

# 湖底堆積物をしらべる

(2)

水野篤行

をとわず 大量の試料を得るのに適しています。

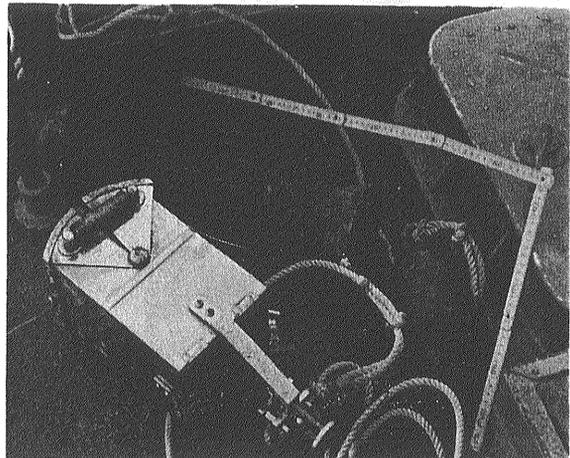
## 採 泥

**採泥器** 第47図は2つの型の採泥器をしめています。1つは真ちゅう製の**エクマンバージ採泥器**でつかみとり式です。他の1つは鉄製の**円筒形採泥管**で底曳式です。前者はある地点の堆積物のある一定面積の範囲をそのままの形でつかみとってきます。底棲動物の定量的研究あるいは堆積物の表面部の観察するのに欠かせないものです。残念なことに泥底には十分有効ですが砂礫底あるいは大きな貝のいるようなところではあまり役に立ちません。いっぽう採泥管はどこでもつかえますが定量的研究や堆積状態そのままの形の観察が不可能です。かつ底曳のためにある水平距離の間の堆積物が得られることになります。しかし両方も片手ないしせいぜい両手で持てる位の重量なのでウインチを使わずに操作ができまた小型の船でも楽につかうことができます。第48図は別の型の採泥器で着底すると同時にばねがはずれて底質をつかんでくるものです。ほかにも各種の採泥器がありますが以下前2者について簡単にのべることにします。

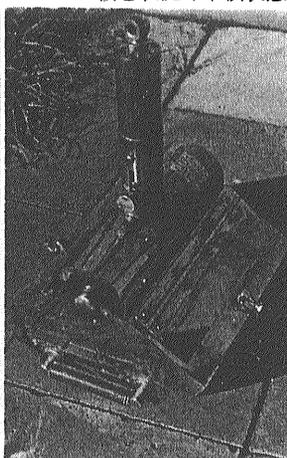
第49図は採泥管を船首から水中に投入するところ第50図は着底後それをひきずりながら船尾にひきあげる作業です。投入する場合にロープの一端を船上のどこかに結んでおかないと採泥管をおとしてしまうという危険があります。船の長さにもよりますが10t程度の船の場合には水深7~8mまでは船首から船尾まで歩くだけでいたい採泥できますがそれ以上の深さになると船自体を動かす必要があるようです。砂底 泥底

第51—54図はエクマンバージ採泥器による一連の採泥作業を示しています。口を開いた状態で水中に入れ静かに垂直に着底させます。着底後にワイヤーを通じて上からメッセンジャーを落させ口をしめてから引き上げます。第51図はワイヤーだけで吊っていますが細いワイヤーはとかくキンク(ねじれ節ができること)しやすくそこから切れるおそれがあるので第52図のように補助ロープ(1端を船上にくくりつけて採泥器をおとす危険のないようにする)を横につけ(メッセンジャーの関係でワイヤーの代わりに太いロープをつかうことが不可能)採泥器の上げ下しはロープに頼りワイヤーはメッセンジャーを落すことだけに用いるのがよいでしょう。砂礫底ではほとんど堆積物が上ってこないこともあります。やわらかい泥底の場合にはうまく行くと採泥器の高さの分だけ泥がつかまれてくることがあります。垂直に着底させかつ着底してから一回少し引き上げてさらに垂直に勢よく落すようにするのがコツのようです。垂直に落すためには舟を定位置にしつかりと固定させるのが大切です。

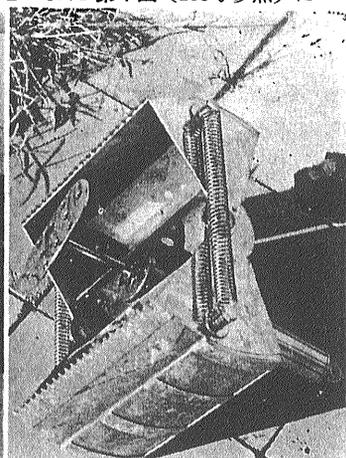
堆積物をそのままの状態を観察するためには採泥器の口をあげる時に両方の口を全く同時にかつゆっくりとあげながら堆積物がそのまますっぽりとバケツのなかに落ちるようにすることが必要です。このようにすると第55・56図に示すような泥の表面(=湖底面)での生物の棲息状況や堆積状態をまた第1図(138号参照)に



第47図 エクマンバージ採泥器と円筒形採泥管



第48図-1 山村式採泥器

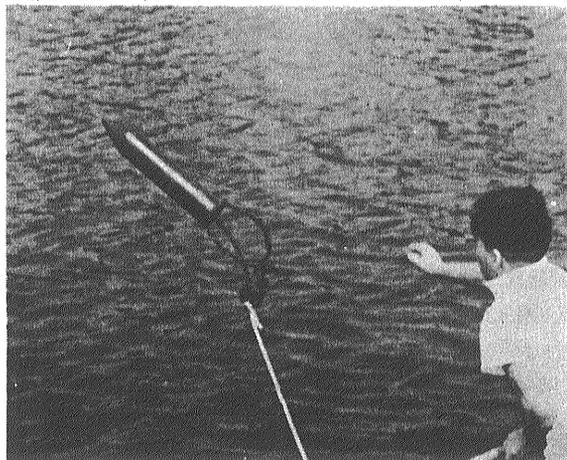


第48図-2 山村式採泥器 着底と同時に口が自動的に閉じる ときに砂底に適しているようである

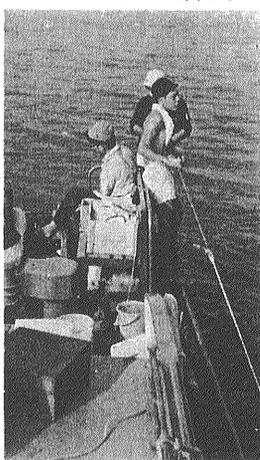
示したような湖底面下でのそれらを確実に観察することが可能となります。また必要に応じて層別にかけて泥をサンプリングすることもできます。

**測定と観察** サンプリングの前に必要な測定・観察をしなければならないことはもちろんです。

まず ただちに棒温度計を泥にさしこんで泥温を測定します。けい帯用の pH メータ・Eh メータがもしあれば電極を泥にさしこんで それぞれ pH・Eh のデータをとっておくとよいと思います（現地実験室でやってもよいがポリ袋に試料をいれる時には変化の可能性があるので できれば採泥時にやるとよい。ただ メータ



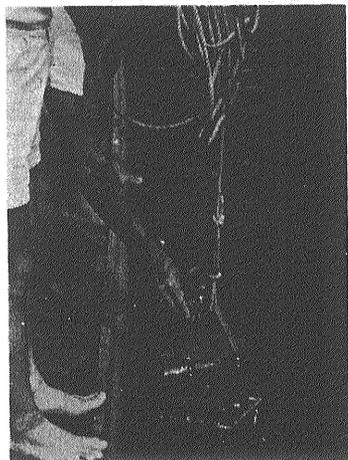
第49図 採泥する時は 船首からできるだけ遠くへ採泥管を投入する



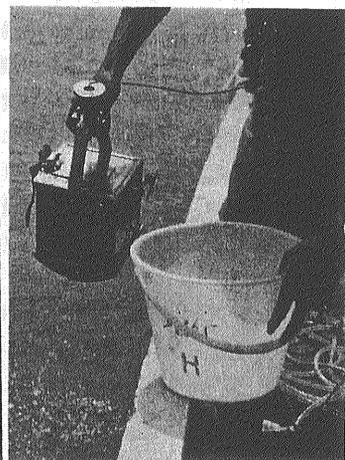
第50図 採泥管の底見



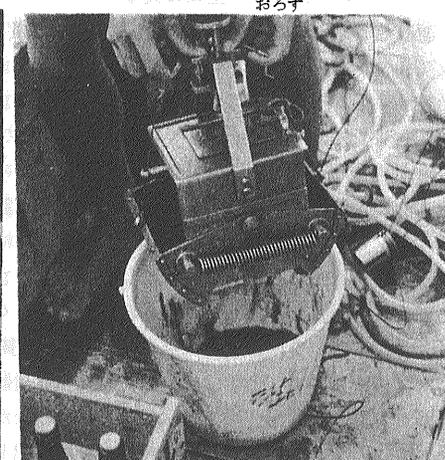
第51図 エクマンバーゼ採泥器を水中におろす



第52図 補助ロープを使って採泥器を水中におろす



第53図 メッセンジャーをおとしてから採泥器を引き上げる



第54図 採泥器の口を開いてなかの底泥をポリバケツにうつす



第55図 エクマンバーゼ採泥器で引き上げられた底泥の表面（湖底面） 図の中央下部に二枚貝の生体が棲息している状態のま



第56図 図の中央左から上部に二枚貝の死殻と細い筒状の環虫類がみられる

をこわさないように注意が必要)。 **におい** (硫化水素臭・腐泥臭の有無・強弱) に気をつけ **色** の記載をかみならずしなければなりません。色に関しては **表面** (湖底面) の色と下部の色との両方を記録しておきます。褐色をおびた**酸化層**が表面にある時にはその厚さもはかっておきます。なお色は同一水域内で場所によって表現しきれない程度の微妙な変化をすることがあります。したがって理想をいえばはじめは少し時間がかかって**色名帖**で色あわせをしておくのがよいでしょう。

そのほか **肉眼**あるいはルーペによって **粒度・淘汰の程度・粒の円磨度・鉱物の種類**を観察します。これらはあとで実験室で粒度分析・双眼顕微鏡などの観察をおこなえば当然正確な結果がでるわけですからそれほど時間をかけてやるにおよばないことです。ただし礫まじりの砂などの場合には採泥器からあげられたそのままの状態でじゅうぶんに粒の大きさと量的関係を記録しておくことが必要です。人工的な堆積物たとえば石炭ガラなどがまじっている場合にはそのことも記載しておかなければなりません。

泥の観察がおわたのちに**生物の観察**にかかります。前にも述べたように **エクマンバージ採泥器**は大型生物の生態観察のためにはもっとも好都合です。そのままの形で静かにとり出された立方体の底泥についてまず表面(湖底面)にちらばっている生物(おもに貝の遺骸)の種類・量・ちらばりかたを記録。次に立方体の一部を垂直に乱さないようにきりとってその断面(第1図)を観察します。この際採泥器中に泥と一緒に入っている水をあらかじめ流し出しておかないとうまく断面がきれえません。このようにすると泥中にもぐって生活している内棲型の貝類や環虫類(多毛類・貧毛類)の有無および多少生活のしかたあるいは遺骸のはいりかたを観察することができます。貝類のなかには完全にもぐらず後端を表面(湖底面)の上に突出して斜めに入っているものもあります(第55図)。これはもちろん眺めただけでわかりますが詳しい観察は断面をきってから後の方がよいと思います(さきに引張り出すと泥

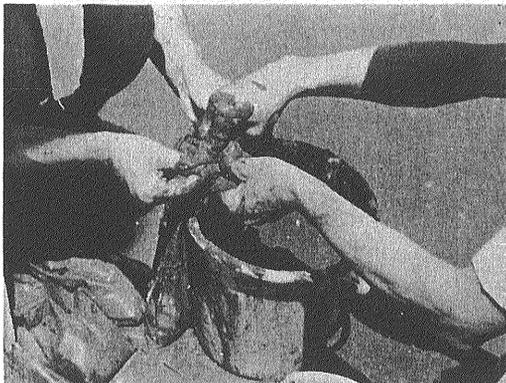
の上部が乱されるおそれがある)。

**サンプリング** ふつうのサンプル袋としては厚目なるべく長いポリエチレン袋がもっとも適当でしょう。少なくとも長さ40—50cm・幅15—20cm以上あった方が好都合です。いろいろな処理(たとえば有孔虫・珪藻・粘土鉱物・粒度分析・化学分析など)をする場合には船上ではじめから袋をわけておきそれぞれに31-A 31-B・・・などの記号(31は測点番号 A-B・・・は種類別記号)をつけて発送する場合にもそれぞれをまとめるようにすると帰ってからあとの手間がはぶけて便利です。層別の採取をしない時には泥をよくバケツのなかでまぜ合わせた後ポリ袋におしこみます(第57図)袋はそれぞれ2重袋にするのが無難です。

**有孔虫用**のものには**ホルマリン**の5%溶液を入れておきます。この溶液はホルマリン5・水(湖水でよい)95の割合でよくまぜ合せそれに中和剤として重曹を入れておきます。筆者はホルマリンと重曹は船上にそのままもちこみ別に用意したポリビン中の5%溶液がなくなるたびに新しくつくることにしています。

なお有孔虫用サンプルの場合もし現堆積面での生体・遺骸の分布・量的関係を調べる目的ならば表面近く(湖底面下せいぜい1cm程度)だけを全部サンプリングします。生体だけを問題にする場合には上下よくかきまぜた泥の一部をサンプリングしてもさしつかえありません。しかし厳密な定量研究をするためにはこの場合でも上記のようにサンプリングしなければなりません。

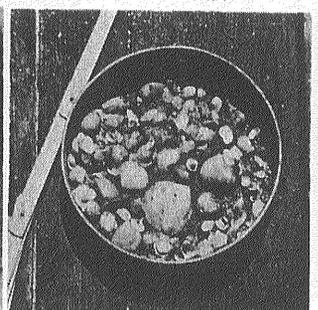
**大型底棲動物** は目でみえるかぎり全部もって帰ります。このためには船上で直ちに1~3mm程度のふるいでふるってふるい上に残ったもの(第59図)をすべてサンプリング(この場合にはポリ袋よりもガラスまたはポリエチレンの広口ビンの方がよい)します。この場合同定できるものについてはすべて同定した数をかぞえておきます。あるいはバケツのなかの泥を手でかきまわし手ざわりで生物と思われるものをまわりの泥と一緒にポリ袋にいれます。いずれにしろ遺骸だけの場合は別として5%ホルマリン溶液をビンま



第57図 サンプル袋への泥のうつしかえ



第58図 ホルマリンと重曹



第59図 ふるいの上に残った貝殻 (大部分は死殻)

たはポリ袋に入れておかなければなりません。大型生物(とくに貝類)の場合にも有孔虫の場合と同じく現堆積面での生体・遺骸の量的関係を調べるためには一定面積の表泥部を中心としてサンプリングする必要があります(とくに遺骸について)。なおとくに生物の定量的研究の場合には1測点で数回以上採泥し(たとえば4回・5回というように全測点を通じて回数を一定にしておくといふ)その結果の平均値をもとめる必要があります。

### 現地実験室における水質分析

#### 牧 真 一

水の分析にかぎらず化学分析のときにはその目的によって最も適当な分析法を選ばなければなりません。とくに現地実験室での分析は設備も不じゅうぶんでありまた場合によっては分析経験のない人にも分担してもらわなければならない場合があるので正確で簡単な分析が望ましいのですが正確な分析法は一般に複雑で熟練が必要なことが多いのです。しかし分析目的によ

ってはある程度の正確さをぎせいにしても多くの試料を分析した方がより効果的な場合があります。また分析目的をじゅうぶんに考えて比較値を求めることによって目的が達成するならば困難な絶対値の分析を無理にしなくてもよいことがあります。このことは現地実験室での分析項目やその分析法を選定する時に調査規模と共にじゅうぶんに考えなければなりません。

ここで述べる分析項目は塩素イオン(Cl<sup>-</sup>)アルカリ度酸度二価鉄イオン(Fe<sup>2+</sup>)三価の鉄イオン(Fe<sup>3+</sup>) 磷(P)アンモニウムイオン(NH<sub>4</sub><sup>+</sup>)亜硝酸イオン(NO<sub>2</sub><sup>-</sup>)硝酸イオン(NO<sub>3</sub><sup>-</sup>)硫化水素(H<sub>2</sub>S)過マンガン酸カリウム消費量溶存酸素(diss O<sub>2</sub>)で塩素イオン以外はすぐに変化しやすい成分ばかりです。これらの成分の分析法は多くの市販の分析書(最後の文献参照)や当所化学課資料に詳細に説明してあるので略させていただきます。ここでは分析にあたってとくに注意しなければならない点を述べることにしました。また分析に必要な器具・薬品は分析項目別に第3表にまとめました。

第3表 現地実験室における水質分析に準備する器具・試薬・その他 (試薬の量は50試料分析の場合の標準)

分析項目	器具	標準量試薬	その他
塩素イオン(Cl <sup>-</sup> )	50ml ビューレット(褐) 1 300ml ビーカー 1	10%クロム酸カリウム 100ml N/10 硝酸銀標準液 100ml N/50 " 500ml	指示薬用スポイト 3 スポイト 5 ホールピペット 100ml 1 50ml 1 20ml 1 10ml 1 5ml 1
アルカリ度 Mアルカリ度 (重炭酸イオン HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> ) Pアルカリ度 (炭酸イオン CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> )	50ml ビューレット 1 300ml ビーカー 1  Mアルカリ度ビューレット使用 300ml ビーカー 1 (1ml ミクロビューレット ・メスピペット)	メチルレッド混合指示薬 100ml N/50 硫酸標準液 500ml フェノールフタレン混合指示薬 100ml 標準液 Mアルカリ度と同じ	ろ紙 5 B100枚 ガラス棒 5 スプーン 2 上皿天秤 1 蒸溜水 イオン交換樹脂 蒸留器 1 洗滌ビン 2 (ポリ製) レットル 100枚 マジック 黒 赤 ビーカー洗 1 雑布 2 ノート 1 分析手帳 1 ナイフ 1
酸度 P 酸度 (遊離炭酸 free CO <sub>2</sub> ) 鉄 二価鉄イオン(Fe <sup>2+</sup> ) (第一鉄) 三価の鉄イオン(Fe <sup>3+</sup> )	10ml ビューレット 1 300ml ビーカー 1 (1ml メスピペット) 比色計 簡易デボスク式又は光電 比色計 ウケナ比色管又は 25ml メスフラスコ 10	指示薬 Pアルカリ度と同じ M/50 水酸化ナトリウム標準液 250ml 塩酸ヒドロキシルアミン溶液(10%) 100ml 緩衝液(酢酸+酢酸ナトリウム) 250ml 第一鉄標準液 100ml O-フェナンスロリン溶液 250ml モリブデン酸アンモニウム硫酸混液 100ml 塩化第一スズ溶液 100ml 磷標準液	
磷(P)	比色管又は試験管 10本		
アンモニウムイオン(NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> )	比色計(鉄の比色計使用) 1ml メスピペット	ネスラー試薬 100ml ロッシュェル塩 50g アンモニウム標準液 100ml G. R. 試薬 25g アルコール(99.5%) 100ml	
亜硝酸イオン(NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> )	比色計 鉄のもの使用 比色管又は試験管	亜硝酸イオン標準液 アンモニア水 250ml 硫酸マンガン溶液 100ml 亜鉛末 100gr 改良 Griss 試薬 250ml 硝酸イオン標準液 100ml 酢酸(20% 1%) 250ml 酢酸ナトリウム(20%) 250ml	
硝酸イオン(NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> )	100ml 共栓付三角フラスコ 10 ガラスろ過器 2 比色計 比色管は亜硝酸と同じ		
硫化水素(H <sub>2</sub> S)	250共栓付三角フラスコ 5 ろ過器		→ { 酢酸から 現場で調製

分析項目	器具	標準量試薬	その他
過マンガン酸カリウム消費量 酸性酸化法	300ml/ 三角フラスコ 湯セン 電熱器	N 50 沃素標準液 N 50 チオ硫酸ナトリウム標準液 澱粉液 (1%) 100ml/ 炭酸カドニウム乳液 1000ml/ 塩酸 (25%) 500ml/ 硫酸 (1+3) 500ml N 80 過マンガン酸カリウム標準液 1000ml	
アルカリ性酸化法	300ml/ 三角フラスコ 湯セン (酸性法と同じもの使用)	N 80 シュー酸ナトリウム標準液 100ml/ 硫酸 (1+3) 500ml N 80 過マンガン酸カリウム標準液(酸性法と同じ)	
溶存酸素 (diss O <sub>2</sub> ) ウインクラー法	酸素ビン 50本 1ml メスピペット 2本 5ml スポイト 50ml ビューレット (硫化水素のもの使用)	硫酸マンガン溶液 2500ml/ 水酸化ナトリウム液 (25%) 100ml/ 硫酸第一鉄アンモニウム標準液 1000ml/ 硫酸マンガン溶液 (40%) 100ml/ アルカリ性沃化カリウム液 100ml/ 塩酸 (1+1) 500ml N 50 チオ硫酸ナトリウム標準液(硫化水素のもの使用)	
オーレの改良法	酸素ビン 100本 (ウインクラー法の2倍) 50ml ビューレット (硫化水素のもの使用)	澱粉液 (硫化水素のもの使用) 沃素酸試薬 アルカリ性沃化カリウム液 硫酸マンガン溶液 塩酸ウインクラー法と同じ	
溶存酸素追出法	溶存ガス追出器一式 ガス補集管	N 50 チオ硫酸ナトリウム標準液(硫化水素のもの使用) 澱粉液 (硫化水素のもの使用) 塩酸 100ml/ 水酸化ナトリウム溶液 (30%) 2500ml/ 大理石粒 5g×50 ピロガロール溶液 (22%) 250ml	

**塩素イオン (IC<sup>-</sup>)**

湖沼水の塩素は環境規定の基礎となるもので 海水の影響を塩素量で規定しています。 海水の影響の外には 温泉水 化石水 汚染 風送塩などの影響も考えられます。

分析 モール法が使用されています。 クロム酸カリウムを指示薬として 硝酸銀標準液で滴定・定量します。 塩素イオンが 10mg/l 以下の場合には チオシアン酸水銀による比色法<sup>①②</sup> がより正確です。

**備考**

- ① 本法 (モール法) は臭素 沃素の各イオンも同時に測定されるので これらを補正する必要がありますが 塩素イオンが少ない場合 (1000 mg/l以下) では 両イオンは少ないので補正する必要はありません。
- ② 硫化水素が存在する場合には煮沸して追出してから測定します。 また pH5~9の範囲外にある場合には重曹 0.1% 硫酸で調節し 中和してから測定します。
- ③ 塩素イオンが多い場合には蒸溜水で充分希釈し

よく攪拌して沈殿がかたまらないようにしないと 塩素イオンが沈殿にとりこまれて過少の値となります。

**アルカリ度**

水中にあるアルカリを強酸で一定の pH までにするのに必要な酸の当量数をアルカリ度といい 厳密にはその値を明記しなければなりません。 普通指示薬名の頭字をつけて Mアルカリ度 (pH 4.8)・Pアルカリ度 (pH 8.4) と表示します。 またガス付随水・温泉水では慣例としてアルカリの原因を炭酸物質だけとして Mアルカリ度を重炭酸イオン (HCO<sub>3</sub><sup>-</sup>) と Pアルカリ度を炭酸イオン (CO<sub>3</sub><sup>-</sup>) と表示する場合があります。 この表示は明らかに誤ですが その意味をじゅうぶんに理解して分析法を明記しておけば差支えないと思います。 正確な重炭酸イオン・炭酸イオン・遊離炭酸の分析は全溶存炭酸を測定<sup>③④⑤⑥</sup> して pH と温度から算出しますがこの分析は多少熟練を要します。 筆者は数多く両方の分析法による結果を比較しましたが 経験が少ない場合は逆に全炭酸の分析値に誤りの多い場合があります。 アル

カリ度・酸度で炭酸塩を代表させることができます。

### M アルカリ度 (重炭酸イオン $\text{HCO}_3^-$ )

アルカリ度は生物や有機物の生化学作用によって大きく影響し、また堆積岩と密接な関係があります。重炭酸イオンとしては、炭酸イオン・遊離炭酸と関連して考察しなければなりません。

**分析** ④⑤⑥ メチルレッド混合指示薬を加え硫酸標準液で滴定 測定します。

#### 備考

- ① 検水にフェノール混合指示薬を加え紫色となったらPアルカリ度を、紫色にならない時は酸度を測定します。
- ② Pアルカリ度がある場合、重炭酸イオンとして表示する時は、Pアルカリ度を差引かなければなりません。

### P アルカリ度 (炭酸イオン $\text{CO}_3^{2-}$ )

**分析** フェノールフタレン混合指示薬を加え、紫色を呈する時は炭酸塩か水酸化物が存在するので硫酸標準液で滴定します。

**備考** 普通この滴定量は少ないので、1ml 以下の場合はマイクロビューレットか 1ml メスピペットを使用すると正確な量が測定できます。

### 酸度 [P酸度 (遊離炭酸 free $\text{CO}_2$ )]

酸度は中性に近い水では遊離炭酸が最大の因子であるので、この遊離炭酸の推定に利用されています。

**分析** フェノールフタレン混合指示薬を加え、水酸化ナトリウム標準液で滴定します。

#### 備考

- ① 鉄イオンなどのため標準液を入れて濁った場合には測定値は過大となり測定はできません。

- ② 大気中の炭酸ガスの影響を少なくするため遊離炭酸測定器<sup>⑦</sup>を使用すると便利です。また使用しない時には手早く分析することが肝要です。

### 二価鉄イオン ( $\text{Fe}^{2+}$ ) 三価鉄イオン ( $\text{Fe}^{3+}$ )

湖水中には鉄のイオン状のもの、コロイド状のもの、有機鉄などがありますが、厳密に分けることは困難です。普通はイオン状の鉄 ( $\text{Fe}^{2+}$ 、 $\text{Fe}^{3+}$ ) と全鉄を測定しますが、しかし全鉄は、調査が終了してからでもよいと思います。イオン状の鉄は、水の酸化還元状態をよく示します。また溶存物質を共沈作用によって底質に運搬する役もします。

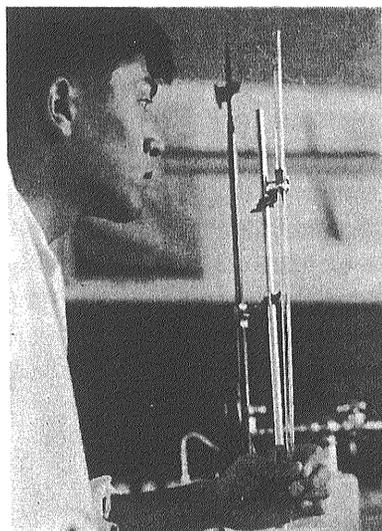
**分析**  $\alpha, \alpha'$ ジピリジル法<sup>⑧⑨</sup> やO-フェナンスロリン法<sup>⑩</sup> による比色法が使用されています。当所の化学課資料によると両法を比較検討の結果、後者の方法がよい結果を示しております。ここでは後者のO-フェナンスロリン法について述べます。

三価鉄の鉄は、検水に塩酸ヒドロキシルアミンを加え、三価鉄を二価鉄に還元してから、O-フェナンスロリン液と緩衝液(酢酸+酢酸ナトリウム)を入れて発色した色を鉄の標準液と比色定量します。この値から二価鉄イオンを差引いた値が三価鉄イオンとなります。

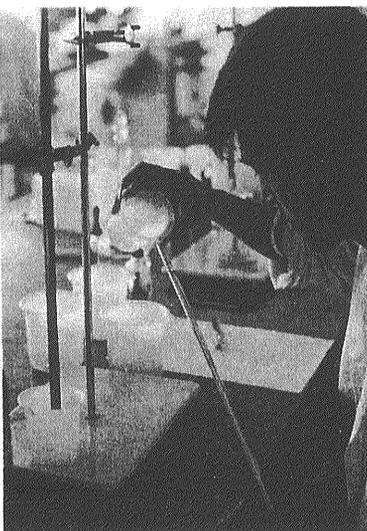
二価鉄イオンは塩酸ヒドロキシルアミンを加えないで、他は三価鉄の鉄の分析と同様にして比色定量します。

#### 備考

- ① 二価鉄の場合には大気中でできるだけ接触しないようにし、検水・試薬はフラスコの底から静かに入れます。
- ② 試薬は特級品でないとき微量の鉄が存在する場合がありますので、試薬調製後は空試験をする必要があります。
- ③ 簡単デボスク比色計で比色する場合、標準液を発



第60図-1 滴定分析 (Cl<sup>-</sup> 炭酸塩類  $\text{H}_2\text{S}$   $\text{KMnO}_4$  消費量)



第60図-2 ビューレットに滴定液をそそぐ



第61図 比色分析 (P  $\text{NO}_2^-$   $\text{NO}_3^-$   $\text{Fe}^{2+}$   $\text{Fe}^{3+}$ )



第62図 現地分析器具の一部(NH<sub>4</sub><sup>+</sup>の分析)

色させた色は比較的安定であるので数回使用することができます。

### リン(P)

湖水のリンは岩石や有機物からきた磷酸塩で pH によって色々な形をとっているのので 普通イオンで表示せず Pとして表示します。

分析 ④⑥ 検水にモリブデン酸アンモニウム硫酸混液を加え 次に塩化第一スズ溶液を加えて発色した色をリン標準液と比色定量します。

#### 備考

- ① 汚水・有機物によって着色しやすいので特に器具手などを良く洗浄しておきます。
- ② 塩化第一スズ溶液は少し多いとにごりりますから半滴ぐらいが適当です。半滴は硝子棒の先を丸くしてこれを塩化第一スズ溶液につけ 比色管の壁につけて振るか 細い硝子管に溶液を入れ溶液が滴下する前に比色管の壁につけて振ると適量が入ります。

### アンモニウムイオン(NH<sub>4</sub><sup>+</sup>)

水の中のアンモニウムイオンは有機物の分解とくに蛋白質の分解によってできます したがって有機物の分解作用の度合・汚染の度合を知るのによい指示成分です。

このイオンは次の硝酸イオン 亜硝酸イオンと一連の関係のある成分です。

分析 ④⑥ 検水にネスラー試薬を加え発色した色をアンモニウム標準液と比色定量します。

#### 備考

- ① 鉄イオンなどが存在する場合にはロッシェル塩を入れます。鉄 カルシウム マグネシウムな

どの溶存塩の多い場合には 水酸化ナトリウム(30%)と炭酸ナトリウムの(25%)溶液を各 1 ml を加え一夜放置後上澄液を取って比色試料にします⑧。

- ② アンモニウムイオンが多量の場合 また着色水 硫化水素の多い場合には空気追出法⑧⑨ が使用されています。

### 亜硝酸イオン(NO<sub>2</sub><sup>-</sup>)

分析 ④⑥ 検水に Griss, Remiji 試薬を加え発色した色を亜硝酸標準液と比色定量します。

備考 亜硝酸イオン 0.2 mg/l 以上の場合にはアルコールを加えて アゾ色素の析出を防ぎます。

### 硝酸イオン(NO<sub>3</sub><sup>-</sup>)

アンモニウムイオン 亜硝酸 硝酸は主として有機物に由来するもので 酸化還元状態によって 微生物の作用と化学作用により相互に変化します。これによって酸化還元環境を知ることができます。

分析⑩ 検水に硫酸マンガン溶液と亜鉛によって亜硝酸に還元し ガラスろ過器でろ過し ろ液に改良 Griss 試薬を入れて発色した色を比色定量します。この価から亜硝酸イオンの価を差引いて硝酸イオンとします。

#### 備考

- ① 硝酸イオンの分析法はデフェニルアミン法 アニリン法などありますが よい方法がありません。当所で検討の結果 meddeton 法が最もよい結果を示しました。
- ② 口過の場合に口紙を使用すると口紙から硝酸を溶出することがあるので必ず硝子口過器を使用します。
- ③ 原理的には亜硝酸標準液で比色してもよいことになりませんが 試薬の影響などがあるので 硝酸標準液を同様な操作をして発色させて使用します。

### 硫化水素(H<sub>2</sub>S)

湖水の底層水は還元状態の場合が多く 硫酸還元バクテリアなどの微生物の作用によって硫化水素が生成されます。多量の硫化水素が存在する場合は あらゆる成分の分析に影響を与えるので注意しなければなりません。

分析 ⑩⑪ 検水に炭酸カドニウム乳液を加え 硫化カドニウムの沈殿をつくり この沈殿に一定の沃素標準液と塩酸を加えて 過剰の沃素をチオ硝酸ナトリウム標準液で適定して定量します。

#### 備考

- ① 空試験を行なって補正する。

- ② 殿粉は夏期には腐敗しやすいので防腐剤（安臭香酸 キシロール クロロホルムなど）を入れるか時々作り変えるとよい。
- ③ 沃度滴定は冷却して滴定しないと色がもどりやすいので 夏期は水で冷却するとよい。

### 過マンガン酸カリウム消費量

水中の有機物の量の尺度として考えられているが 実際は化学的酸素消費量をいっているの で 有機物以外の二価鉄 マンガン 硫化物などの影響があることを知っておかなければなりません。

分析 ①⑥③ 検水が塩素イオン  $300 \text{ mg/l}$  以下の場合には硫酸酸性で一定量の過マンガン酸カリウム標準液を加え 一定時間加熱した後 一定量のシュ酸ナトリウム標準液を加え 残ったシュ酸ナトリウム液を過マンガン酸ナトリウム標準液で滴定して測定します。

塩素イオンが  $300 \text{ mg/l}$  以上の場合にはアルカリ性で一定量の過マンガン酸カリウム標準液を加え 一定時間加熱してから酸性にし硫酸マンガン溶液を加え 第一鉄アンモニウム標準液を一定量加えて 過マンガン酸カリウム標準液で滴定します。

#### 備考

- ① この分析は分析条件を常に一定にしてやる必要があります。この分析の絶対値は分析法によって変化しますので 比較値に意味があると考えられます。
- ② 滴定した過マンガン酸カリウム標準液の滴定量が先に加えた量の半分以上になるように検水と標準液の調整が必要です すなわち半分以下の場合は検水を半分にするか 標準液を倍加えます。

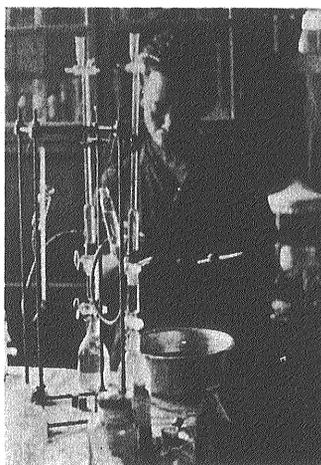
### 溶存酸素 (diss $\text{O}_2$ )

湖水の酸化 還元的环境を示すばかりでなく 化学反応 生化学反応を大きく左右するので 欠くことのできない重要な測定項目です。

分析 非常に色々の分析法があり各々特長があります ウィンクラール法①④⑥ 改良ウィンクラール法としてオーレの方法⑦ アルステルベルグ法⑧ 柴田ミラの変法⑨ JIS 工業用水試験法⑩ 溶存ガス追出法⑪⑫ などがあります。ウィンクラール法以外は有機物 硫化水素 二価鉄などのある場合に使用されます。ここではウィンクラール法とオーレの改良法について述べます。

ウィンクラール法 ①④ 検水を酸素ビンに取り 硫酸マンガン溶液とアルカリ性沃化カリウム溶液を入れ 生じた沈殿を塩酸に溶解し 殿粉を指示薬としてチオ硫酸ナトリウム標準液で滴定して算出します。

オーレの改良ウィンクラール法⑦ 検水を二本の酸



第63図 溶存ガス分析器 (溶存酸素の分析)

素ビンに入れ 沃素試験を加えます。

一つのビン④にはウィンクラール法と同様に操作しチオ硫酸ナトリウム標準液で滴定します。他のビン⑥には硫酸マンガン溶液を加えず その量だけ塩酸を加えてチオ硫酸ナトリウム

で滴定します。滴定値の各々を  $a$   $b$  とすると酸素の  $a - b$  が滴定値となります。

#### 備考

- ① 酸素ビンに試料を注入する時は注射器でゴム管はビンの底につけ できるだけ空気にふれないように注意し1回は捨てて 2回目を入れます。試薬を加えて栓をしたら転倒して気泡のないことをたしかめます。気泡がある場合は初めからやりなおします。
- ② オーレの改良法は A B の操作を平行して行ないます。(文献⑦の初版には試薬量の訂正箇所があります)
- ③ 筆者は溶存ガス追出法をすいせんします。ただ多少経験を必要としますが 数回練習すればできます。この方法は追出したガスの中の酸素をピログロールで吸収させ測定しますが その残りのガスをガス捕集管に取り持帰るとガスクロマトグラフによってメタン( $\text{CH}_4$ ) 窒素( $\text{N}_2$ ) アルゴン(Ar) などのガスを分析することができます。この方法は最も確実で 有機物その他の影響を考える必要がありません。

(筆者は地質部・技術部地球化学課)

#### 参考文献

- ① 化学課資料 501:地質調査所  
 ② 化学課資料 502:地質調査所  
 ③ 化学課資料 503:地質調査所  
 ④ 三宅泰雄:水質分析法 小山書店 (1948)  
 ⑤ 菅原健・山崎一雄:基礎定量分析 朝倉書店 (1956)  
 ⑥ 半谷高久:水質調査法 丸善株式会社 (1960)  
 ⑦ 西条八東:湖沼調査法 古今書院 (1957)  
 ⑧ 工業用水試験方法: JIS K0101 (1957)  
 ⑨ 金原均一・木島公司・石和田靖章:天然ガス 朝倉書店 (1958)  
 ⑩ 厚生省衛生検査指針