AppNote
NO.WTW-A201601

光学測定による試薬不要のCOD及び硝酸塩測定

パイセンベルク（ドイツ）の排水処理施設における長期試験

パイセンベルクの下水処理場では、試薬を使用しないCOD及び硝酸塩の試験方法について約６週間検証しました。
排水処理施設のプラント担当者は、サンプリングだけでなくラボ測定での測定もサポートしてくれました。ここではXylemの試薬不要の測定方法２種類を試験しました。１つはオンライン測定のUV-VISセンサー、もう１つはラボ測定で、photoLab® 7600 UV-VISを使用した光学式無試薬測定法（OptRF）です。試薬の有無によって測定値がどの程度一致するのか評価するために試薬を使用しない２種類の測定方法と試薬を利用したラボ型のセル試験の結果を比較しました。

パイセンベルクの下水処理場は1974年に運転開始しました。80年代に第３次処理の拡張が行われ、2007年には大規模な改修工事によって近代化されました。

試験装置：
オンライン測定は、IQセンサーネットシリーズのUV-VISセンサーNiCaVis® 705 IQを使用しました。センサーには超音波洗浄とエアー洗浄機能が組み込まれています。構造上、排水処理施設の最終排水放流槽に直接設置できず、代わりに最終沈殿池に設置しました（図１、２）。そのため、ラボ測定のグラブサンプリングが容易になりました。２つのラボ測定では、光学式無試薬測定法（OptRF）の分光光度計photoLab® 7600 UV-VIS（図３）と通常の試薬を使用して測定するセル試験を実施し、比較しました。セル試験による濃度測定には、XylemのCODテストキット14560（4.0～40.0mg/L COD Cr）と、硝酸塩テストキット14563（0.5～25.0mg/L NO３-N）を使用しました。また、分析の品質保証のため、精度確認標準液（CombiCheck 50, 14695）で追加測定をしました。

図１ UV-VISセンサーNiCaVis® 705 IQを最終沈殿池に設置

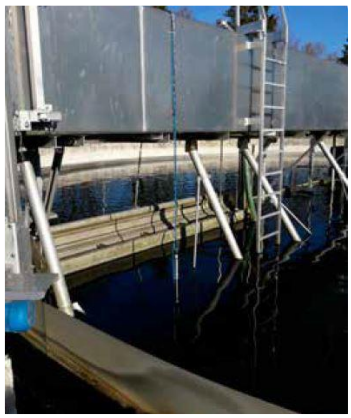


図２ UV-VISセンサーNiCaVis® 705 IQを最終沈殿池に設置

試験方法と測定結果：
試験段階は季節による影響を見るため、下水処理場の放流水における硝酸塩及びCOD濃度の変動が予想される2015年11月上旬に開始しました。スペクトルセンサーの連続測定データは、IQセンサーネットコントローラー2020に内部保存されるため、USBメモリーを介してコンピューターに転送し、検証しました。ラボ測定では、オンライン測定の結果と比較できるようにするため、ほぼ毎日、サンプルを採取しました。光学式無試薬測定法（OptRF）によるCOD及び硝酸塩濃度の光学測定は、photoLab® 7600 UV-VISでサンプリング後にすぐ実施しました。セル試験によるテストキットはCombiCheck 50で測定器自体の精度確認を行った後、冷蔵庫で保存しているサンプルを分析手順の通りに進めました。測定は週に１～２回行いました。セル試験では測定値の外れ値を可能な限り除去するために、１つのサンプルにつき２回測定を行いました。表１は、３種類の異なる測定方法による測定結果です。オンラインセンサーとラボ測定の測定値の比較をしやすくするために１つのグラフにプロットしました。より精度が高い比較をするために、日付に加えて、グラブサンプリングの時刻も記録しました。セル試験キットは、公的な標準のラボの測定方法であり、光学式無試薬測定法（OptRF）の代表的な基準測定となります。オンラインセンサー法と光学式無試薬測定法（OptRF）による硝酸塩とCODの測定値は、セル試験と比較して非常に良好な相関を示しました（図４、５）。

図３：ラボ測定で光学式無試薬測定法（OptRF）に使用された測定器　photoLab®7600 UV-VIS

表１ 光学式無試薬測定法（OptRF）とセル試験、スペクトルセンサーNiCaVis® 705 IQによる測定結果

Date, time	OptRF values (mg/L)		Lab reference values (mg/L)		Sensor values (mg/L)	
	COD	NO_3-N	COD average values	NO_3-N average values	COD	NO_3-N
02.11.2015 14:53	27,0	3,03	24,4	2,50	22,4	3,20
03.11.2015 10:20	27,1	2,55	26,2	2,50	24,4	2,79
03.11.2015 15:07	28,4	2,78	24,1	2,40	22,9	2,90
04.11.2015 08:32	27,0	3,12	23,8	3,30	23,7	3,60
05.11.2015 14:40	28,0	2,83	21,8	2,70	23,0	3,10

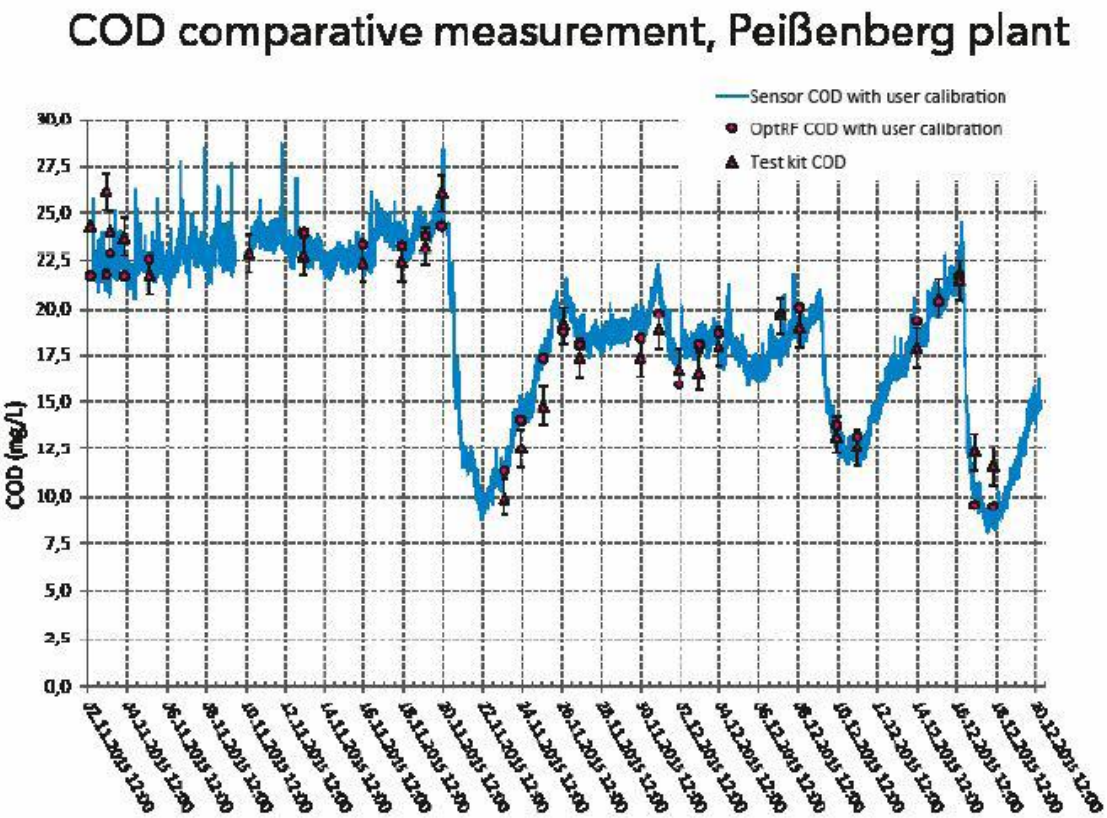


図４：光学式無試薬測定法（OptRF）の２点校正後の３種類の測定方法でのCOD比較測定

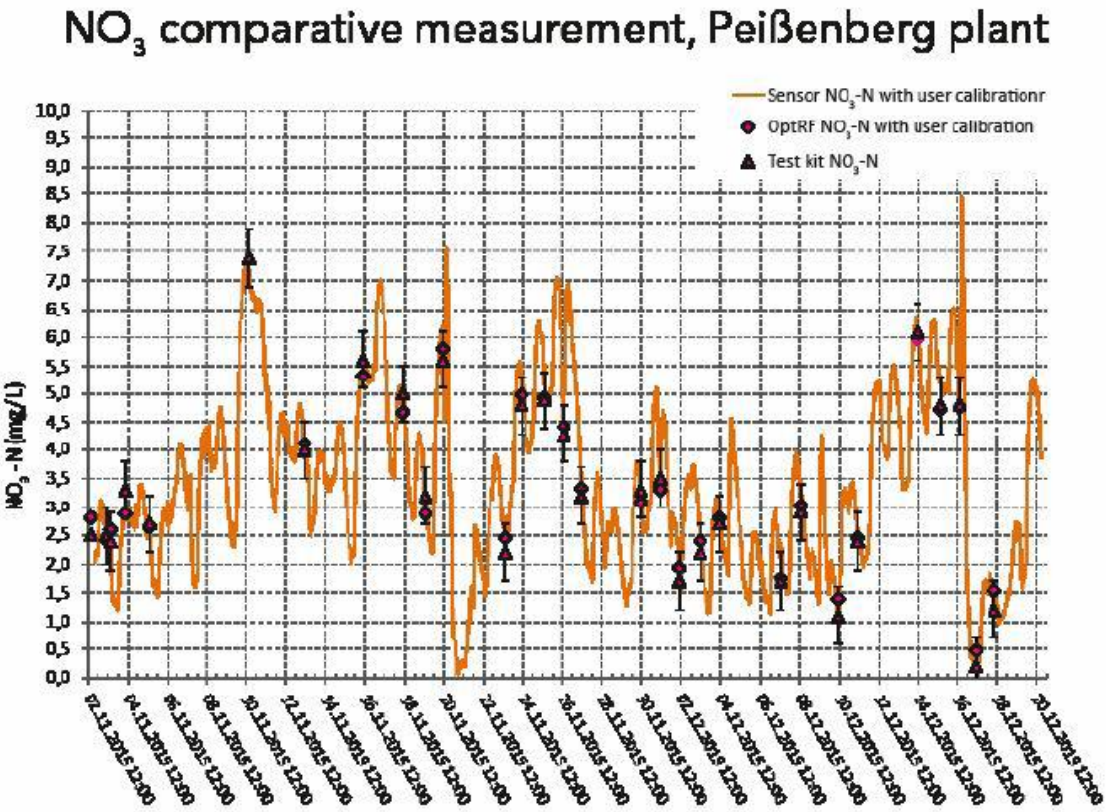
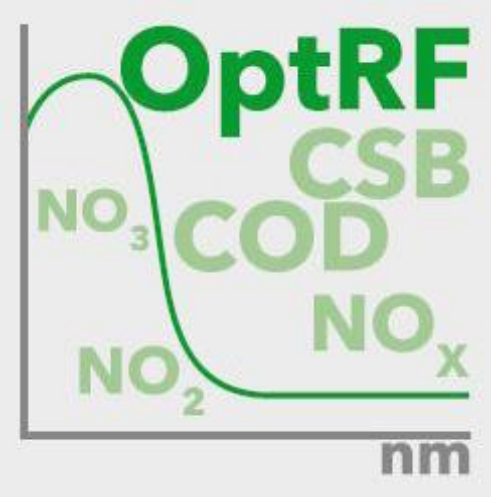


図５：光学式無試薬測定法（OptRF）の２点校正後の３種類の測定方法での硝酸塩比較測定

最高の測定精度を実現する２点ユーザー校正：
パイセンベルクの排水処理施設の測定精度を最適化するため、オンライン測定と光学式無試薬測定法（OptRF）の２点ユーザー校正を実施しました。
光学式無試薬測定の測定値およびセル試験キットの測定値を、測定範囲の下限と上限からそれぞれ１つずつ選択しました。２つの値はいわゆるペアの値としてセンサー及び光度計に入力します。この手順により、光学式無試薬測定法（OptRF）は排水処理施設の各現場ごとの条件に適合することができ、より高精度の測定値を出すことが可能になります。



【結論】光学式測定は高精度である：
測定結果は、オンライン測定およびラボ測定での異なる測定方法において非常に優れた相関性を示しました。COD及び硝酸塩濃度の測定結果（図４、５）は、試薬を使用しないオンラインセンサーUV-VISセンサーNiCaVis® 705 IQとphotoLab®7600 UV-VISを用いた革新的な光学式無試薬測定法（OptRF）によって信頼性と満足度の高い測定方法であることを示しています。特にセル試験キットを使用したCOD測定で発生する公差については、無試薬で測定したCOD値と比較的似た変動を示すため、良好な結果が得られています。工場出荷時の設定とユーザー校正の両方を用いて比較すると、測定精度はさらに高くなります。また、豪雨に起因する動的特性は、オンライン測定と光学式無試薬測定法（OptRF）の両方の無試薬測定法によって捉えることができました。

原本リリース日：2022/08
翻訳日： 2024/03

ご不明点などございましたら、
以下よりお問合せください。

セントラル科学株式会社

本社：03-3812-9186
大阪支店：06-6392-1978
問い合わせフォーム：
https://aqua-ckc.jp/contact/index.html

翻訳：セントラル科学株式会社

xylemanalytics.com

All names are registered tradenames or trademarks of Xylem or one of its subsidiaries.
Technical changes reserved.
© 2021 Xylem Analytics Germany Sales GmbH & Co.KG.