遊離塩素および全塩素

遊離塩素:方法 10231

DPD 法¹

全塩素 :方法 10232

0.05~2.00 mg/L Cl₂

TNTplus™ 866/867

用途: 飲料水、排水、プール水

¹ 本測定法は、*Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* に適応します。

測定の準備

測定上の注意

DR2800、3900: 本試験を行う前に、セルコンパートメントにライトシールドを取り付けてください。

パッケージに記載の安全上の注意および使用期限をご確認ください。

サンプルを採取したら、直ちに測定してください。保存したサンプルは測定しないでください。サンプルの保存はしないでください。

サンプルの色と濁度は、正確な測定に影響します。色と濁度を補正するために、サンプルのブランクを測定してください。

サンプルの推奨測定温度は、15~25℃とし、試薬の保存は、2~8℃としてください。

サンプルの推奨 pH は、pH3~10 です。

遊離塩素と全塩素を続けて測定する場合、先ず遊離塩素を測定し、その後、全塩素を測定手順のステップ 2.~4. およびステップ 6.で実行してください。

全塩素測定用のヨウ化カリウム試薬 A は、TNT867 試薬セットに含まれていますが、別途添付しています。

ゼロ調整用のバイアルは、TNT866 試薬セットに含まれています。同ロットのゼロバイアルで測定器のゼロを調整してください。

TNTplus™ 法は、メインメニューが表示された状態でサンプルバイアルをサンプルセルホルダーに挿入すると、自動的に測定できます。

使用する器具・試薬

項目	数量
ライトシールド	1
塩素 TNTplus™ 866/867 試薬セット	1
ヨウ化カリウム試薬 A(全塩素測定の場合のみ)	1
ビーカー、50 mL	1
ティッシュ	1

備考: 追加ご注文の際には、「**消耗品および交換品**」の項を参照してください。

遊離塩素 DPD 法 TNTplus™ 866

方法 10231

1. 装置のセルコンパートメントにライトシールドを取り付けます。

ゼロバイアルをセルホルダーに挿入します。

測定器は、自動的にバーコードを読み取り、測定法を選択して、ゼロ調整を行います。ゼロ調整が完了すると、L1が表示されます。

2. サンプルをバイアルの首の部分まで入れます。

3. キャップを締めて、バイアルの内壁の気泡を除去するようにバイアルを回転しながら、2~3回ほど、反転します。バイアルを振らないでください。

4. サンプルをバイアルに入れてから、1分以内にサンプルバイアルを拭いて、セルホルダーに挿入します。

測定結果は、mg/L Cl₂で表示されます。

全塩素 DPD 法 TNTplus™ 867

方法 10232

1. サンプルをバイアルの首の部分まで入れます。

2. 直ちに、ヨウ化カリウム試薬 A を 3 滴、加えます。

3. キャップを締めて、バイアルの内壁の気泡を除去するように慎重にバイアルを回転しながら、2~3回ほど、反転します。バイアルを振らないでください。

4. 3分待ちます。

装置のセルコンパートメントにライトシールドを取り付けます。

5. ゼロバイアルをセルホルダーに挿入します。

測定器は、自動的にバーコードを読み取り、測定法を選択して、ゼロ調整を行います。ゼロ調整が完了すると、L1が表示されます。

6. タイマーの時間が過ぎたら、サンプルバイアルの外側を拭いて、セルホルダーに挿入します。

測定結果は、mg/L Cl₂で表示されます。

妨害物質

表 1 妨害物質と妨害レベル

妨害物質	妨害レベルと対処方法
色度	測定結果は、高値になります。色度の妨害を補正するには、ブランクサンプルを測定してください。「ブランクサンプル測定」(P3)をご参照ください。
酸化剤	すべての酸化剤、例えば、オゾン、ヨウ素、二酸化塩素、二酸化マンガン、クロム塩などは、指示薬と反応するため測定誤差となります。 酸化剤濃度が極めて高い場合、指示薬のすべてのまたはかなりの部分は、無色になり、測定結果はマイナスか低値になります。
pH	サンプルの pH は、pH3~10 を推奨します。
濁度	測定結果は、高値になります。濁度の妨害を補正するには、ブランクサンプルを測定してください。

ブランクサンプルの測定

サンプルが着色していたり濁りがある場合、次のようにブランクサンプルを測定することにより、これらの妨害を補正することができます。

ブランクサンプルの測定には、下記のものが必要です。

- TNTplus919 ブランクバイアル

手順

1. 遊離塩素および全塩素の測定を終えます。
2. TNTplus919 ブランクバイアルの首の部分まで、サンプルを入れます。
3. バイアルを拭いて、セルホルダーに挿入します。測定器は、自動的にブランクバイアルのバーコードを読み取り、オリジナルの測定結果から補正值を減算した結果を表示します。

サンプルの採取および保存

- 塩素の測定は、サンプルを採取したら、直ちに測定してください。遊離塩素は、強い酸化剤であり、自然水の中では不安定です。様々な無機化合物と直ちに反応し、また有機化合物をゆっくり酸化します。サンプル中の妨害物質の濃度、日光、pH、温度および塩分濃度などの多くの要因が水中の遊離塩素の分解に影響を与えます。
- プラスチック容器は、塩素を分解するため使用しないでください。
- ガラス容器は、塩素で酸化される成分を除去するための前処理として、
 - ・希釈した漂白剤溶液(1Lの精製水に対して、1 mLの市販の漂白液)の中に、少なくとも1時間以上漬けて前処理してください。その後、精製水でよく洗浄してください。サンプル容器が使用后、精製水できれいに洗浄されていれば、このような前処理を毎回行う必要はありません。
- 塩素の測定においてよく見られる誤りは、サンプルとして代表的なサンプルが得られていないことにあります。水道水をサンプルとして採取する場合は、少なくとも5分間は水を流した後に採取してください。数回にわたり容器内にサンプル水をあふれさせ、容器にふたをすれば、サンプル水の上部に空気が入りません。サンプル容器に直接採取する場合は、サンプルセルを数回サンプルですすぎ、その後10 mL 秤線まで丁寧に注ぎます。その後速やかに塩素測定を行ってください。

精度チェック

測定方法が適切であるかを確認するために、サンプルの代わりに標準液を使います。標準液は希釈して用います。

精度をチェックするために、下記のものが必要です*。

備考:*「オプションの試薬および器具」の項を参照してください。

- 塩素標準溶液(アンプル)、50~75 mg/L Cl₂ (正確な濃度はラベルに表示してあります。)
- アンプルプレーカー
- メスフラスコ、100 mL、ガラス
- 可変容量ピペット
- ピペットチップ
- 精製水

標準液法

1. 清浄な100 mL メスフラスコに、50 mL の精製水を入れます。
2. 塩素標準溶液アンプル、50~75 mg/L Cl₂ を開けます。
3. ピペットを使って2.0 mL の塩素標準液を、100 mL メスフラスコに入れます。
4. 精製水を標線まで加えて希釈し、栓をして数回反転して十分に混合します。
5. この希釈した標準溶液の塩素濃度を、手順に沿って測定します。

6. 次の数式により、希釈した標準溶液の予測濃度を求めます。

$$(C_1) \cdot (V_1) = (C_2) \cdot (V_2)$$

ここで、C = 濃度、V = 容量

【例】塩素標準溶液アンプルの濃度が 65.0 mg/L Cl₂ の場合、希釈した標準溶液の予測濃度は、次のように算出します。

C₁ = 塩素標準溶液アンプルに表示された濃度 = 65.0 mg/L

V₁ = 塩素標準溶液アンプルからピペットにて採取した容量 = 2.0 mL (標準液法ステップ 3.)

C₂ = 希釈後の濃度 = 希釈後の予測濃度

V₂ = 希釈標準溶液の最終容量 = 100 mL (標準液法ステップ 4.)

$$(65.0 \text{ mg/L}) \cdot (2.0 \text{ mL}) = (C_2) \cdot (100 \text{ mL}) \quad \therefore C_2 = 1.3 \text{ mg/L Cl}_2$$

希釈した標準溶液の予測濃度は、1.3 mg/L Cl₂ となります。

予測濃度と実際の測定値を比較します。測定値は、予測濃度値 ± 10% です。

測定法の概要

塩素は、遊離塩素および結合塩素として、水中に存在します。両者は、同じ水中に共存しますので全塩素として測定されます。遊離塩素は、次亜塩素酸または次亜塩素酸イオンとして存在します。結合塩素は、モノクロアミン、ジクロアミン、三塩化窒素、およびその他の塩素化合物として存在します。

結合塩素は、試薬中のヨウ化物を酸化してヨウ素を生成します。ヨウ素と遊離塩素は、DPD (N,N-ジエチル-p-フェニレンジアミン) 指示薬と直ちに反応し、全塩素濃度に比例してピンク色に発色します。結合塩素の濃度測定は、全塩素の濃度測定値から、遊離塩素の濃度測定値を減算することにより得られます。測定は、515 nm の波長で行います。

消耗品および交換品

必要な試薬

項目	測定に必要な量	単位	Cat. No.
遊離塩素 TNT866 試薬セット	1	24/本入	TNT866
塩素 TNT866T 試薬セット、トータル/シーケンシャル	1	24/本入	TNT867
セットには、ヨウ化カリウム溶液A を含む。	1	1	TNT866A

必要な器具

項目		単位	Cat. No.
ビーカー、ガラス、50 mL		1	50041H
ライトシールド(DR2800)	1	1	LZV646
(DR3900)	1	1	LZV849
ティッシュ、ディスポーザブル、11x22 cm		280/枚入	2097000

推奨標準液および器具

項目		単位	Cat. No.
塩素標準溶液 PourRite [®] アンプル、50~75 mg/L Cl ₂ 、2 mL		20/アンプル	1426820
塩素標準溶液 Voluette [®] アンプル、50~75 mg/L Cl ₂ 、10 mL		16/アンプル	1426810
塩素標準溶液 PourRite [®] アンプル、25~30 mg/L Cl ₂ 、2 mL		20/アンプル	2630020
Voluette [®] アンプルブレーカー、10 mL 用		1	2196800
PourRite [®] アンプルブレーカー、2 mL 用		1	2484600
精製水		4 L	27256

オプションの試薬および器具

項目		単位	Cat. No.
メスフラスコ、クラスA、ガラス、100 mL、栓付き		1	1457442
可変容量ピペット、1.0~5.0 mL		1	BBP065
ピペットチップ、可変容量ピペット用		75/本入	BBP068
TNTplus919 ブランクバイアル		5/本入	TNT919