

F I A個別J I S規格化に適合するセリウム(Ⅳ)使用C O D測定法の提案

徳島大学総合科学部 伊 永 隆 史

化学的酸素消費量(C O D)は、日本では酸性過マンガン酸カリウム加熱法、欧米等では二クロム酸カリウム還元法が公定法として採用され、長年にわたる使用実績やデータの蓄積がある。しかし、酸化試薬として用いるマンガン、クロムは公害性重金属であり、その測定廃液は産業廃棄物として適切な処理が必要とされる。提案者はセリウム(Ⅳ)のもつ強力な酸化還元電位に注目し、一連のF I A方式C O D測定法の開発検討の中で研究成果を報告したが、硫酸酸性セリウム(Ⅳ)溶液の保存性に問題を残すことも併せて発表している。その後、セリウム(Ⅳ)溶液の安定性改良について検討を加え、セリウム(Ⅲ)を添加して酸化還元緩衝溶液を構成することで改善の見通しを得た。日本及び欧米の公定法との比較検討を試み、満足すべき結果を得ている。

セリウム(Ⅳ)の安定性に関しては、セリウム(Ⅲ)/セリウム(Ⅳ)系混合溶液の組成を変えて実験検討し、まず吸光光度法を用いるバッチ法によりC O D測定技術として確立した。次に、公定法採用化に向けてフロー法によりF I Aシステムを開発して、既存公定法との比較評価に言及した。

C O D標準溶液としては、L-グルタミン酸とD-ラクトースを5:1で混合溶解した水溶液を用い、バッチ吸光光度法及びF I A吸光光度法の分析システムを構築し、方法論としての確立を図るために種々の実験検討を行い、以下のような結論を得た。

- (1) セリウム(Ⅲ)/セリウム(Ⅳ)系混合溶液の安定性に関しては、6%希硫酸中にセリウム(Ⅲ):セリウム(Ⅳ)=2:1の混合割合で溶解した水溶液が、C O D測定に最も有効。
- (2) 測定妨害物質のうち、1000 mg/lまでの塩化物イオンは干渉しない。
- (3) バッチ法により、C O D濃度0~1.0, 0~10, 0~100 mg/lの範囲で、320 nmにおける吸光度減少に対し、それぞれ直線の検量線が得られ、検出限界濃度はC O D値として0.1 mg/l。公定法との相関性も優秀。
- (4) F I A吸光光度法により、操作性に優れたフロー法でC O Dの自動連続測定やプロセスモニタリングを行うのに適した方法・装置を開発。公定法との相関性良好。

希土類元素のセリウムは有害性をこれまでほとんど指摘されていない元素であり、クロムやマンガンのような公害性重金属を必要とせず、しかも使用する硫酸濃度を大幅に低くできる点でI S O 14000シリーズ国際環境規格合致の分析技術やゼロエミッション指向の分析方法としても注目に値する。

F I A研究懇談会内で、現在検討中の『F I Aに関するJ I S個別規格導入案件』に適合可能なC O D測定技術の提案に向けて、外部機関の協力も得ながら詳細な実験条件検討を進めつつある。