. 工程図





## 排水中の亜鉛分析法

(原子吸光分析法)

## 1. 要 旨

亜鉛イオンがジエチルジチオカルバミン酸ナトリウムと反応して生ずる。キレート化合物をチルイソブチルケトンで抽出し、原子吸光分析装置により測定して亜鉛イオンを定量する。

## 2. 適用範囲および分析精度

本法のZnの定量範囲は0.01～1.5ppmで、この場合の繰り返し標準偏差パーセントは10～2%である。

## 3. 試薬および装置

- 1) 硝酸(1+1)
- 2) 塩酸(1+1)(1+10)
- 3) 無水硫酸ナトリウム
- 4) 過酸化水素水
- 5) メチルイソブチルケトン(MIBK)
- 6) アンモニア水(1+1)
- 7) クエン酸二アンモニウム溶液(10 W/V %); クエン酸二アンモニウム 10 gを水に溶かして 80 mℓとし、アンモニア水(1+1)を滴加してPHを約6.0に調節したのち液量を100 mℓとする。
- 8) ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム(DDTC)(1 W/V %); ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム(2水塩) 1.3 gを水に溶かして100 mℓとする。
- 9) 亜鉛標準原液(0.1 mg/mℓ); 金属亜鉛(99.9%)を使用する。
- 10) 亜鉛標準液(0.01 mg/mℓ)
- 11) 原子吸光分析装置; (日立 170-50型)

## 4. 安 全

- 1) 酸類、アルカリ類の皮ふ、眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないよう注意すること。
- 2) 汚染の恐れのある作業についてはゴム手袋を着用し慎重に行うこと。
- 3) 有機溶媒の使用時は火気に注意すること。
- 4) フレームの点火および消火等の取扱には十分注意すること。

## 5. 分析操作

操 作	備 考
1) 試料をかきまぜ 500 mℓ をコニカルビーカーに正確に分取する。	1) 懸濁物がある場合、マグネチックスターラーでかきまぜ均一にする。試料量は定量範囲 (0.01~1.5ppm) に入るよう分取すれば良い。
2) 硝酸 5 mℓ を加え反応が終ったのち加熱濃縮し 10 mℓ とする。	
3) 硝酸 5 mℓ と過酸化水素水 2 mℓ を加え加熱をつづけ蒸発乾固する。	3) 懸濁物の分解が不十分の場合 (有機物など) 3) の操作を繰り返す。固形物がある場合ろ過する。
4) 冷却後、硝酸 (1+1) 2 mℓ および水 20 mℓ を加えて加温溶解し No. 5 A ろ紙を用いてろ過し水で洗浄する。	
5) ろ液にクエン酸二アンモニウム溶液 10 mℓ をホールピペットで加えアンモニア水 (1+1) で約 PH 6.5 に調整する。	5) 亜鉛量に比べ鉄量が多量に存在する試料の鉄の分離を行った場合 PH 9.5 以上で抽出操作をする
6) 分液ろ斗 (容量 100 mℓ) に移し入れ、DDTC 溶液を 10 mℓ を加え、3 分間かくはんする。さらに MIBK を正確に 10 mℓ を加え振とう器で約 5 分間激しく振る。	6) 有機溶媒の取り扱いに注意する。
7) 5 分間静置し、有機相と水相を分離する。有機相(A)は乾燥ビーカーに入れ保存する。	
8) 水相に MIBK を正確に 10 mℓ を加え抽出操作を繰り返す。有機相(B)は上記の有機相(A)と合せる。無水硫酸ナトリウム適量を加え脱水し乾燥ろ紙でろ過する。ろ液はメスフラスコ (容量 25 mℓ) に入れ MIBK を標線まで加える。	
9) 抽出液を原子吸光装置により所定の条件で測定する。	9) 原子吸光装置の測定条件 波長 2139 Å, 光源電流 10mA 燃料ガス, アセチレン 1.5ℓ/min 空 気 15ℓ/min アセチレンガスを使用するとき逆火と爆発を厳重に注意する
10) 検量線法により亜鉛の濃度を求める。	10) 6.計算参照のこと。

## 6. 計 算

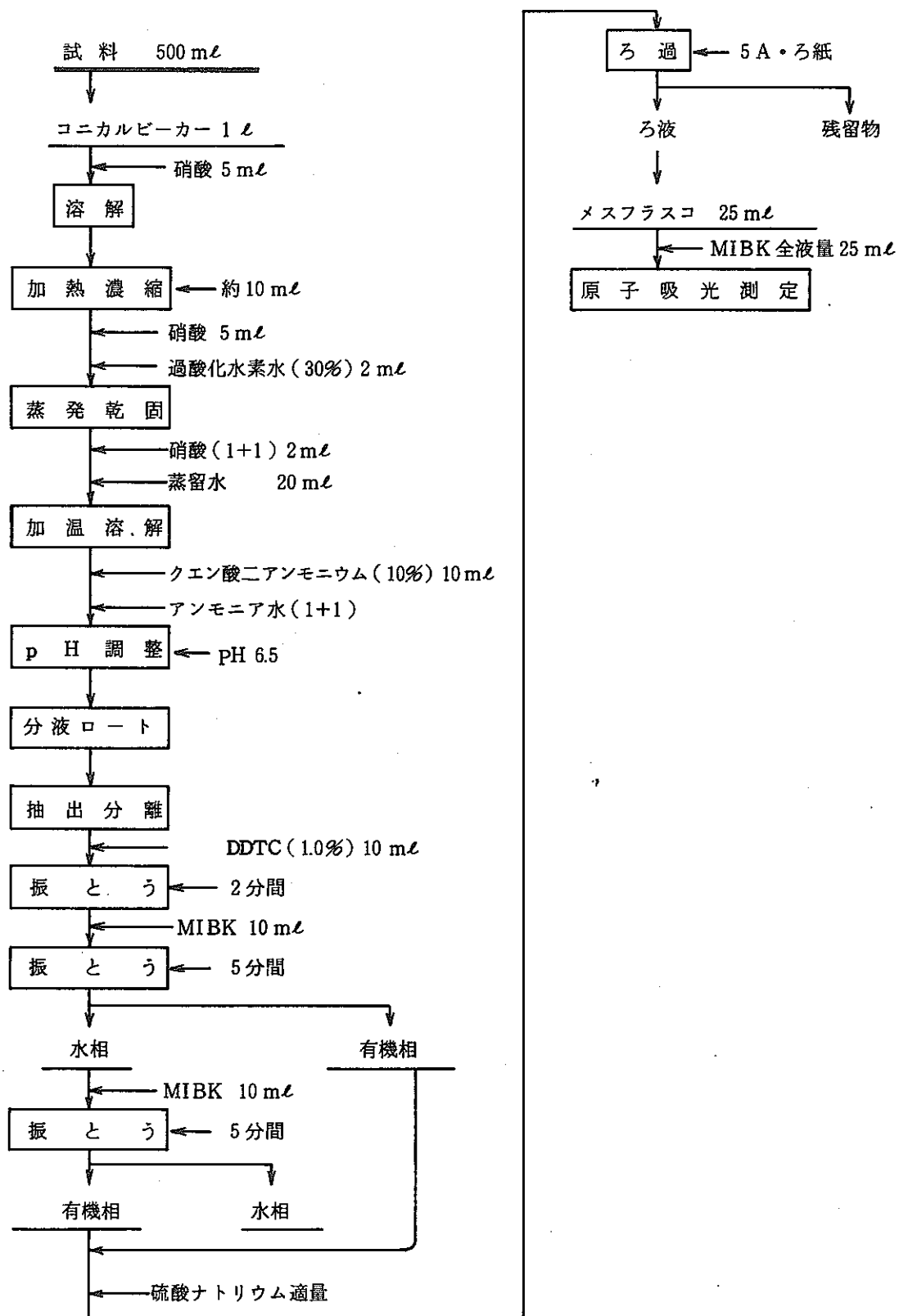
### 検量線の作成

亜鉛標準液 (0.01 mg/mL) を 2.0, 4.0, 6.0, 8.0 mL を段階的にビーカー 100 mL にはかりとり上記の通り分析操作をつづけ亜鉛量を測定し、亜鉛濃度を横軸に吸光度を縦軸にとってグラフ用紙上にプロットして作成する。つぎに試料について吸光度を測定し、検量線の直線領域によって亜鉛の濃度を求め ppm の単位により試料濃度を算出する。

## 7. 解説および文献

- 1) 工場排水試験法 JIS K 0102 74
- 2)       "       " K 0121 70
- 3) 原子吸光分析, 保田和彦, 長谷川敬彦, 共著 234-236 P

## 8. 工程図



## 排水中の銅分析法

### 1. 要 旨

本法は、銅イオンがジエチルジチオカルバミン酸ナトリウムと反応して生じる黄金褐色のキレート化合物を酢酸-n-ブチルで抽出し、その吸光度を測定して銅を定量する方法である。多くの金属がこの試薬と反応するが、クエン酸とEDTAの添加により、おもな妨害元素（鉄、マンガン、ニッケル、コバルト、クロムなど）を抑制することができる。ビスマスは銅量の2倍までは無視できる。

### 2. 適用範囲および分析精度

本法のCuの定量範囲は0.002～0.03mgで、この場合の繰り返しの標準偏差パーセントは10～2%である。

### 3. 試薬および装置

- 1) 硝酸
- 2) 塩酸（1+2）
- 3) 過塩素酸
- 4) メタクレゾールパープルのエチルアルコール溶液（0.1W/V%）；メタクレゾールパープル0.1gをエチルアルコール（95V/V%）50mℓに溶かし、水で100mℓとする。
- 5) クエン酸二アンモニウム溶液；クエン酸二アンモニウム10gを水約80mℓに溶かす。メタクレゾールパープル溶液（0.1W/V%）2～3滴を加え、アンモニア水（1+1）を滴加してpHを約9に調節したのち、水で100mℓとする。これを分液漏斗に移し入れ、ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム溶液（1W/V%）2mℓと酢酸-n-ブチル（またはクロロホルム）10mℓを加え、激しく振り混ぜ静置する。クエン酸二アンモニウム層を分離し、再び酢酸-n-ブチル10mℓを加えて激しく振り混ぜ静置し、クエン酸二アンモニウム層を分離し、かわいたろ紙でろ過し、酢酸-n-ブチルの微泡を取り除く。
- 6) EDTA溶液（2W/V%）；エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム（2水塩）2gを水に溶かして100mℓとする。
- 7) アンモニア水（1+1）
- 8) ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム溶液（1W/V%）；ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム（3水塩）1.3gを水100mℓに溶かす。着色びんに保存し、2週間ごとに調整する。
- 9) 酢酸-n-ブチル；銅を含まないもの。
- 10) 銅標準液（0.01mg Cu/mℓ）；硫酸銅（5水塩）3.93gを水に溶かし、硫酸（1+2）2滴を加え、メスフラスコ1ℓに入れ、水を標線まで加える。この溶液1mℓは、銅1mgを

含む(原液)。この原液 10mℓ をメスフラスコ 1ℓ にとり、水を標線まで加える。

11) 分液漏斗; 100 mℓ

12) 光電分光光度計

#### 4. 安 全

- 1) 酸類, アルカリ類の皮ふ, 眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。
- 2) 汚染の恐れのある作業についてはゴム手袋を着用し慎重に行うこと。
- 3) エチルアルコール(引火点, 13℃), 酢酸-n-ブチル(引火点 22℃)と引火危険が高いため, みだりに火気を近づけるようなことを行なってはならない。

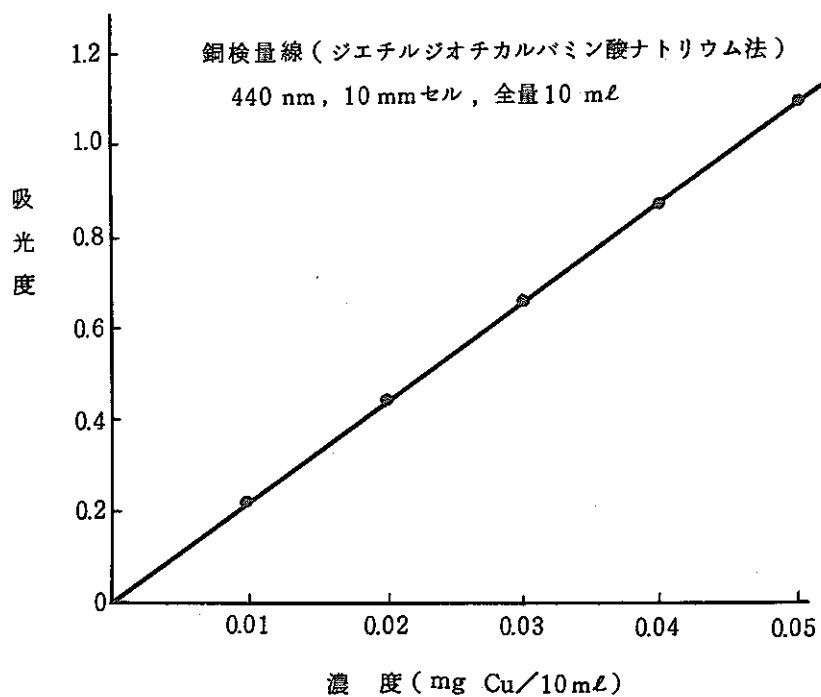
#### 5. 分析操作

操 作	備 考
1) 試料 500 mℓ をコニカルビーカーに分取し, 硝酸適量, 過塩素酸数滴を加え蒸発乾固し, 有機物分解する。	1) 有機物分解が完全でない場合は, 放冷後, 硝酸・過塩素酸を適量加え, 再び蒸発乾固する。試料量は定量範囲(0.002 ~ 0.03 mg)に入るように分取すれば良い。
2) 放冷後, 塩酸(1+2) 5mℓを加え, 加温溶解後, 水で分液漏斗 100 mℓに洗い移し, 全量を 40mℓとする。	
3) メタクレゾールパープルのエチルアルコール溶液(0.1 W/V%) 2~3滴, クエン酸二アンモニウム溶液 2mℓ, さらにEDTA溶液 1mℓを加え, アンモニア水(1+1)で微紫色を呈するまで加え, 水で全量を 50mℓとする。	
4) ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム溶液(1W/V%) 2mℓを加え, さらに酢酸-n-ブチル 10mℓを正しく加え, 3分間激しく振り混ぜ静置する。	
5) 水層を捨て, 酢酸-n-ブチル層を分離し, かわいたろ紙でろ過し, その一部を吸収セル(10mm)に移し, 波長 440 nm 付近でその吸光度を測定し, あらかじめ作成した検量線から銅量を求め, 銅のppmを算出する。	5) 全操作にわたり空試験を行ない, 結果を補正する。

## 6. 計 算

### 検量線の作成

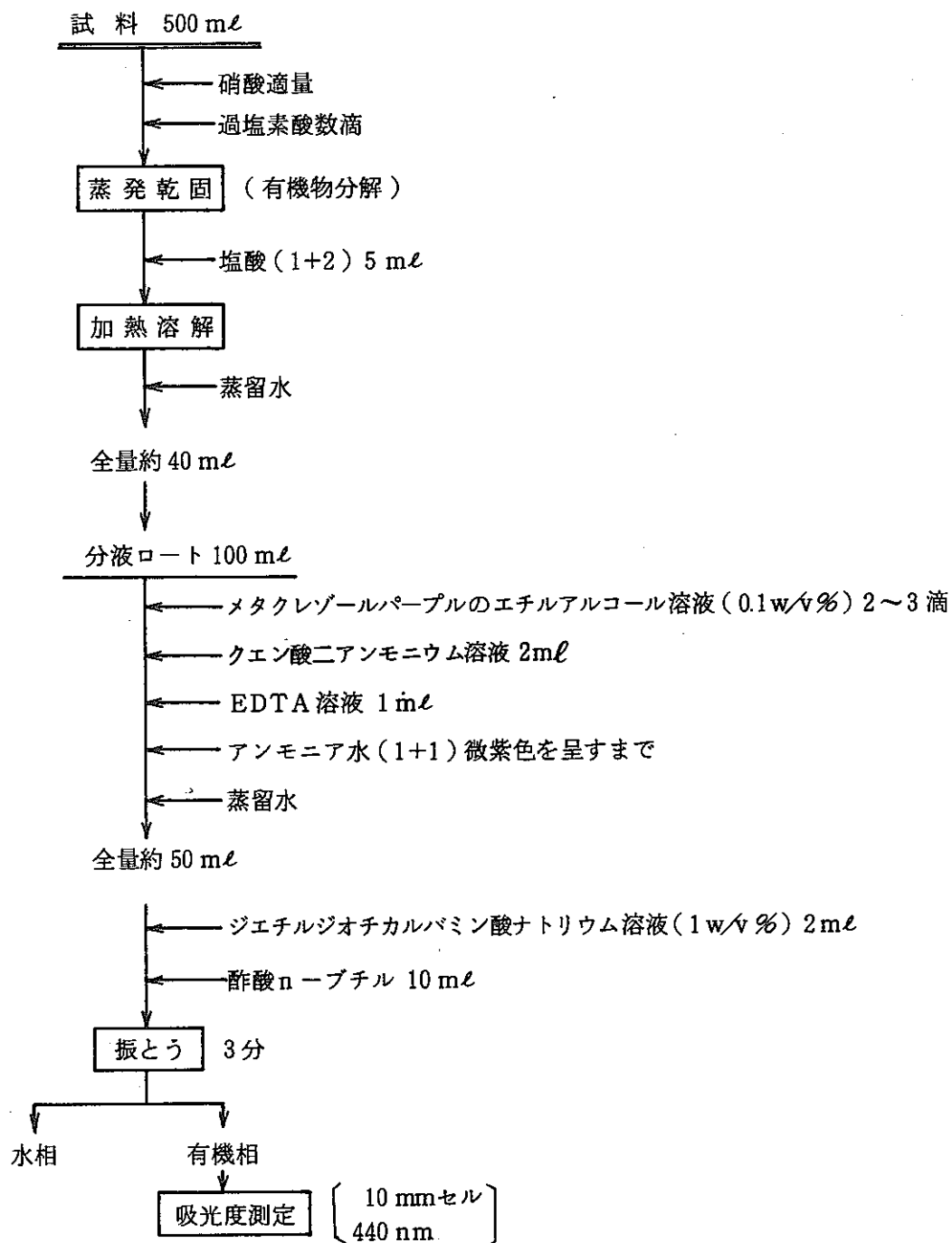
銅標準液 ( $0.01 \text{ mg Cu/mL}$ )  $0 \sim 3 \text{ mL}$  を段階的にとり、以下分析操作 1) ～ 5) に従って操作し、銅量と吸光度の関係線を作成する。



## 7. 解説および文献

- 1) 工業用水試験方法, JIS K 0101 - 1966

## 8. 工程図





## 排水中の溶解性マンガ分析法

(ホルムアルドキシム法)

## 1. 要 旨

本法は、ホルムアルドキシムが塩化アンモニウム-アンモニア緩衝液 (pH 10) でマンガニオンと作用し、450 nm に最大吸収のある赤褐色のマンガホルムアルドキシム錯体を生成する。鉄イオンも同様に作用して赤褐色を呈するので、これに塩酸ヒドロキシルアミンとEDTAを加えて鉄ホルムアルドキシムを分解させ、マンガホルムアルドキシム錯体の吸光度を測定して定量する方法である。この方法では、鉄イオンとして 20 ppm 程度までは妨害しない。銅イオン、コバルトイオン、ニッケルイオンは妨害する。

## 2. 適用範囲および分析精度

本法の Mn の定量範囲は 0.01 ~ 0.2 mg で、この場合の繰り返しの標準偏差パーセントは 10 ~ 3 % である。

## 3. 試薬および装置

- 1) 硝酸
- 2) 過塩素酸
- 3) 塩酸 (1 + 2)
- 4) アンモニア水 (1 + 2)
- 5) 塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (10 W/V%) ; 塩酸ヒドロキシルアミン 10 g を水に溶かして 100 ml とする。
- 6) M/10 EDTA 溶液 ; エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム (2 水塩) 3.8 g を水に溶かして 100 ml とする。
- 7) ホルムアルドキシム溶液; 塩酸ヒドロキシルアミン 4 g を水に溶かし、これにホルマリン溶液 (ホルムアルデヒド 37%) 2 ml を加え、水で 100 ml とする。この溶液は褐色びんに入れ、冷暗所に保存すれば約 1 箇月は使用できる。ホルムアルドキシム溶液は古くなると鉄ホルムアルドキシムの分解がおそくなる。
- 8) 塩化アンモニウム-アンモニア緩衝液; 塩化アンモニウム 67.5 g をアンモニア水 570 ml に溶かし、水で 1 l とする。この溶液は、密栓して冷所に保存する。
- 9) マンガン標準液 (0.01 mg Mn/ml) ; 過マンガン酸カリウム 0.290 g を水 100 ml に溶かし、硫酸 (1+1) 1 ml を加える。つぎに亜硫酸水素ナトリウム 0.5 g を加えて還元し、過剰の亜硫酸を煮沸して追い出す。冷却後メスフラスコ 1 l に移し入れ、水を標線まで加える。この溶液 1 ml は、マンガン 0.1 mg を含む。この溶液 10 ml をメスフラスコ 100 ml にとり、水

を標線まで加える。

#### 10) 光電分光光度計

### 4. 安 全

- 1) 酸類、アルカリ類の皮ふ、眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。
- 2) 汚染の恐れのある作業についてはゴム手袋を着用し慎重に行うこと。
- 3) 塩酸ヒドロキシルアミンの取り扱いにあたっては、爆発、発熱の可能性があるのでみだりに酸化剤と混合してはならない。

### 5. 分析操作

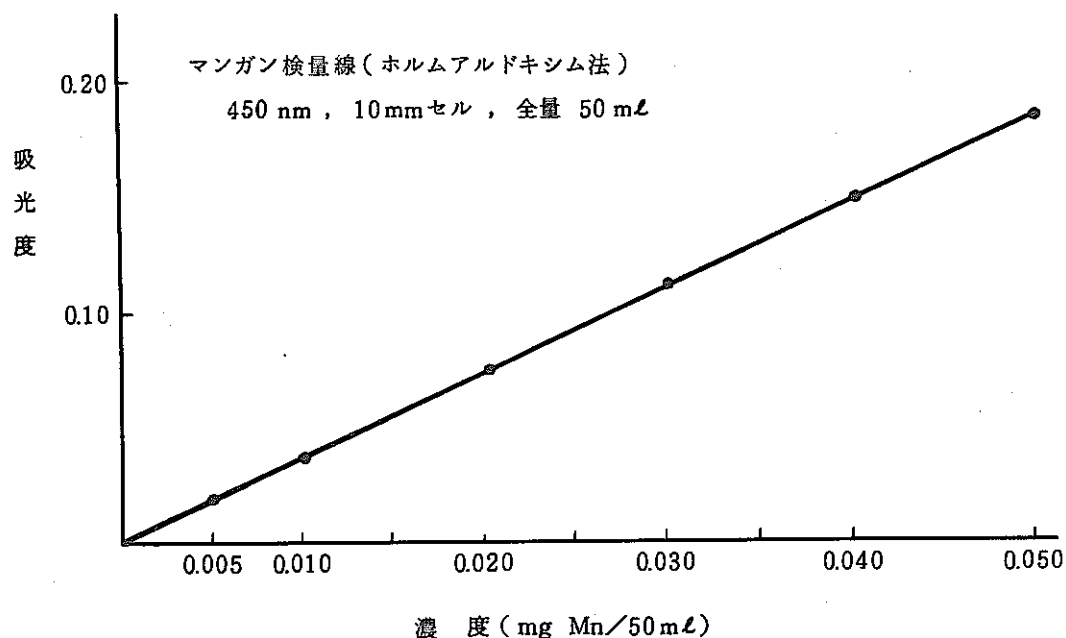
操 作	備 考
1) 試料 500 mℓ 採取し、ろ紙 No. 5 A でろ過し、コニカルビーカーにろ液を受け残査は捨てる。	1) 試料量は定量範囲 (0.01 ~ 0.2 mg Mn) に入るよう分取すればよい。
2) ろ液に硝酸適量、過塩素酸数滴を加え、蒸発乾固し、有機物分解する。	2) 乾固後、有機物分解が不完全の場合は、放冷後、硝酸・過塩素酸を適量加え、蒸発乾固する。
3) 放冷後、塩酸 (1+2) 6 mℓ を加え、加温溶解する。	
4) 放冷後、メスフラスコ 50 mℓ に水で洗浄し全量が約 30 mℓ になるように移す。	
5) さらにアンモニア水 (1+2) を滴加して中和する。 沈殿が生成した場合には、できるだけ少量の塩酸 (1+2) を滴加して溶かし、水で約 40 mℓ とする。	
6) これにホルムアルドキシム溶液 1 mℓ と塩化アンモニウム-アンモニア緩衝液 1 mℓ を加え、よく振り混ぜて 3 分間放置し、完全に発色させる。	6) 塩化アンモニウム-アンモニア緩衝液を加えたときの pH は約 10 で、pH 10 以上になると鉄ホルムアルドキシムの分解がおそくなる。塩酸化ヒドロキシルアミン溶液 (10 W/V %) および M/10 EDTA 溶液を加えたのちの液の pH は約 9.6 で、pH 9.0 以下になると減少する。

操 作	備 考
7) ついで塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (10W/V %) 2 mL を加え、よく振り混ぜながらEDTA溶液 (M/10) 1 mL を加え、水を標線まで加え、30分間放置する。 8) この溶液を吸収セル(10mm)に移し、波長 450nm 付近でその吸光度を測定し、あらかじめ作成した検量線からマンガンのppmを算出する。	7) この液温は、20℃以下では鉄ホルムアルドキシムの分解がおそくなる。

## 6. 計 算

### 検量線の作成

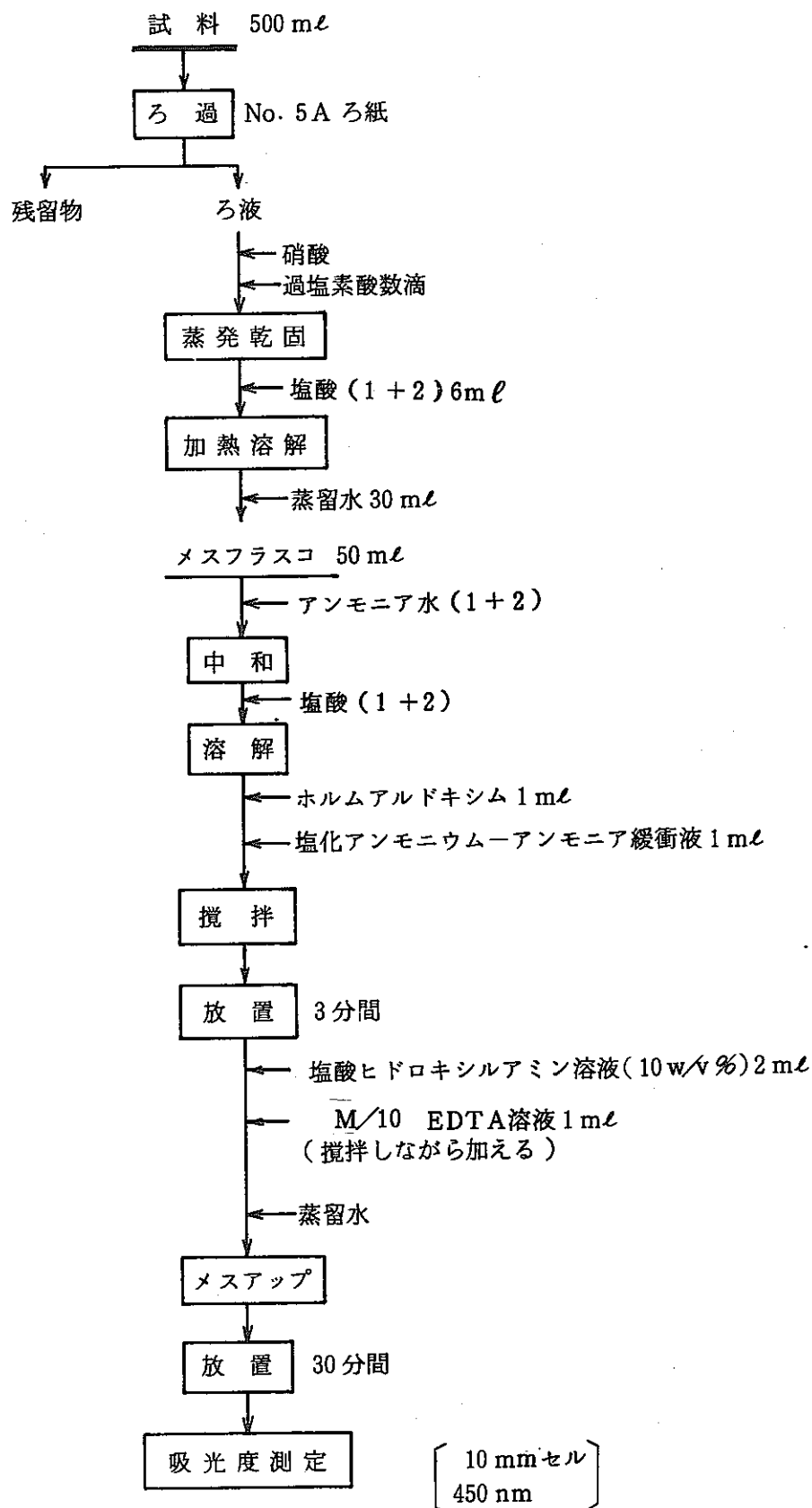
マンガン標準液 (0.01 mg Mn/mL) 0～20 mL を段階的にとり、以下操作 2)～8) に従って操作し、マンガン量と吸光度との関係線を作成する。



## 7. 解説と文献

- 1) 工場排水試験方法 JIS K 0102 - 1971 p 135
- 2) 水の分析 日本分析化学会北海道支部

## 7. 工程図



## 排水中の溶解性鉄分析法

### 1. 要 旨

本法は、鉄イオンを塩酸に溶かし、塩酸ヒドロキシルアミンで第一鉄に還元する。つぎに0-フェナントロリンを加えて生成するだいたい赤の鉄錯塩の吸光度を測定して定量する方法である。

### 2. 適用範囲および装置

本法のFeの定量範囲は0.005～0.5mgで、この場合の繰り返しの標準偏差パーセントは10～2%である。

### 3. 試薬および装置

- 1) 硝酸
- 2) 塩酸 (1 + 2)
- 3) 過塩素酸
- 4) 塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (10 W/V %); 塩酸ヒドロキシルアミン 10 g を水に溶かして 100 mℓ とする。
- 5) 0-フェナントロリン溶液 (0.1 W/V %); 0-フェナントロリン塩酸塩 0.12 g を水に溶かして 100 mℓ とする。
- 6) 酢酸アンモニウム溶液 (50 W/V %); 酢酸アンモニウム 50 g を水に溶かして 100 mℓ とする。
- 7) 鉄標準液 (0.01 mg Fe / mℓ); 硫酸第一鉄アンモニウム (6 水塩) 7.02 g を塩酸 (1+1) 2 mℓ と水に溶かし、メスフラスコ 1 ℓ に移し入れ、水を標線まで加える。この溶液 1 mℓ は、鉄 1 mg を含む。この溶液 10 mℓ をメスフラスコ 1 ℓ に正しくとり、水を標線まで加える。
- 8) 光電分光光度計

### 4. 安 全

- 1) 酸類、アルカリ類の皮ふ、眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。
- 2) 汚染の恐れのある作業についてはゴム手袋を着用し慎重に行うこと。
- 3) 塩酸ヒドロキシルアミンの取扱いにあたっては、爆発・発熱の可能性があるのでみだりに酸化剤と混合してはならない。

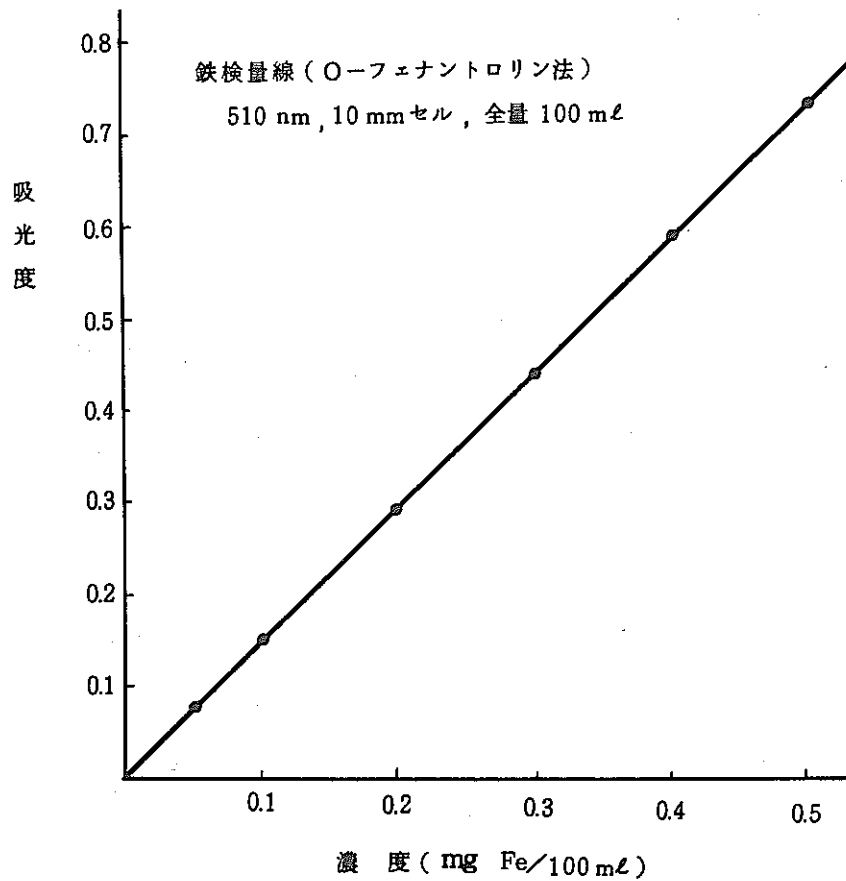
## 5. 分析操作

操 作	備 考
1) 試料を 500 mℓ 採取し No. 5 A ろ紙でろ過し、コニカルビーカーにろ液を受け、残渣は捨てる。	1) 試料量は定量範囲 (0.005 ~ 0.5 mg Fe) に入るように分取すればよい。
2) ろ液に硝酸適量、過塩素酸数滴を加え、蒸発乾固し、有機物分解する。	2) 乾固後、有機物分解が不完全の場合は、放冷後、硝酸・過塩素酸を適量加え蒸発乾固する。
3) 放冷後、塩酸 (1+2) 6 mℓ を加え、加温溶解する。	
4) 放冷後、メスフラスコ 100 mℓ に水で洗浄し、全量が 80 mℓ になるように移す。	
5) 塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (10 W/V %) 1 mℓ を加えて振り混ぜ、0-フェナントロリン溶液 (0.1 W/V %) 5 mℓ を加えて振り混ぜ、さらに酢酸アンモニウム溶液 (50 W/V %) 10 mℓ を加えて振り混ぜ、後 20 分間放置後吸収セル (10 mm) に移す。	5) 水を標線まで加えた時の pH は、約 4.8 になる。
6) 直ちに波長 510 nm 付近でその吸光度を測定し、あらかじめ作成した検量線から鉄量を求め鉄の ppm を算出する。	

## 6. 計 算

## 検量線の作成

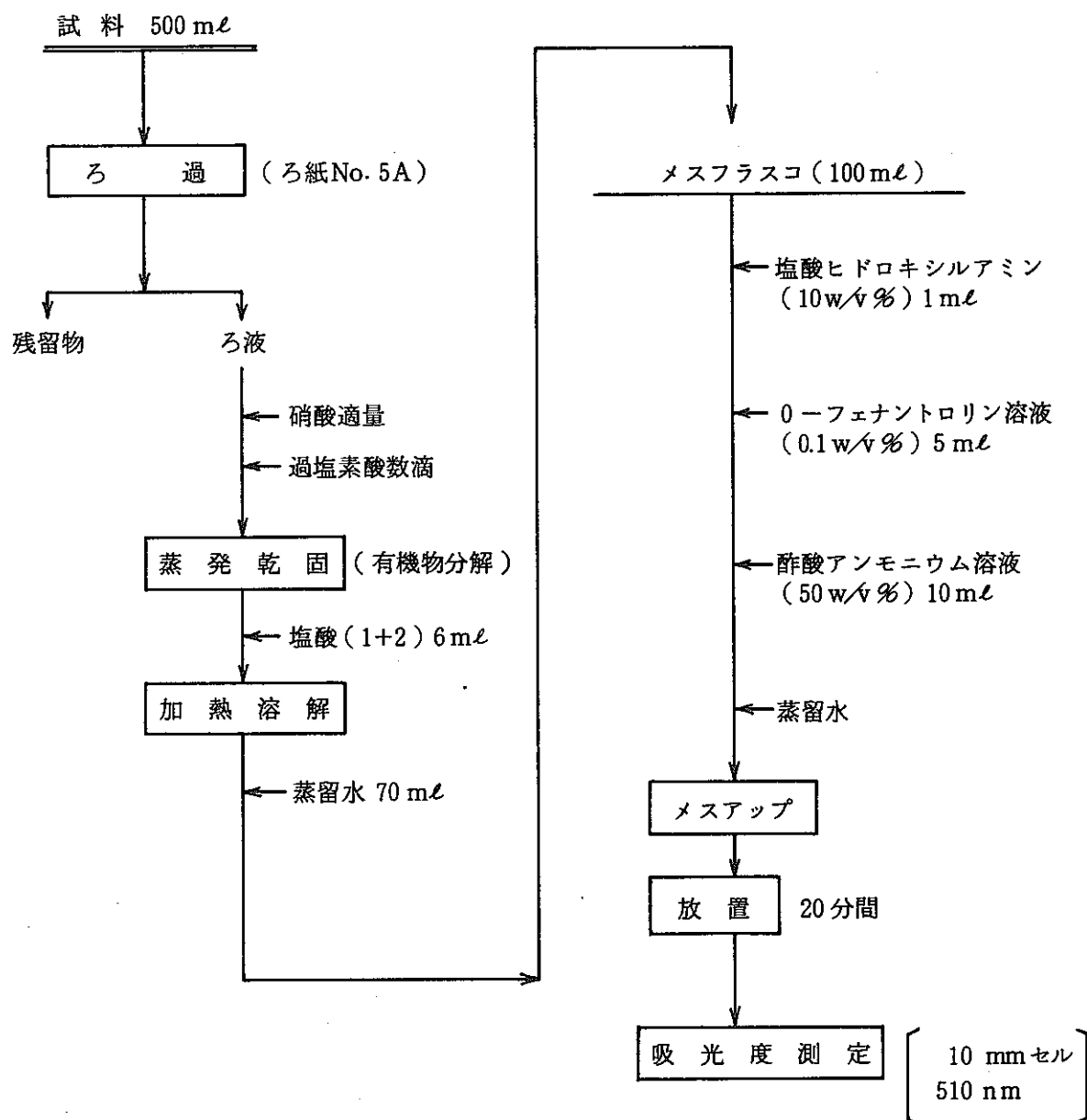
鉄標準液 (0.01 mg Fe / mℓ) 0 ~ 50 mℓ を段階的にとり、以下分析操作 2) ~ 6) に従って操作し、鉄量と吸光度との関係線を作成する。



## 7. 解説と文献

- 1) 工場排水試験方法 JIS K0102-1971 p137
- 2) 水の分析 日本分析化学会北海道支部

## 8. 工程図





# 排氣放出管理分析

## 排気中のトリチウム分析法

## 1. 要 旨

コールドトラップで集めた試料をメンブランろ紙でろ過したあと測定用バイアルにとり、液体シンチレータを加え、よく振り混ぜたのち、液体シンチレーションカウンタにより、トリチウムの $\beta$ 線 ( $\beta$  max, 18 keV) を測定する。

## 2. 適用範囲および分析精度

本法はトリチウムの濃度が  $1 \times 10^4 \mu\text{Ci}/\text{cm}^3$  以上の試料に適用できる。試料量捕集水 1 mℓ, 測定時間 1 分で信頼度 99.73 %である。

## 3. 試薬および装置

- 1) 液体シンチレータ; アクアゾル II または同等の性質を有するもの。
- 2) トリチウム標準液; RCC (Radiochemical Center, U.K.) 製標準溶液
- 3) メンブランろ紙; 25 mmφ 0.45  $\mu\text{m}$
- 4) シンチレーションバイアル; 容量 20 mℓ, 低カリガラスまたはポリエチレン製専用バイアル
- 5) 液体シンチレーションカウンタ

## 4. 安 全

汚染の恐れのある作業についてはゴム手袋を着用し慎重に行うこと。

## 5. 分析操作

操 作	備 考
1) 試料 30mℓ をメンブランろ紙でろ過し、ろ液を 50 mℓ ビーカに受ける。ろ紙はすてる。	1) 25 mmφ 用ろ過棒を用いる。 $^3\text{H}$ 以外の $\beta$ 線エミッターが多いときは、蒸留を行なう。(図 1 参照)
2) ろ液 1 mℓ を正確にピペットでとり液シン用バイアルに入れこれにシンチレータ 15mℓ を加え、キャップをし、よく振り混ぜる。	2) 液が浸み出さないようしっかりとキャップをすること。
3) バイアルの外壁をティッシュ等を用いよく拭いてから、シンチレーション測定器によりトリチウムの $\beta$ 線を測定する。	3) 測定器の使用については、備え付けの取扱説明書によること。クエンチング補正用標準線

操 作	備 考
5) 試料, および標準線源と同時にシンチレータのみ 15 ml をバイアルにとりブランク試料として測定する。 6) 計算式を次に示す。	源としては, 測定器に備え付けのもの, または精度の高い分析が必要な場合には, 標準溶液と使用しているシンチレータとで新たに作成する。

## 6. 計 算

$$\text{トリチウム濃度 (}\mu\text{Ci/cm}^3\text{)} = \left( \frac{A_S}{T_S \cdot E_S} - \frac{A_B}{T_B \cdot E_B} \right) \times \frac{100}{2.22} \times 10^{-6}$$

ただし,  $A_S$  ; 試料の計数値

$A_B$  ; ブランク試料の計数値

$T_S$  ; 試料の測定時間 (分)

$T_B$  ; ブランク試料の測定時間 (分)

$E_S$  ; 試料の計数効率 (%)

$E_B$  ; ブランク試料の計数効率 (%)

$$\text{誤 差 } \sigma (\mu\text{Ci/cm}^3) = \sqrt{\frac{A_S}{T_S^2 \cdot E_S^2} + \frac{A_B}{T_B^2 \cdot E_B^2}} \times \frac{100}{2.22} \times 10^{-6}$$

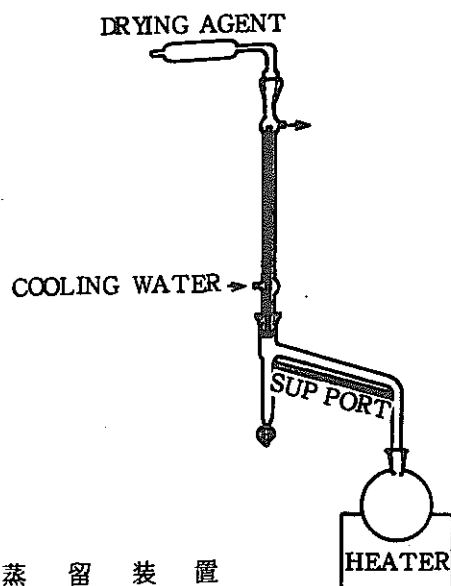


図 1 蒸 留 装 置

排気中の<sup>90</sup>Sr分析法

## 1. 要 旨

排気中のダストを捕集したHE-40 Tろ紙を電気炉で灰化後、フッ化水素酸処理により完全に分解したのち、硝酸で溶解し、鉄共沈し、水酸化物を除去し、Srを炭酸塩として集める。クロム酸バリウム沈殿および鉄、ランタンスカベンジによる精製後2週間放置し、<sup>90</sup>Yを生成させ、これを無放射能、Y相体により、ミルキングし、低バックグランド放射能測定器により計数して<sup>90</sup>Sr量を求める。

## 2. 適用範囲および分析精度

本法は<sup>90</sup>Srの濃度が $5 \times 10^{-7}$   $\mu\text{Ci}$ /試料以上の排気中のダストろ紙試料に適用する。60分測定で信頼度99.73%である。

## 3. 試薬および装置

- 1) Sr担体溶液 (0.1g Sr/ $\text{m}\ell$ );  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$  121 g を水に溶解して 500  $\text{m}\ell$  にする。
- 2) 塩化バリウム溶液 (10 mg Ba/ $\text{m}\ell$ );  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  17.8 g を  $\text{HCl}$  (1+119) に溶解し水で 1  $\ell$  とする。
- 3) Y担体溶液 (10 mg Y/ $\text{m}\ell$ );  $\text{YCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  3.447 g を  $\text{HCl}$  (1+119) に溶解し正確に 100  $\text{m}\ell$  にする。
- 4) 塩化ランタン溶液 (10 mg La/ $\text{m}\ell$ );  $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  5.35 g を水で溶解し 200  $\text{m}\ell$  とする。
- 5) 塩化第二鉄溶液 (10 mg Fe/ $\text{m}\ell$ );  $\text{FeCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  12.1 g を水で溶解し 250  $\text{m}\ell$  とする。
- 6) アンモニア水 (1 + 100)
- 7) 水酸化ナトリウム
- 8) 炭酸ナトリウム
- 9) 塩 酸
- 10) 硝 酸 (1 + 1)
- 11) 6 M 酢酸アンモニウム溶液; 酢酸アンモニウム 16 g を水で溶解して 250  $\text{m}\ell$  とする。
- 12) 6 M 酢酸溶液; 氷酢酸 (35 + 36) を作る。
- 13) 炭酸アンモニウム溶液 (1%)
- 14) 1.5 M クロム酸カリウム;  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  72.8 g を水に溶解し、250  $\text{m}\ell$  とする。
- 15) シュウ酸
- 16) 過塩素酸
- 17) フッ化水素酸

- 18) 低バックグラウンド放射能測定装置 (Aloka LBC-3)
- 19) pHメータ
- 20) 原子吸光分析器 (日立製 508)
- 21) テフロンビーカー
- 22) ガラスフィルタ (25 G-4)

#### 4. 安 全

- 1) 酸類, アルカリ類の皮ふ, 眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。
- 2) 汚染の恐れのある作業については, ゴム手袋を着用し, 慎重に行なうこと。

#### 5. 分析操作

操 作	備 考
<ol style="list-style-type: none"> <li>1) ダストを捕集したろ紙をアルミナるつばにとり, 電気炉で灰化する。</li> <li>2) 灰化したろ紙をテフロンビーカーに移し, Sr 担体溶液 (100 mg/ml) を 5 ml 加える。</li> <li>3) 硝酸, フッ化水素酸 10~20 ml, 過塩素酸数 ml を加えサンドバス上で加熱する。</li> <li>4) 過塩素酸の白煙が生じたら, サンドバスよりおろし, 硝酸で加温溶解し, 500 ml コニカルビーカーに移し, 水で 300 ml とする。</li> <li>5) Fe 担体 (10 mg/ml) を 1 ml 加え, サンドバス上で煮沸する。</li> <li>6) 水酸化第二鉄の沈殿が生ずるまでアンモニア水を加える。</li> <li>7) ろ紙 (5 A) で沈殿をろ過し, ろ液は 500 ml ビーカーに受ける。</li> <li>8) ビーカー及びろ紙をアンモニア水 (1+100) で洗浄し, 洗液は 7) のビーカーに合せる。</li> <li>9) ろ液に水酸化ナトリウム 5 g と炭酸ナトリウム 15 g を加えよく攪拌し, 炭酸塩の沈殿を作り, 加温して熟成しガラスフィルター (25 G-4) でろ過する。</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>5) 炭酸ガスを完全に追い出す。</li> <li>6) よく攪拌しながら加え, 沈殿が生じたらさらに 2~3 ml 過剰に加える。</li> </ol>

操 作	備 考
<p>10) 1%炭酸アンモニウム溶液で30 mLずつ3回沈殿を洗浄し、ろ液をすてる。</p> <p>11) フィルタ上の沈殿を 硝酸 (1+1) 30 mLで溶解し、フィルタは水で20 mLずつ2回洗浄し、溶液に合せる。</p> <p>12) ろ液を100 mL以下に濃縮し、Ba担体溶液 (10 mg/mL) 1~2 mL、酢酸アンモニウム溶液 (6 M) 2 mLを加え、アンモニア水と酢酸 6 MでpHを5に調整する。</p> <p>13) 1.5 Mクロム酸カリウム溶液 1~2 mLを加え、ガラス棒でピーカの内壁をこすり、沈殿を生成させる。</p> <p>14) ミリポアフィルタ 0.45 <math>\mu</math>で吸引ろ過し、沈殿はすてろ液は1 Lのコニカルピーカに受ける。</p> <p>15) 水 700 mL、水酸化ナトリウム約 7 g、炭酸ナトリウム 30~50 gを加え、攪拌し、加温熟成する。</p> <p>16) 数時間放置後ガラスフィルタ (25 G-4) でろ過し1%炭酸アンモニウム溶液で10 mLずつ3回洗浄したのち、沈殿を硝酸で溶解し別のピーカに受ける。</p> <p>17) 濃縮後、水 250 mLを加え、La、Y、Fe各担体溶液 (10 mg/mL)を1 mL加え、煮沸する。</p> <p>18) アンモニア水で中和し、熟成後ろ紙 (5 C)でろ過し、アンモニア水 (1+100)で20 mL ずつ3回洗浄し、沈殿をすてる。</p> <p>19) ろ液を濃縮し、硝酸 5 mLを加え5日~2週間保存する。</p> <p>20) Y担体溶液 1 mLを正しく加え再び炭酸ガスを追い出し、アンモニア水で中和して加温熟成する。</p> <p>21) 沈殿をろ紙 (5 A)でろ過し、アンモニア水 (1+100)で洗浄する。</p>	<p>11) 硝酸を加えたとき飛散しないように時計皿で蓋をする。</p> <p>16) 硝酸を加えたとき飛散しないように時計皿で蓋をする。</p> <p>21) この時刻を記録しておく。<sup>90</sup>Yの減衰の開始時刻である。ろ液はメスフラスコ (250 mL)を用い定容し、さらにその100 <math>\mu</math>Lを100 mLに正しく希釈し、原子吸光分析用の試料とする。</p>

操 作	備 考
22) 沈殿を温塩酸(1+1)2mℓで溶解し、水を加え70～100 mℓとする。	
23) シュウ酸2gを加え、よく攪拌しながら加温熟成する。	
24) 沈殿を重量既知のミリポアろ紙(0.45μ 24φ)でろ過し、水で洗浄し、赤外線ランプで乾燥する。	
25) 重量を測定し、Y担体の回収率を求める。	
26) 試料を低バックグラウンド放射能測定装置で測定する。	26)バックグラウンドも測定する。 測定の終了時刻を記録する。
27) 備考18)により試料を調整し、原子吸光分析を行い、全Sr収率を求める。	
28) 6.計算に従って <sup>90</sup> Sr量を求める。	

## 6. 計 算

$$^{90}\text{Sr}(\text{PGI}/\text{試料}) = \left[ \left( \frac{N_S}{t_S} - \frac{N_B}{t_B} \right) \pm \sqrt{\frac{N_S}{t_S^2} + \frac{N_B}{t_B^2}} \right] \times \frac{100}{E} \times \frac{100}{R} \times \frac{1}{2.22} \times \frac{1}{M}$$

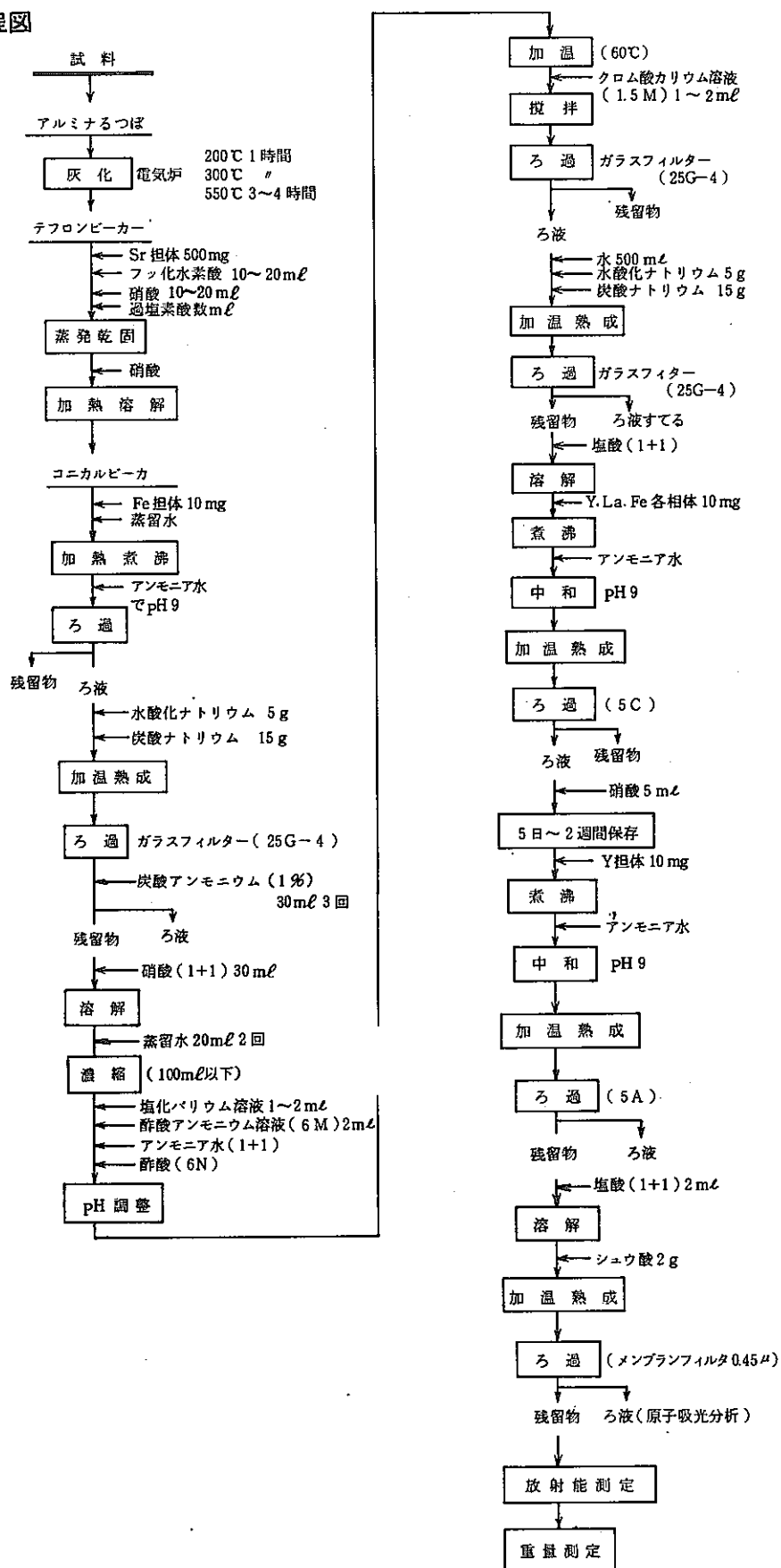
ここで、

 $N_S$  ; 試料の計数値 $N_B$  ; バックグラウンドの計数値 $t_S$  ; 試料の計数時間(分) $t_B$  ; バックグラウンドの計数時間(分) $E$  ; 測定器の計数効率(%) $R$  ; 回収率(%) = (原子吸光による全Sr収率) × (Y担体収率) $M$  ; Y分離後測定終了までの経過時間による減衰補正

## 7. 解説および参考文献

放射性ストロンチウム分析法, 科学技術庁 1963年

## 8. 工程図





## 排気中の $^{129}\text{I}$ , $^{131}\text{I}$ 分析法

本法はTEDA (tri-ethylen diamine) を添着した活性炭カートリッジまたは活性炭フィルターに捕集した $^{129}\text{I}$  および  $^{131}\text{I}$  を低エネルギー光子測定用Ge検出器を用いて直接測定する方法である。測定および計算方法は「排水中の $\gamma$ 線放射性核種分析法」 45・712・55・GE・01(1979)によるものとする。

## 排気中のウラン分析法

### 1. 要 旨

排気中のダストを捕集したHE-40 Tろ紙を電気炉で灰化後、フッ化水素酸処理により完全に分解したのち、硝酸で溶解し、鉄共沈後硝酸系陰イオン交換法によりプルトニウムを除去し、TBP抽出法でウランを分離してステンレス板上に電着する。シリコン半導体検出器を接続した $\alpha$ 線波高分析器で測定し定量する。

### 2. 適用範囲および分析精度

本法はウランの濃度が $5 \times 10^{-8} \mu\text{Ci}$ /試料以上の排気中のダストろ紙に適用できる。15 時間測定で信頼度 99.73 %である。

### 3. 試薬および装置

- 1)  $^{232}\text{U}$  標準溶液; 10 dpm/mℓ程度のものを用いる。
- 2) 硝酸 (3+2), (3+10)
- 3) Fe担体 (10mg/mℓ);  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  12.1 gを水で溶解し、250 mℓとする。
- 4) 過酸化水素水
- 5) 過塩素酸
- 6) フッ化水素酸
- 7) チモールブルー指示薬; チモールブルー 100 mg をエチルアルコール 20 mℓ に溶解し水で 100 mℓにする。
- 8) 硫酸 (1+9)
- 9) アンモニア水
- 10) 陰イオン交換樹脂; ダイヤイオンSA#100 (100 ~ 200 mesh Cℓ形)あるいはDowex 1×8 (100 ~ 200 mesh Cℓ形)を次のようにコンディショニングする。
  - (1) 樹脂 500 mℓを3 ℓのビーカーに入れ、2 ℓの水を加えよく攪拌する。静置し樹脂が沈降したら上澄をデカンテーションにより除く。この操作を3回繰返す。
  - (2) 水酸化ナトリウム溶液 (120 g NaOH/ℓ)を1 ℓ加えよく攪拌する。上澄をデカンテーションにより除く。
  - (3) 1 ℓの水を加えよく攪拌する。上澄をデカンテーションにより除く。
  - (4) 塩酸 (1+1) 2 ℓを加え、よく攪拌する。上澄をデカンテーションにより除く。
  - (5) (1)の要領で樹脂を水洗する。
  - (6) 水に浸したまま保存する。
  - (7) 使用直前に樹脂 5 mℓを図1のカラムにつめ、水 10 cv, 硝酸 (3+2) 10 cv を流す。

- 11) イオン交換カラム; 図 1
- 12) 電着セル; 図 2
- 13) 分液ロート; 100 mℓ
- 14) 電着板; 直径 24.5 mm, 厚さ 1 mm SuS-304 ステンレス, 希硝酸で煮沸洗浄しておく。
- 15) 電着装置; 1 A 程度の電流が流せるもの。
- 16)  $\alpha$ 線波高分析装置; 図 3
- 17) アルミナるつぼ
- 18) 電気炉
- 19) TBP-キシレン溶液 (1+1)
- 20) 炭酸アンモニウム-アンモニア溶液; 炭酸アンモニウム 50 g にアンモニア水 150 mℓを加え水で 1 ℓとする。

#### 4. 安 全

- 1) 酸類, アルカリ類の皮ふ, 眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。
- 2) 汚染の恐れのある作業については, ゴム手袋を着用し慎重に行なうこと。

#### 5. 分析操作

操 作	備 考
1) ダストを捕集したろ紙をアルミナるつぼにとり, 電気炉で灰化する。	1) 最初 200℃で 1 時間, 300℃で 1 時間加熱し, 550℃で 3~4 時間灰化する。
2) 灰化したろ紙をテフロンビーカに移し, $^{232}\text{U}$ 標準溶液を正確に 200 $\mu\text{ℓ}$ 加える。	
3) 硝酸 10~20 mℓ, フッ化水素酸 10~20 mℓ, 過塩素酸数 mℓ を加え, サンドバス上で加熱する。	
4) 過塩素酸の白煙が生じたらサンドバスよりおろし, 硝酸で加温溶解し 500 mℓ のコニカルビーカに移し, 水で液量を 300 mℓ とする。	
5) Fe 担体 (10 mg/mℓ) を 1 mℓ 加え, サンドバス上で煮沸する。	5) 炭酸ガスを完全に追い出す。
6) 水酸化第二鉄の沈殿が生ずるまでアンモニア水を加える。	6) よく攪拌しながら加える。沈殿が生じたのち, さらに 2~3 mℓ 過剰に加える。

操 作	備 考
<p>7) ろ紙 ( 5 A ) で沈殿をろ過し、ろ液はコニカルビーカ 500 mℓ に受ける。</p> <p>8) ろ液に硝酸を適量加え、pH を 4 以下としたのち、再び Fe 担体を 1 mℓ 加え、6) と同様に操作する。</p> <p>9) 沈殿を 7) の沈殿に合せる。</p> <p>10) 沈殿を温硝酸 ( 3 + 2 ) 10 mℓ で溶かす。ろ液を 100 mℓ ビーカに受ける。</p> <p>11) ろ紙を温硝酸 ( 3 + 2 ) 10 mℓ で 2 回洗う。洗液は 10) のろ液に合せる。</p> <p>12) この溶液をあらかじめ調整してあるイオン交換カラムに流速 2.0 mℓ/min 以下で通す。</p> <p>13) 硝酸 ( 3 + 2 ) 10 mℓ ずつ 8 回洗浄し、流出液をビーカに受け蒸発乾固する。</p> <p>14) 硝酸 ( 3 + 10 ) 15 mℓ に加温溶解し放冷する。</p> <p>15) あらかじめ予備平衡を行なった TBP-キシレン溶液 ( 50 % ) 15 mℓ の入った分液ロートに移し、ビーカは硝酸 ( 3 + 10 ) 5 mℓ × 2 回で洗浄し、分液ロートに合せる。</p> <p>16) 2 分間振とう後、水層を再び分液ロートに受け、15) と同様に抽出し、水層はすてる。</p> <p>17) 有機層を合せ硝酸 ( 3 + 10 ) 20 mℓ を加え、2 分間振とうする。</p> <p>18) 水層をすて、有機層に炭酸アンモニウム-アンモニア混液 20 mℓ を加え、2 分間振とうしウランを逆抽出する。</p> <p>19) 水層はビーカに受ける。この操作を 3 回くり返し、水層はすべてビーカに合せる。</p> <p>20) ビーカをサンドバス上で蒸発乾固する。</p> <p>21) 過塩素酸を数滴加え、有機物分解を行なう。</p> <p>22) 硫酸 ( 1 + 9 ) 5 mℓ を加え、加温溶解する。</p>	<p>7) 沈殿及びコニカルビーカは微アンモニア水 ( 炭酸ガスを追い出したもの ) で洗浄し、ろ液に合せる。</p> <p>20) 塩の結晶が生ずるので昇華するまで加熱する。</p>

操 作	備 考
23) チモールブルー指示薬を1滴加える。	
24) チモールブルーの赤色が黄変するまで、よく攪拌しながらアンモニア水を滴下する。	
25) 硫酸 (1+9) をよく攪拌しながら赤色に変わるまで加える。さらに3滴加剰に加える。	
26) 電着板をセットした電着セルに25)の電着液を移す。	
27) 白金電極の先が電着液につかるようにし、電着装置にセットする。DC 1 A で4時間通電する。	
28) アンモニア水を2滴加え、さらに1分間通電する。	
29) 電着装置から電着セルをはずし、電解液を捨てる。セル内を水で十分洗浄したのち、電着板を取りはずす。	
30) 電着板を水でよく洗いドライヤーで乾燥する。ヒーター上で10分間赤熱する。	
31) あらかじめ調整してある波高分析器でシリコン半導体検出器を用い真空中で電着されたウランを測定する。測定時間は15時間以上行なう。	31) 波高分析器は $^{232}\text{U}$ , $^{234}\text{U}$ , $^{235}\text{U}$ , $^{238}\text{U}$ の標準試料で校正し、ウランの測定範囲を決めておく、またバックグランドもあらかじめ15時間以上測定しておく。 ( $B_1$ , $B_2$ )
32) 標準ウラン線源と同じチャンネル範囲の計数 ( $S_1, S_2$ ) を読みとり計算する。データの読み出しは組込のプリンタで行う。	
33) 次式に従ってウランを定量する。	33) 波高分析器の取扱い説明書に従う。

## 6. 計 算

$$\text{ウラン濃度 (pCi/試料) } A = \frac{\frac{S_1}{t} - \frac{B_1}{t_b}}{\frac{S_2}{t} - \frac{B_2}{t_b}} \cdot K \cdot \frac{1}{2.22} \cdot \frac{1}{W}$$

$$\sigma A = A \cdot \sqrt{\frac{S_1 t_b^2 + B_1 t^2}{(S_1 t_b - B_1 t)^2} + \frac{S_2 t_b^2 + B_2 t^2}{(S_2 t_b - B_2 t)^2} + \left(\frac{\sigma K}{K}\right)^2}$$

$$Y = \frac{\frac{S_2}{t} - \frac{B_2}{t_b}}{\frac{f}{100} \cdot K} \cdot 100$$

A : ウラン放射能濃度 (pCi / 試料)

$\sigma A$  : ウラン放射能濃度の誤差 (pCi / 試料)

K : スパイクしたU-232 量 (dpm)

$\sigma K$  : スパイクしたU-232 量誤差 (dpm)

t : 試料測定時間 (分)

$t_b$  : B・G 測定時間 (分)

$S_1$  : 試料測定におけるウランチャンネル計数値 (counts)

$S_2$  : 試料測定におけるU-232 チャンネル計数値 (counts)

$B_1$  : B・G 測定におけるウランチャンネル計数値 (counts)

$B_2$  : B・G 測定におけるU-232 チャンネル計数値 (counts)

Y : 回収率 (%)

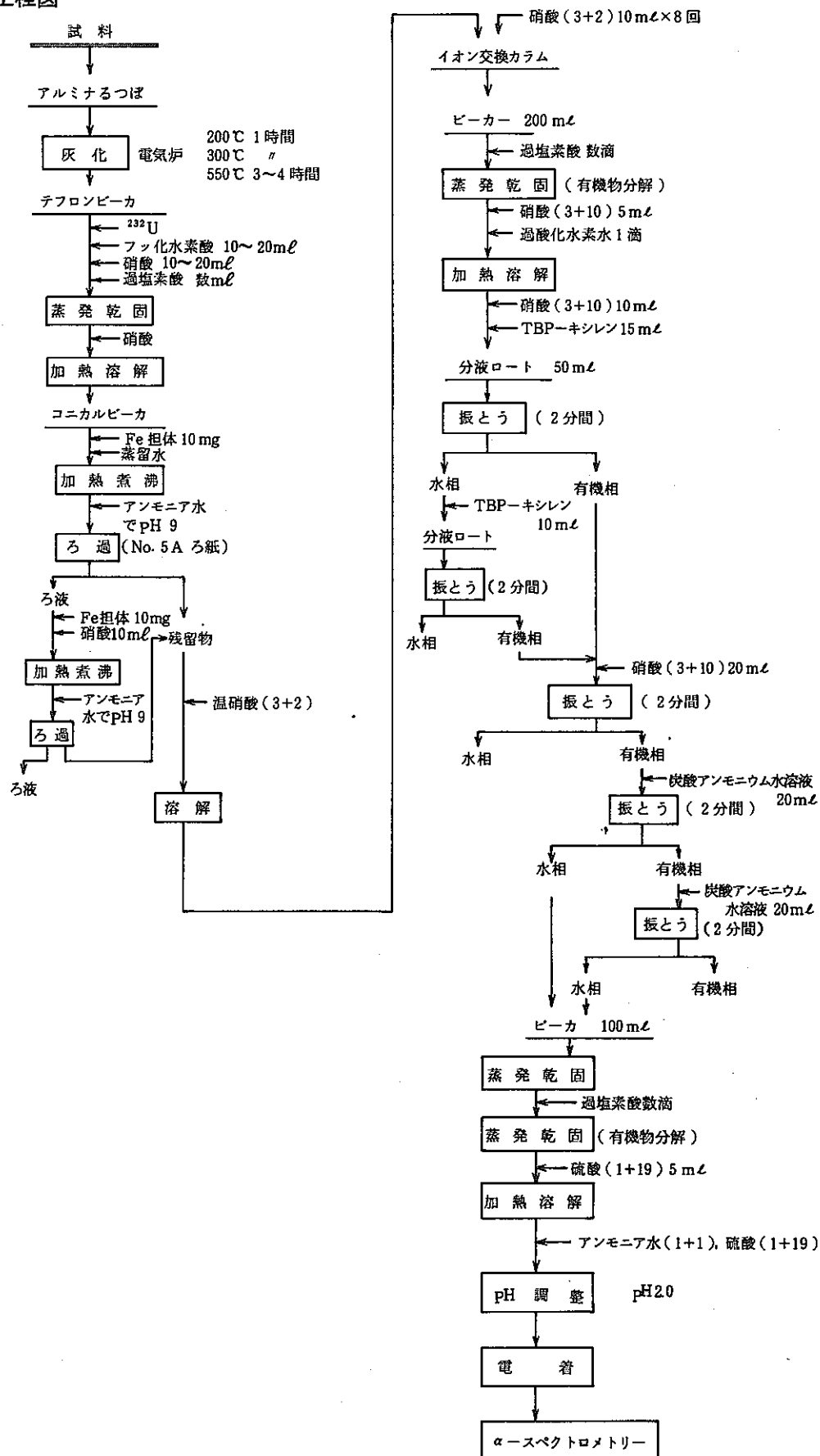
f : 計数効率 (%)

W : 試料量

## 7. 解説および文献

- (1) 井上義和, 阪上正信; Journal of Radiation Research 11-2, 98~106 (1970)
- (2) Norton Y. Chu; Anal. Chem., 43 (3), 449 (1971)

## 8. 工程図



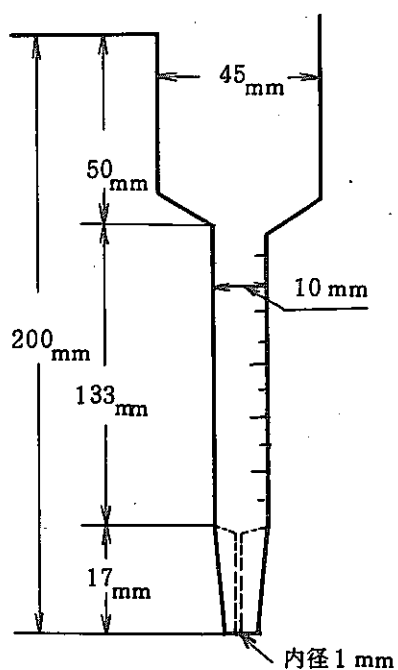


図1. イオン交換カラム

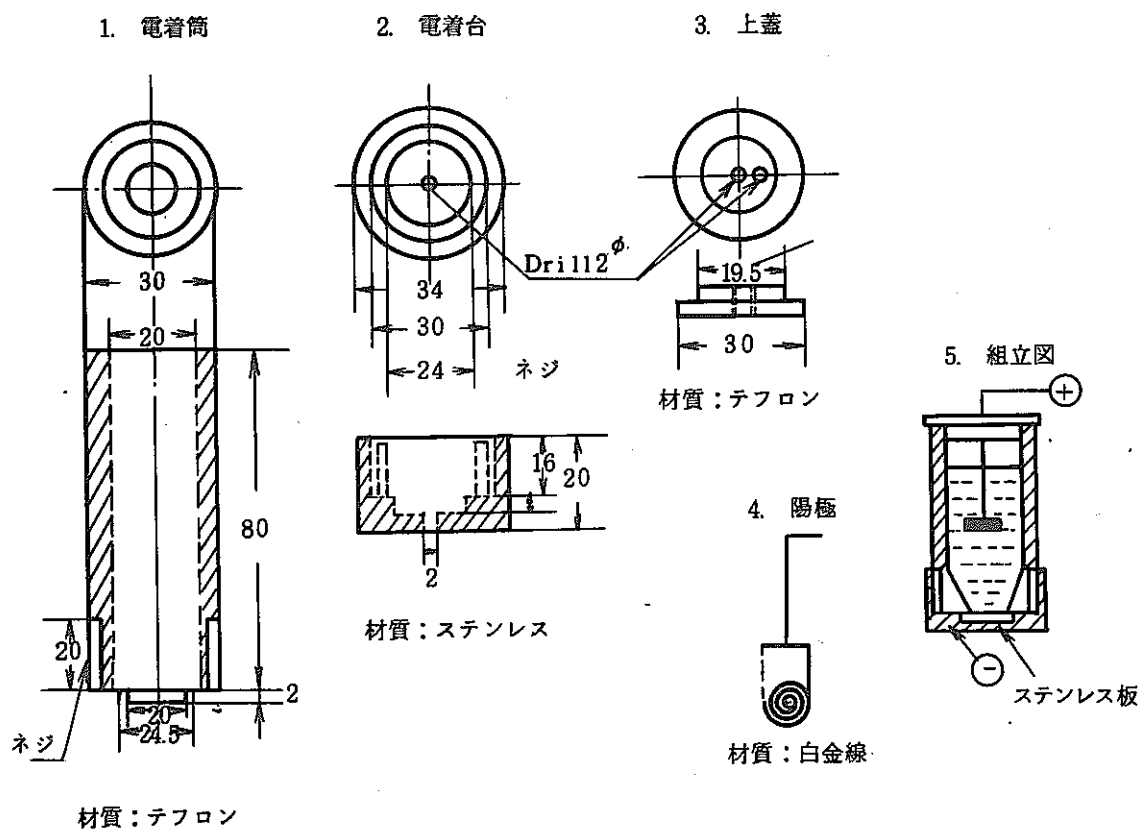
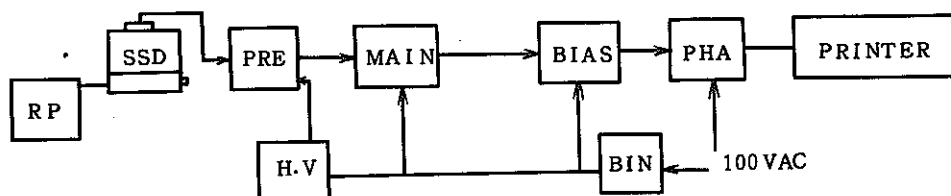


図2 電着セル



図3  $\alpha$ 線スペクトロメータ

PHA : 多重波高分析器

RP : 真空ポンプ

PRE : PRE AMP

MAIN : MAIN AMP

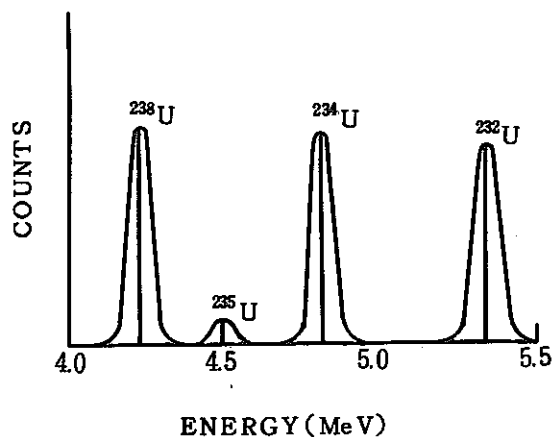
SSD : 検出器および真空容器 : 有感面積  $450\text{mm}^2$ ,FWHM  $25\text{keV}$  程度の検出器を使用

HV : 検出器用高圧電源

BIN : 低圧電源付筐体

## [ウランの同位体]

ウランには15の同位体があり、  
このうち $^{232}\text{U}$ ,  $^{234}\text{U}$ ,  $^{235}\text{U}$ ,  $^{238}\text{U}$ が  
主要な $\alpha$ 放射体である。これらの  
測定スペクトルは大略右図のよう  
になる。



## 排気中のプルトニウム分析法

### 1. 要 旨

排気中のダストを捕集したHE-40 Tろ紙を電気炉で灰化後フッ化水素酸処理により、完全に分解したのち、硝酸で溶解し鉄共沈後、硝酸系陰イオン交換法によりウランを除去し、プルトニウムを分離してステンレス板上に電着する。シリコン半導体検出器を接続した $\alpha$ 線波高分析器で測定し、定量する。

### 2. 適用範囲および分析精度

本法はプルトニウムの濃度が $5 \times 10^{-8} \mu\text{Ci}$ /試料以上の排気中のダストろ紙に適用できる。15時間測定で信頼度99.73%である。

### 3. 試薬および装置

- 1)  $^{236}\text{Pu}$  標準溶液; 10 dpm/mℓ 程度のものを用いる。
- 2) 硝 酸 ( 3 + 2 )
- 3) 塩 酸 ( 5 + 1 )
- 4) 硫 酸 ( 1 + 9 )
- 5) 過酸化水素水
- 6) 過塩素酸
- 7) フッ化水素酸
- 8) Fe担体 (10 mg/mℓ);  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  12.1 g を水で溶解し 250 mℓ とする。
- 9) ヨウ化水素酸-塩酸混液 (HI; 0.1M, HCl; 8M); ヨウ化水素酸 (57%) 13.6 mℓ と塩酸 708 mℓ を混合し水で 1 ℓ とする。
- 10) チモールブルー指示薬; モチールブルー 100 mg をエチルアルコール 20 mℓ に溶解し水で 100 mℓ にする。
- 11) アンモニア水
- 12) 陰イオン交換樹脂; ダイヤイオンSA#100 (100 ~ 200 mesh (Cℓ形)あるいはDowex 1×8 (100 ~ 200 mesh Cℓ形)を次のようにコンディショニングする。
  - a) 樹脂 500 mℓ を 3 ℓ のビーカーに入れ、2 ℓ の水を加えよく攪拌する。静置し、樹脂が沈降したら上澄をデカンテーションにより除く。この操作を3回繰返す。
  - b) 水酸化ナトリウム溶液 (120 g NaOH/ℓ) を 1 ℓ 加えよく攪拌する。上澄をデカンテーションにより除く。
  - c) 1 ℓ の水を加えよく攪拌する。上澄をデカンテーションにより除く。
  - d) 塩酸 (1 + 1) 2 ℓ を加え、よく攪拌する。

- e) a)の要領で樹脂を水洗する。
- f) 水に浸したまま保存する。
- g) 使用直前に樹脂 5 mℓ を図 1 のカラムにつめ、水 10 CV, 硝酸 (3+2) 10 CV を流す。
- 13) イオン交換カラム; 図 1
- 14) 電着セル; 図 2
- 15) 電着板; 直径24.5mm, 厚さ 1mm SUS 304 ステンレス, 希硝酸で煮沸洗浄しておく。
- 16) 電着装置; 1 A 程度の電流が流せるもの。
- 17)  $\alpha$ 線波高分析装置; 図 3
- 18) アルミナろつぼ
- 19) 電気炉

#### 4. 安 全

- 1) 酸類, アルカリ類の皮ふ, 眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。
- 2) 汚染の恐れのある作業については, ゴム手袋を着用し慎重に行なうこと。

#### 5. 分析操作

操 作	備 考
1) ダストを捕集したろ紙をアルミナろつぼにとり, 電気炉で灰化する。	1) 200 °C, 1 時間, 300 °C, 1 時間, 550 °C 3 ~ 4 時間
2) 灰化したろ紙をテフロンビーカに移し, $^{236}\text{Pu}$ 標準溶液を正確に 100 $\mu\text{ℓ}$ 加える。	
3) 硝酸 10~20 mℓ, フッ化水素酸 10~20 mℓ, 過塩素酸数mℓを加え, サンドバス上で加熱する。	
4) 過塩素酸の白煙が生じたらサンドバスよりおろし, 硝酸で加熱溶解し 500mℓ のコニカルビーカに移し, 水で液量を 300 mℓとする。	
5) Fe 担体 (10 mg/mℓ) を 1mℓ 加え, サンドバス上で煮沸する。	5) 炭酸ガスを完全に追い出す。
6) 水酸化物の沈殿が生ずるまでアンモニア水を加える。	6) よく攪拌しながら加える。沈殿が生じたらさらに 2~3 mℓ 過剰に加える。
7) ろ紙 (5 A) で沈殿をろ過し, ろ液はコニカルビーカ 500 mℓに受ける。	7) 沈殿及びコニカルビーカは微量アンモニア水 (炭酸ガス) を追

操 作	備 考
<p>8) ろ液に硝酸を適量加え、pHを4以下としたのち、再びFe担体を1mℓ加え、6)と同様に操作する。</p> <p>9) 沈殿を7)の沈殿に合せる。</p> <p>10) 合せた沈殿を温硝酸(3+2)10mℓで溶かす。ろ液を100mℓビーカーに受ける。</p> <p>11) ろ紙を温硝酸(3+2)10mℓで2回洗う。洗液は10)のろ液に合せる。</p> <p>12) この溶液をあらかじめ調整してあるイオン交換カラムに流速2.0mℓ/min以下で通す。</p> <p>13) 硝酸(3+2)10mℓずつ8回洗浄する。</p> <p>14) 次に塩酸(5+1)10mℓずつ10回洗浄する。</p> <p>15) 溶離液40mℓを流し、プルトニウムを溶離する。</p> <p>16) 流出液を50mℓビーカーに受け、蒸発乾固する。</p> <p>17) 過塩素酸を数滴加え白煙が生じなくなるまで加熱する。</p> <p>18) 硫酸(1+9)5mℓを加え、加温溶解する。</p> <p>19) チモールブルーの指示薬を1滴加える。</p> <p>20) チモールブルーの赤色が黄変するまで、よく攪拌しながらアンモニア水を滴下する。</p> <p>21) 硫酸(1+9)をよく攪拌しながら赤色になるまで加える。さらに3滴過剰に加える。</p> <p>22) 電着板をセットした電着セルに21)の液を入れる。</p> <p>23) 白金電極の先が電着液につかるようにセットし、DC 1Aで4時間通電する。</p> <p>24) アンモニア水2滴を加え、さらに1分間通電する。</p> <p>25) 電着装置から電着セルをはずし、電解液を捨てる。セル内を水で十分洗浄したのち電着板を取りはずす。</p> <p>26) 電着板を水でよく洗いドライヤーで乾燥する。ヒーター上で10分間加熱する。</p> <p>27) あらかじめ調整してある波高分析器でシリコン半導体検出器を用い真空中で電着されたプルトニウムを測定す</p>	<p>い出したもの)で洗浄し、ろ液に合せる。</p> <p>27) 波高分析器は<math>^{236}\text{Pu}</math>, <math>^{238}\text{Pu}</math>, <math>^{239}\text{Pu}</math>の標準試料で校正しプル</p>

操 作	備 考
る。測定時間は 15 時間以上行なう。	トニウムの測定範囲を決めておく。またバックグラウンドもあらかじめ15時間以上測定しておく。 (B <sub>1</sub> ・B <sub>2</sub> )
28) 標準プルトニウム線源と同じチャンネル範囲の計数 (S <sub>1</sub> ・S <sub>2</sub> ) を読みとり計算する。データの読み出しは組込のプリンタで行う。	
29) 次式に従ってプルトニウムを定量する。	29) 波高分析器の取扱い説明書に従う。

## 6. 計 算

$${}^{239,240}\text{Pu} \text{ (pCi/試料) } A = \frac{\frac{S_1}{t} - \frac{B_1}{t_b}}{\frac{S_2}{t} - \frac{B_2}{t_b}} \cdot K \cdot \frac{1}{2.22} \cdot \frac{1}{W}$$

$$\sigma A = A \cdot \sqrt{\frac{S_1 t_b^2 + B_1 t^2}{(S_1 t_b - B_1 t)^2} + \frac{S_2 t_b^2 + B_2 t^2}{(S_2 t_b - B_2 t)^2} + \left(\frac{\sigma K}{K}\right)^2}$$

$$Y = \frac{\frac{S_2}{t} - \frac{B_2}{t_b}}{\frac{f}{100} \cdot K} \cdot 100$$

A : Pu-239, 240 放射能濃度 (pCi/試料)

 $\sigma A$  : Pu-239, 240 放射能濃度の誤差 (pCi/試料)

K : スパイクしたPu-236 量 (dpm)

 $\sigma K$  : スパイクしたPu-236 量誤差 (dpm)

t : 試料測定時間 (分)

 $t_b$  : B・G 測定時間 (分) $S_1$  : 試料測定におけるPu-239, 240 チャンネル計数値 (counts) $S_2$  : 試料測定におけるPu-236 チャンネル計数値 (counts) $B_1$  : B・G 測定におけるPu-239, 240 チャンネル計数値 (counts) $B_2$  : B・G 測定におけるPu-236 チャンネル計数値 (counts)

Y : 回収率 (%)

f : 計数効率 (%)

W : 試料量

## 7. 解説および文献

- (1) 井上義和, 阪上正信; Journal of Radiation Research. 11-2, 98~106(1970)
- (2) Norton Y. Chu; Anal. Chem., 43(3), 449(1971)
- (3) 長沢, 坪; 原燃公社東海事業所資料, No 9 極微量プルトニウムの分析法の研究  
(昭和 42 年 6 月 5 日)
- (4) 阪上正信, 今井利夫, 第 15 回日本放射線影響学会 (1972, 1A-21)

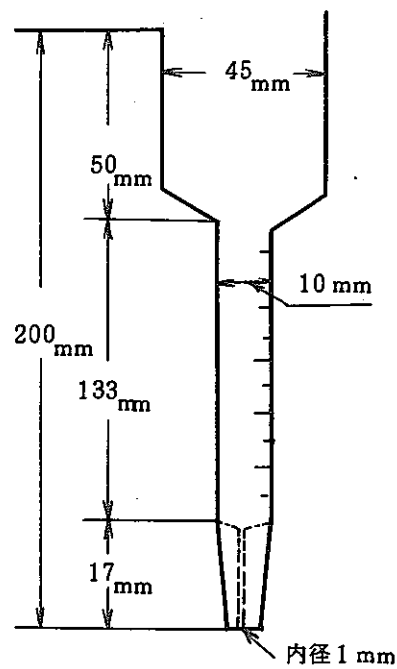


図1 イオン交換カラム

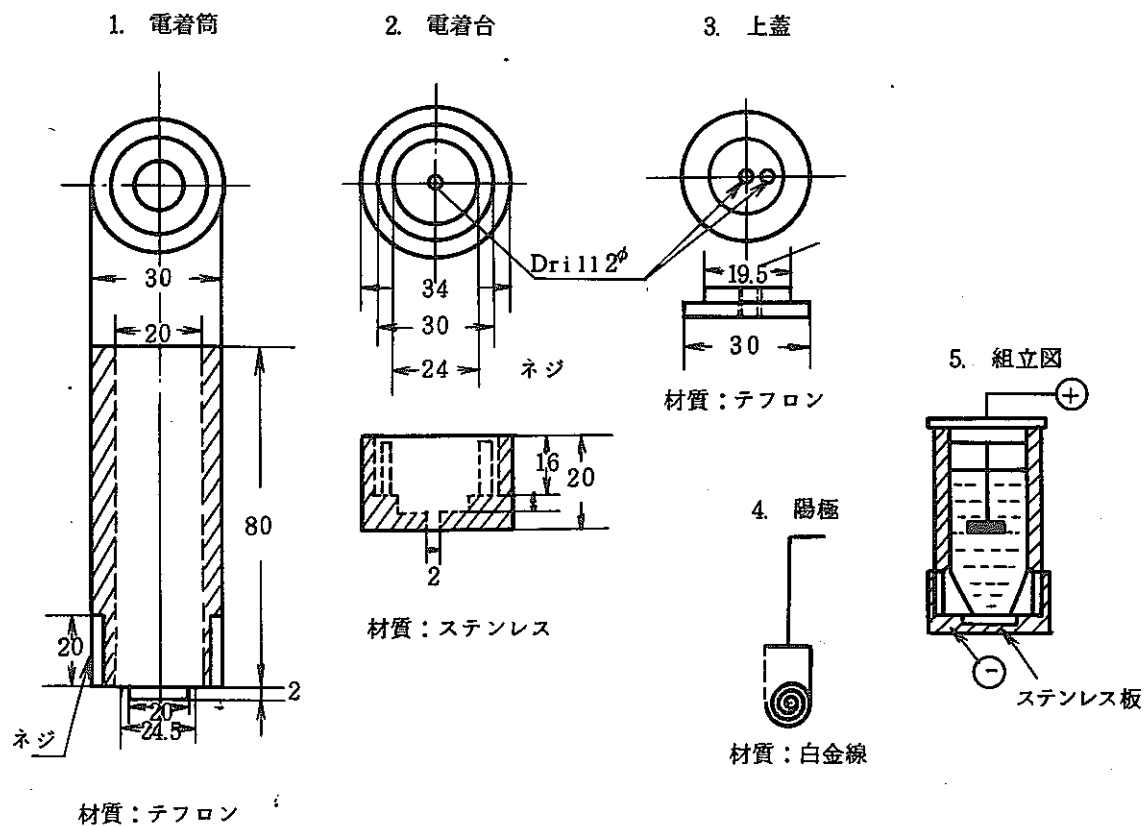
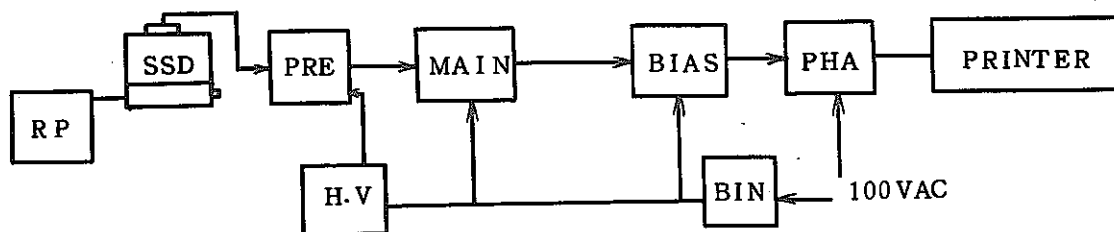


図2 電着セル

図3  $\alpha$ 線スペクトロメータ

PHA : 多重波高分析器

RP : 真空ポンプ

PRE : PRE AMP

MAIN : MAIN AMP

SSD : 検出器および真空容器 : 有感面積  $450\text{mm}^2$ ,

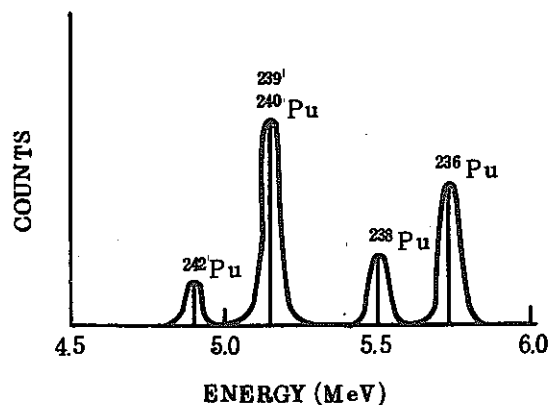
FWHM 25keV 程度の検出器を使用

HV : 検出器用高圧電源

BIN : 低圧電源付筐体

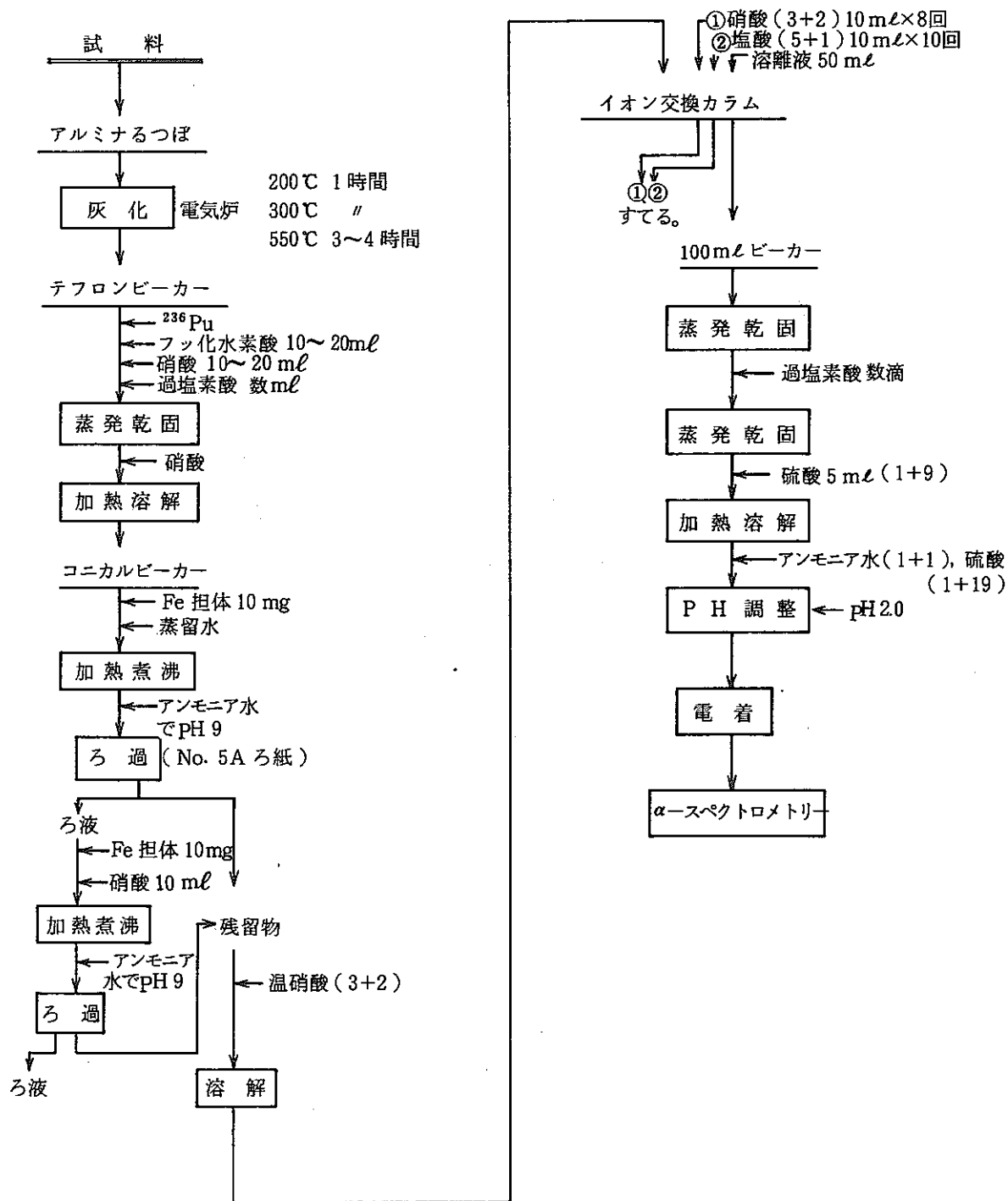
〔プルトニウムの同位体〕

プルトニウムには 16 の同位体があり、  
このうち  $^{236}\text{Pu}$ ,  $^{238}\text{Pu}$ ,  $^{239}\text{Pu}$ ,  $^{240}\text{Pu}$ ,  $^{242}\text{Pu}$   
が主要な  $\alpha$  放射体である。これらの測定  
スペクトルは大略右図のようになる。





## 8. 工程図



# 安 全

〔参考資料〕

## 分析作業の一般安全

## 目 次

1. 化学薬品とその取扱い .....	1
1) 化学薬品を取扱う前に .....	1
2) 清潔, 整頓, 分類 .....	1
3) 準備, 器材, 身仕度 .....	1
4) 指導者の注意を守れ, 無理は事故のもと .....	1
5) 作業は複数で行い危険の性質と程度を知れ .....	2
2. 危険物質 .....	2
1) 危険物質の分類 .....	2
2) 発火性物質 .....	3
3) 引火性物質 .....	3
4) 可燃性物質 .....	4
5) 爆発性物質 .....	4
6) 酸化性物質 .....	4
7) 禁水性物質 .....	5
8) 強酸性物質 .....	5
9) 腐食性物質 .....	6
10) 有毒性物質 .....	6
11) 有害性物質 .....	6
12) 放射性物質 .....	7
3. 有害物質の作用 .....	7
1) 有害物質による人体への影響 .....	8
2) 無機物のガス, 蒸気による中毒 .....	9
3) 有機溶剤中毒 .....	10
4) 皮膚障害 .....	13
5) その他の障害 .....	13
4. 高圧ガス .....	14
1) 高圧ガス容器に充てんされた高圧ガス .....	14
2) 高圧ガス容器の取扱い .....	14
3) 各 論 .....	17

第 1 表	薬品の危険性区分 .....	2
第 2 表	空気中の有害物の性状 .....	7
第 3 表	有機溶剤とその毒性 .....	11
第 4 表	有害ガス，蒸気の気中濃度と症状等との関係表 .....	13
第 5 表	ボンベの塗色 .....	15
第 6 表	有機溶剤の発火，爆発，危険性 .....	20
第 7 表	可燃性，引火性物質の危険性 .....	21
第 8 表	爆発性物質と混合危険 .....	23
第 9 表	事故例からみた代表的な混合発火の組合せ .....	29
第 10 表	混触危険性物質 .....	31
第 11 表	高圧ガスの諸性質 .....	43

## 1. 化学薬品とその取扱い

### 1) 化学薬品を取扱う前に

化学薬品を取扱う仕事にはいくつかの異なる性質の仕事がある。1つは分析などのように通常の業務が「化学実験」に近いもので、これはめったに大量の1種類だけの化学薬品は使わないが、きわめて多種類の薬品を使うことが多い。これらの使用方法の差により、注意すべき点も異なってくるが、一般的に見て、薬品を取扱う共通の態度、方法などを記する。

### 2) 清潔、整頓、分類

先に述べた分析業務のような化学実験に近い仕事の場合はもちろんのこと、その仕事の行われる場所、特に実験台上、ドラフト内、を清潔かつ清頓された状態に保つことが重要である。使用する機械、器具、薬品、扱う物質の製品などをきちんと分類し整理しておくことである。「整理・整頓」という言い古されたこのことこそよい実験結果（あるいは成果）と思考を生むことになり、いざというときに危険を最小に留める最大の防衛となるのである。清潔な整頓された実験台上であれば、種々の工程から生まれた大切なサンプルを万一こぼしても楽に回収できるのである。一般に、可燃性の有機溶媒類や爆発性発火性物質などは必要な量以外は実験台（仕事場）においてはならない。

### 3) 準備、器材、身仕度

これから行おうとする仕事の意味（目的および方法）をよく理解し、必要な資材をすべて注意深く点検しながら整えておくことがすべての化学薬品を扱う仕事で必要である。さらに、その仕事に適した身仕度（管理区域、ピット内、高所、足場などに対して最適のように）をしてかからねばならない。使う化学薬品については特に注意せよ。化学薬品の容器にはってあるレッテルを無条件に信用して確かめもせずいきなり使うことは危険である。勘違いしたり、ぼんやりして、違う薬品をうっかり使ったら、ときには大事故となる。使用量を間違えないようにする。これはすべて化学薬品を扱う仕事の成功と安全のための常識である。万一の場合に備えて、保護眼鏡や保護手袋をつけたりすることも場合により必要なことである。

### 4) 指導者の注意を守れ、無理は事故のもと

新入職員はもちろんのことその仕事になれない人は、たとえ昔からの職員でも初心者である。初心者は指導者の示す注意を絶対を守る必要がある。そこには、それとわからぬ場合にも危険に対する配慮がなされていることが多い。自分勝手な判断で余計なことやいたずらをすると思われ失敗をすることがある。指導者はまた安全を守る保護者でもある。また実験者（実施者）は、自分の実験（行動）に対する責任があることをはっきり自覚しなければならない。

化学薬品を扱う仕事では、十分慣れないうちは思考力、注意力、体力を思わぬほど消耗する。疲れていたり、心が動揺していたりすると、平常な場合なら難なくできることを、ついぼんやりと失敗し事故となるケースが多い。さわやかな状態で仕事にのぞみたい。それには自らの健康を自分で管理することである。そして、あせらず、遅れず、確実に行うことが、化学薬品を

扱う仕事に要求される重要な点である。

#### 5) 作業は複数で行い危険の性質と程度を知れ

すくなくとも初歩のうちは1人ぼっちで化学実験や薬品を扱う仕事は危険である。ことに夜間、居残って1人でやるのは最も危険である。とかく、事故のおこったときは、おこした本人はたいていぼかんとしっていて、周囲の人たちが応急処置をする場合が多い。小さい事故でもあわててより大きい事故をまねくこともある。

化学薬品による中毒や、けがや火に包まれてしまったら、そのまま1人で天国行きになってしまう。

また、その実験や仕事に伴う危険性や使う薬品の危険度などもあらかじめ知っておこう。これは、化学の常識なのである。そして、自分の現在の環境で事故をおこさないために、万一おこってしまったらどの程度のことができるかを心得ておき、工夫しておくことが大事である。

事故がおこってもあわてないこと、他人の協力を頼むこと、自分も協力することが最も大切である。

## 2. 危険物質

### 1) 危険物質の分類

化学薬品のなかには、容易に発火または引火をして爆発事故や火災の原因となったり、皮ふにつけば腐食し、吸入すれば中毒をおこすような種々の危険な性質を持っている物質が多くある。これらの事故の原因となるような危険性を有する物質を総称して危険物質という。

危険物質は、それらの持っている危険性の種類と程度に応じて、これを次のような区分に分類することができる。

これまで危険物質の分類区分は二、三の法規で行われている。たとえば消防法における危険物第一類から第六類までの類別、高圧ガス取締法における可燃性ガスおよび有毒ガス、毒物および劇物取締法における医薬用外劇物、医薬用外毒物および特定毒物などの区分である。

最近において日本化学会の防災化学委員会によって防災指針「危険薬品の防災ラベル」が編集されたが、この防災指針に定められた薬品の危険性区分は、つぎの11種類である。

第1表 薬品の危険性区分

№	危険性区分	危険の種類および程度
1	発火性	水との接触によって発火するもの、または空気中における発火点40℃未満のもの
2	引火性	可燃性ガス、または引火点30℃未満のもの
3	可燃性	引火点30℃以上、100℃未満のもの、ただし引火点100℃以上でも発火点の比較的低いもの
4	爆発性	重量5Kgの落槌を用い、落高1m未満にて分解爆発するもの、または加熱により分解爆発するもの

No.	危険性区分	危険の種類および程度
5	酸化性	加熱 圧縮または強酸、アルカリなどの添加によって強い酸化性を表わすもの
6	禁水性	吸湿または水との接触によって発熱または発火するもの、または有毒ガスを発生するもの
7	強酸性	無機または有機の強酸類
8	腐食性	人体に接触したとき皮ふ、粘膜を強く刺激し、または損傷するもの
9	有毒性	許容濃度(吸入) 50 ppm 未満または 50 mg/m <sup>3</sup> 未満のもの、または経口致死量 30mg 未満のもの
10	有害性	許容濃度(吸入) 50 ppm 以上 200 ppm 未満または、50 mg/m <sup>3</sup> 以上 200 mg/m <sup>3</sup> 未満のもの、または経口致死量 30 mg 以上 300 mg 未満のもの
11	放射性	原子核変変によって電離放射線を放出する核種をふくむもの、ただしその比放射能が天然カリウムの比放射能以下のものを除く

## 2) 発火性物質

一般に可燃性の物質は、空気中でその物質の発火点以上の温度に一定時間加熱をすれば発火するものであるがもしこの発火点が常温に近いものであると、その物質を容器から空気中に取り出した瞬間に発火する危険を持っている。黄リンがその例であって、黄リンの発火点は約 30℃であるから、室温で発火する。したがって黄リンは常に水中に浸して貯え、直接空気と接触させないことが必要である。

水に非常に反応しやすい物質の中には、水に接触したときに反応熱を出し可燃性ガスを発生するものがある。たとえば金属ナトリウムは、水と反応して水素を生じると同時に著しく発熱するので、水と接触した瞬間に発火して、ナトリウム自身が燃焼を始める(7)、禁水性物質参照)。

金属ナトリウムは空気または水との接触を避けるために、石油中に浸して貯える。

ナトリウムのほかに水と接触して発火するものには、カリウム、リチウム、ナトリウムアマルガム、ナトリウムアミド、ホウ水素化ナトリウム、ホウ水素化リチウムなどがある。

発火性物質は、一般に空気に直接触れさせないように密封し、ほかの危険薬品と隔離して貯蔵しなければならない。取扱いには器具を用いて直接皮ふに触れないようにすることが必要である。

## 3) 引火性物質

メタン、アセチレン、プロパン、硫化水素、水素、水性ガス、石炭ガスなどの可燃性ガスは、もちろん火炎などの着火源に接触すれば、容易に引火してガス火災またはガス爆発がおきるので、これらの可燃性ガスはすべてこの分類にはいるものである。

実験室内では燃料としてプロパンなどを用いる、これらの可燃性ガスは実験的に発生させる場合もあり、また高圧ガス容器(俗にボンベ)から取る場合もある。いずれの場合にも着火源の

管理を厳重にするとともに、爆発性混合ガスを生成させないように十分の注意が必要である。

引火性液体の中には、二硫化炭素、ベンゼン、トルエン、キシレン、エチルアミン、ピリジン、酢酸エチル、酢酸アミル、アセトン、メタノール、エタノール、イソプロピルアルコール、ブタノール、n-ヘキサン、石油エーテル、ガソリンなど、その他多数の炭化水素類、アルコール類、エーテル類、アルデヒド類、ケトン類、エステル類、アミン類、ニトロ化合物などの有機化合物が含まれている。

#### 4) 可燃性物質

一般に可燃性物質といえば、すべての燃焼する性質を持つ物質をいうので、上述の発火性および引火性物質はもちろん、木材、紙、布、石炭、塗料、パラフィン、重油などまでがこれにはいる。しかし、ここでは主として実験室で用いる化学薬品の中で、比較的燃焼の危険性の大きいものという意味で、発火性および引火性物質を除き、引火点 30℃ 以上、100℃ 未満の可燃性物質に限定して考える。

この中には、引火性液体の項で述べたと同様の分子構造を持つ非常に多数の有機化合物が含まれ、それらのほとんど大部分が液体である。これらの可燃性液体は、常温では引火しにくいですが、少し温度が上ってそれらの引火点以上になると、それは引火性液体と同様の引火危険性を持つもので、その取扱いは細心の注意が必要である。ことに可燃性液体を用いる蒸留、反応、溶解などのさいに、加熱する必要がある場合は、その危険性は前述の引火性液体とすこしも変わりはない。

可燃性液体は常温では引火しないとはいうが、これが多孔質の材料、たとえば、紙、布、ロープなどにしみこめば、常温でも容易に着火して燃え始める。多量の廃液を排水溝に流し出すことは危険が伴うので禁止しなければならない。

多量の引火性液体および可燃性液体の貯蔵は、消防法による危険物第四類に準じた取扱いをしなければならない。

#### 5) 爆発性物質

実験室で取扱う爆発性物質の中には硝酸マンニット、トリニトロトルエン、ニトロエタン、ニトロメタン、ピクリン酸、ピクリン酸アンモニウム、ヘキサニトロジフェニルアミン、ヘキサニトロジフェニルアミンカルシウム、硝酸グアニジン、硝酸尿素、硝酸アンモニウム、過塩素酸アンモニウム、などがある。これらの物質は、強い衝撃を与えたり、加熱したりすることによって爆発するおそれがあるので、できるだけ少量を取扱い、また必要以上に実験室内に貯蔵しないことが必要である。これらの爆発性物質は、消防法の危険物第五類に属するものである。

#### 6) 酸化性物質

酸化性物質には気体、液体または固体のものがある。気体の酸化性物質は、酸素、塩素、亜酸化窒素などのいわゆる支燃性ガスがこれに当る。圧縮酸素のほかに液化酸素、液化塩素など



は非常に強い酸化性を持っている。

たとえば、圧縮酸素の容器の減圧弁などに潤滑油を施すと、酸素のために発火をして鉄製の部分が燃焼し、高圧の酸素ガスを噴出することがある。酸素の高圧ガス容器付属の圧力計、弁配管などに注油することは絶対に避けなければならない。

液化酸素は木材のようなほかの可燃性の多孔質材料にしみこんでいると、衝撃などで大爆発をおこすことがあり、また液化塩素は有機物に触れると発火ないし爆発をおこす。そのほか、臭素、過酸化水素なども液状で酸化性を有するものである。

固体の酸化性物質には強酸化性酸の塩類がこれに属する。たとえば塩素酸カリウム、過塩素酸アンモニウム、過酸化バリウム、過マンガン酸カリウム、ヨウ素酸ナトリウム、過ヨウ素酸ナトリウム、クロム酸アンモニウム、重クロム酸アンモニウム、硝酸銀、亜塩素酸ナトリウム、亜硝酸カリウム、などの塩類が多数にある。

これらの塩類のほかに、遊離の強酸化性酸がある。たとえば、過塩素酸、酸化クロム(VI)、硝酸、発煙硝酸、発煙硫酸などである。

もちろん上述の塩類も、硫酸などの強酸と混合すれば、遊離の強酸化性酸を生ずるが、これらの遊離酸はきわめて不安定であるから、それらの接触は危険が伴う。したがって遊離の強酸化性酸と塩類とは区別して考える必要がある(3・8参照)。過マンガン酸カリウムと濃硫酸との混合物は、これに接触した紙片を燃え上らせるに十分な酸化力を持っているがこれの実験中に紙の炭化によって生成した炭素が混入して、ふたたび紙片を接触させたときに爆発をおこし、ガラス容器が破損して、作業者に失明をおこさせた実例がある。

酸化性物質は一般に還元性物質との混合によって危険を生じるので、このような危険を混合危険と呼ぶことがある。消防法の危険物第一類の物質がこの分類に当る。

#### 7) 禁水性物質

空気中の湿気を吸収したり、水と接触したときに、発熱、または発火するものをこの分類に入れる。したがって発火性物質のあるものは、同時に禁水性物質でもある。

たとえばナトリウム、カリウム、リチウムなどは発火性および禁水性物質の両方の分類にはいる。そのほかに禁水性と考えられるものには、塩化イオウ、無水塩化スズ、塩化リン、過酸化ナトリウム、クロルスルホン酸、五酸化リン、水素化リチウム、炭化カルシウム、発煙硫酸、マグネシウム粉末などがある。

湿気を吸収したり、水と接触するときに有害ガスを発生するものもこの分類の中にはいる。たとえばリン化カルシウム、リン化アルミニウム、リン化亜鉛などである。

これらの物質は水と混合したときに混合危険を表わすもので、金属性またはガラス製容器の中に密せんして貯えなければならない。消防法の危険物第三類がこれに当る。

#### 8) 強酸性物質

硝酸、硫酸、塩酸、過塩素酸、フッ化水素酸、オルトリン酸などの無機酸のほかにクロル酢

酸、ジクロロ酢酸、トリクロロ酢酸などの有機酸がある。

これらは酸性があるために金属材料を腐食し、また金属と作用して可燃性の水素ガスを発生することがある。人体に触れると、皮ふや粘膜を腐食する作用がはなはだしい。水に触れると多くの場合発熱し、また前述のように、酸化性の塩類と触れると強酸化性の酸を遊離して爆発の危険を生じる。

消防法では危険物第六類に分類されている。

#### 9) 腐食性物質

水酸化ナトリウム、アンモニア水などで代表されるように、眼にはいと激痛を伴い、処置がわるいと失明することもあるので、これらの物質を取扱うときは、必ず保護めがねをかけることが非常に大切である。実験中にこのために失明した例は非常に多い。もし眼にはいったときは、すぐに多量の流水中で15分間洗い、医師の治療を受けることが必要である。また皮ふにも直接触れないようにする。多量に取扱うときにはゴム手袋をはめ、衣服についたときにはすぐに着がえる。

これに属する物質は多数にある。無機化合物では大部分の酸、アルカリ、重金属の塩類、ハロゲンなど、有機化合物では大部分のアミン、アルデヒド、アルコール、有機酸エステル類、その他の物質がこれにはいる。

#### 10) 有毒性物質

ここでいう有毒性物質とは第2表に示したように、ガス、蒸気または粉じんの状態で呼吸器官を通じて吸入した場合の労働衛生上の許容濃度が小さいもの、または消化器官を通じて飲み込んだ場合の経口致死量が小さいものを指している。

これらの有毒性物質は、非常に毒性が強いので、少量を摂取しても急性の中毒をおこすことが多い。その毒性には種々あって身体の接触した場所に作用するものと全身中毒をおこすものがある。また発がん性を持っているものも含まれている。

有毒性物質は取扱いに最も注意しなければならないもので、ガスまたは蒸気を吸入しないようにするとともに、実験室内で比較的多量を取扱うときはドラフトなどの局所換気装置を用いて換気をはかることが必要である。皮ふから吸収せられて中毒することもあるので、皮ふに直接触れないようにする。手はよく洗って薬品が口中にはいらないようにしなければならない。

塩素、臭素、フッ化水素、シアン化水酸、酸化窒素、四塩化炭素、硫化水素、二硫化炭素、臭化メチル、ベンゼン、酸化ウラン、亜ヒ酸鉛、酸化ベリリウム、シアン化ナトリウム、シアン化カリウム、重クロム酸カリウム、硝酸水銀、水銀、ヒ酸カルシウム、リン、アニリン、ニトロベンゼン、パラチオンなど、その他多くの物質がこれにはいる。毒物および劇物取締法では、医薬用外毒物が大体これに当るものである。

#### 11) 有害性物質

前述の有毒性物質もひろい意味ではすべて有害性物質の中に含まれるわけであるが、ここで

は許容濃度ならびに経口致死量が第2表のように有毒性物質にくらべて比較的大きいものに限  
定して、これを有害性物質と呼ぶ。

有害性物質の取扱いにおいても、前述の諸注意と同時に、吸入や皮膚接触をできるだけ避け  
るようにし、また口中に入れてはならない。溶剤で手を洗うことも避けねばならない。

ここに属するものにはつぎのものがある。アジ化バリウム、亜硝酸ナトリウム、塩化アンチ  
モン、塩化カドミウム、塩化鉛、塩化マンガン、クロム酸鉛、酸化タリウム、臭化亜鉛、硝酸  
トリウム、硝酸ベリリウム、硫酸バナジウム、酢酸鉛、シュウ酸アンモニウム、ピクリン酸、  
エチルエーテル、エチルメチルケトン、塩化メチル、クロル酢酸、ジクロルベンゼン、テレピ  
ン油などがこれにはいる。

これらの有毒性物質は、一時に多量に体内に摂取せられない限り急性中毒をおこすことはな  
いが、長期間にわたって摂取せられている間に慢性的の中毒症状をおこすおそれがあるもので  
ある。毒物および劇物取締法では医薬用外劇物に準ずるものである。

## 12) 放射性物質

実験室で取扱う放射性物質には、ウランまたはプルトニウムの塩類が多いが、これらの物質  
は放射線危険性からも中毒性の重金属塩類としても有毒性が大きいので、定められた基準に従  
って、その取扱いには当然細心の注意が必要である。

人工放射性元素または化合物を取扱う場合にも、直接吸入や接触を避けることはもちろんの  
こと、放出される放射線のしゃへいにも気をつけなければならない。放射性物質による空気ま  
たは排水の汚染については法律上の基準があるので、廃棄物を排水溝にみだりに流さないよう  
注意する。

放射線による障害防止については、放射性同位元素等による放射線障害の防止に関する法律  
があるので参照せられたい。

## 3. 有害物質の作用

有毒性物質、有害性物質を含めた有害性物質が人体にどのような影響を及ぼすかを知ることが  
安全取扱い上、また万一の事故のさい有利である。これらの物質は、空气中に揮散したものを吸  
い込んだり、あるいは、皮膚に付着させた場合に問題となる。第2表にこれらの空气中における  
性状を示す。

第2表 空气中的有害物の性状

分 類	性 状	状態	粒子の直径( $\mu$ )	例
ガ ス 蒸 気	25℃, 1気圧で気体(臨界温度 以上)のもの 25℃ 1気圧で液体または固体 (臨界温度以下の物質)が気体 を呈しているもの。	気体	分 子 状 (0001~001)	アンモニア, 塩素, オゾン, 二 酸化炭素, 二酸化イオウ, アセ トン, エチルアルコール, 二硫 化炭素, 酢酸エチル

分 類	性 状	状態	粒子の直径 ( $\mu$ )	例
エアロゾル	ミスト	液体	5 ~ 100	硫酸 (0.8 ~ 5.5 $\mu$ ), クロム酸, カセイソーダ, シアン化物, 塩酸, 霧 (50 $\mu$ )
	ダスト ヒューム	固体	1 ~ 150 0.1 ~ 1	タルク (10 $\mu$ ), セメントミル (キルン排気) (10 $\mu$ ), 雲母, 石綿, 酸化亜鉛 (0.05 $\mu$ ), 塩化アンモン (0.1 $\mu$ )
	煙	混	0.01 ~ 1	タバコ煙 (0.25 $\mu$ )

## 1) 有害物質による人体への影響

有害化学物質をその主な作用の型によって分類すれば次のようになる。

## ① 単純窒息性物質

例 窒素, 炭酸ガス, メタン, エタン, プロパン, ブタンなど。

## ② 化学的窒息性物質

例 一酸化炭素, シアン化合物, 硫化水素など。

## ③ 上気道刺激性物質

例 アンモニア, 亜硫酸ガス, ホルムアルデヒド, 酢酸メチル, セレン化合物, スチレンなど。

## ④ 肺組織刺激性物質

例 塩素, ホスゲン, 酸化窒素, 無水硫酸, オゾン, 臭素, ふっ素, 硫酸ジメチルなど。

## ⑤ ぜんそくを起こす化学物質

例 ジクロルエチルエーテル, トリレンジイソシアネートなど。

## ⑥ 中枢神経系毒物

例 アルコール類, 石油系炭化水素類, トルエン, キシレン, ハロゲン化炭化水素類, (塩化メチル, 塩化メチレン, クロロホルム, 四塩化炭素, 臭化メチル, フレオン,

クロロブロムメタン、塩化エチル、二塩化エチレン、四塩化エタン、六塩化エタン、塩化ビニル、エチレンクロルヒドリン、三塩化エチレン、過塩化エチレン、塩化ナフタリン、DDT など) 二硫化炭素、硫化水素など。

⑦ 発熱性物質

例. 亜鉛、マンガンのヒューム

⑧ アレルギー性物質

例. イソシアネート類

⑨ 発がん性物質

例. ベンジジン、ベーターナフチルアミン、4-アミノジフェニルなど。

⑩ じん臓および肝臓の毒物

例. ハロゲン化炭化水素(クロロホルム、四塩化炭素、四塩化エタンなど)、トリニトロトルエン(TNT)、二酸化ジエチレン、塩化ナフタリンなど。

⑪ 血液の毒物

例. 砒化水素、ベンゼン、テトラヒドロフランなど。

⑫ 全身の変化を起こす毒物

例. 鉛、水銀、ふっ素、セレン、バナジウムなど。

⑬ 突然変異誘発性物質

例. ベンゼン、砒素など。

これらの分類は、いずれも明確に分けられているものではなく、たとえば、肺組織を刺激する酸化窒素は、同時に上気道をも刺激したり、また、短時間大量ばく露の場合と、長時間ばく露の場合とで異なる有害作用を示すこともある。

空気中におけるガス、蒸気の濃度は、通常 ppm (100 万分の 1 の容量) または空気中 1 立方メートル中のミリグラム数で表される。

2) 無機物のガス・蒸気による中毒

(1) ふっ素中毒、ふっ化水素酸中毒

ふっ素は刺激性のある淡黄色の重い気体である。ふっ化水素酸は、ふっ化水素(刺激性のある無色の気体)が水に溶けたもので、さかんにふっ化水素のガスを出している。

気体や蒸気の吸入、また直接接触による粘膜や皮膚のかいよう、爪や歯の障害、胃腸症状や神経症状の訴えがある。

(2) 塩素中毒

黄緑色で刺激性の重い気体で、皮膚や粘膜に直接作用して刺激を与え、吸入されると肺を腐食して肺水腫を起こして死亡することがある。そのほか、顔面そう白、頭痛、けん怠、胃腸障害などを訴える。

(3) 亜硫酸ガス中毒

無色で特異臭のある刺激性の強い気体で、硫黄の燃焼生成物で、硫黄を含む重油の燃焼ガスに含まれる。

ガスまたは水溶液の蒸気の吸入あるいは直接接触により、組織を腐食したり血液系統を侵す。顔面そう白、胃腸障害、気管支炎、肺気腫、血液の変化などを訴える。

(4) 硫化水素中毒

無色で腐卵臭のある重い気体である。脂肪抽出など有機物の処理のときに発生する。

蒸気の吸入または皮膚からの吸収により、細胞の酸化作用を妨げ、内窒息を起こす。頭痛、けん怠、貧血、知覚異常などがある。

(5) 硝気中毒

過酸化窒素を主成分にし、それに亜酸化窒素（笑気）、酸化窒素などが加わってできた赤褐色の重い気体で、水によく溶ける。硝酸が有機物または金属と接触するときや、多くはガス吸入により災害的に肺水腫を起こすが、慢性的には、気道や粘膜の刺激症状、新陳代謝障害、心臓衰弱、肺出血、神経症状を起こす。

(6) 塩酸、硫酸、硝酸などによる腐食

これらのものを取り扱う作業で発生する。直接接触により局所の腐食、蒸気吸入により気道や肺の炎症を起こす。また、前歯、犬歯などが腐食されて起こる<sup>しえつ</sup>歯牙酸食症もある。

(7) 一酸化炭素中毒

一酸化炭素は無色、無味、無臭、無刺激性の軽い気体で、物が燃焼しているときには、必ず発生するとみてよい。ガソリンエンジンの排気や一部の都市ガスにも含まれている。

この作用は、一酸化炭素ヘモグロビンの形成が特異的である。急性中毒によって失神することが多い。慢性中毒の存在は最近しだいに認められてきたが、その症状は種々雑多で軽度の精神神経症状が多い。

(8) 青酸中毒、青酸ソーダ中毒

青酸（シアン化水素）は無色の軽い液体で、蒸気は特異な臭がある。

青酸は、皮膚からも吸収される。吸収されると呼吸中枢を侵し、細胞の内窒息をきたす。慢性中毒の存在は不明であるが、症状としては食欲不振や神経症状を訴えるものが多く、点状角膜炎などがある。青酸ソーダは経口摂取により急性中毒を起こす。

3) 有機溶剤中毒

産業では有機溶剤の利用範囲は広く、種類もはなはだ多く、いくつかの有機溶剤の混合物として使用されることが多い。その一般的な特性は

- ① 常温では液状で揮発しやすい
- ② 脂肪溶性である。

このため吸入される危険性が大きく、皮膚に触れるとその部分の脂肪を溶かして障害を起こし、吸収されると、体内の脂肪に富んだ臓器（中枢神経系や副腎皮膚など）と結びつきやすく

その機能を障害する。

主な有機溶剤とその毒性を第3表に示す。

第3表 有機溶剤とその毒性

有 機 溶 剤 名		毒 性						備 考
		肝	腎	血液	神 経 系		皮 膚 結 膜	
					麻 酔	そ の 他		
芳 香 族 炭 化 水 素	● ベ ン ゼ ン	△	△	◎*	○	○**	○	* 白血球・赤血球・血小板減少 ** 嗜癇を生じることあり
	● ト ル エ ン	△	△	○*	○	○**	○	* 混在するベンゼンによるという ** 嗜癇を生じることあり
	● キ シ レ ン	△	△	○*	△		△	* 混在するベンゼンによるという
塩化炭化水素 芳香族	ク ロ ル ベ ン ゼ ン	△	△	△	○		△	
	オルトジクロルベンゼン	△	△	△	○		◎	
塩化炭化水素 飽和脂肪	ジ ク ロ ル メ タ ン	△			◎		○	塩素数が多いほど毒性が強くなる
	ク ロ ロ ホ ル ム	◎	○		◎		△	
	● ( 皮 ) 四 塩 化 炭 素	◎	○		◎		△	
	1,2-ジク ロ ル エ タ ン	△	△		◎		◎	
	1,1,1-トリクロルエタン	△	△		○		△	
	● 1,1,2-トリクロルエタン (1,1,2)	△	△		○		△	
塩化炭化水素 不飽和脂肪	トリクロルエチレン	△	△		◎	○*	△	* 末梢神経炎，外因性精神病 嗜癇の症例あり
	テトラクロルエチレン	△	△		◎	○*	○	* 外因性精神病の症例あり
ア ル コ ー ル 類	● メチルアルコール	△	△		◎	○*	△	* 視神経障害・失明
	エチルアルコール	△	△		○		△	比較のため列記した脂肪族アルコールの毒性は分子量大なるほど大(メチルアルコールは例外)
	● イソプロピルアルコール	△	△		○		△	
	● 1-ブタノール	△	△		○		△	
	2-ブタノール	△	△		○		△	
	イソブチル //	△	△		○		△	
	イソペンチル //	△	△		◎		△	

有機溶剤名		毒 性						備 考
		肝	腎	血液	神 経 系		皮膚 結膜	
					麻酔	その他		
エ ス テ ル 類	酢 酸 メ チ ル				○	○*	△	* 視神経障害・失明 体内で メチルアルコールを生じる ためという 酢酸エステルの局所刺激作用麻 酔作用は分子量大なるほど大
	// エ チ ル				○		△	
	// プ ロ ビ ル	△			○		△	
	// イ ソ プ ロ ビ ル	△			○		△	
	// ブ チ ル	△			○		△	
	// イ ソ ブ チ ル	△			○		△	
	// ベ ン チ ル	△			○		△	
	// イ ソ ベ ン チ ル	△			○		△	
エー テル 類	エ チ ル エ ー テ ル	△	△		◎	○*	△	* 嗜癖を生じることあり
	● ジ オ キ サ ン	○	○		△		○	
	テトラヒドロフラン	△	△		○		◎	
ケ ト ン 類	ア セ ト ン				○		△	
	メチルエチルケトン				○		○	
	メチルブチルケトン				◎		◎	
	● メチル・イソブチルケトン	△			◎		◎	
グ リ コ ー ル 誘 導 体	● エチレングリコール モノメチルエーテル	△	○	△*	○	○**	△	* 白血球核形左方推移 ** エンセファロパチーの症状あり  * 白血球核形左方推移 * 貧血
	● エチレングリコール モノエチルエーテル		○		○		△	
	● エチレングリコール モノブチルエーテル		○	△*	○		△	
	● エチレングリコールモノエ チルエーテルアセテート		△	△*	○		△	
脂 環 式 炭 化 水 素	シ ク ロ ヘ キ サ ン			○*	○		○	* 混在するベンゼンによる という
	シ ク ロ ヘ キ サ ノ ン	△	△		△		○	
	● メチルシクロヘキサノン	△	△		△		○	
	シ ク ロ ヘ キ サ ノ ール	△	△		○		△	
	メチルシクロヘキサノール	△	△		○		△	
そ の 他	● ク レ ゾ ー ル	○	○		△	*	◎*	* フェノール様皮膚障害 * 精神分裂症様症状・多発性 神経炎 * 多発性神経炎  * 中枢神経性の運動障害
	● (皮)二硫化炭素	○	○		◎	◎	△	
	ノ ル マ ル ヘ キ サ ン				△	○*	△	
	● (皮)ジメチルフォルムアミド	◎	△				◎	
	ピ リ ジ ン	○	○		○	○*	△	
	● フ ル フ ラ ー ル	△	△		△		○	

(注) 1. ◎&gt;○&gt;△の順で毒性の強いことを示す。

2. 有機溶剤名の左に●印を付した有機溶剤はACGIH許容濃度(1975)の表で、また(皮)を付した有機溶剤は日本産業衛生学会「許容濃度等の勧告(1975)」の表で「経皮的に侵入し、全身的影響を起しうる物質」とされているもの



## 4) 皮膚障害

作業場で取り扱われる種々の有害な固形物、粉末、液体などが皮膚に接触することによって皮膚障害を起こすことがある。

その原因となる有害物の種類はきわめて多種類にのぼり、そのうちで圧倒的多数にのぼるものは酸およびアルカリ類である。

酸は蛋白質を凝固する性質があって、皮膚組織の壊死を起こし、火傷と同じような変化をみる。うすい酸による反復刺激、たとえば金属の酸洗い作業などでは湿しんのような症状を起こす。

アルカリは皮膚組織を融解し、病変部は深部に達しやすい。症状は酸と同じような腐食を起こす。うすいアルカリ液は皮膚の角化、亀裂を起こす。

クロム塩、ニッケル塩などの金属の塩類とか、砒素、いおう切削油、セメントなども皮膚障害を起こす。

種々の有機化合物、たとえばジニトロベンゼン、ニトロフェノール、フェニレンジアミンなども特有な湿しん様皮膚炎、癢疹などを起こすのでよく知られている。最近ではエポキシ樹脂系の接着剤等による皮膚障害が注目されている。

これらの予防は、障害の原因となる有害物を皮膚に付着させないように、分析工程や分析方式を改良すべきことはいうまでもないが作業後は手洗、洗面などによる洗浄を励行すべきである。さらに人体側の防御として、保護衣、保護手袋、保護クリームなどを使用することも望ましい。保護クリームは作業後はただちに洗いおとすことが肝要である。

## 5) その他の障害

地下ピットの清掃やタンク内の除染など、新鮮な空気の入りにくい所での作業には酸欠に注意しなければならない。

新鮮な空気中には酸素は約 21 % あるが 18 % 以下に減少すると人体に危険である（第 4 表参照）。

第 4 表 有害ガス・蒸気の気中濃度と症状等との関係表 (Patty)

有害ガス・蒸気	気中濃度等 (容量)		症 状 等
酸素欠乏	酸	16 % 以上	通常の状態であればとくに症状はない。
		16 % ~ 12 %	脈はく数・呼吸数の増加、精神集中に努力が必要
		14 % ~ 10 %	細かい作業の鈍化、頭痛
	素	10 % ~ 6 %	判断力の低下、体温の上昇、チアノーゼ
		6 % 以下	けいれん、チアノーゼ、中枢神経障害、意識不明 速やかな昏睡状態、呼吸緩徐、呼吸停止、数分後 心臓停止

#### 4. 高圧ガス

##### 1) 高圧ガスの容器に充てんされた高圧ガス

高圧ガスというのは

ガス状のものであれば  $10 \text{ kg/cm}^2$  以上の圧力のあるガス

液状のものであれば  $2 \text{ kg/cm}^2$  以上の圧力のあるガス

ということになっている。しかし、例外もあってアセチレンガスはガス状でも  $2 \text{ kg/cm}^2$  以上シアン化水素、臭化メチル、酸化エチレンなどは大気圧以上であれば、これを高圧ガスと呼ぶことになっている。

高圧ガスは通称「ボンベ」と呼ばれる鋼製またはほかの金属製の高圧ガス容器に充てんされている場合、

ここでは、「高圧ガス容器に充てんされた高圧ガス」による災害事故を防止するために、その正しい取扱い方について、比較的多く用いられる可能性のある高圧ガスを選んで、これに高圧ガスを取扱う上にどうしても知っていなければならないところの高圧ガス容器の取扱いに関する説明をつけ加えて記述する。

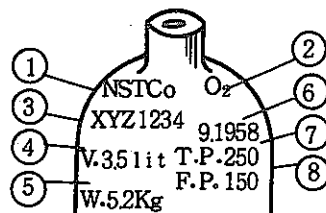
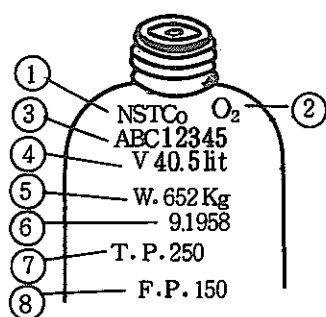
##### 2) 高圧ガス容器の取扱い

高圧ガス容器（これからは単に容器ということにする）は年々数個、多いときは20個も中の高圧ガスの圧力に耐えきれず破裂して多数の死傷者を出しているので、これを取扱うときには慎重の上にも慎重を期していなければならない。つぎに容器を取扱うものが必ず知っていなければならないことを列挙する。これは決して重要さの程度の順に並べたものではなく、どれ一つでも忘れてはならぬものである。

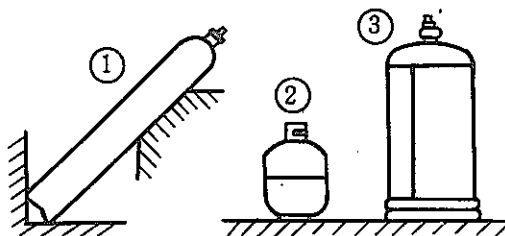
a 容器証明書 容器には1個につき1枚の容器証明書がついており、容器の所有者が保管しなければならないことになっている。これには検査、再検査に合格したときの成績が記入してある。容器について何か疑問の点があればまずこれを確かめること。

b 刻印 容器にはその肩部のみやすいところに刻印が打ってある（第1図参照、ただしごく肉厚の薄い容器で刻印を打つことが危険のものには、ネームプレート式のものもある）。この刻印は①容器の製造所名かその記号、②充てんガス名、③容器の記号と番号、④内容積⑤重量、⑥検査年月および再検査年月、⑦耐圧試験圧力、⑧充てん圧力がなければならぬことになっているから、容器を受取ったら容器および内容ガスが希望どおりのものであるかどうかをこの刻印で必ず確かめること。なお、再検査期間は第2図のとおりであるから前回の再検査が非常に古いときのものであるときは警戒しなければならない。また、内容ガスに従って容器の表面に特別の塗色やガス名を書いて、とっさの間に発生する災害事故を防ぐようにしてあるが、これは第5表を参照されたい。

容器の表示は次に掲げる塗色をその容器の外面の肩部に容器表面積の10分の1以上について行っている。



第1図 容器の刻印



- ① 継目なし，容器は内容積，圧力および古さに関係なく3年
- ② 内容積25ℓ以下，耐圧試験圧力30Kg/cm<sup>2</sup>以下の容積器は6年（多少の例外がある）
- ③ 内容積500ℓ以下の溶接容器は製造後  
15年未満のものは3年  
20年未満のものは2年  
20年以上のものは1年

第2図 高圧ガス容器の再検査期間

表5表 ポンベの塗色

高圧ガスの種類	酸素	水素	炭酸ガス	アンモニア	塩素	アセチレン	その他のガス
染色の区分	黒	赤	緑	白	黄	かっ色	ねづみ色

c ガス量 容器に充てんすることのできるガスの量には一定の制限がある。万一にも間違いはないと思われるが自衛手段としては常に配達された容器について調べてみることである。圧縮ガスならば刻印T.Pの3/5（E.Pに同じ）以下の圧力であることとされているから圧力計で調べる。また液化ガスであれば容器の内容積をガスごとの定数（たとえば塩素は0.80，アンモニアは1.86，プロパンは2.35というような数字）で割って得られた答の数字以下のkg数だけしか充てんしてはならないことになっているから，はかりで計ってみて正味のガスがそのとおりであるかどうか調べるのである。

d 運搬 容器は若干の安全率をみてあるが内部の圧力に耐えるのに精一杯であってそのほかの力が加わればそのために破裂するかも知れない。であるから落したり，倒したり，ぶつけたりする機会のある運搬時に最も注意を要するわけである。運搬時に注意すべきこととしては，

- (1) たとえごく近距離に運ぶ場合でも容器専用の手押車を用いることが望ましい。もしそれが無いときは容器をひきずるようなことはせず，容器をわずかに傾けその底の縁でころがすようにすること。
- (2) 車に積込んだり降したりするとき，または2階へ持上げるときに専用の器具がないときは必ず2人で両方から持つこと。投げ上げたり，ころげ落したり，1人でかつぎ上

けたりしてはならない。クレーンなどで吊り上げる必要があるときにはなるべく専用の器具を用いることが望ましいが、それがない場合でもキャップやバルブにロープをかけるようなことはしないこと。キャップやバルブのところを吊るとそれが折れるから決してしてはならない。

- (3) 車に積込んだ容器は運搬中にころげ落ちたり、たがいにおつかり合うことのないようしっかりと固定しておくこと。
- (4) バルブ保護用のキャップをつけるようにキャップねじの切ってある容器には必ずキャップをつけて運搬しなければならないが、車の外側へキャップ、バルブが出ないようにして積むこと、車のすれ違いなどのときにバルブを折られないように進行方向に向かって左側にバルブがあるように積むこと。(バルブが折れると噴出ガスのため容器がロケット状になり100m近くも飛ぶことがある)。
- (5) 容器の温度は40℃以下に保つことが望ましいから気温によっては直射日光を避ける工夫をしなければならない。容器の設計に当っては日本のような温帯地区は45℃が基準である。しかしもし直射日光に当てると数時間で60℃に達する。

e 貯蔵 容器の貯蔵中に積み方が悪いにくずれたり、倒れたりするなどの衝撃を与えてはならないこと。温度が上らないようにすることなどは容器の運搬時の注意と同様であるが、貯蔵のさいは相当長時間になることが普通で、かつ、人目にあまり触れない場所にあることが多いから、あらかじめ下記のようなことを考えておく必要がある。

- (1) 容器はすべて35℃以下に保つことと、もろくなるのを防ぐため-15℃以下にならないようにすること。
- (2) 雨雪にさらしたり、地下室などの湿気の多いところにおくとさびて容器の耐圧力が減るから避けること。
- (3) 油ぼろのように自然発火しやすいもの、ガソリンのように引火性が強くて火災の危険の多いものとは常に分離させておくこと。
- (4) ほかから重量物が飛んできたり、移動するものが突き当たったり、上から何か落ちそうな所には貯蔵してはならない。
- (5) 電気の通っている電線、またはアース線の近くに容器を貯蔵しないこと。電気抵抗熱で容器に穴が開くことがある。
- (6) 容器の貯蔵室はもれたガスが火気や静電気などによって発火し、爆発や火災になることがあるので、これを防ぐため通風をよくし、また禁煙、火気厳禁とすること。

f 容器使用中の注意 容器使用中は前述の運搬、貯蔵中と同じく衝撃、温度、火気、電気について警戒しなければならぬことは同様であるが、特に容器使用中におかしやすいあやまちを挙げると、

- (1) 容器を作業台や支持物のかわりに使ったり、はなはだしいのはローラーのかわりに使う

というような、本来の目的である高圧ガスの入れ物という用途以外に使わぬこと。

- (2) 細長い容器を使用している間は容器が移動したり倒れたりすることのないように、チェーンなどを用いて、柱、壁、実験台などに固定しておくこと。容器バルブ付近からガスが噴出しても容器がロケット状になって飛びまわることを防ぐためには容器をたてて固定しておく方がよい。
- (3) ほかの作業に使用されている重量物が容器に当たることのない場所を選んで容器を固定すること。
- (4) 高圧ガスの放出を早くする必要があるがどうしてもおこり、容器を加温する必要が発生しても決して直接火炎で容器をあぶるようなことをしてはならない。必ず 40℃ 以下温湯か熱湿布を用いること。

g その他 以上容器の取扱いに当って注意すべき事項を列挙したが、このほかめったに例のないことであるが、決してやろうと思ってはならぬことがある。それは「容器から容器へガスを移しかえてみよう」ということである。これは爆鳴気を作ったり、その他いろいろな危険が考えられるのでやってはならない。また容器が空になったと思ってバルブを取り外したり、容器に穴をあけたり、一部切ってみたりということも悲惨な災害事故の原因になっているから決してやってはならない。この他疑問の点があったり、また何か危険と思われることがあればすぐ高圧ガスを供給した販売業者に照会または申出て相談することがよい。

### 3) 各 論

#### a 酸 素（液化酸素を除く）

- (1) 酸素と油脂類は接触させておくだけで酸化、発熱し、ついには燃焼、爆発にいたるので容器、バルブ、調整器、その他いずれの部分にも油を付着させたり、ほかから油が飛んでくるようなところにおいたりしてはならない。圧力計のブルドン管の中や、高圧つぎ手のねじ部分などに無意識のうちに油を入れることがあるし、また酸素用でない容器、圧力計、調整器、配管などの中には油がはいっているのが普通であるので注意しなければならない。
- (2) 酸素が噴出したりすると思わぬところに影響があることがある。わずかの火花で人の着物が急に燃えだしたり、油ぼろが発火したり、炉内の鋼材がとけたりする。酸素を貯蔵したり、取扱ったりする場所をよく考えてしなければならない。
- (3) 酸素を空気と同じように考えてはならない。ゴム管やガス管のなか、機械や器具のなかその他たいいの所に油があつて、空気ではなんら危険がないものでも酸素であるため災害事故を発生する。

#### b 水 素

- (1) 水素はバルブのガス出口、安全弁などから急に噴出すると火源がなくても着火することが多い。最初火が付かないで相当量噴出して空気中で爆鳴気を作ってから着火するようなことになるのと特に被害が大きい。そのようなことを念頭において貯蔵、取扱い場所を選定

しなければならない。

- (2) 水素と酸素を同時に貯蔵しなければならないときは隔離してする方が望ましく、もれ試験をするのには必ずせっけん水のようなものを用い、火炎などは近づけてはならない。

c 塩 素

- (1) 塩素は多少のもれでも相当鼻、眼、のどを刺激するからドラフトの中か、屋根や壁のない開放された場所で取扱うこと、一度に多量のガスを吸入すると即死することがある。
- (2) 多少離れたところに必ず塩素専用のマスクを用意しておき、塩素容器の近くにいる者は万一の場合の避難、処置の方法をあらかじめよく教えておくこと。
- (3) アンモニア水をひたした布でも検査ができるからときどき行ってみること。
- (4) 使用のつどバルブにたまった水分などをよくふき取っておくこと。それでも腐食がどうしても進むからガスを入れたまま1年以上はおかぬこと。

d アンモニア

- (1) アンモニアはよく水に吸収されるので万一の場合でも注意すればそれほど被害を大きくしなくてすむ。必ず注水ができるようなところで貯蔵、取扱いを行うこと。
- (2) アンモニア専用の防毒マスクを少し離れたところに常備し、万一の場合の措置方法をあらかじめよく教えておくこと。
- (3) ガスもれを点検するには塩酸を浸した布を近づけてみればわかる。

e アセチレン

- (1) アセチレンは非常に燃焼しやすく、燃焼温度は高く、また場合によっては分解爆発もするという非常に危険なガスであるから、調整器出口が $1\text{ kg/cm}^2$ 以上にならないように使用すること。
- (2) アセトンの流出を避けるため、使用中も容器は直立させておき、ガスを使い終わったら必ずバルブを閉じること。
- (3) ガスの使用を一時中止するときでも調整ネジだけでなく、バルブを完全に閉めること。また、バルブは最大1回転半くらい開くだけにとどめること。
- (4) 容器の温度が手でさわってみてわかるほど熱くなったことを発見したら付近のものを避難させ専門家の指示をうけること。

f LP ガス、プロパン、ブタン、その他を含んでいるものなどすべて燃料用に供給されているものは「プロパン」と呼ばれているが、正しく液化石油ガス (Liquefied Petroleum Gas, 略してLP ガス) というべきである。

LP ガスは最近工業用、家庭用、その他一般に燃料としてひろく使用されるようになってきたが、その使用法を知らないまま普及したため現在若干の災害事故がおきていることは事実である。しかし正しい使用方法を心得ていれば決して特に危険なガスというほどのものではないと考えられる。

L P ガスは工業用のものを除いて、空気中に容量で 1/200 混入すれば、感知できる程度に着臭しなげなければならないことになっているから、もれたときには気がつかぬことはない。しかし、このガスが空気より重いために床面にあっても感知できなかつたり、溝や、低い通路を通過して遠くまでいき、思わぬ場所の着火源から火を引いて爆発をおこすことがよくある。L P ガスが可燃性ガスであることと、低い所へ、低い所へと流れてゆくガスであることを常に念頭におかなければならない。その取扱いについてはつぎの事項に注意しなければならない。

- (1) 容器、減圧弁を必ず屋外におき、燃焼器具の近く（2 m 以内）までは金属管で配管し、その先端にバルブを取付け、コックは使わぬこと、その後はゴムホースでよい。  
こうすれば極端な言い方であるが、普通の都市ガスとなんら違いがないわけである。
- (2) 屋外の容器、減圧弁を風雨から守るため箱の中に入れるときは箱の下部にも通風孔を設け、もしもれがあってもガスがすぐ外へ出るようにすること。容器はつねに直立させて使うこと。
- (3) 容器からわずかのもれ、安全弁作動のような大量のもれなどがあっても、そのガスが流れおちるような位置に建物の出入口、窓、床下通気孔などがないようにすること。
- (4) 容器の取付け、取りはずしは付近に火気のないことを確かめた後でなければやってはならない（ガス販売業者にやらせることが望ましい）。
- (5) 容器、減圧弁、その他の高圧部分はいたずらされないようにしておくこと。
- (6) 燃焼器具をおいてある室の最も低い部分に通風孔を設けること。
- (7) 減圧弁後の金属配管は耐圧  $8 \text{ kg/cm}^2$  以上、バルブの後のゴムホースは耐圧、耐油性で外部にホースバンドを掛けたものであること。
- (8) 配管工事終了後はもれ検査をすること。
- (9) 燃焼器具を使用するため点火するときはその前にガスもれがなかったことを確かめる。  
もしもれていたようであればどこか低い所にガスが滞留していないかどうか確かめること。
- (10) ガスが配管、減圧弁、容器などからもれていることを発見したら容器弁を閉め、付近の火を消し、窓、扉を開放すること。
- (11) 安全弁からガスのもれ、噴出があったときは上記の処置をしたらすぐガス供給者に連絡のこと。
- (12) 付近に火災があったときはバルブを閉め容器をほかの安全な場所に運ぶこと。すでに火炎を受けつつあれば遠方から多量の水をかける。容器からガスが噴出してそれに火がついているときは火を消さないようにしないと空気中で激しい爆発をおこすことがある。

第6表 有機溶剤の発火爆発危険性

溶 剤	発火点 (密閉) ℃	各種温度(℃)における発火(爆発)下限(容量%)					
		室 温	100	200	225	250	300
アセトン	-16	2.67	2.40	2.00*	—	—	—
イソアミルアセテート	25	—	1.00	0.82	—	0.76*	—
ベンゼン	-20	1.32	1.10	0.93	—	—	0.80*
n-ブチルアルコール	38	—	1.56	1.27	1.22*	—	—
クレゾール	94	—	1.06**	0.93	—	0.88*	—
シクロヘキサン	-20	1.12	1.01	0.83*	—	—	—
シクロヘキサノン	44	—	1.11	0.96	0.94	0.91*	—
エチルアルコール	12	3.48	3.01	2.64	—	2.47	2.29*
エチルラクトレート	55	—	1.55	1.29	—	1.22*	—
ガソリン	-43	1.07	0.94	0.77*	—	—	—
n-ヘキサン	-26	1.08	0.90	0.72*	—	—	—
強溶解性石油ナフサ	2	1.00	0.89	0.74	0.72	0.69*	—
メチルアルコール	11	6.70	5.80	4.81	—	4.62	4.44*
メチルエチルケトン	-6	1.83	1.70	1.33*	—	—	—
メチルラクトレート	49	—	2.21	1.86	1.80	1.75*	—
鉱油, No. 10	40	—	0.77	0.63*	—	—	—
トルエン	9	1.17	0.99	0.82	—	—	0.72*
テルペン	35	—	0.69	0.54*	—	—	—
V. M. P ナフサ	-2	0.92	0.76	0.67*	—	—	—

注 \* 急激な分解, 爆発反応が起こる。

\*\* 150℃で測定。

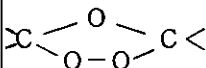
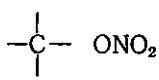
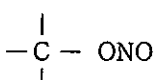


第7表 可燃性引火性物質の危険性

物質名	引火点 〔℃〕	発火点 〔℃〕	爆発限界 (vol %)		蒸気密度 (空気=1)	沸点 〔℃〕	比重 (水=1)	水溶性	消火上の注意
			下 限	上 限					
臭化エチル		511.1	6.7	11.3	3.8	37.8	1.4	不	水無効
臭化ブチル	183	265	2.6	6.6	4.7	101.7	1.3	不	水無効(被覆による消火は可)
臭化メチル	實際上 不燃性	537.2	13.5	14.5	3.3	4.4	1.7	不	
シュウ酸ジエチル	756*				5.0	180	1.1	徐々に 分解	水と反応し分解
酒石酸	210*	427.8					1.7	溶	アルコール泡(水, 泡消火による流出)
硝酸エチル	10		4.0		3.1	87.8	1.1	不	水無効(被覆による消火は可)
しょうのう	65.6	466.1			5.2	208.9	1.0	不	
水素	ガス	585	4.0	7.5	0.1	252.2		難	元せんと止める
ステレン	322	490	1.1	6.1	3.6	146.1	0.9	不	水無効
ステアリン酸	196.1	395				385.6	0.8	不	水, 泡消火による流出
赤リン		260			4.3	281.1	2.3	不	被覆による消火には水使用可
炭酸ジエチル	25				4.1	126.1	1.0	不	水無効
デカン	46.1	207.8	0.8	5.4	4.9	173.9	0.7	不	
テトラヒドロナフタリン	71.1	383.9	0.8	5.0	4.6	207.2	1.0	不	
テトラヒドロフラン	-14.4	321.1	2	11.8	2.5	66.1	0.9	溶	水無効, アルコール泡
テトラメチル鉛			1.8		9.2	100	2.0	不	
ドデカン	73.9	203.9	0.6		5.9	216.1	0.8	不	
トリエチルアミン	-6.7*		1.2	8.0	3.5	89.4	0.7	不	水無効, アルコール泡
トリエチレングリコール	176.7	372.5	0.9	9.2		287.8	1.1	溶	アルコール泡(水, 泡消火による流出)
トリオキサン	45*	413.9	3.6	2.9	11.5で昇華			難	アルコール泡
トリメチルアミン	ガス		2.0	11.6	2.0	3.3		溶	元せんと止める
オートルイジン	85	482			3.7	200	1.0	不	
ートルイジン	86.7	482			3.9	200	1.0	不	
トルエン	4.4	536.1	1.4	6.7	3.1	110.6	0.9	不	水無効
ナフタリン	78.9	526.1	0.9	5.9	4.4	217.8	1.1	不	被覆による消火には水使用可
α-ナフチルアミン	157.2					300	1.2	不	水, 泡消火による流出
β-ナフトール	152.8					286.1	1.2	不	水, 泡消火による流出
二塩化エチリデン	-5.6					57.2~58.9	1.2	難	水無効(被覆による消火は可) アルコール泡
二塩化エチレン	13.3	412.8	6.2	1.6	3.4	83.9	1.3	不	水無効(被覆による消火は可)
二塩化プロピレン	15.6	557.2	3.4	14.5	3.9	96.1	1.2	不	#
ニコチン		243.9	0.7	4.0	5.6	246.1	1.0	溶	アルコール泡(水, 泡消火による流出)
ニトロエタン	27.8	414.4	4.0		2.6	113.9	1.1	難	水無効(被覆による消火は可) アルコール泡
ニトログリセリン	爆発	270				261.1(爆発)	1.6	不	加熱すれば爆発
ニトロトルエン	106.1					237.8	1.3	不	水, 泡消火による流出
α-ニトロナフタリン	163.9					303.9	1.3	不	#
1-ニトロプロパン	48.9*	420.6	2.6		3.1	131.1	1.0	難	アルコール泡
2-ニトロプロパン	39.4*	427.8	2.6		3.1	120	1.0	難	#
ニトロベンゼン	87.8	482	1.8		4.3	211.1	1.2	不	被覆による消火には水使用可
ニトロメタン	35	418.3	7.3		2.1	101.1	1.1	難	水無効, アルコール泡
二硫化炭素	-30	100	1.3	4.4	2.6	46.1	1.3	不	水無効(被覆による消火は可)
ノナン	31.1	206.1	0.8	2.9	4.4	150.6	0.7	不	水無効
パラアルデヒド	35.6*	237.8	1.3		4.6	123.9	1.0	難	水無効, アルコール泡
パラホルムアルデヒド	70	300						難	アルコール泡
ピクリン酸	爆発	<300				>301.1 爆発	1.8	不	加熱すれば爆発
ヒドラジン	52.2*		4.7	10.0	1.1	113.3	1.0	溶	蒸気爆発性
ヒドロキシルアミン	129(爆発)					70	1.2	溶	加熱すれば爆発
ヒドロキノン	165	515.6			3.8	285	1.3	不	水, 泡消火による流出
ビニルエチルエーテル	<-45.6	201.7	1.7	2.8	2.5	35.6	0.8	不	水無効, アルコール泡
ビニルエーテル	<-30	360	1.7	2.7	2.4	38.9	0.8	不	水無効

物質名	引火点 〔℃〕	発火点 〔℃〕	爆発限界 〔vol%〕		蒸気密度 (空気=1)	沸点 〔℃〕	比重 (水=1)	水溶性	消火上の注意
			下限	上限					
水酢酸	42.8	426.7	5.4	16.0	2.1	118.3	1.0	溶	アルコール泡
ビリジン	20		1.8	12.4	2.7	115	1.0	溶	水無効, アルコール泡
ピロカチキン	127.2					245.6	1.3	溶	アルコール泡(水, 泡消火による流出)
フェノール	79.4	715			3.2	181.1	1.1	溶	アルコール泡
1,3-ブタジエン	ガス	428.9	2.0	11.5	1.9	-44		不	元せんと止める
1-ブタノール	28.9	343.3	1.4	11.2	2.6	117.2	0.8	溶	水無効, アルコール泡
ブタル酸オクチル	218.3*					385.6		不	水, 泡消火による流出
ブタン	ガス	405	1.9	8.5	2.0	-0.6		難	元せんと止める
sec-ブチルアルコール	23.9	406.1	1.7	9.8	2.6	93.9	0.8	溶	水無効, アルコール泡
tert-ブチルアルコール	11.1	477.8	2.4	8.0	2.6	82.8	0.8	溶	"
1-ブテン	ガス	383.9	1.6	9.3	1.9	-6.1		不	元せんと止める
2-ブテン	ガス	323.9	1.8	9.7	1.9	1.1		不	"
フラン	<0				2.3	31.1	0.9	不	水無効
フルフラール	60	315.8	2.1	16.3	3.3	161.1	1.2	難	アルコール泡
フルフリルアルコール	75*	390.6	1.8	9.5	3.4	171.1	1.1	溶	"
プロパン	ガス	466.1	2.2	11	1.6	-42.2		不	元せんと止める
プロピオン酸エチル	12.2	476.7	1.9	13	3.5	98.9	0.9	不	水無効
プロピオン酸メチル	-2.2	468.9	2.5	13	3.0	80	0.9	不	"
プロピルアルコール	15	372.5	2.1	13.5	2.1	97.2	0.8	溶	水無効, アルコール泡
プロピルベンゼン	30				4.1	159.4	0.9	不	水無効
プロピレン	ガス	410	2.4	10.3	1.5	-47.2		溶	元せんと止める
プロピレングリコール	98.9	421.1	2.6	12.5		187.8	1.0	溶	アルコール泡
ヘキサクロルベンゼン	242.2					325	1.5	不	水, 泡消火による流出
ヘキサン	-21.7	233.9	1.2	7.5	3.0	68.9	0.7	不	水無効
ヘキシルアルコール	62.8				3.5	155	0.8	難	アルコール泡
ヘプタン	-3.9	222.8	1.2	6.7	3.5	98.3	0.7	不	水無効
ベンジルアルコール	100.6	436.1				206.1	1.0	難	アルコール泡 (水, 泡消火による流出)
ベンズアルデヒド	64.4	191.7			3.7	179.4	1.1	不	被覆による消火に水使用可
ベンゼン	-11.1	562.2	1.4	7.1	2.8	80	0.9	不	水無効
ペンタン	<-40	308.9	1.5	7.8	2.5	36.1	0.6	不	"
1-ペンテン	-17.8*	272.8	1.5	8.7	2.4	30	0.7	不	"
ホルムアルデヒド	ガス	430	7.0	73	1.0	-21.1		溶	元せんと止める
無水酢酸	53.9	315.8	2.7	10	3.5	140	1.1	溶分解	アルコール泡(水と反応し分解)
無水フタル酸	151.7	583.9	1.7	10.5		283.9	1.5	不	水, 泡消火による流出
無水マレイン酸	103.3	476.7	1.4	7.1		202.2	0.9	難	アルコール泡 (水, 泡消火による流出)
メタン	ガス	537.2	5.3	14.0		-161.7	0.6	不	元せんと止める
メチラール	-17.8*	237.2			2.6	43.9	0.9	溶	水無効, アルコール泡
メチルアミン	ガス	430	4.9	20.7	1.1	-6.1		溶	元せんと止める
メチルアルコール	11.1	463.9	7.3	36	1.1	63.9	0.8	溶	水無効, アルコール泡
メチルエーテル	ガス	350	3.4	18	1.6	-23.9		溶	元せんと止める
メチルシクロヘキサン	-3.9	285	1.2		3.4	101.1	0.8	不	水無効
酪酸エチル	25.6	462.8			4.0	120	0.9	不	水無効, アルコール泡
酪酸メチル	13.9				3.5	101.7	0.9	難	"
硫化カルボニル	ガス		12	29	2.1	-50		分解	元せんと止める
硫化ジメチル		206.1	2.2	19.7	2.1	37.2	0.8	不	水無効
硫化水素	ガス	260	4.3	45	1.2	-60		溶	元せんと止める
硫酸ジメチル	104.4	436.1				分解してエチルエーテルを生ずる	1.2	わずかに分解	アルコール泡 (水, 泡消火による流出)
硫酸ジメチル	83.3				4.4	187.8	1.3	不	被覆による消火は水使用可
リン酸トリクレジル	225	385				410 (分解)	1.2	不	水, 泡消火による流出
ソルソルン	127.2	607.8	1.4			276.7	1.3	溶	アルコール泡 (水, 泡消火による流出)

第8表 爆発性物質と混合危険

結 合	爆 発 性 混 合 物		爆 発 性 化 合 物	← 生 成 反 応	混 合 発 火 反 応
	酸 化 成 分	還 元 成 分			
O—O	酸素O <sub>2</sub>	可燃物			
	空気	可燃物			
	過酸化水素H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	可燃物	濃厚過酸化水素		H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> + ヒドラジン NH <sub>2</sub> ・NH <sub>3</sub>
	無機過酸化物 M <sub>2</sub> <sup>1</sup> O <sub>2</sub>	可燃物			
			有機過酸化物 R—O—O—R'	← アルコール+H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ← ハロゲン化物+H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ← アルデヒド+H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ← ケトン+H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ← カルボン酸+H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ← エーテル+O <sub>2</sub>	
	オゾンO <sub>3</sub>	可燃物			
N—O			オゾニド 	← 不飽和炭化水素 + O <sub>3</sub>	
	硝酸HNO <sub>3</sub> (WFNA)	可燃物			HNO <sub>3</sub> + NH <sub>3</sub> , アミン類 CS <sub>2</sub> , H <sub>2</sub> S など
	五酸化二窒素 N <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	可燃物			
	金属硝酸塩 M <sup>1</sup> N O <sub>3</sub>	可燃物			
	二酸化窒素 2 NO <sub>2</sub> ⇕ 四酸化二窒素 N <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	可燃物	硝酸エステル 	← アルコール+HNO <sub>3</sub> ← 炭水化物+HNO <sub>3</sub>	N <sub>2</sub> O <sub>4</sub> + NH <sub>3</sub> , N <sub>2</sub> O <sub>4</sub> + アミン類
	発煙硝酸 (RFNA)	可燃物			RFNA + アミン類
	亜硝酸金属塩 M <sup>1</sup> NO <sub>2</sub>	可燃物			M <sup>1</sup> NO <sub>2</sub> + NH <sub>4</sub> X (アンモニウム塩)
			亜硝酸エステル 	← アルコール+HNO <sub>2</sub> ← ハロゲン化物+ M <sup>1</sup> NO <sub>2</sub>	

結 合	爆 発 性 混 合 物		爆 発 性 化 合 物	← 生 成 反 応	混 合 発 火 反 応
	酸 化 成 分	還 元 成 分			
	テトラニトロメタン $\text{C}(\text{NO}_2)_4$	可燃物 ←	ニトロ化合物 $\begin{array}{c}   \\ -\text{C}-\text{NO}_2 \\   \end{array}$	← ハロゲン化物 + $\text{M}^1 \text{NO}_2$ ← 炭化水素, + その他 + $\text{HNO}_2$ ← $\text{C}_2\text{H}_2 + \text{HNO}_3$	
			アミン硝酸塩 $\begin{array}{c}   \\ -\text{N} \cdot \text{HNO}_3 \\   \end{array}$	← アミン類 + $\text{HNO}_3$	
	硝酸アンモニウム	可燃物	硝酸アンモニウム $\text{NH}_4 \text{NO}_3$	← $\text{NH}_3 + \text{HNO}_3$	融解硝酸 + 金属粉末 (Zn, Al, Cu など)
			ニトラミン $\begin{array}{c}   \quad   \\ -\text{C}-\text{N}-\text{NO}_2 \\   \end{array}$	← アミン硝酸塩の脱水 ← アミン類 + $\text{HNO}_3$	
			ニトロソ化合物 $\begin{array}{c}   \\ -\text{C}-\text{NO} \\   \end{array}$ キノンオキシム $\begin{array}{c}   \\ \text{O}=\text{C}-\dots \\   \\ -\text{C}=\text{NOH} \end{array}$	← フェレール類 + $\text{HNO}_2$	
			ヒドロキシラミンとその誘導体 $\begin{array}{c} \text{R}_1 \\ >\text{N}-\text{OH} \\ \text{R}_2 \end{array}$		
			雷酸塩, $\text{M}^1 -\text{O}-\text{N}=\text{C}$	← 金属硝酸塩 + 硝酸 + アルコール	雷酸塩 + $\text{H}_2 \text{SO}_4$
X-O	過塩素酸 $\text{HClO}_4$	可燃物			
			七酸化二塩素 $\text{Cl}_2 \text{O}_7$		
	過塩素酸金属塩 $\text{M}^1 \text{ClO}_4$	可燃物	—	—	—
			$\begin{array}{c}   \\ -\text{N} \cdot \text{HClO}_4 \\   \end{array}$	アミン過塩素酸塩	
	過塩素酸アンモニウム $\text{NH}_4 \text{ClO}_4$	可燃物			

結 合	爆 発 性 混 合 物		爆 発 性 化 合 物	← 生 成 反 応	混 合 発 火 反 応
	酸 化 成 分	還 元 成 分			
			過塩素酸エステル   —C—OCLO <sub>3</sub> 	← アルコール + HClO <sub>4</sub>	
			ペルクロリル化合物   —C—CLO <sub>3</sub> 	← $\begin{array}{c} \vdots \\ \text{—C—H} \\ \vdots \end{array} + \text{FCLO}_3$	
			塩素酸HClO <sub>3</sub> 二酸化塩素ClO <sub>2</sub>	∑ M <sup>I</sup> ClO <sub>3</sub> + 酸	濃厚なとき
	塩素酸金属塩 M <sup>I</sup> ClO <sub>3</sub>	可燃物	塩素酸重金属塩 (Hg, Ag, Pb など)	← KClO <sub>3</sub> + 重金属 塩	
			塩素酸アンモニウム NH <sub>4</sub> ClO <sub>3</sub>	← M <sup>I</sup> ClO <sub>3</sub> + NH <sub>3</sub> またはアンモニウ ム塩	濃厚なとき
			アミン塩素酸塩   —N・HClO <sub>3</sub> 	← M <sup>I</sup> ClO <sub>3</sub> + アミ ン酸	
			塩素酸エステル   —C—OCLO <sub>2</sub> 		
			亜塩素酸塩 M <sup>I</sup> ClO <sub>2</sub>		M <sup>I</sup> ClO <sub>2</sub> + 強酸 M <sup>I</sup> ClO <sub>2</sub> + Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
			次亜塩素酸HClO		
			一酸化塩素Cl <sub>2</sub> O		
	次亜塩素酸塩 M <sup>I</sup> ClO	アンモニウム塩 NH <sub>4</sub> X			
			次亜塩素酸エステル   —C—OCl 		
	臭素酸塩 M <sup>I</sup> BrO <sub>3</sub>	可燃物			
			アミン臭素酸塩   —N・HBrO <sub>3</sub> 		
			臭素酸アンモニウム NH <sub>4</sub> BrO <sub>3</sub>		
	ヨウ素酸塩 M <sup>I</sup> IO <sub>3</sub>	可燃物			

結 合	爆 発 性 混 合 物		爆 発 性 化 合 物	← 生 成 反 応	混 合 発 火 反 応
	酸 化 成 分	還 元 成 分			
			アミノヨウ素酸塩   —N・HIO <sub>3</sub> 		
			ヨウ素酸アンモニウム NH <sub>4</sub> I O <sub>3</sub>		
			過マンガン酸 HMnO <sub>4</sub>	↗ M <sup>I</sup> MnO <sub>4</sub> +H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	
			七酸化二マンガン Mn <sub>2</sub> O <sub>7</sub>		
	過マンガン酸塩 M <sup>I</sup> MnO <sub>4</sub>	可燃物			
			過マンガン酸アンモニウム NH <sub>4</sub> MnO <sub>4</sub>	←M <sup>I</sup> MnO <sub>4</sub> 塩	
			アミン過マンガン酸塩		
	重クロム酸塩 M <sup>I</sup> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	可燃物			
			重クロム酸アンモニウム (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	←M <sup>I</sup> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> + NH <sub>4</sub> 塩	
			アミン重クロム酸塩		
	酸化クロム(V) CrO <sub>3</sub>	可燃物			可燃物の種類によっ てはすぐ発火する。
	金属酸化物	可燃物			
N-N			アミン亜硝酸塩   —N・HNO <sub>2</sub> 	←アミン類+ HNO <sub>2</sub>	
			亜硝酸アンモニウム NH <sub>4</sub> NO <sub>2</sub>	←M <sup>I</sup> NO <sub>2</sub> +NH <sub>4</sub> X	
			ニトロソアミン   —C—N—NO 	←         —C—N— +HNO <sub>2</sub>         H	

結 合	爆 発 性 混 合 物		爆 発 性 化 合 物	← 生 成 反 応	混 合 発 火 反 応
	酸 化 成 分	還 元 成 分			
			ジアゾ化合物 $\begin{array}{c}   \\ -C-N\equiv N \\   \quad   \\ \quad X \end{array}$ ジアゾニウム塩	←アミン類+ HNO <sub>2</sub> +HX	
			ジアゾオキシド $N_2 = \begin{array}{c}   \\ C \cdots \cdots C \\   \quad \quad   \\ \quad \quad O \end{array}$ ヒドラジンとその誘導体 $\begin{array}{c}   \quad   \\ -N-N- \end{array}$	←H <sub>2</sub> N-C-...-C-OH $\begin{array}{c}   \quad \quad   \\ \quad \quad \quad \quad \end{array}$ + HNO <sub>2</sub> + HX	H <sub>2</sub> H <sub>4</sub> + H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> H <sub>2</sub> H <sub>4</sub> + 金属酸化物
			アジ化水素酸 HN <sub>3</sub>	←金属アジド+酸	
			重金属アジド M <sup>1</sup> N <sub>3</sub>	NaNH <sub>2</sub> N <sub>2</sub> H <sub>4</sub> + + N <sub>2</sub> O NaNO <sub>2</sub> + RONO ←NaN <sub>3</sub> + 重金属塩	
			ハロゲンアジド XN <sub>3</sub>	←NaN <sub>3</sub> + ハロゲンま たは次亜ハロゲン酸 塩	
			有機アジド $\begin{array}{c}   \\ -C-N_3 \\   \end{array}$	←ハロゲン化物+ NaN <sub>3</sub>	
N-M <sup>1</sup>			インテトラセン誘導体, その他窒素の長い鎖状化合物		
			ニトリド(窒化物) M <sub>3</sub> <sup>1</sup> N イミド M <sub>2</sub> <sup>1</sup> NH アミド M <sup>1</sup> NH <sub>2</sub>		
			アミン金属錯塩	←MX+x NH <sub>3</sub>	
N-C	酸化剤	シアン化物 M <sup>1</sup> CN			
	酸化剤	シアン酸塩 M <sup>1</sup> OCN			
	酸化剤	チオシアン酸塩 M <sup>1</sup> SCN			

結 合	爆 発 性 混 合 物		爆 発 性 化 合 物	← 生 成 反 応	混 合 発 火 反 応
	酸 化 成 分	還 元 成 分			
	酸化剤	ペルチオジアン酸塩 $\begin{array}{c} \text{M}^1\text{S} \quad \text{C}=\text{N} \\ \quad \quad \quad   \\ \text{N} \quad \quad \quad \cdot \\ \quad \quad \quad // \\ \text{M}^1\text{S} \quad \text{C}-\text{S} \end{array}$			
C-C	酸素, 空気	アセチレン $\text{HC}\equiv\text{CH}$	アセチレン $\text{HC}\equiv\text{CH}$	$\leftarrow \text{CaC}_2 + \text{N}_2\text{O}$	
			重金属アセチリド $\text{M}^1\text{C}\equiv\text{CM}^1$	$\leftarrow$ 重金属塩 + $\text{C}_2\text{H}_2$	
	ハロゲン	アセチレン	アセチレンハロゲン誘導体 $\text{X}-\text{C}\equiv\text{C}-\text{X}$		
			ポリアセチレン, アセチレン誘導体などとそれらのハロゲン, または重金属誘導体		
			シュウ酸重金属塩 $\begin{array}{c} \text{COOM}^1 \\   \\ \text{COOM}^1 \end{array}$	$\leftarrow \begin{array}{c} \text{COOH} \\   \\ \text{COOH} \end{array} + \text{重金属塩}$	
			酸化エチレン $\begin{array}{c} \text{O} \quad \text{CH}_2 \\ \quad \quad   \\ \quad \quad \text{CH}_2 \end{array}$		
	空 気	水 素			アルカリ金属 + $\text{H}_2\text{O}$
					アルカリ金属 + 塩素 炭化水素 例 $\text{Na} + \text{CHCl}_3$
					アルカリ金属 + 重金属塩
					水素化物 + 空気
N-X			ハロゲン化窒素 $\text{NX}_3$	$\leftarrow \text{X}_2$ または $\text{M}^1\text{XO} + \text{NH}_3$ または $\text{NH}_4$ 塩	
			硫化窒素 $\text{N}_4\text{S}_4$	$\leftarrow \text{SCI}_2$ または $\text{S}_2\text{CI}_2 + \text{NH}_3$	



第9表 事故例からみた代表的な混合発火の組合せ

混 合 危 険 物 質		現 象
酸 化 性	還 元 性	
無 水 ク ロ ム 酸	ア ニ リ ン	発 火
	シ ン ナ ー	//
	ア セ ト ン	//
	無 水 酢 酸	爆 発
	ア ル コ ー ル	発 火
	グ リ ー ス	//
液 体 空 気	水	爆 発
	メ タ ン	//
	ア セ チ レ ン	//
	ナ ト リ ウ ム	//
	金 属 粉	//
液 体 酸 素	ジ メ チ ル ケ ト ン	爆 発
液 体 空 気	テ レ ビ ン 油	爆 発
	り ん	//
	活 性 炭	//
	木 炭 粉	//
	エ ー テ ル	//
塩 素	黄 り ん	発 火
	ア セ チ レ ン	//
	ア ン モ ニ ア	//
	ア ン チ モ ン 粉 末	// 爆 発
臭 素	金 属 粉	発 火
ブ ロ ム 酸 カ リ	チ オ グ リ コ ー ル 酸 ア ン モ ン	発 火
	過 硫 酸 ア ン モ ン	//
塩 化 窒 素	り ん	爆 発
	脂 肪 油	//
	ゴ ム	//
	ヒ 素 油	//
	テ レ ビ ン 油	//
高 圧 さ ら し 粉	ア セ チ レ ン	発 火
	塩 化 ア ン モ ニ ウ ム	爆 発
ク ロ ム 酸 鉛	魚 油	発 火
ア ジ 化 バ リ ウ ム	四 塩 化 炭 素	摩 擦 , 発 火
ナ フ テ ン 酸 コ バ ル ト	メ チ ル エ チ ル ケ ト ン パ ー オ キ サ イ ド	発 火 , 爆 発
ビ ク リ ン 酸	生 石 灰	発 火
酸 化 鉄	溶 解 ア ル ミ ニ ウ ム	爆 発
無 水 マ レ イ ン 酸	苛 性 ソ ー ダ	爆 発
塩 素 酸 カ リ ウ ム	イ オ ウ	爆 発
	り ん	//
	硫 化 ア ン チ モ ン	//
	金 属 粉	//
	木 炭	//

混 合 危 険 物 質		現 象
酸 化 性	還 元 性	
亜塩素酸カリウム	二 硫 化 炭 素	発 火
過塩素酸カリウム	ヒ ド ラ ジ ン 木 炭 可 燃 物 等 エ ー テ ル 金 属 粉	発 火 , 爆 発 発 火 , 爆 発 発 火 , 爆 発
亜塩素酸ナトリウム	し ゅ う 酸 チオ硫酸ナトリウム	発 火 "
硝酸アンモニウム	イ オ ウ リ ン 木 炭 粉 金 属 粉 硫 化 ア ン チ モ ン 亜 鉛	発 火 , 爆 発 " " " " " " " "
亜硝酸ナトリウム	塩 化 ア ン モ ニ ウ ム カ ー ボ ン	加熱爆発 発 火
亜 硝 酸	シ ア ン ア ル コ ー ル マ ロ ン 酸	発 火 加熱衝撃, 爆 発
重クロム酸カリ	硫 酸 ヒ ド ラ ジ ン ヒドロキシルアミン	発 火 , 爆 発 " " " "
過マンガン酸カリウム	グ リ セ リ ン トルオールスルホンアミド イ オ ウ 木 炭 粉 金 属 粉 リ ン 硫 化 ア ン チ モ ン 硫 酸 + 砂 糖	発 火 " " " " " " 爆 発
過酸化水素	ア ル コ ー ル 水 化 ヒ ド ラ ジ ン 木 炭 , 木 毛 イ オ ウ 金 属 粉	爆 発 発 火 " " 摩擦発火 " "
過酸化カリウム	アルミニウム粉末+水 イ オ ウ ス ズ ケ イ 素 マ グ ネ シ ウ ム	発 火 加熱発火, 摩擦爆発 " " " " " "
発 煙 硝 酸	キ シ ロ ー ル	発 火 , 爆 発
濃 硝 酸	リ ン 化 水 素 硫 化 水 素 テ レ ビ ン 油 ア ニ リ ン	" " " " " " " "

第10表 混触危険性物質

分類	混触危険性物質	危険対象物	条 件	現 状	備 考
酸	酸 素	ジメチルケトン	空 気 中	爆 発	
		フェニルジクロラミン	//	//	
		粘性油、テレピン油	//	//	
		酸化鉄を含んだ活性炭	//	//	酸化鉄は触媒作用
		微粒のリンを含んだ活性炭	//	//	リンが酸素を吸着するときの吸着熱
		エーテル	酸素と反応した不安定な過酸化物を生ずる	//	
		水酸、メタン、アセチレン、イオウ、金属粉	点火、摩擦		
		木炭粉（鉄、亜鉛を含んだもの）	空 気 中	//	
		カルシウム	加 熱		カルシウム中に含まれる微量の炭化カルシウム（カーバイト）が空気の湿気と反応、アセチレンガスを生じ爆発
		亜 鉛 箔	//	//	
	圧 縮 酸 素	アセトアルデヒド	接 触	発火爆発	
		アルコール	//		
		有機物	//		
		鉄 粉	流動摩擦	発 火	
		鉄 さ び	//	//	
素	液 体 酸 素	活 性 炭	空気中 常 温	爆 発	
		木 炭 粉	// //	//	
		エ ー テ ル	// //	//	
	オ ゾ ン	不飽和炭化水素	オゾンノドの生成、衝撃、加熱で	//	
		アルコール	接 触	発 火	
		エーテル	//	//	
		イオウ華（昇華イオウ）	//	//	
		有機物、とくに油類樹脂類	//	//	
		気体リン化水素	//	//	
		リ ン	接 触 分 解	爆 発	
		ヨウ化窒素	//	//	
		塩 化 窒 素	//	//	
	過 硫 酸 塩 （オゾン供給体） 例：過硫酸アンモニウム // ナトリウム // カリウム	塩 素 酸 塩	常温、湿気存在下で	//	過硫酸塩は常温で湿気にあうとオゾンを生じ、硫酸を副生する。密閉器内で爆発
		過塩素酸塩	// //	//	
		アルミニウムなどの金属粉	湿気 の 存在	燃 焼	
		イ オ ウ	湿気 の 存在、衝撃		
		有機物	加熱などで		
	過 硫 酸	過 硫 化 銀	加熱（110℃）	爆 発	
液体空気	液 体 空 気	水素、メタン、アセチレン、イオウ、リン、活性炭	接 触	発火、爆発	衝撃、摩擦、流動、急激な気化に特に敏感

分類	混触危険性物質	危険対象物	条 件	現 状	備 考
液体 空 気	液 体 空 気	金属粉, テレピン油 有機物	接 触		
		二硫化炭素, エーテ ル, アルコール	"	発火, 爆 発	
		石油, 潤滑油	"	"	
		ナフタリン	"	"	
		樟 脳			
無 機 過 酸 化 物	過 酸 化 水 素	ヒドラジン	常 温 接 触	爆 発	軟マンガン鉱があると発火しやすい
		グリセリン	"	"	
		アルコール	"	"	
		重金属粉	"	"	
		酸 化 物	"	"	
		穀粉, 綿, 羊毛, 海綿	"	燃 焼	
		油, 樹脂	"	"	
		可 燃 物	"	"	
		有 機 酸	過酸化物の生成衝 撃, 加熱で	爆 発	
		ケトン類		"	
		アルデヒド類		"	
	アルカリ金属の過酸化物 例: 過酸化ナトリウム  過酸化カリウム	水	常 温	発 火	硫化物と湿気
		アルミニウムなどの 金属粉	微 量 水 分	自然発火	
		無水酢酸	接 触	"	
		水酸化ナトリウム	振 動	"	有機物存在下
		" カリウム	"	"	
		ホシ草, 樹皮, 綿花 イオウ	衝 撃	"	
	アルカリ土類金属の過酸化物 例: 過酸化バリウム " カルシウム " マグネシウム " ストロンチウム	有機物, 金属粉な どの還元性物質 (アミン類, アニ リン, アルコール, 有機酸, 油脂, リ ン, 木炭, 硫化ヒ 素, アンチモン, 金属粉, その他有 機物)	摩擦か少量水分	発 火	
	過 酸 化 水 銀	硫酸, 乾燥硫化水素	接 触		容易に燃焼 乾燥したイオウ
	過 酸 化 鉛	イオウまたはイオウ華	摩 擦		
	過 酸 化 銀	酒石酸, 修酸, クエ ン酸	"		
		イオウ+発煙硫酸	接 触	発火→爆 発	
	過 酸 化 鉛	動植物油などの有機 物	加 熱	発 火	油, ワニスの如き酸化されやすい有機物 は危険
		鉛丹 (四三酸化鉛) 無水修酸			
	四酸化ルテニウム	ゴム, 木片, 有機物 イオウ	接 触 混 合	爆 発 "	
	オスミウム酸塩	有 機 物	加熱, 衝撃	"	オスミウム化合物は強力な発火合金で, 微光を発して分解する

分類	混触危険性物質	危険対象物	条 件	現状	備 考
有機過酸化 物	ルテニウム酸塩	有機物	加熱, 衝撃	爆 発	
	ベンゾイルパーオキシド ベンゼンスルフォーオキシド ピクリン酸のジアゾ化オキシド 一部パーオキシドになった キノン メチルエチルケトンパーオキ サイド エチレンパーオキシド 無水酢酸パーオキシド エチルパーオキシド メチルパーオキシド モノアルデヒドパーオキシド	金属石けん(ナフテ ン酸コバルトなど) 有機物 (油, 樹脂) 稀土類金属 鉄さび 金属粉 活性炭	常温, 接触や光 衝 撃	爆 発 発 火	純度の高いものは危険なためジメチルフ タレートなどの安定剤が入っている ベンザルデヒドからベンゾイルパーオキ サイドが生成して, 有機物とふれ爆発す る エチレンパーオキシドはエーテルを長 時間空気中で保存すると生ずる すべての過酸化物は乾燥状態では多かれ 少なかれ強力な爆発物である
	グメンヒドロパーオキシド	可燃物	混合(摩擦)・	〃	
	無水次亜塩素酸	イオウ, リン 有機物	わずかな加熱	発火, 爆 発	
	高度さらし粉 (次亜塩素酸カルシウム)	塩化アンモニウム 木炭同量で密閉容器 内 アセチレン	衝 撃 加 温 接 触	爆 発 〃 発 火	塩化石灰を長期保存しておく爆発する ことがある 高度さらし粉+ジチオカーバメート
	次亜塩素酸ナトリウム 〃 カリウム	石けん	混 合		農薬→発火 混合
	亜鉛素酸塩 例: 亜鉛素酸ナトリウム 〃 カリウム 〃 鉛	強酸(濃硫酸, 濃硝 酸) イオウ, 亜二チオン 酸ソーダ 有機物, 油脂 チオ硫酸ソーダ (ハイボ), ロダン, アンモン 修酸その他有機酸 硫化物, 二硫化炭素	接触または混合 〃 〃 〃 〃 〃 〃 〃 〃	発火また は爆発 〃 〃 〃 〃	
	塩 素 酸 塩	アンモン	アンモンクロレート が発生	爆 発	アンモンクロレートは爆発危険がある
	例: 塩素酸ナトリウム 〃 カリウムなど	アンモニウム塩 濃硫酸, 濃塩酸 硫化アンチモン アルミニウム粉 マグネシウム粉 鉄粉	混 合 二酸化塩素が発生 混合(密閉空間に放 置) 点火, 摩擦, 衝撃	〃 〃 〃 発 火	不安定な塩素酸の生成 白色炎一せん光剤
	塩素酸カリウム(ナトリウム)	イオウ 二硫化炭素 有機イオウ, 硫化物 赤 リ ン ロダンアンモン	摩擦, 衝撃, 加温 撃	爆 発 〃 〃 〃 発 火	塩素酸亜鉛, 塩素酸銀なども危険である (塩素酸銀とイオウの混合物は加圧で爆 発する) 自然発火するこ とがある 割合安定である

分類	混触危険性物質	危険対象物	条 件	現状	備 考
過 塩 素 酸 塩	塩素酸カリウム (ナトリウム)	ロダンアンモンと銅にアルコールを注ぐ	摩擦, 衝撃	爆 発	銅アンモニオロダネイト (爆発性物質の生成) ○塩素酸ナトリウムとイオウの二重結合をもつ化合物 (農薬など) の混合物は100℃以下の加熱で爆発する
		ヒドラジン, ヒドロキシルアミン	接 触	爆 発	
		塩 化 亜 鉛	常温で湿気下	加 熱	
		砂糖と赤血塩	衝 撃	爆 発	
		次亜硫酸ソーダ	衝撃, 摩擦	〃	
		可燃物の粉末	〃 〃	〃	
		アミン酸 (無機アミン, 有機アミン)	〃 〃	〃	
	塩素酸ストロンチウム	アルミ, マグネシウム, 鉄粉などとステアリン塩酸	〃 〃	〃	過塩素酸カリウムを生成 発射薬として用いる アミン塩とアミン塩素酸塩 赤色炎, せん光剤
		シアニド	〃 〃	〃	
		可燃物の粉末, 活性炭	〃 〃	〃	
	塩素酸バリウム	ステアリン酸塩	点火, 衝撃	発 火	緑色炎—せん光 〇これはカリ塩より危険である
	塩 素 酸 塩 例: 塩素酸ナトリウム 〃 カリウム	ヒ素, アンチモン, 木炭, 亜鉛粉, 鉄粉	摩擦, 衝撃	発 火	乾燥したときに強い爆発性をもつ 濃厚な酸化銀のアンモニオ溶液にアルコールを加えて作る (雷銀生成)
		イ オ ウ	摩擦, 加温	爆 発	
		硫 化 銅	衝 撃	〃	
		鶏冠石 (硫化ヒ素)	〃	〃	
		沃 化 窒 素	〃	〃	
		雷 銀	摩 擦	〃	
		リンの二硫化炭素溶液	二硫化炭素蒸発後	爆 発	
		砂糖+木片+硫酸	接 触	発 火	
		硫酸塩+結晶水のある硝酸ソウ鉛	〃	〃	
		硫化アンチモン 五硫化アンチモン	打撃, 電気火花	爆 発	
		沃 化 リ ン	接 触	発 火	
	塩 素 酸 銀	イ オ ウ	加 圧		イオウの用途: 二酸化イオウ, 硫酸, 二硫化炭素の製造。火薬, マッチ, 色素, ゴムの加硫, 医薬, 殺菌, パルプ製造
	過 塩 素 酸 塩 例: 過塩素酸カリウム	ヒドラジンとその水和物 ヒドロキシルアミンとその塩類	接 触	爆 発	放置すると二酸化塩素と酸素に分離, 一部ヒ酸化塩素ができたときの吸熱により発火する。
		木炭などの可燃物	常温で湿気, 日光	発 火	
		紙 〃	〃	〃	
		エーテル 〃	〃	〃	
		有 機 物	常温で摩擦, 衝撃	発火または爆発	
		金 属 粉	〃	〃	

分類	混触危険性物質	危険対象物	条 件	現状	備 考
過塩素酸塩		強酸化剤	常温で摩擦, 衝撃	発火または爆発	
		酸化物	〃	〃	
		可燃物	〃	〃	
	無水過塩素酸カリウム	ヒ素	接 触	〃	
		アンチモン	〃	〃	
		木 炭	〃	〃	
		亜鉛, 鉄などの金属粉	〃	〃	
	過塩素酸エーテル		自爆性物質	〃	ニトロシルパークロレートは 過塩素酸と酸化窒素(亜硝酸ソーダと硝酸より作る)より生成した無水過塩素酸より危険性大  エチレンジアミンパークロレートは発火剤として賞用される。  ジアゾニウムパークロレートができる
	ニトロシルパークロレート	エーテル	接 触		
		アセトン	〃	〃	
		アルコール	〃	〃	
		ヨウ素	〃	〃	
		テルビン油	〃	〃	
		芳香族系アミン (アニリン, トルイジンなど)	〃	〃	
		氷冷したアニリン	〃	爆 発	
過マンガン酸塩	過マンガン酸塩の無水塩		30~40℃以上に昇温	〃	自爆性物質
	過マンガン酸塩 例: 過マンガン酸カリウム 〃 ナトリウム など	イオウ, スズ	177℃に加温	〃	
		グリセリン	接 触	発火, 爆発	発生した水素ガスが爆発
		エタノール+硫酸	〃	せん光発火	発生エチレンが反応
		ピクリン酸+濃硫酸	〃	発 火	
		濃 硫 酸	〃	爆 発	過マンガン酸が発生
		過酸化水素	〃	〃	
		鉄 粉	衝 撃	燃 焼	
		硝酸アンモニウム+有機物	加温, 摩擦	爆 発	過マンガンアンモニウムが生成(120℃で発火)
		ビリシン	衝撃, 加温	爆 発	
		エーテル アルコール ロ 紙 ターペン油 (テレピン油)	と硫酸 接 触	爆 発	松の精油
		可燃物	衝撃, 加温	発 火	
	無水クロム酸	酢 酸	接 触	〃	
		アニリン	〃	〃	
		ビリジン	〃	〃	
		キノリン	〃	〃	
		アルコール, アセトン シンナー	〃	〃	
		グリーズ	〃	〃	
		クロム酸カリウム	シアン化水銀	加 温	〃
クロム酸とクロム化合物	クロム酸鉛	カルシウムカーバイド	摩 擦	〃	
		無水酢酸, 氷酢酸	接 触	〃	
		その他有機溶剤	〃	〃	
		可燃物	加 温	〃	

分類	混触危険性物質	危険対象物	条 件	現 状	備 考
重 ク ロ ム 酸 塩	四酸化クロム	青酸カリウム	加 温	爆 発	
	酸化第二クロム	エーテル, アルコール	接 触	燃 焼	
	重クロム酸鉛	カーバイド(炭化カルシウム)	摩 擦	"	
	" カリウム	シアン化水銀	"		
	" アンモニウム		急 分 解	発 熱	
	重クロム酸塩	可 燃 物	加 熱	発 火	
		ヒドラジンとその水和物	接 触	発火, 爆発	
		ヒドロキシルアミンとその塩類	"	"	
	重クロム酸	アニリン, ビリジン キノリン	加熱, 放置	爆 発	
	重クロム酸カリウム	消 石 灰	混 合	"	
次 亜・亜 硝 酸	次亜硝酸	二硫化炭素	接 触	発 火	
	亜 硝 酸	マロン酸	衝撃, 加熱	"	雷酸生成
		シ ア ン	常温(自爆性物質)	爆 発	ニトリルシアニド生成
		アルコール	衝撃, 加熱	"	亜硝酸エステル生成
硝 酸 と 硫 酸		アミン類	" "	"	ジアゾニウム塩生成
	硝 酸	アルコール	常温, 接触	発 火	硝酸エステル生成
		可 燃 物	"	"	
		$\beta$ -ジケトン銅塩	"	分解爆発	
	濃 硝 酸	アセチレン	"	発火または爆発	テトラニトロメタン生成
		有 機 物	"	"	
		濃アンモニア水	"	"	硝酸アンモニウム
		アミン類(濃厚なもの)	"	"	アミン硝酸塩
		二酸化窒素	"	"	
		炭 水 化 物	"	"	ニトロセルローズ, ニトロスターチ生成
		有 機 酸	"	"	硝酸アセチル生成
		強 酸 化 剤	"	"	
		濃硝酸, 過マンガン酸塩とアセチレン化銅		突 燃	
		ニッケルテトラカルボニル(ニッケルカルボニル)	接 触	爆 発	ニッケルカルボニルは一酸化炭素より猛毒
	濃 硫 酸	テレピン油	混合, 衝撃	発火または爆発	
		有 機 物	"	"	
		金 属 粉	"	"	

。セレンをセレン酸に酸化するとき硝酸は危険, 乾燥中に爆発性の凝固物を生ずる

。赤リンを濃硝酸で酸化してリン酸を作るとき, リンが完全に溶けていないと加熱で爆発



分類	混触危険性物質	危険対象物	条 件	現状	備 考
硫 酸	発煙硫酸	ピクリン酸	混合, 衝撃	発火または爆発	
		雷酸塩(雷コウなど)	〃	〃	
		塩素酸塩	〃	〃	
		過マンガン酸塩	〃	〃	
		四塩化鉛	加熱	爆発	
	発煙(濃)硫酸	リン化水素, 硫化水素	接 触	発 火	
シアン化合物	シアンカリ	アンモニア性銀	衝 撃	爆 発	雷銀の生成 〇アンモニア性銀は写真関係の廃液
	シアナミド	硝酸銀	〃	〃	銀シアナミド
	シアン	亜硝酸	〃	〃	ニトロルシアニド
	シアニド(強力な還元剤)	硝酸塩, 塩素酸塩, 亜硝酸塩		〃	強酸化剤との反応
	青 酸	アルカリ	自爆性より180℃加熱	〃	アミドロマン酸 ニトリル (長期反応)
	エチレンシアニド	塩素酸塩	加熱	〃	
	フェリシアンカリウム	塩素酸カリ+砂糖+硫酸	常 温	燃 焼	
	フェロシアン化鉛	塩素酸塩, 過塩素酸塩	加熱, 衝撃	〃	発火剤に使われている
	シアン化カリウム	亜硝酸カリウム(ナトリウム)	加熱	爆 発	ジシアン生成(自爆性)
	〃	アンモニア性の銀残サ	加熱, 衝撃, 放置	〃	雷銀生成(自爆性)
	シアン化物 シアン酸塩 チオシアン酸塩(ロダン化物)	酸化剤	加熱, 衝撃	〃	
	シアン化水銀	酸化水銀	摩 擦	〃	オキシシアン水銀生成
	シアン化カリ(青酸カリ)	四酸化クロム	加熱	〃	
アジ化合物	アジ化水素酸塩(トリアゾ水素酸塩)	水分(湿気)	自 爆 性	爆 発	アジト生成
	アジ化銅	褐 石	衝撃, 振動	〃	※1. 摩酔剤, 溶剤 ※2. 有機溶剤, ゴム, 油脂, 樹脂, 塗料の良い溶剤, ドライクリーニングの用剤
	アジ化バリウム	四塩化炭素	摩擦, 衝撃	〃	
		クロロホルム※1	〃	〃	
		トリクレン※2(トリクロルエチレン)	〃	〃	
		その他ハロゲン化炭化水素	〃		
	金属アジド	酸	摩擦, 衝撃	〃	アジ化水素酸
	ナトリウムアジド	亜硝酸ガス+アンモニア	自 爆 性	〃	アジカ水素酸生成
		二酸化炭素	〃	〃	アジドチオ硫酸ナトリウム生成
		重金属塩	衝撃, 摩擦	〃	重金属アジド生成(例: 鉛アジドなど)
ド	アルカリアジド	ハロゲンまたは次亜ハロゲン酸塩	衝撃, 摩擦	爆 発	ハロゲンアジド(例: 塩素化アジド, 臭素化アジド)

分類	混触危険性物質	危険対象物	条 件	現 状	備 考
ア ジ ド					ジド, ヨウ化アジド)
	ナトリウムアジド	塩素化炭化水素	衝撃, 摩擦	爆 発	有機アジド
		塩化アセチレン	//	//	有機酸アジド
	ジアゾベンゾイルイミド	アルコール性カリウム	//	//	カリウムアミド生成
ア ミ ド 化 合 物	ニトラミド	酸化クイ素(ガラス粉末), カルカリ(濃)	混 合	爆 発	
	カルシウムアミド	水	//	//	
	カリウムアミド	真 空	加 熱	//	窒化カルシウム生成
	金属アミド	クロロホルム	接触(湿気下)	//	
	ニトラアミド	亜硝酸かイソニトラミン	摩 擦	突 燃	この混合物に水酸化カリウムを加えると発火する
ア ジ ゾ ン 化 合 物	芳香族アミン	亜 硝 酸	乾燥, 加温	爆 発	ジアゾ化合物生成
	ジアゾベンゾールナイトレート		加熱90℃	//	
	ジアゾメタン		常 温 乾 燥	//	自身は不燃焼
	ジアゾベンゾール銀	硫化水素	接 触	//	
	ジアゾベンゾールスルホン酸		摩 擦	発火→爆発	
ハ ロ ゲ ン お よ び そ の 化 合 物	塩 酸 臭 素	水素, メタン, エチレン, イオウ, アンチモン, ヒ素, リン, ナトリウム, カリウム, 金属粉末, テルペン油とその浸潤物	混合して日光にあたるだけでも	発火, 爆発	
	塩 素	アンモニアまたはアンモニウム塩	接 触	//	塩化窒素生成
		塩化アンモニウム(塩安)と金属塩	//	//	//
		塩安と濃亜塩素酸	//	//	
		水素と5%混合	明るい光	発 火	たとえばマグネシウムフラッシュで発火
		松 脂 樹 脂 エーテル 化 油	接 触 // //	// // //	
	臭 素	可 燃 物	//	//	
		金 属 粉		//	
	沃 素	可 燃 物	接触, 加温	//	
		濃アンモニア	//	//	沃化窒素生成
	塩化窒素	リ ン	接 触	爆 発	
		脂 肪 油	//	//	
		ゴ ム	//	//	
		オ ゾ ン	接 触	//	
		ヒ 素	//	//	
		テルペン油などの不飽和有機化合物	//	//	

分類	混触危険性物質	危険対象物	条 件	現状	備 考
ハ ロ ゲ ン お よ び そ の 化 合 物	沃化アセチレン	単 体	85℃に加熱	爆 発	。発火剤のアジ化鉛や雷コウよりもはるかに打撃に敏感である
	ハロゲン化合物	アルカリ金属	打 撃	〃	
		二硫化炭素のような中性硫化物	〃	〃	
		二硫化炭素のような酸素を含む物質	〃	〃	
	ケイ化プロモフォルム		空 気 中	発 火	
	テトラブロマイド	カリウム	接 触	〃	
	ケイ素の臭化された硫黄化合物	水	爆発的に反応	発 火	
	塩 素	アセチモン粉, ヒ素粉	混 合	〃	フラスコ内収容中
		エーテル	接 触	〃	発火, 爆発
		クロルエチル	日光, 急激反応	〃	
	塩化水素	エチレン	接 触	発 火	
	トリクロルエチレン	アルコール+水酸化ナトリウム	加 熱	〃	モノクロルアセチレンの生成 (自然発火性物質)と塩酸を生ずる
	ジクロルエチレン	アルコール+水酸化ナトリウム			
	フ ッ 素	水素, 無定形二酸化ケイ素	接 触	爆 発	アセチレンの生成, 反応熱で発火することがある
	無水フッ化水素	単 体	空 気 中 で	〃	
	ヨードフォルム ブロモフォルム	ぬれた銀粉, 亜鉛粉 鉄粉	加 熱	発 火	
	塩素や臭素の溶液またはガス	アセチレン化銅	接 触	突 燃	
	塩化イオウ	単 体	自爆性物質	自然爆発	
	臭化ラジウム		湿 気 下	〃	
	臭化カリ	醋 酸 鉛	摩 擦	爆 発	
	亜臭素酸ソーダ	アセチレン+リン化水素	接 触	〃	
	臭 素 酸 塩	チオグリコール酸 アンモニウム	加熱, 衝撃, 接触	爆 発	臭素酸アンモン生成
		過硫酸アンモニウム			
		過硫酸アンモニウム チオグリコール酸 アンモニウム	〃 〃 〃	発 火	沃素酸アンモン生成
	沃 素 酸	ナトリウム	接 触	爆 発	
	二酸化窒素	可燃物(カリウム, リン, イオウ, 炭素など)	} 加熱, 衝撃	} 発火 爆発	
	四酸化窒素	炭火水素などの有機物(トリオール)			
	四酸化窒素	ヒドラジンとその誘導体	混 合	〃	たとえばジメチルヒドラジン
		アンモニア	〃	〃	
		アミン類	〃	〃	
		塩化炭化水素	〃	〃	

分類	混触危険性物質	危険対象物	条 件	現状	備 考
	三酸化窒素(100℃で発火)	可 燃 物	加 熱	発火, 爆発	
ヒ ド ラ ジ ン と そ の 誘 導 体	ヒドロキシラミン	塩化ナトリウム硝石 (塩酸)(硝酸カリウム)	混 合	爆 発	
		カルシウム	衝撃, 加温	〃	
		亜 塩 粉	〃 〃	〃	
	ヒドラジンとその誘導体	金属酸化物	混 合	〃	
	ヒドラジンヒドラジット	酸化水銀	衝 撃	〃	
		亜リン酸	〃	〃	
		イ オ ウ	〃	〃	
	ヒドラジン	塩化第一銀	混合, 衝撃	〃	
	フェニルヒドラジン	ヨードメチル	接 触	〃	
	アルデヒドヒドラジン	炭素ヒドラジンの塩	〃	〃	
	炭酸ベンゾヒドラジン	単 体	自 爆 性	〃	
	油性の炭酸ヒドラジット	〃	〃	〃	
	ヒドラジン	過酸化水素	接 触	〃	
	ジメチルヒドラジン	四酸化窒素	〃	〃	
	フェニルヒドラジン	硝酸エチル	加熱, 加圧	爆 発	オートクレーブ(加圧釜)内で120℃で爆発
ニ ト ロ 化 合 物	塩素酸ヒドラジン	単 体	衝 撃	〃	雷コウの約3倍の危険性
	ヒドラジンおよびその水和物	塩素, 臭素, ヨウ素 酸化水銀	混 合	発火, 爆発	
	ヒドロキシルアミンおよびその塩類	重クロム酸塩, 塩素 酸塩, 過塩素酸塩, 過マンガン酸塩, 酸 化物などの酸化剤	混 合	〃	
	ニトロメタン	アミン類, 強酸, 強 アルカリ	摩擦, 衝撃	発 火	
	ニトロエタン	〃 〃	〃 〃	〃	
	ニトロプロパン	〃 〃	〃 〃	〃	
	ニトロメタンの水銀塩	自 爆 性	〃 〃	爆 発	
	(ニトロジテトロ)メタン	〃	日光, 加熱, 衝撃	〃	
	(ニトロ, ジニトロ, クロル ジニトロ, ブロムニトロ)メ タン	〃	〃 〃 〃	〃	
	テトラニトロエタンのカリウ ム塩	〃	〃 〃 〃	〃	ブロムピクリン+シアンカリのアルコー ル溶液で生ずる
	クロルピクリン酸	単 体	急 加 熱	〃	
	フェニルニトロメタン	自己分解	乾燥, 加温	〃	
		硫 酸	混 合	〃	
	テトラニトロメタン	有機物(トリオール など)	混合で点火	〃	
	ヘキサニトロジフェニルアミン	〃	〃	〃	
	ピクリン酸塩		加熱, 衝撃	〃	
	ピクリン酸	生 石 灰 有 機 物	混 合	燃 焼	
	2,4ジニトロレゾルシン		加 熱	爆 発	
	ジニトロソペンタンメチレン テトラミン	有機物, 強酸	接 触	発 火	

分類	混触危険性物質	危険対象物	条 件	現 状	備 考
ニ ト ロ 化 合 物	ニトロソアセトフノンまたは ナトリウム塩	硫 酸	混 合	爆 発	
		硝 酸	〃	〃	
		臭 素	〃	〃	
	ニトロソアセトフノン		120~130℃で	発火→爆 発	
	窒化セレン		加 熱	〃	
	窒化銅		〃	〃	
	テトラゾールの水銀塩		〃	〃	
リ ン と そ の 化 合 物	ヘキサメチレンアトラミン (ウロトロビン)	ヨードホルム化合物	混合170℃	〃	
	ニトロソグアジン	濃 硫 酸	接 触	〃	
	黄 リ ン		常 温 乾 燥	発 火	
		発煙硝酸(濃硝酸)	混 合	爆発か発 火	
		亜 硝 酸 塩	〃	〃	
		塩 素 酸 塩	〃	〃	
		ア ル カ リ	加 熱	発 火	発火性リン化水 素発生
	赤 リ ン	二硫化炭素	長期保存で水垢生成	爆 発	
		沃 素	接 触	〃	
		二硫化炭酸+アンモ ニア	常 温	発 火	
		硝酸鉛, 亜硝酸塩, 塩素酸塩	混合, 衝撃, 加熱	爆 発	
	リ ン	イ オ ウ	真 空 加 熱	〃	
	リン化銅	シアンカリ	混 合	発 火	
		塩 素 酸 塩	〃	〃	
	次亜リン酸塩	〃	〃	〃	
	リン化水素	水 分	空气中接触	〃	
		アニリン+ニトロベ ンゾール	摩 擦	発 火	発火性物質の生 成
		塩 酸	接 触	〃	
	溶融カリウム	アセチレン, ヨード 酸化第一水銀	〃	爆 発	
	カリウムアマルガム	単 体	空 気 中	発 火	アルカリ金属のアマルガムは, 発火性物 質である
	カリウム	ブリモフォルム, ハ ロゲン類	接 触	爆 発	
	ナトリウム-カリウム合金	オキザルクロライド オキザルプロマイド	〃	〃	
		五塩化エタン, 四塩 化エタン	混 合	〃	アセチレンのハロゲン誘導体の生成, カ リウム単体でもおこる
属	カルシウム粉		湿 気 下	自然発火	バリウム粉はカルシウム粉より危険であ る
		金属酸化物	〃	〃	
	亜 鉛 粉	硫酸バリウム, セレン	加 熱	突然爆発	
	アルミニウム	金属酸化物	加熱(テルミット反応)	爆 発	
	アルミニウム粉	過酸化ナトリウム	加 熱	〃	
	鉄 粉		うすいかゆ状	突然爆発	発熱して硫化鉄 となる
		イ オ ウ			

分類	混触危険性物質	危険対象物	条 件	現 状	備 考
金 属	水 銀	イオウ, リン	加 熱	爆 発	
	セシウム, トリウム, イットリウム	ニオブ酸(五酸化ニオブの水化物)	混 合	爆 燃	セシウム, トリウム, イットリウムなどの卑金属は 130℃ あたりで発火する
	フェロシリコン(鉄, ケイ素炭素の合金)	単 体	保 存 中	爆 発	
	硫化鉄, 硫化マンガン	炭 素	160~170℃で	発 火	
	ケイ化マグネシウム	単 体	湿気下水分の反応	〃	ケイ化水素の生成
	ケイ化プロモフォルム	〃	空 気 中	〃	
	セシウム, ランタン, プラセオジウム, ネオジウムの酸化物	〃	加 熱	〃	
	炭化カルシウム	水	接 触	発 火	
	アセチレン, ジアセチレン, その他のアセチレン系炭化水素	金属塩(銀塩, 銅, 塩)	加熱, 衝撃	爆 発	重金属アセチリド
	アクリルアリヂヒド(アクロレイン), アクリルアルデヒド	水酸化ナトリウム, アンモニア, アミン類	加熱, 混合	発 火	
そ の 他	クロルスルホン酸	有 機 物	接 触	〃	
	クロロ酸化プロピレン	アミン化合物	加熱, 衝撃	〃	
	活 性 炭	過 酸 化 物 塩 素 油	混合, 加熱	〃	
	ス テ レ ン	空 気	加熱, 衝撃	爆 発	過酸化物生成
	ゴ ム	二硫化炭素または塩化イオウ	衝 撃	〃	
	ポリアセチルカルボン酸	単 体	光	発 火	
	修酸水銀, 修酸銀	〃	打撃, 衝撃	爆 発	
	石 墨		混合さらに摺屑が混入	発 火	
	ヒ 素	銀	摩 擦	〃	
	アンチモン化水素	40%水素	接 触	爆発的分解	(アンチモン化水素は加熱すると発火する)
	アンチピリン	硝酸ジルコニウム	加 熱	突 燃	
	焦性ブドウ酸	単体密閉容器に収容	長 期 保 存	爆 発	(炭酸ガスとホルムアルデヒドに分解し高圧になっている)
	100%ぎ酸	〃	〃	〃	(一般化炭素, 炭酸ガス, 水に分解し高圧になっている)
	鉍 物 油	パラフィン	蒸 留 中	発 火	

第11表 高圧ガスの諸性質

種類	名称 ( )内は容器の色*	分子式	臨界温度 [℃]	臨界圧力 [atm]	沸点 [℃]	融点 [℃]	気体比重 (空気=1)	爆発限界 [vol %]	発火点 [℃]	許容濃度 [ppm]	腐食性	次てん 定数**	容器試験 力 (kg/cm <sup>2</sup> )
圧縮ガス	アルゴン	A	-122.4	48.0	-185.7	-189.2	1.3799			100	無		温度 35℃ における最 高充てん圧 力の 5/3 倍
	一酸化炭素	CO	-139	34.5	-192.2	-205.0	0.976	125~74	609		無		
	キセノン	Xe		58.0	-108.1	-112					無		
	窒素		-140.7	37.2	-191.5	-213~225	1.0000				無		
	クリプトン	Kr	-638	54.3	-152.9	-157.2					無		
	酸素 (黒)	O <sub>2</sub>	-118.4	50.1	-182.9	-218	1.1049				無		
	酸化窒素	NO	-93	64	-151	-163.7	1.27				無		
	水素 (赤)	H <sub>2</sub>	-239.9	12.8	-252	-259	0.0695	4.0~75	585		無		
	窒素	N <sub>2</sub>	-147	33.5	-195.8	-210.0	0.9669				無		
	ネオン	Ne	-228.7	26.9	-245.9	-248.6					無		
	ヘリウム	He	-267.9	2.2	-268.9	-272.1	0.1380				無		
	メタン	CH <sub>4</sub>	-82.1	45.8	-161.4	-182.7	0.554	5.3~14.0	537		無		
液化ガス	アンモニア (白)	NH <sub>3</sub>	132.3	11.13	-33.4	-77.7	0.58	16~25	651	100	有	1.86	37
	亜酸化窒素	N <sub>2</sub> O	36.5	71.7	-88.5	-90.9	1.529				無	1.34	200
	亜硫酸ガス	SO <sub>2</sub>	157.5	77.8	-10.0	-15.5	2.2629			5	有	0.80	15
	エタン	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	32.3	48.2	-88.6	-172	1.035	3.0~12.5	515		無	2.80	
	エチルアミン	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NH <sub>2</sub>	183	55.5	16.7	-83.3	1.56	3.5~14.0	384	25	有		
	エチレン	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	9.2	50.0	-103.8	-169.5	0.975	3.1~3.2	450		無	3.50	225
	塩化エチル	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> Cl	187.2	52	13.1	-138.5	2.2200	3.8~15.4	519	1000	有	1.25	
	塩化水素	HCl	51.4	81.5	-85	-112				5	有		
	塩化ホウ素	BCl <sub>3</sub>	178.8	38.2	12.5	-107	1.4338			1	有		
	塩化ビニル	C <sub>2</sub> H <sub>3</sub> Cl	156.5	55.2	-13.9	-159.7	2.15	4.0~22.0	472	500	有	1.22	13
	ホスゲン	COCl <sub>2</sub>	18.2	56	8.3	-104	1.392			1	有	0.80	
	ブタン	C <sub>4</sub> H <sub>10</sub>	152.0	37.5	0.56	-135	2.01	1.9~8.5	405		無	2.05	11
	イソブタン	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CH	134.9	36.0	-11.7	-145	2.068	1.8~8.4	462		無		
	1-ブテン	C <sub>4</sub> H <sub>6</sub>	146.4	39.7	-6.3	-130	1.937	1.6~9.3	384		無		
	ブタジエン	C <sub>4</sub> H <sub>6</sub>	152	42.7	-4.4	-113	1.87	2.0~11.5	429	1000	無	1.85	
	フッ化水素	HF	230.2		18.4	-92.3	0.988			3	有		
	フッ素	F <sub>2</sub>	155	25.0	-188	-223				10	有		
	フレオン-12	CCl <sub>2</sub> F <sub>2</sub>	112.0	40.6	-29.8	-158	4.2						
	フレオン-13	CClF <sub>3</sub>	28.8	38.2	-81.4	-181							
	フレオン-14	CF <sub>4</sub>	-45.5	36.9	-128	-184							
	フレオン-22	CHClF <sub>2</sub>	96.4	48.5	-40.8	-160	1.41				無	0.98	35
	プロパン	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>	96.8	42.0	-43.8	-189.9	1.56	2.2~9.5	466		無	2.35	30
	プロピレン	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub>	91.8	45.6	-47.7	-185.2	1.49	2.4~10.3	410		無		
	メチルエーテル	CH <sub>3</sub> OCH <sub>3</sub>	126.9	53	-24.9	-140	1.59	3.4~18.0	350		無	1.67	23
	硫化水素	H <sub>2</sub> S	100.4	88.9	-60	-82.9	1.175	4.3~45.0	260		有	1.47	65
	塩化メチル	CH <sub>3</sub> Cl	143.1	65.9	-23.9	-97.4	1.78	10.7~17.4	632	20	有	1.25	20
	塩素 (黄)	Cl <sub>2</sub>	144.0	76.1	-34.1	-100.9	1.557			100	有	0.80	26
	二酸化窒素	NO <sub>2</sub>	158	100	21.3	-9.3				1	有		
	酸化エチレン	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O	195.8	7.2	10.7	-111.3	1.52	3.0~10.0	429	5	無	1.30	12
	シアン化水素	HCN	183.5	53	25.0	-134	0.96	6~41	537	50	無	1.57	6
	臭化水素	HBr	90.0	84.0	-67.0	-89.5	2.71			10	有		
	臭化メチル	CH <sub>3</sub> Br	194.0	51.6	4.4	-93	3.27	13.5~14.5	537	3	有	0.70	
	臭化ビニル	C <sub>2</sub> H <sub>3</sub> Br			15.8	-137.8				20	有	1.22	
	シクロプロパン	(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub>	124.6	54.9	34.4	-126.6	1.48	2.4~10.4	498		有		
	ジメチルアミン	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NH	164.5	52.4	7.4	-96	1.55	2.8~14.4			有		
	炭酸ガス (緑)	CO <sub>2</sub>	31.0	72.8		-78	1.156			5000	無	1.34	200
	トリメチルアミン	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	161.1	40.2	28	-124	2.03	2.0~11.6			有	1.76	8
	ニッケルカルボニル	Ni(CO) <sub>4</sub>	200	31.6	43	-25	1.318			0001	無		
	六フッ化イオウ	SF <sub>6</sub>	45.5	37.1	昇	-50.7				1000	無	0.91	200
	アセチレン (黒)	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	35.5	61.6		-81.8	0.90	2.5~81.0	299		無		

\* 色を示したものの以外は容器の外表面全部をわずみ色に塗り、白文字でガスの名称を記す。

\*\* 充てん定数とは、これをCで表わし、Gを液化ガスの質量[kg]、Vを容器の内容積[l]としたとき、つぎの式で定められる数値で、容器に安全に充てんできる液化ガスの量を与えるものである。

$$G = V/C$$