

BOD分析精度向上についての一考察

建設省東北技術事務所 及川公一郎

(社)東北建設協会 ○小林喜義

1. はじめに

BODは、基本的な水質汚濁指標として種々の法律などにも規定され、その数値については、高い分析精度が要求されている。しかし、BODは、生物化学反応に基づく測定であることから、安定したデータが得られにくい特徴を有し、一般的にはかなり難しい分析のひとつとされている。

東北技術事務所においては、従来からBODに限らずさまざまな分析項目について、管内の試験室を対象に毎年数回のクロスチェックを実施し精度管理に役立てている。平成2~3年度には、BODについて行ない、その結果について統計的解析を行なうとともに、BOD値の変動要因に関する確認の実験と、BOD分析操作のマニュアル書作成等の技術的検討を加えたところ、分析精度が向上し改善がみられたので以下に報告する。

2. BOD値の変動要因

分析精度を高めてこれを維持するためには、分析操作中に取り込まれる変動要因を極力少なくする必要があり、その要因ごとに検討し対策を立てる必要がある。次に述べる各項目は、今回検討したBOD値の変動要因のうち、明瞭な傾向が認められたものとその対策である。

(1) 試料の保存温度と保存時間

図-1は、保存温度と保存時間の違いにより変化するBOD値を、河川水を用いて測定したもので、保存温度が高いほど又は保存時間が長いほどBOD値は小さくなる傾向を示すことが確かめられた。

このことから、採取した試料は、なるべく低温に冷却し速やかに分析に供するよう配慮することが大切と考えられる。

(2) 溶存酸素が過飽和の試料

図-2は、溶存酸素が過飽和の試料を、そのまま前処理せず分析して得たBOD値の一例である。溶存酸素が培養中に気体となり、開封時に逸散するために、見かけ上BOD値が増加することが確かめられた。

そこで、このような試料の場合は、通気やその他の方法によって、溶存酸素を20°Cの飽和値付近まで確実に下げることが重要と考えられる。

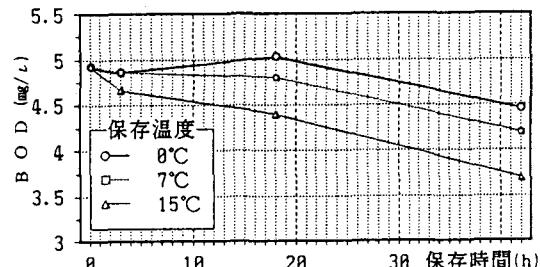


図-1 試料の保存温度及び時間とBOD値

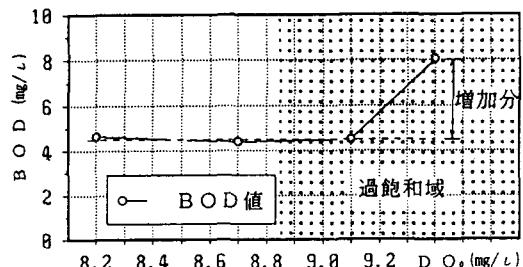


図-2 過飽和溶存酸素によって増加するBOD値

(3) ふらん瓶の容量

図-3は、使用中のふらん瓶を無作為に選び、表示容量と実容量の違いを計測したものである。最大で±2%の誤差の原因は、栓が壊れ易い構造であることや製造時のばらつきによるものと考えられる。

このため、栓が破損したものをそのまま使用しないことや、瓶容量の確認が必要になると考えられる。

(4) 培養温度

図-4は、培養温度を変えた場合に測定されるBOD値の違いを河川水を用いて調べたもので、培養温度が高いほど値は大きくなる傾向が確かめられた。また、試料濃度が高いほどその傾向は強くなることがわかった。このことから、恒温器のメンテナンスと正確な温度管理を心がけることが大切となる。

3. マニュアル書作成

BODは、ある一定条件下における酸素消費量から有機物量を間接的に知る試験であるため、精度の高い数値を得るには、できるだけ測定時の条件を整えることが必要となる。そこで、共通の認識によって同一水準の分析操作が行なわれるよう、2.で得られた知見をもとに、分析担当者が相互に協力して「BOD分析操作マニュアル書」を作成した。さらに、全体のレベル向上のためには、初心者の技術向上が大切であるとの考え方から、分析の基礎知識をあわせて記述した。なお、この詳細については紙面の制約から割愛させていただく。

4. 分析精度の検証結果

一連の検討の前後において実施したクロスチェック結果の比較を表-1に示す。変動係数(全範囲)CV%をみると、18.6%あったものが11.0%と小さくなり、これにともなって、分析室間精度 σ_b の幅も0.39から0.27と狭くなった。以上のことから、BOD分析の精度は向上し改善されたものと考えられる。

5. あとがき

前述したように、BOD分析精度のより一層の向上を目指して行なった技術的検討により、ばらつきの縮小したデータが得られ、一応初期の目的は達成されたものと考えられる。この技術的検討を行なうにあたっては、各試験室の担当者がそれぞれに取り組み協力しており、この点にもっとも重要な意義があると思われる。今後は、今回作成したマニュアルの充実を図るとともに、希釈が必要な高濃度試料についての手法なども追加し、より精度の高い分析を望みたいと考えている。

おわりに、本文を取りまとめるに際し、御助言を頂いた東北大学野池達也教授、ならびに秋田工業高等専門学校羽田守夫教授に深謝の意を表する。

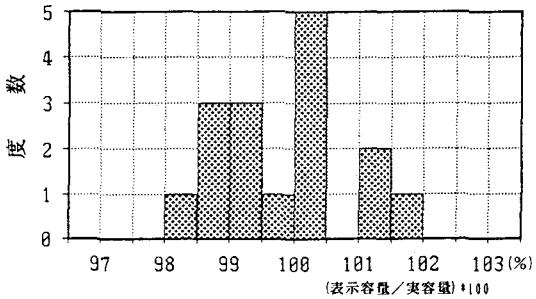


図-3 ふらん瓶の容量のばらつき(100mL瓶)

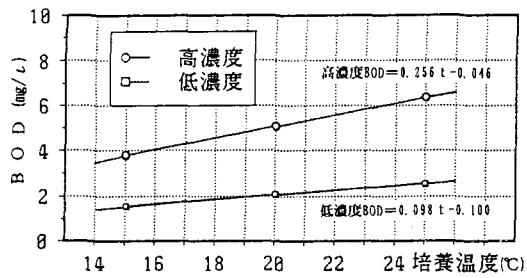


図-4 培養温度がBOD値に及ぼす影響

表-1 クロスチェック結果の比較

統計値	技術的検討の前	技術的検討の後
試料数 n	30	30
平均値 \bar{x}	2.0	2.5
範囲 R	1.1	1.0
標準偏差 s	0.37	0.27
範囲の検定	0.42	0.52
変動係数(全範囲) CV%	2.6~5.6	1.5~7.2
変動係数(全範囲) CV%	18.6	11.0
分析室内平行精度 σ_w	0.09	0.11
分析室間精度 σ_b	0.39	0.27