

## 吸光光度法による水溶液中の全リンの測定 - 水質の富栄養化の指標を見る -

Measurement of total phosphorus in water solution by absorption spectrophotometry.

リンは、肥料、農薬、染料、加工食品、アルカリ性洗剤など様々なものに広く含まれ、生活を豊かなものにしてきています。反面、生活排水、工場排水、農業排水などから河川に流れ出し、水質汚染の原因の一つとなっていることもよく知られています。とくに、リンは窒素とともに、湖のプランクトンの生長を左右する要因であ

り富栄養化の目安ともなっており、その濃度を測定することは、水質管理において重要なものと言えます。

水質中の全リンの濃度を測定するには、従来より吸光光度法がよく用いられてきました。今回、当社の紫外可視分光光度計UV-2550を使用しどの程度の濃度範囲で定量が可能かを調べましたのでご報告致します。

M.Sugioka

### 測定の流れ

Flow in measurement

全リン測定の概略的な手順を述べます。

検量線を作成するために、まずリン標準液を用意します。それに、モリブデン酸アンモニウム溶液を加え、青色に発色させて880nmの吸光度を測定してその値から検量線を作成します。今回、リン標準液（P：1000mg/L， $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ）は、試薬メーカーから購入しました。

未知サンプルの前処理では、上の他に高圧蒸気滅菌器を使用して、高温高圧下で分解する前処理が入りますが、これは溶液に含まれるリン元素（P）を含む物質を分解し、最終的に全てリン酸イオンの形にする工程に当たります（検量線作成用リン標準液に関しては、この工程は不要です）。

なお“全リン”とは水溶液中の化合物に含まれているリン（P）の総量を表し、リン酸イオンの形で測定して、そのリン量で表します。

上で述べた手順は概略的なものであり、その他様々な操作が加わります。詳しくはJIS K 0102「工場排水試験

方法」をご参照ください。JISを元にした操作手順をFig.1に示しました。

注意：リンの測定には、全リンの他にリン酸イオン（ $\text{PO}_4^{3-}$ ）のみを測定する場合がありますが、その場合は、高温高圧下で分解する工程が省かれます。

#### 標準試料作成でのフローチャート

（今回の実例，10mmセル使用の場合）

- (1) リン標準液（P：5  $\mu\text{g/mL}$ ）を0mL，1mL，2.5mL，5mL，10mL，20mLをフラスコ100mLにとる。水を加えて100mLにする。
- (2) すなわち、次の濃度の溶液を作る。  
0  $\mu\text{g/mL}$ ，0.05  $\mu\text{g/mL}$ ，0.125  $\mu\text{g/mL}$ ，0.25  $\mu\text{g/mL}$ ，0.5  $\mu\text{g/mL}$ ，1  $\mu\text{g/mL}$
- (3) (2) のそれぞれの25mLをとり、モリブデン酸アンモニウム-アスコルビン酸混合溶液2mLを加えて、振り混ぜ約15分間放置する。
- (4) 溶液の一部を吸収セルに移し、0  $\mu\text{g/mL}$ のブランク溶液でゼロをとり、標準液の880nm付近の吸光度を測る。
- (5) その吸光度を元にして、検量線を作成する。

Fig.1 標準液作成におけるフローチャート  
Flow chart in standard sample.

#### 未知試料測定におけるフローチャート(10mmセル使用の場合)

- (1) まず次の溶液を準備する。
    - ・ペルオキシ二硫酸カリウム（40g/L）
    - ・モリブデン酸アンモニウム-アスコルビン酸混合溶液
  - (2) 未知試料50mLを分解瓶にとる。
  - (3) ペルオキシ二硫酸カリウム溶液（40g/L）10mLを加え、密栓して混合する。
  - (4) 高圧蒸気滅菌器に入れて加熱し、約120℃に達してから30分間加熱分解する。
  - (5) 分解瓶を取り出し、放冷後、上澄み液25mLを共栓付試験管に分取する。
  - (6) モリブデン酸アンモニウム-アスコルビン酸混合溶液2mLを加えて振り混ぜた後、20～40℃で約15分間放置する。
  - (7) 溶液の一部を吸収セルに移し、波長880nm付近の吸光度を測定する。
  - (8) 空試験として水25mLをとり、(6)と(7)を行って吸光度を測定し、試料について得た吸光度を補正する（すなわち、引き算をする）。
  - (9) 検量線から求めた濃度値に6/5を掛けた値（(3)での補正）を求める濃度値とする。
- 注意：JIS K 0102「工場排水試験方法」にはさらに詳細な内容と多くの注意事項が記載されています。実際に測定される際は必ずJISを参照してください（Fig.1も同様）。

Fig.2 未知試料測定におけるフローチャート  
Flow chat in unknown sample.

## 定量範囲を求める

Finding range to be able to measure correct concentration.

リン標準液で検量線を作成することにより (Fig.1参照), UV-2550で測定した場合の定量可能な濃度範囲を求めました。測定条件のスリット幅は5nmに設定し、またセルは10mm角セルを使用しました。また今回は未知試料は測定していません。

標準試料のスペクトル曲線をFig.3に示します。今回は、880nm地点の吸光度値で検量線を作成しました (Fig.4)。検量線の相関係数 $r^2$ は0.99959と良好な値となりました。また標準試料の濃度と吸光度値の関係は、Table.1の通り

です。

検量線の結果から定量可能な濃度範囲を見積もりますと、約0.05  $\mu\text{g}/\text{mL}$  ~ 3  $\mu\text{g}/\text{mL}$ となりました。今回は、10mm角セルを使用しましたが、50mm角セルを使用すれば5倍感度が上がるため定量範囲は約0.01  $\mu\text{g}/\text{mL}$  ~ 0.6  $\mu\text{g}/\text{mL}$ となります。

注意：求めた定量範囲は理想的な標準的溶液で出しましたので、他成分等含まれている未知試料については今回の範囲より若干狭まることも考えられます。

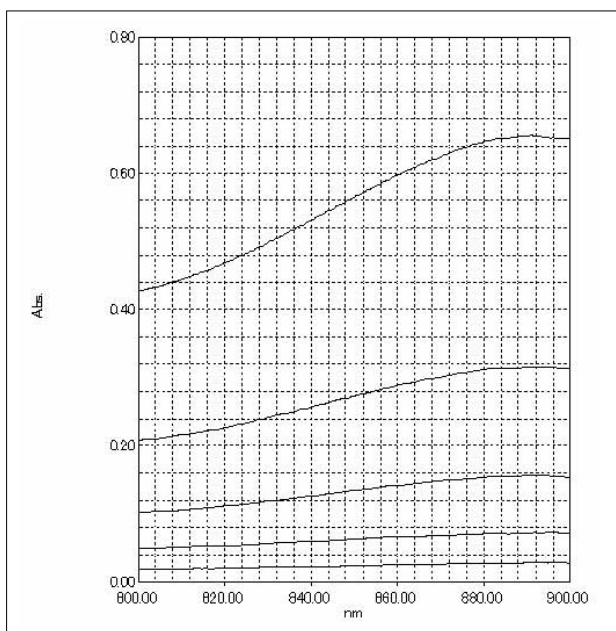


Fig.3 スペクトル曲線  
Spectra curve.

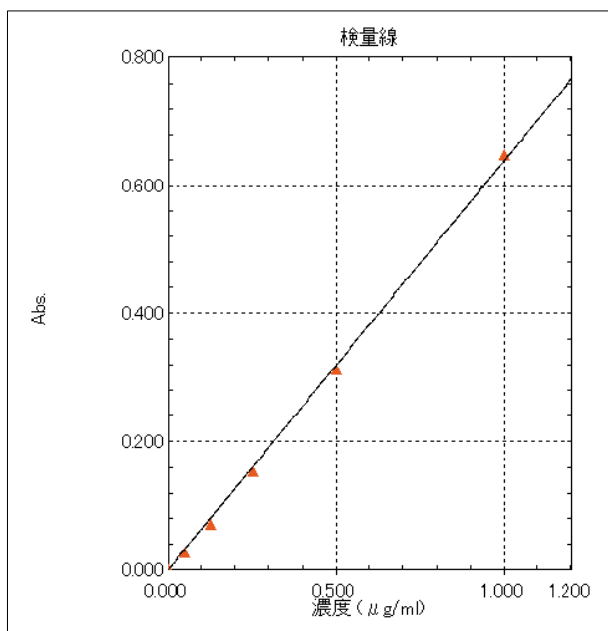


Fig.4 検量線  
Calibration curve

Table 1 標準試料の濃度と吸光度値  
Concentration and Absorbance in standard samples.

STD sample	Conc. ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	Abs. (880.0nm)
1	0.000	0.000
2	0.050	0.027
3	0.125	0.070
4	0.250	0.152
5	0.500	0.312
6	1.000	0.646