

湖沼の窒素及び磷に係る環境基準
及びその測定方法について

(答 申)

昭和57年11月18日

中央公害対策審議会

I 窒素及び磷に係る環境基準について

1 基本的な考え方

湖沼の窒素及び磷に係る環境基準の設定に当たっては、次のような基本的な考え方に基づき検討を行った。

- ① 水中の窒素及び磷の濃度が上昇し水域が富栄養化すると、透明度の低下等による景観の悪化、水道水の異臭味や浄水場のろ過障害の発生、魚介類の斃死等の水域の利用上の障害が生ずる。
- ② これらの障害は、主として藻類等の増殖によるものである。
- ③ 藻類等の増殖は、基本的には窒素及び磷の濃度により支配されるものである。

以上のことから、湖沼の窒素及び磷に係る環境基準は、水中の窒素及び磷が藻類等を増殖させることなどによる障害を防止するため、生活環境を保全する上で維持されることが望ましい基準として定めるものとする。

2 水域の利用目的と環境条件

(1) 自然環境保全

水域が富栄養化すると藻類等の増殖のため透明度が低下するとともに、水は緑色ないしは褐色を呈する。この結果、自然景観が悪化するなど自然探勝等の利用上好ましくない状態になる。

我が国において、透明度が十分に維持されている湖沼は、摩周湖、支笏湖等であり、これらの湖沼の水質を勘案し、自然環境保全上の観点からその基準値としては、窒素（全窒素をいう。以下同じ。）が 0.1 mg/l 以下、磷（全磷をいう。以下同じ。）が 0.005 mg/l 以下であると判断される。

(2) 水道

水域の富栄養化による水道の障害としては、水道水の異臭味障害や増殖した藻類等によるろ過池の目づまり等の浄水操作上の障害があるが、浄水操作の方法によって障害の内容も異なるので、この点を踏まえ検討した。

(i) 水道1級

水道1級（ろ過等による簡易な浄水操作を行うもの）にあつては、緩速ろ過の過程で臭気物質等の分解除去が行われるため、異臭味水の問題はないと考えられるが、原水中の藻類等の増殖によりろ過池が目づまりを起こしろ過能力が著しく低下することがある。

このように緩速ろ過池にろ過障害を起こした水源湖沼には、琵琶湖（南湖）、村山貯水池、野尻湖等がある。これらと障害のない水源湖沼の水質を勘案し、水道1級の基準値としては、窒素が 0.2 mg/l 以下、磷が 0.01 mg/l 以下であると判断される。

(ii) 水道2級及び水道3級

水道2級（沈殿ろ過等による通常の浄水操作を行うもの）、又は、水道3級（前処理等を伴う高度の浄水操作を行うもの）にあつては、原水

中の藻類等の増殖により凝集沈殿池等における薬品使用量の増加や急速ろ過池のろ過持続時間が短縮する等、浄水操作上の各種障害を引き起こすことがある。このような障害を起こした水源湖沼には霞ヶ浦、相模湖、畑貯水池等があり、これらと障害のない水源湖沼の水質を勘案して浄水施設の正常な機能を維持する観点からは、窒素が 0.4 mg/l 以下、磷が 0.03 mg/l 以下であることが望ましい。

また、これらの浄水操作では、臭気物質等の除去は困難であるので、水道水の異臭味障害を引き起こすことがある。

最近では、全国各地に異臭味水の発生がみられるが、日本水道協会異臭味対策専門委員会等が取りまとめた多くの障害発生水域の事例や障害を起こしていない水源湖沼の水質を勘案すると、かび臭等の異臭味水の発生を防止する観点からは、窒素が 0.2 mg/l 以下、磷が 0.01 mg/l 以下であることが望ましい。

ただし、水道3級のうち臭気物質等の除去が可能な特殊な浄水操作を行うもの（以下「特殊なもの」という。）にあつては、浄水施設の正常な機能を維持することが必要であり、このような観点から、窒素が 0.4 mg/l 以下、磷が 0.03 mg/l 以下であることが望ましい。

これらの結果から水道2級及び水道3級（特殊なものを除く。）の基準値としては、窒素が 0.2 mg/l 以下、磷が 0.01 mg/l 以下、水道3級（特殊なもの）の基準値としては、窒素が 0.4 mg/l 以下、磷が 0.03 mg/l 以下であると判断される。

(3) 水浴

水浴については、水域が富栄養化すると藻類等の増殖のため、水が濁り異臭がつくなど不快感をもよおすようになる。

現在水浴場として利用されている代表的な湖沼は、琵琶湖（北湖）であ

る。琵琶湖（北湖）は、現在おおむね良好な状態にあるものの、望ましくない状態の水浴場もみられるので、昭和40年代当初の良好な琵琶湖（北湖）の水質を勘案し、水浴場の基準値としては、窒素が $0.2\text{mg}/\ell$ 以下、磷が $0.01\text{mg}/\ell$ 以下であると判断される。

(4) 水産

水中の窒素及び磷の濃度が上昇すると藻類の大量発生、貧酸素水塊の発生等の現象が生じ、水産生物の繁殖・生育に影響を与える。

窒素及び磷の濃度が低レベルの湖沼では、マス等のサケ科魚類やアユが、中レベルのところでは、ワカサギがそれぞれ多くなっているのに対し、窒素及び磷の濃度が高レベルの湖沼では、コイ、フナなど汚染に強いとされる種類が大部分を占めている。

したがって、水産生物を代表魚種として(i)サケ科魚類及びアユ(ii)ワカサギ(iii)コイ、フナの3つのグループに分けて検討した。

また、水産用水の環境基準としては、それぞれの水産生物が生息するために望ましいレベルを設定するとの考えに基づき、自然の繁殖・生育（再生産）が行われる条件となるよう留意した。

(i) 水産1種（サケ科魚類、アユ型）

ヒメマスなどのサケ科魚類やアユは清浄な水を好むが、これらの生息する代表的な湖としては、中禅寺湖、琵琶湖などがある。

中禅寺湖では、富栄養化に伴い、魚種がヒメマスからワカサギに移行しつつあり、望ましい水質ではなくなっている。一方、琵琶湖の北湖では、アユの生息にとっておおむね望ましい水質にある。

これらの点を勘案して、水産1種の基準値としては、窒素が $0.2\text{mg}/\ell$

以下、磷が 0.01 mg/l 以下であると判断される。

(ii) 水産2種（ワカサギ型）

ワカサギの生産が高い代表的な湖としては、諏訪湖、八郎湖などがある。しかし、八郎湖では近年、生産が低下しており、好ましい条件ではなくなっている。また、諏訪湖では、生産が横ばいの傾向にあるものの、これは種苗放流により維持されているためであり、自然の繁殖・生育条件を確保するためには水質を改善する必要がある。

これらの点を勘案し、水産2種の基準値としては、窒素が 0.6 mg/l 以下、磷が 0.05 mg/l 以下であると判断される。

(iii) 水産3種（フナ・コイ型）

窒素及び磷の濃度の上昇に伴い、水産生物のうちコイ・フナの占める割合と量は、増加する傾向にあるが、窒素が 1 mg/l 、磷が 0.1 mg/l を超えると障害が生じてくる。

これらの濃度を超えている例としては、児島湖、手賀沼、印旛沼などがあるが、経年的にみるといずれも生産量は横ばいないし低下の傾向にあり、手賀沼や印旛沼では魚肉への着臭や斃死等の障害も発生している。

以上の点を勘案し、水産3種の基準値としては、窒素が 1 mg/l 以下、磷が 0.1 mg/l 以下であると判断される。

(5) 農業用水

水稻は農業用水中の窒素（特にアンモニア性窒素）濃度が高いと、栄養生長期（苗を本田に移植後約40日間）に過繁茂となり病害を受けやすくなる。また穂くび分化期に多量の窒素があると下部節間が伸び過ぎて倒伏したり登熟不良となる。これらの結果、水稻の減収を招く。

以上の点と農業用水基準の値を勘案して、その基準値としては、窒素が 1 mg/l 以下であると判断される。

(6) 工業用水

水域が富栄養化すると藻類等の増殖のため、水が濁り、工業用水としての利用に障害を生ずる。工業用水としての利用がある霞ヶ浦、琵琶湖等の主要な湖沼についてその水質をみると、おおむね窒素が 1.0 mg/l 以下、磷が 0.1 mg/l 以下であり障害も生じていない。以上の点などから工業用水の基準値としては、窒素が 1 mg/l 以下、磷が 0.1 mg/l 以下であると判断される。

(7) 環境保全

富栄養化が進行すると藻類の異常増殖や大型の水草の繁茂に至り、それらが腐敗し悪臭を放つ等、国民の日常生活において不快感を与える。我が国の湖沼のうち、このような状況にあるのは、印旛沼、児島湖等である。これらの湖沼の水質を勘案し、環境保全上の観点からその基準値としては、窒素が 1 mg/l 以下、磷が 0.1 mg/l 以下であると判断される。

3 環境基準値

以上の検討結果から、湖沼の窒素及び磷に係る環境基準値は、別表に掲げるとおりとする。

4 その他

水質汚濁が極めて著しいため、環境基準の達成が困難と考えられる水域については、当面、施策実施上の暫定的な改善目標値を設定するなど、達成に向けて段階的に改善を図るものとする。

別表

湖沼の窒素及び磷に係る環境基準(案)

II

| 項 類 目 型 | 利用目的の適応性 | 基 準 値 | |
|------------------|---|-------------------|---------------------|
| | | 窒 素 (T - N) | 磷 (T - P) |
| I | 自然環境保全及びⅡ以下の欄に掲げるもの | mg/l 0.1 以下 | mg/l 0.005 以下 |
| Ⅱ | 水道1、2、3級(特殊なものを除く) 水産1種 水浴及びⅢ以下の欄に掲げるもの | 0.2 以下 | 0.01 以下 |
| Ⅲ | 水道3級(特殊なもの) 及びⅣ以下の欄に掲げるもの | 0.4 以下 | 0.03 以下 |
| Ⅳ | 水産2種 及びⅤの欄に掲げるもの | 0.6 以下 | 0.05 以下 |
| Ⅴ | 農業用水、水産3種 工業用水及び環境保全 | 1 以下 | 0.1 以下 |

備考 基準値は年間平均値とする。

(注)

1. 自然環境保全 : 自然探勝等の環境の保全
2. 水道 1 級 : ろ過等による簡易な浄水操作を行うもの
" 2 級 : 沈殿ろ過等による通常の浄水操作を行うもの
" 3 級 : 前処理等を伴う高度の浄水操作を行うもの
3. 水産 1 種 : サケ科魚類及びアユ等の水産生物用並びに水産 2 種及び水産 3 種の水産生物用
" 2 種 : ワカサギ等の水産生物用及び水産 3 種の水産生物用
" 3 種 : コイ・フナ等の水産生物用
4. 環境保全 : 国民の日常生活(沿岸の遊歩等を含む。)において不快感を生じない限度

II 窒素及び燐に係る環境基準の測定方法について

A. 窒素の測定方法

第1及び第2による。

第1 前処理

1 試薬

(1) 水 蒸留水又は同等の純度を有する水（規格2の(8)の(a)に定めるもの）

(2) 水酸化ナトリウム・ペルオキソ二硫酸カリウム溶液

水 5.00 ml に水酸化ナトリウム 2.0 g を溶かした後、ペルオキソ二硫酸カリウム 1.5 g を溶かしたもの（使用時に調製する。）（注1）

（注1） この溶液の窒素含有量は 0.4 mg/l 以下とする。ペルオキソ二硫酸カリウムの窒素含有量が高く 0.4 mg/l 以下とならない場合にはあらかじめ沸騰させ 60°C に冷却した水 5.00 ml にペルオキソ二硫酸カリウム 7.0 g を溶かした後、 0°C まで冷却して再結晶させたペルオキソ二硫酸カリウムを用いる。

2 器具及び装置

(1) 分解瓶

耐圧のテフロン瓶又は耐熱、耐圧のガラス瓶（容量約 100 ml）で高圧蒸気滅菌器中（約 120°C ）で使用できるもの（注2）

(2) 高圧蒸気滅菌器

約 120°C に加熱できるもの又はこれと同等の機能を有するもの

（注2） ガラス製アンプル（容量約 10.0 ml）で高圧蒸気滅菌器中（約 120°C ）

℃) で使用できるものを用いてもよい。

3 試験操作

- (1) 試料(注3)(注4)(懸濁物質を含む場合には、よく振り混ぜ、懸濁物質を均一に分散させたもの) 50 ml を分解瓶(注5)に採る。
- (2) この分解瓶に水酸化ナトリウム・ペルオキシ二硫酸カリウム溶液 10 ml を加えて、直ちに密栓した後、混合する。
- (3) この分解瓶を高圧蒸気滅菌器に入れて加熱し、約 120℃ に達してから 30 分間加熱分解を行う。
- (4) 分解瓶を高圧蒸気滅菌器から取り出し、放冷する。

(注3) 試験操作は試料採取後直ちに行う。直ちに行えない場合には、10℃ 以下の暗所に保存し、できるだけ速やかに試験操作を行う。

(注4) 試料の pH が 5 ~ 9 の範囲にあり、50 ml 中の窒素量が 0.1 mg 以上の場合には、次のアの操作を行ったものを用いる。試料の pH が 5 ~ 9 の範囲になく、50 ml 中の窒素量が 0.1 mg 以上の場合には次のイの操作を行ったものを、pH が 5 ~ 9 の範囲になく、50 ml 中の窒素量が 0.1 mg 未満の場合には次のイ又はウの操作を行ったものを用いる。

ア 試料の適量(水を加えて 100 ml としたときの 50 ml 中の窒素量が 0.1 mg 未満となる量)をメスフラスコ(容量 100 ml)に採り、水を加えて 100 ml とする。

イ 試料の適量(水を加えて 100 ml としたときの 50 ml 中の窒素量が 0.1 mg 未満となる量)を採り、塩酸(1+1)又は水酸化ナトリウム溶液(4w/v%)を用いて中和した後、メスフラスコ(容量 100 ml)に移し、水を加えて 100 ml とする。

ウ 試料の適量(50 ~ 100 ml)を採り、塩酸(1+1)又は水酸化

ナトリウム溶液(4w/v%)を用いて中和する(中和に用いた塩酸(1+11)及び水酸化ナトリウム溶液(4w/v%)の量を求めておく。)
(注5) 劣化のため密栓状態を保てなくなることがあるので注意する。

第2 窒素の定量

紫外線吸光光度法、硫酸ヒドラジン還元法又は銅・カドミウムカラム還元法による。

1 紫外線吸光光度法

(1) 試薬

ア 水

規格2の(8)の(a)に定めるもの。

イ pH調整液

(3)のイの操作で溶液のpHが2~3の範囲になるように塩酸の濃度を調整したもの(注6)

ウ 窒素標準原液

硝酸カリウム(あらかじめ105~110℃で約3時間乾燥し、デシケーター中で放冷したもの)0.722gを適量の水に溶かしてメスフラスコ(容量1ℓ)に採り、水を加えて1ℓとしたもの(冷暗所に保存する。この溶液1mlは窒素0.1mgを含む。)

エ 窒素標準液

窒素標準原液を水で25倍に薄めたもの(この溶液1mlは窒素0.004mgを含む。使用時に調製する。)

(注6) 前処理後に水酸化物の沈殿を生じない試料では塩酸(1+16)を使用するが、水酸化物の沈殿の生成量により塩酸の濃度を調整す

る。海水では塩酸(1+60)を使用する。なお、(4)においては塩酸(1+500)を使用する。

(2) 器具及び装置

ア 光電分光光度計

波長220 nmで測定可能で、10 mm及び50 mmの光路長の吸収セルが使用できるもの

イ 吸収セル

10 mm及び50 mmの光路長の石英製吸収セル

(3) 試験操作

ア 第1の3の操作により得られた溶液の上澄み液(注7)25 mlをビーカー(容量50 ml)に分取する。

イ このビーカーにpH調整液5 mlを加えて溶液のpHを2~3に調整する。

ウ この溶液の一部を吸収セル(注8)に移し、波長220 nmにおける吸光度を測定する(注9)。

エ 空試験として水50 mlを分解瓶に採り、以下第1の3の(2)から(4)までの操作及び(3)のアからウまでの操作を行って吸光度を測定し(注10)、試料について得た吸光度を補正する。

オ エの操作により得られた測定値からあらかじめ(4)により作成した検量線を用いて(注11)、前処理後に分取した試料25 ml中の窒素量(mg)を求め、次式によって試料の窒素濃度を算出する(注12)。

$$\text{窒素濃度 (mg/l)} = a \times \frac{60}{25} \times \frac{1,000}{50}$$

この式において、aは検量線を用いて求めた前処理後に分取した試料25 ml中の窒素量(mg)を表す。

(注7) 水酸化物の沈殿を含まないように注意する。また、微細な懸濁物質も測定に影響するので、これらの物質を含む場合には孔径 $1\mu m$ 以下のガラス繊維ろ紙を用いてろ過し、はじめのろ液 $5\sim 10\text{ ml}$ を捨てた後のろ液を用いる。

(注8) 吸収セルに移す溶液の窒素濃度が $0.4\text{ mg}/\ell$ 以上の場合には光路長 1.0 mm の吸収セルを用い、 $0.4\text{ mg}/\ell$ 未満の場合には光路長 50 mm の吸収セルを用いる。

(注9) 波長 220 nm の光を吸収する物質はすべて妨害する。有機物は第1の3の操作により通常は分解されるので妨害しない。無機物では、クロムは $1\text{ mg}/\ell$ 程度で妨害することがある。また、臭化物イオンの影響を受けるので、試料が海水等の場合には試料中の臭化物イオンを定量し、臭化物イオンによる吸収を補正する。

(注10) 試料についての吸光度の測定に用いたものと同じ光路長の吸収セルを用いる。

(注11) ウの操作において用いた吸収セルと同じ光路長の吸収セルを用いて作成された検量線を用いる。

(注12) 第1の3の(1)の操作において(注4)のア、イ又はウの操作を行った試料を用いた場合には、次式によって試料の窒素濃度を算出する。

(i) (注4)のア又はイの操作を行った試料の場合

$$\text{窒素濃度 (mg}/\ell) = a \times \frac{60}{25} \times \frac{1,000}{50} \times \frac{100}{\text{試料量 (ml)}}$$

この式において、 a は検量線を用いて求めた前処理後に分取した試料 25 ml 中の窒素量(mg)を表す。

(ii) (注4)のウの操作を行った試料の場合

$$\text{窒素濃度 (mg/l)} = a \times \frac{60}{25} \times \frac{1,000}{50} \times \frac{\text{試料量 (ml)} + b}{\text{試料量 (ml)}}$$

この式において、a及びbは、それぞれ次の値を表す。

- a 検量線を用いて求めた前処理後に分取した試料 25 ml 中の窒素量 (mg)
- b 中和に用いた塩酸 (1+11) もしくは水酸化ナトリウム溶液 (4w/v%) の量又はこれらの合量 (ml)

(4) 検量線の作成

窒素標準液 1 ~ 50 ml を段階的にメスフラスコ (容量 100 ml) に採り、それぞれ水を加えて 100 ml とする。その 25 ml をそれぞれビーカー (容量 50 ml) に採り、(3) のイ及びウの操作を行って吸光度を測定する (注8)。別に水 25 ml をビーカー (容量 50 ml) に採り (3) のイ及びウの操作を行って吸光度を測定し (注13)、窒素標準液について得られた吸光度を補正する。窒素量 (mg) と補正した吸光度との関係線を求めることにより検量線を作成する。

(注13) 窒素標準液について吸光度の測定に用いたものと同じ光路長の吸収セルを用いる。

2 硫酸ヒドラジン還元法

(1) 試 薬

ア 水

規格 2 の (8) の (a) に定めるもの

イ 硫酸銅溶液

硫酸銅五水和物 0.08 g を水に溶かして 200 ml としたもの

ウ 硫酸亜鉛溶液

硫酸亜鉛七水和物 1.76 g を水に溶かして 200 ml としたもの

エ 銅・亜鉛溶液

硫酸銅溶液 5 ml と硫酸亜鉛溶液 5 ml を混合し、更に水を加えて 250 ml としたもの

オ 硫酸ヒドラジン溶液 (0.7 w/v%)

硫酸ヒドラジン 3.5 g を水に溶かして 500 ml としたもの

カ 硫酸ヒドラジン溶液 (0.07 w/v%)

硫酸ヒドラジン溶液 (0.7 w/v%) 20 ml に水を加えて 200 ml としたもの (使用時に調製する。)

キ スルファニルアミド溶液

スルファニルアミド 2 g を塩酸 60 ml と水約 80 ml との混合液に溶かし、更に水を加えて 200 ml としたもの

ク N-(1-ナフチル)エチレンジアミン溶液

N-(1-ナフチル)エチレンジアミン二塩酸塩 0.2 g を水に溶かして 200 ml としたもの (褐色瓶に入れて保存する。保存期間は 1 週間を限度とする。)

ケ 窒素標準液

1 の(1)のエに定めるもの

(2) 器具及び装置

ア 水浴

35 ± 1°C に温度が調節できるもの

イ 共栓付試験管 (注14)

ウ 光電分光光度計又は光電光度計

(注14) 材質及び形状が、硝酸イオンの還元率に影響するので、材質及び形状が同一のものを用いる。

(3) 試験操作

- ア 第1の3の操作により得られた溶液の上澄み液(注15)(注16) 10 ml を共栓付試験管に採る。
- イ この共栓付試験管に銅・亜鉛溶液を 1 ml を加えてよく振り混ぜた後、硫酸ヒドラジン溶液(0.07 w/v%) 1 ml を加えてよく振り混ぜる。
- ウ この共栓付試験管を $3.5 \pm 1^\circ\text{C}$ の水浴中に移し 2 時間放置した後、水浴より取り出す。
- エ この共栓付試験管にスルフェニルアミド溶液 1 ml を加えてよく振り混ぜ、5 分間放置した後、N-(1-ナフチル)エチレンジアミン溶液 1 ml を加えてよく振り混ぜ、室温で 20 分間放置する。
- オ この溶液の一部を吸収セルに移し、波長 540 nm における吸光度を測定する。
- カ 空試験として水 50 ml を分解瓶に採り、第1の3の(2)から(4)までの操作及び(3)のアからオまでの操作を行って吸光度を測定し、試料について得た吸光度を補正する。
- キ カの操作により得られた測定値からあらかじめ(4)により作成した検量線を用いて試料中の窒素量 (mg) を求め、次式によつて試料の窒素濃度を算出する(注17)。

$$\text{窒素濃度 (mg/l)} = a \times \frac{1,000}{50}$$

この式において、a は検量線を用いて求めた試料 50 ml 中の窒素量 (mg) を表す。

(注15) 水酸化物の沈殿を含まないように注意する(必要に応じ孔径 $1\mu\text{m}$ 以下のガラス繊維ろ紙でろ過し、はじめのろ液 5~10 ml を捨てた後のろ液を用いる)。

(注16) 第1の3の(1)の操作において分解瓶に採取した試料 5.0 ml 中の窒素量が 0.02 mg 以上の場合には、上澄み液の適量をメスフラスコ (容量 100 ml) に採り、水酸化ナトリウム溶液 (4w/v%) 5 ml を加えた後、水を加えて 100 ml としたものをを用いる。

(注17) 第1の3の(1)の操作において(注4)のア、イ又はウの操作を行った試料を用いた場合には、次式によって試料の窒素濃度を算出する。

(i) (注4)のア又はイの操作を行った場合

$$\text{窒素濃度 (mg/l)} = a \times \frac{1,000}{50} \times \frac{100}{\text{試料量 (ml)}}$$

この式において a は検量線を用いて求めた分解瓶に採取した試料 5.0 ml 中の窒素量 (mg) を表す。

(ii) (注4)のウの操作を行った場合

$$\text{窒素濃度 (mg/l)} = a \times \frac{1,000}{50} \times \frac{\text{試料量 (ml)} + b}{\text{試料量 (ml)}}$$

この式において、a 及び b はそれぞれ次の値を表す。

a 検量線を用いて求めた分解瓶に採取した試料 5.0 ml 中の窒素量 (mg)

b 中和に用いた塩酸 (1+1) もしくは水酸化ナトリウム溶液 (4 w/v%) の量又はこれらの合量 (ml)

また、(3)のアの操作において(注16)の操作を行った溶液を用いた場合には、キの操作における窒素濃度の算出式及び上記(i)、(ii)における窒素濃度の算出式中の $\frac{1,000}{50}$ に代えて $\frac{1,000}{50} \times \frac{100}{c}$ (c はメスフラスコ (容量 100 ml) に採取した上澄み液の量 (ml)) を用いる。

ただし、キの算出式において、a は検量線を用いて求めた(3)のアの操作において上澄み液を希釈しなかった場合の試料 5.0 ml 中の窒素

量 (mg) を表し、上記 (i) 及び (ii) の算出式において、 a は検量線を用いて求めた (3) のアの操作において上澄み液を希釈しなかった場合の分解瓶に採取した試料 50 ml 中の窒素量 (mg) を表す。

(4) 検量線の作成

窒素標準液 $1 \sim 10 \text{ ml}$ を段階的にメスフラスコ (容量 100 ml) に採り、それぞれ水を加えて 100 ml とする。その 50 ml をそれぞれ分解瓶に採り、第 1 の 3 の (2) から (4) までの操作及び (3) のアからカまでの操作を行い、得られた測定値をもとに窒素量と吸光度との関係線を求めることにより検量線を作成する。

備考

(1) 試料が海水等の場合、共存する無機物の影響により、硝酸イオンの還元率が窒素標準液の場合と異なる。このため、このような試料では本文 (3) の方法に代えて次の標準添加法による。

ア 試料 (注 3) (注 18) (懸濁物質を含む場合には、よく振り混ぜ、懸濁物質を均一に分散させたもの) 40 ml を分解瓶 (注 5) に採り、水 10 ml を加える。

イ 以下、第 1 の 3 の (2) から (4) までの操作を行う。

ウ イの操作により得られた溶液の上澄み液 (注 15) (注 19) 10 ml を共栓付試験管に採る。

エ 以下、本文 (3) のイからオまでの操作を行う。

オ エの操作により得られた測定値から、あらかじめカにより作成した検量線を用いて試料中の窒素量 (mg) を求める。別に空試験として水 50 ml を分解瓶に採り、以下、イからエまでの操作を行い、次式によって試料の窒素濃度を算出する (注 20)。

$$\text{窒素濃度 (mg/l)} = (a - b) \times \frac{1,000}{40}$$

この式において、*a*及び*b*は、それぞれ次の値を表す。

a 検量線を用いて求めた分解瓶に採取した試料 40 ml 中の窒素量 (mg)

b 本文(4)により作成した検量線を用いて求めた空試験により得られた補正值 (mg)

カ 本文 1 の (1) のウに定める窒素標準原液を水で 50 倍に薄めた溶液 (この溶液 1 ml は窒素 0.002 mg を含む。使用時に調製する。) 1~8 ml を段階的に分解瓶に採る。この分解瓶に試料 (注 3) (注 21) 40 ml を採取し、分解瓶中の液量が 50 ml になるように水を添加した後、以下、イからエまでの試料について行った操作と同様の操作を行い吸光度を測定し、この測定値を先に試料についてエの操作により得られた測定値により補正する。この補正した吸光度をもとに窒素量と吸光度の関係線を求めることにより検量線を作成する。

(注 18) 試料の pH が 5~9 の範囲にあり、40 ml 中の窒素量が 0.01 mg 以上の場合には、次のアの操作を行ったものを用いる。試料の pH が 5~9 の範囲になく、40 ml 中の窒素量が 0.01 mg 以上の場合には次のイの操作を行ったものを、pH が 5~9 の範囲になく、40 ml 中の窒素量が 0.01 mg 未満の場合には次のイ又はウの操作を行ったものを用いる。

ア 試料の適量をメスフラスコ (容量 100 ml) に採り、水を加えて 100 ml とする。

イ 試料の適量を採り、塩酸 (1+11) 又は水酸化ナトリウム溶液 (4 w/v%) を用いて中和した後、メスフラスコ (容量 100 ml) に移し、水を加えて 100 ml とする。

ウ 試料の適量を採り、塩酸 (1+11) 又は水酸化ナトリウム溶液 (4

w/v%)を用いて中和する(中和に用いた塩酸(1+11)及び水酸化ナトリウム溶液(4w/v%)の量を求めておく。)

(注19) イの操作により得られた溶液中にマグネシウムイオンが含まれると硝酸イオンの還元を妨害するので、この場合には分解瓶中の試料に水酸化ナトリウム溶液(4w/v%)の適量を加え、溶液のpHを12.6~12.8とした後の上澄み液を用いる。

(注20) アの操作において、(注18)のア、イ又はウの操作を行った試料を用いた場合には、次式によって試料の窒素濃度を算出する。

(i) (注18)のア又はイの操作を行った試料の場合

$$\text{窒素濃度 (mg/l)} = (a - b) \times \frac{1,000}{40} \times \frac{100}{\text{試料量 (ml)}}$$

この式において、a及びbは、それぞれ次の値を表す。

- a 検量線を用いて求めた分解瓶に採取した試料40 ml中の窒素量(mg)
- b 本文(4)により作成した検量線を用いて求めた空試験により得られた補正值(mg)

(ii) (注18)のウの操作を行った場合

$$\text{窒素濃度 (mg/l)} = (a - b) \times \frac{1,000}{40} \times \frac{\text{試料量 (ml)} + c}{\text{試料量 (ml)}}$$

この式において、a、b及びcはそれぞれ次の値を表す。

- a 検量線を用いて求めた分解瓶に採取した試料40 ml中の窒素量(mg)
- b 本文(4)により作成した検量線を用いて求めた空試験により得られた補正值(mg)
- c 中和に用いた塩酸(1+11)もしくは水酸化ナトリウム溶液(4

(注20) 0.1g (8w/v%)の量又はこれらの合量 (ml.) を用いる。

(注21) アの操作において(注18)の操作を行った場合には、(注18)の操作を行ったものを用いる。

3 銅・カドミウムカラム還元法

(1) 試薬

ア 水

規格2の(8)の(a)に定めるものを用いる。

イ 塩酸(1+11)

ウ 塩化アンモニウム・アンモニア溶液

塩化アンモニウム100gを水約700mlに溶かした後、アンモニア水50mlを加え、更に水を加えて1ℓとしたものを用いる。

エ カラム活性化液

水約700mlに水酸化ナトリウム溶液(8w/v%)70mlを加えたものにエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム二水和物3.8g、硫酸銅五水和物12.5gを溶かし、更に水酸化ナトリウム溶液(8w/v%)を滴加して溶液のpHを7とした後、水を加えて1ℓとしたもの。

オ 銅・カドミウムカラム充てん剤

次により調製したもの(注22)(注23)。

微粒状金属カドミウム(粒径0.5~2mm)約40gを三角フラスコ300mlに採り、塩酸(1+5)約50mlを加えてよく振り混ぜ、カドミウムの表面を洗浄し、洗液を流出させた後、水100mlずつを用いて5回カドミウムを洗浄する。次いで硝酸(1+39)約50mlを加えてよく振り混ぜ、カドミウムの表面を洗浄し、洗液を流出させる。この操作を2回行う。水約100mlずつを用いて5回カドミウムを洗浄

した後、カラム活性化液 200 ml を加え 24 時間放置し、カドミウムの表面に金属銅の被膜を形成させる。

カ スルファニルアミド溶液

2 の(1)のキに定めるもの

サ N-(1-ナフチル)エチレンジアミン溶液

2 の(1)のクに定めるもの

シ 窒素標準液

1 の(1)のウに定める窒素標準原液を水で 50 倍に薄めたもの(この溶液 1 ml は窒素 0.002 mg を含む。使用時に調製する。)

ス 亜硝酸イオン標準原液

デシケーター中に 24 時間放置し乾燥させた亜硝酸ナトリウム 0.4929 g を適量の水に溶かしてメスフラスコ(容量 1 l)に採り、水を加えて 1 l としたもの(この溶液 1 ml は窒素 0.1 mg を含む。冷暗所に保存する。)

セ 亜硝酸イオン標準液

亜硝酸イオン標準原液を水で 50 倍に薄めたもの(この溶液 1 ml は窒素 0.002 mg を含む。使用時に調製する。)

(注22) 市販の銅・カドミウムカラム充てん剤を用いてもよい。

(注23) 調製時の廃液中にはカドミウムが含まれるのでその管理に留意する。

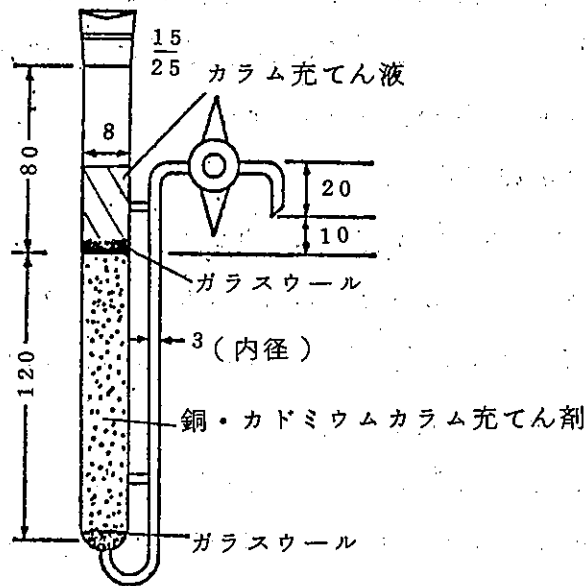
(2) 器具及び装置

ア 銅・カドミウムカラム

次により調製したもの(図 1 に一例を示す。)(注23)

カラムの下部にガラスウールを詰め、カラム充てん液(塩化アンモニウム・アンモニア溶液を水で 10 倍に薄めたもの)を満たした後、

銅・カドミウムカラム充てん剤を流し入れ、充てんした後（銅・カドミウムカラム充てん剤を空気に触れさせないように注意する。）、銅・カドミウムカラム充てん剤の上部にガラスウールを詰める。次いでカラム充てん液 100 ml を流下させた後、1の(1)のウの窒素標準原液をカラム充てん液で 50 倍に薄めたものを毎分約 10 ml の流量で 200 ml 流下させ更にカラム充てん液 100 ml を流下させる。



(単位 mm)

図1 銅・カドミウムカラムの一例

1. 光電分光光度計又は光電光度計

(3) 試験操作

ア 第1の3の操作により得られた溶液に塩酸(1+11) 10 ml を加えてよく振り混ぜた後、この溶液をメスフラスコ(容量 100 ml)(注24)に移す。

イ 分解瓶の内壁を少量の水で洗浄して洗液をメスフラスコに加える。

この操作を数回繰り返す。

ウ このメスフラスコに塩化アンモニウム・アンモニア溶液 10 ml (注24)を加え、更に水を加えて 100 ml (注24)とし還元用溶液とする。

エ 還元用溶液 5 ml を銅・カドミウムカラムに加え、流出液をメスシリンダーに受ける(流量は毎分約 10 ml とする。以下同じ。)。更に還元用溶液 5 ml を銅・カドミウムカラムに加え、流出液をメスシリンダーに受けた後、流出液を捨てる(流出液にはカドミウムが含まれるので廃液の管理に留意する。以下同じ。)。更に還元用溶液 50 ml を加え、メスシリンダーの流出液が 20 ml になったらこれを捨て、その後の流出液 30 ml を集める。

オ この流出液 10 ml を試験管に採り、2の(3)のエ及びオの操作を行う。

カ 空試験として水 50 ml を分解瓶に採り、第1の3の(2)から(4)までの操作及び(3)のアからオまでの操作を行って吸光度を測定し、試料について得た吸光度を補正する。

キ カの操作により得られた測定値から、あらかじめ(4)により作成した検量線を用いて還元用溶液中の窒素量 (mg) を求め、次式によって試料の窒素濃度を算出する(注25)。

$$\text{窒素濃度 (mg/l)} = a \times \frac{1,000}{50}$$

この式において、a は検量線を用いて求めた還元用溶液 100 ml 中の窒素量 (mg) を表す。

(注24) 第1の3の(1)の操作において採取された試料 50 ml 中の窒素量が 0.02 mg 以上の場合には、アの操作においてメスフラスコ(容量 200 ~ 500 ml)を用い、ウの操作において塩化アンモニウム・アンモニア溶液を最終液量 100 ml 当たり 10 ml となるように添加した後、水を

標線まで加えたものを還元用溶液とする（溶液の pH を 8.5 ~ 9.0 とする。）。

(注25) 第1の3の(1)の操作において(注4)のア、イ、又はウの操作を行った試料を用いた場合には、次式によって試料の窒素濃度を算出する。

(i) (注4)のア又はイの操作を行った場合

$$\text{窒素濃度 (mg/l)} = a \times \frac{1,000}{50} \times \frac{100}{\text{試料量 (ml)}}$$

この式において a は検量線を用いて求めた還元用溶液 100 ml 中の窒素量 (mg) を表す。

(ii) (注4)のウの操作を行った場合

$$\text{窒素濃度 (mg/l)} = a \times \frac{1,000}{50} \times \frac{\text{試料量 (ml)} + b}{\text{試料量 (ml)}}$$

この式において、a 及び b はそれぞれ次の値を表す。

a 検量線を用いて求めた還元用溶液 100 ml 中の窒素量 (mg)

b 中和に用いた塩酸 (1+11) もしくは水酸化ナトリウム溶液 (4 w/v%) の量又はこれらの合量 (ml)

また、(3)のアの操作において(注24)に定めるメスフラスコを用いた場合には、キの操作における窒素濃度の算出式中及び上記(i)、(ii)における窒素濃度の算出式中の $\frac{1,000}{50}$ に代えて $\frac{1,000}{50} \times \frac{c}{100}$ (c は(3)のアの操作において用いたメスフラスコの容量 (ml)) を用いる。

(4) 検量線の作成

窒素標準液 1 ~ 10 ml を段階的にメスフラスコ (容量 100 ml) に採り、以下(3)のウからオまでの操作により吸光度を測定する。別にメスフラスコ (容量 100 ml) を用意し、(3)のウからオまでの操作により吸光度を測定し、先に測定した吸光度を補正する。この補正した吸光度をも

とに窒素量と吸光度との関係線を求めることにより検量線を作成する（注26）。

（注26）銅・カドミウムカラムは使用に伴い劣化し、硝酸イオンの還元率が低下する。このため亜硝酸イオン標準液 10 ml をメスフラスコ（容量 100 ml）に採り、(3)のウからオまでの操作を行い得られた測定値と比較することにより硝酸イオンの還元率を求める。還元率が 90% 以下になったらカラム活性化液 200 ml を銅・カドミウムカラムに流して再生する（廃液中にはカドミウムが含まれるのでその管理に留意する。）。

備 考

- 1 第2の1、2又は3の(3)の操作に代えて自動定量装置を用いる方法により測定することができる。
- 2 第1及び第2の方法に代えて第1及び第2の方法により得られる測定値と同等の測定値が得られる全窒素自動測定器を用いる方法により測定することができる。
- 3 この測定方法における用語の定義その他でこの測定方法に定めのない事項については、日本工業規格に定めるところによる。

B. 燐の測定方法

1 試薬

(1) 水

規格2の(8)の(a)に定めるもの

(2) ペルオキソ二硫酸カリウム溶液

ペルオキソ二硫酸カリウム4gを水に溶かして100mlとしたもの

(3) モリブデン酸アンモニウム溶液

水約300mlにモリブデン酸アンモニウム四水和物6g及びタルトラトアンチモン(Ⅲ)酸カリウム0.24gを溶かしたものに、硫酸(2+1)120mlを加えた後、水を加えて500mlとしたもの

(4) L-アスコルビン酸溶液

L-アスコルビン酸7.2gを水に溶かして100mlとしたもの(注1)

(5) 発色試薬

モリブデン酸アンモニウム溶液及びL-アスコルビン酸溶液を容量比5対1の割合で混合したもの(使用時に調製する。)

(6) リン標準原液

りん酸二水素カリウム(あらかじめ105~110℃で約3時間乾燥し、デシケーター中で放冷したもの)0.2197gを水に溶かして1ℓとしたもの(冷暗所に保存する。この溶液1mlはりん0.05mgを含む。)

(7) リン標準液(A)

りん標準原液を水で10倍に薄めたもの(この溶液1mlはりん0.005mgを含む。使用時に調製する。)

(8) りん標準液(B)

りん標準液(A)を水で10倍に薄めたもの(この溶液1mlはりん0.0005mgを含む。使用時に調製する。)

(注1) 保存は10℃以下で行うとよい。ただし、色の着いたものは使用しない。

2 器具及び装置

(1) 分解瓶

耐熱、耐圧のガラス瓶(容量約100ml)で高圧蒸気滅菌器中(約120℃)で使用できるもの(注2)

(2) 高圧蒸気滅菌器

約120℃に加熱できるもの又はこれと同等の機能を有するもの

(3) 光電分光光度計又は光電光度計

10mm及び50mmの光路長の吸収セルが使用できるもの

(注2) ガラス製アンプル(容量約100ml)で高圧蒸気滅菌器中(約120℃)で使用できるものを用いてもよい。

3 試験操作

(1) 試料(注3)(注4)(懸濁物質を含む場合には、よく振り混ぜ均一に分散させたもの)50mlを分解瓶に採る。

(2) この分解瓶にペルオキソ二硫酸カリウム溶液10mlを加え、密栓して混合した後、高圧蒸気滅菌器に入れて加熱し、約120℃に達してから30分間加熱分解を行う。

(3) 分解瓶を高圧滅菌器から取り出し、放冷後、上澄み液(注5)(注6)25mlを共栓付試験管に分取する。

- (4) この共栓付試験管に発色試薬 2 ml を加えて混合し、20～40℃(注7)で15分間放置する。
- (5) 共栓付試験管中の溶液の一部を吸収セル(注8)に移し、波長880mmにおける吸光度を測定する(注9)。
- (6) 空試験として水50mlを分解瓶に採り、以下(2)から(5)までの操作を行って吸光度を測定し(注10)、試料について得た吸光度を補正する。
- (7) (6)の操作により補正された測定値から、あらかじめ4により作成した検量線を用いて(注11)、分解操作後に分取した試料25ml中のりん量(ml)を求め、次式によって試料のりん濃度を算出する(注12)。

$$\text{りん濃度 (mg/l)} = a \times \frac{6.0}{2.5} \times \frac{1.000}{5.0}$$

この式においてaは検量線を用いて求めた分解操作後に分取した試料25ml中のりん量(mg)を表す。

(注3) 試験操作は試料採取後直ちに行う。直ちに行えない場合には、10℃以下の暗所に保存し、できるだけ速やかに試験操作を行う。

(注4) 試料がpHが5～9の範囲にあり、50ml中のりん量が0.06mg以上の場合には、次のアの操作を行ったものを用いる。試料のpHが5～9の範囲になく、50ml中のりん量が0.06mg以上の場合には次のイの操作を行ったものを、pHが5～9の範囲になく、50ml中のりん量が0.06mg未満の場合には次のイ又はウの操作を行ったものを用いる。

ア. 試料の適量(水を加えて100mlとしたときの50ml中のりん量が0.06mg未満となる量)をメスフラスコ(容量100ml)に採り、水を加えて100mlとする。

イ. 試料の適量(水を加えて100mlとしたときの50ml中のりん

量が0.06 mg未満となる量)を採り、硫酸(1+35)又は水酸化ナトリウム溶液(4w/v%)を用いて中和した後、メスフラスコ(容量100 ml)に移し、水を加えて100 mlとする。

ウ、試料の適量(50~100 ml)を採り、硫酸(1+35)又は水酸化ナトリウム溶液(4w/v%)を用いて中和する(中和に用いた硫酸(1+35)及び水酸化ナトリウム溶液(4w/v%)の量を求めておく。)

(注5)上澄み液に濁りが認められる場合には、ろ紙5種C又は孔径1 μ m以下のガラス繊維ろ紙を用いてろ過し、はじめの5~10 mlを捨てた後のろ液を用いる。

(注6)塩化物イオンを含む試料では塩素が生成することがある。この場合には、モリブデン青の発色の妨害となるので、分解後の溶液に亜硫酸水素ナトリウム溶液(5w/v%)1 mlを加える。

(注7)(7)の操作において用いる検量線の作成時に用いた発色温度と同じ温度を用いる。

(注8)(1)の操作により分解瓶に採取した試料のりん濃度が0.1 mg/l以上の場合には光路長10 mmの吸収セルを用い、0.1 ml/l未満の場合には光路長50 mmの吸収セルを用いる。

(注9)光電分光光度計又は光電光度計が、波長880nmにおける吸光度の測定に適さない場合には、波長710nmにおける吸光度を測定する。

(注10)試料についての吸光度の測定に用いたものと同じ光路長の吸収セルを用いる。

(注11)(5)の操作において用いた吸収セルと同じ光路長の吸収セルを用いて作成された検量線を用いる。

(注12)(1)の操作において(注4)のア、イ又はウの操作を行った試料

を用いた場合には、次式によって試料のりん濃度を算出する。

(i) (注4)のア又はイの操作を行った場合

$$\text{りん濃度 (mg/l)} = a \times \frac{6.0}{2.5} \times \frac{1,000}{5.0} \times \frac{1.00}{\text{試料量 (ml)}}$$

この式において a は検量線を用いて求めた分解操作後に分取した試料 2.5 ml 中のりん量 (mg) を表す。

(ii) (注4)のウの操作を行った場合

$$\text{りん濃度 (mg/l)} = a \times \frac{6.0}{2.5} \times \frac{1,000}{5.0} \times \frac{\text{試料量 (ml)} + b}{\text{試料量 (ml)}}$$

この式において、a 及び b は、それぞれ次の値を表す。

a. 検量線を用いて求めた分解操作後に分取した試料
2.5 ml 中のりん量 (mg)

b. 中和に用いた硫酸 (1+3.5) もしくは水酸化ナトリウム溶液 (4w/v%) の量又はこれらの合量 (ml)

また、(3)の操作において(注6)の操作を行った場合には、(7)の操作におけるりん濃度の算出式及び上記(i)、(ii)におけるりん濃度の算出式中の $\frac{6.0}{2.5}$ に代えて $\frac{6.1}{2.5}$ を用いる。

4 検量線の作成

りん標準液(A)又はりん標準液(B) 1~2.0 ml を段階的にメスフラスコ (容量 10.0 ml) に採り、それぞれ水を加えて 10.0 ml とする。その 2.5 ml をそれぞれ共栓付試験管に採り、3の(4)及び(5)の操作を行って吸光度を測定する(注13)。別に水 2.5 ml を共栓付試験管に採り、3の(4)及び(5)の操作を行って吸光度を測定し(注14)、りん標準液(A)又はりん標準液(B)について得られた吸光度を補正する。りん量 (mg) と補正した吸光度との関係線を求めることにより

検量線を作成する。

(注13)りん標準液(A)を用いた場合には、吸光度の測定には光路長10mmの吸収セルを使用し、りん標準液(B)を用いた場合には、光路長50mmの吸収セルを使用する。

(注14)りん標準液(A)又はりん標準液(B)についての吸光度の測定に用いたものと同じ路長の吸収セルを用いる。

備 考

1. 試料のりん濃度が低く本文の方法では十分な定量精度が得にくい場合には、本文3の(1)の操作に代えて次の加熱濃縮操作を行うか、本文3の方法に代えて次のモリブデン青溶媒抽出法による。

(1) 加熱濃縮操作

ア、試料(注3)(懸濁物質を含む場合には、よく振り混ぜ、均一に分散させたもの)250ml(又は100~250mlの一定量)をビーカー(容量200~500ml)に採る。

イ、このビーカーに硫酸(2+1)1~2滴を加えた後、ホットプレート上で、液量が50ml以下になるまで加熱濃縮する。

ウ、この溶液を水酸化ナトリウム溶液(4w/v%)を用いて中和した後の全量を分解瓶に移し、水を加えて50mlとする(あらかじめ分解瓶の50mlの位置に印を付しておく。)。

ただしこの操作を行った場合には、本文3の(7)の操作におけるりん濃度の算出式中の $\frac{1,000}{50}$ に代えて $\frac{1,000}{\text{試料量}(ml)}$ を用いる。

(2) モリブデン青溶媒抽出法

ア、本文3の(1)及び(2)の操作を行った後、分解瓶を高圧蒸気滅菌器か

ら取り出す。

イ. 分解瓶中の溶液(注6.)を分液漏斗(容量100ml)に移した後、分解瓶を水10mlで洗浄し、洗液を分液漏斗に合わせる。

ウ. この分液漏斗に発色試薬5.5mlを加えて混合し、20~40℃(注1.5)で1.5分間放置する。

エ. この分液漏斗に2,6-ジナチル-4-ペンタノン(ジイソブチルケトン(DIBK))5mlを加えて約10分間振り混ぜる。

オ. 静置後水層を捨て、DIBK層(注1.6.)の一部を光路長10mmの吸収セルに移し、波長640nmにおける吸光度を測定する。

カ. 空試験として水50mlを分解瓶に採り、本文3の(2)の操作を行った後、高圧蒸気滅菌器から取り出し、以下イからオまでの操作を行って吸光度を測定し、試料について得た吸光度を補正する。

キ. カの操作により得られた測定値からあらかじめクにより作成した検量線を用いて試料中のりん量(mg)を求め、次式によって試料のりん濃度を算出する。

$$\text{りん濃度 (mg/l)} = a \times \frac{1,000}{\text{試料量 (ml)}}$$

この式においてaは検量線を用いて求めた試料中のりん量(mg)を表す。

ク. りん標準液(B)1~2.5mlを段階的にメスフラスコ(容量100ml)に採り、それぞれ水を加えて100mlとする。この50mlをそれぞれ分液漏斗(容量100ml)に採り、水2.0mlを加えた後、ウからオまでの操作を行い吸光度を測定する。別に空試験として水70mlを分液漏斗(容量100ml)に採り、ウからオまでの操作を行って吸光度を測定し、りん標準液(B)について得た吸光度を補正する。りん量(mg)

と補正した吸光度との関係線を求めることにより検量線を作成する。

(注15) キの操作において用いる検量線の作成時に用いた発色温度と同じ温度を用いる。

(注16) DIBK層に水滴等による濁りが認められる場合には、ろ紙5種C (あらかじめDIBKで洗浄し、乾燥させたもの)で速やかにろ過した後のろ液を用いる。

2. 本文3の(1)及び(2)の操作で分解しにくいりん化合物を含む試料については次の(1)又は(2)による。

(1) 硝酸・過塩素酸分解法

ア. 試料(注3)(懸濁物質を含む場合には、よく振り混ぜ均一に分散させたもの)の適量(注17)をビーカーに採る。

イ. このビーカーに硝酸を加えて弱酸性とし、ホットプレート上で静かに加熱して15~20 mlに濃縮する。

ウ. この濃縮液に硝酸2~5 mlを加えて再び加熱し、約10 mlまで濃縮する。更に硝酸2 mlを加えて加熱し、約10 mlまで濃縮した後、放冷する。

エ. この濃縮液に過塩素酸(60%)5 ml(注18)を少量ずつ加えた後加熱し、過塩素酸の白煙が発生し始めたらビーカーを時計皿で覆い、過塩素酸の白煙がビーカーの内壁を還流する状態に保つ(注19)(注20)。

オ. 放冷後、水約30 mlを加え、必要なら加熱して可溶性塩を溶かした後(注21)、指示薬としてp-ニトロフェノール溶液(0.1w/v%)数滴を加え、はじめに水酸化ナトリウム溶液(20w/v%)を、続いて水酸化ナトリウム溶液(4w/v%)を加えて溶液がわずかに黄色

ア. 指示薬を指示すまで中和する。
イ. この溶液をメスフラスコ（容量 50 ml）に移し、水を加えて 50 ml とする。

キ. この溶液 2.5 ml を共栓付試験管に分取し（注 2 2）、以下本文 3 の(4)及び(5)の操作を行い、吸光度を測定する。

ク. 空試験としてアの操作において採取した試料と同量の水をビーカーに採り、以下イからキまでの操作を行って吸光度を測定し（注 10）、試料について得た吸光度を補正する。

ケ. クの操作により補正された測定値から、あらかじめ本文 4 により作成した検量線を用いて（注 1 1）、分解操作後に分取した試料 25 ml 中のりん量（mg）を求め、次式によって試料のりん濃度を算出する（注 2 3）。

$$\text{りん濃度 (mg)} = a \times \frac{50}{25} \times \frac{1,000}{\text{試料量 (ml)}}$$

この式において a は検量線を用いて求めた分解操作後に分取した試料 25 ml 中のりん量（mg）を表す。

(2) 硝酸・硫酸分解法

ア. (1)のア及びイの操作を行う。

イ. アの操作により得られた濃縮液に硫酸（1+1）2 ml（注 1 8）及び硝酸 2～5 ml を加え、加熱して硫酸白煙が発生するまで濃縮し、更に加熱して硫酸白煙を短時間強く発生させ、放冷する。

ウ. この濃縮液に硝酸 5 ml を加え、再び硫酸白煙が発生するまで加熱する（注 2 0）。

エ. 以下(1)のオからキまでの操作を行う。

オ. 空試験としてアの操作において採取した試料と同量の水をビーカー

ーに採り、(1)のイの操作を行った後、以下イからエまでの操作を行って吸光度を測定し(注10)、試料について得た吸光度を補正する。

カ. オの操作により補正された測定値から、あらかじめ本文4により作成した検量線を用いて(注11)、分解操作後に分取した試料25 ml中のりん量(mg)を求め、(1)のケの操作におけるりん濃度の算出式によって試料のりん濃度を算出する(注23)。

(注17) 試料の採取量は通常50 mlとするが、試料のりん濃度が低い場合には50 ml以上の一定量を採取してもよい。また、多量の塩化物イオンを含む試料で、りん濃度が高い場合には、加熱濃縮の操作を容易にするために50 ml以下の一定量を採取してもよい。

(注18) 試料に多量の塩化物イオンが含まれる場合には、その当量よりも多くなる量を加える。

(注19) 過塩素酸による加熱分解操作は試料の種類によっては爆発の危険があるため、次のようなことに注意する。

- (i) 過塩素酸を添加する前に、(1)のイ及びウの操作により、分解し易い有機物は、熱硝酸によって十分分解しておく。
- (ii) 過塩素酸の添加は、濃縮液を必ず放冷した後に行う。
- (iii) 必ず硝酸を共存させた状態で加熱分解を行う。
- (iv) 濃縮液を乾固させない。

(注20) このときまでに有機物が分解されず、溶液に色が残った場合には、再び硝酸2 mlを加え、加熱を繰り返す。

(注21) 加熱しても不溶解物が残った場合には、ろ紙5種C又は孔径1 μm 以下のガラス繊維ろ紙を用いてろ過し、少量の水で洗浄し

た後、ろ液及び洗液を合わせる。

(注22) 分取する溶液の25 ml中のりん量が0.025 mg以上になる場合には、この溶液の適量(水を加えて25 mlとしたときの25 ml中のりん量が0.025 mg未満となる量)を共栓付メスシリンダー(容量50 ml)に分取し、水を加えて25 mlとする。

(注23) (1)のキの操作において(注22)の操作を行った場合には、(1)のケの操作におけるりん濃度の算出式中の $\frac{50}{25}$ に代えて $\frac{50}{b}$ (bは(1)のキの操作において共栓付メスシリンダーに分取した溶液量(ml))を用いる。

3. 本文3の(3)から(7)までの操作に代えて自動定量装置を用いる方法により測定することができる。
4. 本文3の操作に代えて本文3の操作により得られる測定値と同等の測定値が得られる全りん自動測定器を用いる方法により測定することができる。
5. この測定方法における用語の定義その他でこの測定方法に定めのない事項については、日本工業規格に定めるところによる。