

特別基準の試験方法  
水道用ポリ塩化アルミニウム

平成25年10月10日制定  
平成29年 3月 2日改正

項目	試験方法	摘要
<p>試験基準</p> <p>試験範囲</p> <p>サンプリング</p>	<p>水道用ポリ塩化アルミニウム(JWWA K 154)による。</p> <p>定期工場調査における品質試験の試験範囲を次に示す。</p> <ol style="list-style-type: none"><li>1. 外観</li><li>2. 比重 (20℃)</li><li>3. 酸化アルミニウム (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)</li><li>4. 塩基度</li><li>5. pH値 (10g/L溶液)</li><li>6. 硫酸イオン (SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>)</li><li>7. 技術基準省令に基づく評価試験</li><li>8. 表示</li></ol> <p>1.～6.について、被調査工場の設備を用いて、審査員が立会のもと試験を実施する。ただし、被調査工場にて試験が実施できない場合は、事前にセンターと協議する。</p> <p>7.について、センターが下請負契約を行った委託試験所にて試験を実施する。</p> <p>8.について、認証品の表示内容を確認する。</p> <p>サンプルの選定</p> <p>立会を実施する品質の試験及び技術的基準省令に基づく評価試験に用いるサンプルは、センターが調査を実施する前に被調査工場と協議し、任意に選定する。</p>	

項目	試験方法	摘要
外観	<p><b>サンプリング</b>            審査員は、試験に必要な量をサンプリングし、名称、種類、製造年月日等を確認する。</p> <p>品質の試験用サンプル：500ml以上            技術的基準省令に基づく評価試験用サンプル：100ml以上</p> <p><b>試験方法</b>            サンプルをビーカーに移し、目視により、サンプルの色、濁りがないかを確認する。</p> <p><b>判定</b>            外観は、無色～黄色がかつたうすい褐色の透明な液体であること。</p>	<p>立会</p> <p>立会</p> <p>立会</p>
比重	<p><b>器具</b></p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. 比重浮ひょう JIS B 7525の附属書4に規定する大形19本組の番号9(有効目盛範囲1.180～1.240)又は番号10(有効目盛範囲1.240～1.300)            (※JIS B 7525-3:2013では、15.表2)</li> <li>2. シリンダー ガラス製で、浮ひょうの読みを妨げるようなひずみがないものとし、その大きさは、浮ひょうを液体に浮かべたとき、浮ひょうの各部からシリンダーの内壁及び底部までの間隔が1cm以上あるもの。</li> <li>3. かき混ぜ棒 シリンダー中の液体の比重を一様にするため、液体を十分にかき混ぜることができるもの。</li> </ol> <p><b>試験方法</b></p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. サンプルの適量をシリンダーに入れ、20℃に保つ。</li> </ol>	<p>立会</p>

項 目	試 験 方 法	摘 要
酸化アルミニウム (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	2. かき混ぜ棒を用いてよくかき混ぜた後、比重浮ひょうの上端をつまみ、泡がつかないように静かに液体中に浮かべる。	立会
	3. 静止した後、約2目盛程度まで液中に沈めてから手を放す。	立会
	4. 比重浮ひょうが静止した後、メニスカスの上縁で目盛を読みとる。	立会
	5. 4の操作を2～3回繰り返し、その測定値の平均値を液体の比重とする。2, 3回の測定値と平均値との差が1目盛の示す値以内でなければならない。	立会
	<b>判定</b> 比重は、1.19以上であること。	立会
	<b>試験方法 (滴定法)</b>	
	1. サンプル約10gを1mgの桁まで量り取り、全量フラスコ500mlに移し入れ、水を標線まで加える。	立会
	2. この中から20ml(塩基度65%以上の場合は15ml)を分取し、三角フラスコ200mlに移し入れ、硝酸(1+12)2mlを加えpH値を1～2とし、時計皿で覆って1分間煮沸し、放冷後、0.05mol/L EDTA溶液20mlを加える。	立会
	3. 酢酸ナトリウム緩衝液を用いてpH値を約3(チモールブルー試験紙で確かめる)とした後、約2分間煮沸する。	立会
	4. 放冷後、酢酸ナトリウム緩衝液約10mlを加えてpH値を5～6に調整し、キシレノールオレンジ溶液(1g/L)2～5滴を加える。	立会
5. 0.02mol/L亜鉛溶液で滴定し、溶液の色がうすい赤になったときを終点とする。	立会	
6. 次式によって試料中の酸化アルミニウムの濃度(%)を算出する。	立会	

項目	試験方法	摘要
	<p> <math display="block">A = 1.8895 \times (b_2 - b_1) \times f_1 / (S \times 20 / 500) \times 100</math>           A: サンプル中の酸化アルミニウムの濃度 (%)            f<sub>1</sub>: 0.02mol/L 亜鉛溶液 1ml に対応するアルミニウム量 (g)            b<sub>1</sub>: サンプル溶液に消費した 0.02mol/L 亜鉛溶液の量 (ml)            b<sub>2</sub>: 規格 5.3.1 c) 操作 6) 空試験で消費した 0.02mol/L 亜鉛溶液の量 (ml)         </p> <p>           塩基度が高く (65% 以上) 試験溶液の分取量を 20ml から 15ml に減らした場合の試料中の酸化アルミニウムの濃度 (%) は、次式によって計算する。         </p> <p> <math display="block">A = 1.8895 \times (b_2 - b_1) \times f_1 / (S \times 15 / 500) \times 100</math> </p> <p>           なお、被調査工場は、規格の 5.3.1 b) 試薬の調製及び c) 操作 6) 空試験の操作を事前に行うことができる。         </p>	社内記録確認

項目	試験方法	摘要
酸化アルミニウム (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	<p><b>器具及び装置（誘導結合プラズマ発光分光分析法）</b></p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. ビーカー 石英又はポリテトラフルオロエチレン製</li> <li>2. 全量フラスコ ポリエチレン製</li> <li>3. 漏斗 ポリエチレン製</li> <li>4. 誘導結合プラズマ発光分光分析装置</li> <li>5. キャリアーガス JIS K 1105に規定するアルゴン2級</li> </ol> <p><b>試験方法（誘導結合プラズマ発光分光分析法）</b></p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. サンプル約10gを1mgの桁まで量り取り、ビーカーに移し入れ、水約30ml及び硝酸5mlを加え、時計皿で覆って静かに1分間煮沸し、放冷後、全量フラスコ100mlにろ入し、水を標線まで加える。</li> <li>2. この中から2mlを分取し、全量フラスコ100mlに移し入れ、硝酸2ml及び内部標準液20mlを加え、水を標線まで加える。</li> <li>3. これをJIS K 0116の5.8(定量分析)に従い、誘導結合プラズマ発光分光分析装置に導入し、アルミニウムの波長396.152nm及びイットリウムの波長371.029nmの発光強度を測定して、イットリウムに対するアルミニウムの発光強度比を求める。</li> <li>4. 規格の5.3.2 d)操作 4)検量線から上記3.で得られた発光強度比に相当するアルミニウムの量(d mg)を求め、次式によってサンプル中の酸化アルミニウム量の濃度(%)を算出する。               <math display="block">A = d / (S \times 2 / 100) \times 100 / 1000 \times 1.8895</math> <p>A: サンプル中の酸化アルミニウムの濃度 (%)                d: アルミニウムの量 (mg)                S: サンプルの重量 (g)</p> </li> </ol> <p>なお、被調査工場は、規格の5.3.2 b)試薬の調製及びd)操作 4)検量線の作成を事前に行うことができる。</p> <p><b>判定</b></p> <p>酸化アルミニウムの濃度は、10.0～11.0%であること。</p>	<p>立会</p> <p>立会</p> <p>立会</p> <p>立会</p> <p>社内記録確認</p> <p>立会</p>

項目	試験方法	摘要
塩基度	<p><b>試験方法</b></p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. サンプル約2gを1mgの桁まで量り取り、水20～30mlでコニカルビーカー200mlに移し入れる。</li> <li>2. 0.5mol/L塩酸25mlを分取して加え、時計皿で覆って、水浴上で10分間加熱した後、室温まで冷却し、フッ化カリウム溶液(500g/L)25mlを一度に加える。</li> <li>3. フェノールフタレインのエタノール溶液(5g/L)4～5滴を加え、直ちに0.5mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定し、液の色がわずかに紅色に変わったときを終点とする。</li> <li>4. 次式によってサンプルの塩基度(%)を算出する。</li> </ol> $B = \left[ \frac{(i_2 - i_1) \times f_3 \times 0.008504}{17} \right] \div \left[ \frac{(S \times A \times 0.5293)}{(8.994 \times 100)} \right] \times 100$ <p>B: サンプルの塩基度(%)  <i>i</i><sub>1</sub>: サンプル溶液に消費した0.5mol/L水酸化ナトリウム溶液の量(ml)  <i>i</i><sub>2</sub>: 規格5.4 c) 操作 4) 空試験で消費した0.5mol/L水酸化ナトリウム溶液の量(ml)  <i>f</i><sub>3</sub>: 0.5mol/L水酸化ナトリウム溶液のファクター  S: サンプルの質量(g)  A: 規格5.3で求めた酸化アルミニウムの濃度(%)</p> <p>なお、被調査工場は、規格の5.4 b) 試薬の調製及び c) 操作 4) 空試験の操作を事前に行うことができる。</p> <p><b>判定</b>  塩基度は、45～75%であること。</p>	<p>立会</p> <p>立会</p> <p>立会</p> <p>立会</p> <p>社内記録確認</p> <p>立会</p>

項目	試験方法	摘要
<p>pH値 (10g/L溶液)</p>	<p><b>装置</b></p> <p>1. ガラス電極pH計</p> <p><b>試験方法</b></p> <p>1. サンプル1.0gを量り取り、全量フラスコ100mlに移し入れ、標線まで水を加える。</p> <p>2. 約20℃に保ちながら、JIS Z 8802の8(操作方法)に従い、pH値を測定する。</p> <p>なお、被調査工場は、JIS Z 8802の調製pH標準液の調製及びpH計の校正を事前に行うことができる。</p> <p><b>判定</b></p> <p>pH値は、3.5～5.0であること。</p>	<p>立会</p> <p>立会</p> <p>社内記録確認</p> <p>立会</p>
<p>硫酸イオン</p>	<p><b>器具及び装置 (イオンクロマトグラフ法)</b></p> <p>1. メンブランフィルターろ過装置 孔径約0.45 <math>\mu</math>m以下のメンブランフィルターを装着したもの。</p> <p>2. イオンクロマトグラフ イオンクロマトグラフは、硫酸イオンを他の陰イオンから分離して検出できるもの。</p> <p><b>試験方法 (イオンクロマトグラフ法)</b></p> <p>1. サンプル10gを1mgの桁まで量り取り、全量フラスコ500mlに移し入れ、水を標線まで加える。</p> <p>2. この中から5mlを分取し、ビーカー200mlに移し入れ、水10ml及び硝酸(1+12)1mlを加えて加熱し、放冷後、全量フラスコ100mlに移し入れ、水を標線まで加える。</p> <p>3. その中から10mlを分取し、全量フラスコ100mlに移し入れ、水を標線まで加える。</p> <p>4. これをメンブランフィルターろ過装置でろ過し、初めのろ液約5mlを捨て、次のろ液を試験液とする。</p>	<p>立会</p> <p>立会</p> <p>立会</p> <p>立会</p>

項目	試験方法	摘要
硫酸イオン	<p>5. 試験液の一定量をイオンクロマトグラフに注入し、硫酸イオンのピーク高さ又はピーク面積を求める。</p> <p>6. 規格5.6.1 d)操作 6)検量線から上記5.で測定したピーク高さ又はピーク面積に相当する硫酸イオンの量(j mg)を求め、次式によってサンプル中の硫酸イオンの濃度(%)を算出する。</p> $C = (j \times 1 / 1000) / (S \times 5 / 500 \times 10 / 100) \times 100$ <p>C:サンプル中の硫酸イオンの濃度(%) j:硫酸イオンの量(mg) S:サンプルの質量(g)</p> <p>なお、被調査工場は、規格の5.6.1 b)試薬の調製及びd)操作 6)検量線の作成を事前に行うことができる。</p>	<p>立会</p> <p>立会</p> <p>社内記録確認</p>
	<p><b>試験方法（滴定法）</b></p> <p>1. サンプル10gを1mgの桁まで量り取り、全量フラスコ500mlに移し入れ、水を標線まで加える。</p> <p>2. この中から20mlを分取し、ビーカー200mlに移し入れ、硝酸(1+12)2mlを加えて加熱する。</p> <p>3. 水を加えて約40mlとし、80℃の水浴に浸し、エタノール(99.5)30ml及び硝酸鉛溶液(17g/L)約10mlを徐々に加えて硫酸鉛の白色沈殿を生成させ、約10分間保温して沈殿を熟成させる。</p> <p>4. 流水で冷却し、ろ紙(6種)でろ過し、エタノール(20%)20~30mlを用いてビーカー及び沈殿を洗浄する。この洗浄を3回繰り返した後、沈殿を全部ろ紙上に集める。</p> <p>5. 沈殿をろ紙とともに元のビーカー中に入れ、酢酸アンモニウム-酢酸緩衝液約80~100mlを加え、加熱して沈殿を完全に溶かす。</p> <p>6. Cu-PAN指示薬4~5滴を加え、液温を80~100℃に保ちながら0.05mol/L EDTA溶液で滴定し、液の色が赤から黄色に変わったときを終点とする。</p>	<p>立会</p> <p>立会</p> <p>立会</p> <p>立会</p> <p>立会</p>



項目	試験方法	摘要
<b>技術基準省令に基づく評価試験</b>	<p>7. 次式によってサンプル中の硫酸イオンの濃度(%)を算出する。</p> $C = 0.004803 \times m \times f_4 / (S \times 20 / 500) \times 100$ <p>C: サンプル中の硫酸イオンの濃度(%)  m: 0.05mol/L EDTA溶液の使用量(ml)  f<sub>4</sub>: 0.05mol/L EDTA溶液のファクター  S: サンプルの質量(g)</p> <p>なお、被調査工場は、規格5.6.2 b) 試薬の調製を事前に行うことができる。</p>	<p>立会</p> <p>社内記録確認</p>
	<p><b>判定</b>  硫酸イオンの濃度は、3.5%以下であること。</p> <p><b>試験方法</b>  技術基準省令に基づく評価試験は、JWWA Z 109により評価項目を分析し、評価する。</p> <p><b>評価項目</b>  カドミウム及びその化合物  水銀及びその化合物  セレン及びその化合物  鉛及びその化合物  ヒ素及びその化合物  六価クロム化合物  鉄及びその化合物  マンガン及びその化合物  ニッケル及びその化合物  アンチモン及びその化合物</p> <p><b>判定</b>  委託試験所にて試験を実施した成績書が、技術基準省令第1条第16号 別表第1に基づく規制基準に適合していることを、センターが確認する。</p>	<p>立会</p>

項 目	試 験 方 法	摘 要
表示	<p><b>表示</b></p> <p>表示は、次の事項を容器の適当な箇所(タンク車、タンクローリー等の場合には、送り状などに表示してもよい。)に表示していることを調べる。</p> <p>a) 認証取得者名又はその略号  b) 品質確認実施工場名又はその略号  c) 具備している性能項目が識別できる表示  (認証登録番号又は規格番号)  d) 品質認証マーク  e) 名称(品名)  f) 正味質量  g) 製造年月日又はその略号  h) 主原料名</p> <p>注 b)については、センター及び認証取得者が識別できればよい。</p> <p><b>判定</b></p> <p>表示は、間違っているもの、抜けているものがないこと。</p> <p><b>付 則</b></p> <p>この試験方法は、平成26年4月1日から実施する。</p> <p>この試験方法は、平成29年4月1日から実施する。</p>	<p>立会</p> <p>立会</p>