

II. 水質

2. 栄養塩

(記：野尻 幸宏、小松 一弘)

1. 測定方法

(1) サンプルングおよび前処理

採水は各採水点において、主としてカラム採水器(2m 長)を用いて行った。カラム採水の水はステンレスバケツで一様に混合し、ポリプロピレン瓶に分取した。分取後は氷温で保管した。同日中に研究所に持ち帰り、ガラス繊維ろ紙(Whatman GF/F, 400 度で加熱処理済み)で速やかに濾過した。濾液は分析まで冷暗所に保存した。通常、溶存栄養塩は翌日に分析した。酸分解を伴う試料は分解容器に採取日の内に分取し、酸化試薬を加えて分解し、分解後数日中に分析を行った。

(2) 分析方法

実際に測定する成分は、以下の 8 項目である：(ア) 硝酸態窒素($\text{NO}_3\text{-N}$) + 亜硝酸態窒素($\text{NO}_2\text{-N}$)、(イ) 亜硝酸態窒素($\text{NO}_2\text{-N}$)、(ウ) アンモニア態窒素($\text{NH}_4\text{-N}$)、(エ) 溶存性全窒素(DTN)、(オ) 全窒素(TN)、(カ) リン酸態リン($\text{PO}_4\text{-P}$)、(キ) 溶存性全リン(DTP)、(ク) 全リン(TP)。ここで、DTN と TN の場合、前者はガラスフィルター(Whatman, GF/F)でろ過した試料水、後者は試料水そのものに対し、アルカリ性下でペルオキシ二硫酸カリウムを添加し、オートクレーブによる分解を行った(120 度, 30 分)。DTP と TP は、前者は同じくろ過した試料水を、後者は試料水そのものに対し、酸性下でペルオキシ二硫酸カリウムを添加し、オートクレーブによる分解を行った(120 度, 30 分)。

データ集では、 $\text{NO}_3\text{-N} + \text{NO}_2\text{-N}$ (ア)、 $\text{NO}_3\text{-N}$ (アーイ)、 $\text{NO}_2\text{-N}$ (イ)、 $\text{NH}_4\text{-N}$ (ウ)、DON (エーアーウ)、DTN (エ)、TN (オ)、 $\text{PO}_4\text{-P}$ (カ)、DTP (キ)、TP (ク) の各項を示した。1992 年 2 月までは時期によって DTN と TN のいずれかを分析しているが、1992 年 3 月以降は、両者の測定を行うようにした。本データ集での表示単位は、窒素あるいはリンとしての $\mu\text{g l}^{-1}$ (いわゆる ppb) である。

2. 測定機器

1977 年～1997 年 3 月：AAII 型オートアナライザ (テクニコン社)

試薬の選択については野尻 (1987)、Otsuki et al. (1993) を参照。

1995 年 7 月～：自動分析装置 AACSII 型 (ブランルーベ社)

比色分析の試薬の選択が多少変更された。

アンモニア分析はインドフェノール法をオートアナライザ化したものを採用した。

※測定機器は並列使用し有意差がないことを確認してから切り替えを行った。

【引用文献】

Otsuki, A., H.Goma, M.Aizaki and Y.Nojiri, (1993) Seasonal and spatial variations of dissolved nitrogenous nutrient concentrations in hypertrophic shallow lake, with special reference to dissolved organic nitrogen, Verh. Internat. Verein Limnol., 25, 187-192

野尻幸宏 (1987) 水質分析の進歩(3)、日本地下水学会誌, 29, 107-111

II. 水質

3. 現場測定項目

3-1. pH （記：相崎 守弘）

pH の測定は pH メーターを用いて現場で行った。pH メーターはガラス電極製のメーターを用いたが、測定期間により機種は異なった。しかし、データとしては精度に特に問題はなく、連続データとして取り扱いができる。

3-2. 水温 （記：福島 武彦）

東邦電探社サーミスター温度計、Hydrolab 8000 のサーミスター温度計、YSI 社 model58 デジタル DO メーターのサーミスター温度計を用いて測定した。

3-3. 電気伝導度 （記：福島 武彦）

実験室に持ち帰ったサンプルを 25°C 程度にし、東亜電波社の電気伝導度計にて、1cm のセルを用いて測定した。同時に水温を測定し、25°C の値に補正した。

3-4. 溶存酸素 （記：福島 武彦）

ベックマン社水中溶存酸素計、Hydrolab 8000 の DO メーター、YSI 社 model58 デジタル DO メーターを用いて測定した。

3-5. 透明度と水中光量子 （記：高村 典子）

1. 測定方法

透明度の調査地点は全 10 地点、水中光量子の調査地点は地点 3、7、9、12 の 4 地点である。透明度は直径 30 cm の白色透明度板（secchi disc、離合社製）を用い、船上から透明度板を水面下に下ろし、透明度板がみえなくなる水深を記録した。水中光量子（水中照度）については、船上から水面直下（0 m）、0.25 m、0.50 m、0.75 m、1.0 m、1.5 m、2.0 m、3.0 m、4.0 m にセンサーを降ろして値を読み記録した。実際の測定では空中光量子センサーを船上にセットしてリファレンスとしている。しかし、水中光量子センサーとの同時の読みとりはできないため、真のリファレンスとしての役割は果たしていない。従って、安定した光

量を保っている間に、全水深の測定を終えるようにしている。水中での光量子の減衰は Lambert-Beer の法則により次の式で表される。

$$I_z = I_0 e^{-kz}$$

I_z : 水深 Z m での光量子量

I_0 : 水深 0 m での光量子量

k : 減衰係数 (m^{-1})

表面の光量の 1 %が届く水深を生産層の深さ (Z_e m) としているが $Z_e = 4.6/k$ が得られるので、生産層の深さが 1 m の時の k の値は 4.6 となる。

2. 測定機器 (水中光量子)

1977 年～1981 年 6 月 8 日：水中照度計 (ラムダ社、ラムダ LI-185)

1981 年 6 月 24 日～1983 年 3 月：水中光量子センサー (Licor LI-192S)

1984 年 4 月～1989 年 3 月：球形光量子センサー (Biosphaerical QSP-170)

1989 年 4 月～球形光量子センサー (LI-192SA/B)、マルチチャンネルデータロガー (Licor LI-1000)

3-6. 水深 (記：萩原 富司)

1996 年 3 月以前：

錘鉛を付した水温、DO、pH センサーロープに目盛りを付けて測定した。

1996 年 4 月以降：

先端に、底泥に貫入しないようアルミ製の 15.5 cm の円盤を付した測錘を作成しこれを用いて測定するとともに、魚群探知器による音響測深を併用した。

3-7. 測位 (記：萩原 富司)

1994 年 3 月以前：

湖岸の 2 つ以上の物標から見通し線を設け、2 本の見通し線の交点から位置を確認した。

1994 年 4 月以降：

船舶用衛星航法(GPS)装置による。現在の観測点の座標は、1994-1995 年の期間毎月、前法により決めた位置を GPS 装置により記録し、この間に得られた座標を打点して、ばらつきの中心に確定したものである。

II. 水質

4. その他の項目

4-1. COD （記：井上 隆信、小松 一弘）

1. サンプルングおよび前処理

カラム採水器を用いて採水し、ガラス繊維ろ紙（GF/F, 400 度で加熱処理済み）によるろ過水と未ろ過水の両方を分析した。

2. 分析方法

試料の適量（30 分間加熱した後、最初に加えた N/40 過マンガン酸カリウム溶液の約 1/2 が残るような量）を三角フラスコ 300ml にとり、水を加えて 100ml とし、硫酸(1+2)10ml を加えた。N/40 過マンガン酸カリウム溶液 10ml を加えて振り混ぜ、直ちに沸騰水浴中に入れ、30 分間加熱した。このとき、フラスコ中の試料の液面は沸騰水浴中の水面下で、かつ、三角フラスコが水浴の底に直接接しないように保つ。水浴から出し、しゅう酸ナトリウム（N/40）10ml を加えて振り混ぜた。液温を 55-60℃ に保ち、N/40 過マンガン酸カリウム溶液でわずかに赤い色を呈する（約 30 秒間保つようにする）まで滴定した。別に水 100ml を三角フラスコにとり、同様の操作を行う。次式によって、CODMn (mgO l⁻¹) を算出する。

$$\text{CODMn} = (a-b) \times f \times 1000 / V \times 0.2$$

CODMn: 100℃ における過マンガン酸カリウムによる酸素消費量

a: 滴定に要した N/40 過マンガン酸カリウム溶液 (ml)

b: 水を用いた試験の滴定に要した N/40 過マンガン酸カリウム溶液 (ml)

f: N/40 過マンガン酸カリウム溶液のファクター

V: 試料 (ml)

0.2: N/40 過マンガン酸カリウム溶液 1ml の酸素相当量(0.025×8mg)

4-2. 色素 （記：松重 一夫、小松 一弘）

1. サンプルングおよび前処理

長さ 2m、直径 6cm のカラム採水器で表層から 2m の水を採取し、ステンレス製手つきバットに入れた。その水でポリ瓶を共洗いした後、口まで試料を満水にして蓋をし、氷を入れたアイスボックスで実験室まで持ち帰った。試料の適量をガラス繊維ろ紙(GF/F, 400 度

で加熱処理済み)フィルターでろ過を行い、ろ紙は測定まで -20°C のフリーザーで保存した。

2. 分析方法

(1)クロロフィル a

懸濁物の載ったガラスフィルターにメタノール 10ml を加え 3°C の条件下で 12 時間抽出し吸光法で定量した。抽出した溶液を一度攪拌し、3,000rpm で 10 分遠心分離した後、上澄抽出液を、分光光度計（スリット巾 1 nm 以内の高性能のもの）を用いて、1cm のセルを用いて 750 nm、665 nm、645 nm、630 nm の吸光度を読みとった。クロロフィル a 量は以下の式で求める。

$$\text{Chl-a } (\mu\text{g}\cdot\text{l}^{-1}) = (11.6E_{665} - 1.31E_{645} - 0.14E_{630}) \times v / (V \times l)$$

E_{665} 、 E_{645} 、 E_{630} : 665、645、630 nm の吸光度より 750 nm における吸光度を差し引いた値

V: 試水のろ過量 (l)

l: 使用したセルの長さ (cm)

v: 抽出メタノール量 (ml)

(2) フェオフィチン ※現在は測定していません。

ガラス繊維ろ紙上の懸濁物に 90%アセトンを加え、ろ紙を摩砕し乳液状にした。90%アセトンでゆすぎながら全量を遠沈管に移し、2 時間ほど低温、暗条件下に放置した。3,000rpm で 10 分遠心分離し、上澄み液の全量を記録した。90%アセトンを対象にして波長 750 nm、665 nm の吸光度を読みとった。3 分間放置した後、もう 1 回 90%アセトンを対象にして波長 750 nm、665 nm の吸光度を読みとった。フェオ色素の量は以下の式で求める。

$$\text{フェオ色素 } (\mu\text{g}\cdot\text{l}^{-1}) = 26.7 (1.7E_{665a} - E_{665}) \times a / (V \times l)$$

E_{665} : 波長 665 nm の吸光度より 750 nm における吸光度を差し引いた値

E_{665a} : 2N 塩酸を加えた後の波長 665 nm の吸光度より 750 nm における吸光度を差し引いた値

V: 試水のろ過量 (l)

l: 使用したセルの長さ (cm)

a: 上澄み液のアセトンの全量 (ml)

(3) フィコシアニン ※現在は測定していません。

懸濁物の載ったガラスフィルターに 10mM のリン酸緩衝液 (pH 7.0) 10 ml を用いて 3°C の条件下で 12 時間抽出した。3,000 rpm で 10 分遠心分離した後、上澄抽出液を高速液体ク

ロマトグラフを用いて蛍光検出器で定量を行った。

高速液体クロマトグラフは日立の 655 ポンプ、Rheodyne インジェクター、日立 F-1000 蛍光分光検出器、および島津 C-RIA インクデレータから構成されており、TSK-GelSW3000 または SW2000（東ソー）のゲルろ過カラム（内径 7.5 mm、長さ 60 cm）を用いた。試料は特別な前処理は行わずに、200 μ l のフィコシアニン抽出液の上澄み液を直接打ち込んだ。流動相はフィコシアニンの抽出に用いた 10 mM のリン酸緩衝液を用い、流速は 1.0 ml/分で行った。励起及び放射の波長は 605 nm と 640 nm を用いた。これらの波長はそれぞれの最大ピークの波長と近傍である。

4-3. SS（懸濁物質） （記：松重 一夫、小松 一弘）

1. サンプルングおよび前処理

2m のカラム採水器で、表層から 2 m の水を採取し、ステンレス製手つきバットに入れた。その水でポリ瓶を共洗いした後、口まで試料を満水にして蓋をし、氷を入れたクーラで実験室まで持ち帰った。試料の適量を、ガラス繊維ろ紙(GF/F, 400 度で加熱処理済み)でろ過した。

2. 分析方法

ろ紙を 105-110 度で 2 時間乾燥後、その重量を測定し、ろ紙の重量を差し引き、懸濁物質量を算定した。なお、重量の測定の後、ろ紙は POC・PON の測定に供した。

4-4. POC・PON、C/N （記：松重 一夫、小松 一弘）

1. サンプルングおよび前処理

サンプルングおよび前処理は SS と同じ、通常 SS 測定後のろ紙に対して測定を行った。

2. 分析方法

ヤナコ CHN コーダー MT-5 型を用い、乾式燃焼法により CO₂ と N₂ ガスにして熱伝導度検出法で各々のガス量から炭素量および窒素量を計算した (C/N は POC の値を PON の値で割った値)。

4-5. DOC （記：今井 章雄）

1. サンプルングおよび前処理

2m のアクリル製カラム採水器を用いて、熱処理したガラス瓶（450℃、4 時間）に採取した。ガラス瓶の密栓は全てテフロンライナー付きのものを用いた。熱処理したガラス繊維ろ紙(Whatman GF/F、450℃、4 時間)でろ過した。

2. 分析方法

DOC（不揮発性有機炭素、NPOC）濃度は、ろ液に 2M HCl を添加し pH を 2 に調整した後、キャリアガス（純空気）を通気し無機炭素を除去した後、高感度白金触媒を搭載した全有機炭素計（1995 年 3 月まで島津 TOC-500、その後島津 TOC-5000）により分析した。同一サンプルに対して少なくとも 3 回測定を繰り返し平均値を求めた。分析精度は概ね 2% 以下である。