

No. 11

## 天然ガス付隨水分析法

地質調査所技術部化学課

昭和 35 年 1 月

正 誤 表

△ 天然ガス付隨水分析法

頁	誤	訂正
6 下 13~120		5.1 操作と挿入
8 下 3	溶液の滴定ml	溶液の滴定量 ml
10 上 13	穀粉溶液(1g)	穀粉溶液(1%)
10 上 14	滴定する(bml)	滴定する(bml)。
11 上 9	塩化バリウム(BaCl <sub>2</sub> ) 10g	塩化バリウム(BaCl <sub>2</sub> ·2H <sub>2</sub> O) 10g
11 下 12	3~20 ml/l	3~20 mg/l
12 上 5	何度も水でよく洗い	水でよく洗浄し
12 下 4	標試液	標準液
13 下 13	第2回アンモニア蒸溜	第2回アンモニア蒸留
14 下 10	ピロカロール 22gに	ピロカロール 22gを
14 下 1	充す	みたす
15 下 4	メタ硼酸	メタホウ酸(以下同様)
17 上 4	JIS K0101	JIS K0101

# 天然ガス付隨水分析法

永田松三

地質調査所技術部化学課

昭和35年12月

## 目 次

1 試 料 .....	4
2 pH .....	4
2.1 比色法 .....	4
2.2 ガラス電極法 .....	5
3 RpH .....	5
4 重炭酸 .....	5
5 炭 酸 .....	6
6 遊離炭酸 .....	6
7 全炭酸 .....	7
8 塩 素 .....	9
9 ヨウ素, 臭素 .....	9
10 硫 酸 .....	11
11 硫化水素 .....	11
12 亜硝酸 .....	12
13 第一鉄, 第二鉄, 全鉄 .....	12
14 アンモニア .....	12
15 カルシウム, マグネシウム .....	14
16 ナトリウム, カリウム .....	14
17 リン酸 .....	14
18 溶存酸素 .....	14
19 過マンガン酸カリウム消費量 .....	15
20 メタホウ酸 .....	15

# ガス付隨水の分析法

## 1 試 料

この分析法でいう試料とは、天然ガス鉱床に関連したガス付隨水、油田鹹水を対象とする。検水とは各種の分析を行うために採取した水である。

1.1 試料はあらかじめ清浄にした採水瓶を分析に供する水で数回洗浄したのち、これに

採水する。

1.2 試料はなるべく空気に接触させないようにゴム管を用いて静かに採水瓶にとる。

1.3 完全に採水した試料でも pH, RpH, 重炭酸イオン, 炭酸イオン, 遊離炭酸イオン  
第一鉄イオンなどの成分は変化し易いために現地において分析する。

1.4 試料の採取量はその目的に応じて異なるが通常 2000 ml 程度を分析試料とする。

### 1.5 試料採取時の記載事項

- a. 採取箇所 (測点番号, あるいは坑井名)
- b. 年月日
- c. 所在地
- d. 水源
- e. 環境 測点の存在する場所の周囲の地質状況や坑井の状況
- f. 天候 前日, 当日
- g. 水温および気温, 日光の直射をさけて測定する。
- h. 試料の外観

## 2 pH

pHは水中の水素イオン濃度の尺度であって一般に用いられている測定方法は、比色法および電極法である。比色法は指示薬が一定の変色を示すのを利用して標準比色管の示す色と比較して測定するのであるが色度, 濁度, 濃厚塩類などの妨害を受けやすいので精密測定にはガラス電極法により測定する。

### 2.1 比色法

#### 2.1.1 操作

検水 5 ml を試験管にとり, 適当な指示薬 0.25 ml を加えてよく振りまぜる,

これを 0.2 pH おきに調製した標準溶液比色管の色と比較して pH 値を測定する。

## 2.2 ガラス電極法

### 2.2.1 操作

市販の pH メーターは製造者によりまたその形により種々異なるから、一般的にその操作法は決っていない。

pH メーターは検水に近い pH の標準溶液を用いて標定したのち、少なくとももう一つの違った pH の標準溶液でガラス電極の直線性を検し、その読みがこの計器の期待し得る正確度の範囲内であることを確かめておく。

電極は検水で数回洗い、検水と電極との間に平衡が成立して示針が動かなくなつたときの目盛を読みとる。

検水の温度が電極自身の電位を変化させて pH を変えることは通常の市販 pH メーターでは補正することができるが、測定時の温度を記録する必要がある。

検水温度が高い場合、または pH 10 以上でナトリウム濃度が高い場合などには特にその目的に製作されたガラス電極を使用しなければならない。

## 3 RpH

大気と検水を平衡状態にした場合の pH である。Reserved pHあるいは親気 pH などとよばれる。

### 3.1 操作

少量の検水にその容積の 50 倍以上の空気をとり小気泡として通して測定する。比色法の場合は親ゆびで管の口をふさいで毎回 30 秒間振り、空気を入れかえ、数回くり返してから比色測定する。

## 4 重炭酸 ( $\text{HCO}_3^-$ )

### 4.1 要旨

正確にはメチルオレンジアルカリ度である。水中に含まれている水酸化物、炭酸塩または重炭酸塩などのアルカリ分を中和するのに要する酸分をいう。

### 4.2 試薬

メチルレッド混合指示薬

$\frac{N}{10}$  塩酸標準溶液

### 4.3 操 作

検水の一定量（20～50mℓ）を正確にとり、メチルレッド混合指示薬を検水10mℓに対して1滴加えて、 $\frac{N}{10}$ 塩酸標準溶液で灰紫色（pH 4.8）を呈するまで滴定する。

#### 4.4 計 算

$$\begin{aligned}
 & \text{重炭酸イオン } (\text{HCO}_3^-) \text{ mg/l} \\
 & = b \times 6.1 \times \frac{1000}{a} \quad \dots \dots \dots \quad (1) \\
 & = (b - 2C) \times 6.1 \times \frac{1000}{a} \quad \dots \dots \dots \quad (2) \\
 & \quad a : \text{ 検水 } m\ell \\
 & \quad b : \frac{N}{10} \text{ 塩酸標準溶液 } m\ell \\
 & \quad c : \text{ 炭酸イオン } (\text{CO}_3^{2-}) \\
 & \quad \text{の } \frac{N}{10} \text{ 塩酸標準溶液 } m\ell
 \end{aligned}$$

注1) 重炭酸イオンの含量に応じて検水量を適当に採る。また滴定する塩酸標準溶液の濃度も重炭酸イオンの量に応じて変える。

注2) 計算の(1式)はフェノールフタレインに対して酸性すなわち炭酸イオン ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) のない場合に使用する。

## 5 炭酸 ( $\text{CO}_3^{2-}$ )

検水の一定量（20～50mℓ）を正確にとり、フェノールフタレインを検水10mℓに対しても1滴加えて、 $\frac{N}{10}$ 塩酸標準溶液でピンク色が消えるまで滴定する。

## 5.2 計 算

$$\text{炭酸イオン (CO}_3^{2-}) \quad mg/\ell$$

$$= c \times b \times \frac{1000}{a}$$

a : 檢水  $m\ell$

c :  $\frac{N}{10}$  塩酸標準溶液  $m\ell$

## 6 遊離炭酸 (free CO<sub>2</sub>)

## 6.1 要旨

水中に含まれる炭酸，鈎酸，有機酸などの酸分を中和するに要するアルカリ分をい  
う。

正確にはフェノールフタレイン酸度である。

## 6.2 操作

検水の一定量（20～50mℓ）を正確にとり，検水10mℓに対して1滴のフェノールフタレインを加え， $\frac{N}{20}$ 炭酸ナトリウム標準溶液でピンク色が約30秒消えなくなるまで滴定する。

## 6.3 計算

遊離炭酸イオン (free CO<sub>2</sub>)

$$= b \times 1.1 \times \frac{1000}{a}$$

a : 検水 mℓ

b :  $\frac{N}{20}$ 炭酸ナトリウム標準溶液 mℓ

注1) 検水が可溶性有機物によって褐色を呈している場合は終点が見にくい，また鉄イオンがある場合には滴定のすすむにつれて褐色の沈殿（水酸化物）ができるて測定ができなくなるので，この場合ロッシェル塩溶液（33%）を2～3滴加えると滴定しやすい。

## 7 全炭酸 (Total CO<sub>2</sub>)

### 7.1 要旨

検水中に溶解する重炭酸，炭酸，遊離炭酸各イオンの量を総計したもので，検水に亜鉛粒を入れて，これに濃硫酸を加えて発生した水素ガスによって炭酸を追い出し，水酸化バリウム溶液に吸収させ，塩酸で滴定する方法である。硫酸中に硫酸銅を加えておくとイオウが存在する場合これと結合して妨害しなくなる。

### 7.2 試薬

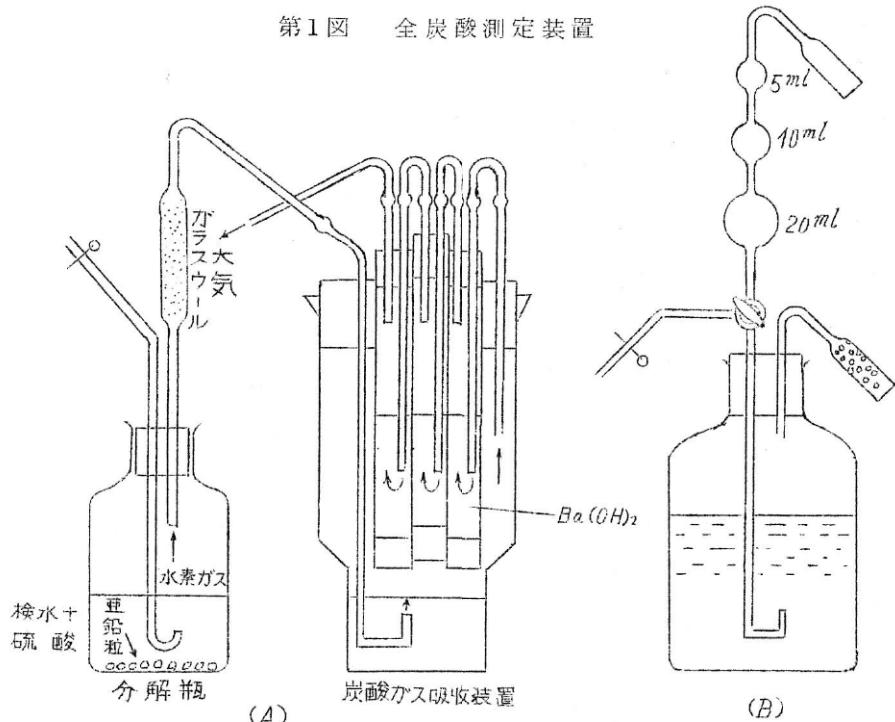
$\frac{N}{20}$ 水酸化バリウム標準溶液： 遊離炭酸を煮沸して除いた水1000mℓに水酸化バリウム7.8878gを溶解する。ソーダライム管をつけ空気中の炭酸ガスを吸収しないように容器に保存する。（第1図b）

5%硫酸銅含有硫酸（1+1）： 硫酸銅溶液（10%）をつくり，この液に等量の硫酸を加え硫酸について1+1の濃度とする。

### 7.3 操作

検水の一定量（10～100mℓ）を正確に内容積約300mℓの分解びん（第1図a）に空気になるべくふれないよう静かにいれる。あらかじめ分解びんに精製した亜鉛粒5gを入れておく。 $\frac{N}{20}$ 水酸化バリウム標準溶液30mℓを正確に，できるだけ手早く

第1図 全炭酸測定装置



図の右側に示した容器の3本の細管に約半分位入れる。残液は下の広い部分に入れる。左右二つの器をゴム管で連絡したのち， $10\text{ ml}$ の硫酸を注射器で分解びんへ注入する。発生した水素ガスは検水中の炭酸ガスを伴って水酸化バリウム標準溶液に入り，炭酸ガスは炭酸バリウムをつくり沈殿する。この炭酸ガス追い出しは約20分で終る。右側容器の各部分を少量の炭酸を含まない水で洗って外側容器中にすべて集め，残存する水酸化バリウム標準溶液をフェノールフタレンの数滴でピンクに着色させ， $\frac{N}{20}$ 塩酸標準溶液で滴定する。

#### 7.4 計 算

全炭酸 ( $\text{CO}_2$ )  $\text{mg}/\ell$

$$= (A - C) \times \frac{1}{20} \times \frac{44}{2} \times \frac{1000}{a}$$

A :  $\frac{N}{20}$  塩酸標準溶液の白実験値

C : 検水  $a\text{ ml}$  に対して水酸化バリウムを中和するに  
要した  $\frac{N}{20}$  塩酸標準溶液の滴定  $m\ell$

a : 検水  $m\ell$

注1) 全炭酸は滴定によって求めた重炭酸，遊離炭酸，炭酸各イオンの量から計算

により求めることができるが、これは含有される他の弱酸イオンも含むため滴定法から計算した炭酸物質の量は過大になる傾向があり、その値は真の値の1.2～2.5倍と報告されている。

## 8 塩 素 ( $\text{Cl}^-$ )

### 8.1 要 旨

モール氏法により硝酸銀溶液で滴定する。この時検水中の塩素のはか臭素、ヨウ素も同時に硝酸銀と化合物となって沈殿する。一般に塩素が大部分のため測定結果は塩素として換算して表わすことが多い。

### 8.2 操 作

検水の一定量(5～50mℓ)を正確にとり、クロム酸カリウム溶液(10%)を1～2滴入れて、振りまぜながら $\frac{N}{10}$ 硝酸銀溶液で赤褐色の沈殿が生ずるまで滴定する。

### 8.3 計 算

$$\begin{aligned}\text{塩素} (\text{Cl}^-) \quad \text{mg}/\ell &= 3.545 \times b \times \frac{1000}{a} \\ b : \quad \frac{N}{10} \text{硝酸銀標準溶液} \\ a : \quad \text{検水 } m\ell\end{aligned}$$

注1) 検水が酸性の場合生成するクロム酸銀がとけて終点が不明になるので炭酸カルシウムを加えて中和する。又アルカリ性の場合は一旦酸性にして前記の操作を行う。

注2) 可溶性の有機物により着色した検水の場合は滴定が困難になるので、有機物を適当な方法で除いたのちに滴定する。

## 9 ヨウ 素 (I) 臭 素 (Br)

### 9.1 要 旨

天然ガス付随水は一般にヨウ素、臭素は海水に比較して濃縮されている。

定量法は抽出法および酸化法があるが、前者は精度が劣るため一般に酸化法が行われる。酸化法は次亜塩素酸を酸性で加え臭素酸、ヨウ素酸に酸化し過剰の次亜塩素酸はギ酸ナトリウムで分解し、生成したヨウ素酸、臭素酸にヨウ化カリウムを加えヨウ素を遊離せしめて、チオ硫酸ナトリウム標準溶液で滴定する。ヨウ素と臭素の含量が算出される。

## 9.2 試薬

次亜塩素酸ナトリウム：商品名アンチホルミン水溶液(20%)

炭酸カルシウム粉末：

ギ酸ナトリウム水溶液：(20%)

ヨウ化カリウム：

$\frac{N}{100}$  チオ硫酸ナトリウム標準溶液：殿粉水溶液(1%)：

## 9.3 操作

### 9.3.1 ヨウ素と臭素( $I^- + Br^-$ )

検水の一定量(10~50mℓ)を正確にとり、塩酸(1+1)1mℓ、アンチホルミン溶液5mℓを加え、ついで炭酸カルシウム粉末を約1g加えて約5分間加熱し塩素ガスを追い出した後、ギ酸ナトリウム溶液を2mℓ加え再び約5分間加熱しロ過する。冷却後塩酸(1+1)10mℓ、ヨウ化カリウム約1g加えて、 $\frac{N}{100}$  チオ硫酸ナトリウム標準溶液で淡黄色になるまで滴定し、殿粉溶液(1g)を1mℓ加え、無色になるまで滴定する。(b mℓ) この滴定値はヨウ素、臭素の合計である。

### 9.3.2 ヨウ素( $I^-$ )

検水の一定量(10~50mℓ)を正確にとり、9.3.1と同様に塩酸、アンチホルミンを加え十分加熱して、臭素を追い出し、ギ酸ナトリウムを加え再び加熱し、冷却後塩酸(1+1)10mℓとヨウ化カリウム約1g加えて $\frac{N}{100}$  チオ硫酸ナトリウム標準溶液で殿粉溶液(1%)を指示薬として滴定する。

## 9.4 計算

臭素( $Br^-$ ) mg/ℓ

$$= (b - c) \times 0.13319 \times \frac{1000}{a}$$

ヨウ素( $I^-$ ) mg/ℓ

$$= c \times 0.2115 \times \frac{1000}{a}$$

a : 検水 mℓ

b :  $\frac{N}{100}$  チオ硫酸ナトリウム標準溶液mℓ ( $I^- + Br^-$ )

c :  $\frac{N}{100}$  チオ硫酸ナトリウム標準溶液mℓ ( $I^-$ )

注1) 第二鉄( $Fe^{3+}$ )もヨウ素( $I_2$ )を遊離させるが一般に微量のため無視してもよい。

多量に存在する場合はフッ化カリウムを少量加えることにより影響をなくすことができる。

注2) 有機物が多量に存在する場合は結果は過大となるので除いてから分析を行う。

## 10 硫酸 ( $\text{SO}_4^{2-}$ )

### 1.0.1 要旨

ガス付隨水は一般に硫酸 ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) は少ないので比濁法が便利である。これは検水に塩化バリウムを酸性で加えると硫酸バリウムけん濁液となるこれを標準と比濁する。

### 1.0.2 試薬

塩化バリウム溶液 (10 %)： 塩化バリウム ( $\text{Ba Cl}_2$ ) 10 g と塩化ナトリウム ( $\text{Na Cl}$ ) 10 g を水 100 ml に溶解する。

硫酸イオン標準溶液： 硫酸カリウム ( $\text{K}_2\text{SO}_4$ ) 0.1814 g を水に溶かし全量を 1000 ml とする。

本溶液 1 ml は硫酸イオン ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) 0.1 mg を含む。

### 1.0.3 操作

検水を試験管に 10 ml とり、塩酸 (1 + 10) を 1 ml 加え、塩化バリウム溶液 (10 %) を 1 ml 加えてよく振りませ、同様に処理した標準液と比濁する。

注1) 本法は硫酸 ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) 3 ~ 20 mg/l くらいの濃度が定量範囲である。それ以上の濃度は重量法による。

## 11 硫化水素 ( $\text{H}_2\text{S}$ )

### 1.1.1 要旨

炭酸カドミウムを硫化水素を含む検水に加えると黄色の硫化カドミウムの沈殿を生ずる。これをロ過し、沈殿に一定量のヨウ素溶液と塩酸を加え、過剰のヨウ素をチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。

### 1.1.2 試薬

炭酸カドミウム乳液： 10 g の炭酸カドミウムを 100 ml の水にけん濁させる。

$\frac{N}{50}$  ヨウ素標準溶液： ヨウ化カリウム 4 g を 40 ml の水に溶かし、ヨウ素 2.54 g を加え、更に水 100 ml を加えよく振とうし、水で 1000 ml とする。褐色瓶に保存する。

$\frac{N}{50}$  チオ硫酸ナトリウム標準溶液

塩酸(25%)： 残粉溶液(1%)

### 11.3 操作

検水を共栓付試料瓶(内容積約100mℓ)に静かに採取し、直ちに炭酸カドミウム乳液1mℓ加え、密栓してよく振とうし一夜放置すると硫化カドミウムが沈殿する。これを口過し、何度も水でよく洗い、口紙は沈殿とともに200mℓの三角フラスコに入れる。約50mℓの水を加えてよく振とうし、 $\frac{N}{50}$ ヨウ素溶液10mℓ、塩酸5mℓを加え $\frac{N}{50}$ チオ硫酸ナトリウム標準溶液で滴定する。

この時必ず空試験を行って、滴定値より差引く。

### 11.4 計算

硫化水素( $H_2S$ ) mg/ℓ

$$= (c - b) \times 0.3408 \times \left( \frac{1000}{a - 1} \right)$$

a : 検水 mℓ

b :  $\frac{N}{50}$ チオ硫酸ナトリウム標準溶液 mℓ

c :  $\frac{N}{50}$ ヨウ素標準溶液 mℓ

## 12 亜硝酸( $NO_2$ ) (工業用水分析法参照)

## 13 第一鉄( $Fe^{2+}$ ), 第二鉄( $Fe^{3+}$ ), 全鉄 (工業用水分析法参照)

## 14 アンモニア( $NH_4^+$ )

### 14.1 要旨

天然ガス付随水は鉄、有機物などを含み直接法による比色は困難であるため、空気蒸留法によって他のイオンと分離する。

pH 10~12, 約60℃の温度で約1時間通気するとアンモニアは完全に追い出される。この場合炭酸カリウム溶液を加える。空気に伴われて出てくるアンモニアは硫酸溶液に吸収させ、この液の一部をトリスラー試薬を加えて発色した色を標試液と比較する。

### 14.2 試薬

トリスラー試薬： 1%のヨウ化第二水銀( $HgI_2$ ) 5%のヨウ化カリウム(KI)，

2.5 g の水酸化ナトリウムを 25 ml の水に溶解し、さらに 75 ml の水を加え、12 時間以上放置し、上澄液を褐色瓶に貯える。

炭酸カリウム溶液（飽和）：

アンモニア標準溶液： 塩化アンモニウムを 110 °C で乾燥し、0.2970 g を 1000 ml の水にとかす、1 ml は 0.1 mg のアンモニウムイオンに相当する。

#### 14.3 操作

装置は空気の導入側に吸収フラスコ（A），蒸留フラスコ（B），吸収管（C）を交互に連結する。（第2図）

（A）には硫酸（1 + 100），20 ~ 50 ml，（B）は検水の一定量 5 ~ 20 ml を正確にとり、同量の炭酸カリウム溶液（飽和）を入れる。（C）は  $\frac{N}{10}$  硫酸溶液 1 ~ 2 ml を入れて各容器をゴム管で連結する。

蒸留フラスコは約 60 °C に保ちながら、アスピレーターで毎分約 100 ml の通気量で 60 ~ 90 分吸引し蒸留する。

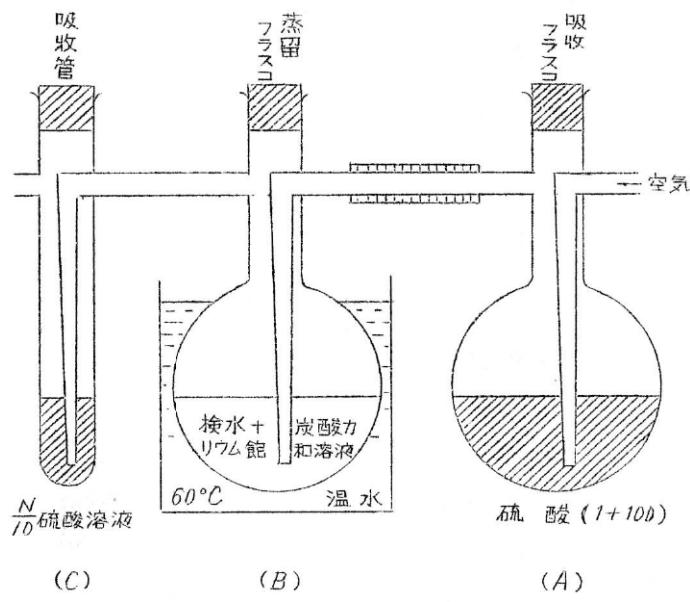
検水中のアンモニアは空気と共に追い出されて吸収管中の硫酸に吸収される。これを水で洗い出し比色管中に一定量とし、ネスラー試薬 0.5 ml 加え発色せしめ、同様に操作した標準液と比色

する。

第2図 アンモニア蒸溜装置

注1) この装置によると（B）と（C）を交互に直列に連結すると 2~10 個位一度に蒸留ができる。

注2) 検水中のアンモニアが 5 mg/l 以上の時は適当に分液して比色する。



15 カルシウム ( $\text{Ca}^{2+}$ )  
マグネシウム ( $\text{Mg}^{2+}$ )

第3図 溶存ガス測定装置

16 ナトリウム ( $\text{Na}^+$ )  
カリウム ( $\text{K}^+$ )

17 リン酸 ( $\text{PO}_4^{3-}$ )

以上3項は工業用水分析法参照

18 溶存酸素 (Dissolved  
 $\text{O}_2$ )

#### 18.1 要旨

検水中に溶存する酸素を、塩酸と大理石によって炭酸ガス泡をつくり、泡の中に溶存ガスを拡散逸出させ、このガスを水酸化ナトリウム溶液を充したビュレット中に導き、炭酸ガスを溶解させる。残りのガスは酸素、窒素、アルゴンおよびメタンとなる。この混合ガスからピロガロールを注入し酸素を吸収させる。

#### 18.2 試薬

ピロガロール溶液 (22%) : ピロガロール 22 g に 100 mL の水に溶かしこれに 1 滴の硫酸を入れておく。この 1 mL は酸素 12 mL を吸収する。

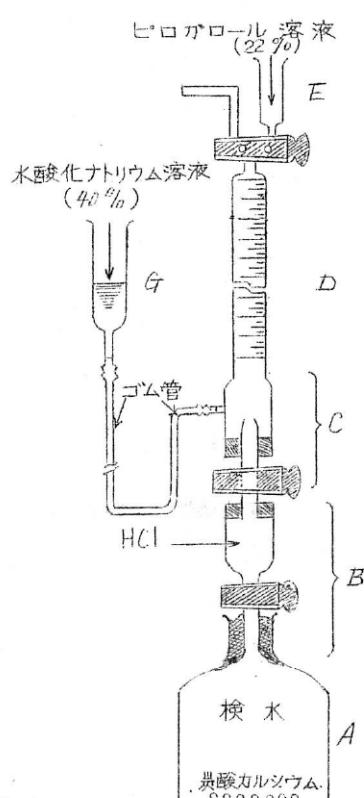
水酸化ナトリウム溶液 (40%) :

塩酸 (1 + 1) :

大理石:

#### 18.3 操作 (第3図参照)

容量をあらかじめ測定した分解瓶 (A) に約 0.2 ~ 0.3 mm 径に粉碎した大理石 5 g を入れて、検水を逸出するまで静かに入れ栓 (B) をする。上部に塩酸約 15 mL を入れる。ついでビュレット (D) を組立て水酸化ナトリウム溶液を気泡の残らないよう充す。コック (B) をあけ、塩酸を分解瓶に降下し炭酸ガス泡を発生せしめる。次に



コック (C) をあけビュレット中にガスを誘導する。約10～20分で溶存ガスの誘出は終る。コック (C) を閉め、(C) と (B) をはずす。ビュレットを十分に振って炭酸ガスを吸収させる。

約10分放置してビュレット壁についた試薬を降下させる。この時のガス量を読む (a  $m\ell$ )。小数以下2桁の  $m\ell$  までよみ、この数値は酸素、メタン、窒素およびアルゴン量である。つぎに (E) からピロガロール溶液を入れてガスビュレットをよく振って酸素を吸収させる。約10分後にガス量を読む (b  $m\ell$ )。この減量は酸素である。ビュレットのガス量を読む時は気温も同時に読む。

ビュレット中の残ガスはガス捕集管に採取し実験室に持帰る。主としてメタン、窒素、アルゴンである。

#### 18.4 計 算

溶存酸素 (Dis. O<sub>2</sub>)  $m\ell/\ell$

$$= \left\{ (a \times \frac{t_1}{t_1 + t_2} \times \frac{P_1}{P}) - (b \times \frac{t_3}{t_1 + t_3} \times \frac{P_1}{P}) \right\} \times \frac{1000}{V}$$

a : 全ガス量  $m\ell$

b : 酸素吸収後  $m\ell$

$t_1$  : 273°K

$t_2, t_3$  : 測定時の気温°C

P : 1気圧 760 mm Hg

P<sub>1</sub> : 測定時の気圧 mm Hg

V : 檜水  $m\ell$  (大理石の容積を除く)

注1) ビュレットの目盛は補正する。

注2) 薬品などから、酸素、窒素がわずかに入るので空実験は必ず行う。

### 19 過マンガン酸カリウム消費量

工業用水分析法参照

### 20 メタ硼酸 (HBO<sub>3</sub>)

#### 20.1 要 旨

検水中の炭酸類を煮沸して除き、マンニットを少量加え、フェノールフタレインを指示薬として水酸化ナトリウム溶液で中和滴定する。

### 20.2 試薬

$\frac{N}{20}$  水酸化ナトリウム標準溶液

$\frac{N}{20}$  塩酸標準溶液

P-ニトロフェノール溶液

フェノールフタレイン指示薬

### 20.3 操作

検水 50  $m\ell$  を正確にとり、1滴のP-ニトロフェノール溶液を加え、塩酸(1+4)を滴下し(黄色を消失する)微酸性にして煮沸し炭酸類を除く、この操作は減圧で行うとよい。

冷却後  $\frac{N}{20}$  水酸化ナトリウム溶液で黄色になるまで中和する。ふたたび  $\frac{N}{20}$  塩酸溶液でわずかに酸性にし、1滴で黄色になるまで  $\frac{N}{20}$  水酸化ナトリウム溶液を加える。

マンニットを2g入れ、フェノールフタレイン指示薬を1  $m\ell$  加えた後、 $\frac{N}{20}$  水酸化ナトリウム溶液で微紅色まで滴定する。さらにマンニット1g加えもし微紅色が褪色したらふたたび滴定する。同様操作の空実験を行う。

### 20.4 計算

メタ硼酸 ( $HBO_2$ )  $mg/\ell$

$$(b - c) \times 2.195 \times \frac{1000}{a}$$

a : 検水  $m\ell$

b :  $\frac{N}{20}$  水酸化ナトリウム標準溶液  $m\ell$

c : 空実験値  $m\ell$

注1) 硬質ビーカーはガラス中の硼素が溶出し空実験値が大となる。石英製ビーカーのがのぞましい。

注2) 硼酸は弱酸であるため、マンニット類の多価アルコールを加えて、中和滴定を進行させる。

注3) 天然ガス付随水の着色している場合は変色点の判定が困難である。当量点はpH7.6であるのでpH計を使用すれば正確な値が得られる。

注4) 炭酸を追い出す時は、激しく沸騰させると硼酸の一部が失われるおそれがあるので静かに行う。

## “引用文献”

1. 金原均二・本島公司・石和田靖章 “天然ガス” 朝倉書店 (1958)
2. 西条八束 “湖沼調査法” 古今書院 (1957)
3. 工業用水試験方法 J I S KOIOI (1957)
4. 三宅泰雄 “水質分析法” 小山書店 (1949)
5. 天然ガスかん水分析法 東京工業試験所 (1959)

