# 硝酸性窒素, 亜硝酸性窒素等排水実態調査の結果及び分析法の検討について

Survey and Study of Analytical Method on Nitrate Nitrogen, Nitrite Nitrogen etc. in Wastewaters

林 光一 Kouichi HAYASHI 荻久保 豊 Yutaka OG I KUBO 昌 之\*1 Masayuki SEKI 関 喜 内 博 子\*2 Hiroko KINAI 丸 山 朝 子 Asako MARUYAMA 宮島周二\*3 MIYAJIMA Syuuji 千 室 麻由子 Mayuko CHIMURO

キーワード: 硝酸性窒素, 亜硝酸性窒素, ほう素, 吸光光度法

Key words : nitrate nitrogen, nitrite nitrogen, boron, absorption spectrometry

### 1 はじめに

平成11年2月に硝酸性窒素, 亜硝酸性窒素, ふっ素, ほう素が環境基準健康項目に追加された。また,同月に排出水の規制等について中央環境審議会に諮問され, 平成12年10月に基準値設定の報告がなされた。

窒素については,総窒素としてすでに一般項目に排水 基準が設定されており,日平均排水量が50m³以上の事 業所に対して検査を実施している。硝酸性窒素,亜硝酸 性窒素,アンモニア性窒素及びほう素については排水基 準が設定されていなかったため,これまで分析の対象と していなかった。このため,窒素含有物質及びほう素含 有物質を扱っている事業所からの排出水の調査を実施し, 実態を把握すると共に,硝酸性窒素,亜硝酸性窒素,ア ンモニア性窒素及びほう素の分析方法を検討したので報 告する。

なお,硝酸性窒素,亜硝酸性窒素は有害物質として扱われるので,調査対象に50m3未満の事業所も加えた。

### 2 調査年月日及び調査対象

第1回-1999年8月から10月 窒素について表1の9業種,36事業所,38 排水口

第2回-2000年10月

窒素について表 4 の 4 業種,11 事業所,11 排水口及びほう素について表 5 の 2 業種,6 事業所,6排水口

第3回-2001年2月

窒素について表6の2業種,4事業所,4排水口(追加調査)

## 3 調査項目及び分析法

рΗ

JIS K 0102-12.1 ガラス電極法

電気伝導率

JIS K 0102-13

## 硝酸性窒素(NO<sub>3</sub>-N)

JIS K 0102-43.2.1 還元蒸留-インドフェノール青吸 光光度法

JIS K 0102-43.2.5 I C法 (イオンクロマトグラフ法)

### 亜硝酸性窒素(NO。-N)

JIS K 0102-43.1.1 ナフチルエチレンジアミン吸光 光度法

JIS K 0102-43.1.2 I C法

アンモニア性窒素 (NH<sub>4</sub> <sup>+</sup> -N)

JIS K 0102-42.2 インドフェノール青吸光光度法 JIS K 0102-42.5 I C法

全窒素 (T-N)

JIS K 0102-45.2 紫外吸光光度法

#### ほう素

JIS K 0102-47.1 メチレンブルー吸光光度法 JIS K 0102-47.3 I C P法 (I C P発光分光分析 法)

この他に硝酸性窒素, 亜硝酸性窒素, アンモニア性窒素について, 簡易分析法としてパックテストを, またAA法(オートアナライザー法)を参考として実施した。

### 4 採水

環境局公害部水質課

### 5 分析

環境局公害研究所

# 6 分析結果及び考察

第1回調査では実態調査に主眼を置いて各分析法で分析を実施した。その結果,分析法の違いによる数値のばらつきが生じた。第2回調査では各分析法の問題点について検討し,更に不十分な点については第3回調査で補った。

<sup>\*1</sup>環境局公害部自動車対策課 \*2環境局公害監視センター \*3環境局生活環境部廃棄物指導課

#### 6.1 第1回調査

### 6.1.1 業種別・窒素含有使用物質別分析結果

業種別・窒素含有使用物質別分析結果を表1に示す。 表1より各事業所で使用している窒素含有使用物質が 排水に反映されている。例えば,アンモニア,アミン 類等を使用している事業所ではアンモニア性窒素の濃 度が高く,硝酸を使用している事業所では硝酸性窒素 の濃度が高い傾向がみられた。(数値を太字で表示)

# 6.1.2 パックテスト,吸光光度法及びIC法の比較

パックテスト,吸光光度法(インドフェノール青吸光光度法,ナフチルエチレンジアミン吸光光度法)及びIC法で分析した結果を表3に示す。この3種類の分析方法のうち,吸光光度法,IC法がJISに規定されている。しかし,JIS法の分析は結果が出るまでに時間がかかる。そこで,簡易な分析方法であるパックテストでおおよその数値を出してからJIS法で分析した。

ただし,パックテストは準備の都合により,分析中 頃から採用した。

### 6.1.2.1 パックテスト

パックテストは短時間でおおよその数値が出るのでJIS法の分析の目安となった。

### 6.1.2.2 吸光光度法

吸光光度法は全てのN分の定量ができ,各Nの分析 結果の関係は,(1)式のとおりである。

(T-N)=(NO<sub>3</sub><sup>-</sup>-N)+(NO<sub>2</sub><sup>-</sup>-N)+(NH<sub>4</sub><sup>+</sup>-N)+ (Or-N)・・・(1) \* (Or-N)は有機態窒素

表1の数値でN分の合計がT-Nと一致しない場合があるが,これは各N分の分析誤差による。

 $NO_3$  -N 及び $NH_4$  + -N の吸光光度法による分析においては,発泡により蒸留がスムーズに進まないという問題があり(特に  $NO_3$  -N は 2 回の蒸留操作を行なうなど,操作が煩雑),他の分析法と比べ,誤差の原因となった可能性がある。(表 3 参照)

発泡を防ぐ方法として消泡剤を使用した。蒸留の初期段階では発泡が抑えられたが,蒸留を続けるうちに再度発泡するようになり,結局蒸留がスムーズに進まなかった。

また,測定時にフェノールを使用するので,フェノール蒸気による作業環境の悪化及び廃液処理の問題が生じた。

### 6.1.2.3 I C法

I C 法は塩濃度の影響を強く受け,高塩濃度の試料(電気伝導率数百mS/m以上)では,他の分析法と比べ分析値の差が大きくなった。(表3の網掛け部分)

これは,I C法で使用する分離カラムによるイオンの分離性に起因する事が考えられる。即ち,I C法では陽イオンでは  $Na^+$  と  $NH_4^+$  のピークが接近し、除イオンでは  $CI^-$  と  $NO_2^-$  のピークが接近しているた

め,これらのピークの一部が重なり,分析結果に誤差が生じた可能性がある。また,電気伝導率を10mS/m以下に希釈する必要がある。その為,高塩濃度の試料は希釈倍率が高くなり,その分誤差が大きくなる。

このことから今後の分析では, $Na^+$ と  $NH_4^+$ , $CI^-$ と  $NO_2$  との分離性の良いカラムを検討する必要がある。今回使用したカラムは次のとおりである。

陽イオン: 横河 ICS-C25 陰イオン: 横河 ICS-A23

#### 6.2 第2回調査

窒素含有物質については,第1回調査で排水の実態及び分析方法等についておおよその傾向があきらかになった。今回の調査は,第1回調査をふまえて表1の硝酸を使う事業所について調査を行ない,分析法の問題点等を更に検討した。調査結果を表4に示す。表4より前回調査と同様に,硝酸を使用している事業所では硝酸性窒素の濃度が高い傾向がみられた。(数値を太字で表示)

今回はAA法(オートアナライザー法)による分析を 追加して,吸光光度法,IC法との比較をした。(表 7,10,11)

また,ほう素を扱う事業所の排出水の実態と分析法等について検討を加えた。ほう素の調査結果を表5に示す。

## 6.2.1 吸光光度法 , I C法及びA A法の比較

吸光光度法は前回と同様, 試料によっては蒸留時に 泡立ち, 蒸留がスムーズに進まなかった。

ICに使用する分離カラムについて,前回調査でピークの重なりがあったので,今回は陽イオン分離カラムを,日立 C75 に替え,陰イオン分離カラムを,日立 A25 に替えて分析した。その結果,陽イオンでは横河 C25 の方が日立 C75 より若干分離が良かった。陰イオンは日立 C75 の方が横河 C25 より分離が良かった。

IC法で妨害イオンを除去する方法として,ICで分析する前に試料を吸光光度法で用いている方法で蒸留し,留出液をICで分析する事を検討した。しかし吸光光度法の蒸留では、留出液を硫酸で吸収するので,ICで分析するには塩濃度が高すぎる。そこで,硫酸を使わず,水のみで留出液を吸収した場合どうなるかを試してみた。結果は良好な回収率となった。(表7参照)

次にカートリッジで試料をろ過して妨害イオンを除去する方法について検討した。高塩濃度の試料を銀カートリッジでろ過すると CI が除去され,高倍率の希釈が不用となり,ピークがシャープになるが,回収率が悪かった。(表8参照)

また、IC法の前処理用ろ過剤にについて検討した。 前処理用ろ過剤にミリポアマイレクスを使用した場合、IC法の分析値が吸光光度法、AA法のそれと比べて かなり高めとなった。一方前処理用ろ過剤にアドバン テック PTFE を使用した場合、IC法が吸光光度法、A A法に近い分析結果となった。(表 10 参照)

各分析法の分析結果を濃度別にみると,低濃度サンプルでは 吸光光度法と I C法及び A A法の分析値は,あまり差は見られなかった。高濃度サンプルでは吸光光度法は A A法に比べて  $NO_3$  -N が低めになるが, I C法は  $NI_4$  -N が低めになる。これは  $NO_3$  -N の蒸留時の泡立ちによる回収率の低下,及び I C法での  $NI_4$  と  $Na^+$ のピークの重なりによる回収率の低下が考えられる。(表 11 参照)

A A 法は吸光光度を測定するので吸光光度法と基本的には同じであるが、大きく異なる点は前処理である。吸光光度法は蒸留等の煩雑な前処理を必要とするが、A A 法は前処理を必要としない。但し、銅カドミウム還元カラムを使用するため廃液の処理が必要となる。

A A法の分析結果は  $NO_3$  -N については吸光光度法とほぼ同じで  $NH_4$  -N については I C法とほぼ同じ結果であった。

### 6.2.2 ほう素分析法

ほう素の分析法は,吸光光度法とICP法がある。 吸光光度法は前処理操作が煩雑であり,有害な有機溶 媒を使用するため,その蒸気によって作業環境が悪化 する。また,廃液の処理,管理が必要となる。

ICP法は繁雑な前処理を必要とせず,分析が簡単である。

吸光光度法とICP法の分析結果はほぼ同じであった。

# 6.3 第3回調査

第2回目のIC法による硝酸性窒素等分析では,銀カートリッジを用いて分析を行なったが 試料数が少なく, 結論が得られない為 再度IC法の分析調査を実施した。 調査結果を表6に示す。表6より前回調査と同様に, 硝酸を使用している事業所では硝酸性窒素の濃度が高い 傾向がみられた。(数値を太字で表示)

今回の結果は,かなり良い回収率になったが,まだ若干のばらつきがあった。(表9参照)

このことから夾雑物の除去を目的としたカートリッジは,銀カートリッジも含め,種々のカートリッジについて更に検討する必要がある。

# 7 まとめ

硝酸性窒素, 亜硝酸性窒素等及びほう素が法改正により排出規制の対象となるため, その実態調査及び分析法の検討を行なった結果次の知見が得られた。

- (1) 窒素及びほう素含有物質を使用している事業所から 高濃度の硝酸性窒素,アンモニア性窒素及びほう素が 検出された。
- (2) 硝酸性窒素及びアンモニア性窒素の吸光光度法による分析は操作が煩雑であり,発泡性の問題がある。また,作業環境が悪い。
- (3) I C法は操作が簡単であるが , NH₂⁺の分離性に若干

の問題がある。

今後, I C 法の精度を高めるため, 分離カラムや銀カートリッジ, その他カートリッジについて更に検討する必要がある。

- (4) 窒素等における吸光光度法の分析値とIC法の分析値で,高濃度サンプルの場合,吸光光度法は $NO_3$ -Nが低めになるが,IC法では $NH_4$ +-Nが低めに出る傾向がみられた。
- (5) ほう素の分析における吸光光度法は操作が煩雑であり、作業環境が悪い。ICP法は操作が簡単である。また、分析結果はどちらの方法もほとんど差がなかった。

表 1 第1回業種別・窒素含有使用物質別分析結果

事業所名 (通し)   業種   窒素含有使用物質	化 岩川	コ赤性	<b>列</b> 主杀百万仗用物员办力们和不						
101   12   アジー酸   7.1   920   3   2   27   34     102   20   アジーティアクリロニトリル   7.3   4.400   0   0   0   21   28     103   20   100%モノザタードアラン、89%トリエタノールアラン他   7.6   490   11   0   0   12     104   20   エチレジ・アミン、トリエタノールアミン他   7.5   15   1   0   0   3     105   20   アゾーエア   7.2   2.300   2   0   29   36     106   20   25%アントエア   7.5   3.900   1   1   26   28     107   20   アゾーエア   7.8   4.300   2   0   12   27     108   20   ジ・メチルミン、エチレン・アシン   7.7   670   3   0   94   110     109   20   アゾーエアル・アシ、エチレン・ドン   7.9   120   10   0   14   27     110   20   アグリロニトリル   7.5   210   3   2   40   43     111   26   アゾーエ・バードロン・バード		業種	窒素含有使用物質	рН	伝導率	NO 3 - N	NO <sub>2</sub> -N	NH <sub>4</sub> -N	
102   20   アゾモニア、アグリロニトリル	(20)					mg/I	mg/l	mg/l	mg/l
103   20   100%E/IPJ-INTEX)、89%HJIPJ-INTEX/他		12							
104 20 エチレジ・アミン、トリエタノールアミン他 7.5 15 1 0 0 3 105 20 アグモニア 7.2 2、300 2 0 29 36 106 20 25%アシモア 7.5 3、900 1 1 26 28 107 20 アグモニア 7.8 4、300 2 0 12 27 108 20 ジメチルアミン、エナレジ・アミン 7.7 670 3 0 94 110 109 20 アグモニア・ス・ナインダーアミン、エチレンダ・アミン 7.7 670 3 0 94 110 109 20 アグモニア・ス・ナインダーアミン、エチレンダ・アミン 7.9 120 10 0 14 27 1110 20 アグリニトリル 7.8 170 0 0 43 47 1111 26 アグモニア、硝酸アンモニカム 7.5 210 3 2 40 43 47 111 26 硝酸 7.4 51 22 0 0 24 114 26 硝酸 7.3 120 40 1 1 41 115 28 硝酸 7.3 120 40 1 1 1 41 115 28 硝酸 7.7 27 4 0 1 6 116 30 硝酸 6.9 78 1 1 2 6 117 87 廃産研酸、廃アンモニア 7.8 630 2 0 12 17 118-1 38 7.2 74 5 0 18 34 118-2 38 6.9 70 8 0 11 25 119-1 38 6.9 70 8 0 11 25 119-1 38 6.7 39 10 0 1 1 25 119-1 38 6.7 39 10 0 1 1 12 120 38 6.7 39 10 0 1 1 12 120 38 6.7 50 0 0 15 19 121 38 7.0 48 2 0 14 16 122 99 7.0 38 12 0 1 14 16 122 99 7.0 38 12 0 1 14 16 122 99 7.0 38 12 0 1 14 16 122 99 7.0 48 2 0 14 16 123 99 7.2 55 5 0 0 2 1 28 124 28 硝酸 7.2 50 5 3 1 15 125 28 硝酸 7.2 50 5 3 1 15 125 28 硝酸 7.2 50 5 3 1 15 125 28 硝酸 7.2 50 5 3 1 15 126 28 硝酸 7.2 50 6 5 3 1 15 127 28 硝酸 7.2 70 44 5 0 0 1 14 128 129 99 7.2 50 5 5 3 1 15 129 28 硝酸 7.2 170 9 0 1 20 129 28 硝酸 7.2 170 9 0 1 20 129 28 硝酸 7.2 170 9 0 1 20 129 28 硝酸 7.2 170 9 0 1 20 129 28 硝酸 7.2 170 9 0 1 20 129 28 硝酸 7.2 170 9 0 1 20 131 28 硝酸 7.5 560 17 1 13 41 132 28 硝酸 7.9 440 560 2 1 550 133 29 硝酸 7.5 560 17 1 13 41 132 28 硝酸 7.5 560 17 1 13 41 133 29 硝酸 7.5 560 17 1 13 41 134 30 硝酸 7.5 560 17 1 13 41 135 20 オルジニトローンゼン、オルジニトローンゼン、オルジニトローンゼン		20			4,400		0	21	
105   20 アゾモフ	103	20			490	11	0	0	12
106   20   25%アゾモニア		20		7.5			0		
107 20 アゾモニア 7.8 4,300 2 0 12 27 108 20 ジ メチルアミン、エチレング・アシ 7.7 670 3 0 94 110 109 20 アゾモニア水、モノエタノ・ルドミン、エチレング・ン 7.9 120 10 0 14 27 110 20 アグロニトル 7.8 170 0 0 43 47 111 26 アナニフ・硝酸アゾモニウム 7.5 210 3 2 40 43 1112 26 塩化アアモニウム 7.5 210 3 2 40 43 1112 26 塩化アアモニウム 7.5 210 3 2 40 43 1112 26 塩化アアモニウム 7.3 120 40 1 1 1 41 113 26 硝酸 7.4 51 22 0 0 24 116 30 硝酸 6.9 7.3 120 40 1 1 1 41 115 28 硝酸 7.7 27 4 0 1 6 6 116 30 硝酸 6.9 78 1 1 2 2 6 6 117 18-1 38 6.9 70 8 0 111 25 6 119-1 38 6.9 70 8 0 111 25 119-1 38 6.9 70 8 0 111 25 119-1 38 6.9 70 8 0 111 25 119-1 38 7.0 6.9 41 9 0 3 13 13 119-2 12 13 8 7.0 48 2 0 14 16 12 99 7.0 38 12 0 14 16 16 12 13 99 7.0 38 12 0 14 16 16 12 13 99 7.0 38 12 0 14 16 16 12 12 12 12 13 8 7.0 48 2 0 14 16 16 12 12 12 13 8 119-2 12 13 8 119-2 12 12 13 8 119-2 12 13 8 119-2 12 12 13 8 119-2 12 12 13 8 119-2 12 12 13 8 17.0 48 2 0 0 14 16 16 12 12 12 12 12 12 13 8 12 0 1 14 16 12 12 12 12 12 12 13 8 12 0 1 14 16 16 12 12 12 12 12 12 12 12 12 12 12 12 12	105	20		7.2	2,300	2	0	29	36
108   20   デメチルアミン、エチレング・アミン   7.7   670   3   0   94   110   109   20   アアモア水、モノエクノールアミン、エチレイミン   7.9   120   10   0   14   27   110   20   アクリニールル   7.8   170   0   0   43   47   111   26   アクリニールル   7.5   210   3   2   40   43   43   112   26   塩(エアンモラム(フラックス)   8.1   1,400   1   0   37   38   113   26   硝酸   7.4   51   22   0   0   24   114   26   硝酸   7.3   120   40   1   1   41   41   115   28   硝酸   7.7   27   4   0   1   6   6   116   30   硝酸   6.9   78   1   1   2   6   6   117   87   廃硝酸、廃アンモニア   7.8   630   2   0   12   17   118-1   38   7.2   74   5   0   18   34   119-2   8   13   13   13   13   13   13   13	106	20		7.5	3,900	1	1	26	28
109   20   アンモニアナ、モノエタノールアミン、エチレンイミン   7.9   120   10   0   14   27     110   20   アクリロニトリル   7.8   170   0   0   43   47     111   26   アンモニア、研験アンモニタム   7.5   210   3   2   40   43     112   26   塩化アンモニタム(フラックス)   8.1   1,400   1   0   37   38     113   26   硝酸   7.4   51   22   0   0   24     114   26   硝酸   7.3   120   40   1   1   41     115   28   硝酸   7.7   27   4   0   1   6     116   30   硝酸   6.9   78   1   1   2   6     117   87   廃卵研験、廃アンモニア   7.8   630   2   0   12   17     118-1   38   6.9   70   8   0   11   25     119-1   38   6.9   70   8   0   11   25     119-2   38   6.7   39   10   0   1   12     120   38   6.7   39   10   0   1   12     120   38   7.0   48   2   0   14   16     122   99   7.0   38   12   0   1   14     123   99   7.2   55   0   0   21   28     124   28   硝酸   7.2   100   9   0   3   15     127   28   イ研験   7.2   170   9   0   1   20     120   28   イ研験   7.9   410   560   2   1   550     131   28   イ研験   7.5   520   180   8   6   210     134   30   イ研験   7.6   1,500   100   12   37   220     135   20   オルントロハ・ナビ・フィオルントロハル・ナビ・フィス   1,100   2   0   0   2	107	20	アンモニア	7.8	4,300	2	0	12	27
110   20   アクリロニトリル	108	20	ジメチルアミン,エチレンジアミン	7.7	670	3	0	94	110
111   26   アンモニア、硝酸アンモニウム	109	20	アンモニアフ火 , モノエタノールアミン , エチレンイミン	7.9	120	10	0	14	27
112   26   塩化アメモウム(フラックス)	110	20	アクリロニトリル	7.8	170	0	0	43	47
113   26   硝酸   7.4   51   22   0   0   24     114   26   硝酸   7.3   120   40   1   1   41     115   28   硝酸   7.7   27   4   0   1   6     116   30   硝酸   6.9   78   1   1   2   6     117   87   廃硝酸   序アソモニア   7.8   630   2   0   12   17     118-1   38   7.2   74   5   0   18   34     118-2   38   6.9   70   8   0   11   25     119-1   38   6.9   41   9   0   3   13     119-2   6.7   39   10   0   1   12     120   38   6.7   50   0   0   15   19     121   38   7.0   48   2   0   14   16     122   99   7.0   38   12   0   1   14     123   99   7.2   55   0   0   21   28     124   28   硝酸   7.2   50   5   3   1   15     125   28   硝酸   7.4   34   6   0   0   6     126   28   硝酸   7.2   170   9   0   3   15     127   28   硝酸   7.2   170   9   0   1   20     129   28   硝酸   7.2   170   9   0   1   20     129   28   硝酸   7.5   560   17   1   13   41     132   28   硝酸   7.5   560   17   1   13   41     132   28   硝酸   7.5   520   180   8   6   210     134   30   硝酸   7.5   520   180   8   6   210     135   20   オルゾートログ・レー・フィー・フィー・フィー・フィー・フィー・フィー・フィー・フィー・フィー・フィ	111	26	アンモニア,硝酸アンモニウム	7.5	210	3	2	40	43
113   26   硝酸   7.4   51   22   0   0   24     114   26   硝酸   7.3   120   40   1   1   41     115   28   硝酸   7.7   27   4   0   1   6     116   30   硝酸   6.9   78   1   1   2   6     117   87   廃硝酸   廃アゾモア   7.8   630   2   0   12   17     118-1   38   7.2   74   5   0   18   34     118-2   38   6.9   70   8   0   11   25     119-1   38   6.9   41   9   0   3   13     119-2   6.7   39   10   0   1   12     120   38   6.7   50   0   15   19     121   38   7.0   48   2   0   14   16     122   99   7.2   55   0   0   21   28     124   28   硝酸   7.2   50   5   3   1   15     125   28   硝酸   7.4   34   6   0   0   6     126   28   硝酸   7.2   170   9   0   3   15     127   28   硝酸   7.0   440   53   1   8   69     128   28   硝酸   7.2   170   9   0   1   20     129   28   硝酸   7.5   560   17   1   13   41     132   28   硝酸   7.5   560   17   1   13   41     132   28   硝酸   7.5   520   180   8   6   210     134   30   硝酸   7.5   520   180   8   6   210     135   20   オルゾートログ・レビン オルゾートログロルベンゼン   7.3   1,100   2   0   0   2	112	26		8.1	1,400	1	0	37	38
114   26   硝酸	113	26		7.4		22	0	0	24
116   30   硝酸   6.9   78   1   1   2   6     117   87   廃硝酸,廃アゾモア   7.8   630   2   0   12   17     118-1   38   7.2   74   5   0   18   34     118-2   6.9   70   8   0   11   25     119-1   38   6.9   41   9   0   3   13     119-2   6.7   39   10   0   1   12     120   38   6.7   50   0   0   15   19     121   38   7.0   48   2   0   14   16     122   99   7.0   38   12   0   1   14     123   99   7.2   55   0   0   21   28     124   28   硝酸   7.2   50   5   3   1   15     125   28   硝酸   7.4   34   6   0   0   6     126   28   硝酸   7.2   100   9   0   3   15     127   28   硝酸   7.0   440   53   1   8   69     128   28   硝酸   7.2   170   9   0   1   20     129   28   硝酸   7.7   19   2   0   0   3     130   28   硝酸   7.9   410   560   2   1   550     131   28   硝酸   7.5   560   17   1   13   41     132   28   硝酸   7.5   560   17   1   13   41     132   28   硝酸   7.0   860   280   0   16   350     133   29   硝酸   7.5   520   180   8   6   210     134   30   硝酸   7.5   520   180   8   6   210     135   20   初リントロハンセンカリントロクリハンセンカリ 7.3   1,100   2   0   0   2	114	26		7.3	120	40	1	1	41
117   87   廃硝酸、廃アンモニア	115	28	硝酸	7.7	27	4	0	1	6
117   87   廃硝酸、廃アンモニア	116	30	硝酸	6.9	78	1	1	2	6
118-1   38	117	87	廃硝酸,廃アンモニア	7.8	630	2	0	12	17
118-2   119-1   38   6.9   70   8   0   11   25     119-1   38   6.9   41   9   0   3   13     119-2   6.7   39   10   0   1   12     120   38   6.7   50   0   0   15   19     121   38   7.0   48   2   0   14   16     122   99   7.0   38   12   0   1   14     123   99   7.2   55   0   0   21   28     124   28   硝酸   7.2   50   5   3   1   15     125   28   硝酸   7.4   34   6   0   0   6     126   28   硝酸   7.2   100   9   0   3   15     127   28   硝酸   7.2   100   9   0   3   15     127   28   硝酸   7.0   440   53   1   8   69     128   28   硝酸   7.2   170   9   0   1   20     129   28   硝酸   7.7   19   2   0   0   3     130   28   硝酸   7.9   410   560   2   1   550     131   28   硝酸   7.5   560   17   1   13   41     132   28   硝酸   7.5   520   180   8   6   210     134   30   硝酸   7.6   1,500   100   12   37   220     135   20   オルソニトロハ・ンセ・ン、オルソニトロクロル・ンセ・ン   7.3   1,100   2   0   0   2	118-1	00		7.2	74	5	0	18	34
119-1   38	118-2	38		6.9	70	8	0	11	25
119-2   38   6.7   39   10   0   1   12     120   38   7.0   48   2   0   14   16     121   38   7.0   38   12   0   1   14     122   99   7.0   38   12   0   1   14     123   99   7.2   55   0   0   21   28     124   28   硝酸		00			<del>-</del>		0		
120   38   6.7   50   0   0   15   19     121   38   7.0   48   2   0   14   16     122   99   7.0   38   12   0   1   14     123   99   7.2   55   0   0   21   28     124   28   硝酸 7.2   50   5   3   1   15     125   28   硝酸 7.4   34   6   0   0   6     126   28   硝酸 7.2   100   9   0   3   15     127   28   硝酸 7.2   100   9   0   3   15     127   28   硝酸 7.2   170   9   0   1   20     128   28   硝酸 7.2   170   9   0   1   20     129   28   硝酸 7.7   19   2   0   0   3     130   28   硝酸 7.9   410   560   2   1   550     131   28   硝酸 7.5   560   17   1   13   41     132   28   硝酸 7.5   520   180   8   6   210     134   30   硝酸 7.6   1,500   100   12   37   220     135   20   オルソニトロイ・ンセ・ン・オルソニトログロルヘ・ンセ・ン 7.3   1,100   2   0   0   2	119-2	38		6.7	39	10	0	1	12
122   99   7.0   38   12   0   1   14     123   99   7.2   55   0   0   21   28     124   28   硝酸 7.2   50   5   3   1   15     125   28   硝酸 7.4   34   6   0   0   6     126   28   硝酸 7.2   100   9   0   3   15     127   28   硝酸 7.0   440   53   1   8   69     128   28   硝酸 7.2   170   9   0   1   20     129   28   硝酸 7.7   19   2   0   0   3     130   28   硝酸 7.9   410   560   2   1   550     131   28   硝酸 7.5   560   17   1   13   41     132   28   硝酸 7.0   860   280   0   16   350     133   29   硝酸 7.5   520   180   8   6   210     134   30   硝酸 7.6   1,500   100   12   37   220     135   20   オルソニトロペンセンスオルソニトログロルベンセンス 7.3   1,100   2   0   0   2		38		6.7	50		0	15	19
122   99   7.0   38   12   0   1   14     123   99   7.2   55   0   0   21   28     124   28   硝酸 7.2   50   5   3   1   15     125   28   硝酸 7.4   34   6   0   0   6     126   28   硝酸 7.2   100   9   0   3   15     127   28   硝酸 7.0   440   53   1   8   69     128   28   硝酸 7.2   170   9   0   1   20     129   28   硝酸 7.7   19   2   0   0   3     130   28   硝酸 7.9   410   560   2   1   550     131   28   硝酸 7.5   560   17   1   13   41     132   28   硝酸 7.0   860   280   0   16   350     133   29   硝酸 7.5   520   180   8   6   210     134   30   硝酸 7.6   1,500   100   12   37   220     135   20   オルソニトロペンセンスオルソニトログロルベンセンス 7.3   1,100   2   0   0   2	121	38		7.0	48	2	0	14	16
124   28   硝酸   7.2   50   5   3   1   15     125   28   硝酸   7.4   34   6   0   0   6     126   28   硝酸   7.2   100   9   0   3   15     127   28   硝酸   7.0   440   53   1   8   69     128   28   硝酸   7.2   170   9   0   1   20     129   28   硝酸   7.7   19   2   0   0   3     130   28   硝酸   7.9   410   560   2   1   550     131   28   硝酸   7.5   560   17   1   13   41     132   28   硝酸   7.0   860   280   0   16   350     133   29   硝酸   7.5   520   180   8   6   210     134   30   硝酸   7.6   1,500   100   12   37   220     135   20   オルソニトロペンセンスオルソニトログロルベンセンス   7.3   1,100   2   0   0   2		_					0		
125   28   硝酸	123	99		7.2	55	0	0	21	28
125   28   硝酸	124	28	硝酸	7.2	50	5	3	1	15
126   28   硝酸   7.2   100   9   0   3   15     127   28   硝酸   7.0   440   53   1   8   69     128   28   硝酸   7.2   170   9   0   1   20     129   28   硝酸   7.7   19   2   0   0   3     130   28   硝酸   7.9   410   560   2   1   550     131   28   硝酸   7.5   560   17   1   13   41     132   28   硝酸   7.0   860   280   0   16   350     133   29   硝酸   7.5   520   180   8   6   210     134   30   硝酸   7.6   1,500   100   12   37   220     135   20   オルソニトロペ・ンセ・ン、オルソニトログロルベ・ンセ・ン   7.3   1,100   2   0   0   2	125	28		-	34		0	0	6
127     28 硝酸     7.0     440     53     1     8     69       128     28 硝酸     7.2     170     9     0     1     20       129     28 硝酸     7.7     19     2     0     0     3       130     28 硝酸     7.9     410     560     2     1     550       131     28 硝酸     7.5     560     17     1     13     41       132     28 硝酸     7.0     860     280     0     16     350       133     29 硝酸     7.5     520     180     8     6     210       134     30 硝酸     7.6     1,500     100     12     37     220       135     20 オルソニトロペ・ンセ・ン、オルソニトロケロハ・ンセ・ン、オルソニトロケロハ・ンセ・ン、オルソニトロケロル・ンセ・ン     7.3     1,100     2     0     0     2	126	28		7.2	100	9	0	3	15
128     28 硝酸     7.2     170     9     0     1     20       129     28 硝酸     7.7     19     2     0     0     3       130     28 硝酸     7.9     410     560     2     1     550       131     28 硝酸     7.5     560     17     1     13     41       132     28 硝酸     7.0     860     280     0     16     350       133     29 硝酸     7.5     520     180     8     6     210       134     30 硝酸     7.6     1,500     100     12     37     220       135     20 オルソニトロヘ・ンセ・ン、オルソニトロクロルヘ・ンセ・ン     7.3     1,100     2     0     0     2		•							
129     28     硝酸     7.7     19     2     0     0     3       130     28     硝酸     7.9     410     560     2     1     550       131     28     硝酸     7.5     560     17     1     13     41       132     28     硝酸     7.0     860     280     0     16     350       133     29     硝酸     7.5     520     180     8     6     210       134     30     硝酸     7.6     1,500     100     12     37     220       135     20     オルソニトロペ・ンセ・ン、オルソニトロケロハイ・ンセ・ン     7.3     1,100     2     0     0     2		28			<b>.</b>		0		
130   28   硝酸   7.9   410   <b>560</b>   2   1   550   131   28   硝酸   7.5   560   <b>17</b>   1   13   41   132   28   硝酸   7.0   860   <b>280</b>   0   16   350   133   29   硝酸   7.5   520   <b>180</b>   8   6   210   134   30   硝酸   7.6   1,500   <b>100</b>   12   37   220   135   20   オルソニトログ・コンド・フィオルソニトログロルベンゼ・ン   7.3   1,100   2   0   0   2		<del></del>			1				
131     28 硝酸     7.5     560     17     1     13     41       132     28 硝酸     7.0     860     280     0     16     350       133     29 硝酸     7.5     520     180     8     6     210       134     30 硝酸     7.6     1,500     100     12     37     220       135     20 オルソニトロヘ・ンセ・ン、オルソニトロケロルヘ・ンセ・ン     7.3     1,100     2     0     0     2		28			410		2	1	550
132     28     硝酸     7.0     860     280     0     16     350       133     29     硝酸     7.5     520     180     8     6     210       134     30     硝酸     7.6     1,500     100     12     37     220       135     20     オルソニトロヘ・ンセ・ン, オルソニトロクロルヘ・ンセ・ン     7.3     1,100     2     0     0     2								13	
133     29     硝酸     7.5     520     180     8     6     210       134     30     硝酸     7.6     1,500     100     12     37     220       135     20     オルソニトロヘ・ンセ・ン、オルソニトロクロルヘ・ンセ・ン     7.3     1,100     2     0     0     2		•			1				
134     30 硝酸     7.6     1,500     100     12     37     220       135     20 オルソニトロヘ・ンセ・ン、オルソニトロクロルヘ・ンセ・ン     7.3     1,100     2     0     0     2									
135 20 オルソニトロベンゼン,オルソニトロクロルベンゼン 7.3 1,100 2 0 0 2									
		_						_	

\*分析法:吸光光度法 \*業種は表2の分類番号 \*電気伝導率: μS/cm=0.1mS/m \*数値の太字:本文6.1.1参照

\*数値の処理: p H は小数点以下第1位まで。他は小数点以下を四捨五入し,有効数字は2ケタ。 他の表も同様。

# 表 2 業種分類表

分類番号	業種
12	食料品製造業
20	化学工業
26	鉄鋼業
28	金属製品製造業
29	一般機械器具製造業
30	電気機械器具製造業
38	水道業
87	廃棄物処理業
99	分類不能の産業

<sup>\*</sup>日本標準産業分類の中分類番号

表3 第1回硝酸性窒素等排出実態調査結果 (パックテスト, 吸光光度法及びIC法の比較)

183 201	의 개기 위젓 (포크	電気	八十二十二十二十二十二十二十二十二十二十二十二十二十二十二十二十二十二十二十二	ックテス		吸光光度法			UTA /	IC法			
事業所名	採取日	电×i 伝導率	NO 3 - N			T-N	NO 3 - N		NH <sub>4</sub> -N	NO 3 - N	NO <sub>2</sub> - N	NH <sub>4</sub> -N	
(通し )	<b>1木4以口</b>			•	•			•	•		•		
110	8.31	mS/m 170	mg/l	mg/l	mg/l	mg/I	mg/I 0	mg/I O	mg/I 43	mg/I 1	mg/I 0	mg/l 41	
122	9.28	38				14	12	0	43 1	10	0	2	
123	9.28	55				28	0	0	21	0	0	21	
102	10.04	4,400				28	0	0	21	38	0	58	
102	10.04	490				12	11	0	0	13	0	36 4	
113	10.04	51				24	22	0	0	23	1	0	
114	10.04	120				41	40	1	1	37	1	2	
108	10.04	670				100	2	0	94	6	4	100	
109	10.04	120				27	10	0	14	10	1	14	
133	10.04	520				210	180	8	6	190	10	9	
115	10.04	27				6	4	0	1	4	0	2	
104	10.07	15	4	0	1	3	1	0	0	1	0	1	
116	10.07	78	20	2	2	6	1	1	2	2	1	3	
107	10.12	4,300	0	0	20	27	2	0	12	37	0	89	
105	10.12	2,300	4	0	40	36	2	0	29	23	0	76	
111	10.12	210	5	5	30	43	3	2	40	4	3	40	
106	10.12	3,900	5	3	30	28	1	1	26	38	0	96	
135	10.14	1,100	3	1	1	2	2	0	0	9	0	17	
117	10.14	630	2	0	15	17	2	0	12	6	0	17	
136	10.14	44	20	0	5	31	18	0	9	20	0	10	
112	10.14	1,400	3	1	40	38	1	0	37	22	0	63	
121	10.18	48	0	1	8	16	2	0	14	2	1	13	
101	10.18	920	0	6	12	34	3	2	27	7	0	43	
125	10.18	34	10	0	0	6	6	0	0	6	0	1	
118-1	10.18	74	5	2	15	34	5	0	18	4	1	18	
118-2	10.18	70	10	0	6	25	8	0	11	7	0	12	
130	10.18	410	1000	4	2	550	560	2	1	890	4	10	
119-1	10.18	41	7	1	2	13	9	0	3	9	0	3	
119-2	10.18	39	15	0	1	12	10	0	1	10	0	1	
124	10.18	40	30	1	2	15	4	3	1	7	1	3	
120	10.26	50	5	1	15	19	0	0	15	1	0	18	
128	10.26	170	20	1	10	20	9	0	1	9	0	3	
134	10.26	1,500	0	30	50	220	100	12	37	160	19	90	
131	10.26	560	97	3	20	41	17	1	13	20	0	21	
132	10.26	860	800	1	20	350	280	0	16	280	4	35	
129	10.26	19	1	0	0	3	2	0	0	2	0	0	
127	10.26	440	96	4	8	69	53	1	8	56	0	18	
126	10.26	100	14	1	4	15	9	0	2	9	1	5	

<sup>\*</sup>網掛け部分は電気伝導率400mS/m以上

\*T-N: (NO3-N)+(NO2-N)+(NH4-N)のおおよその目安

\* IC分離カラム : 陰イオン - 横河ICS-A23 陽イオン-横河ICS-C25 \* ICガードカラム : 陰イオン - 横河ICS-A2G 陽イオン-横河ICS-C2G

\* IC前処理ろ過剤 : ミリポア・マイレクス0.45 μ m

表 4 第2回業種別·窒素含有使用物質別分析結果(50m³/D未満)

事業所名 (通し )	業種	窒素含有使用物質	рН	電気 伝導率	NO 3 - N	NO <sub>2</sub> -N	NH <sub>4</sub> -N	T-N
( /				mS/m	mg/l	mg/l	mg/l	mg/l
201	29	硝酸	7.9	50	5	0	4	10
202	28	硝酸	7.8	17	1	0	0	2
203	87	汚泥(一部含窒素)の脱水	7.2	15	4	0	3	8
204	20	オルソニトロベンゼン,オルソニトロクロルベンゼン	8.1	200	3	0	1	4
205	28	硝酸	7.6	30	4	0	0	4
206	28	硝酸	7.3	210	11	0	2	17
207	28	硝酸	7.1	490	59	0	10	74
208	28	硝酸	7.1	320	33	0	7	58
209	28	硝酸	8.1	43	22	0	0	32
210	28	硝酸	7.7	640	11	2	13	39
211	28	硝酸	7.6	950	200	1	18	250

\*分析法:吸光光度法 \*業種は表2の分類番号 \*数値の太字:本文6.2参照

表 5 業種別・ほう素含有使用物質別分析結果

P4 - P 4 =							
古光红石				ほう素濃度			
事業所名 (通し )	業種	ほう素含有使用物質	рΗ	吸光光度法	ICP法		
(				mg/l	mg/l		
301	20	三フッ化ほう素	7.8	3	3		
302	20	ほう酸	7.4	29	30		
303	20	ほう酸	7.4	0	0		
304	30	ファインクリーナー(金属の脱脂剤:ほう素含有)	7.5	0	1		
305	20	三塩化ほう素	7.7	1	1		
306	20	三フッ化ほう素錯体	7.9	0	0		

<sup>\*</sup>業種は表2の分類番号

表 6 第 3 回業種別·窒素含有使用物質別分析結果(50m³/D未満)(追加)

事業所名 (通し )	業種	窒素含有使用物質	рН	電気 伝導率	NO 3 - N	NO <sub>2</sub> - N	NH <sub>4</sub> -N	T-N
(120)				mS/m	mg/I	mg/I	mg/l	mg/I
401	29	硝酸	6.8	540	110	25	25	420
402	28	硝酸	7.6	62	0	0	36	23
403	28	硝酸	7.1	340	56	0	24	81
404	28	硝酸	6.6	890	41	3	13	61

\*分析法:吸光光度法 \*業種は表2の分類番号 \*数値の太字:本文6.3参照

表7 窒素蒸留時,留出受液に硫酸及び水を使用した時の比較

声光红力	吸光対	<b>光度法</b>	オートアナライサ	˙-(AA)法	イオンクロマトク゛	`ラフ(IC)法
事業所名 (通し )	NO <sub>3</sub> -N	NH <sub>4</sub> -N	NO <sub>3</sub> - N	NH <sub>4</sub> -N	NO <sub>3</sub> -N	NH <sub>4</sub> -N
(20)	mg/l	mg/l	mg/I	mg/l	mg/I	mg/l
208	60	10	55	12	54	8
200	45	9	43	13	46	13
209	33	7	47	7	48	4
209	39	7	40	7	43	5
210	12	14	16	15	22	10
210	16	14	18	15	15	14
211	205	18	225	26	230	16
211	260	25	210	26	230	26
標準溶液	110%	95%				
(回収率)		100%		95%		95%

\* IC分離カラム : 陰イオン - 日立GL-IC-A25 陽イオン-横河ICS-C25 \* ICガードカラム : 陰イオン - 日立GL-IC-A15G 陽イオン-横河ICS-C2G

\*IC前処理ろ過剤:アドバンテックPTFE0.2 µ m

\*上段:通常分析結果,下段(網掛け):蒸留後(留出受液:水)の分析結果

表8 銀カートリッジ使用の効果(1)

		15-41-15	,,,		
事業所名	希釈	希釈 NO <sub>3</sub> -N		NO <sub>2</sub> - N	回収率
(通し )	倍率	mg/l	%	mg/l	%
204	20	3	33	1	0
204	2	1		0	U

\* IC分離カラム : 陰イオン - 日立GL-IC-A25 \* ICガードカラム : 陰イオン - 日立GL-IC-A15G \* IC前処理ろ過剤 : ミリポア・マイレクス0.45 μ m

\*網掛け部分:銀カートリッジ使用

\*回収率は(銀カートリッジ使用)÷(銀カートリッジ未使用)×100

表9 銀カートリッジ使用の効果(2)

事業所名	希釈	NO 3 - N	回収率	NO <sub>2</sub> - N	回収率
(通し )	倍率	mg/l	%	mg/l	%
401	50	388	96	25	60
401	30	373	30	15	00
402	6	6	100	0	_
402	4	6	100	0	_
403	30	60	103	0	
403	20	62	103	0	-
404	80	40	83	2	100
704	30	33	3	2	100

\* IC分離カラム : 陰イオン - 日立GL-IC-A25 \* ICガードカラム : 陰イオン - 日立GL-IC-A15G

\* IC前処理ろ過剤 : ミリポア・マイレクス0.45 µ m

\*網掛け部分:銀カートリッジ使用

\*回収率は(銀カートリッジ使用)÷(銀カートリッジ未使用) × 100

表10 ろ過材の比較

車坐に々		吸光シ	比度法			オートアナライサ	˙-(AA)法	イオンクロマトグラフ(IC)法			
事業所名 (通し )	NO 3 - N	NO 2 - N	NH <sub>4</sub> -N	T-N	NO <sub>3</sub> - N	NO <sub>2</sub> - N	NH <sub>4</sub> -N	T-N	NO <sub>3</sub> -N	NO <sub>2</sub> - N	NH <sub>4</sub> -N
(120)	mg/I	mg/I	mg/I	mg/I	mg/I	mg/l	mg/I	mg/l	mg/l	mg/l	mg/l
205	4	0	0	4	4	0	0	4	4	0	0
200	4	O	O	4	4	U	O	4	4	0	0
206	11	0	2	18	11	1	2	16	19	1	2
200	11	U	2	10	11	ı	2	16	15	1	2
207	23	0	0	32	27	0	0	25	32	0	1
207	23	U	U	32	21		U	23	30	0	0

\* IC分離カラム : 陰イオン - 日立GL-IC-A25 陽イオン-横河ICS-C25

\* ICガードカラム : 陰イオン - 日立GL-IC-A15G 陽イオン-横河ICS-C2G

\* ICろ過剤:上段 - ミリポア・マイレクス0.45 μm, 下段(網掛け) - アドバンテックPTFE0.2 μm

表11 硝酸性窒素等分析結果(吸光光度法及びIC法の%はAA法の分析値を100とした場合)

ररा। ॥	TK I工主外	ミマンミュ		儿皮仏从	0.10/202	70 104/1/1/4	ルガ州恒々	± 100 C O		
事業所名	D,	及光光度法	失		イオンクロマトク゛	うフ(IC)法	₹	オートブ	'ナライサ゛- (A	A)法
争乗所名	NO <sub>3</sub> -N	NO <sub>2</sub> -N	NH <sub>4</sub> -N	希釈	NO <sub>3</sub> -N	$NO_2 - N$	NH <sub>4</sub> -N	NO <sub>3</sub> -N	NO <sub>2</sub> -N	NH <sub>4</sub> -N
(~~ )	mg/l	mg/l	mg/l	倍率	mg/l	mg/l	mg/l	mg/l	mg/l	mg/l
201	5	0	4	5	5	0	3	5	0	4
201	100	ï	100	7	100	Ţ	75			
202	1	0	0	2	1	0	0	1	0	0
202	100	1	ı	2	100	Į.	-			
203	4	0	3	2	4	0	3	4	0	3
203	100	Ι	100	2	100	I	100			
204	3	0	1	20	3	1	1	2	0	1
204	150		100	20	150	4	100			
205	4	0	0	3	4	0	0	4	0	0
203	100	-	-	3	100	-	Ī			
206	11	0	2	20	15	1	2	11	1	2
200	100	0	100	20	140	100	100			
207	23	0	0	4	30	0	0	27	0	0
201	85		-	4	110	-	-			
208	60	0	10	50	54	0	8	55	0	12
200	110	T	83	30	98	Į	67			
209	33	0	7	30	48	0	4	47	0	7
209	70		100	30	100	4	57			
210	12	2	14	70	22	4	10	16	2	15
210	75	100	93	70	140	200	67			
211	205	1	18	100	230	4	16	230	1	26
211	89	100	69	100	100	400	62			

\* IC分離カラム : 陰イオン - 日立GL-IC-A25 陽イオン-横河ICS-C25 \* ICガードカラム : 陰イオン - 日立GL-IC-A15G 陽イオン-横河ICS-C2G

\* IC前処理ろ過剤 : 101~ 104 - ミリポア・マイレクス0.45 μ m

105~ 111 - アドバンテックPTFE0.2μm

\*下段の網掛け部分:単位%