

COD測定用海水サンプルの保存法に関する検討

(株) 鴻池組 正員 ○松本伸之
岡山大学工学部 正員 河原長美

1. はじめに

CODは、有機性汚濁の程度を表す指標としてBODと共に広く一般に用いられており、湖沼、海域の環境基準や排水の規制基準では、CODの基準値が定められている。CODは測定操作が簡単で、比較的迅速に測定できるが、多数のサンプルを分析する際には試料水の保存が問題となる。しかしながら、試料水の保存法については広田¹⁾や、F. MENISSIER²⁾らが検討を試みているが必ずしも明確ではない。そこで本研究では、海水のCOD測定用のサンプルの保存法について検討する。

2. 実験方法

2-1. 実験に用いた試料とCOD測定方法

試料水は、児島湾表層より北原式採水器を用いて採水した。CODの分析はJIS K 0102の17「100℃における過マンガン酸カリウムによる酸素消費量(CODMn)」によった。ただし、硫酸銀のかわりに硝酸銀を用い、微量法を採用した。分析は1つの試料につき3回測定した。

2-2. 実験および解析方法

保存方法として、次の3種類を設定した。

1. 4℃冷蔵保存
2. -10℃冷凍保存+強制解凍(解凍温度70℃±3℃)
3. -10℃冷凍保存+自然解凍(解凍温度20℃±3℃)

第1回目の分析は、採水3時間後に行い、この分析値を基準値とし、各種保存方法、保存日数における分析結果をt検定(危険率5%)を用いて平均値の差の有意性を検定し、この結果より保存の良否を判定した。

3. 結果と考察

図-1はCOD値の保存による経日変化を示す。この図より、冷蔵保存においてはSSを含む場合も含まない場合についてもCOD値はしだいに減少する。冷凍保存+強制解凍では、SSを含まない場合は比較的安定しているが、SSを含む場合にはCOD値の不規則な変動が大きい。また、冷凍保存+自然解凍は、どちらの場合においても、COD値は安定している。

表-1, 2に、試料3のSSを含む場合の冷凍保存、強制解凍と自然解凍における平均値、分散、および危険率5%におけるt値を示す。これらの表より、強制解凍の場合、平均値には有為な差が認められるが、その場合でも分散は小さいままであった。この場合、t検定より、3日後にはすでに有意な差が認められた。自然解凍との比較から、解凍過程で、COD値に影響する試料水の変化が生じるものと考えられる。以上の事をまとめると表-3のようになる。表中の一は3日以内ですでに有意差が認められたことを示す。この表より、今回取り上げた保存方法のなかでは、冷凍保存+自然解凍が最も有効であることが分かる。

4. 結論

COD測定用海水試料の保存には、冷凍保存し、しかも自然解凍すれば28日は保存しうる。しかしながら冷凍保存しても、強制解凍を用いると、SSを含む場合においてはCOD値は不安定となる。また、冷蔵保存においては、たかだか2週間程度までしか保存できない。

参考文献

- 1) 広田他: 工場排水等における汚濁物質の経時変化等, 環境と測定技術 VOL.10, No.5, 1983
- 2) F. MENISSIER et al, Teck Sci Munic VOL.76, No.11, 1981

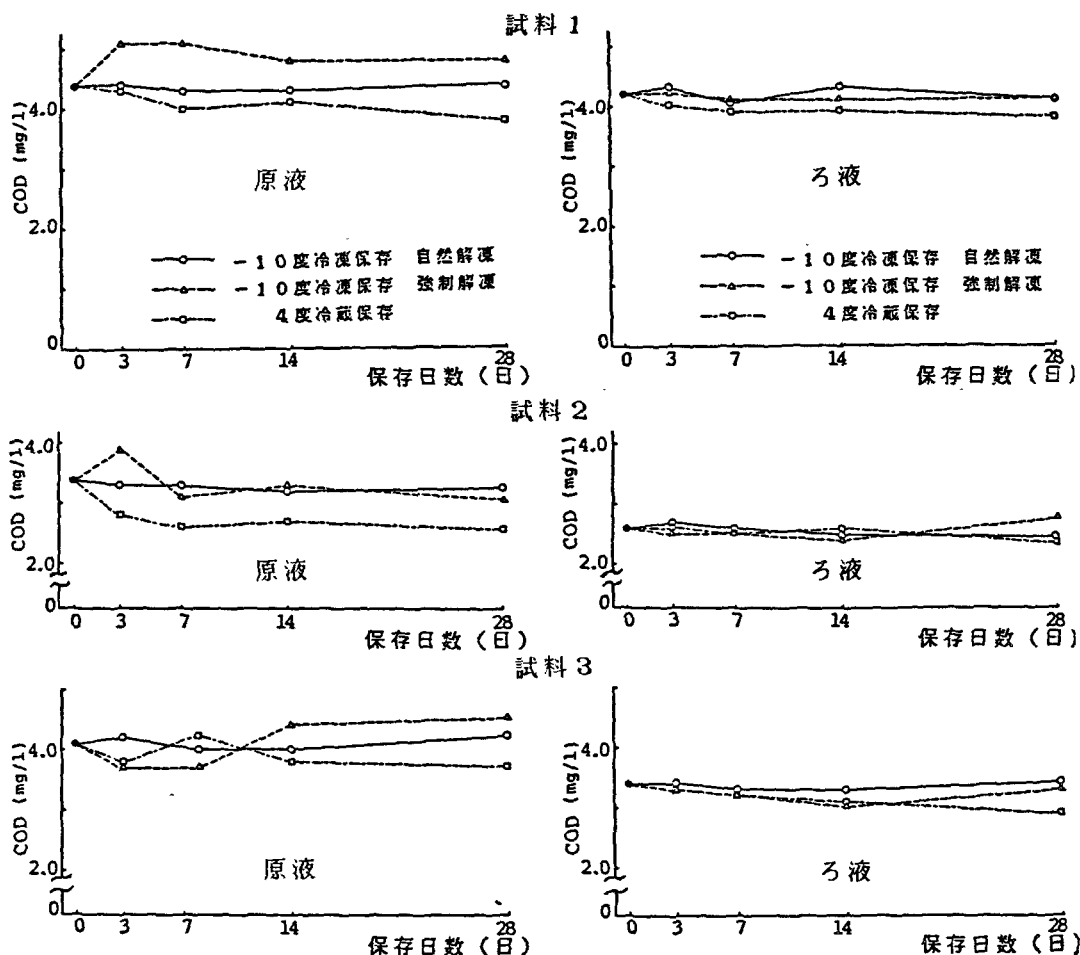


図-1 CODの経日変化

表-1 COD分析結果

保存日数	-10度冷凍保存(強制解凍)		
	平均値	分散	t値
0	4.10	0.010	—
3	3.73	0.003	4.589
7	3.70	0.010	4.000
14	4.30	0.010	2.000
28	4.50	0	5.657

表-2 COD分析結果

保存日数	-10度冷凍保存(自然解凍)		
	平均値	分散	t値
0	4.10	0.010	—
3	4.17	0.013	0.653
7	3.97	0.003	1.612
14	4.03	0.023	0.545
28	4.17	0.013	0.653

表-3 採水3時間後の値を基準とした統計的有意差の認められない経過日数

試料		保存方法		
		4度冷蔵保存	-10度冷凍保存 強制解凍	-10度冷凍保存 自然解凍
1	原液	3日	—	28日以上
	ろ液	3日	28日以上	28日以上
2	原液	—	—	28日以上
	ろ液	14日	28日以上	28日以上
3	原液	14日	—	28日以上
	ろ液	14日	28日以上	28日以上

(注) 有意水準5%