

連続流れ分析法による土壌中の全シアン及びチオシアン酸イオンの同時分析装置



環境技術評価研究所 野々村誠

■ 土壌中の全シアン含有量の測定

一般に、土壌中の全シアン含有量の測定は底質調査法¹⁾で定められており、土壌の一定量を直接蒸留フラスコに入れ、JISK0102²⁾に準拠してアミド硫酸アンモニウム、リン酸、エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム (EDTA) を添加し、全シアンの蒸留を行う方法である。

また、環境庁告示第18号は土壌の溶出試験を行った後、上記と同様に JISK0102 の全シアンを測定し、第19号は、土壌の含有量試験であるが、遊離シアンを測定する方法である。シアン化合物による汚染状況の把握、汚染土壌の浄化においては、土壌中に含まれる全シアン濃度を正確に測定することが必要である^{3,4)}。

しかし、模擬土壌にフェロシアンを添加して底質調査法で全シアンの回収率を調べた結果、回収率は50%未満と低く、また、データーもばらつき、土壌中の全シアンを正確に測定することができなかった⁵⁾。そこで、Standard Method (SM法)、International Organization for Standardization (ISO法) 及び JISK0102 で全シアンの分離に用いられている試薬について検討した結果、塩化第二銅と塩化第一スズを使用する蒸留法 (NSOF法) が有効であることを報告した⁵⁾。本蒸留法は、模擬試料に添加したフェロシアン、フェリシアン、プルシアンブルー、シアン化銅及びシアン化カリウムから全シアンを90%以上回収可能で、実汚染土壌からの全シアンの回収率も90%以上であった。

■ NSOF法の連続流れ分析 (CFA) 法への適用

NSOF法は、底質調査法¹⁾では回収困難な鉄シアン錯体やプルシアンブルーなどの難分解性の金属シアン錯体中の全シアンを定量することが可能であったが、蒸留と測定に1検体当たり3時間程度を要し、土壌調査のモニタリング等で大量に発生する検体を分析するには、時間がかかり過ぎるという課題があった。そこで、土壌中の全シアンを蒸留分離し、自動測定して、多試料を短時間で測定するために NSOF法を CFA法に適用し、土壌試料も測定可能な連続流れ分析 (CFA) 装置の開発を行った⁶⁾。

CFA装置は、土壌中のシアン化合物をアルカリ溶液に超音波抽出する工程と全シアン及びチオシアン酸イオンを分析する工程で構成される。抽出条件は、土壌試料1.0gを採取し、0.05 mol/L水酸化ナトリウム溶液50 mLを用いて、超音波で80秒間抽出すると、全シアンは86%以上回収された。蒸留試薬は既報⁵⁾の NSOF法に準拠し、145°Cで連続的

に蒸留した。NSOF法をCFA法に適用すると全シアンと共にチオシアン酸イオンも蒸留で回収され、4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン吸光光度法でシアン化物イオンと同様に発色することが明らかになった。そこで、全シアンは4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン吸光光度法、チオシアン酸イオンは、チオシアン酸第二鉄吸光光度法で測定し、全シアンとして得られた含有量よりチオシアン酸イオンによる寄与分を差し引いて、土壌中の全シアン含有量を求めた。本法で、土壌中の全シアンとチオシアン酸イオンを同時分析することができる。なお、シアン汚染土壌には、シアン化合物だけでなくチオシアン酸塩も含まれることがあるので、この両者を測定することは、土壌汚染の状況を把握する上で重要である。

■ 本装置の特徴

- ①本装置法は、土壌中の鉄シアン錯体やプルシアンブルーなどの難分解性の金属シアン錯体をアルカリ溶液に超音波抽出した後、全シアン及びチオシアン酸イオンを同時分析することができる。
- ②本装置法では、難分解性の金属シアン錯体からも89~102%の全シアンが回収された。また、チオシアン酸イオンについても100%回収された。
- ③本装置は、1時間で20検体を連続して自動的に測定することができ、多試料を迅速かつ簡便に測定することが可能であり、土壌汚染のモニタリング、シアン化合物の分析に貢献すると考える。

(謝辞)

NSOF法は、土壌中の全シアンの蒸留分離方法を開発した新日鉄エンジニアリング(株)(当時)、大阪ガス(株)及び(株)不動テトラの頭文字の略称である。また、本装置は、新日鉄住金エンジニアリング(株)、大阪ガス(株)及び(株)不動テトラとビーエルテック(株)が共同で開発を行った。野口和宏氏を始め関係者各位のご協力に感謝いたします。

文献

- 1) 環境庁水質保全局水質管理課編：底質調査法とその解説(改定版)，p.114(1996)，(丸善)。
- 2) JISK0102：工場排水試験方法，p.125(2008)，日本規格協会。
- 3) 野々村誠：分析化学(Bunseki Kagaku)，58(2)，57(2009)。
- 4) 野々村誠：土壌分析技術セミナーテキスト，p.81(2010)，(日本分析化学会)。
- 5) 野口和宏，福永和久，山下信彦，萩野芳章，野々村誠：分析化学(Bunseki Kagaku)，61，31(2012)。
- 6) 野口和宏，福永和久，今安英一郎，埜村朋之，山下信彦，萩野芳章，野々村誠，細見正明：分析化学(Bunseki Kagaku)，61，1079(2012)。



水中の有機物分析装置 Pe-COD

操作・機能

Pe-COD は煩雑な前処理を行わず、水中に含まれる有機物を 5～10 分で測定することができます。また、一様な性状である水質であれば、COD や BOD と非常に高い相関性があるため、COD や BOD に変わる排水中の有機物測定指標として期待されています。

PeCOD 測定に用いられるコアテクノロジーはナノ微粒子の TiO₂ (酸化チタン) センサーにあります。酸化チタンは、380nm 付近の紫外線を吸収すると光触媒反応が起こり、周りにある空気から活性酸素が発生し酸化分解力を発揮します。この酸化分解力が有機物を二酸化炭素と水に分解し、酸化に起因し発生した電荷を検出して Pe-COD として算出します。

酸化分解して得られた結果を換算するキャリブレーションソフトにも特徴があり、算出された結果は COD や BOD と非常に高い相関性があります。

廃水処理施設の工程管理から BOD の希釈率決定のための指標まで、Pe-COD はあらゆるフィールドで実力を発揮します。



Pe-COD

理論的酸素要求量 ThOD

物質の燃焼式より算出した、分子量比から化学物質が分解されるために必要になる酸素の量。

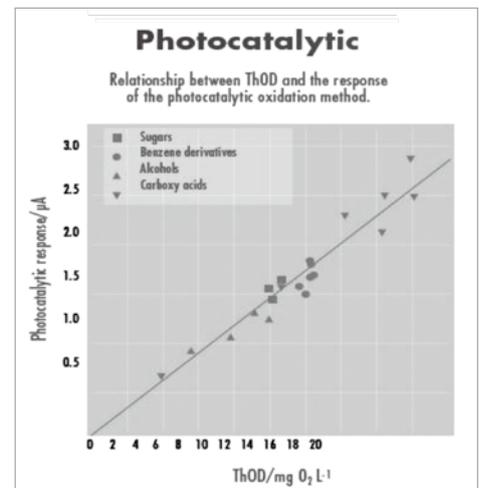
糖質、ベンゼン誘導体、アルコールやカルボン酸等、化合物の種類を問わず物質の理論的酸素要求量と測定結果とは、非常に高い相関性を有します。

特徴

- 分析方法は濃度既知の有機物で簡単なキャリブレーションを行った後、試料を吸引させるだけです。
- COD や BOD のような煩雑な前処理操作は必要なく、オペレーターを選ぶことなく簡便、迅速に同様の結果が算出されます。
- 光触媒酸化チタンの酸化力は燃焼酸化と同様の酸化力を有しますが、燃焼や助燃のためのガスは必要なく、酸化に伴う温度上昇もないため、安全に分析を行うことができます。
- メンテナンスレス構造となっており、通常のメンテナンスはラインの洗浄だけで結構です。酸化チタンの交換も、カートリッジの交換でだれでも簡単・安全に行うことができます。
- 本体重量は 12kg と計量でバッテリーが内蔵された設計となっており、現場でのオンサイト分析が可能です。
- ハウジングを利用することにより、現場設置型のリアルタイムモニターとして使用できます。

仕様

項目	詳細
酸化方式	光触媒酸化チタン酸化方式
測定項目	TC として測定して、COD 値に換算
測定波長	380nm 付近
測定レンジ	< 20mg/L、< 150mg/L、< 1,500mg/L、< 15,000mg/L
分析時間	1 試料あたり 5～10 分
試料採取量	約 5mL
消費電力	150W
本体重量	4.3kg
大きさ	220W × 350D × 250H(mm)



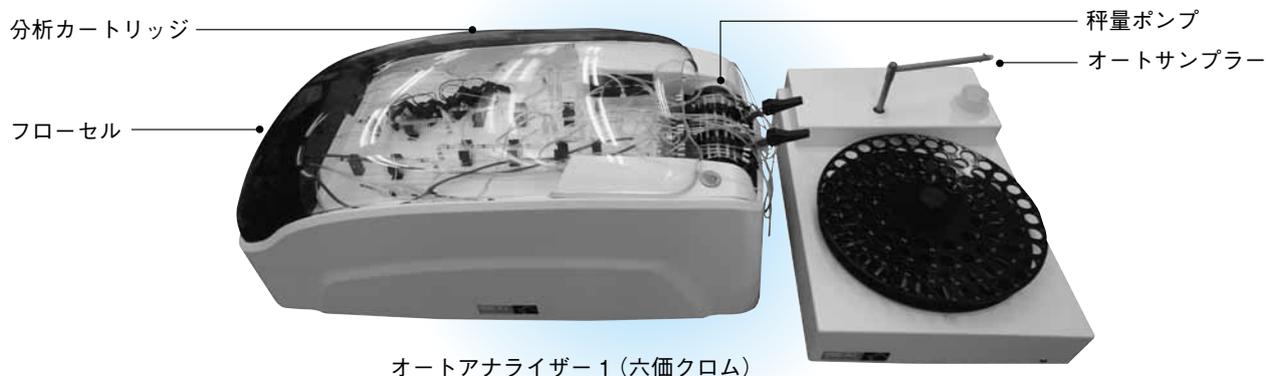
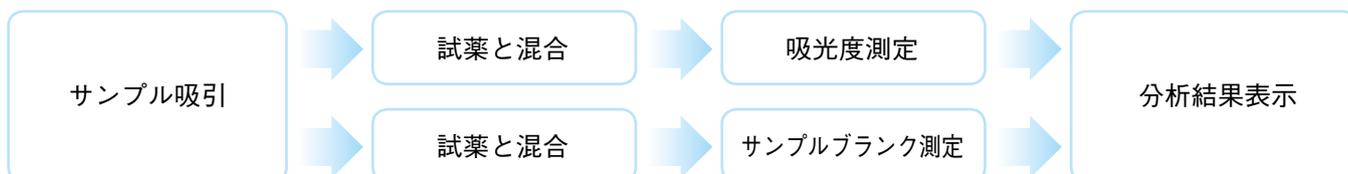
ご紹介

六価クロム専用自動分析装置 オートアナライザー六価クロム

NEW

機能

オートアナライザー1(六価クロム)は、サンプル、ブランク測定を同時に行います。



特徴

- サンプルブランクを測定する事により公定法 (JIS K0102 65.2.1) に準拠。
- 専用ソフトによりサンプルブランクの影響を自動で計算。
- 1 時間に約 30 ~ 40 サンプルを測定可能。
- 89 本掛けのオートサンプラーを標準装備。
- サンプル、試薬、廃液が非常に少量。
- 分析途中で検量線を作成し、結果を表示。
- サンプラーと本体の設置スペースは、横幅約 90cm と非常にコンパクト。
- 気泡分節型連続流れ方式 (CFA) を原理とした高精度、高感度分析。



機器標準仕様

項目	詳細
対象サンプル	工場排水、環境水、河川水、土壌溶出液、土壌含有液、RoHS など
対象サンプル	気泡分節型連続流れ方式によるジフェニルカルバジド吸光光度法 (JIS K0102 の 65.2.1 に準拠)
サンプル量	約 0.5ml
測定範囲例	0.005 ~ 1 mg / l
処理速度	30 ~ 40 サンプル / 時間

機器標準構成

	幅 (mm)	奥行 (mm)	高さ (mm)	重量 (kg)	電源
オートサンプラー (89 本掛け)	270	390	190	6	100V (50/60Hz)
分析コンソール	610	295	290	13	100V (50/60Hz)



オートアナライザー ワンポイントアドバイス

蒸留項目測定オートアナライザーご使用上の注意点

蒸留項目分析時における注意点

- ①冷却水が循環しジャケットコイルが冷却されていることを確認。
- ②2～3か月に1度程度は蒸留加熱槽を開けて蒸留コイルの状態を確認。
汚れが付くと**結晶状の汚れ**がコイル内部についてきます。



冷却水が循環しておらずジャケットコイルが冷却されていなかった場合

- 冷却水を送りこんでいるポンプのポンプチューブを交換
- ジャケットコイル内にシリンジで次亜塩素酸を注入し押し引きして、ジャケットコイル内の汚れを取り除く。

蒸留コイル内に汚れがある場合

- 蒸留コイルの交換を行ってください。交換はお客様で行うことが可能です。
お取り換えするときに弊社にご連絡いただければ交換方法をご指示させていただきます。



新年あいさつ

本年も、これまで以上のご愛顧を賜りますよう宜しくお願い申し上げます。

昨年以來、ヨーロッパの財政、経済危機及び日本と近隣諸国との対立など日本をとりまく環境は政治的にも経済的にも厳しいものがあります。

弊社は一地域に偏らない国際的なビジネスネットワークにより、それらの危機を乗り越える工夫をし、お客様に迷惑がかからないように努力しております。

また昨年はオートアナライザーシンポジウムも再開し、毎年実施しております環境分野での技能試験も順調に進めることができました。

一昨年公示されました『JIS K 0170 流れ分析法』も広く認知され、さらに広範な公定法への発展が期

待されております。本年度は、機能を飛躍的に発展させたオートアナライザーシリーズおよびオンライン分析装置を発表する予定であります。

弊社の分析機は環境分野のみならず、農業、食品分野でも重要な役割を担っており、それらの機器は代換が難しいとも聞いております。製品開発、社会的貢献は弊社の義務として考えており、オートメーションラボラトリーシステムなどの投入を通じ、皆さま方のご研究や事業にお役立て頂けるよう邁進してゆく所存でございます。

2013年元旦

ビーエルテック株式会社

代表取締役社長 川本 和信



ビーエルテック九州支社 移転のお知らせ

昨年10月に九州支社が下記の住所に移転致しました。
今後とも、なお一層の御愛顧を宜しくお願い致します。

ビーエルテック株式会社 広報部

販売代理店

発行 | **ビーエルテック株式会社**
www.bl-tec.co.jp

本 社 〒550-0002 大阪市西区江戸堀1-25-7 江戸堀ヤタニビル2F
TEL(06)6445-2332(代) FAX(06)6445-2437

東京本社 〒103-0011 東京都中央区日本橋大伝馬町14-15 マツモトビル4F
TEL(03)5847-0252(代) FAX(03)5847-0255

九州支社 〒811-3311 福津市宮司浜1-16-10 サンガーデン宮司A棟101
TEL(0940)52-7770 ※FAXは本社へ