

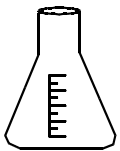
DO の分析

DO（溶存酸素 Dissolved Oxygen）は、水中に溶解している酸素をいう。河川や湖沼などの水中に有機物が流入すると、好気性微生物によって分解される（自然浄化作用）。このときに水中の酸素が微生物によって消費されるが、有機物が多くなれば微生物による酸素消費量も増え、水中の溶存酸素量を減らし水生生物に影響を与える。また、溶存酸素の少ない状態が続くと、嫌気状態となって硫化水素などの悪臭を発生するようになる。このため、水質の汚濁指標の一つとして用いられる。

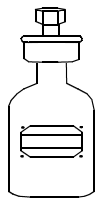
酸素の溶ける量は気圧、水温、塩類濃度などによって影響されるので、飽和度（飽和百分率）として表されることもある。試料水の溶存酸素量とその状態での酸素の飽和溶解量との比を飽和度といい、百分率で表す。水中の溶存酸素は、水が清浄であるほど、その温度における飽和量とほぼ同量となるが、河川や湖沼などの自然の水域では、生息する藻類の光合成や呼吸により1日の中でも変動する。

工場等の排水基準や湖沼・海域の環境基準に用いられる公定法には、ウインクラー-アジ化ナトリウム変法、隔膜電極法などがあるが、実習室では前者による分析が可能である。このウインクラー-アジ化ナトリウム変法は、硫酸マンガ（Ⅱ）とアルカリ性よう化カリウム-アジ化ナトリウムを加えて生成した水酸化マンガ（Ⅱ）が溶存酸素によって酸化され、水酸化マンガ（Ⅲ）の沈殿を生じ、硫酸を加えて沈殿を溶かし、遊離したよう素をチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定して、溶存酸素濃度を求めるものである（工場排水試験法 JIS K 0102 32.1）。

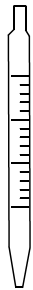
【用意する器具・薬品】



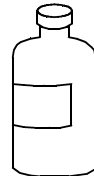
300ml三角フラスコ



DOビン



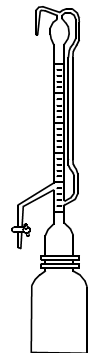
メスピペット



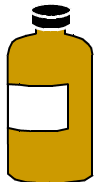
硫酸



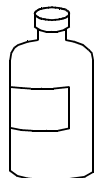
劇物



25mmol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の入っている自動ビュレット



硫酸マンガ（Ⅱ）溶液



アルカリ性よう化カリウム-アジ化ナトリウム溶液



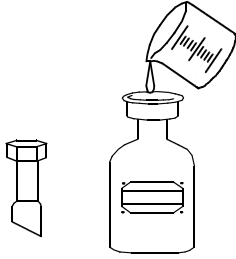
毒物



でんぷん溶液(10g/L)

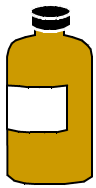
【DO分析操作フローチャート】

1 試料の採取（試料の採取(1)から転倒混合(4)までは、採水現場で行う。）

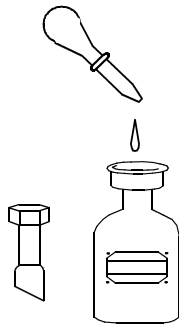


- ◆ DOビンに気泡が入らないように満水まで入れる
- ◆ 気泡が残らないように栓をする

2 硫酸マンガン（Ⅱ）溶液を入れる



硫酸マンガン(Ⅱ)溶液



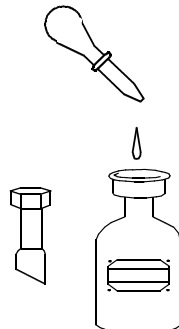
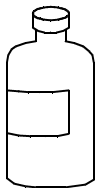
- ◆ 栓を開ける
- ◆ 硫酸マンガン（Ⅱ）溶液を 1mL

3 アルカリ性よう化カリウム－アジ化ナトリウム溶液を入れる



毒物

アルカリ性よう化カリウム－
アジ化ナトリウム溶液



- ◆ アルカリ性よう化カリウム－アジ化ナトリウム溶液を 1mL
- ◆ 栓をする
- ◆ ビン全体を水で洗う（あふれた液を流すため）

4 転倒混合



取り扱い

- ◆ 転倒混合（約 1 分間）

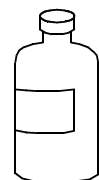
5 静置

- ◆ 静置（上澄みがビン全体の半分以上になるまで）

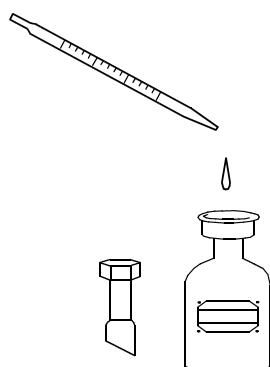
6 硫酸を入れる



劇物

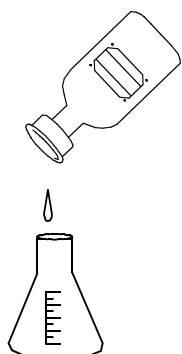


硫酸



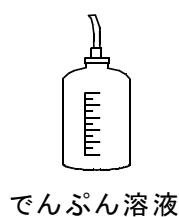
- ◆ 栓を開ける
- ◆ 硫酸を 1mL
- ◆ 栓をする
- ◆ ビン全体を水道水で洗う（あふれた液を流すため）
- ◆ 転倒混合し、沈殿物を溶解する

7 三角フラスコに移す

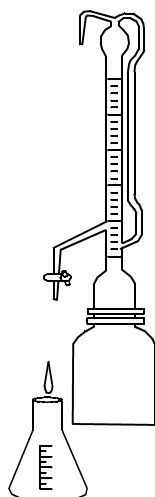


- ◆ 栓を開け、三角フラスコに移す
- ◆ DO ビンを少量の蒸留水で洗い、三角フラスコに入れる

8 滴定



でんぷん溶液



- ◆ 滴定 25mmol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の入っているビュレットで、溶液の黄色がうすくなるまで混合しながら滴定する
- ◆ でんぷん溶液 1mL 溶液の青い色が消えるまで混合しながら滴定する

9 計算

◆ 計算

$$\text{DO (mg/L)} = a \times f \times v \times (1000/v-2) \times 0.200$$

a : 滴定値 (mL)

f : チオ硫酸ナトリウムのファクター

v : DO ビンの容量 試料の量 (mL)

0.200 : 25mmol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1mL の酸素相当量 (mg)

1 DO 分析操作における注意事項

- ① 硫酸：**劇物**に指定されている。ここで扱うものは濃硫酸なので、取り扱いには安全ピペッターを使用する。皮膚にかかったら、直ちに多量の水で洗う。
- ② アルカリ性よう化カリウム－アジ化ナトリウム溶液は、アジ化ナトリウムが**毒物**に指定されている。また、**劇物**の水酸化カリウムを多く使用しているので、この溶液の取り扱いには安全ピペッターを使用し、皮膚にかかったら、直ちに多量の水で洗う。
- ③ DO は河川などの現場で採水し、直ちに硫酸マンガン（Ⅱ）溶液とアルカリ性よう化カリウム－アジ化ナトリウム溶液で DO を固定する。これを実習室に持ち帰り、分析操作を行う。
- ④ 分析終了後の廃液は、専用の廃液タンクに入れる。

2 DO の環境基準

河川及び湖沼での DO の環境基準は類型別に定められており、2mg/L 以上から 7.5mg/L 以上となっている（詳しくは、資料集の表を参照）。一般に魚介類などの水生生物が生存するためには、3mg/L 以上、好気性微生物が活発に活動するためには 2mg/L 以上が必要とされているが、環境基準では利用目的の適応性として、コイ、フナ等（水産 3 級）では 5mg/L 以上が必要であると定められている。ちなみに、海域の場合も類型別に 2mg/L 以上から 7.5mg/L 以上となっている。

3 水中の飽和溶存酸素量

酸素の溶解度は、水温が高くなると小さくなる（溶けにくい）。水中の飽和溶存酸素量と水温の関係を表に示した。例えば、20℃の水温で、DO 濃度が 8.5mg/L であれば、このときの溶存酸素飽和度は次のように求められる。

$$\text{溶存酸素飽和度 (\%)} = 8.5 \div 8.84 \times 100 = 96.1$$

100%を超えたときは、過飽和という。

表 水中の飽和溶存酸素量と水温との関係

水温(°C)	溶存酸素(mg/L)	水温(°C)	溶存酸素(mg/L)	水温(°C)	溶存酸素(mg/L)	水温(°C)	溶存酸素(mg/L)
0	14.16	11	10.67	22	8.53	33	7.22
1	13.77	12	10.43	23	8.38	34	7.13
2	13.4	13	10.2	24	8.25	35	7.04
3	13.05	14	9.98	25	8.11	36	6.94
4	12.7	15	9.76	26	7.99	37	6.86
5	12.37	16	9.56	27	7.86	38	6.76
6	12.06	17	9.37	28	7.75	39	6.68
7	11.76	18	9.18	29	7.64	40	6.59
8	11.47	19	9.01	30	7.53		
9	11.19	20	8.84	31	7.42		
10	10.92	21	8.67	32	7.32		

注) 1 気圧で、塩化物イオンがない場合