

水質汚濁物質とその計測技術における問題点

竹 下 健 次 郎 *

1. 序 言

「水質汚濁物質」の種類・項目、並びに定義については、公害対策基本法に定められており、その定量法、又は計測法については、日本工業規格（JIS）の「工場排水試験方法」「上水試験方法」「下水試験方法」等のほかに、「昭和46年経済企画庁告示第21号」「環境庁告示第64号」等において詳しく示されている。さらに今後も、省令や告示等によって新しい有害物質が指定され、その分析方法が規定されていくことになるであろう。

したがって、これらの方法に準拠して忠実に分析を行えば、一定の正しい値が得られるはずである。しかし、実際の状況を見ると、同一試料についての分析結果であるにもかかわらず、分析機関によってまちまちの値が提出されていることがしばしば起きている。

このため、調査を実施した行政機関への不信感が起り、種々の問題をひき起こすことにもなりかねない。又、経年の長期調査においては、分析機関を変更した場合の異常偏差も発生しており、調査の意味さえ疑問視されることがある。

このような問題は、すでに関係者の間でもとりあげられ、その対策が要望されているが、更めてこの原因を究明して対策に資するため、「水質汚濁物質の分析法並びに分析装置に関する問題点」と題するアンケート調査を企画し、各方面の分析機関（担当者）にご協力を依頼したところ、下記の方々から熱心なご回答をいただいた。

本稿は、主としてこれらをまとめたものであり記して深く感謝の意を表する次第である（到着順敬称略）。

旭硝子^(株)北九州工場 広瀬 辰夫
三西開発^(株)大牟田分析センター

福岡県衛生公害センター 鳥越 要
大分県工業試験場 森 木 昌 宏
三井金属鉱業^(株)中央研究所 佐藤 止才生
味の素^(株) 下川 和夫

山崎 進
三菱化成工業^(株)黒崎工場 牧田 靖彦
^(株)環境科学センター・横浜研究所 戸島 英治

加来 誠二
^(株)柳本製作所 野沢 安博
安盛 善一

^(株)京都科学研究所・京都分析センター

なお、（社）産業公害防止協会発行、「公害防止の技術と法規（水質篇）」、日本化学工業会「工場排水試験方法 J I S K 0102—1971見直し原案作成に対する要望意見アンケート結果」及び水質測定分析技術委員会「現行各種試験法に関する意見調査のまとめ（その1）（その2）」等も参考にした。

2. 分析偏差を生ずる一般的原因と留意すべき点

（1）「試料の取扱い方」に関する問題点

分析室に運ばれてきた試料は、定められた方法で貯蔵し、速かに分析を終了することが必要であるが、無神経に直射日光の当る場所に放置されていたり、容器の栓が不十分のため蒸発していることがないであろうか。つまり、分析者の手に渡るまでの試料については、案外無責任に処理されていることがある。これでは、いくら優れた分析者が定められたとおりの方法で分析を行っても、正しい結果が得られようはずがない。又、長時間放置されたヘドロの場合には、分子の凝集・離聚等のために成分の位置的不均化が起っているから

* 九州大学生産科学研究所長、工学博士
本協会常任理事

実験試料をとり出すとき丹念にかくはんすることが必要である。

(2) 「試料の前処理方法」に関する問題点

1) 希釈, 又は濃縮操作

分析に先立ち, 試料を最適濃度に希釈, 又は濃縮する必要があるが, 分析しようとする成分の濃度は未知であるから, 分析に最も適した濃度範囲に調整するための前処理方法が問題となる。すなわち, もし濃度が非常に大きい場合には, 希釈するための一定量を採取する場合, ピペットを用いるか天秤を用いるかによって, 精度がかなり違ってくる。前者は操作が早くて便利であるが, 後者よりも不正確であり, 温度も関係する。また, 同一試料の中の2種以上の成分を分析しなければならないとき, しかもその濃度が著しく異っている場合には, それぞれ異った適正濃度に希釈, 又は濃縮するための操作を各成分について別々に行う必要があるが, 果してこれが忠実に守られているであろうか。

2) 妨害物質の影響

JISには妨害物質の影響についての記述がかなりよくなされてはいるが, 如何にしてそれらを調べるかについての指示がない。したがって, 分析担当者はこれを無分別にやり過ぎることを余儀なくされており, バラツキの原因となっているのではなかろうか。

(3) 標準試料の分析並びにクロスチェックの必要性

水質分析は, 微量成分の定量が多いので, 担当者は常に細心の注意を払わねばならないが, 試薬の純度, 分析機器の精度等にトラブルがあることもあるから, 実試料の分析の間において, 標準試料の分析を行っておくことが必要である。また適宜に抜きとった試料についてクロスチェックを行うことも必要である。

3. 各項目に関する問題点

(1) BOD

1) 植種の選定, 培養及び添加量について

- (イ) 試料に対する植種物質の適, 不適, 並びに添加量による測定値のバラツキが大きい。
- (ロ) 試料に応じた最適植種液をその都度調

整することは不可能に近い。

- (ハ) 植種する微生物の培養方法について詳しい解説が必要である。
 - (ニ) 植種量は「一般細菌数として $10^3/ml$ 以上になるように添加する」と改むべきである。
- #### 2) 希釈操作について
- (イ) 希釈倍率の選び方如何により測定値にバラツキが起きる。
 - (ロ) 希釈操作が複雑すぎる。
 - (ハ) 希釈倍率の予想方法についての解説が必要である。消費酸素濃度を $3.5\sim 6\text{ ppm}$ にすることは大変むづかしい。COD値から予想を立てるのも一方法である。
 - (ニ) 注(31)の「 0.6 ppm 以上」は多すぎる「約 0.2 ppm 」にすべきではないか。
- #### 3) 妨害物質について
- (イ) 妨害物質の予測はむづかしい。
 - (ロ) 酸化還元性物質($\text{Cl}_2, \text{NO}_2^-$)の処理についての指示が欲しい。
 - (ハ) 妨害金属類の種類並びにその限界濃度に関する資料が欲しい。
- #### 4) その他について
- (イ) BOD値4以下のデータは信頼性, 再現性に乏しい。
 - (ロ) BODに使用する水は, 長期間溜め置きしたものがよい。
 - (ハ) ガスビュレット方式の装置は未だ問題点が多い。たとえば, 温度差による読みの誤差, 酸素減量に対応する水銀柱の変化量と読み取り誤差が大きいようだ。
 - (ニ) 水マノメーター方式酸素消費量測定装置は操作が容易で, 5日間又はそれ以上の期間にわたる酸素吸収過程も追跡できて, 良い方法である。
 - (ホ) BODのデータは信頼性に乏しいのでBOD測定装置の製作は中止し, 代りにTOCの測定装置を製作している(Y製作所)。
 - (ヘ) 現行のBOD値は見掛けの汚濁指標を表すだけで, 潜在的なものが経時的に顕在化する要素を無視している。したがって, 酸素供給法BOD自動測定装置(

北海式)を用いるのがよいと考えるが、データの取り扱いについては考慮すべき点がある。

(2) COD

1) 検水量について

N/40-KMnO₄消費量の範囲を規定すべきではないか。「 $\frac{1}{2}$ 以上残るように」では誤解を招く。一般には、KMnO₄の消費量が4~6 mlの範囲が理想であるが、文章化すると8 ppm以下の測定ができなくなるから、「 $\frac{1}{2}$ 以上残るように」ということになっていると思うが、これは好ましい表現ではない。「 $\frac{1}{2}$ 量±10%」とすればよい。

2) 加熱操作

(イ) 加熱温度、時間についてもっと具体的に規定して欲しい。30分加熱は不安定領域である。60分にしてはどうか。

(ロ) 「沸騰水中に30分間加熱」とあるが、100°Cに昇温することはむづかしく、通常94~98°Cである。蒸し器を利用するとよい。

(ハ) 揮発性有機物を含む場合は還流器をつける必要がある。

(ニ) COD値のバラツキの最大原因は加熱温度と時間にある。試料の個数によって沸騰水浴の温度も変化するから、「試料の液温が何度にて何分間」と規定すべきである。

3) 塩素イオンを多量含む試料(たとえば、海水)

(イ) 海水の場合はアルカリ法を採用すべきである。

(ロ) 塩素イオンを多量含む試料については自動測定装置は問題である。

(ハ) 海水の塩素イオン除去に「硫酸銀1 g 添加」は少ない。粉末度も問題である。

(ニ) 発生する多量の沈澱物のため、終点が不明瞭となり、再現性が悪い。

4) その他

(イ) COD値10 ppm以下は信頼性が低いというが、実際には測定せざるを得ない場合が多い。分析法を規定してほしい。

(ロ) ガラス容器は蒸留水で軽く洗い、洗剤は使用しない方がよい。

(ハ) 最終滴定操作はヨードメトリーであるから、遊離ヨウ素が揮散しないように注意する必要がある。

(ニ) KMnO₄法よりもK₂Cr₂O₇法(J I Sの15番を見直して)の方がTOC、TODに近い値が得られて、よいと思う。ただし、その廃液処理が難点。

(3) 浮遊物質(S S)〔環境庁告示第64号付表第4〕

1) 経時変化

(イ) 試料をあまり長時間放置しておくと、沈澱の生成又は溶解が起こることがある。

(ロ) 夏季にはカビの発生が起こり、SSとして測定されることがある。

2) ろ過操作

(イ) 吸引速度によりバラつきが起こる。

(ロ) グラスフィルター3 G 2では恒量値が得にくい。サイズを小さくしてはどうか。

(ハ) グラスフィルターでは、ろ紙とガラス壁との間隙ができ易い。したがって、ろ紙を敷いた上、アスベストを2~3 mmの厚さで積層すると良い結果がえられる。

(ニ) J I Sによれば、2 mm目のフルイを通過したものをSSとみなすことになっているが、河川水ではこの中に自然砂が含まれていることが多く、人工的SSとの区別ができない。また逆に、2 mm目以上の人工的SSは測定されないことになる。

(ホ) J I Sのろ紙法では塩分(NaCl等)が吸着されるため真のSSが測定されないばかりでなく、空試験の補正に伴う誤差も生ずる。しかし、環境庁告示第64号付表第4の方法ではSS測定専用のGF P(東洋濾紙GS-25, ミリポアAP-40等)が使用され、改善された。

3) その他

(イ) GF Pは強度が不足で、ろ過器の装脱着のとき破損しやすい。メンブランフィルターの方がよい。

(ロ) 濁度計を用いてSSの算定をする方法

は、検水が乳化又は着色している場合には適用できない。

(4) 油分 (n-ヘキサン抽出物質)〔環境庁告示第64号付表第5〕

1) サンプルング

(イ) 採水方法を具体的に示してほしい。JISの「全層試料の採取」はむづかしい。

(ロ) 実用的な採取用具がない。

2) 抽出操作

(イ) エマルジョンができたときの処理法が不明確である。アセトン、アルコールの添加は有効であるが、加温は操作がむづかしく、引火性のため危険(火傷)である。遠心分離法もよいのではないか。

(ロ) 試料に対するn-ヘキサンの使用量によって抽出率が変わるようである。もう少し溶剤の量を増す必要はないか。

(ハ) 5~10ℓの試料を振るのは容易ではなく、危険性もある。

3) その他

(イ) 5ppm以下の値の信頼性はきわめてあやしい。

(ロ) n-ヘキサン抽出物質中に蒸気圧の高いものが含まれている場合には、使用する容器、たとえばピーカーか、蒸留フラスコかによって、かなりの相違がでる。

(ハ) 「n-ヘキサン抽出物質で代表されるもの」は何であるのか明確でない。水溶性有機物も油分であるのか?また、動植物性油分と鉱油系油分との分別分析法が与えられていない。

(ニ) 赤外分析法などの新方法を早く開発してほしい(Y製作所では、四塩化炭素による抽出と赤外分析の組合せ法による自動測定装置を製作している)。

(5) シアン(CN)

1) 前処理〔JIS K0102 29.1〕

(イ) 残留塩素が多い場合には亜硫酸ナトリウム溶液を1:1で加えても、必ずしも1:1で反応しない。

(ロ) 多量の亜硝酸塩を含む場合、N/30—HNO₃, N/10—KMnO₄による酸化処理

は容易でない。

(ハ) NO₂⁻イオンが多量含まれている場合には、尿素を添加するとよい(NO₂⁻は正の誤差を生ずる)。

(ニ) 多量のH₂S, NH₃を含む場合、酢酸亜鉛液では十分マスキングできない。

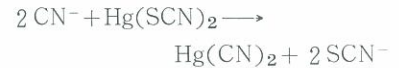
(ホ) 還元性物質、とくに硫化物が含まれている場合には、検水をまず酸化処理しないで蒸留し、その留出液を蒸留フラスコに入れ、20%酢酸亜鉛溶液10ml, 20%硝酸10mlを加え(pH約3.5), MnO₂の沈澱が生ずるまでKMnO₄を加える。さらに1~8ml加え、液量を500mlとして再蒸留する。硫化物が多量のときは留出液を再度酸化処理する必要がある。回収率は95~100%であるが、一般に低く出る。

(ヘ) 硫化物が多い場合には、「硝酸・KMnO₄」処理法よりも、「硫酸亜鉛・アンモニア溶液」による方法の方がよい。

2) チオシアン酸第二水銀法

〔JIS K0102 29・3〕

定量原理は、



(イ) 塩素イオンもシアンイオンと同様にチオシアン第二水銀と反応してチオシアンイオンを遊離するから、手、汗などの微量塩素イオンによる汚染に注意する必要がある。

(ロ) 硫化物、チオ硫酸塩、ハロゲン、有機シアン化合物などが含まれている場合には、過大値を与えることがあるので、0.5ppm以下のシアンイオンの定量にはピリジン-ピラズロン法を併用することが望ましい。

3) ピリジン-ピラズロン法

〔JIS K0102 29.〕

(イ) 検水の質により、留出液に発色液を添加し30分静置しても、正常な青色とならず、灰色となることがある。

(ロ) 発色時に白濁する場合には、「シアノリンブル0.27g + ピリジン 20ml + 水 100ml」の液を加えると白濁しない。

(ハ) ピリジンの使用は健康上好ましくないもので、イソニコチン酸-ピラゾン法を推奨したい。ただし、pH 範囲がきわめて狭いので、要注意。〔文献分析化学、22、448 (1973)〕

4) イオン電極法

(イ) 定量感度においてはピリジン-ピラゾン法に劣るが、機種種の保守・管理を適格に行えば、簡単で良い方法である。

(ロ) 電極特性がメーカーによって若干異なるようである。

(ハ) 0.01ppm以下の低濃度では再現性に問題がある。

5) その他

(イ) アクリロニトリルのような有機シアン化合物が含まれている場合には、酸化処理によりシアンの値として評価される場合がある。

(ロ) チオシアン、イソシアネートなどを含む場合には、蒸留時にシアンが発生する。

(ハ) イオン濃度計は妨害成分についての検討がなされなければ使用できない。

(6) 有機リン

1) 有機リンの定義：公害基本法で定義する有機リン化合物は、パラチオン化合物（パラチオン、EPN、メチルパラチオン）及びメチルジメトンの4種である。

2) アベル-ノリス法〔JIS K0102 23.1.2〕又はパラニトロフェノール法〔JIS K0102 23.1.3〕によるパラチオン化合物の定量法

(イ) 芳香族ニトロ化合物の定量法であるから、真のパラチオン化合物を定量しているかどうか疑問である。

(ロ) 検出感度が悪く、操作も煩雑である。

8) 薄層クロマトグラフ・モリブデン青法によるメチルジメトンの定量法〔環境庁告示第64号付表第1〕

(イ) メチルジメトンは分解しやすいので、

細心の注意が必要である。

(ロ) 操作が煩雑でむづかしい。

4) ガスクロマト法（FCD-GC法）〔環境庁告示第13号〕

(イ) 産業廃棄物の検定方法に採用されているガスクロマト法は、4成分の同時一括分析が可能で、精度もよく、操作も簡単である。

(7) 全水銀〔環境庁告示第64号付表第2〕

1) 前処理

(イ) 湿式分解処理に逆流冷却器を用いても上部から揮散する恐れがある。

(ロ) 過剰の KMnO_4 を塩酸ヒドロキシルアミンで還元したら、直ちに測定しないと低値を与える。もし、放置するときには過剰の KMnO_4 残存のままにしておくこと。

(ハ) 塩酸ヒドロキシルアミンの添加量は過剰の KMnO_4 分野に必要な最小限にすること。過剰になると水銀の抽出を妨害する。なお、ヒドロキシルアミンを添加するとき泡の取込みがないように静かに振とうかくはんするよう注意しなければならない。

(ニ) 油脂、合成樹脂等を含む場合には、湿式分解及び加熱気化法ともに難点がある。

2) 原子吸光光度法

(イ) JIS法には、A法「直接噴霧法」、B法「還元気化循環法」、C法「加熱気化吸引法」となっているが、環境庁告示法は「還元気化法」となっており、これには密閉循環方式と開放送気方式とがある。この二つの方式は還元気化速度に影響を与える物質が共存しないときは大差ない。「加熱気化吸引法」は装置も複雑となり、固体、油脂の直接加熱を目的とする場合以外は（水の場合には）メリットが少ない。

(ロ) 検出限界はきわめて低いが、再現性に問題がある。

3) その他

(イ) 器具、容器の履歴汚染に十分注意する

必要がある。

(ロ) 0.5ppb を定量するには 試薬のブランケットをもする必要はある。

(ハ) 酸化性、還元性物質を予めチェックできる方法はないものか。

(注) 環境庁告示第64号(昭・49・9・30)の発令と同時に経企庁告示第21号(昭・46)は廃止された。したがって、吸光光度法による全水銀、又はアルキル水銀の定量法は用いられない。

(8) アルキル水銀化合物〔環境庁告示第64号付表第3〕

「ガスクロマト法」と「薄層ガスクロマト(TLC)分離—原子吸光光度法」が適用される。

(イ) 環境庁告示法は J I S にくらべて改良されている点が多い。たとえば、検水からベンゼン層への抽出時に塩酸濃度の変更、L—システイン濃度の変更グルタチオン溶液のL—システインへの変更、TLC展開後の原子吸光法の実施等である。

(ロ) 硫化物が多量に含まれているときは塩酸々性として H₂S の大半を除いたのち塩化銅を加えた方がよい。添加量は十分過剰に加えること。

(ハ) ベンゼン、L—システイン等からもアルキル水銀と同一保持時間のガスクロマトピークが現われることがあるから、要注意である。

(ニ) TLC展開後はすみやかに次の操作を連続して行うことが大切である。(メチル水銀は揮発しやすい。)

(ホ) ベンゼンによる回収率が良くない。

(ヘ) ガスクロマトの検出器が汚染されやすいので、洗浄操作をひんばんに行うことが大切である。

(ト) n—ヘキサン・クロロホルム(1:9)の溶媒では、市販のシリカゲルを使用したとき、TLCの R_F 値が小さく、分離が不十分で時間がかかる。しかし、この溶媒にメタノールを添加すれば、R_F 値は大きくなり、分離が良くなる。n—ヘキサン・アセトン・メタノール(70:

30:5)を使用すれば、展開時間が短くなる。展開距離は10cmでもよい。

(9) 全クロム(T—Cr)〔環境庁告示第64号は J I S K0102 51.1.1を規定〕

1) 原子吸光光度法〔J I S K0102 51.1.1〕

(イ) Feが多量存在すると、「備考3」に従ってもなお精度が悪い。

(ロ) 「KMnO₄ 溶液数滴を加えて加熱し、KMnO₄ の微紅色が消えたならば……微紅色が残るまでこの操作を続ける……」とあるがこの方法がうまくいかない。

(ハ) 「備考3」のほかに、次を追加してはどうか。「試料を硝酸+硫酸で分解後 Cr³⁺ を KMnO₄ で酸化した後 NH₄OH で中和し、Fe 等を沈澱ろ別する。ろ液は濃縮してそのまま分析に供するか、モール氏塩で Cr⁶⁺ を還元後本文操作によって Cr を沈澱させ、吸光光度法、又は原子吸光法で定量する。」

(ニ) 検量線は試料と同様に Fe を加えて作成すべきである。

(ホ) 除鉄法として、クロムを酸化後アルカリ性下にて Fe(OH)₃ として分離する方法がよい。

2) クロムの原子吸光法〔K0102 51.1.2〕

(イ) この方法は「環境庁告示第64号」には採用されていない。(問題が多い)

(ロ) N₂O—アセチレン炎を用いる方が妨害が少なくて良いとされているが、感度的には空気—アセチレン炎と大差はなく、Cr⁶⁺ の分離抽出をうまくやれば N₂O—アセチレン炎を用いる必要はない。分離抽出にゼフィラミンとのイオン会合体を用いる方法〔分析化学, 23, 187 (1974)〕はよいといわれる。

(10) 6価クロム(クロム酸)〔環境庁告示第64号は J I S K0102 51.2.1を規定〕

(イ) 油があると乳化して困る。また、着色試料については適用が困難である。

(ロ) H₂SO₄ (1:1) を使用し、KMnO₄ 酸化後その過剰を NaNO₂ で分析する方

法は、Cr の酸化に問題があるようである。HClO₄・H₃PO₄ を使用し、過剰のKMnO₄ の脱色に NaN₃ を使用する方法が良い。

(11) カドミウム (Cd) 〔環境庁告示第64号は J I S K0102 40.2 を規定〕

1) ジチゾン吸光光度法〔J I S K0102 40.1〕

(イ) この方法は「環境庁告示第64号」には採用されていない。

(ロ) Zn が共存すると (一般に共存することが多い)、これが抽出されて抽出終点の判定がむづかしい。また、Mn が存在するとジチゾンを消費し、沈澱を消費する恐れがある。

(ハ) Ca を多量含有する場合には、Ca も同時に抽出されるため、抽出回数が増大し繁雑となる。

2) 原子吸光光度法〔J I S K0102 40.2〕

(イ) バーナーを全噴霧型にするか予混合型にするかにより多少異なるが、一般的には溶媒が共存していない方が感度は悪いが、妨害の影響が少ない。

(ロ) 前処理法は、妨害物質が多いときはジチゾン抽出法が良い場合もあるが、DDTC, APDC 抽出法の方が汎用性がありたとえば DDTC の場合 Fe, Mn 錯体の安定性を配慮すれば、Cu, Zn, Fe, Mn, Co, Ni 等との一括処理も容易である。

(ハ) Cd の中空陰極管は比較的寿命が短い、定量感度は高い。

(12) ひ素 (As)

1) モリブデン青吸光光度法〔J I S K0102 48.1〕

(イ) リン酸イオンの存在はプラスの誤差を与えるので要注意。

(ロ) 定量感度が悪い。

2) ジエチルジチオカルバミン酸銀吸光光度法〔J I S K0102 48.2〕

(イ) 赤の発色が悪く、定量感度が悪い。

(ロ) Cu, Cr, Ni, Pb 等が多量存在すると、ひ化水素 (AsH₃) の発生を妨害す

るので、あらかじめこれらを共沈で十分除去すること。

(ハ) 使用する Zn 末の品質と粒度に要注意。古い Zn の表面は酸化亜鉛 (ZnO) となっているため使用直前に希塩酸で軽く洗浄する必要がある。

(ニ) AsH₃ をジエチルジチオカルバミン酸 (DDTC) 銀のピリジン溶液に吸収させるとき、ピリジンが揮散して誤差の原因となるから、吸収後ピリジン液量を 5 ml に調整する必要がある。なお、ピリジンの使用は悪臭のため好ましくない、DDTC (0.5 g) - ブルシン (0.1 g) - クロロホルム (200 ml) が良いが、このときは液量の調整に一層要注意。ただし吸光度は低下する。

(ホ) AsH₃ の発生速度が早すぎないように水浴を 25°C に保つこと。

3) その他

(イ) アルゴン-水素炎を用いる原子吸光法 (高感度のメリットがある) が検討されている。

(ロ) Zn カラムを用いる原子吸光法も好ましいといわれる。〔衛生化学, 21, 77 (1975)〕。

(ハ) ひ素の分解処理に使用するガラス器具は硬質ガラスを使用すること。

(13) フェノール類

1) 前処理〔J I S K0102 20・1〕

(イ) 水中のフェノール類は菌により分解されたり、化学反応により変化しやすいので、4時間以内に分析できない場合にはリン酸を加えて pH を 4 とし、硫酸銅 (1 g/l) を加えて 5~10°C の暗所におき、24時間以内に分析すること。

(ロ) 酸化性物質、還元性物質、芳香族アミン類、重金属イオン、油、タール分等は妨害成分であるから、蒸留操作は必須の前処理要件である。

(ハ) 蒸留操作においては、検液のほとんど全量を留出させる必要がある、フラスコを損傷するおそれがあり、十分注意すること。

2) 4-アミノアンチピリン法〔JIS K 0102 20・2〕

- (イ) 4-アミノアンチピリン水溶液及びフェリシアン化カリウム水溶液は、試薬として不安定であるから、保存期間に注意を要する。
- (ロ) アミノアンチピリン色素は pH 9.8～10.2 の間で最高発色し、10.2 以上になると呈色が激減する。pH 10 の調節が大切である。
- (ハ) 発色した色素は時間とともに僅かながらも変化するので、発色から吸光度測定までの時間を一定にすることが大切である。
- (ニ) 0.5ppm 以上のフェノール類を含む検水に対しては、4-アミノアンチピリン直接法(B法)を、0.5ppm 以下の検水に対しては、4-アミノアンチピリン-クロロホルム抽出法(A法)を適用する。前者の定量範囲は 0.05～0.5mg、後者は 0.0025～0.05mg である。

4. 結 言

(1) 水質分析機関相互間のバラツキの原因と対策について

上述のとおり、水質分析における分析機関相互間のバラツキの原因としては、分析担当者、分析方法、試薬、検体、前処理方法等、多種多様の要因があげられる。したがって、PPM オーダーの測定値を論ずる水質のデータに対しては、十分な注意と配慮が必要であり、また、そのデータのバラツキを可及的に減少するための対策が必要である。本報告がそのために少しでも役立つならば幸いである。

(2) 分析機器の自動化について

工場排水の水質基準並びに公共水域の環境基準が制定されたことに伴い、その管理、監視、又は処理プラントの制御等のため、自動分析機器が当然要望される。しかし、水質の分析原理・操作は前述のとおり、きわめて多くの複雑困難な問題を含んでいる。たとえば、測定成分の濃度が突然大きく変動したり、突発的に妨害成分が混入すると分析方法そのものを変更しなければならない場合があり(例、フェノール類)、また特別の前処理が必要となる場合があるが、自動分析装置は直ちにはこれらに対応できない。したがって、千差万別の検水を取扱わねばならない一般の分析機関においては、どうしても手分析によらざるを得ない。しかし、手分析ではまた、個人の能力差や不注意等による不測の誤差がおり得る。急に迅速・精密・正確な完全自動分析装置が開発されることが期待される。

(3) 今後の有害物質の規制と分析法の確立について

今後新しく有害物質として規制されるものとしては、PCB(ポリ塩素化ビフェニール)とベンツピレンなどが予想されるが、これらの分析法についてはいずれもきわめてむづかしい問題点があるようである。また、赤潮の原因の1つと目されている窒素及びリン化合物についても、その形態と濃度に応じた分析法の研究が必要である。このような、分析方法に関する問題点が解明され、正しい分析法が早急に確立されるよう希望する次第である。

(昭・51・1・30 福岡市における、日本機械学会 第425回講習会「環境管理のための計測技術」において講義)