

26.65
141

日本分析化学会関東支部編

公害分析指針

5

水・土壌編 2-a

水中の Hg, Cr, Mn,
As, CN, 硫化物

千葉盛人・黒田雅之

江苏工业学院图书馆
藏书章

共立出版株式会社

水・土 壌 編 の 序

水質汚濁のもっとも大きな原因は、工場排水、鉱山排水、都市排水、食品工業排水、農業排水などのように、利用された水が元の状態に戻されずに放出されたり、大気や土壌の汚染を経由してくることにある。また、土壌や河川、海域の底質の汚染は、水が運んできた汚染物質が蓄積したり、あるいは大気中の汚染物質が降下したりして起こる。

水は、生活用水や産業用水として重要なばかりでなく、底質とともにさまざまな生物の生活環境をつくっており、また土壌は農耕地や牧草地として、その上に生育する植物や家畜にとって大切なものである。いわゆる公害に関連して水や土壌を分析する目的は、人や家畜に及ぶかもしれない害作用や環境の利用価値の低下を評価すること、あるいはある地域が人の活動によって汚染されたかどうかの判断などさまざまであろう。

このような評価や判断をおこなうために、試料のサンプリングが目的に合うように正しくなされていなければ、分析がどんなに正確におこなわれようとも、得られたデータは無意味なものとなろう。このような見地から、サンプリングの方法について、できるだけ詳しく記載することにした。

また、分析の対象となる物質や現象も、すでに制定されている環境基準や排出基準にとらわれず、各種有害性物質をはじめ一般試験項目を含め、広い立場から選び、分析方法については、もっとも広く使用されている信頼のおける方法を中心とし、それぞれの分野で第一線に立って仕事をしている人びとに執筆していただいた。

本シリーズが環境汚染防止の目標を達成するのに少しでも世の中のお役に立てば幸いである。

昭和47年3月1日

編 者

——著者紹介——

ちばもりと
千葉盛人 (財)日本分析化学研究所研究第1部長・理学博士

くろだまさゆき
黒田雅之 (財)日本分析化学研究所第2部長

目 次

水銀, クロム, マンガン, ヒ素, シアン, 硫化物	1
1. 概 要	1
2. 水 銀	2
全水銀の定量—2 (吸光光度法—2 原子吸光光度法—10) アルキル水 銀化合物の定量—14 (ガスクロマトグラフ法—14 薄層クロマトグラフ 分離-吸光光度法—21)	
3. クロム	26
全クロムの定量—26 (吸光光度法—26 原子吸光光度法—31 滴定法—32) クロム酸[Cr(VI)]の定量—36 (吸光光度法—36 原子吸光光度法—37 滴定法—38)	
4. マンガン	41
吸光光度法—41 (過ヨウ素酸カリウム酸化法—41 ホルムアルドキシム法 —44) 原子吸光光度法—47	
5. ヒ 素	49
吸光光度法—50 (ヒ化水素—銀・DDC—ブルシン・クロロホルム法—50 モリブデン青法—54) 原子吸光光度法—58	
6. シアン	63
前処理操作—64 (シアン化物—64 全シアン—68) 吸光光度法—70 (ピリジン-ピラゾロン法—70 チオシアン酸第二水銀法—72)	
7. 硫化物	74
吸光光度法—74 滴定法—76	
8. 解 説	79

索

引

カ行

還元気化循環法	10
ダットツァイト法	49
クロモソルブW	15
コハク酸ジェチレングリコール	16

サ行

シアン化物	64
シアン蒸留装置	66
シアン通気装置	64
ジチゾン四塩化炭素溶液	5
ジフェニルカルバジド	26, 36
p-ジメチルアミノベンジリデン	
ローダニン	70
ジメチルクロルシラン	16
シングルビーム式測定装置	13
生活環境に係る環境基準	80
精製四塩化炭素	4

全シアン	68
------	----

タ行

ダブルビーム式測定装置	14
チオシアン酸第二水銀法	72
電子捕獲型検出器	16

ハ行

ヒ化水素—銀・DDC—プルシン・クロロホルム法	50
ピーク消去法	20
人の健康に係る環境基準	1, 79
ビリジーン-ピラゾロン法	70
1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン	70
ホルムアルドキシム	41

マ行

モリブデン青法	54
---------	----

水銀, クロム, マンガン, ヒ素, シアン, 硫化物

1. 概

要

人の健康に係る環境基準として、公共用水域における総水銀、アルキル水銀、シアンは検出してはならず、またクロム（6価）ヒ素については0.05 ppm以下となっている。環境基準には決められていないが、マンガンは、繊維、製紙工業などで問題となる。また、水質汚濁が進むにつれて、水中の酸素の不足をきたし、硫化水素の発生を起こすことがある。

微量分析でも特に高感度の分析が要求され、フレイムレス原子吸光分析による水銀の定量、有機水銀のガスクロマトグラフ法など機器分析が行なわれている。

機器の取り扱いの習熟、妨害物質の検討、平常の管理など絶えず研究の態度が必要である。

2. 水 銀

2.1 概 要

水銀は、全水銀と有機水銀を別々に分析する。全水銀の定量はジチゾンによる吸光光度法または原子吸光光度法を用いる。有機水銀の定量は、毒性の強い低級アルキル水銀化合物のうち、メチル水銀およびエチル水銀を対象とし、ガスクロマトグラフ法または薄層クロマトグラフ法を用いる。

また水銀は揮発性であるため、他の重金属と異なり、試料の分解は密封系で行なう必要があり、通常は単独に別試料を用いて試験を行なう。

2.2 全 水 銀 の 定 量

A. 吸光光度法

a. 原 理 検水を硝酸と過マンガン酸カリウムで酸化したのち、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で還元し、アンモニア水で中和したのち、一定量の硫酸を加え、つぎにジチゾン四塩化炭素で水銀を抽出し、塩酸で逆抽出したのち中和して、再びジチゾン四塩化炭素で抽出する。アンモニア水で洗浄して過剰のジチゾンを除いたのち、その吸光度を測定して水銀を定量する方法である。定量範囲は $\text{Hg } 1\sim 25 \mu\text{g}$ で、繰り返しの標準偏差率は $10\sim 3\%$ である。試験操作の概略を図 2.1 に示す。

b. 器具および機器

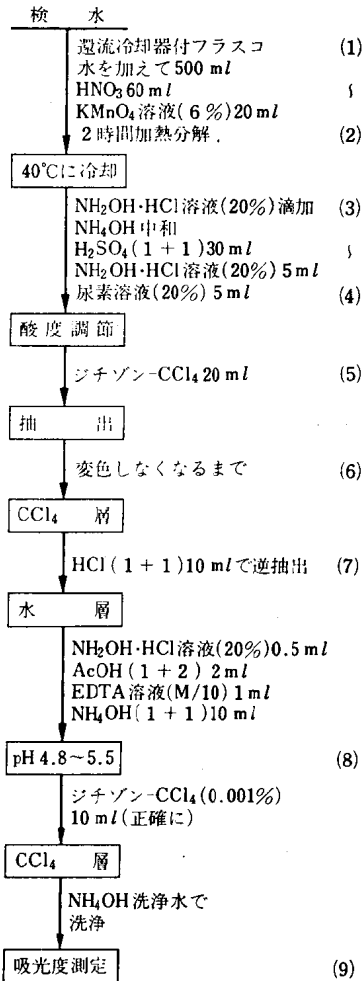


図 2.1 全水銀の試験操作（吸光度法）

丸底フラスコ 1 l, すり合わせ

還流冷却器 長さ約 30 cm

光度計 光電光度計または光電分光光度計

c. 試 薬

塩酸*(1+1) 塩酸 (1+1) 1 l につき過マンガン酸カリウム 0.3 g を加え

* 塩酸に相当量の水銀が含まれていることがある。

4 水 銀

たのち、蒸留して全体の 1/2 に相当する中留をとる。

硝酸 必要に応じて蒸留して、全体の 1/2 に相当する中留をとる。

硫酸 (1+1) 必要に応じて硫酸を減圧蒸留 (5 mmHg) して、全体の 1/2 に相当する中留をとる、等量の水に注意して混合する。

酢酸 (1+2)

アンモニア水

アンモニア水 (1+1)

精製四塩化炭素 四塩化炭素を硫酸とともに振って着色しなくなるまで繰り返す、ついで水洗後、酸化カルシウムを加えて振り混ぜ、酸化カルシウムの存在のまま蒸留し、77°C の留分をとる。

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 6 g を水に溶かして 100 ml とする。

塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (20 % w/v) 塩酸ヒドロキシルアミン 20 g を水に溶かして 100 ml とする。必要に応じて、これを分液漏斗に移し、少量のジチゾン四塩化炭素溶液 (0.005 % w/v) を加えて振り混ぜ、静置後四塩化炭素層を分離し、水層に再び少量のジチゾン四塩化炭素溶液 (0.005 % w/v) を加えて振り混ぜ、四塩化炭素層が変色しなくなるまで、この操作を繰り返したのち、水層をかわいたろ紙でろ過し、四塩化炭素の微泡を取り除く。

EDTA 溶液 (M/10) 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。必要に応じてこれを分液漏斗に移し、塩酸ヒドロキシルアミン溶液と同様の方法で、ジチゾン四塩化炭素溶液で洗浄する。

CyDTA 溶液 (M/10) 1,2-シクロヘキサレンジアミン四酢酸 3.5 g を水酸化ナトリウム 0.85 g とともに水に溶かして 100 ml とする。必要に応じて、EDTA 溶液と同様に、ジチゾン四塩化炭素溶液で洗浄する。

尿素溶液 (20 % w/v) 尿素 20 g を水に溶かして 100 ml とする。必要に応じてこれを分液漏斗に移し、塩酸ヒドロキシルアミン溶液と同様の方法で、ジチゾン四塩化炭素溶液で洗浄する。

アンモニア洗浄水 アンモニア水 (1+100) 100 ml に EDTA 溶液 (M/10) 5 ml を加える。

ジチゾン四塩化炭素溶液 (0.01 % w/v) 精製した新しいジチゾン (ジフェニルチオカルバゾン) 0.11 g を精製四塩化炭素 400 ml によくかき混ぜて溶かし、ろ紙でろ過する。この溶液を分液漏斗に移し入れ、アンモニア水 (1+100) 400 ml を加え、振り混ぜてジチゾンを水層に移し、静置したのち四塩化炭素層を分離する。水層に精製四塩化炭素 50 ml を加えて振り混ぜ、洗浄する。静置後、四塩化炭素層を分離し、この洗浄を四塩化炭素層がうすい緑色となるまで繰り返す。洗浄した水層に精製四塩化炭素 500 ml と塩酸 (1+10) 50 ml とを加えて振り混ぜ、ジチゾンを四塩化炭素層に移す。

静置後、四塩化炭素層を分離する。水層には精製四塩化炭素 50 ml を加えて振り混ぜ、残ったジチゾンを抽出する。静置後さきのジチゾン四塩化炭素溶液に加え、さらに精製四塩化炭素を加えて 1 l にうすめ、着色びんに入れ、飽和亜硫酸水 100 ml を加えて表面をおおい、10°C 以下の暗所に保存する。

ジチゾン四塩化炭素溶液の濃度を正確に決定したい場合は、分液漏斗に亜鉛標準液 (M/1000) 5 ml を正確にとり、これに酢酸アンモニウム溶液〔酢酸アンモニウム溶液 (25 % w/v) を酢酸とアンモニア水で pH を 5.5 に調節したのち、ジチゾン四塩化炭素溶液 (0.01 % w/v) と四塩化炭素で洗浄したもの〕2 ml と水 50 ml を加える。これにジチゾン四塩化炭素溶液 (0.01 % w/v) 20 ml を正しく加えて 3 分間激しく振り混ぜ、静置したのち四塩化炭素層を捨てる。水層に四塩化炭素 10 ml を加えて 1 分間激しく振り混ぜる。静置したのち、四塩化炭素層を捨てる。

水層に指示薬としてキシレノールオレンジ溶液 (0.1 % w/v) を加えて M/1000 EDTA 溶液で溶液の色が紅色から黄色に変わる点まで滴定し、次式によってジチゾン溶液の濃度を算出する。

$$G = \frac{Z - T \times F}{S} \times 784$$

ここに G : ジチゾン四塩化炭素溶液濃度 (% w/v)

Z : 亜鉛量 (g)

6 水 銀

T : $M/1000$ EDTA (ml)

F : EDTA 1 ml に相当する亜鉛量 (g)

S : ジチゾン四塩化炭素溶液の量 (ml)

ジチゾン四塩化炭素溶液 (0.005 % w/v) ジチゾン四塩化炭素溶液 (0.01 % w/v) を精製四塩化炭素で 2 倍にうすめる。この溶液は使用のつど調製する。

ジチゾン四塩化炭素溶液 (0.001 % w/v) ジチゾン四塩化炭素溶液 (0.01 % w/v) を精製四塩化炭素で 10 倍にうすめる。この溶液は使用のつど調製する。

フェノールレッド指示薬溶液 (0.1 % w/v) フェノールレッド 0.1 g をエチルアルコール (95 % v/v) 20 ml に溶かし、水で 100 ml とする。

水銀標準原液 (0.5 mg Hg/ml) 塩化第二水銀 0.677 g を水に溶かし、メスフラスコ 1 l に入れ、水を標線まで加える。

水銀標準液 (5 μ g Hg/ml) 水銀標準原液 10 ml を正しくメスフラスコ 1 l にとり、水を標線まで加える。この溶液は使用のつど調製する。

d. 試験操作

(1) 検水の適量* (水銀として 25 μ g 以下を含む) を丸底フラスコ 1 l にとり、水を加えて約 500 ml とする。硝酸 60 ml と過マンガン酸カリウム溶液 (6 % w/v) 20 ml を加えて静かに振り混ぜ、還流冷却器を取り付け、突沸を避けながら静かに加熱し、2 時間煮沸する。

(2) もしこの間に過マンガン酸カリウムの色が消失する場合**には液温を 60°C に下げ、過マンガン酸カリウム溶液 (6 % w/v) 2 ml を一度に加え、再び煮沸し、過マンガン酸カリウムの色が約 10 分間残るまで繰り返す。

(3) 液温を約 40°C に冷却し、溶液を振り混ぜながら塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (20 % w/v) を滴加して、過剰の過マンガン酸カリウムを分解する***。

* 水銀含有率および有機物 (本法で分解しにくいもの) または塩化物その他過マンガン酸カリウムを分解する物質が多量に含まれる場合には適当に加減する。通常は 100 ml 程度を用いる。

** 一度二酸化マンガンを生ずると、その後に加える過マンガン酸カリウムは有機物には作用しないで分解されてしまうから、二酸化マンガ生成したのちは過マンガン酸カリウムは加えないで、その後の操作を続ける。

*** 塩酸ヒドロキシルアミンの過剰の滴加はさける。

(4) 指示薬としてフェノールレッド指示薬溶液 (0.1 % w/v) 数滴を加え、冷却しながらアンモニア水を溶液が赤色になるまで加える。これに硫酸 (1+1) 30 ml, 塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (20 % w/v) 5 ml および尿素溶液 (20 % w/v) 5 ml を加える。

(5) この溶液を分液漏斗 1 l に移し、ジチゾン四塩化炭素溶液 (0.005 % w/v) 20 ml を加えて 2 分間激しく振り混ぜる。静置して溶液が 2 層に分離したのち、四塩化炭素層を別の分液漏斗に移す。

(6) ジチゾン四塩化炭素溶液 (0.005 % w/v) 20 ml を加えて 2 分間激しく振り混ぜ、静置後四塩化炭素層を、先に分離した四塩化炭素層に合わせる。

(7) この四塩化炭素層を水 20 ml で洗浄したのち、塩酸 (1+1) 10 ml を加えて 30 秒間振り混ぜ、静置後四塩化炭素層を別の分液漏斗に移し、水層を保存する。四塩化炭素層に再び新しい塩酸 (1+1) 5 ml を加えて振り混ぜ、静置後、四塩化炭素層を捨てる。この水層を前の水層に合わせる*。あとの分液漏斗を少量の水で洗浄して前の水層に合わせ、水で液量を約 50 ml とする。

(8) これに塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (20 % w/v) 0.5 ml, 酢酸 (1+2) 2 ml, EDTA (M/10) 1 ml**, アンモニア水 (1+1) 10 ml を加えたのち、ブロムクレゾールグリーン pH 試験紙を用いてアンモニア水 (1+1) で pH を 4.8~5.5 に調節する。これにジチゾン四塩化炭素溶液 (0.001 % w/v) 10 ml を正しく加え、2 分間激しく振り混ぜる。静置後、四塩化炭素層を共せん付試験管に分取し、アンモニア洗浄水 10 ml を加えて 30 秒間激しく振り混ぜ、静置後水層を駒込ピペットまたはスポイトで吸いとる。この操作を洗浄液が無色になるまで繰り返す。

(9) 四塩化炭素層が透明になったのち、その一部を吸収セル 10 mm にとり、四塩化炭素を対照液として波長 490 nm でその吸光度を測定し、あらかじめ作成した検量線から水銀量を求め、水銀の ppm を算出する。全操作にわた

* この場合ジチゾン四塩化炭素の粒が沈むので、この粒を完全に除去したのち、つぎの操作に移る。

** 銅、亜鉛、鉛、ビスマスなどが多量に含まれる場合には、EDTA 溶液 (M/10) をさらに多量に加える。銅が 1 mg 以上含まれるときは、CyDTA 溶液 (M/10) を用いる。

8 水 銀

って空試験を行ない、結果を補正する。

(10) 検量線の作成 水銀標準液 ($5 \mu\text{g Hg/ml}$) $0\sim 5 \text{ ml}$ を段階的にとり、水で約 50 ml としたのち、EDTA 溶液 ($M/10$) 1 ml 、塩酸ヒドロキシルアミン溶液 ($20 \text{ } \mu\text{w/v} \%$) 0.5 ml 、酢酸 ($1+2$) 2 ml を加え、アンモニア水 ($1+1$) を用いて、ブロムクレゾールグリーン pH 試験紙により pH を $4.8\sim 5.5$ に調節したのち、以下本文に従って操作し、水銀量と吸光度との関係線を作成する。

e. 備 考

(1) 検水中の有機物の分解には、ガラス製耐圧びんを使用してもよい。検水の適量を $300\sim 500 \text{ ml}$ のガラス製耐圧びんにとり、検水 100 ml につき硝酸約 20 ml と過マンガン酸カリウム溶液 ($6 \text{ } \mu\text{w/v} \%$) 約 20 ml の割合で加えて振り混ぜ、密栓する。ビーカー中に入れ、熱水を耐圧びん中の液面まで加える。これを沸騰する水浴上で2時間加熱する。過マンガン酸カリウムの色が消失した場合には、耐圧びんを取り出し約 60°C に冷却したのち振り混ぜ、逆さにして蒸気を溶液に接触させ、水銀を溶液中に捕集したのち、過マンガン酸カリウム溶液 ($6 \text{ } \mu\text{w/v} \%$) 2 ml を加えて振り混ぜ、過マンガン酸カリウムの色が約2分間残るまで繰り返す。分解終了後、塩酸ヒドロキシルアミン溶液 ($20 \text{ } \mu\text{w/v} \%$) 添加以降の本文操作(4)以下を行なう。

(2) 銀イオンが共存する場合には、最初に抽出した水銀-ジチゾン四塩化炭素層を硫酸 ($1+100$) 10 ml で1回洗浄を行ない、ついで〔塩化ナトリウム溶液 ($20 \text{ } \mu\text{w/v} \%$) 1 + 塩酸 ($1+37$) 1] 5 ml で2回、水で1回洗浄して銀を除去する。

(3) 最初のジチゾン四塩化炭素溶液による水銀ジチゾン錯塩の抽出にあたり、水銀錯塩以外に着色物質が同時に抽出され、以後の塩酸による逆抽出が妨害されることがある。この場合には亜硝酸分解法を適用する。

亜硝酸分解法

(i) 試 薬

緩衝液 酢酸ナトリウム (3水塩) 14 g を水に溶かして 100 ml とし、ま

た酢酸 23 ml を水で 100 ml とし、両溶液の等量を混合 (pH 約 4) したのち、これを分液漏斗に移し、ジチゾン四塩化炭素溶液 (0.005 w/v %) で洗浄する。

亜硝酸ナトリウム溶液 (5 w/v %) 亜硝酸ナトリウム 5 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。

(ii) 操 作

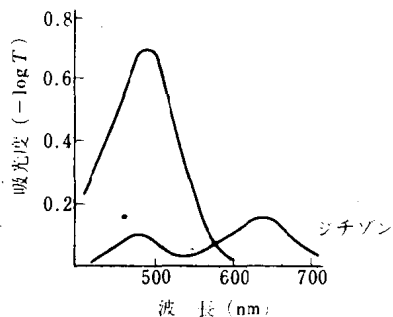
本文の逆抽出操作 (7) の代わりに、つぎの操作を行なう。四塩化炭素層に塩酸 (1+100) 10 ml および亜硝酸ナトリウム溶液 (5 w/v %) 2 ml を加え、3 分間激しく振り混ぜ、静置後四塩化炭素層を捨てる。水層に塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (20 w/v %) 3 ml を加え、10 分間振り混ぜたのち、尿素溶液 (20 w/v %) 1 ml をさらに加え、2 分間振り混ぜる。つぎに緩衝液 5 ml, EDTA 溶液 (M/10) 1 ml を加えて振り混ぜ、以下本文に従って操作する。

(4) 検水量は少ないほうが操作上取扱いやすいが、適宜変えてもよい、ただし、水銀量は 25 μ g 以下であることが望ましい。ジチゾン 四塩化炭素溶液 (0.001 w/v %) 10 ml に相当する水銀量は約 25 μ g 強で、50 μ g の水銀の場合にはジチゾン溶液を 20 ml 使用する。高濃度の場合や多量のジチゾン溶液を使用すると、抽出後アンモニア洗浄水による過剰ジチゾンの洗浄除去が困難になると同時に、水銀ジチゾン錯塩の分解がおこる恐れがあるので注意する。単色法でなく混色法で定量する場合は水銀ジチゾン錯塩のケト型の極大吸収波長 490 nm で使用したジチゾン溶液を対照として吸光度を測定するか、またはジチゾン溶液の極大吸収波長 620 nm でジチゾン溶液を対照として吸光度を測定する。この場合いずれもジチゾン溶液は正確な力価、量を使用しなければならない。

(5) 水銀ジチゾン錯塩の溶媒への抽出は、短時間振り混ぜただけでできるが、EDTA が共存する場合は抽出速度がおそくなるから激しく 2 分間振り混ぜる。このとき銅イオンが多く 1 mg 近くなると銅ジチゾン錯塩が抽出されるのでこの場合には CyDTA を用いて銅をマスクする。EDTA による銅のマスクは 1 mg が限度で、EDTA 量を増加しても効果は少ない。

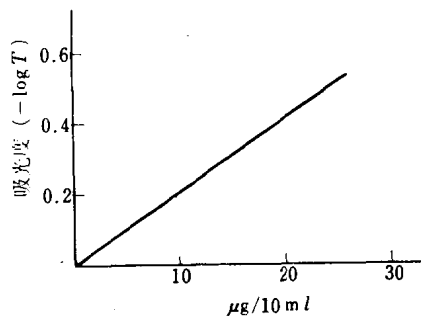
(6) 水銀ジチゾン錯塩は直射日光，温度に不安定であるから抽出後は暗所におき，液温は 25°C 以下で抽出後の吸光度の測定までは迅速に行なう。

(7) 吸収曲線と検量線の一例を図 2.2 および図 2.3 に示す。



Hg: 3 ppm 対照: CCl_4 セル: 10 mm

図 2.2 水銀ジチゾン錯塩の吸収曲線



波長: 490 nm セル: 10 mm

図 2.3 水銀検量線 (ジチゾン法)

B. 原子吸光光度法 (還元気化循環法)

a. 原理 検水に塩化第一スズを加えて金属水銀に還元したのち，この溶液に通気して水銀を気化させる。水銀蒸気による紫外線の吸収パーセントまたは吸光度を測定して定量する方法である。定量範囲は，使用する装置，吸収セルの長さ，測定条件などにより異なるが， $2537\text{\AA}$ の波長を用いた場合， $0.0005 \sim 0.01$ ppm で，繰り返しの標準偏差パーセントは $10 \sim 2\%$ である。

b. 器具および機器

反応容器 硬質ガラス製 (容量 $200 \sim 300\text{ ml}$) (図 2. 4 参照)

石英製吸収セル 外径 30 mm ，長さ $100 \sim 300\text{ mm}$

送気ポンプ 毎分 1.5 l 以上の空気を循環できるもの。

乾燥塔またはU字管

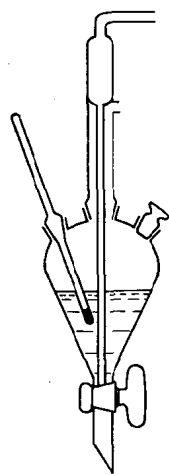
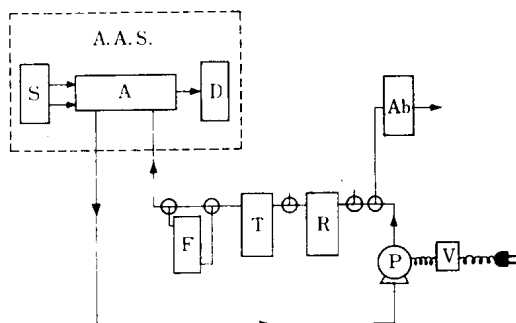


図 2.4 反応容器



A: A. S.: 原子吸光度計, S: Hg ランプ
 A: 石英製吸収セル, D: 受光部および記録計
 F: ガスフローメーター, T: トラップ, R: 反応容器
 P: 送気ポンプ, Ab: KMnO_4 溶液 (吸収剤)

図 2.5 装置の配列 (例)

連結管 軟質塩化ビニール管またはポリエチレン管

原子吸光分析装置, 水銀中空陰極ランプまたは水銀ランプ

記録計

スライダック

装置の配列の一例を図 2.5 に示す。

c. 試薬

塩化第一スズ溶液 塩化第一スズ (2 水塩) 10 g に硫酸 (1+20) 60 ml を加え、かき混ぜながら加熱して溶かし、冷却後水で 100 ml とする。

過塩素酸マグネシウム* 乾燥用

水銀標準液 (0.5 μg Hg/ml) 2.2 A. b 水銀標準液 (5 μg Hg/ml) を水で正しく 10 倍にうすめる。この溶液は使用のつど調製する。

d. 試験操作

- (1) 検水**の適量 (Hg として 1 μg 以下) をとり、硫酸 (1+1) 5 ml を加える。
- (2) 水銀中空陰極ランプを点灯し、安定させる。検水を反応容器に移し入れ、液量を水で 100 ml とする。
- (3) 塩化第一スズ溶液 10 ml を加えたときに装置に連結し送気ポンプ***

* 過塩素酸マグネシウムは吸湿しやすく時々交換をする必要がある。この他濃硫酸などを用いてもよい。循環系内外の温度を一定に保てば乾燥剤を用いなくてもよいが、この場合系内の温度が高いと水蒸気が凝縮して誤差を生ずることがあるので温度差は 2°C 内であることが望ましい。

** 検水中に揮発性の有機化合物、水銀の還元を妨害する物質、その他干渉物質を含む場合は、2.2A に準じて硫酸、過マンガン酸カリウムで分解する。過剰の過マンガン酸カリウムは塩酸ヒドロキシルアミンで還元する。

*** 使用する送気ポンプの水銀蒸気に接する部分が金属製である場合には、コロジオンなどを塗布して金属部分が直接蒸気に触れないようにする。