

## H314

## ガス検知器を用いる排水中セレンの簡易・迅速測定

(電中研) ○(正)正木 浩幸\*・大山 聖一・佐藤 一男

## 1. はじめに

平成6年2月に水質汚濁防止法におけるセレンの排水基準 (0.1 mg/L) が施行された。火力発電所では、石炭中の微量のセレンに起因して、脱硫排水中にセレンが検出されることがある。排水中のセレンは4価 ( $\text{SeO}_3^{2-}$ ) および6価 ( $\text{SeO}_4^{2-}$ ) の陰イオンとして存在する。セレン濃度は炭種の切替え等によって変動するため、現場で連続監視できる簡易なプロセスモニター (自動測定機) が求められている。しかしながら、公定法 (JIS) は、分析方法が煩雑で測定に長時間を必要とする、あるいは大型で高価な分析装置を必要とすることから現場分析には適さないため、自動測定機の実現には迅速かつ簡易な測定法が必要である。

以上を背景にして、演者らは排水中セレンの簡易・迅速な測定システムの開発に取り組んできた。本稿では、同システムの開発及び脱硫排水試料への適用可能性について報告する。

## 2. システムの概要

セレンの測定システムの概要を図1に示す。同システムは、排水試料の前処理 (有機物分解、6価セレンの4価への還元) と市販のセレン化水素 ( $\text{H}_2\text{Se}$ ) ガス検知器を用いたセレン測定より構成される。排水試料はフロー系で前処理される。はじめに排水中の有機物を過マンガン酸カリウム ( $\text{KMnO}_4$ ) により分解し、次に塩酸を用いて6価セレンを4価へ還元する。前処理後の試料に含まれるセレンは、テトラヒドロほう酸ナトリウム ( $\text{NaBH}_4$ ) 水溶液を添加することで  $\text{H}_2\text{Se}$  に還元気化され、ガス検知器によって定量される。



図1 セレンの測定システムの概要

## 3. 結果と考察

## 3.1. ガス検知器を用いるセレンの簡易・迅速測定法

4価セレンの標準試料を用いてガス検知器の定量性を評価した。その結果、0.01~0.5 mg/Lの範囲において、極めて直線性の高い検量線 (相関係数 0.99) が得られ、その検出限界は排水基準の10分の1以下 (0.007 mg/L) となった。また、反応時間を含む測定時間は3分以内であり、本測定法が原理的に水中の4価セレンを定量できることを確認した。

## 3.2. 排水試料の簡易・迅速な前処理法

考案した簡易前処理法の有効性を公定法の前処理法と比較して評価した。脱硫排水に0.1 mg/Lのセレンを標準添加して水素化合物発生-ICP-AESで測定し、添加回収試験を行なったところ、公定法の回収率は84~105% (相対標準偏差 11~24%RSD)、提案法の回収率は102~105% (相対標準偏差 2.1~4.3%RSD) であり、相対標準偏差は公定法の1/4以下であった。これは、前処理操作をフロー系で行うことにより安定した条件での前処理が可能となり、再現性の高いセレン測定値が得られたためと考えられる。

## 3.3. 排水中セレンの簡易・迅速測定法の検証

図1に示したシステムを検証するため、性状の異なる4種の脱硫排水のセレン濃度を測定した。その結果、公定法と高い相関 ( $r=0.97$ , 95%信頼区間の推定値:  $0.89 \leq r \leq 0.99$ ) が得られた。前処理からセレン測定までの一連の測定時間は公定法の1/10以下であり、簡易・迅速なセレン測定が可能となった。

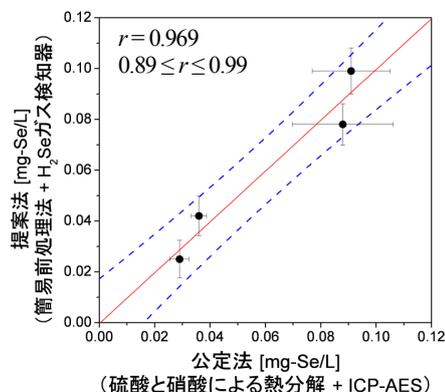


図2 脱硫排水中の全セレン濃度 (n=5)

\*E-mail: masaki@criepi.denken.or.jp