

## 5. 操作手順

1. 検水を添付の試験管の標線（5ml）までとり、前処理剤を添付のサジですり切り 1 杯程度加え溶解させます。
2. 中和剤 1 錠を加え直ちに密栓して約 1 分間振り混ぜて錠剤を崩壊させます。
3. もし検水が紅色になった場合は、さらに中和剤 1 錠を追加して崩壊させます。（錠剤を加え崩壊させますと、検水は白く濁りますが、測定には差しつかえありません。）
4. 切り目の入ったゴム栓をとり、図のように試験紙のプラスチック部分をゴム栓の切り目にはさみます。
5. 試験紙に発色試液 1 滴を落とし湿潤させたのち、余滴は軽く振り落とします。
6. 操作 1 で中和された検水入り試験管のゴム栓をはずし 3 で用意した試験紙付のゴム栓を速やかにはめこみます。
7. （この場合、試験紙が試験管の内側に接触しないよう特に注意して下さい。わずかも接触した場合は試験紙を取り替えて下さい。）
8. 直立させて直射日光を避け、10 分間放置後変化した色調を添付の色調表と直ちに比較して、検水中のシアンイオン濃度を読みとります。

## 6. 注意点

- 1) 排水中の遊離シアンイオンを測定する場合、検水の湿度あるいは操作場所の気温が 10℃以下の時は、検水を入れた試験管を風呂のお湯程度に温めた温水の中に浸け 10 分間放置して下さい。
- 2) 前処理剤は、検水中の酸化性物質を分解するために加えるもので、遊離塩素 2,000ppm 以下の検水であれば、前処理剤 1 杯の添加で充分です。

排水中の遊離シアンイオン測定例（単位 ppm）

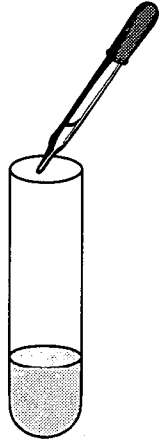
	シアンーテスト ワコー法	JIS 法			J 法
		通気法	加熱蒸留法	全シアン	
1	4	0.6	3.0	4.0	2
2	1	0.2	0.5	0.9	0.5
3	3	1.0	3.0	4.5	3
4	3	0.2	3.5	3.3	4

## 7. 空気中のシアン化水素ガスの測定法

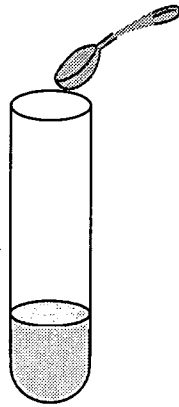
- 1) 試験紙を発色試液で湿潤させ、余滴は軽く振り落とします。
- 2) 被検空気中で 1 分間静置後、直ちに色調表と比較し空気中のシアン化水素ガス濃

度を読みとります。

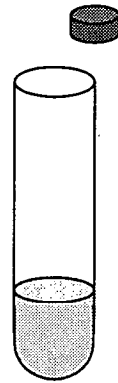
註 被検空气中に、塩素など酸化性のガスが共存する場合は、発色が多少高い値を与えることがあります。



図① 試料を採る



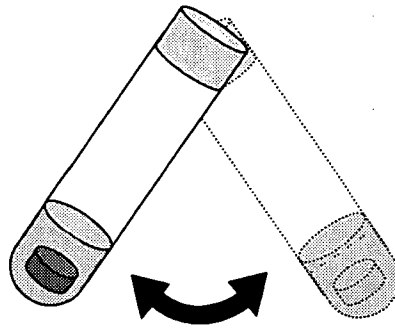
図② 前処理剤をすり切り一杯加え、溶解させる



図③ 中和剤を加える



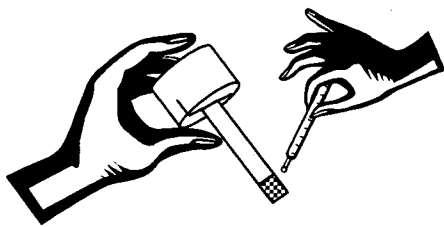
図④ ゴム栓をする



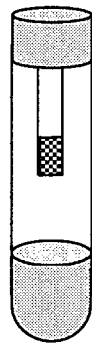
図⑤ 錠剤を崩壊させる



図⑥ 切れ目の入ったゴム栓に試験紙を挟む

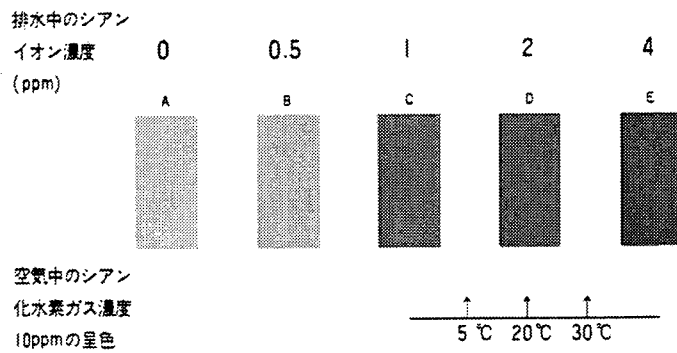


図⑦ 発色試液一滴で試験紙を湿潤させる



図⑧ 試験紙を装着して10分間放置

## シアン - テストワコー 色調表



注：空気中のシアン化水素ガス濃度が10ppmのときの呈色は20℃で色調Dに相当する。5℃ではCとDの間、30℃ではDとEの中間の色調となる。

## 迅速検査法によるヒ素検査

—メルコクアント・ヒ素テストによる尿中ヒ素の検出—

# 迅速検査法によるヒ素検査

—メルコクアント・ヒ素テストによる尿中ヒ素の検出—

## 1. はじめに

近年、ヒ素による急性中毒事故は少なくなったが、ヒ酸、亜ヒ酸銅、ヒ酸鉛、ヒ酸石灰等による急性または亜急性中毒が時々問題となる。また、ヒ素化合物に汚染された食品の長期摂取による慢性中毒も見逃すことはできない。

ヒ素はタンパクのSH基と結合することにより、解糖系の諸酵素だけでなく、アミノ酸化酵素やモノアミン酸化酵素などの活性を阻害する。

5価のヒ素化合物は毒性が低く、3価のヒ素化合物(-As=0)が最も毒性が高くなる。亜ヒ酸の中毒量は、5～50mg、致死量は、100～300mgとされている。このヒ素化合物はアダムサイトやルイサイトのような毒ガスと使用されていたこともあるが、サルバルサンのように梅毒の特効薬として使用されたものもある。

現在、日本でも殺虫剤や防腐剤として使用されているが、ヒ素中毒は、農薬の製造過程での職業病として見られることが多かったが、まれに自殺に用いられることもある。

## 2. 原理

ヒ素は、酸性条件下で加熱することによって銅に付着する。また、加熱することで気体となる（昇華）性質を持っている。本検査では、試料中のヒ素を銅板に付着させて生体成分から分離する。さらに銅板のヒ素を昇華させて再度分離する。再分離したヒ素を塩酸で溶解させてキットの検査試料とする。キット付属の試薬を加えることでヒ化水素（アルシン、AsH<sub>3</sub>）が生成する。これが試験紙の反応部分に含まれている臭化水銀（Ⅱ）と反応し、黄茶色のハロゲン化ヒ素水銀錯体を形成することにより、ヒ素化合物の確認が可能となる。

## 3. 使用器具

- Merckoquant<sup>®</sup> arsenic test
- カッター
- 試験管立て
- はさみ
- マイクロピペット（5ml）
- 平底試験管（30ml 容量）
- チップ（5ml 用）
- スポイト（Reagent 2 用）
- コルク栓

#### 4. 操作手順

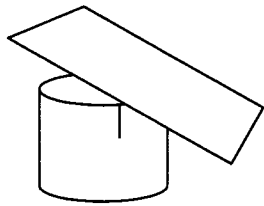
1. 試験紙を半分に切る（濾紙状試験紙の付いた方を使用）。
2. カッターでコルク栓に切れ目を入れ、試験紙を切れ目に差し込む（図①）。
3. 検査試料 5ml (5ml/マイクロピペット) を平底試験管(30ml 容量)に入れる（図②）。
4. 付属のスプーンで Reagent 1 を 1 杯加える（図③）。
5. 平底試験管に Reagent 2 を 10 滴加える（スポイト）（図④）。
6. 速やかに平底試験管に蓋をして、10 分間放置する（図⑤）。途中静かに 2～3 回振り混ぜる。
7. 試験紙を取り出して、蒸留水をつけ、色調を陰性および陽性試料の結果と比較する。試験紙の変色域が淡黄色～茶色に変化する。

#### 5. 注意点

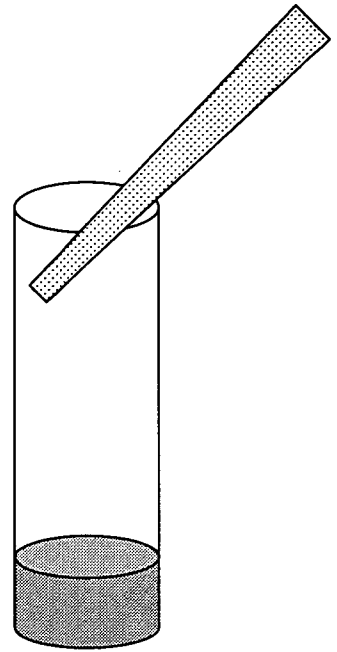
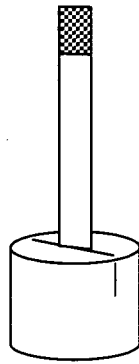
- 1) 検出下限は 0.5 $\mu$ g/ml である
- 2) 健常人でも試験紙がわずかに変色する場合がありますので、必ず陰性試料（ヒ素無添加）と陽性試料（ヒ素添加）を同時に検査し、検査試料と比較する。
- 3) 濃塩酸（Reagent 2）を使用するので、手や着衣に着かないように十分注意する。
- 4) 検査キットには、検査用の試験管が 1 本しか入っていない。複数の検査を同時に行うには、平底の試験管とコルク栓を使用すると安価である。
- 5) 平底の試験管などの硬質ガラスを使用する際には、コルク栓を強く差し込むと破損する危険性があるため、試験管内の気相が逃げない程度の気密性が保たれておけば問題ない。
- 6) 検査試薬を入れた後、攪拌しすぎると泡が発生し、検査紙に触れる恐れがある。
- 7) 同封のカラーチャートは水分析の際の判定基準であるため、生体試料の判定基準には使用しない。
- 8) 10 分以上放置すると、正常人でも着色してくることがある。

#### 6. 参考

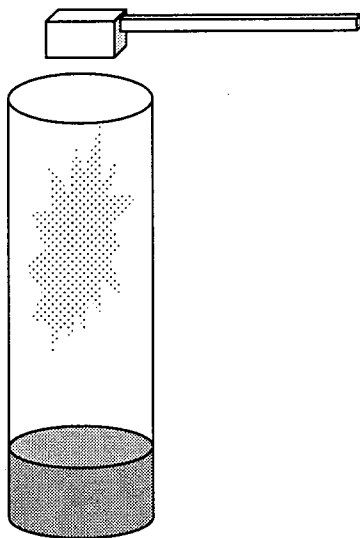
- 奈女良 昭、西田まなみ、屋敷幹雄、他著：中毒治療に役立つ迅速検査法。じほう，2005.



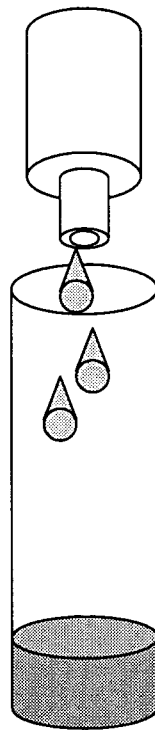
図① コルク栓にカッターで切れ目を入れ  
試験紙を挟む



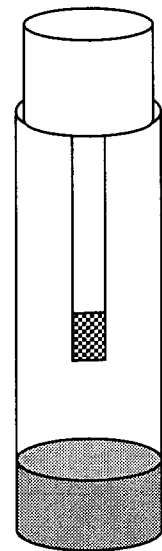
図② 試料 5ml を試験管に入れる



図③ Reagent 1 を  
一杯加える

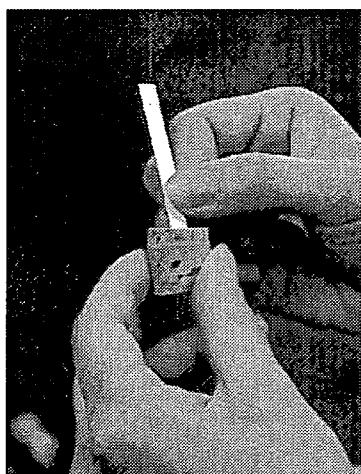


図④ Reagent 2 を  
10 滴加える

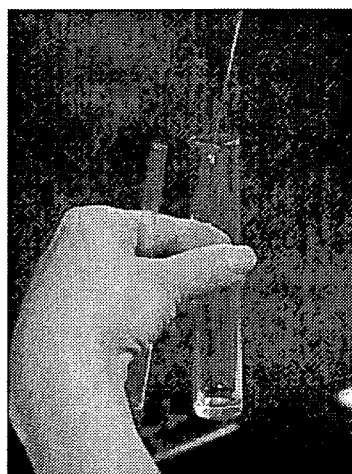


図⑤ 蓋をして  
10 分間放置する

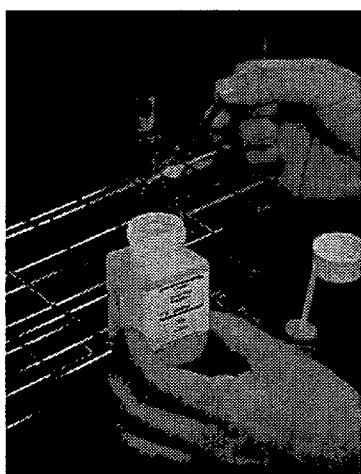




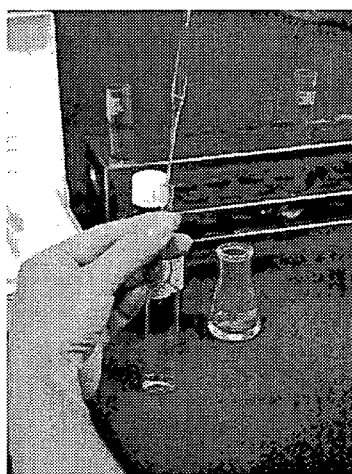
図① コルク栓にカッターで切れ目を入れ試験紙を挟む



図② 試料 5ml を試験管に入れる



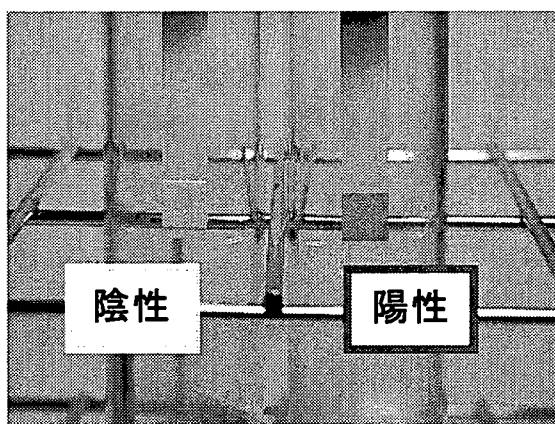
図③ Reagent 1 を一杯加える



図④ Reagent 2 を 10 滴加える



図⑤ 蓋をして 10 分間放置する



## 迅速検査法によるヒ素検査

ーガステック・ヒ素測定セットによるヒ素の検出ー

取扱説明書

ひ素測定セット（地質・水質調査用）

No. 331

（株）ガステック

〒252-1103 神奈川県綾瀬市深谷 6431

TEL : 0467-79-3911

FAX : 0467-79-3979

大切なお知らせ

本製品を使用する前に本書にでてくる「注意」「注記」等の事項は、  
注意深く読み、よく理解して下さい。  
本取扱説明書は、必要な時いつでも使用できるように大切に保管し  
て下さい。

1. はじめに	・ ・ ・ ・	137
2. 安全にお使いいただくために	・ ・ ・ ・	137
3. お確かめ下さい	・ ・ ・ ・	138
4. 製品概要	・ ・ ・ ・	139
5. 各部の名称と機能	・ ・ ・ ・	139
6. 使用方法	・ ・ ・ ・	141
6.1 測定準備	・ ・ ・ ・	141
6.2 試料が液体の場合の測定方法	・ ・ ・ ・	142
6.3 試料が固体の場合の測定方法	・ ・ ・ ・	144
7. 検知管等の廃棄方法	・ ・ ・ ・	144
8. 資料	・ ・ ・ ・	144
9. 保証とアフターサービス	・ ・ ・ ・	145
参考文献	・ ・ ・ ・	145

## 1.はじめに

本書はひ素測定セット(地質・水質調査用)(No.331)の取扱説明書です。

本製品を使用する前に本書、検知管式気体測定器取扱説明書およびひ素検知管(No.202)取扱説明書を読み、内容を十分理解した上でお取り扱い下さい。

本製品を正しく安全にお使いいただくために、次のような定義のシンボルマークを使用しています。

シンボルマーク	定義
△注意	この表示を守らないと、使用者の身体又は物に軽微な被害を及ぼすことを意味します。
△注記	本製品の故障防止等、正しくお使いいただくためのアドバイスを意味します。

## 2.安全にお使いいただくために

本製品を正しく安全にお使いいただくために、次の注意事項と検知管式気体測定器取扱説明書およびひ素検知管(No.202)取扱説明書の注意事項は必ずお守り下さい。

### 使用・取扱について

△注意	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 本製品は化学分析に対する経験及び知識を有する方々を対象としています。ご使用の際には、専門知識を有する方の適切な監督指導のもとに行ってください。</li> <li>● 試薬、ガラス器具等の取扱いに注意し、必要に応じて保護手袋、保護眼鏡等を着用して下さい。</li> <li>● 気体採取器の気密性の点検を行う際は、検知管の先端を人に向けないで下さい。また採取器のハンドルを戻す際、ハンドルから手を離さないで下さい。けがまたは故障の原因となります。</li> <li>● 検知管の先端を折り取ったり、誤って検知管を割った際、ガラスの破片や検知剤が飛び散る恐れがあります。万一割れた場合、ガラスの破片や検知剤を素手で触れないで下さい。検知剤に触れた場合、水で良く洗い流して下さい。目に入った場合、直ちに水で洗い流した後、速やかに医師の診断を受けて下さい。</li> </ul>
-----	--

## 3.お確かめ下さい

ひ素測定セット(地質・水質調査用)(No.331)は、次のものが入っていますのでこれらが揃っていることをお確かめ下さい。

	品名	数量		品名	数量
1	ガス発生用インピンジャー (No.331-3)	1	11	試験管(ガラス製)	1
			12	試験管(ポリプロピレン製)	4
2	接続ゴム管	2	13	洗浄びん(300ml)	1
3	メスシリンダ (50ml)	1	14	攪拌棒(大)	1
4	広口びん (100ml)	2	15	温度計	1
5	細口びん (1000ml)	1	16	試験管立て	1
6	駒込ピペット(ガラス製・1ml)	1	17	気体採取器スタンド	1
7	駒込ピペット(ガラス製・2ml)	1	18	ひ素検知管(No.202)	10
8	駒込ピペット(ガラス製・5ml)	1	19	試薬セット①(No.331-1)	1
9	駒込ピペット (ポリエチレン製・1ml)	2	20	試薬セット②(No.331-2)	1
			21	気体採取器(GV-100)	1
10	駒込ピペット (ポリエチレン製・10ml)	1	22	アクセサリ(GV100-1)	1
			23	チップホルダ(721)	1

試薬セット①(No.331-1)

	品名	数量
1	指示薬	1
2	中和剤	1
3	酸化剤	1

試薬セット②(No.331-2)

	品名	数量
1	試薬 A	5
2	試薬 B	5
3	試薬 C	1
4	亜鉛粉末	1
5	攪拌棒(小)	2
6	スプーン	1

また、セットの梱包品とは別に以下のものが必要になりますので、ご用意下さい

	品名	備考
1	硫酸	試薬特級
2	塩酸	試薬特級

硫酸および塩酸の市販の 500ml びん入りのものは、セット内の所定の位置に収納可能です。

#### 4.製品概要

水中および土砂等の地質試料中のひ素濃度の測定に使用します。測定所要時間は約15分、測定には電源、熱源等を必要としません。測定範囲は、水中ひ素濃度として0.01～0.3mg/lで、水質環境基準が測定可能です。

#### 5.各部の名称と機能

- ガス発生用インピンジャー：試料溶液中のひ素を液相反応によりガス化させるのに使用する。
- 接続ゴム管：ガス発生用インピンジャーと検知管(の前処理管)の接続に使用する。
- メスシリンダ：試料溶液および地質試料を希釈するための水を計り取るのに使用する。
- 広口びん(100ml)：地質試料から測定用の試料溶液を抽出するのに使用する。
- 細口びん(1000ml)：イオン交換水または蒸留水の運搬容器として使用する。
- 駒込ピペット(ガラス製・1ml)：ガス発生用インピンジャー中の試料溶液に試薬Bを添加するのに使用する。
- 駒込ピペット(ガラス製・2ml)：ガス発生用インピンジャー中の試料溶液に硫酸(試薬特級)を添加するのに使用する。
- 駒込ピペット(ガラス製・5ml)：試薬Bの調製のため、溶媒(塩酸・試薬特級)を計り取るのに使用する。
- 駒込ピペット(ポリエチレン製・1ml)：ガス発生用インピンジャー中の試料溶液に試薬Aおよび試薬Cを添加するのに使用する。
- 駒込ピペット(ポリエチレン製・10ml)：試料溶液をガス発生用インピンジャー中に計り取るのに使用する。
- 試験管(ガラス製/PP製)：測定中に、ピペットおよび攪拌棒(大)を立てるのに使用する。
- 洗浄びん：インピンジャー上部のロート部分に水を加えるのに使用する。
- 攪拌棒(大)：ガス発生用インピンジャー中の試料溶液と、添加した試薬を十分に混合させるために使用する。
- 温度計：気温または試料溶液の水温を測定するために使用する。
- 試験管立て：ピペットおよび攪拌棒(大)を収納した試験管を立てるのに使用する。
- 気体採取器スタンド：サンプリング時に気体採取器を載せるのに使用する。
- 試薬セット①(No.331-1)：試料溶液の前処理に用いる。

指示薬：1%フェノールフタレイン溶液

中和剤：0.5mol/l(1N)硫酸

酸化剤：0.2mol/l 過マンガン酸カリウム溶液

- 試薬セット②(No.331-2)：ガス発生用インピンジャー中の試料溶液に添加して、試料溶液中のひ素を液相反応によりガス化させるための試薬を調製するのに使用する。1セットで50回分の測定に対応。

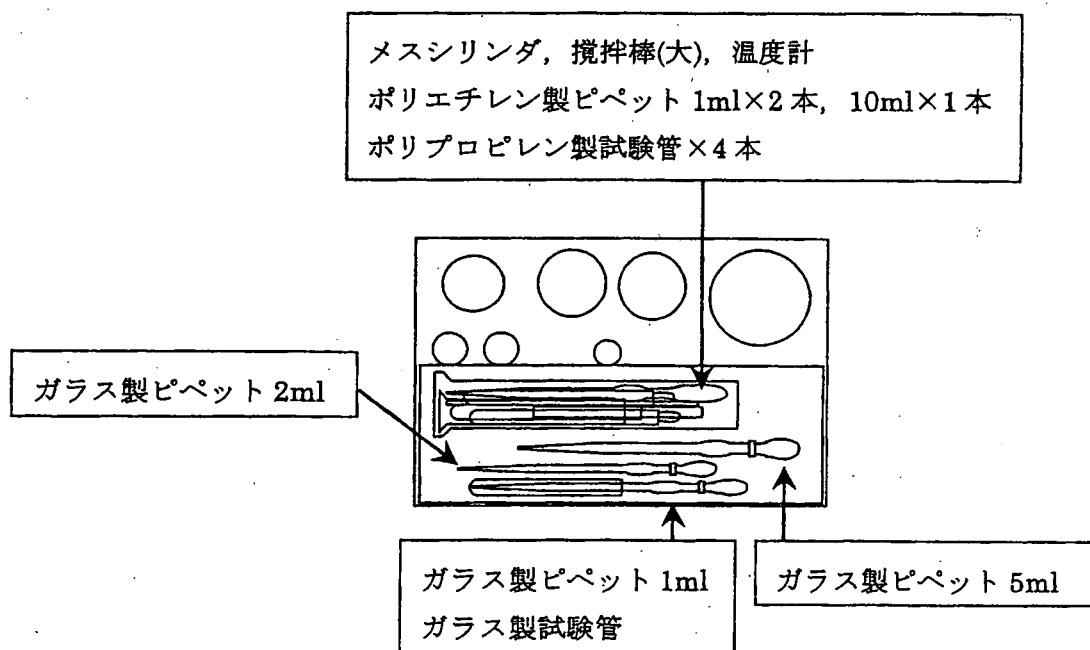
試薬 A：よう化カリウム(K8913 試薬特級)

試薬 B：塩化すず(Ⅱ)ニ水和物(K8136 試薬特級)

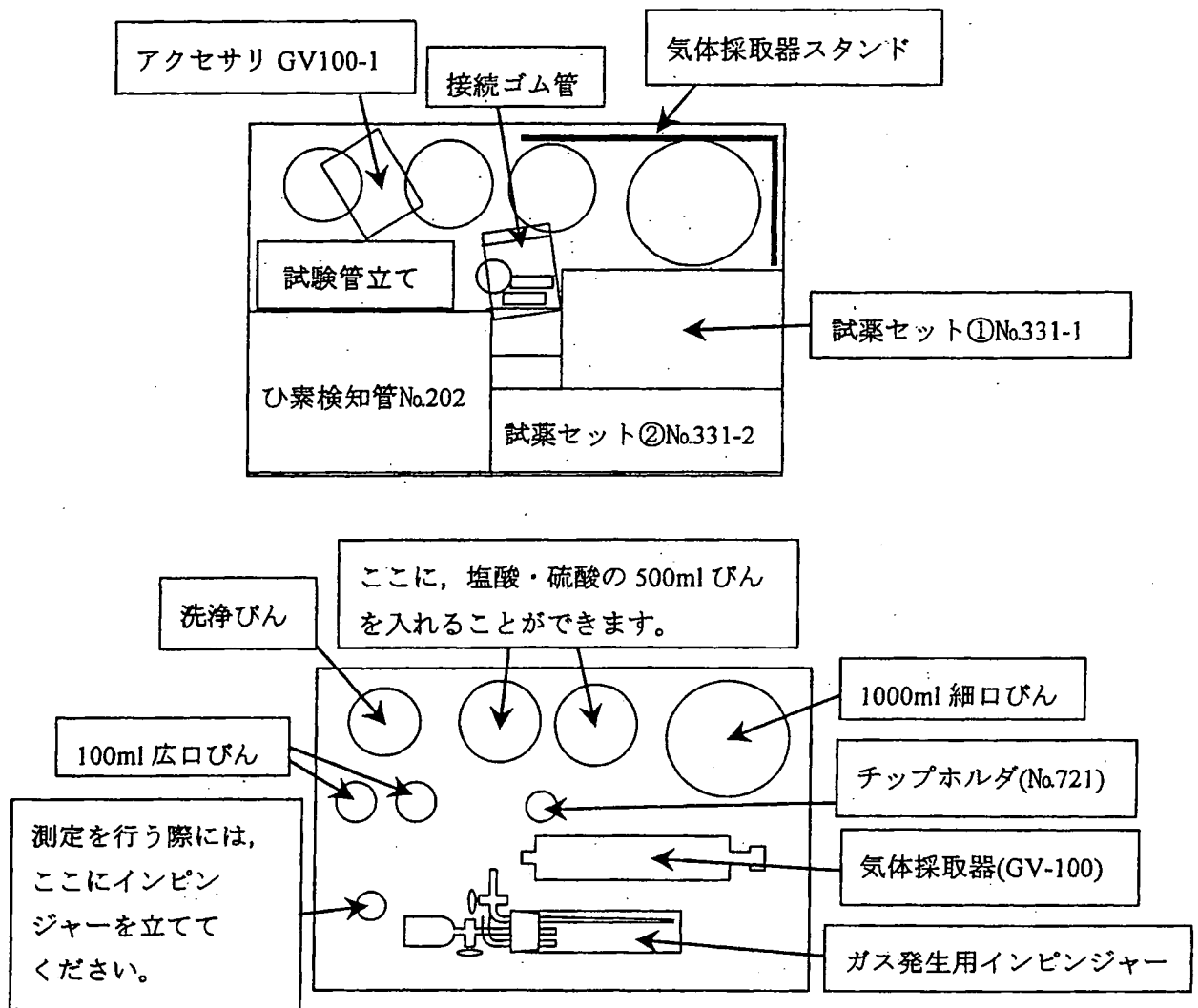
試薬 C：塩化鉄(Ⅲ)六水和物(K8142)25g・塩酸(K8180)25ml を水に溶かして 1 l としたもの。

亜鉛粉末：亜鉛粉末(K8013 ひ素分析用)

- 攪拌棒(小)：亜鉛粉末を量り取る際、及び亜鉛粉末を沈降させるのに使用する
- スプーン：亜鉛粉末を量り取るのに使用する。
- ひ素検知管(No.202)：試料溶液からガス化抽出されたひ素濃度を測定するのに使用する。1カートン(10箱)で50回分の測定に対応。
- 気体採取器(GV-100)：検知管のサンプリング(ガス吸引)に使用する。
- アクセサリ(GV100-1)：気体採取器(GV-100)のメンテナンスに使用する。
- チップホルダ(721)：検知管の両端を折り取るのに使用する。



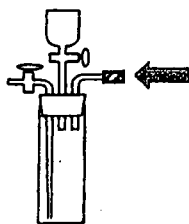




## 6.使用方法

### 6.1 測定準備

(1)接続ゴム管 1 個をガス発生用インピンジャーに図のように取り付ける。

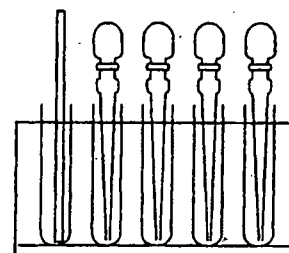


(2)洗浄びんにイオン交換水または蒸留水を入れる。

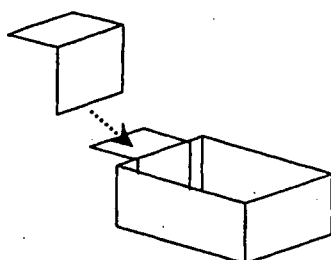
(3)試薬 A のバイアル 1 本にイオン交換水または蒸留水を標線の位置まで加え、完全に溶かす(1 本で 10 回測定分に相当・測定当日に調製すること)。

- (4) 試薬 B のバイアル 1 本に、塩酸(試薬特級)をガラス製ピペット(5ml)を用いて標線の位置まで加え、完全に溶かす(1 本で 10 回測定分に相当・測定当日に調製すること)。
- (5) 試験管立てにガラス試験管 1 本, PP 試験管 4 本を立て、駒込ピペット, および攪拌棒(大)を下図のように、試験管に立てる。ピペット等及び試験管の組み合わせは下表のようにすること。

計り取る薬剤	ピペット等	試験管
硫酸	ガラス 2ml	ガラス
試薬 A	ポリエチレン 1ml	PP
試薬 B	ガラス 1ml	PP
試薬 C	ポリエチレン 1ml	PP
—	攪拌棒	PP



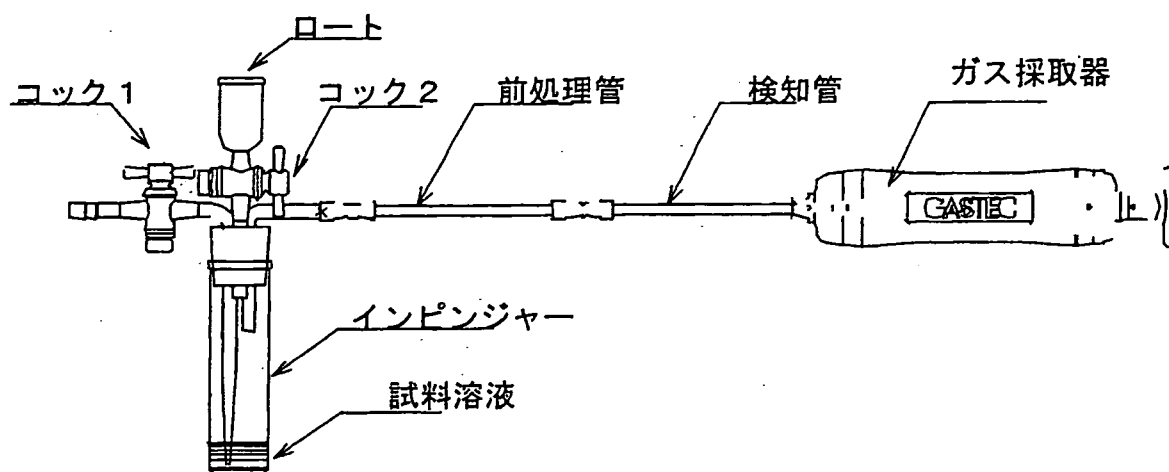
- (6) 気体採取器スタンドを、図のようにセットする(内装材と容器の内壁との隙間に押し込んで下さい)。



## 6.2 試料が液体の場合の測定方法

\*排水、環境水などの液体試料中のひ素の測定は、以下のように行ってください。

- (1) 温度計で気温または試料の水温を測定する。
- (2) ガス発生用インピンジャーの栓を外し、所定の位置にセットする。
- (3) 試料をメスシリンダーまたはポリエチレン製ピペット(10ml)で 20ml 計り取り、インピンジャーに入れる。
- (4) 指示薬を 1 滴加え、攪拌棒(大)で攪拌する。赤色になる場合には、中和剤を赤色が消えるまで添加、攪拌する。
- (5) 硫酸(試薬特級)2ml を駒込ピペット(2ml)で加え、攪拌棒(大)で攪拌する。
- (6) 酸化剤を赤紫色が消失しなくなるまで添加、攪拌する(加えすぎると検知管の変色が短くなることがあるので、一度に大量に加えないこと)。
- (7) 試薬 A, 試薬 B, 試薬 C を、この順番にピペットで各々 1ml ずつ加えて、攪拌棒(大)で攪拌する(試薬 A: ポリエチレン製ピペット 1ml, 試薬 B: ガラス製駒込ピペット 1ml, 試薬 C: ポリエチレン製ピペット 1ml をそれぞれ使用すること)。
- (8) インピンジャー, 検知管, ガス採取器を図のようにセットし、コック(1), コック(2)を閉じる。



- (9) 亜鉛粉末をスプーンで 1 杯取り、盛り上がった部分をスプーンの上縁に合わせて、攪拌棒(小)で平らにならしてから、インピンジャー上部のロートに入れる。
- (10) 亜鉛粉末を加えたインピンジャー上部のロート部分に洗浄びんで水を十分に加える。攪拌棒(小)で攪拌して亜鉛粉末をロードの底の脚の部分に集める。
- (11) ガス採取器のハンドルを引いて 1 ストローク(100ml)の吸引を行う。この際、インピンジャーのノズル先端から気泡の発生が認められない場合には、空気漏れの可能性が考えられるため、吸引操作を中止し、再度、接続部分の確認を行う。
- (12) 吸引開始から 10~20 秒経過したら、コック(2)を少し開いて亜鉛粉末を落下させ、すぐにコック(2)を閉じる。このとき、ロート内に水を残しておかないとコック(2)から空気が侵入する可能性があるため、ロート内の水をすべて落下させてしまった場合には、洗浄びんで補充しておく。
- (13) 亜鉛粉末を落下させた後に数秒~数十秒経過して、発泡が鎮まってきたらコック(1)をゆっくりと開いて外気圧と平衡させる。そのまま検知管の吸引が終了するまで待つ(吸引終了時または吸引中に、溶液がコック(1)の方に逆流する場合には、一旦コック(1)を閉じる)。
- (14) ガス採取器のハンドルを素早く戻し、もう 1 ストローク(100ml)の吸引を行う(溶液が逆流して、コック(1)を閉じた場合には、ガス採取器のハンドルを引いてからすぐにコックを開く)。
- (15) 吸引が終了したら、検知管を外してひ素濃度を読み取る。

△注意	● 測定は換気のよい場所で行って下さい。多量のひ素を含有する可能性のある試料を測定する場合には、高濃度のアルシンが発生するおそれがあるので、試料を水で希釈してから測定して下さい。
△注記	● 検知管の変色層が最大目盛 (0.3mg/l) を超える場合には、試料水をイオン交換水または蒸留水で希釈して、再測定を行って下さい。

### 6.3 試料が固体の場合の測定方法

\*土砂等の固体試料からの溶出液中のひ素濃度は、8.資料の方法に従って検液を調製し、6.2の手順にしたがって測定します。より簡便に測定を行うには、以下のような方法でもある程度は実施可能ですが、試料の土質やひ素の存在形態によって溶出率が大きく異なる場合がありますので注意して下さい。

- (1)卓上型電子天秤などを用いて試料を秤量して、広口びん(100ml)に入れる。このときに秤取る試料の重量は、試料の性状や、予想されるひ素含有量などを考慮して決定する。
- (2)メスシリンダで50mlの水(イオン交換水または蒸留水)を取り、広口びんに入れる。
- (3)密栓して十分に振り混ぜた後、指示薬を1滴加える。赤色になる場合には、中和剤を赤色が消えるまで添加し、攪拌する。
- (4)再度密栓して、1分間強く振盪する。砂、礫等がある程度沈降するまで静置し、温度計で水温を測定する。
- (5)ガス発生用インピンジャーの栓を外し、所定の位置にセットする。
- (6)広口びんの液相の上部をピペット(10ml)で20ml計り取り、インピンジャーに入れる。
- (7)以下6.2(5)～(15)に従って操作する。

### 7.検知管等の廃棄方法

検知管を廃棄する場合、『廃棄物の処理および清掃に関する法律』に従って廃棄して下さい。ひ素検知管(No.202)の取扱説明書に廃棄方法が記載されています。

測定終了後にインピンジャー中に残った廃液は、密栓できるポリ容器等に回収し、“重金属含有廃液”として処理して下さい。

<b>△注意</b>	● 測定後の溶液は未測定の前試料等の、ひ素を含有する可能性のあるものとは絶対に混ぜないで下さい。アルシンが発生するおそれがあります。
------------	--

### 8.資料

土壤の汚染に係る環境基準について(平成3年8月23日環境庁告示第46号)付表(抄)検液は、次の方法により作成するものとする。

#### (1) 採取した土壤の取扱い

採取した土壤はガラス製容器又は測定の対象とする物質が吸着しない容器に収める。試験は土壤採取後直ちに行う。試験を直ちに行えない場合には、暗所に保存し、できるだけ速やかに試験を行う。

#### (2) 試料の作成

採取した土壤を風乾し、中小礫、木片等を除き、土塊、団粒を粗砕した後、非金属製の2mm