

分析の基礎知識 「全窒素・全リン」



富栄養化の原因物質である窒素及びリンは、湖沼にみられるアオコや内湾における赤潮を発生させる。これらの水質汚濁の原因物質については、湖沼ならびに海域に関して生活環境保全にかかわる環境基準及び排水基準が設定されている。さらに、水質総量規制制度においては、第5次水質総量規制から窒素及びリンが規制項目に追加され測定が義務づけられた。全窒素、全リンの環境基準と排水基準での測定方法を表1に示す。総量規制による全窒素、全リンの測定は、排水基準での測定法と同様である。

表1 全窒素及び全リンの測定法

	全窒素(TN)		全りん(TP)	
	湖沼	海域	湖沼	海域
環境基準の測定方法	紫外吸光光度法 (JIS K 0102 45.2) 硫酸ヒドラジン還元法 (JIS K 0102 45.3) 銅・カドミウム還元法 (JIS K 0102 45.4)	銅・カドミウム還元法 (JIS K 0102 45.4)	ペルオキシ二硫酸カリウム分解法 (JIS K 0102 46.3.1) 硝酸・過塩素酸分解法 (JIS K 0102 46.3.2) 硝酸・硫酸分解法 (JIS K 0102 46.3.3)	湖沼と同じ
排水基準の検定方法	総和法 (JIS K 0102 45.1) 又は 紫外吸光光度法 (JIS K 0102 45.2)		ペルオキシ二硫酸カリウム分解法 (JIS K 0102 46.3.1) 硝酸・過塩素酸分解法 (JIS K 0102 46.3.2) 硝酸・硫酸分解法 (JIS K 0102 46.3.3)	
	総量規制における指定計測法			

全窒素の測定方法

全窒素の測定方法は、工場排水試験方法(JIS K0102)に定められている。

- ・**総和法**……亜硝酸イオンと硝酸イオンに相当する窒素と、アンモニウムイオンと有機体窒素に相当する窒素とを求めて合計する。
- ・**紫外吸光光度法**……試料をアルカリ性ペルオキシ二硫酸カリウムで、約 120℃、30 分間加熱して窒素化合物を酸化分解し硝酸イオンにする。硝酸イオンによる波長 220nm の吸光度を測定する。
- ・**硫酸ヒドラジン還元法**……試料をアルカリ性ペルオキシ二硫酸カリウムで、約 120℃、30 分間加熱して窒素化合物を酸化分解し硝酸イオンにする。この硝酸イオンを銅を触媒として硫酸ヒドラジンによって還元して亜硝酸イオンとし、ナフチルエチレンジアミン吸光光度法によって測定する(低濃度の場合に適用)。

・銅・カドミウムカラム還元法……試料をアルカリ性ペルオキシニ硫酸カリウムで、約 120°C、30 分間加熱して窒素化合物を酸化分解し硝酸イオンにする。この硝酸イオンを銅・カドミウムカラムによって還元して亜硝酸イオンとし、ナフチルエチレンジアミン吸光光度法によって測定する(低濃度の場合に適用)。

[全窒素の測定方法の分類]

総和法 (JIS K 0102 45.1)

- ① 一試料を2つに分ける
- ② 一方の試料に水酸化ナトリウムを加えて蒸留
- ③ デバルタ合金を加えて蒸留
- ④ インドフェノール青吸光光度計による測定
- ⑤ 別の試料に硫酸等を加えて加熱した後蒸留
- ⑥ ④の操作と同じ
- ⑦ ④と⑥で求めた窒素量を合計する

排水基準の測定

環境庁告示法

- ① 試料に水酸化ナトリウム・ペルオキシニ硫酸カリウム溶液添加
- ② 約 120°C、30 分間加熱分解

紫外吸光光度法

硫酸ヒドラジン還元法

銅・カドミウム還元法

波長 220nm の吸光度を測定

① 硫酸ヒドラジン溶液添加

① 塩化アンモニウムアンモニア溶液添加
銅・カドミウムカラムの上部から流下

② ナフチルエチレンジアミン吸光光度法で測定

環境基準の測定

[総和法の測定方法]

使用器具

蒸留装置 ケルダールフラスコ 分光光度計

使用試薬

硫酸(25mmol/L) (1+35)
水酸化ナトリウム(40g/L) (300g/L)
デバルタ合金
硫酸カリウム
硫酸銅(Ⅱ)五水和物
ナトリウムフェノキシド溶液

酸化マグネシウム
フェノールフタレン溶液(5g/L)
次亜塩素酸ナトリウム溶液
アンモニウムイオン標準液(1mg/mL)
アンモニウムイオン標準液(10 μg/mL)



全リンの測定方法

全リンとは、水中に存在するすべてのリン化合物の総量を表したものである。
全リンの測定法は、工場排水試験法に次の測定法が定められている。

・ペルオキシ二硫酸カリウムによる分解法

この方法は、高圧蒸気滅菌器を用いて、加圧下でペルオキシ二硫酸カリウムによる分解を行い、リン化合物をリン酸イオンにしモリブデン青(アスコルビン酸還元)吸光光度法により測定し、試料中の全リンを定量する方法である。この方法は、分解しやすい有機物を含む試料に適用する。

・硝酸・硫酸による分解法

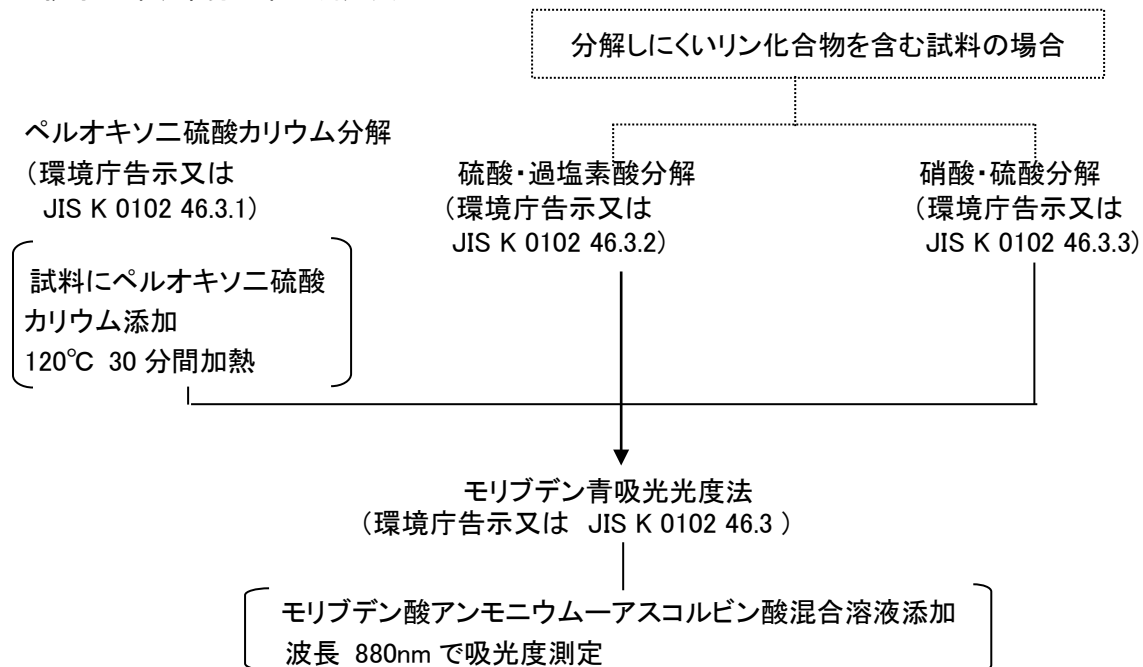
この方法は、硝酸と硫酸を加えて乾固近くまで加熱蒸発して分解を行い、生成したリン酸イオンをモリブデン青(アスコルビン酸還元)吸光光度法により測定し、試料中の全リンを定量する方法である。この方法は、多量の有機物を含む試料及び分解しにくい有機リン化合物を含む試料に適用する。

・硝酸・過塩素酸による分解法

この方法は、硝酸及び過塩素酸を加えて加熱、濃縮して分解を行い、生成したリン酸イオンをモリブデン青(アスコルビン酸還元)吸光光度法により測定し、試料中の全リンを定量する方法である。この方法は、多量の有機物を含む試料及び分解しにくい有機リン化合物を含む試料に適用する。

[全リン測定法の分類]

排水基準、環境基準の測定法



水質総量規制における簡易窒素・リン計

わが国においては2004年度の第5次水質総量規制から窒素・リンの測定が義務づけられた。日平均排水量が 50m^3 以上 400m^3 未満の事業場においては、簡易窒素・リン計測器による測定が認められている。一方、 400m^3 以上の事業場では自動全窒素・全リン計測器での測定が行われている。