

4-1. 環境の分析（あなたの身近にある水はきれいですか？）

－合成洗剤の分析、COD－

目的

家庭用の合成洗剤として使われている大部分が陰イオン界面活性剤である。これが多量に含まれると川が白濁して美観を損ねたり、洗剤に含まれる窒素・リンが富栄養化の原因ともなっている。近年の水質汚濁の大切な指標である。陰イオン界面活性剤はエチルバイオレットと反応して錯体を作る。錯体はトルエンで抽出され、陰イオン界面活性剤の量に応じた青色を示す。

その他にも、酸化剤の消費量(COD)を求め、有機物質による水質汚濁指標としている。

環境基準と排出基準

環境問題を解決していくには、ある目標を定めて、その目標の達成に向かって努力していく必要がある。この目標となる基準が「環境基準」である。

(1) 環境基準の定義

環境基準とは、人々の健康と生活環境を守る上で、維持することが望ましい基準と定義されている。(公害対策基本法)

ここで、生活環境とは身の回りの財産や動植物を含むこととされている。すなわち人の健康ばかりでなく、コンクリートの建物が亜硫酸ガス等でポロポロになったり、魚、小鳥、ホタル、植木、草花等に被害の及ぶことがないような環境を求めた基準である。今のところ、大気、水質、騒音、土壤にその基準がある。

(2) 排出基準の役割

環境行政の大きな目標である環境基準の達成・維持に最も直接的な効果をもたらすものが「排出基準」である。

排出基準を定めることによって、工場等の個々の発生源の排出口からの濃度を規制している。さらに大工場等には、窒素酸化物等の濃度に総排出量を掛けた絶対量で規制する総量規制という厳しい排出基準がある。

装置及び器具

分光光度計、分液ロート、ピーカー、メスフラスコ、メスシリンダー、ピペット、ビュレット、ウォーターバス

消耗品

エチルバイオレット、トルエン、水酸化ナトリウム、EDTA、酢酸、硫酸ナトリウム、ドデシル硫酸ナトリウム、過マンガン酸カリウム、シュウ酸ナトリウム、硫酸

実験方法

(界面活性剤の分析)

各自で自分の測定したい環境水（例えば川の水）を取りに行く。

JIS K 0102 準拠 エチルバイオレット吸光度法

陰イオン界面活性剤がエチルバイオレット [N-[4-{ビス[4-(ジエチルアミノ)フェニル]メチレン}-2,5-シクロヘキサジエン-1-イルイデン]-N-エチルエタンアミンイウムクロリド]と反応して生じるイオン対をトルエンに抽出して、その吸光度を測定し、ドデシル硫酸ナトリウムとして表す。

定量範囲：陰イオン界面活性剤 $[\text{NaO}_3\text{SO}(\text{CH}_2)_{11}\text{CH}_3]$ 0.5~12.5 μg

繰り返し分析精度：変動係数で 5~10%

試薬) 硫酸ナトリウム溶液 (1mol/l)

酢酸・EDTA 緩衝液 (pH=5) エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 0.75g を水に溶かして約 70ml とし、これに酢酸 12.5ml を加え、pH 計を用いて pH が 5 になるまで水酸化ナトリウム溶液 (2mol/l) を加えた後、水を加えて 1L とする。

エチルバイオレット溶液 (1mol/l) エチルバイオレット 0.028g を水に溶かして 50ml とする。エチルバイオレットは、塩化亜鉛 1/2 モルが付加した復塩を用いる。この復塩以外を用いる場合には、その濃度が 1mmol/l になる量をとって調製する。

トルエン

陰イオン界面活性剤標準液 (1mg $\text{NaO}_3\text{SO}(\text{CH}_2)_{11}\text{CH}_3/\text{ml}$) ドデシル硫酸ナトリウム 0.10g をとり、水に溶かしてメスフラスコ 100ml に移し入れ、水を標線まで加える。

陰イオン界面活性剤標準液 (100 μg $\text{NaO}_3\text{SO}(\text{CH}_2)_{11}\text{CH}_3/\text{ml}$) 陰イオン界面活性剤標準液 (1mg $\text{NaO}_3\text{SO}(\text{CH}_2)_{11}\text{CH}_3/\text{ml}$) 10ml をメスフラスコ 100ml にとり、水を標線まで入れる。使用時に調整する。

陰イオン界面活性剤標準液 (10 μg $\text{NaO}_3\text{SO}(\text{CH}_2)_{11}\text{CH}_3/\text{ml}$) 陰イオン界面活性剤標準液 (100 μg $\text{NaO}_3\text{SO}(\text{CH}_2)_{11}\text{CH}_3/\text{ml}$) 10ml をメスフラスコ 100ml にとり、水を標線まで入れる。使用時に調整する。

陰イオン界面活性剤標準液 (0.5 μg $\text{NaO}_3\text{SO}(\text{CH}_2)_{11}\text{CH}_3/\text{ml}$) 陰イオン界面活性剤標準液 (10 μg $\text{NaO}_3\text{SO}(\text{CH}_2)_{11}\text{CH}_3/\text{ml}$) 5ml をメスフラスコ 100ml にとり、水を標線まで入れる。使用時に調整する。

操作)

- 1) 試料の適量 [$\text{NaO}_3\text{SO}(\text{CH}_2)_{11}\text{CH}_3$ として 0.5 μg ~12.5 μg を含む。] を分液漏斗にとり、水を加えて 100ml とする。
- 2) これに硫酸ナトリウム溶液 (1mol/l) 5ml、酢酸・EDTA 緩衝液 (pH=5) 5ml 及びエチルバイオレット溶液 (1mmol/l) 2ml を加える。
- 3) トルエン 5ml を加え、約 10 分間振り混ぜる。振り混ぜ時間が吸光度に幾分影響するから、振り混ぜ時間を守る。
- 4) 静置し、水層約 100ml を捨てる。
- 5) 更に静置し、トルエン層が完全に分離したら、水層を捨てる。
- 6) トルエン層を吸収セルに移し、トルエンを対照液として波長 611nm 付近の吸光度を測定する。
- 7) 空実験として水 100ml を用い、2)~6) の操作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。
- 8) 検量線：陰イオン界面活性剤標準液 (0.5 μg $\text{NaO}_3\text{SO}(\text{CH}_2)_{11}\text{CH}_3/\text{ml}$) 1~25ml を段階的に分

液漏斗にとり、水を加えて 100ml とした後、2)~6) の操作を行う。7) の空実験の吸光度で、それぞれの吸光度を補正する。陰イオン界面活性剤 ($\text{NaO}_3\text{SO}(\text{CH}_2)_{11}\text{CH}_3$) の量と吸光度との関係線を作成する。

検量線から陰イオン界面活性剤の量を求め、試料中の陰イオン界面活性剤の濃度 ($\text{mg NaO}_3\text{SO}(\text{CH}_2)_{11}\text{CH}_3/\text{l}$) を算出する。

(COD)

検水 100ml を 300ml 三角フラスコに取る。

硫酸 (1 + 2) を 10ml 加え混ぜた後、 $5 \times 10^{-3}\text{M}$ 過マンガン酸カリウム溶液 10ml をホールピペットで加える。

沸騰湯浴中にフラスコをいれ、30分間加熱する。

湯浴の水面は常に検水面より上になるように注意する。

$1.25 \times 10^{-2}\text{M}$ シュウ酸ナトリウム溶液をホールピペットで 10ml 加える。

60 から 80°C に保ちながら過マンガン酸カリウム溶液で逆滴定する。

終点近くでは特に注意して滴下し、過マンガン酸イオンの色が完全に消える点よりさらに一滴加えて液の色がきわめて微妙に紅色となり、30秒以上消失しないところを終点とする。

同様の操作で空試験を行い、これらの値から、COD を求める。

考察

1. 陰イオン界面活性剤とエチルバイオレットとの錯体を形成させ発色させる。(どうして色がつくのか? どうしてこのような色に見えるのか?)
2. 錯体を溶媒抽出によりトルエン相に濃縮する。(どうして抽出されるのか?)
3. 検量線とは?
4. 吸収スペクトルって何?
5. どうして界面活性剤を用いると汚れがきれいにおちるのか。
6. 環境汚染と富栄養化について考えてみよう。