

東北工業大学 正員 江成敬次郎

〇 齊藤 孝市

はじめに

河川などの水質分析を議論するとき、その分析精度を考慮することが重要である。今回、筆者等は、分析精度の向上を第一歩として、COD分析を以て、下水試験法にある4方法〔アルカリ性法、酸性法、重クロム酸カリウム法、20℃温マンガン酸カリウム法（以後、低温法とよぶ）〕の精度を、標準物質（グルコース）と実際の試料（下水と河川水）を用いて検討を行った。

方 法

グルコース溶液（18ℓ）に、塩素イオン量として0、100、5000 mgℓになるようにNaClを添加した。サンプルを用いて、4方法による精度の違いや塩素イオン量の影響などを調べた。また、実際の試料（下水の排水と河川水）を使用して、いずれの場合も、サンプルを同時に4方法で5回測定すること10回くり返した。

結果および考察

表-1は、測定回数3回と5回の結果から95%信頼区間を求め、その平均値に対する割合を示したものである。これによると、測定回数を増加させた効果は「ほとんど見られず」、サンプルにつき3回の測定で十分であると思われる。4方法による変動率を求めて比較したのが表-2である。これによると、標準物質の場合は、重クロム酸カリウム法が最小の変動率を示し、他の3つは大きな差がなかった。実際の試料では、アルカリ性法が最も小さい変動率を示した。塩素イオン量の影響を見てみると、塩素イオン量が5000 mgℓになると、重クロム酸カリウム法、低温法にはかなりの影響がでてきている。また、実際の試料では、各測定法とも変動率が標準物質の場合に比べて大きくなっている。

標準物質の場合は、希釈率が一定していたが、下水、河川水の場合は、測定することに希釈率が変ってくるので、バラツキもひどくなったと思われる。今回の実験では、測定回数ごとの分析誤差と希釈率による分析誤差については、考察を行わなかったが今後、希釈率などの分析操作上の誤差要因について詳しく検討していきたい。

表-1 信頼区間に対する測定回数の影響

	アルカリ法		酸性法		重クロム法		低温法	
	3	5	3	5	3	5	3	5
標準物質	6.62	5.86	4.15	3.81	1.71	1.60	4.70	4.03
下 水	5.56	4.82	5.21	4.70	4.20	4.57	6.76	6.99
河 川	7.98	5.63	8.94	7.31	6.60	5.64	8.20	10.47

表-2 変動率の平均値

	塩素イオン量	アルカリ法	酸性法	重クロム法	低温法
標準物質	0	5.90	4.32	1.77	4.51
	100	5.55	5.42	1.40	4.97
	5000	4.52	5.12	3.33	7.97
下 水		6.36	6.73	8.88	10.19
河 川		5.22	8.28	12.70	11.33