

5. 全リンの分析法について

宇都宮高栄, 日吉三郎, 有賀紀

I 緒 言

工場排水中の全リンの分析において, 試料の分解法は, ペルオキシ二硫酸カリウム法, 硝酸・過塩素酸法, 硝酸・硫酸法が示されている。この三種の方法について比較した結果を報告する。

II 実験方法

工場排水試験方法 (JIS K 0102-1985) により, 標準液の分解操作回収率の比較, および, リン含有試薬と工場排水の分析値の比較を行った。発色測定は, Tecnicon社 Auto Analyzer II を用いた。本機は, 分解調製液 (1.18 ml/min) と混合発色液 (0.32 ml/min) を採取混合し, 40℃で約 6 分加熱の後, 10 mm セルで, 880 nm フィルター通過光で吸光測定する。JIS法の発色液性に準拠するため, 混合発色液は, 2.9 倍に希釈して用いた。

III 結果と考察

表-1 標準液の操作回収率の比較

標準液	BL		0.02 mg/ℓ			0.4 mg/ℓ		
	mg/ℓ	CV%	mg/ℓ	CV%	回収%	mg/ℓ	CV%	回収%
分解操作								
K ₂ S ₂ O ₈	0.002	110.8	0.019	0.7	96.2	0.419	1.6	104.6
, *	-	-	-	-	-	0.411	0.6	102.8
, *	-	-	-	-	-	0.404	0.1	101.0
HNO ₃ -HClO ₄	0.005	100.0	0.019	4.9	94.8	0.379	1.4	94.7
HNO ₃ -H ₂ SO ₄	0.008	10.7	0.019	4.0	96.8	0.406	0.5	101.6

1. 標準液の操作回収率

試料分解瓶またはビーカー
0.02 mg/ℓ, 0.4 mg/ℓ のリン標準液および空試験用の純水を 50 ml 分取し (n=5), 分解操作による回収率の比較を行った。
(表-1) 空試験値から 0.01 mg/ℓ が検出限界と思われる。

JIS法の定量下限は, 1.25 μg であり, 試料量を 50 ml とする

と 0.025 mg/ℓ であるが, 0.02 mg/ℓ の検討結果では変動係数 (CV%) が 5 % 未満であり, 分析精度は良好と考えられる。回収率についてみると, 0.02 mg/ℓ では, 分解法間の差はなかったが, 0.4 mg/ℓ では, 硝酸, 過塩素酸法が劣っていると思われる。

各操作は n=5 で行った。* は, 後日の再試である。

2. 塩濃度差による発色の差

試料分解時に用いる酸は分解終了時に残り, 水酸化ナトリウムで中和する。残った酸量の差の発色に及ぼす影響について比較した。ペルオキシ二硫酸カリウム法では硫酸量で 0.16 ml, また硝酸・硫酸分解法では硫酸量で 1 ml 用いている。硝酸・過塩素酸法では 60% 過塩素酸量で 5 ml 用いている。そこで硫酸量で 1 ml 以下, 60% 過塩素酸量で 5 ml 以下について, 生じる塩濃度の影響について検討した。また, 塩水試料の影響は, 塩化ナトリウムを試料液濃度として 3 % 以下について検討した。

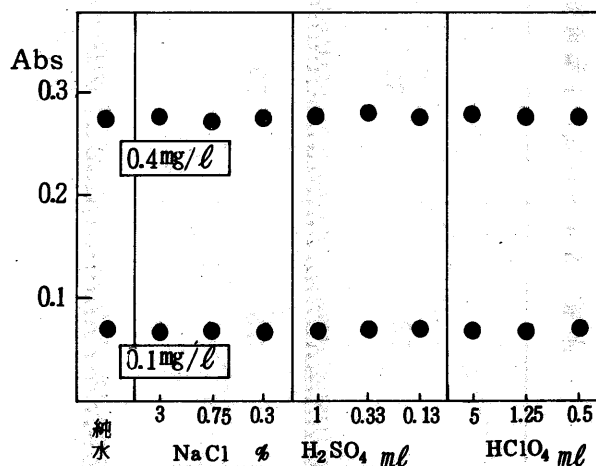


図-1 塩濃度差による発色の比較

結果は図-1のとおりで、塩濃度差による発色の差はなかった。

3. 分解法の比較

三つの分解法を並行して行い、試料の分析値の比較を行った。懸濁物を含まない均一なリンを含む試料として、トリポリリン酸ナトリウム、カゼイン、レシチンを用い、実際の排水試料として、染色排水、尿尿排水を用いた。図-2では、ペルオキソ二硫酸カリウム法の値を横軸に混酸法を縦軸に示した。回帰直線の勾配を考えると、ペルオキソ二硫酸カリウム法-硝酸・硫酸法では0.96、ペルオキソ二硫酸カリウム法-硝酸・過塩素酸法では0.87、となった。硝酸・過塩素酸法の値が特に低くでており、Ⅲ-1で示した様に、この方法の回収率の悪さが原因と思われる。また有機物量(COD)の大小による値の比較をすると(図-3)、染色排水の一例をのぞいて、ペルオキソ二硫酸カリウム法の分析値が高かった。COD 40 ppm以下の領域では、繰り返し硝酸を添加し有機物を完全に分解すると予想される混酸分解法と同等以上の分解力を、ペルオキソ二硫酸カリウム法が持っていると考えられる。なお、リン酸トリ・nブチル(TBP)は加熱すると揮発するため、ピーカーが開放系の混酸分解法では定量分析が不可能であった。

以上のことから、ペルオキソ二硫酸カリウム法は、混酸分解法に比較して、良好な排水の分解法であると思われる。

IV 結 語

工場排水試験方法の全リン分析における、三種類の分解法を比較した。標準液の操作回収実験結果、実際の工場排水分析結果から、ペルオキソ二硫酸カリウム分解法がより良好な分解法であると思われた。

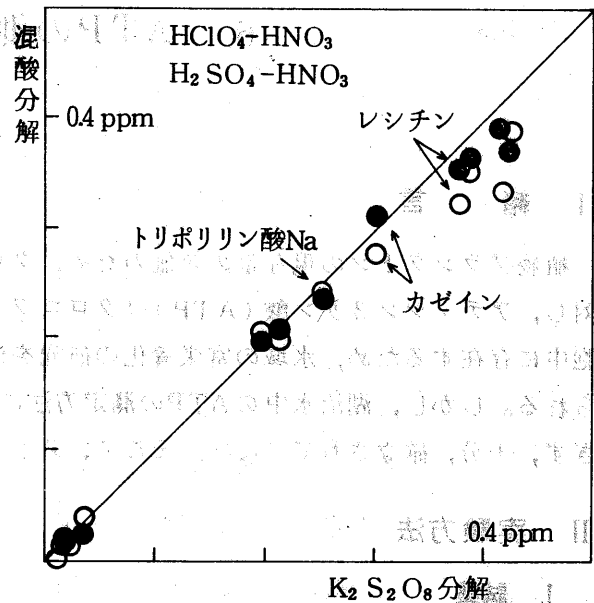


図-2 三つの分解法による分析値の比較
(無印は実際の排水)

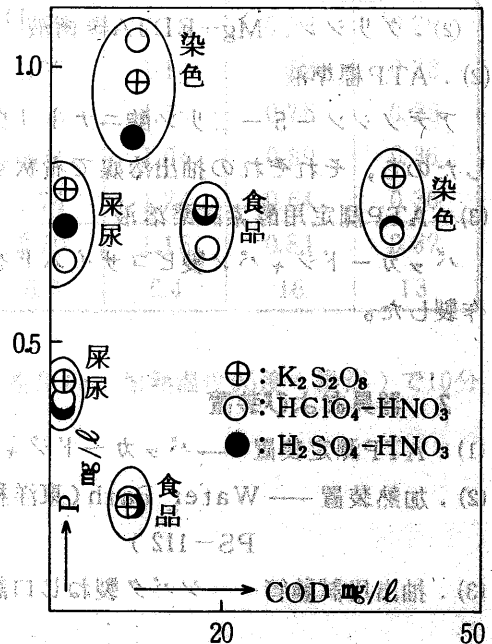


図-3 有機物濃度と分析値
○は、試料ごとの分析値群を示す。