

蛍光光度計並びに紫外部分光光度計を用いた 有機炭素の測定方法の検討

水質管理課 ○ 山田 武

1. はじめに

有機汚濁物質の測定方法には、BOD、COD、TOC があるが、いずれも測定に手間や時間がかかる。これに対して蛍光光度法や紫外部分光光度法は、測定操作が簡便であり、かつ低濃度における測定精度がよいとされている。そこでこれらの方法について測定精度を検討し、実試料での測定を行なったので、その結果を報告する。

2. 測定方法

(1) 分析機器の仕様と分析方法

TOC 計 : 燃焼-非分散形赤外線ガス分析法=燃焼温度: 680℃ (酸化触媒)・フルスケール 50 ppm、定量限界値=0.5ppm

紫外線分光光度計: ツェルニター・ナマウント・ダブルビーム方式・セル 10mm 石英製・測定波長範囲: 200~900nm

蛍光分光光度計: 単色光モニタ演算方式・セル 10mm(5 面体透明石英製)・測定波長範囲: 220nm~730nm

BOD: DO 電極法 ・ COD: 酸性 100℃ 過マンガン酸カリ法

(2) 測定方法

1) 蛍光分光光度法による測定手順

① 試料をメンブレンフィルター (0.45μm) にてろ過する。メンブレンフィルターは、使用前によく純水 (温水) で洗浄を行う。また、セルについてもよく洗浄する。

② ろ液をセルに移し蛍光光度計にて測定する。蛍光波長: 425nm・励起波長: 345nm。ブランクは、TOC 濃度が低い超純水を使用する。

2) 紫外部分光光度法による測定手順

① 紫外部波長: 254nm の場合は、試料をメンブレンフィルター (0.45μm) にてろ過する。ろ液をセルに移し測定する。

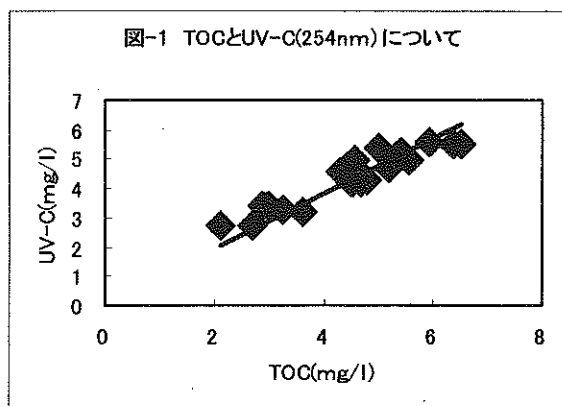
② 紫外部波長: 254, 257, 258, 259, 260nm 及び濁質補正波長: 可視部 500nm

3. 結果と考察

(1) 各有機汚濁物質の測定方法について

① TOC と UV-C (254nm) の相関について。

TOC・UV-C (254nm) とともにろ過試料を用いた。紫外部分光光度計でのフタル酸カリウム検量線 (UV 254nm) の回帰式は、 $y = 0.0165x - 0.0008$ 、相関係



数：0.9998であった。これに基づき実試料についてTOCとの相関を求めたのが図-1である。回帰式は、 $y=0.9493x$ ，相関係数：0.8081であった。両者の間に高い相関がえられたので有機汚濁物質の測定としてUV-C(254nm)は、使用可能である。

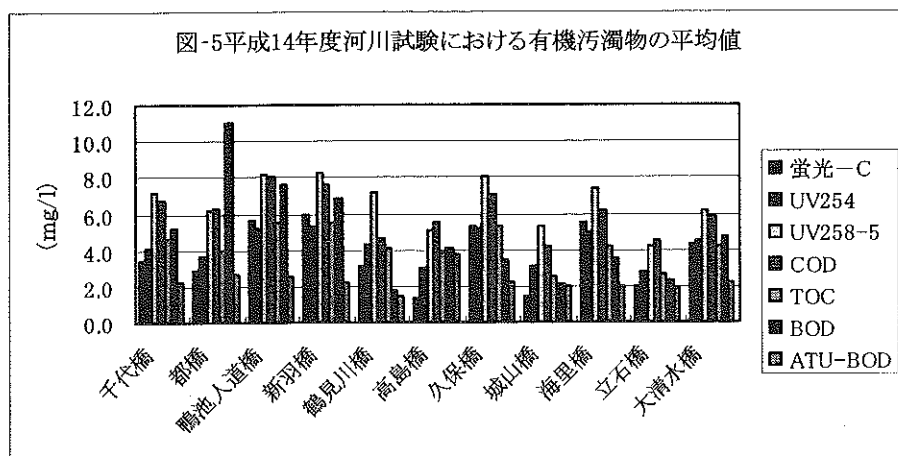
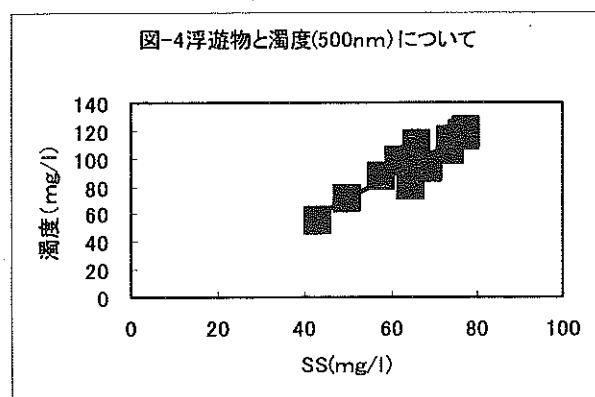
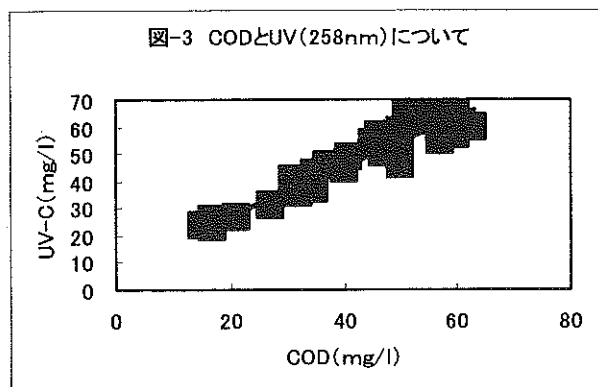
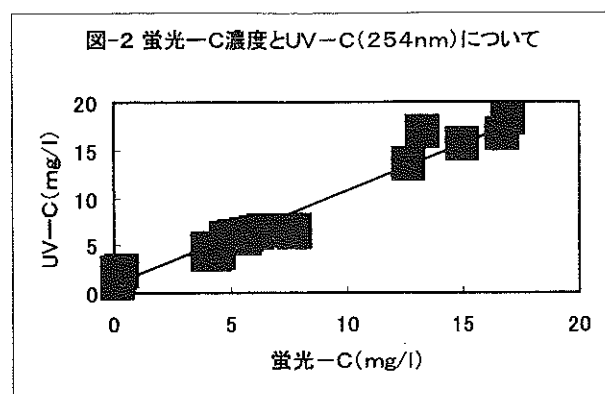
②UV-C(254nm)と蛍光-Cの相関について。蛍光光度計でのフルボ酸検量線の回帰式は、 $y=71.081x$ ，相関係数：1であった。これに基づき実試料についてUV-C(254nm)との相関を求めたのが図-2である。回帰式は、 $y=0.9804x+1.0055$ ，相関係数：0.9552であった。両者の間に高い相関がえられたので蛍光-Cについても有機汚濁物質の測定として使用可能である。

③CODとUV-C(258nm-500nm)の相関について。無ろ過試料を254nmから260nmの間で実試料用を測定した結果COD値に近い値であった258nm，濁質補正を可視部500nmにて行った。紫外部分光光度計でのフタル酸水素カリウム検量線(UV258nm-500nm)の回帰式は、 $y=0.0116x-0.0014$ ，相関係数：0.9999であった。これに基づき実試料についてCODとの相関を求めたのが図-3である。回帰式は、 $y=0.9001x+9.68$ ，相関係数：0.8993であった。両者の間に高い相関が得られたので、無ろ過試料の有機汚濁物質の測定にUV-Cは使用可能である。また、COD総量規制でのUV254nm，濁質補正540nmを用いているが、今回用いた258nm，濁質補正500nmではさらに精度よく使用できた。

④浮遊物(SS)と濁度(500nm)について。上記

UV-C(258nm-500nm)で濁質補正500nmとして使用しているものを用いて可視部分光光度計で測定するとカオリン標準液検量線の回帰式は、 $y=0.0030x+0.0015$ ，相関係数：0.9999であったので、浮遊物と相関があった、これに基づき実試料について浮遊物との相関を求めたのが図-4である。

回帰式は、 $y=1.6517x-12.186$ ，相関係数：0.8591であった。両者の間に高い相関が得られた



ので濁度(500nm)は SS の測定として使用可能である。

(3) 河川の測定結果について

図・5 に河川試験における有機汚濁物について示す。都橋での BOD 値が高い値になっているのは、硝化の BOD によるものである。鶴見川橋については、BOD 値が低い値になっているがこれは、海水の影響を受けているものである。高島橋については、蛍光-C が低い値になっているこれは、フルボ酸領域に発光強度が得られていないためであると考えられる。

(4) 降雨時の有機汚濁について

図・6 に降雨時における最初沈澱池流出水の有機汚濁物質経時変化について示す。3 項目共に近い値になっている。概ね良い結果であったので降雨時における未処理放流水の有機汚濁物質の測定を迅速に多くの検体についてこなすことが可能である。

図・7 に降雨時の汚濁負荷量と雨量について示す。降雨の初期に負荷量が高くなり 3 時間後から徐々に低下している。降雨量：16.5mm・BOD 負荷量：144kg/h・COD 負荷量：115kg/h・UV-C 負荷量：121kg/h であった。

4. まとめ

- ① 蛍光光度法や紫外部分光光度法での有機炭素の簡易測定を迅速に行うことが可能である。
- ② 可視部分光光度法での濁度(500nm)簡易測定を迅速に行なうことが出来る。
- ③ 蛍光光度法や紫外部分光光度法での低濃度有機炭素測定も迅速に行うことが出来る。
- ④ 合流式下水道からの降雨時における未処理放流水の有機汚濁測定を迅速に行なうことが可能である。また、浮遊物についても濁度測定にて行なうことも出来る。
- ⑤ 河川等の環境試料についても簡易的に使用することも可能である。

【参考文献】① 蛍光分析法による水道水の評価：海賀信好他、水環境学会誌、Vol22No1 (1999)

② 浄水処理工程における蛍光分析法の適用：海賀信好他、水処理技術 Vol.42, No.4(2001)

③ 蛍光光度計を用いた下水中の溶解性有機物質の測定方法 第 39 回下水道研究発表会講演集

問合せ先：〒231-0803 横浜市中区本牧十二天 1-1 横浜下水道局管理部水質管理課

TEL 045-621-4343 山田 武

図-6 降雨時における最初沈澱池流出水の有機汚濁物質経時変化

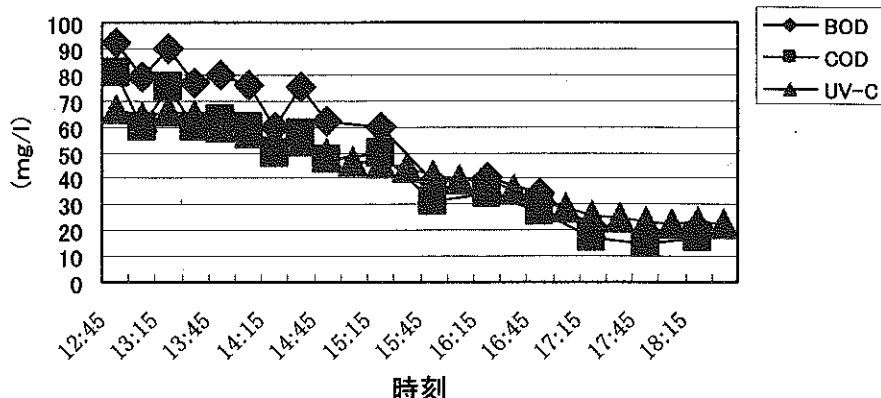


図-7 降雨時における有機汚濁負荷量の変化について

