

FIAーガス拡散法によるアンモニア態窒素の分析

【はじめに】

アンモニア態窒素は工場排水や下水、有機物の分解などに起因し、水質汚濁の有力な指標として考えられています。FIA(フローインジェクション分析)法によるアンモニア態窒素の分析にはネスラー試薬法、インドフェノール吸光光度法、蛍光法、イオン電極法、ガス拡散法などが報告されています。このうちガス拡散法は、試料中のアンモニウムイオンをガス状のアンモニアとしてガス透過装置により分離し定量するもので、他の分析方法がアンモニウムイオンとの直接反応を利用している点と大きく異なります。

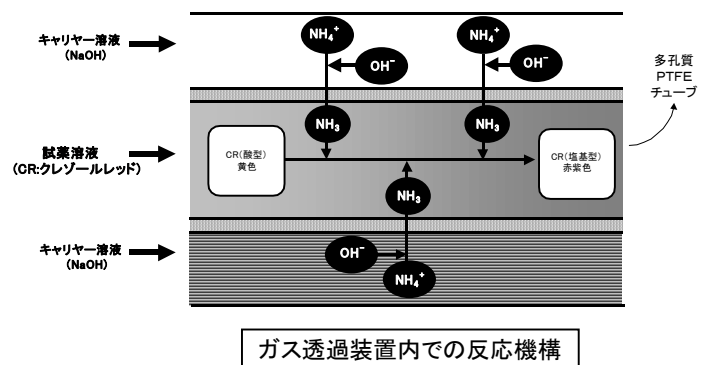
FIA 法によるガス拡散法は、目的物質（気体成分）を多孔質 PTFE 膜を透過させて分離した後、定量する方法です。室温では気体になり易い化学種に限られているため、高選択性であり、共存物質の影響もほとんど無く、有用な方法です。これまでにアンモニア態窒素のほか、総炭酸、残留塩素、オゾン、硝酸、亜硝酸、全有機炭素などの分析に利用されています。

弊社ではこのようなガス拡散法に用いるガス透過装置の操作性の向上とより一層の感度の向上を目的として、空気恒温槽の中にガス透過装置を組み込んだ FIA 用ガス拡散装置を開発しました。ガス拡散法においては多孔質 PTFE 膜の耐久性が分析感度を一定に保つために必要です。弊社 FIA 用ガス拡散装置は、膜の耐久性を保つために透過装置内の脱水操作をバルブの切り替え一つで簡単に行うことができます。

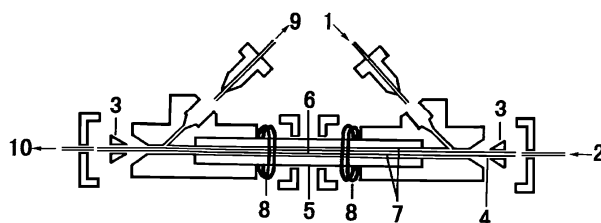
【測定原理】

キャリアー溶液を水酸化ナトリウムとする流れの中に試料を注入すると、試料中のアンモニウムイオンはガス状のアンモニアとなります。発生したこのアンモニアガスのみが多孔質 PTFE チューブ膜を通過し、酸-塩基指示薬であるクレゾールレッドを含む試薬溶液に吸収されます。

この結果、試薬溶液の pH は上昇し、クレゾールレッドの塩基型が増加し、試薬溶液は黄色から赤紫色に変化します。この時の塩基型の吸光度の増加量を測定して分析を行います。

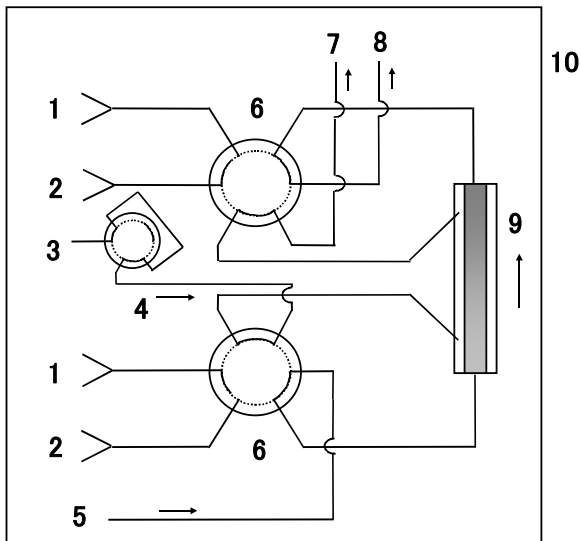


【ガス拡散セルの構造】



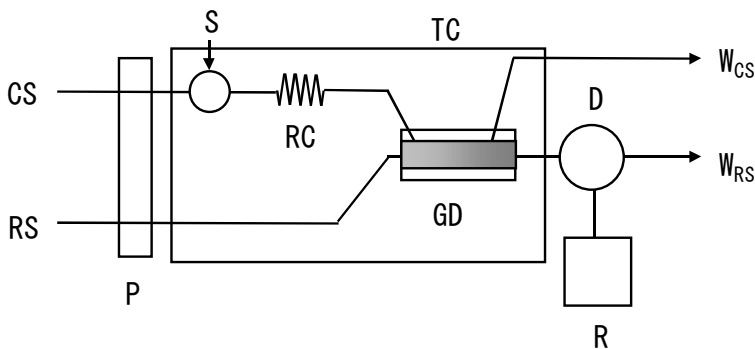
- 1, キャリヤー溶液入口; 2, 試薬溶液入口; 3, フェラル; 4, 多孔質 PTFE チューブ; 5, ガラス管; 6, 試薬溶液の流れ; 7, キャリヤー溶液の流れ; 8, Oリング; 9, キャリヤー溶液廃液; 10, 試薬溶液出口, 検出器へ

【ガス拡散装置流路図】



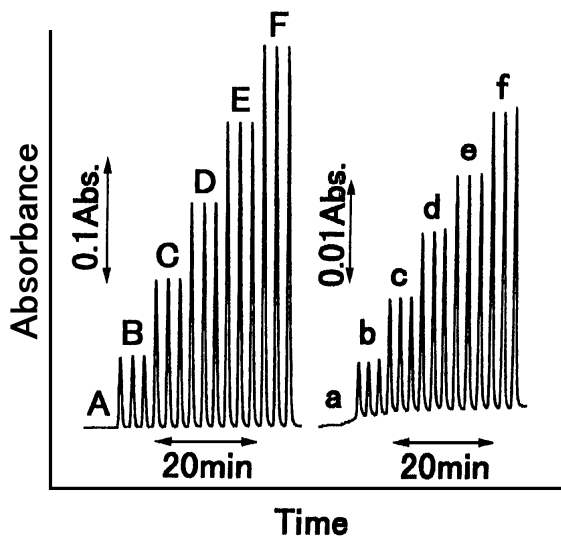
- 1 : キャリヤー溶液排液用吸引口
- 2 : 試薬溶液排液用吸引口
- 3 : キャリヤー溶液入口
- 4 : 試料注入口
- 5 : 試薬溶液入口
- 6 : 六方切り替えバルブ
- 7 : キャリヤー溶液排液
- 8 : 試薬溶液出口, 検出器へ
- 9 : ガス透過ユニット
- 10 : 恒温槽

【FIA-ガス拡散法 フローダイアグラム】



- CS : キャリヤー溶液 (0.02M NaOH)
- RS : 試薬溶液 (4×10^{-4} M HEPES, 1.25×10^{-4} M クレゾールレッド, pH7.0)
- P : 送液ポンプ (1.0 ml min^{-1})
- S : 試料 ($200 \mu\text{l}$)
- RC : 反応コイル (0.5mm i. d. \times 1 m)
- GD : ガス透過ユニット (ガス透過部 5 cm)
- TC : 恒温槽 (40°C)
- D : 検出器 (550 nm)
- R : 記録計
- W_{CS} : キャリヤー溶液排液
- W_{RS} : 試薬溶液排液

【アンモニア態窒素定量用検量線シグナル】



[N-NH₄⁺]/ppm
 A:0; B:2; C:4; D:6; E:8; F:10
 a:0; b:0.2; c:0.4; d:0.6; e:0.8; f:1.0

【参考文献】

樋口慶郎, 井上亜希子, 坪井知則, 本水昌二: *分析化学*, **48**, 253(1999).
 樋口慶郎, 本水昌二: *J. Flow Injection Anal.*, **16**, 183(1999).