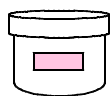


# 全りんの分析

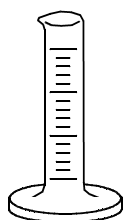
りんは地中に広く存在する元素で、河川や湖沼などの水中のなかにも含まれている。水中のりんが増加するのは、し尿や肥料などに多量に含まれているため、生活排水、工場排水、農業排水などの流入による場合が多い。りんは生物の増殖機能に必須の元素であるが、水中のりんや窒素などの栄養塩が多くなり過ぎると、藻類の異常繁殖などの様々な富栄養化現象を引き起こす。

水中に存在するりんの形態はさまざまであるため、個々のりん化合物を測るのではなく、全りんとして水中のりん酸化合物の総量を測る。工場等の排水基準や湖沼・海域の環境基準に用いられる公定法には、ペルオキシ二硫酸カリウム分解、硝酸 - 過塩素酸分解及び硝酸 - 硫酸分解によって試料中の有機物などを分解し、この溶液のりん酸を測定して全りん濃度を求めるものがあるが、実習室では比較的容易なペルオキシ二硫酸カリウム分解法を用いる（工場排水試験法 JIS K 0102 46.3.1）。分解後のりん酸イオンは、モリブデン青（アスコルビン酸還元）法で求める（工場排水試験法 JIS K 0102 46.1.1）。この方法は、りん酸イオンとモリブデン酸塩とのヘテロポリ酸錯体のりんモリブデン酸を、還元剤のアスコルビン酸で還元して生じるモリブデン青の吸光度を測定して求められる。

## 【用意する器具・薬品】



100mLテフロンジャー



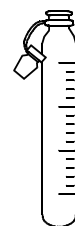
メスシリンダー



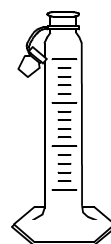
メスピペット



ホールピペット



30mL共栓試験管



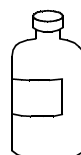
共栓メスシリンダー



ペルオキシ二硫酸カリウム  
（窒素・りん測定用）



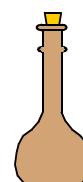
L(+)-アスコルビン酸



モリブデン酸アンモニウム溶液



劇物



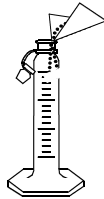
りん標準原液(50mgP/L)

# 【全りん分析操作フローチャート】 〔試薬の調製〕

## A ペルオキシ二硫酸カリウム溶液 (使用時に調製)



ペルオキシ二硫酸カリウム  
(窒素・りん測定用)



ペルオキシ二硫酸カリウム (窒素・りん測定用) 4g を共栓メスシリンダーに入れ、蒸留水を加えて 100mL にする

振り混ぜて溶かす

## B アスコルビン酸溶液 (使用時に調製)

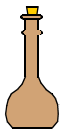


L(+)-アスコルビン酸

L(+)-アスコルビン酸 0.72g を共栓メスシリンダーに入れ、蒸留水を加えて 10mL にする

振り混ぜて溶かす

## C りん標準液 (0.005mgP/mL) (使用時に調製)



りん標準原液 (50mgP/L)

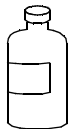
りん標準原液 (50mgP/L) 10mL を全量フラスコ 100mL にとり、蒸留水を加えて 100mL にする

混合する

## D 発色試薬 (使用時に調製)



劇物



モリブデン酸アンモニウム溶液



アスコルビン酸溶液 10mL の入っている共栓メスシリンダーに、モリブデン酸アンモニウム溶液 50mL を加える

混合する

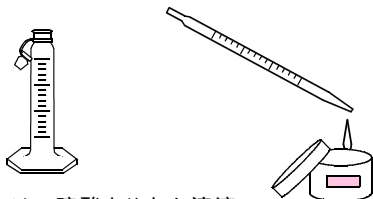
## 〔分析操作手順〕

### 1 試料とブランクの採取



テフロンジャーに試料を 50mL 採取する  
ブランクは蒸留水を 50mL 採取する

### 2 ペルオキシ二硫酸カリウム溶液を入れる



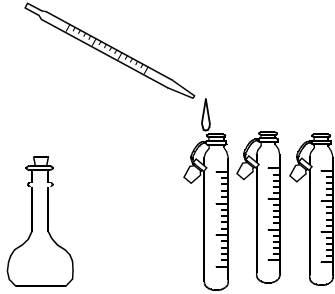
ペルオキシ二硫酸カリウム溶液

ペルオキシ二硫酸カリウム溶液を 10mL 入れる  
ふたをして混合する

### 3 加熱分解

オートクレーブに入れ、120℃で30分間加熱分解をする

### 4 標準液の採取（加熱分解をしている間に行う）



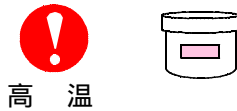
りん標準液(0.005mgP/mL)

りん標準液(0.005mgP/mL)1～5mLを30mL共栓試験管に採取する

蒸留水を加えて25mLにする

標準液のブランクとして、蒸留水を25mL採取する

### 5 放冷



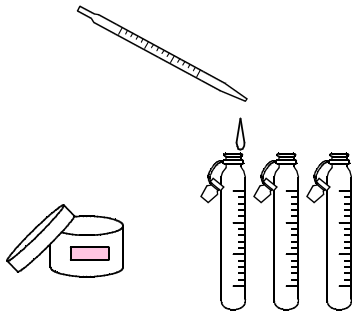
高温

オートクレーブから取り出し放冷する

オートクレーブの圧力が下がっていることを確認してから取り出す

### 6 上澄み液の分取

上澄み液25mLを30mL共栓試験管に分取する



### 7 発色試薬を入れる

試料と標準液の入った共栓試験管に発色試薬を2mL入れる

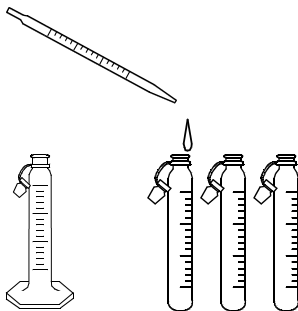
栓をして混合する

20～40℃（室温）で15分間放置する



劇物

発色試薬



### 8 吸光度の測定

分光光度計で波長880nmの吸光度を測定する

### 9 計算

検量線から求めた分取試料中の全りん量  $a$ （ブランクの値で補正）から、次の式で全りん濃度を求める

$$P(\text{mgP/L}) = a \times 60/25 \times 1000/50$$

定量下限値 0.05mg/L

## 1 全りん分析操作における注意事項

ペルオキシ二硫酸カリウムは、必ず窒素・りん測定用を用いる。  
モリブデン酸アンモニウム溶液には、劇物の硫酸が入っているので、取り扱いには注意する。

オートクレーブによる加熱分解は、高温になるのでその取り扱いには十分注意する。

オートクレーブからの取り出しは、圧力が下がっていることを確認してから行う。

臭化物イオンの多い海水の場合は、臭素が生成してモリブデン青の発色を妨害することがあるので、加熱分解の放冷後に亜硫酸水素ナトリウム溶液（50g/L）1mLを加える。

試料中のりん濃度が低い場合（テフロンジャ-にとった試料中のりん濃度が 0.1mg/L 未満）には、吸光度の測定に光路長 50mm の吸収セルを用いる。

## 2 全りんの環境基準

全りんの環境基準は、湖沼及び海域に設定されているが（詳しくは、資料集を参照）、河川には設定されていない。また、水域類型の指定は、湖沼及び海域とも植物プランクトンの著しい増殖を生ずるおそれのある湖沼（海域）について行うものとしている。全りんの環境基準は類型別に定められており、湖沼では、0.005mg/L 以下から 0.1mg/L 以下、海域では 0.02mg/L 以下から 0.09mg/L 以下となっている。県内では全りんの水域類型は、海域の東京湾が指定されているが、湖沼は指定されていない。ただし、相模湖、津久井湖、芦ノ湖及び丹沢湖の湖沼には、全りんの排水基準がある。

## 3 富栄養化

富栄養化とは、閉鎖性水域においてりんや窒素などの栄養塩類の濃度が増加することで、この結果、アオコや赤潮などの富栄養化現象が現れる。本来、富栄養化とはりんや窒素などの栄養塩類が少なく、生物生産の低い貧栄養湖が、自然に栄養塩類が多くなってゆく現象を示していた。しかし、近年、閉鎖性の湖沼、海域などでは、周辺域への人口や産業の集中に伴い、富栄養化は人為的な汚染として扱われるようになった。富栄養化は栄養塩類濃度の増加だけでなく、それに伴って藻類などが異常繁殖し、水域内の有機物が増加する。この藻類などによって増加した有機物を内部生産という。水域内の有機物は、流入する有機物とこの新たに水域内部で生じた有機物の合計で表される。そこで、湖沼や海域における COD の環境基準を達成するためには、内部生産によって生じた新たな有機物質も削減するため、COD などの排水規制だけでなく、りんや窒素の排水規制が必要となった。