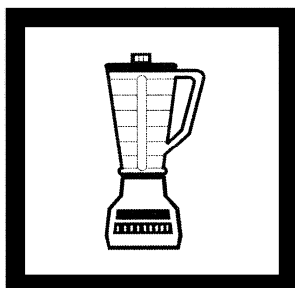


加熱分解法* (クロム法)

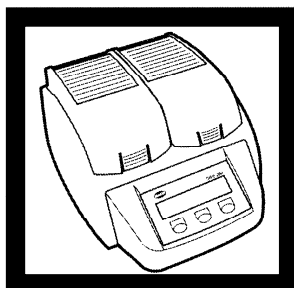
本測定法は、USEPA により、排水の分析報告書への適用が認められています。**

分解



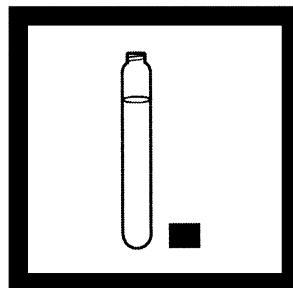
1. ミキサーにてサンプル 500mL を 2 分間かけて、均一にします。

注: 30 ～ 15,000mg/L レンジの場合は、サンプル 100mL を均一にします。均一化したサンプルを 250mL ビーカーに移し、磁気式スターラーで攪拌しながらサンプルを採取します。この操作により、正確さと再現性が向上します。



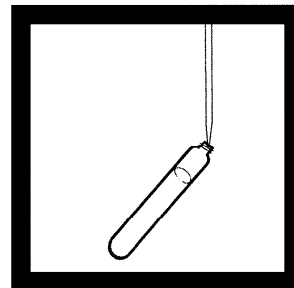
2. DRB200 リアクターの電源を ON にして、150℃に加熱します。

注: DRB200 の取扱説明書を参照して、プログラム化された設定温度を選択してください。



3. COD 分解試薬バイアルのキャップを外します。

注: 試薬は光に敏感です。未使用のバイアルは、不透明の容器に入れて、冷蔵庫にて保存してください。測定中にバイアルが受ける光については、測定結果に影響を与えません。



4. バイアルを 45° に傾けて持ちます。サンプル 0.2mL をピペットで採取して、バイアルに加えます。

注: 正確さを高めるには、少なくとも 3 回の測定値を平均してください。

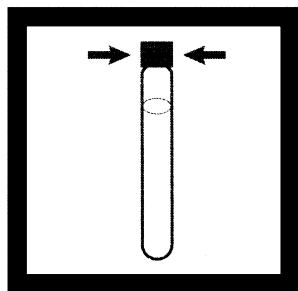
注: 試薬の損失は正確さに影響します。試薬をこぼしたバイアルで分解を行なわないでください。また、試薬は皮膚や他の材料に有害です。こぼれた試薬は、水で十分に洗い流してください。

注意

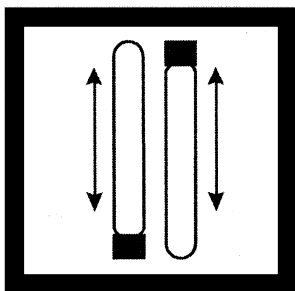
本測定で用いられる化学薬品および装置の中には、取り扱いが不適切であったり、誤用されたりすると、ユーザーの健康や安全に有害となることがあります。このマニュアルに示された警告と安全に関する項の全てを熟読して、適切な保護メガネや保護衣を着用してください。万が一、眼に入った場合や、皮膚に付着した場合は、流水で十分に洗い流してください。ご使用の際は、全ての取り扱い上の注意を厳守してください。

*:Jirka, A.M.; Carter, M.J. 分析化学, 1975, 47(8). 1397

** :連邦登録、1980 年 4 月 21 日、25811-26812. 0～15,000mg/L のレンジは、USEPA で承認されていません。

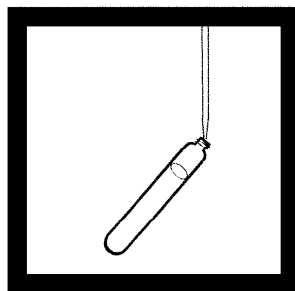


5. バイアルのキャップをしっかりと閉じます。COD バイアルを精製水で洗い、バイアルを布で拭きます。



6. バイアルのキャップ部分を持ち、シンクの上で、ゆっくりと数回反転させて溶液を混合します。バイアルを予め加熱していた DRB200 リアクターにセットします。

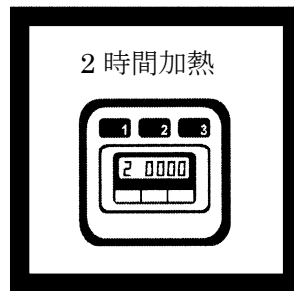
注: 混合中に、バイアルは非常に熱くなりますので、取り扱いには十分注意してください。



7. サンプルの代わりに精製水 0.2mL を使って、手順 3.~手順 6. の操作に沿って、ブランクを用意します。

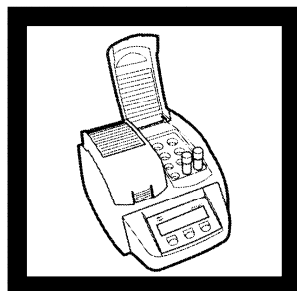
注: ピペットが清浄であることを確認してください。

注: 各サンプルセットに対して、1 つのブランクが必要です。同じロット番号のバイアルにてサンプルとブランクを分解してください (ロット番号は、容器ラベルに表示されています)。

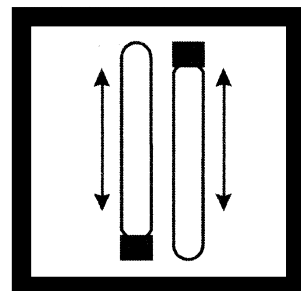


8. バイアルを 2 時間、加熱します。

注: 多くのサンプルは、2 時間以内に分解されます。できれば、(熱いうちに) 15 分間隔で濃度を測定し、値が一定になるまで続けてください。バイアルが室温まで下がったら、最終的な測定を行なってください。



9. DRB200 リアクターの電源を OFF にして、バイアルが 120℃以下になるまで、約 20 分待ちます。



10. 各バイアルが温かいうちに、数回反転させます。各バイアルを試験管立てに置き、バイアルが室温になるのを待ちます。

注: 緑色が分解サンプルに現れる場合は、COD を測定し、必要に応じてサンプルを希釈し、測定を繰り返してください。

注: 測定に関しては、後述の比色法を参考にしてください。

比色法、30～15,000 mg/L COD



1. 化学的酸素要求量(COD)、超高レンジを測定するプログラムを呼び出します。

オプションキーを押し、オプションメニューを開きます。

すべてのプログラムを選択します。



2. “435 COD HR”を選択します。

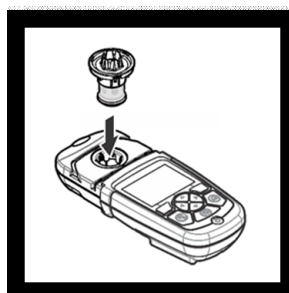
開始キーを押し、プログラムを起動します。

プログラムが起動すると、次のメッセージが表示されます。

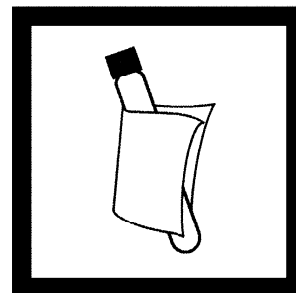
mg/L COD

注: プログラム No.435 は、HRとUHR で共通で使用します。

注: 化学式の変換は、オプション⇒詳細オプション⇒化学形態から行えます(O_2)。

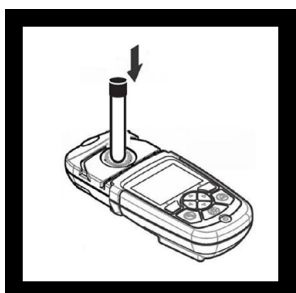


3. COD/TNT バイアルアダプターをセルホルダーに挿入します。アダプターは、ゆっくり回転させながら、ホルダーの定位置に収まるまで押し込みます。



4. ブランクのバイアルの外側表面を布で拭きます。

注: まず湿った布で拭いてから、乾いた布で拭くと、指紋や汚れが落ちます。



5. ブランクのバイアルをアダプターにセットします。

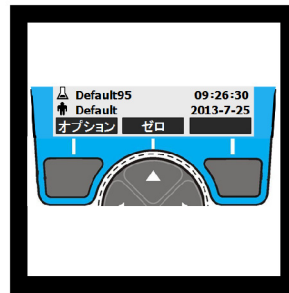
バイアルがアダプターの定位置に収まるまで、鉛直方向に押し込みます。

注: バイアルは、左右に動かさないでください。測定誤差の原因となります。



6. バイアルを、測定器のキャップで覆います。

注: ブランクは、暗所にて保存してあれば、安定しています。後述する「比色法のブランク」の項を参照してください。

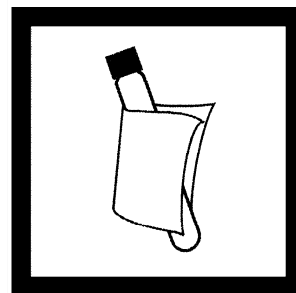


7. ゼロ測定:

ゼロキーを押し、ゼロ測定を行います。

画面には、ゼロ測定の完了を表すメッセージが表示されます。

0 mg/L COD



8. 測定サンプルのバイアルの外側表面を布で拭きます。



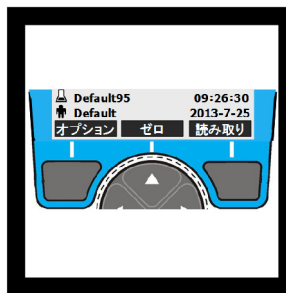
9. 測定サンプルのバイアルをアダプターにセットします

バイアルがアダプターの定位置に収まるまで、鉛直方向に押し込んでください。

注: バイアルは、左右に動かさないでください。測定誤差の原因となります。



10. バイアルを、測定器のキャップで覆います。

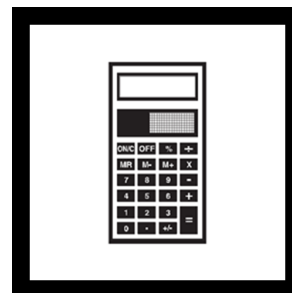


11. サンプル測定:

読み取りキーを押し、測定を行います。

測定結果が mg/L COD 単位にて表示されます。

注: COD が 1,500mg/L 付近のサンプルの最も正確な結果を得るためには、希釈したサンプルで測定を繰り返してください。



12. 測定結果を 10 倍します。

mg/L COD

サンプルの採取と保管

サンプルは、清浄なガラスの容器で採取してください。有機物による汚染がないことが分かっているときは、プラスチック容器を使用することができます。生物学的に活性のあるサンプルは速やかに測定を行ってください。固形物を含むサンプルは、代表的なサンプルとして測定するために均一化します。サンプルは、硫酸(約 2mL/L)で pH2 以下に調整して、4℃で冷蔵保存すると、28 日間まで保存できます。なお、測定結果は、添加量に応じて補正してください。

正確さのチェック

標準溶液法

300～15,000mg/L レンジの正確さは、10,000mg/L COD 標準溶液にてチェックします。乾燥(120℃、一晚)したフタル酸水素カリウム(KHP)8,500g を、精製水 1L に溶解して、10,000mg/L COD 標準溶液を調製し、0.2mL をサンプルとして使用します。予測される測定結果は、10,000mg/L COD です。

測定法の性能

精 度

本プログラムは、1,000mg/L COD 標準溶液および代表的な二製造ロットの試薬を使って本装置で測定した結果、一人のオペレータの得た標準偏差は、±16mg/L COD でした。

推定検出限界(EDL)

本プログラムの推定検出限界は、300mg/L COD です。

代わりの試薬について

公式な報告書用の測定が目的ではない場合には、水銀を含まない COD2 試薬で測定を行うことができます

工場プロセスの管理に COD2 試薬を適用すると、排水中の水銀がなくなりますので、廃棄物処理費用の削減となります。これらの試薬は、DR シリーズ吸光光度計にプログラムされた測定手順および検量線に十分に適合します。正確な測定結果を得るためには、塩化物およびアンモニアの測定が必要です。

注: 水銀を含まない COD2 試薬は、USEPA により、排水の分析報告書への適用が認められていません。COD 試薬バイアルおよびその適用についてのより詳しい情報についての説明書(Lit. No. 1356)については、HACH(HACH 日本総代理店: 東亜ディーケーケー株式会社)まで、お問い合わせください。

妨害物質

COD 測定時の主要な妨害物質は、塩化物です。各 COD バイアルには、硫酸第二水銀が含まれ、【表-1】の欄 1 に示す濃度までの塩化物による妨害を除去します。塩化物濃度の高いサンプルは、希釈が必要です。塩化物濃度が、欄 2 の濃度以下になるまで希釈してください。

サンプル希釈によりCOD濃度が低くなり過ぎて、正確な測定ができない場合は、硫酸第二水銀 (HgSO_4) 0.50g を各バイアルに加えてから、サンプルを添加してください。硫酸第二水銀の添加により許容最大塩化物濃度を欄 3 に示す濃度まで上げることができます。

【表-1】 COD測定レンジと塩化物の許容最大濃度

	1	2	3
	サンプルの中の 許容最大 Cl^- 濃度 (mg/L)	希釈サンプルの中の 許容最大 Cl^- 濃度 (mg/L)	0.50g の HgSO_4 をバ イアルに加えたとき の、サンプルの中の 許容最大 Cl^- 濃度 (mg/L)
超高レンジ	20,000	10,000	40,000

比色法のブランク

同じ製造ロットのバイアルであれば、ブランクは繰り返して測定に適用できます。ブランクは暗所にて保存してください。適切な波長 (420nm または 610nm) における吸光度を測定して、劣化の有無を試験してください。精製水 5.0mL を含むバイアルで測定器のゼロ調整を行い、ブランクを測定し、その値を記録します。吸光度が約 0.01 単位で変化したときは、新しいブランクを調製してください。

測定法の要約

mg/L COD は、本手順にて示す条件下でサンプル 1L が消費する酸素 (O_2) を mg として定義されます。本手順では、サンプルを強力な酸化剤である二クロム酸カリウムと共に、2 時間加熱します。酸化可能な有機物は反応して、二クロム酸イオン ($\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$) を緑色のクロムイオン (Cr^{3+}) に還元します。

本測定は、生成した Cr^{3+} の量を測定します。

COD 試薬には、銀および水銀イオンが含まれます。銀は触媒として、水銀は塩化物妨害物質の錯体生成剤として使用されます。

環境汚染防止と廃棄物管理

最終サンプルには、連邦 RCRA (=Resource Conservation and Recovery Act: 資源保全再生法) で規制されている濃度の水銀 (D009)、銀 (D011)、およびクロム (D007) が含まれています。測定後の廃液は、排水溝に流さないでください。適切な処理方法については、安全データシート (SDS) を参照してください。

化学的酸素要求量(COD UHR) (続)

必要な試薬	測定毎の必要量	数 量	Cat. No.
超高レンジ、300～15,000mg/L COD	1～2 バイアル	25/pkg	24159-51
精製水	様々	4L	272-56

必要な器具	測定毎の必要量	数 量	Cat. No.
電動ミキサー、2 スピード、120VAC	1	1	26161-00
電動ミキサー、2 スピード、240VAC	1	1	26161-02
DRB200 リアクター、110VAC、15×16mm バイアル用	1	LTV082.53.40001	
DRB200 リアクター、220VAC、15×16mm バイアル用	1	LTV082.52.40001	
COD/TNTアダプター	1	1	48464-00
TenSette [®] ピペット、0.1～1.0mL	1	1	19700-01
ピペットチップ、19700-01 TenSette [®] ピペット用	1	50/pkg	21856-96
ホールピペット、2.00mL	1	1	14515-36
安全ピペッター	1	1	14651-00
試験管用ラック	1～2 ラック	一式	18641-00

代替りの試薬*	測定毎の必要量	数 量	Cat. No.
COD2, UHR, 300～15,000mg/L COD	1～2 バイアル	25/pkg	28343-25

オプションの試薬	数 量	Cat. No.
COD 分解試薬バイアル、4～150mg/L COD	150/pkg	21258-15
COD 分解試薬バイアル、30～1,500mg/L COD	150/pkg	21259-15
COD 標準溶液、300mg/L COD	200mL	12186-29
COD 標準溶液、1,000mg/L COD	200mL	22539-29
硫酸第二水銀	28.3g	1915-20
酸素要求標準溶液(BOD, COD, TOC)アンプル、10mL	16/pkg	28335-10
フタル酸水素カリウム、ACS	500g	315-34
硫酸、ACS	500mL **	979-49
排水(流出)混合標準液(NH ₃ -N, NO ₃ -N, PO ₄ , COD, SO ₄ , TOC)	500mL	28332-49
排水(流入)混合標準液(NH ₃ -N, NO ₃ -N, PO ₄ , COD, SO ₄ , TOC)	500mL	28331-49

オプションの器具	数 量	Cat. No.
ビーカー、250mL	1	500-46H
メスシリンダー、5mL	1	508-37
DRB200 リアクター、110VAC、21×16mm および 4×20mm バイアル用	LTV082.53.42001	
DRB200 リアクター、220VAC、21×16mm および 4×20mm バイアル用	LTV082.52.42001	
DRB200 リアクター、110VAC、9×16mm および 2×20mm バイアル用	LTV082.53.30001	
DRB200 リアクター、220VAC、9×16mm および 2×20mm バイアル用	LTV082.52.30001	
電磁式スターラー、120VAC、電極スタンド付き	1	45300-01

化学的酸素要求量(COD UHR) (続)

(前ページより続く)

オプションの器具	数 量	Cat. No.
電磁式スターラー、230VAC、電極スタンド付き	1	45300-02
メスフラスコ、1000mL	1	14574-53
メスフラスコ、100mL	1	14574-42
pH 試験紙、pH1～11	5 巻/pkg	391-33
メスピペット、5mL	1	532-37
ピペットチップ、19700-01 TenSette®ピペット用	1000/pkg	21856-28
ホールピペット、10mL	1	14515-38
計量スプーン、0.5g	1	907-00
攪拌子、22.2×4.76mm(7/8"×3/16")	1	45315-00
攪拌子リトリバ	1	15232-00
タイマー	1	26304-00

*: 水銀を含まないCOD2試薬は、USEPAにより、排水の分析報告書への適用が認められていません。COD試薬バイアルおよびその適用についてのより詳しい情報についての説明書(Lit. No. 1356)については、HACH(HACH 日本総代理店: 東亜ディーケーケー株式会社)まで、お問い合わせください。

**: より大きなサイズについては、お問い合わせください。