

## 事業場排水中のT-N分析における 各種方法の実際的適用

### Practical Application of Several Analytical Methods for Total Nitrogen in Industrial Wastewater

林 久 緒	Hisao	HAYASHI
吉 田 謙 一	Ken-ichi	YOSHIDA
吉 川 サナエ	Sanae	YOSHIKAWA
山 本 順 昭	Nobuaki	YAMAMOTO
桜 木 進	Susumu	SAKURAGI

#### 1 はじめに

近年、湖や閉鎖性水域での富栄養化による汚染が深刻化、問題となってきた。その要因としては、りんや窒素があげられ、それらの実態や汚染機構の解明等の必要性も高まり、発生源あるいは環境水についての簡易でかつ精度のよい分析方法が求められている。

事業場排水中の全窒素(T-N)の分析法としてJIS K 0102に規定されている方法はアルカリ性ペルオキシ二硫酸カリウム分解を前処理とした紫外線吸光光度法、硫酸ヒドラジン法、銅-カドミウムカラム還元法(Cu-Cd法)及び還元蒸留-ケルダール分解を前処理とした総和法がある。このうちアルカリ性ペルオキシ二硫酸カリウム分解-紫外線吸光光度法(UV法)は簡易・迅速であるためよく用いられる。しかしながらこの方法にはいくつかの問題点がある。すなわち、1)臭素イオン、臭素酸イオン、 $Cr^{6+}$ 、 $Cu^{2+}$ 、 $Fe^{3+}$ 等が紫外部に吸収を持つことによる正の妨害<sup>1-2)</sup>、2)有機物が多量に存在することによるN化合物の酸化率低下または生成物による吸収の増加等がある。これらの妨害除去のための検討は今までに多くなされてきているが<sup>3-9)</sup>、いずれも基本操作になんらかの操作を加えており簡易であるという利点がうすれ、やや煩雑になる。また、試料によっては、例えば有機物濃度が高くT-N濃度が低い場合のように、感度や妨害によりUV法では測定

不可能なものも実際上生じて来る。一方、Cu-Cd法はUV法に比較し、妨害も少なく、オートアナライザーを用いれば、操作も飛躍的に簡易になる。そこで、ここでは事業場排水中のT-N分析にあたり、簡易、迅速を念頭に本所で適用しているUV法、Cu-Cd法、還元蒸留ケルダール法の選択の条件を若干の検討も含め実際例に即して示した。

#### 2 実 験

##### 2.1 分析方法

事業場排水中のT-N分析法として現在当所で用いている方法はUV法、Cu-Cd法及び還元蒸留-ケルダール法(下水道試験法、以下総和法と呼ぶ)であるが、規定法と異なる点もあるのでフローを図1~3に示す。すなわち、UV法では全体の容量を少なくし、Cu-Cd法ではオートアナライザーを用いている。なお、大半の試料濃度が $1 \mu g/ml$ 以上であるため、オートアナライザーには、ラインで約17倍希釈してサンプルを導入した。

##### 2.2 試 薬

UV法、Cu-Cd法においては分解剤のペルオキシ二硫酸カリウムが窒素りん測定用試薬(関東化学)、それ以外は全て特級試薬。総和法においてはアンモニア分析用の次亜塩素酸ナトリウム溶液が化学用であり、それ以外はすべて特級試薬。

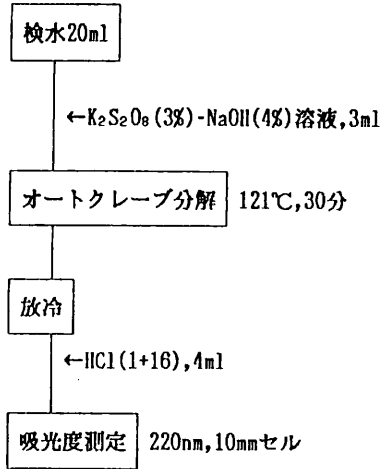


図1 紫外線吸光度法フローシート

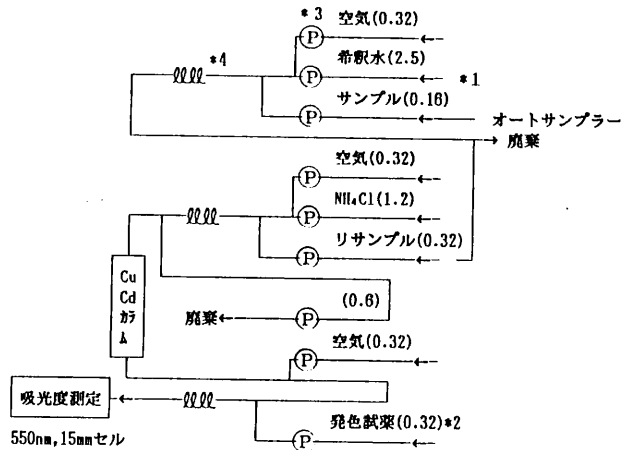


図2 Cu-Cd・オートアナライザー法フローシート

\*1: 図1でオートクレーブ分解後、塩酸添加までの処理をした試料  
 \*2: ( )内は流量 (ml/min)  
 \*3: ポンプ  
 \*4: チューブコイル

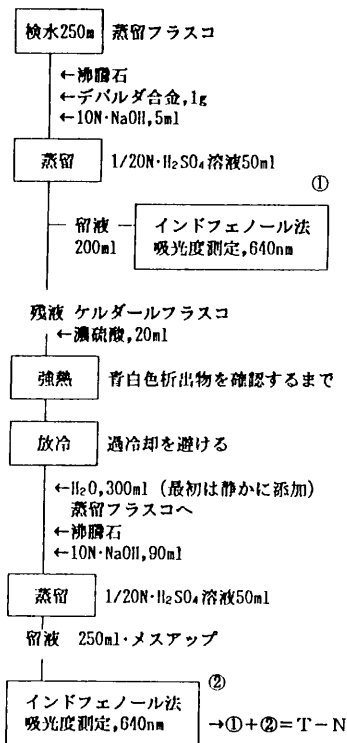


図3 還元蒸溜-ケルダール分解法 (総和法) フローシート

### 2.3 UV法及びCu-Cd法における妨害の検討

UV法またはCu-Cd法において妨害の考えられるもののうち、事業場排水中に存在することの多いCu<sup>2+</sup>、Fe<sup>3+</sup>、Cr<sup>6+</sup>、Mn<sup>2+</sup>、PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>、Br<sup>-</sup>についてそれらの一定量(1~80mg/l相当)をT-N標準(NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, 2μg/ml相当)とともに蒸留水に添加し検討用試料とし、ペルオキソ二硫酸カリウム分解を行った。得られた試料または沈澱物を除去する操作(ろ過、上澄み採取)を施した試料について、UV法及びCu-Cd法で定量をした。

### 2.4 UV法及びCu-Cd法の比較

実際の事業場排水についてUV法とCu-Cd法で平行測定を行った。また、Cu-Cd法と総和法の比較は既に当所で検討され<sup>10)</sup>、よい一致を示しているので、ここでは、必要に応じて総和法でも定量を行った。

### 3 結果及び考察

#### 3.1 UV法及びCu-Cd法の検出限界

UV法, Cu-Cd法のいずれもblankで若干の吸光度を示すため, ペルオキソ二硫酸カリウム分解後のblank試料についての吸光度から検出限界を算出した。算出方法は, blank試料5検体の標準偏差の推定値 ( $\sigma_{n-1}$ ) の  $3\sqrt{2}$  倍を検出限界とする方法<sup>11)</sup>によった。それによれば, UV

法では  $0.087\text{mg/l}$ , Cu-Cd法では  $0.036\text{mg/l}$  となった。定量限界を検出限界の2倍とすれば, 各々  $0.17\text{mg/l}$ ,  $0.07\text{mg/l}$  となる。

#### 3.2 UV法及びCu-Cd法における妨害

無機イオンのUV法, Cu-Cd法に与える妨害についての検討結果を図4に示す。

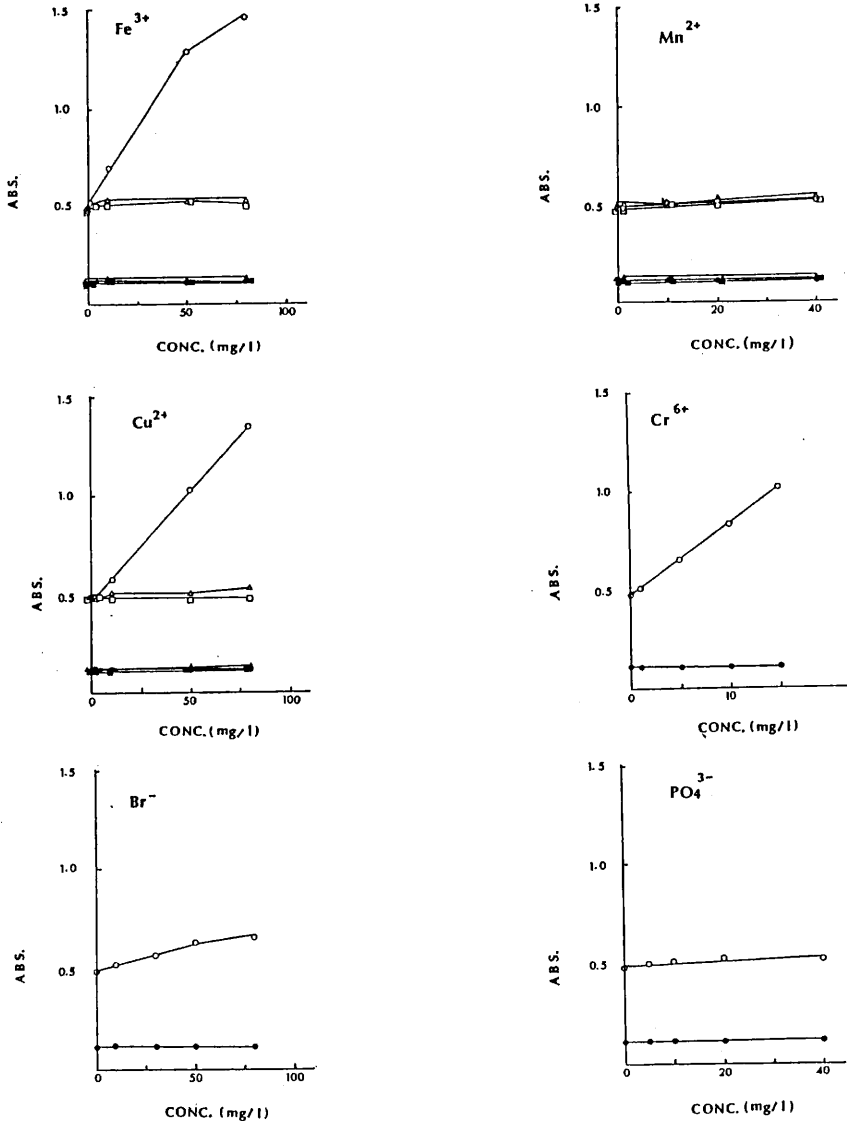


図4 UV法及びCu-Cd・オートアナライザー法における各種イオンによる妨害

○：UV直接法, △：UV上澄採取法, □：UVろ過法, ●：Cu-Cd直接法  
 ▲：Cu-Cd上澄採取法, ■：Cu-Cdろ過法  
 T-N濃度： $2\ \mu\text{g/ml}$

### 3.2.1 UV-直接法

標準一定量に各妨害イオンを加えた試料をペルオキシ二硫酸カリウム分解後、ろ過操作や上澄採取操作を行わずに、塩酸を入れUVを計測（以下直接法とする）したものについてみると、従来から報告のあるように $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Cr}^{6+}$ 、 $\text{Br}^-$ で明らかに正の妨害がみられた。 $\text{Mn}^{2+}$ では、その添加量が多くなるほど、過マンガン酸イオンの生成と考えられる赤紫色が明らかとなり、若干、正の妨害がみられたがそれほど大きなものではなかった。

妨害の程度を $1\ \mu\text{g}/\text{ml}$ あたりの吸光度（ $E_{220}$ 、ABS、セル長 $10\text{mm}$ ）で表現すると $\text{Cu}^{2+}$ ； $0.011$ 、 $\text{Fe}^{3+}$ ； $0.02$ 、 $\text{Cr}^{6+}$ ； $0.04$ 、 $\text{Br}^-$ ； $0.002$ であった。なお、図4の $\text{Fe}^{3+}$ については添加量が多い場合、アルカリ性ペルオキシ二硫酸カリウム分解により生成した水酸化物が塩酸所定量添加後も溶けきれずに残っていたことなどによるためと思われるが、妨害の現れ方が直線となっていない。そこで $E_{220}$ は低濃度添加域の傾きから求めた。

これらの妨害イオンによる影響の生ずる濃度を検出限界濃度に対応する吸光度として計算すると、 $\text{Cu}^{2+}$ ； $2\ \text{ppm}$ 、 $\text{Fe}^{3+}$ ； $1\ \text{ppm}$ 、 $\text{Cr}^{6+}$ ； $0.5\ \text{ppm}$ 、 $\text{Br}^-$ ； $10\ \text{ppm}$ となった。

### 3.2.2 UV-ろ過操作または上澄採取法

ペルオキシ二硫酸カリウム分解処理後、ろ過または上澄を採取した試料に塩酸を添加したのについてみると、沈殿の生成した $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Fe}^{3+}$ では、若干の変動がみられるものの、直接法のように明らかな妨害はなかった。したがって、これらの金属イオンは $80\ \text{ppm}$ 程度までなら、ろ過操作または上澄採取で妨害を除去できると考えられる。

### 3.2.3 Cu-Cd法

ペルオキシ二硫酸カリウム分解処理後、直接塩酸を添加したものを、ろ過または上澄を採取した試料に塩酸を添加したのについて、UV測定後、Cu-Cd法オートアナライザーに導入した結果から妨害をみると、今回検討した $\text{Cu}^{2+}$ （ $\sim 80\text{mg}/\text{l}$ ）、 $\text{Fe}^{3+}$ （ $\sim 80\text{mg}/\text{l}$ ）、 $\text{Cr}^{6+}$ （ $\sim 15\text{mg}/\text{l}$ ）、 $\text{Mn}^{2+}$ （ $\sim 40\text{mg}/\text{l}$ ）、 $\text{PO}_4^{3-}$ （ $\sim 40\text{mg}/\text{l}$ ）、 $\text{Br}^-$

（ $\sim 80\text{mg}/\text{l}$ ）のいずれも顕著な妨害を示さないことが分かった。ただし、この結果は各妨害成分濃度がオートアナライザーのラインで17倍に希釈されていることを考慮して解釈しなければならない。

### 3.3 Cu-Cd法における試料の液性

Cu-Cd法・オートアナライザーを用いたT-N分析法のマニュアル<sup>12)</sup>によると、導入サンプルのpHは5～9となっているが、本実験ではUV法のために調整したpH2～3の溶液を導入した。表1は液性の違いによる影響を実際の事業場排水について検討した結果を示したものであるが、分析結果は、pHが2～3の酸性サンプルと7前後の中性サンプルの間でよく一致している。また、酸性試料による影響としてCu-Cdカラムの劣化が考えられるが、適正に作成されたCu-Cdカラムであれば、今までに使用してきた実績から、長期間にわたりその影響の無いことがわかっている。このように、UV法のためにpH調整した溶液をそのままCu-Cd法・オートアナライザーに導入しても問題のないことがわかった。

表1 Cu-Cd法におけるサンプルの液性と測定値の関係（T-N,  $\text{mg}/\text{l}$ ）\*

試料No.	業種	希釈率	Cu-Cd法		UV法 直接法	検体中の Cl濃度%
			直接法 (酸性)	中和法 (中性)		
1	化学工業	1	1.0	0.96	1.2	<0.1
2	化学工業	1	2.4	2.4	2.5	<0.1
3	化学工業	1	1.6	1.5	1.6	<0.1
4	化学工業	1	4.0	3.9	4.1	<0.1
5	金属製品製造業	4	2.6	2.6	2.5	<0.1
6	金属製品製造業	1	0.92	0.92	0.90	<0.1
7	化学工業	1	1.8	1.9	2.0	0.4
8	化学工業	2	2.6	2.5	2.9	0.5
9	化学工業	2	2.4	2.3	3.2	0.7
10	化学工業	2	2.4	2.3	2.9	0.7
11	化学工業	1	1.0	1.0	1.6	1.6
12	化学工業	1	0.98	1.0	1.6	1.6

\*：希釈溶液中のT-N濃度

### 3.4 事業場排水などにおけるUV法とCu-Cd法の比較

本所では、近年、事業場排水または工程水のT-N分析法として主にUV法とCu-Cd法を用いてきており、多くの試料について、検討を含め両法を適用してきた。表2には、それらの中からUV法とCu-Cd法を比較する上で特徴的ないくつかの事例を示した。また、本市における事業場排水は海水の混入するものも多いので、妨害の予想

されるBr<sup>-</sup>を推定するために参考までにCl<sup>-</sup>の濃度を示した。表の事例を分類すると次の3つのケースに大別される。

- ① UV直接法とCu-Cd法ではT-N分析値が一致する(サンプルNo.1~7)
- ② UV直接法とCu-Cd法ではT-N分析値が一致しないが、UVろ過法とCu-Cd法で一致する(サンプルNo.8~9)
- ③ UV直接法・ろ過法とCu-Cd法でT-N分析値が異なる(サンプルNo.10~17)

このように、UV法とCu-Cd法ではその分析値が異なる場合が生じている。これらの要因をまとめたものが表3である。なお、表は妨害の少ないと考えられるCu-Cd法の値を一応真値として、主にUV法で考えられるなんらかの妨害について記述した。UV法における妨害は、大半が、試料への海水の混入か金属イオンであるといえよう。このうち、海水の混入の影響は表1からもうかがえる。また、表2では、Cu-Cd法と総和法の値が一致しないケース(試料No.9, 15)がみられた。

これらの相違を別な角度から検討する意味で、表2から①~③の分類の典型例を抽出し、数段階に希釈して分析を行った結果を表4に示す。本来、何の妨害もなければ、①-No.4のように希釈率を変化させても、同一分析方法間ではもちろん、異なる方法間でも結果は同じになるはずである。と

ころが、表に例示した他の試料ではそのようにならず、希釈率を変えた場合の結果は、次の3つに分けられた。イ：同一分析方法では一致しても、異種分析方法間では異なる(③-No.12, 17)、ロ：同一分析方法でも希釈倍率によって異なる(②-No.9, ③-No.15)、ハ：測定可能範囲内で、ある程度まで希釈すると、結果が安定する(①-No.7, ③-No.14)。これらの要因としては主に、先の表3にまとめたような何らかの妨害が考えられる。しかしながら、①-No.7, ②-No.9については、表2ではUV直接法またはろ過法とCu-Cd法間の値が一致していたにもかかわらず、①-No.7はUV法, ②-No.9はUV法, Cu-Cd法とも希釈倍率によってその値が異なっている。①-No.7は、UV法ではマイナスの妨害が考えにくいことから、低希釈倍率において、有機物等が多く、定法により、N分が十分に酸化分解されなかったことが考えられる。②-No.9についても同様の理由も考えられるが、さらに希釈倍率をあげると測定精度が悪くなることから、その後、ここでは総和法で分析を行っている。

結局のところ、最終的に報告値として採用すべきデータは、UV法, Cu-Cd法間の相違及びその要因または希釈倍率を変化させた場合の濃度から、表4で網掛けをしたものが最適と考えられた。

表2 UV法とCu-Cd法の比較 (T-N, mg/l)\*1

試料No	業種	希釈倍率	直接法		ろ過法		総和法	検体中のCl <sup>-</sup> 濃度%	K <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub> 分液後の状態	比較*2分類
			UV法	Cu-Cd法	UV法	Cu-Cd法				
1	化学工業	5	6.0	6.0	6.0	6.0		<0.1	無色透明	①
2	化学工業	2	3.4	3.4	3.4	3.4		0.5	白色沈殿	
3	化学工業	2	2.6	2.5	2.6	2.6		0.5	白色沈殿	
4	化学工業	5	2.0	2.0				<0.1	無色透明	
5	化学工業	10	2.4	2.4				<0.1	無色透明	
6	金属製品製造業	5	3.9	3.8				<0.1	無色透明	
7	食品製造業	20	3.4	3.4				<0.1	無色透明	
8	石油製品製造業	2	3.8	3.2	3.3	3.2	3.4	<0.1	白色沈殿	②
9	化学工業	2	2.8	1.8	1.8	1.8	2.7	0.6	黄白色沈殿	
10	化学工業	1	2.4	2.2	2.3	2.2		0.8	白色沈殿	③
11	石油製品製造業	1	1.4	0.58	1.6	0.65		1.9	白色沈殿	
12	化学工業	1	1.3	0.72	1.5	0.76		1.9	白色沈殿	
13	化学工業	1	1.4	0.68	1.3	0.72		1.9	白色沈殿	
14	化学工業	1	3.6	1.4				1.9	白色沈殿	
15	石油製品製造業	1	3.3	0.17			0.41	<0.1	無色透明	
16	金属製品製造業	2	4.7	3.5				<0.1	褐色沈殿微量	
17	金属製品製造業	5	4.1	2.9				<0.1	褐色沈殿微量	

\*1: 希釈溶液中のT-N濃度

\*2: ①: UV直接法≒Cu-Cd法, ②: UV直接法≠Cu-Cd法&UVろ過法≒Cu-Cd法

③: UV法≠Cu-Cd法

表3 分析値の異なる要因

分類*1	試料*2 No	UV法の妨害と推定される要因	備考
②	8	沈澱を生ずるなんらかの金属イオン等	Cu-Cd法≠総和法
	9	沈澱を生ずるなんらかの金属イオン等	
③	10~13	Br-の影響	Cu-Cd法≠総和法
	14	Br-及びその他の妨害	
	15	沈澱を生じないなんらかの金属イオン等	
	16~17	金属イオン(Fe, Mn)は数ppm検出され、それらによる影響等	

\*1: 表2における分類に同じ(②; UV直接法≠Cu-Cd法& UVろ過法≠Cu-Cd法, ③; UV法≠Cu-Cd法)

\*2: 表2における試料No.を指す

表4 希釈倍率と測定値の関係 (T-N, mg/l)\*3

分類*1	試料*2 No	希釈 倍率	直接法		ろ過法		総和法
			UV法	Cu-Cd法	UV法	Cu-Cd法	
①	4	2	10	9.9			
		5	10	10			
		10	10	10			
	7	1	7.5				
		2	24				
		4	42				
20		69	68				
40	69	68					
②	9	2	5.6	3.6	3.7	3.6	5.4
		4	6.9	5.2	5.5	5.5	
		10	7.5	6.1	5.7	6.5	
③	12	1	1.3	0.72	1.5	0.76	
		2	1.2	0.68	1.2	0.82	
	14	1	3.6	1.4			
		2	2.7	2.0			
		4	2.6	2.1			
	15	1	3.3	0.17			0.41
		2	0.75	0.68			
		4	0.54	0.78			
	17	5	20	15			
		10	20	15			

\*1: 表2における分類に同じ(①; UV直接法≠Cu-Cd法

②; UV直接法≠Cu-Cd法& UVろ過法≠Cu-Cd法,

③; UV法≠Cu-Cd法)

\*2: 表2における試料No.を指す

\*3: 試料中のT-N濃度, \*4: の数値は報告値として採用すべきデータ

### 3.5 T-N分析方法の選択とフロー

3.1～3.4で行った、種々の検討をふまえ、事業場排水または工程水中のT-N分析を目的とした、簡易・迅速でしかも精度よい分析を行うための分析方法の選定基準とフローを図5に示す。

すなわち、まず第1に、得られた結果の精度及び妨害の有無を見るために、検体は一試料から希釈率を変化させて、定量範囲内で複数とる。次に、ペルオキシ二硫酸カリウムで分解後、沈澱の有無及び着色を確認する。その後、塩酸を加え、UV吸光度測定を行う。なお、図5にはる過操作もいれたが、これはあくまでも、妨害成分が既知の場合（例えば、 $Fe^{3+}$ 、 $Cu^{2+}$ 等）、有効である。ただし、操作が煩雑になるのはまめがれない。

次に、希釈率を変えた場合のUV法における結果について評価する。ここで、沈澱の生じなかった試料の結果が一致する場合には、一応、その結果を採用する。ただし、この場合でも、沈澱を生じない妨害成分（例えば、 $Cr^{6+}$ 、 $Br^{-}$ 等）が考えられる、あるいは、妨害について未知であるときには、次のCu-Cd法測定を行う。したがって、Cu-Cd法測定を続けて行うべきものとして次の3つがある。

- ア：沈澱を生じたサンプル
- イ：沈澱を生じないが、希釈率を変えた結果が一致しないサンプル
- ウ：沈澱を生じないが、妨害が予想される、あるいは、妨害について既存の結果が無いサンプル

また、イのうち、希釈倍率を大きくするにつれ濃度が上昇するものについては、Nの未分解が考えられるので、さらに希釈倍率を大きくして再度分解からやり直す。

つぎに、希釈率を変えた場合のCu-Cd法の結果について評価する。ここで、結果が一致する場合は、その結果を採用する。結果が一致しない場合は、何らかの妨害が考えられるので、総和法で測定し、T-Nを求める。

以上のように、試料の特性に応じたUV法、Cu-Cd法及び総和法の選択とフローを実際に即して示したが、いずれにしても、T-N測定の妨害を明らかにしたり、精度よい結果を出すためには、複数の分析法を併用するとともに、希釈倍率を変

化させた複数検体の分析を行うことが求められる。

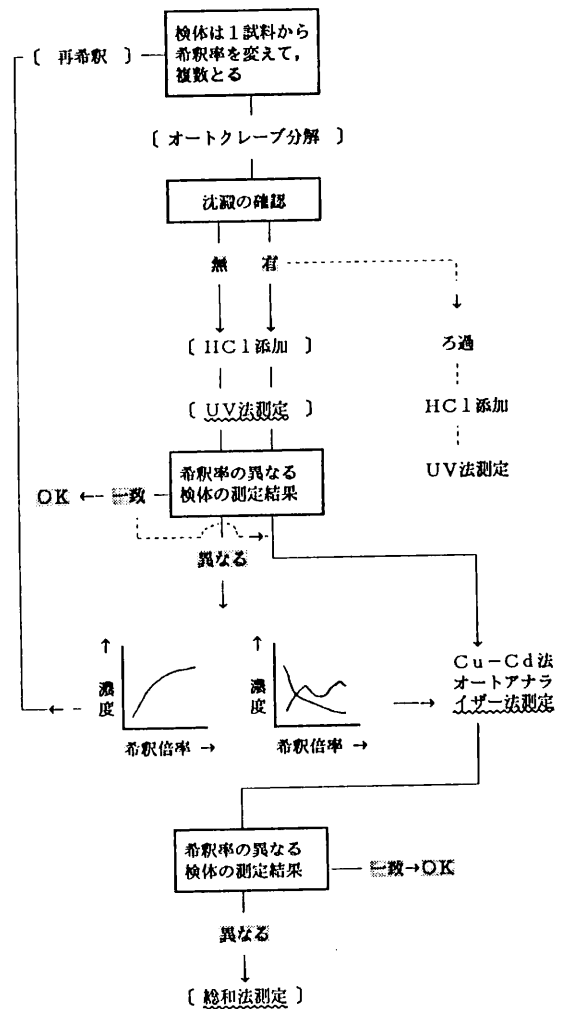


図5 T-N分析方法の選択とフロー

### 3.6 ペルオキシ二硫酸カリウム分解法を用いたT-N分析にあたってのその他の留意事項

T-N分析全てにわたる詳細な留意事項はJIS解説や文献等によっているので、ここでは、と

くに、実際に即して重要なことを以下に示す。

### 3.6.1 ブランク及び検量線

ブランク値に影響を及ぼすものとしては、水、試薬、分解用容器が考えられる。水は、製造直後の汚染されていないイオン交換水または蒸留水、試薬（ペルオキシ二硫酸カリウム）は窒素含量をできるだけ抑えて製造されている窒素分析用の市販品あるいは再結晶品、容器は最も望ましいのがテフロン製、ついでガラス製である。

新しいロットの試薬を調製した場合には必ずブランク試験をする必要がある。また、ガラス容器はアルカリによって内壁が侵食され、溶け出した成分が妨害するといわれているので<sup>13)</sup>、古くなったものの使用は避ける。このようにいくつかの要因があるので、分析にあたっては、当然のことながら、ブランクは複数とる。当所で実際に用いているのは、水；蒸留水、試薬；関東化学窒素分析用ペルオキシ二硫酸カリウム、容器；テフロンフィルムラバーシール・スクリューキャップ付き硬質ガラス製耐圧瓶であるが、UV法では、吸光度にして0.03（10mmセル）前後のブランク値となっている。

検量線は、JISでは、別に作成することになっているが、ブランクの変動をひろいながら全過程としてみるため、定法に従って、標準溶液を分解過程を通して計測した結果から求めるのが実際的である。

### 3.6.2 Cu-Cdカラムの作成法

Cu-Cdオートアナライザー法に用いるカラムは作り方によってその耐久性（還元力の保持）が異なる。そこで図6に作成手順を示す。注意事項として、塩酸洗浄後はなるべく短時間で操作を行うこと及び途中でコロイドが生ずる場合には塩酸含量を増やして、コロイドを生じさせないようにする。また、Cdの粒度はそれほど厳密でなくともよいが、純度はできるだけ良いものを使用する。

なお、作成直後のCu-Cdカラムは、還元力が強すぎるので、100 ppm前後の $\text{NO}_3^-$ （10分程度）及び $\text{NO}_2^-$ を導入し、安定させてから使用する。

また、試料分析時には還元力のチェックのため一定濃度の $\text{NO}_3^-$ 、 $\text{NO}_2^-$ を必ず導入する。

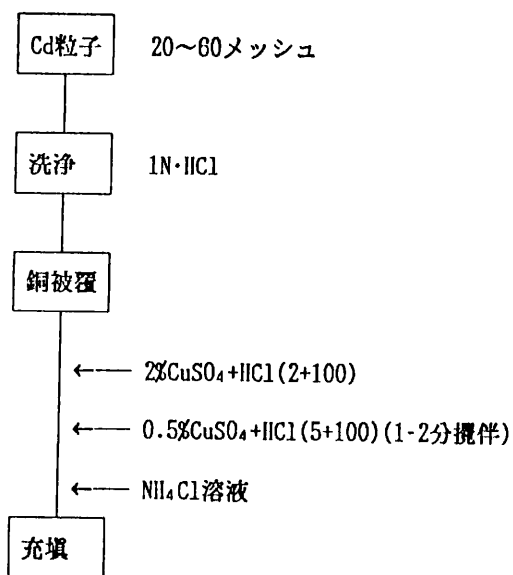


図6 Cu-Cdカラムの作り方

## 4 まとめ

事業所排水を対象とした簡易・迅速でかつ精度のよいT-N分析を行うにあたり、UV法、Cu-Cd法における妨害などを実際の試料を含めて検討し、試料の特性に応じた各種T-N分析法の実際の適用の条件とフローを示した。以下に各論についてまとめた。

1) 現在当所で用いているUV法及びCu-Cd法の定量下限をブランク値の変動から求めたところ、各々、 $0.17\text{mg/l}$ 、 $0.07\text{mg/l}$ であった。

2) UV法に対する無機イオン6種の妨害について検討したところ、直接法で明らかに妨害の見られたものは4種であり、その程度を妨害イオン $1\mu\text{g/ml}$ あたりの吸光度（ $E_{220}$ 、セル長10mm）で表すと、次の通りであった。 $\text{Cu}^{2+}$ ；0.011、 $\text{Fe}^{3+}$ ；0.02、 $\text{Cr}^{6+}$ ；0.04、 $\text{Br}^-$ ；0.002。

なお、このうち、 $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Fe}^{3+}$ はろ過法を用いれば $80\text{mg/l}$ 程度まで妨害を除去することが可能であった。

3) Cu-Cd・オートアナライザー法に対する無機イオン6種の妨害について検討したところ、各々、以下の濃度まで、顕著な妨害を示さないことがわかった。 $\text{Cu}^{2+}$ （ $\sim 80\text{mg/l}$ ）、 $\text{Fe}^{3+}$ （ $\sim 80\text{mg/l}$ ）、 $\text{Cr}^{6+}$ （ $\sim 15\text{mg/l}$ ）、 $\text{Mn}^{2+}$ （ $\sim 40\text{mg/l}$ ）、 $\text{PO}_4^{3-}$ （ $\sim 40\text{mg/l}$ ）、 $\text{Br}^-$ （ $\sim 80\text{mg/l}$ ）。



4) Cu-Cd 法オートアナライザーにはUV法のためにpH調整した溶液(pH2~3)をサンプルとして導入しても特に問題のないことがわかった。

5) 事業場排水についてUV法, Cu-Cd法の両方法で測定した結果を比較したところ, 両方法間で結果の一致する試料と一致しない試料が見られた。結果の一致しない要因として, 試料への海水または金属イオンの混入及びN化合物の未分解が考えられた。

6) 簡易・迅速でしかも精度のよいT-N分析を目的として, 妨害因子等の試料の特性に応じたUV法, Cu-Cd法及び総和法の選択とフローの実際に即した構成を試みた。そのポイントは次の通りである。

ア: 検体は1試料から希釈率を変えて, 定量範囲内で複数取る。

イ: 妨害要因が既知でそれらの影響がないことがわかっており, 希釈率を変えたときの濃度が一致する試料については, UV法の結果を採用する。希釈率を変えた結果が一致しない試料のうち, 希釈倍率を大きくするにつれ濃度が上昇するものについては, さらに希釈率を大きくして, 再度分解からやり直す。

ウ: 上記イ以外の試料についてはCu-Cd法で分析を行う。Cu-Cd法で希釈率を変えたときの濃度が一致するものについてはその結果を採用する。一致しないものあるいはペルオキソ二硫酸カリウムによりN化合物が分解しきれない場合については総和法で測定しT-N濃度を求める。

of Water and Waste, 16th ed. (1985)

7) 吉川サナエ, 山田健二郎, 林久緒, 鈴木勲, 山田茂: 紫外線吸光光度法による全窒素分析法の検討, 川崎市公害研究所年報, 第14号(1987)

8) 大熊和行, 前川徳明: 紫外線吸光光度法による海水の全窒素濃度の測定, 産業公害, 22:91-96 (1986)

9) 鈴木全, 佐藤正光, 神谷正俊, 小川純資: 紫外線吸光光度法による海水中の全窒素の定量, 水処理技術, 26:921-926 (1985)

10) 広瀬健二, 小池順一, 古塩英世, 大島道孝: 河川水及び工場排水の窒素, 燐, MBASにおける手分析と自動分析の比較検討, 川崎市公害研究所年報, 第11号, 96-101 (1984)

11) 矢野雄幸, 三木正博: 水質測定誤差とデータ処理, 公害研究対策センター, 50-54 (1974)

12) Technicon: Technicon Auto Analyzer II Industrial Method No. 158-71W/At Tentative (1977)

13) Solorzano, L., Limnology and Oceanography, 25, 751 (1980)

## 引用文献

- 1) Bastian, R. et al., Anal. Chem., 29, 1795 (1957)
- 2) Armstrong, F. A. J., Anal. Chem., 35, 1292 (1963)
- 3) 石谷 寿, 水質汚濁研究, 6, 51, (1983)
- 4) 小島節子, 安藤良, 蒲田敏幸, 清水正信: 環境水, 工場排水の全窒素濃度測定法について, 名古屋市公害研究所報, 第13号, 57-64 (1983)
- 5) 大槻晃, 分析化学, 30, 688 (1981)
- 6) American Public Health Association: Standard Methods for the Examination