

# 全りん全窒素自動測定器の原理と計量方式

三宅 哲朗

東レエンジニアリング(株) 電子システム機器製造部 技師

## 1. はじめに

2004年の第5次水質総量規制において、従来のCOD監視に加えて、全りん、全窒素の排水の総量規制が適応されてから11年が経過し、導入された全りん全窒素自動計測器の更新需要が本格的に増大しつつある。そこで今回は、測定手法の一つである、120℃分解-吸光光度法の原理および試料・試薬の計量方式について紹介させていただく。

## 2. 120℃分解-吸光光度法の原理

120℃分解-吸光光度法の測定フローを図1に示す。

測定試料にペルオキシ二硫酸カリウムと水酸化ナトリウム溶液を加えてアルカリ性ペルオキシ二硫酸カリウム溶液とし、120℃で30分間加熱分解する。加熱分解により、りん化合物は酸化されてりん酸イオンに、窒素化合物は酸化されて硝酸イオンになる。硝酸イオンは、紫外線領域に吸光を示すことがよく知られており、加熱分解後の液を冷却させた後、220nmの測定波長で吸光度を測定し、硝酸イオン濃度を定量する。りん酸イオンは、モリブデン酸アンチモン溶液（モリブデン酸アンチモン／酒石酸アンチモンルカリウム）を添加して発色させ、アスコルビン酸で還元してモリブデン青を生成させる。このモリブデン青は、赤外線領域に吸光を示すことがよく知られており、880nmの測定波長で吸光度を測定し、りん酸イオン濃度を定量する。

測定に先立って、全りんは濃度既知のりん酸二水素カリウム溶液、全窒素は濃度既知の硝酸カリウム溶液で校正しておけば、測定試料の吸光度を測定することにより、全りんおよび全窒素の濃度を求めることが可

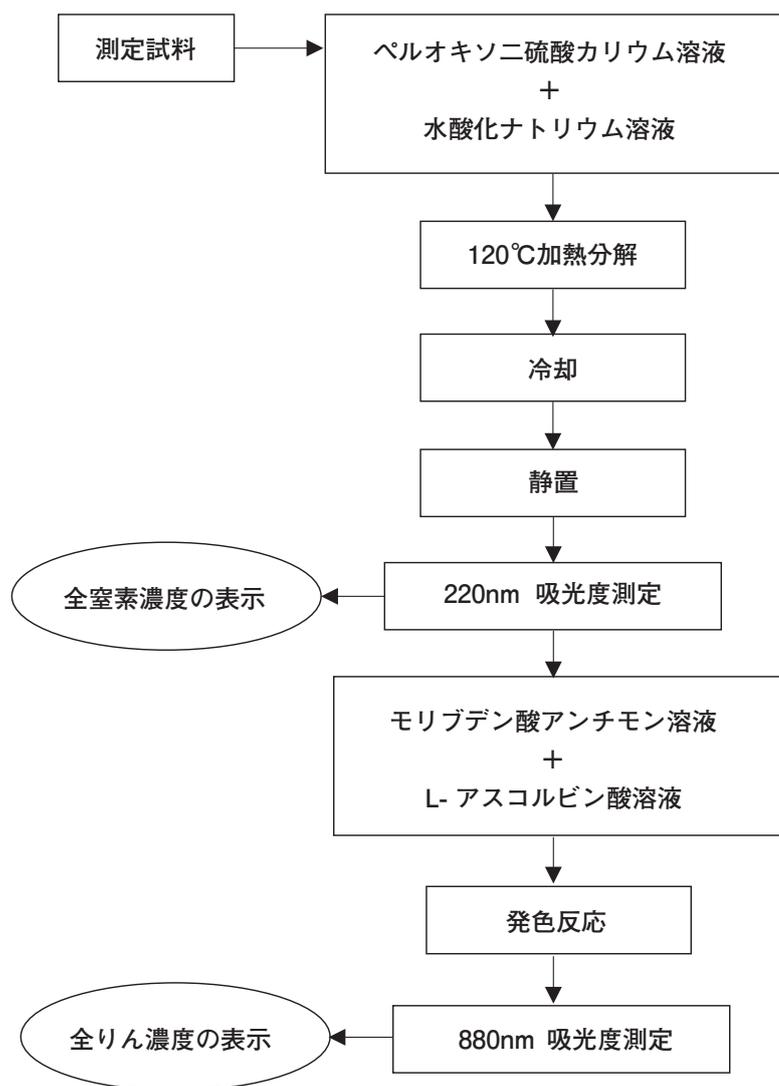


図1 120℃分解-吸光光度法の測定フロー

能となる。

本方式は、指定計測法（公定法）をそのまま自動化した方式であり、相関性の高さが特徴となっている。

## 3. 負圧吸引・加圧計量方式

全りん全窒素自動計測器では、上記で説明したように、多くの種類の試薬を混合・反応させる必要があり、安定した測定結果を得るためには、試料や試薬の量を

いかに正確に計量するかが重要な要素となっている。そこで全りん全窒素自動計測器で採用している手法の1つである負圧吸引・加圧計量方式について解説する。

図2に負圧吸引・加圧計量方式の構成例を示す。まず計量対象となる試料または試薬は、オーバーフロー槽やタンク等に満たされた状態となっており、そこから各種計量槽まで配管で接続されている。計量槽は密閉構造となっており、上部は弁を介して、エア吸引ポンプとエア加圧ポンプが並列で接続されている。下部は弁を介して、その先の工程で必要となる槽に接続されている。

動作の手順は次のとおりである。まず、計量槽下部の弁を閉じた状態で、エア吸引ポンプを動作させると、計量槽内部が負圧状態となり、試料または試薬が計量槽に導かれる。計量槽内部には液面センサが取り付けられており、この液面センサが感知すると、エア吸引ポンプを停止させ、エア加圧ポンプ側に切り替える。すると、加圧された空気は、計量槽内部の液面を押し返し、試料または試薬の一部はオーバーフロー槽またはタンクに戻る。その際液面は、必ず計量槽内部配管の先端の位置まで戻ることになる。この方式の採用により、比較的少ない量の計量であっても高い再現性が得られることから、新型の全りん全窒素自動測定器（図3参照）では十分な検証を重ねた上で、試料・試薬の使用量を従来機比で半減させることが可能となり、維持管理費の大幅な削減にも寄与している。

#### 4. おわりに

全りん全窒素自動測定器の運用には、多くの試薬を使用するため、高額な維持管理費が必要となっている。今後、より少ない費用負担で運用できる装置を開発・提供していくことが水質分析装置のメーカーとしての命題であると考えている。

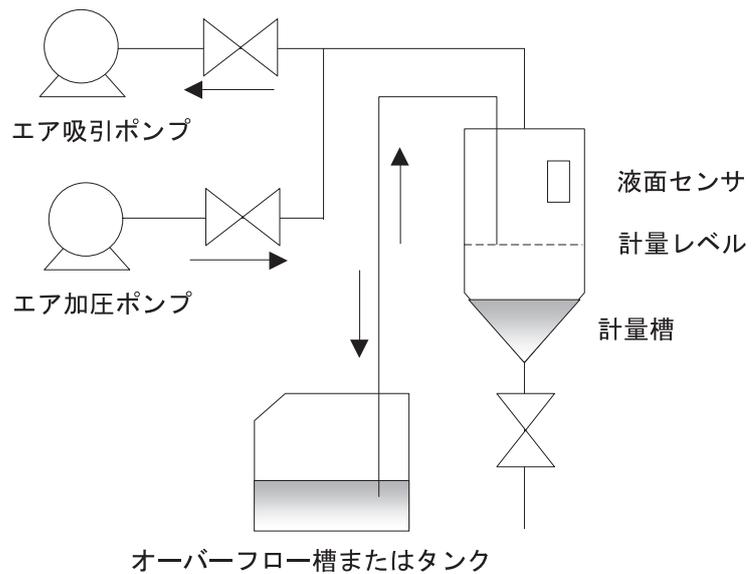


図2 負圧吸引・加圧計量方式の構成例



図3 全りん全窒素自動計測器の外観