

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°C 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°C 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°C、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°C、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 に調整した後に、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。