

目 次

1. ガスクロマトグラフ (GC) 分析法によるベンゼンの濃度測定.....	1
1. 1 ベンゼンの物性等.....	1
1. 2 分析に使用する器具等.....	1
1. 3 直接捕集法によるベンゼンの濃度測定.....	2
1. 4 固体捕集法によるベンゼンの濃度測定.....	3
1. 5 拡散セルによる標準ガスの調製方法.....	5
1. 6 ガスクロマトグラフ装置の基本操作手順の一例.....	7
2. 吸光光度分析法によるフッ化水素の濃度測定.....	9
2. 1 フッ化水素の物性等.....	9
2. 2 実習の概要.....	9
2. 3 分析に使用する器具等.....	9
2. 4 吸光光度分析法による試料液中のフッ化物イオンの測定.....	11
2. 5 液体捕集法によるフッ化水素の捕集 (参考資料)	18

特定化学物質実習レポート

1. ガスクロマトグラフ分析法 (GC) によるベンゼンの濃度測定

1.1 ベンゼンの物性等

ベンゼン C_6H_6 : 分子量 : 78.11 g/mol 密度 : 0.8737 g/ml
管理濃度 10 ppm

1.2 分析に使用する器具等

(1) 使用器具

①	メスフラスコ (10 ml)	5個
②	メスフラスコ (50 ml)	2個
③	ホールピペット (0.5 ml)	3本
	" (1 ml)	1本
	" (2 ml)	2本
	" (4 ml)	1本
④	メスピペット (1 ml)	1本
⑤	駒込ピペット (2 ml)	2本
⑥	バアイル瓶 (2 ml)	4本
⑦	マイクロシリンジ (10 μ l)	2本
⑧	ガスタイトシリンジ (5 ml)	2本

(2) 試薬

- ① ベンゼン (試薬特級)
標準溶液および標準ガス等の調製に利用する。ドラフト内に準備されている。
- ② 二硫化炭素 (作業環境測定用)
脱着および標準溶液の溶媒として利用する。ドラフト内に準備されている。
- ③ ベンゼン標準溶液 (87.37 μ g/ml)
まず、二硫化炭素を少量入れたメスフラスコ (50 ml) にベンゼンを 0.5 ml 取り、定容とする。
次に、この溶液 0.5 ml を分取し、二硫化炭素を少量入れたメスフラスコ (50 ml) に加えて、定容とする。実習当日調製する。

(3) 装置及び器具

- ① ガスクロマトグラフ分析装置
- ② 標準ガス発生装置
- ③ 拡散セル
- ④ 活性炭管 (2層式)
- ⑤ 吸引ポンプ (吸引流量 : 200 ml/min 程度に設定済)
- ⑥ 流量計
- ⑦ 石鹼膜流量計

(4) その他の用具

- ① 安全ピペッター
- ② ストップウォッチ
- ③ サインペン
- ④ ラベル

1.3 直接捕集法によるベンゼンの濃度測定

(1) ベンゼン標準系列ガスの調製

ベンゼン標準系列ガスは、ドラフト中の標準ガス発生装置により、次のように調製されている。
 ベンゼン標準ガスの調製法：チューブの型式D-10 (p. 5 図1 参照) のガラス製拡散セルにベンゼンを注射器で注入する。このとき、チューブ壁面につけないように注意する。ベンゼンを入れた拡散セルを標準ガス発生装置の恒温槽内に保持して、発生条件を以下のように設定する。

拡散セル型式	: D-10
拡散速度	: 32.0 ($\mu\text{g}/\text{min}$)
Kの値	: 0.313 (1 atm, 25°C)
※希釈ガス量	: 試料採取口①約 2000 ml/min
	" ②約 1200 ml/min
	" ③約 1000 ml/min
	" ④約 1400 ml/min
※各採取口の希釈ガス量は採取時に正確な数値を確認し記録すること。	

上記の方法により3系列の濃度の標準ガスが調製されている。おおよその濃度は以下に示すとおりであるが、それぞれの希釈ガス量と p. 5 1.5(1)式とから、ベンゼンの空気中濃度の計算値を求め、実習レポート p. 1 表2 に記入すること。

標準ガス発生装置採取口	①	ベンゼン濃度	約 5 ppm
"	②	ベンゼン濃度	約 8 ppm
"	③	ベンゼン濃度	約 10 ppm
"	④	ベンゼン濃度	約 7 ppm

(2) ガスクロマトグラフの操作

- ① 1.6 ガスクロマトグラフの基本操作手順の一例 (p. 7) に基づき分析条件等の設定および確認を行い、分析条件等を実習レポート p. 1 表1 に記入する。

(3) 標準ガスの分析と検量線の作成

- ① 標準ガス発生装置採取口より、ガスタイトシリンジ (5 ml) で標準ガスを採取し、その内 1.0 ml を正確にガスクロマトグラフに導入する。このとき、シリンジを注入口に直角に立て、針の根元まで差し込み、すばやくシリンジのプランジャーを押し下げる。針を差し込むとき、プランジャーを指で軽くおさえておく。また、注入口からシリンジを抜く際はプランジャーを指でおさえたまま抜くようにする。
- ② 得られたクロマトグラムから保持時間、ピーク高さ及び面積を求める。
- ③ グラフ用紙に標準系列ガス (3 系列) のベンゼン濃度 (ppm) とピーク面積の関係をプロットして検量線を作成する。

(4) 未知試料ガスの分析

- ① 未知試料ガスとしては、標準ガス発生装置の採取口④の試料ガスを用いる。
- ② ガスタイトシリンジ (5 ml) を用いて試料ガスを採取し、そのうちの 1.0 ml を正確にガスクロマトグラフに導入する。
- ③ 得られたクロマトグラムより、ピークの高さ及び面積を求める。
- ④ 検量線にピーク面積をあてはめ、未知試料ガス中のベンゼン濃度 (ppm) を求める。

(5) 測定結果の記録

ベンゼン濃度等の測定結果を実習レポート p. 1 表2 に記録する。

(6) 後始末

ガスタイトシリンジを清浄空気でクリーニングした後プランジャーを抜き取って箱の中に別々に収納する。(プランジャーの先端のテフロン・ガスケットチップが縮むのを防止するため。)

1.4 固体捕集法によるベンゼンの濃度測定

(1) 捕集装置の組み立てと捕集

- ① 活性炭チューブによるガス捕集装置を写真1のように組み立てる。
 活性炭チューブの両端をカットして、流量計に接続する。このとき、捕集装置の空気の流れが無いことを確認する。

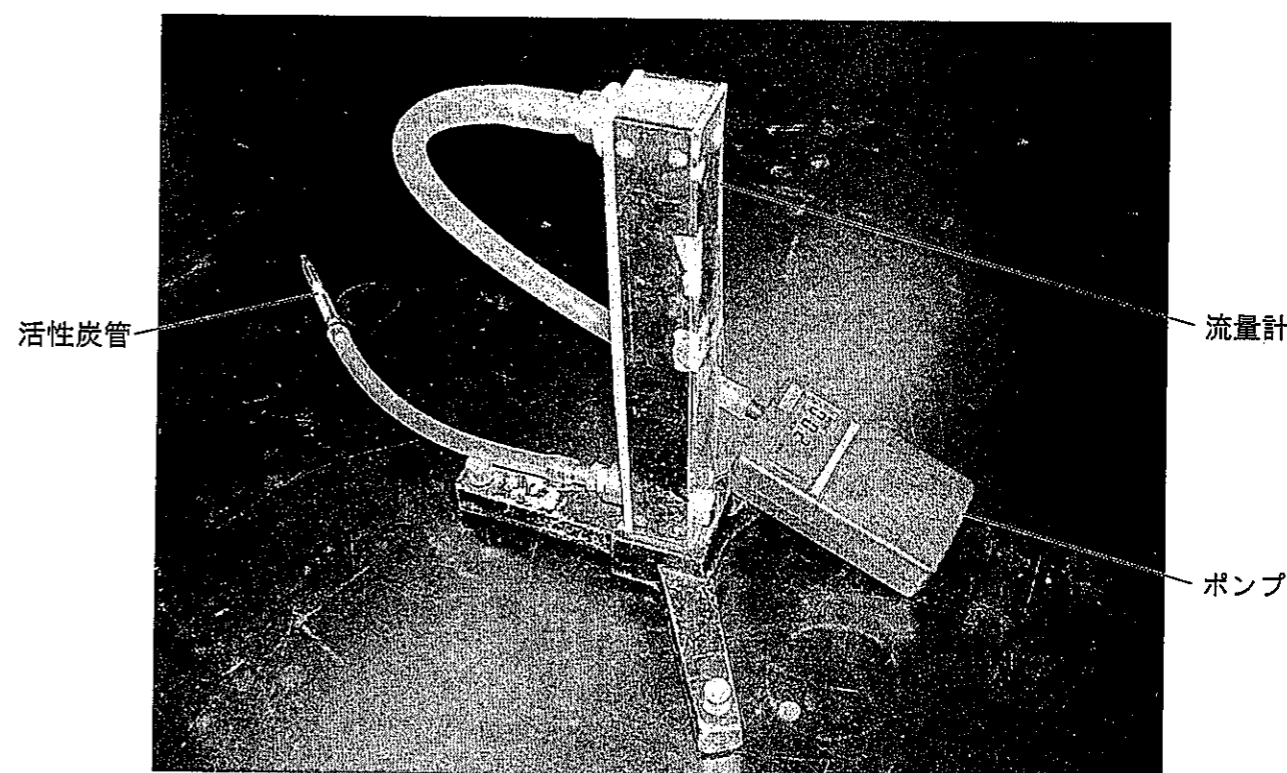


写真1 固体捕集のサンプリング配管例

207.6 ml/min

- ② 試料ガスをサンプリングする前に、吸引口に石鹼膜流量計を接続して、ポンプの吸引流量が 200 ml/min 程度になるように流量校正を行う。(実習ではすでに調整済であるので、流量確認のみ行う。)
- ③ 活性炭チューブの吸引口側を標準ガス発生装置の採取口④に接続して、試料ガスを 10 分間吸引してベンゼンを捕集する。
- ④ 活性炭チューブを配管からはずして、両端にキャップをする。

(2) 捕集された試料の溶媒脱着

- ① 未知試料ガスを捕集した活性炭チューブから 2 層 (前層と後層) の活性炭を別々に取り出し、バイアル瓶に入れる。
- ② 未使用の活性炭チューブについても同様に取り出しバイアル瓶に入れ、ブランクとする。
- ③ それぞれのバイアル瓶に、ホールピペットを用いて二硫化炭素を 2.0 ml ずつ入れ密栓し、振とう後、1 時間以上置く。これらを試料液とする。

(3) ベンゼン標準系列液の調製

ドラフト内に用意されたベンゼン標準試薬から、まず、1.2.(2)③に従って濃度 87.37 μg/ml (CS₂ ベース) の標準溶液を調製する。次に、このベンゼン標準溶液の 0 (二硫化炭素のみ入れる)、0.5、1.0、2.0、4.0 ml をホールピペットで、別々のメスフラスコ (10 ml) に分取し、二硫化炭素で定容とする。これらをベンゼン標準系列液とする。

(4) ベンゼン標準系列液の分析と検量線の作成

- ① 調製したベンゼン標準系列液をそれぞれマイクロシリンジ (10 μl) を用いて、1.0 μl ずつガスクロマトグラフに導入し、得られたクロマトグラム上のピーク高さ及び面積を求める。
マイクロシリンジの取り扱いについて
 - 1) マイクロシリンジ内部を試料液で数回共洗いする。
 - 2) 必要量の試薬液をシリンジ内に満たす。このとき気泡が入らないようにする。
 - 3) プランジャーを引き、シリンジの針先の分も含めて採取した全液量 (A μl) を確認する。
 - 4) シリンジの先端に液滴がないことを確認して、注入口に直角に立て針の根元まで差し込みすばやくプランジャーを押し下げる。針を差し込む時プランジャー上端を軽く指でおさえる。
 - 5) 注入後、プランジャーを引いてシリンジ内の残った試料液量 (B μl) を読み取る。
 - 6) (A - B) μl をガスクロへの導入量として記録する。
- ② ピーク面積とガスクロマトグラフに導入した標準系列液中のベンゼン質量との関係をグラフ用紙にプロットして検量線を作成する。

(5) 未知試料液の分析

- ① マイクロシリンジを用いて未知試料 1 μl を採取し、ガスクロマトグラフに導入する。得られたクロマトグラム上のピーク高さ及び面積を求める。
- ② 求めたピーク面積を検量線にあてはめ、ガスクロマトグラフに導入した試料中のベンゼンの質量を求める。これより脱着した試料液中のベンゼンの質量を計算する。
- ③ 試料液中のベンゼンの質量及び空気の捕集量からベンゼンの環境空气中濃度 (ppm) を計算する。

(6) 測定結果の記録

ベンゼン濃度等の測定結果を実習レポート p. 2 表 3 に記録する。

(7) 後始末

- ① バイアル瓶等の廃液処理 (所定の廃液タンクへ捨てる)
- ② ガラスごみの処理
- ③ ガラス器具の洗浄
- ④ 実験台上を清掃

1.5 拡散セルによる標準ガスの調製方法

拡散セル (一定内径) に試料液 (本実習ではベンゼン) を注射器で注入し、この拡散セルを恒温に保持すると拡散セル内の試料液が蒸発する。このとき、セルの外に拡散する量は一定となり、そこへ希釈ガスを一定流量で送れば、任意の微量濃度標準ガスを連続的に発生させることができる。

拡散セルは常温で液体の有機化合物の標準ガスを発生するのに適しており、濃度は恒温槽の温度、拡散セルの種類、希釈ガス量により調整できる。

一般に、25℃~50℃で 5~400mmHg の蒸気圧を有し、かつ、安定した高純度物質が得られるものであれば、拡散セルで標準ガスを発生させることができる。

標準ガス濃度の求め方

$$C = \frac{K \times D_r \times 10^3}{F} \quad (1)$$

(Handwritten: 0.31332, 1000, ml)

- C : 校正用ガス濃度 (ppm)
 D_r : 拡散速度 (μg/min)
 F : 希釈ガス流量 (ml/min)
 K : 気体物質の質量を容積返還するための係数
 M : ベンゼンの分子量

$$K = \frac{24.47}{M} \quad (2)$$

実験用拡散セルのデータ

試料液体 : ベンゼン
 拡散セル型式 : D-10 型
 拡散速度 : 32.0 (μg/min)
 K の値 : 0.313 (1 atm, 25℃)

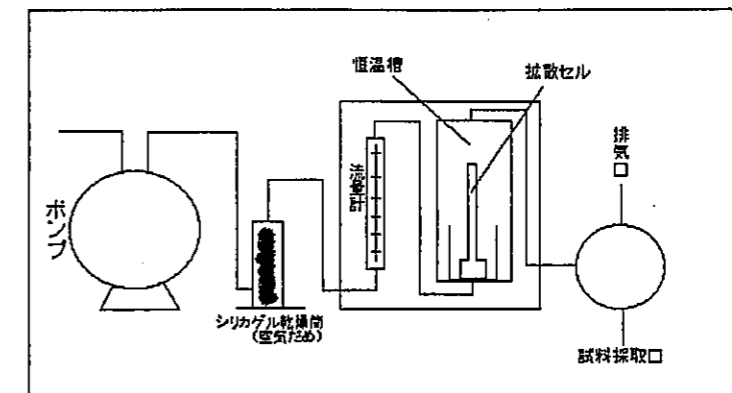
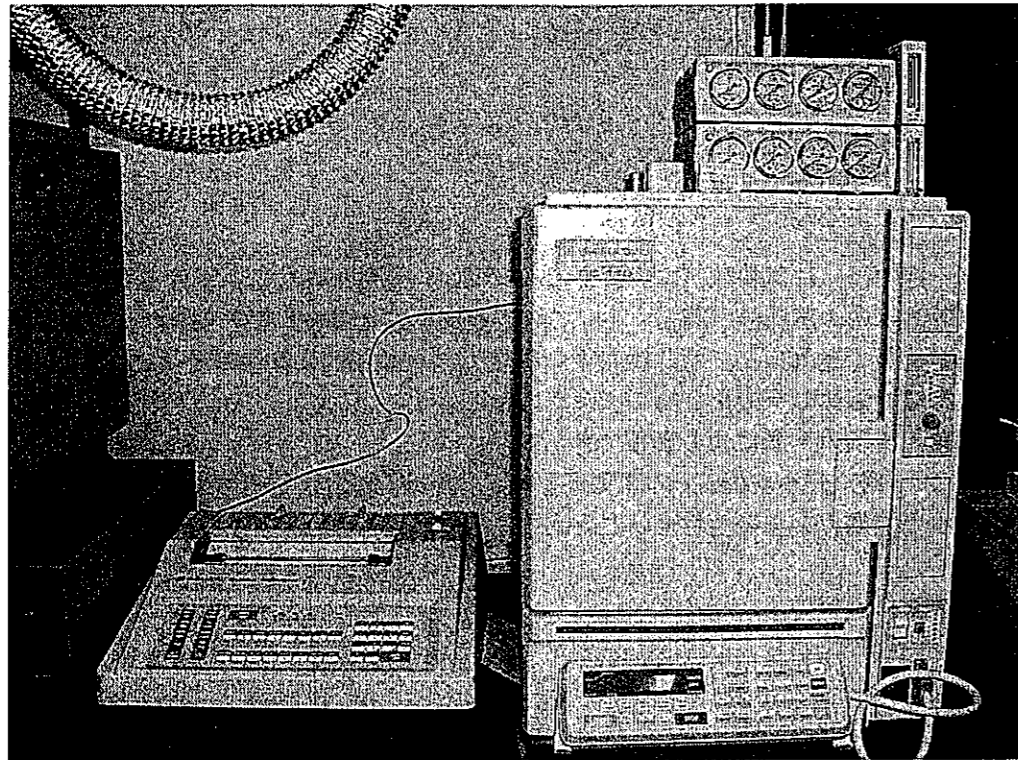
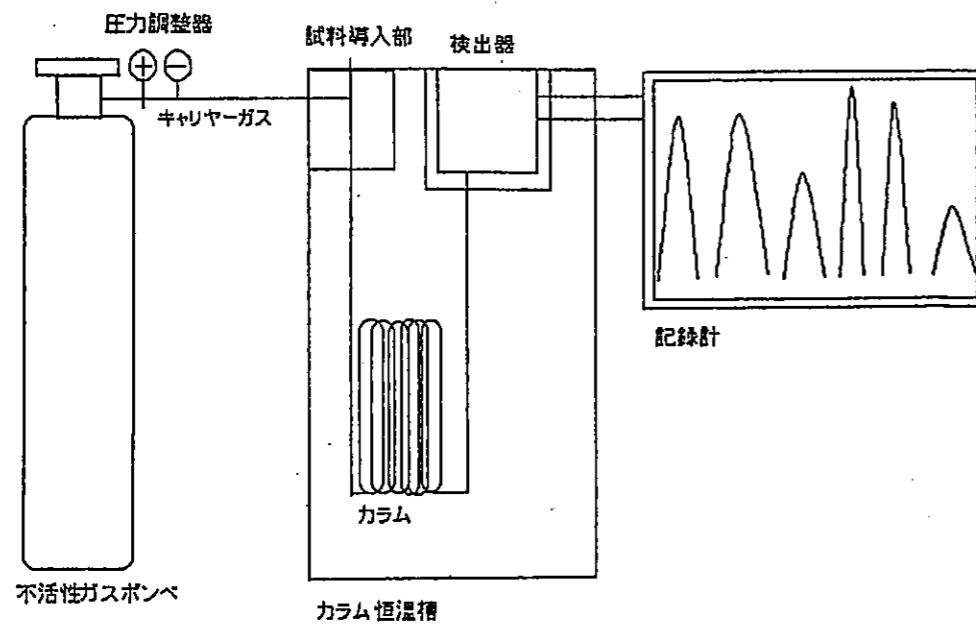


図 1 標準ガス発生系概略図の例



島津ガスクロマトグラフGC14型



ガスクロマトグラフの基本構成図

1.6 ガスクロマトグラフ (FID) の基本操作手順の一例

- (1) キャリヤーガス (窒素) 流量の設定
操作: フローコントローラーの窒素調整つまみで分析条件のキャリヤーガス流量にフローメーターを設定する。
- (2) ガスクロマトグラフ (GC) 本体の電源を入れる。
操作: パワースイッチON後、ヒーター及びFIDスイッチON
- (3) 空気流量の設定※設定済
操作: 空気圧力調整つまみで適切な空気量になるように圧力を設定する。
- (4) 水素流量の設定※設定済
操作: 水素圧力調整つまみで適切な水素量になるように圧力を設定する。
- (5) FIDの点火
操作: IGNITEボタンを押しながら、電子ライターをFID検出器キャップの排気口に近づけて着火する。
- (6) 点火の確認
操作: FID検出器キャップの排気口に鏡や光沢のある金属表面を近づけて、水蒸気が付く事を確認
- (7) ディテクタ (検出器) 温度の設定
操作: GC設定部 (キーユニット) による設定
例) 150°Cに設定する場合
表示:

DET-T	1	5	0	ENT
-------	---	---	---	-----

表示:	DETT	150
-----	------	-----
- (8) インジェクション (気化室) 温度の設定
操作: GC設定部 (キーユニット) による設定
例) 150°Cに設定する場合
表示:

INJ	1	5	0	ENT
-----	---	---	---	-----

表示:	INJT	150
-----	------	-----
- (9) カラム温度の設定
操作: GC設定部 (キーユニット) による設定
例) 90°Cに設定する場合
表示:

COL	INT	9	0	ENT
-----	-----	---	---	-----

表示:	CITP	90
-----	------	----
- (10) ディテクタ (検出部)、インジェクション (気化室)、カラムの温調を開始させる。
操作: GC設定部 (キーユニット) による設定
表示:

START

表示:	**
-----	----
- (11) ディテクタ (検出部) の選択
操作: GC設定部 (キーユニット) による設定
例) DET1に選択する場合
表示:

DET	1	ENT
-----	---	-----

表示:	DETT	1
-----	------	---
- (12) ディテクタ (検出部) の極性 (Polarity) の設定
操作: GC設定部 (キーユニット) による設定
例) 1側のインジェクションポート信号を正方向 (+)
表示:

POL	1	ENT
-----	---	-----

表示:	D1PL1
-----	-------
- (13) ディテクタ (検出部) の感度 (Range) の設定
操作: GC設定部 (キーユニット) による設定
例) 10¹mVに設定する場合
表示:

RANGE	1	ENT
-------	---	-----

表示:	D1RG1
-----	-------

(14) 記録計(クロマトパック)の電源を入れる。

記録計本体のパワースイッチを入れる。

CR8A ; 信号音を確認する。

(15) 入力信号レベルの確認とゼロ点の調整

GCからの入力信号レベルを確認して、 $-1000\mu V$ から $+5000\mu V$ の範囲内にあることを確認する。この範囲外の場合はGC本体のゼロ調整つまみを操作して調整する。(範囲内になるとグリーンのインジケータランプが点灯する)

CR8A キー操作

COMMAND M (FREE) ENTER MONIT

(16) GCの安定確認

しばらく時間を置いてGCが安定(ベースラインを描かせて見ると尚良い)したようであれば、再度、入力信号レベルを確認してみる。(15)での調整値と比べて、おおきく変化が無いようであれば良い。

CR8A キー操作

COMMAND B (PLOT) ENTER

※同じキー操作でベースラインのプロットは停止する。

(17) 記録計の感度(ATTEN)およびチャートスピード(SPEED)を設定する。

今回の実習では、以下の通り設定している。ただし、分析試料のクロマトグラムの状態によって適宜、変更する。

CR8A キー操作

COMMAND 7 (ATTEN) 6 ENTER

COMMAND 8 (SPEED) 2 0 ENTER

(18) ゼロ補正

入力信号レベルをゼロ補正する。この操作は(15)及び(16)操作により、入力信号レベルが $-1000\mu V$ から $+5000\mu V$ の範囲内で調整されており、安定している場合に有効である。

CR8A キー操作

COMMAND N (ZERO) ENTER

(19) 分析の開始・終了

CR8A キー操作

START1・STOP1

日誌付 三浦さん

2. 吸光度分析法によるフッ化水素の濃度測定

2.1 フッ化水素の物性等

フッ化水素 : 分子量 : 20.01g/mol 密度 : 1.166g/ml 管理濃度 3 ppm

2.2 原理及び実習操作の概要

(1) 原理

環境空気中のフッ化水素を水酸化ナトリウム溶液中に捕集したのち、この液のpHを弱酸性に調節する。この溶液にランタン及びアリザリンコンプレクソンを加えて発色させ、赤色溶液中に現れる青色の吸光度を 620nm 付近の波長で測定する。

(2) 実習で行う操作の概要

1組2本で実験台上に準備された、ミゼットインピンジャーに入ったそれぞれの試料液について以下の分析を行う。これは、直列に接続した2本のミゼットインピンジャー(水酸化ナトリウム吸収液10ml入り)にフッ化水素を捕集してフッ化ナトリウム溶液となった試料液である。

各試料液と試料液の濃度範囲を含む標準系列液を作成し、それぞれ5mlずつを試験管に分注する。これらについて発色操作を行い、吸光度をそれぞれ測定する。

標準系列液から調製した発色液中のフッ化物イオンの濃度と吸光度との関係を示す検量線を作成する。

試料液から調製した発色液の吸光度から検量線を用いて試料液中のフッ化物イオンの濃度を求める。

求めた試料液のフッ化物イオン濃度からフッ化水素の質量を求め、試料空気の捕集量を用いて環境空気中のフッ化水素濃度を算出する。

2.3 分析に使用する器具等

(1) 使用器具

- ① 共栓試験管 (10ml×38)
- ② メスフラスコ (10ml×26)
- ③ ホールピペット (0.5ml×2) (1ml×12) (2ml×6)
(2.5ml×2) (3ml×6) (5ml×38)
- ④ メスピペット (1ml×1)
- ⑤ 駒込ピペット (1ml×2) (2ml×2) (5ml×2)
- ⑥ ビーカー (50ml×1, 100ml×1)
- ⑦ ガラス棒 (ポリスマン)
- ⑧ メスシリンダー (50ml×2) (100ml×1)
- ⑨ 共栓メスシリンダー (100ml×1)
- ⑩ 葉さじ
- ⑪ ミクロスパーテル (×2)

(2) 試薬

- ① フッ化ナトリウム溶液
- ② 吸収液 (0.01M 水酸化ナトリウム溶液)
- ③ 水酸化ナトリウム 1% 溶液；⑥ ALC 溶液の調製に使用
- ④ 酢酸；⑤ 緩衝液調製用
- ⑤ 希酢酸；⑥ ALC 溶液の調製に使用
- ⑤ 緩衝液 pH4.7
- ⑥ アリザリンコンプレクソン (ALC) 溶液
- ⑦ 硝酸ランタン (Ⅲ) (六水和物)
- ⑧ アセトン
- ⑨ HF 標準液 (フッ化物イオンとして $3.1 \mu\text{g}/\text{ml}$)

(3) 装置及び器具

- ① 分光光度計一式 (島津 UV-1700 型)
- ② ミゼットインピンジャー
- ③ pH メーター

(4) その他の用具

- ① 安全ピペッター
- ② サインペン
- ③ ラベル

2. 4 吸光光度分析法による試料液中のフッ化物イオン濃度の測定

(1) 試薬調製

2.3(2) 試薬の内、以下のものについては記載の通りに調製を行う。

ただし、本自習では、③、④、⑤のみを調製する。

① 吸収液 (0.01M 水酸化ナトリウム溶液)

水酸化ナトリウム 0.1g を精製水に溶かし、250ml とする。

1F 天秤を用いて、水酸化ナトリウムを薬包紙上で秤量する。250ml 共栓メスシリンダー内で精製水 250ml を用いて溶解させる。(ポリ試験瓶保存)

② 水酸化ナトリウム 1% 溶液

水酸化ナトリウム 0.5g を精製水に溶かし、125ml とする。

1F 天秤を用いて、水酸化ナトリウムを薬包紙上で秤量する。250ml 共栓メスシリンダー内で精製水 125ml を用いて溶解させる。(ポリ試験瓶保存)

③ 緩衝液 pH4.7 : (各班で調製)

1F 天秤を用いて、酢酸ナトリウム 5g を秤量する。これを 50ml ビーカー内で精製水 40ml に溶かし、pH メーターを用いて、駒込ピペットを用いて酢酸を加えてゆき、pH4.7 に調整したあと、これを 50ml メスシリンダーに移して、精製水を加えて、50ml とする。(2 本準備しているラベル付き試験瓶に分けて保存)

④ アリザリンコンプレクソン溶液 : (各班で調製)

1F 天秤を用いて、アリザリンコンプレクソン約 30mg を秤量する。これを 100ml ビーカー内で精製水 10ml と合わせて、水酸化ナトリウム (1%) 溶液を駒込ピペットを用いて、溶液が赤紫色から青紫色に変色するくらいまで滴下し、ガラス棒 (ポリマ) を用いて、すり潰すように混合し、完全に溶解させる。さらにメスシリンダーを用いて、精製水 25ml を加える。これに駒込ピペットを用いて希酢酸を加えてゆき、pH4.7 まで調整すると、溶液は青紫色から赤紫色に戻る。これを 50ml メスシリンダーに移して、駒込ピペットを用いて緩衝液 5ml を加えて、さらに精製水を加えて、50ml に調整する。(2 本準備しているラベル付き試験瓶に分けて保存)

⑤ 硝酸ランタン (Ⅲ) (六水和物) : (各班で調製)

硝酸ランタン 40mg を秤量する。これを 100ml 共栓メスシリンダー内に移して、精製水約 40ml を加えて、に溶かし、緩衝液 6ml を加えたのち、さらに精製水を加え 60ml とする。(2 本準備しているラベル付き試験瓶に分けて保存)

⑥ HF 標準液

イ) 標準原液の調製

フッ化ナトリウム約 170mg を秤量する。(正確な秤量値を求める) これを精製水に溶かして 1L としたものを標準原液とする。

ロ) 標準液 (フッ化物イオンとして $3.1 \mu\text{g}/\text{ml}$)

4.0ml ホールピペットを用いて標準原液 4.0ml をメスフラスコ (100ml) に分取し、吸収液で定容とする。定容する際は、適当な容量の駒込又はメスピペットを用いて正確に標線を合わせる。

(2) 分光光度計の準備操作

本体電源を入れて初期化して、光源等が安定するまで待つ。(約30分程度)

(3) 標準系列液の調製(各人が調製)

2.4(1)⑥ロ HF 標準液を用いて、標準系列液を調製する。10ml メスフラスコを4個準備して、0、1、2、3ml とラベルを作成して各々に貼り付ける。

ラベルに貼り付けてある数字と同じ容量のホールピペットを準備して、HF 標準液を採取して、同じ容量のラベルを貼り付けたメスフラスコ(10ml)に入れる。このため、ラベルネーム 0ml のメスフラスコは標準液を入れないことになる。また、標準系列液のフッ化物イオン濃度は、各人で計算して確認すること。

すべてのメスフラスコに吸収液を入れて定容とする。定容の際は、適当な容量の駒込又はメスピペットを用いて正確に標線を合わせること。

これらを標準系列液とする。

(4) 吸収スペクトル測定用液の調製(各班で調製)

標準系列液の調製と同様の操作で、ラベルネーム 0ml と 3ml と同じ溶液を調製する。これらを吸収スペクトル測定用液とする。

(5) 発色操作

① 共栓試験管(10ml)を38本準備して、それぞれを別々のホールピペット(5ml)を用いて、試料液(ゼットインピッチャー1及び2からの両試料液。各班で6人分計12本)、標準系列液(4本×6人=24本)、吸収スペクトル測定用液(2本)を採取して、試験管に分注する。なお、試験管には、分注前に、それぞれラベルネームを貼り付けておくと良い。

② 分注した溶液に緩衝液 0.5 ml を加えて混合したのち、アリザリンコンプレクソン溶液 1 ml、硝酸ランタン溶液 1 ml を順次、加えて混合し、さらにアセトン 2.5 ml をホールピペットで加えて、栓をして軽く振り混ぜ、20℃~25℃(室温)で30分以上放置する。これをそれぞれの発色液とする。(試薬滴下はホールピペット使用)

※下図3の発色操作(フローチャート)参照
試料液、標準系列液および吸収スペクトル測定用液のうち5mlを共栓試験管(10ml)に分注

← 0.5ml 緩衝液

← 1ml アリザリンコンプレクソン溶液

← 1ml 硝酸ランタン溶液

← 2.5ml アセトン

30分以上放置
(20~25℃)

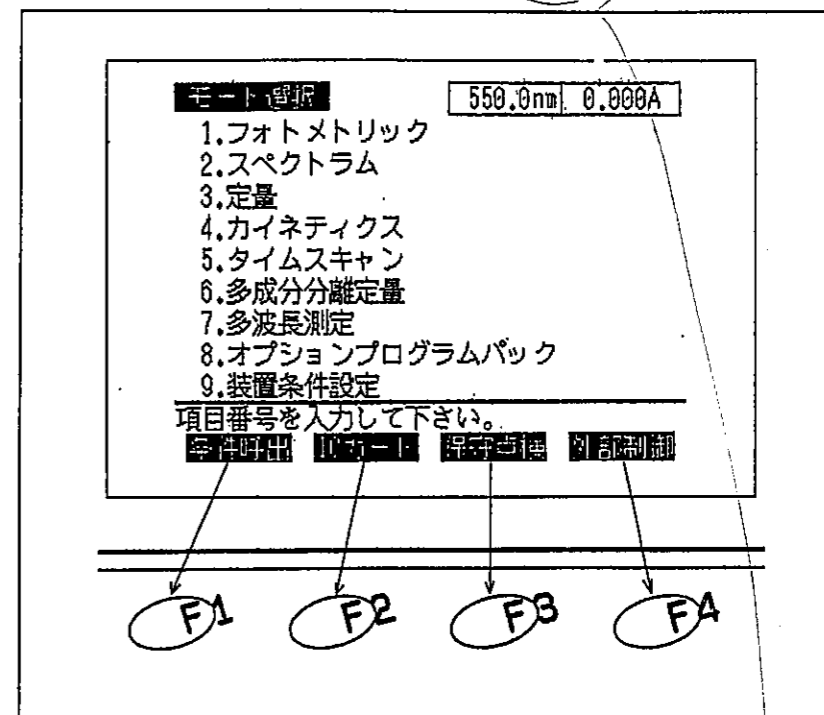
図3 発色操作(フローチャート)

(6) 測定操作—分光光度計の基本操作手順の一例

(6-1) 吸収スペクトルの測定

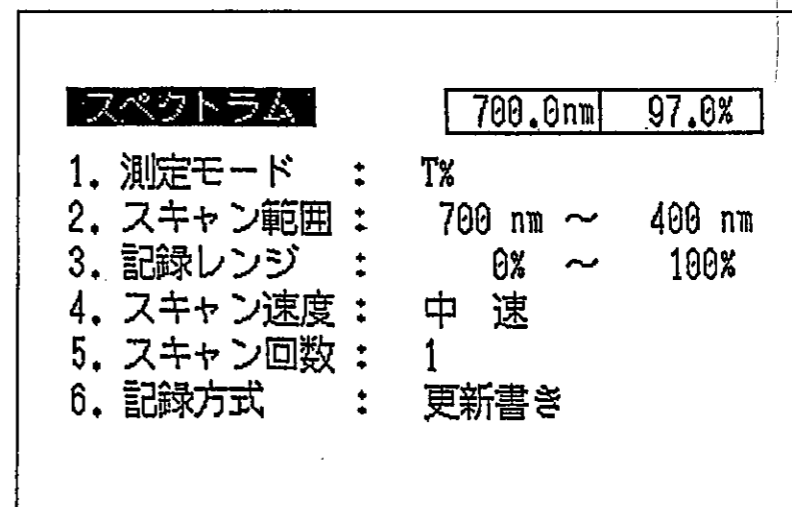
- ① 装置電源を入れると初期画面であるモード選択画面が表示される。暖機時間を置く。
- ② モード選択画面で<2. スペクトラム>を選択し(数字キー「2」を押す)、スペクトラム画面を呼び出す。

モード
選択
画面



- ③ スペクトラム画面で<1. 測定モード>を選択し(数字キー1を押す)、%T(透過率モード)に設定する。同じく、<2. スキャン範囲>を選択(数字キー2を押す)して、700~400nmに設定する。

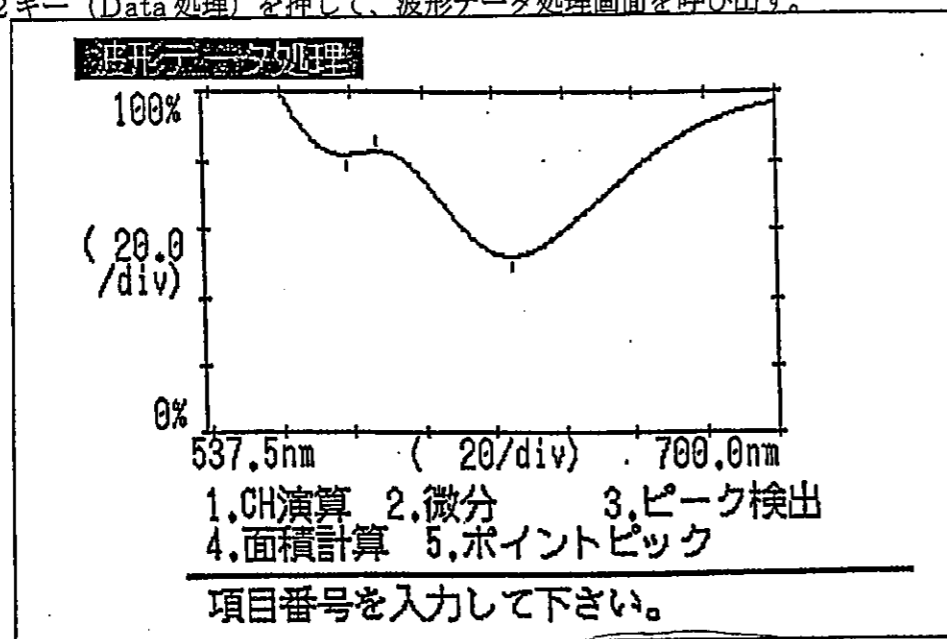
スペ
クト
ラム
画面



- ④ スペクトラム測定用試料のうち、標準液からの発色液をサンプル側(試料室手前側)のセルに、標準液を加えずに発色操作のみを行った試料液(ブランク試料:濃度ゼロ)をリファレンス側(試料室奥側)のセルに、それぞれ入れてセットする。
- ⑤ START/STOPキーを押すとスペクトル図の画面になり、測定が開始される。

⑥ 測定終了後、F2キー (Data処理) を押して、波形データ処理画面を呼び出す。

波形データ処理画面



⑦ <3. ピーク検出>画面を選択し (数字キー3を押す)、さらにバレイ (F4キー) を押して、最大吸収波長を確認する。RETURNキーを3回押して、スペクトラム画面まで戻す。

バレイ検出画面

バレイ検出			
横軸値	T%	横軸値	T%
624.5	52.4		
578.5	82.1		

グラフ Data出力 ピーク

⑧ MODEキーを押して、データ消去 (F3キー) し、モード選択画面に戻す。

データ消去画面

スペクトラム 700.0nm 0.000A

- 測定モード : ABS
- スキャン範囲 : 700 nm ~ 400 nm
- 記録レンジ : 0.00A ~ 0.05A
- データ消去
- 確認
- 実行

データを消去します。
よろしいですか?

(6-2) 吸光度測定

① モード選択画面で<1. フォトメトリック>を選択する (数字キー「1」を押す)。

モード選択画面

04/05/19 10:11:01

モード選択 550.0nm 100.1%

1. フォトメトリック
2. スペクトラム
3. 定量
4. カイネティクス
5. タイムスキャン
6. 多成分分離定量
7. 多波長測定
8. オプションプログラムパック
9. 装置条件設定

項目番号を入力して下さい。
条件呼出 ICカード 保守点検 外部制御

② フォトメトリック画面でGOTO WLキーを押して、測定波長を入力し、ENTERキーを押す。

フォトメトリック画面

フォトメトリック

波長: 624.5 nm

データ: 0.000 ABS

T%/ABS 試料制御 測定画面 条件記憶

③ サンプル側のセルに、検量線用の標準系列液の濃度0 (ブランク試料) を入れてセットし、オートゼロを実行する。以後、サンプル側のセルに試料を入れ替えて吸光度を測定し、記録する。

フォトメトリック

波長: 624.5 nm

データ: 0.047 ABS

T%/ABS 試料制御 測定画面 条件記憶

(7) フッ化物イオンの定量結果 (各自)

- ① 実習レポート p.1 表 1 に測定条件を記入する。
- ② 実習レポート p.1 表 2 に測定結果を記入する。
- ③ 標準系列液中のフッ化物イオンの濃度と、吸光度の関係をグラフ用紙にプロットして検量線を作成する。
- ④ 未知試料液の発色液の吸光度を検量線にあてはめ、発色液中のフッ化物イオンの濃度を決定する。
- ⑤ 求められた発色液中のフッ化物イオンの濃度から捕集液 10ml 中のフッ化物イオンの質量を求め、さらに捕集液 10ml 中のフッ化水素としての質量を求める。
- ⑥ 捕集液 10ml 中のフッ化水素の質量と試料空気の捕集量 (0.5 l/min で 10 分間) とからフッ化水素の環境空气中濃度 (ppm) を計算する。
- ⑦ 実習レポート p.2 表 3 に班内の各人が計算した、フッ化水素の環境空气中濃度 (ppm) を用いて、評価・管理区分の決定を行う。

(8) 後始末 (各班)

- ① ガス捕集装置の配管を外す。
- ② 次の様な操作をして元の状態に戻す。
 - a. ガラス容器の中の液を廃棄する。(所定の容器)
 - b. ガラス器具の洗浄
メスフラスコ、試験管などは洗浄後実験台上の試験管台へ逆にして立てる。
- ③ セルは精製水でよく洗浄し、セル専用容器に入れる。
- ④ ピペットは水道水で洗い、流しのプラスチック筒の中へ先端を上にして入れる。
- ⑤ 実験台上を清掃する。

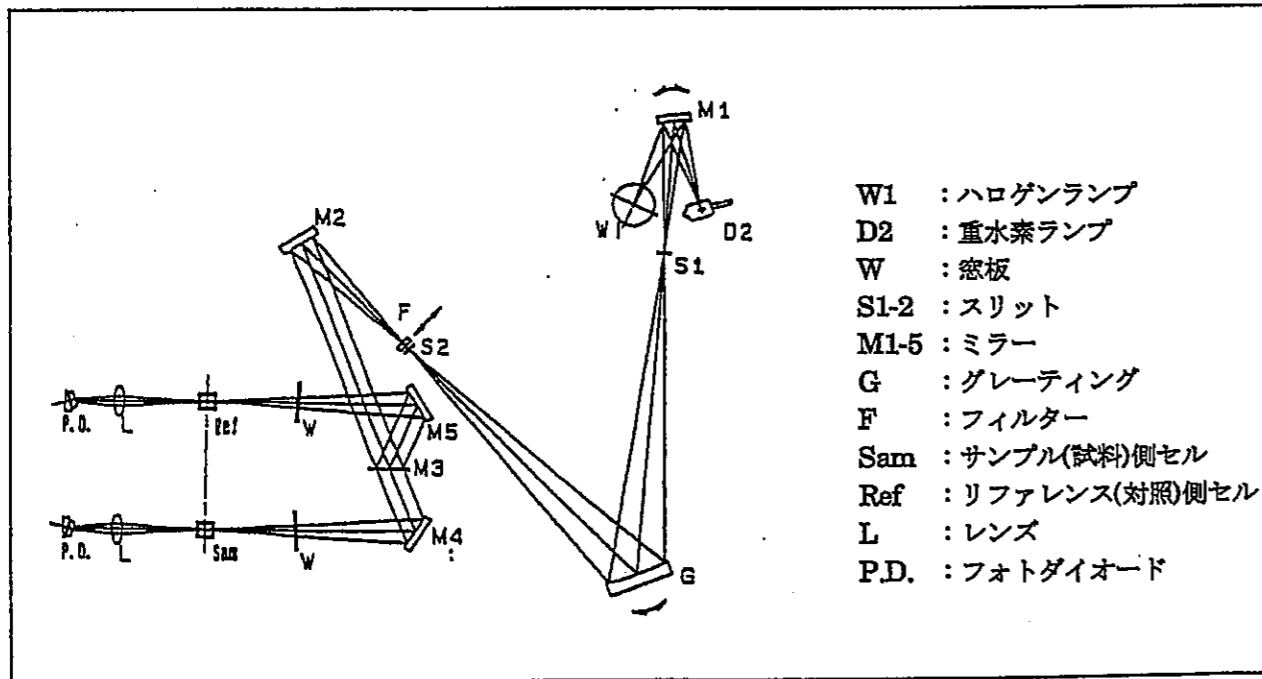


図 2 島津 UV-1700 型分光光度計の光学系統図

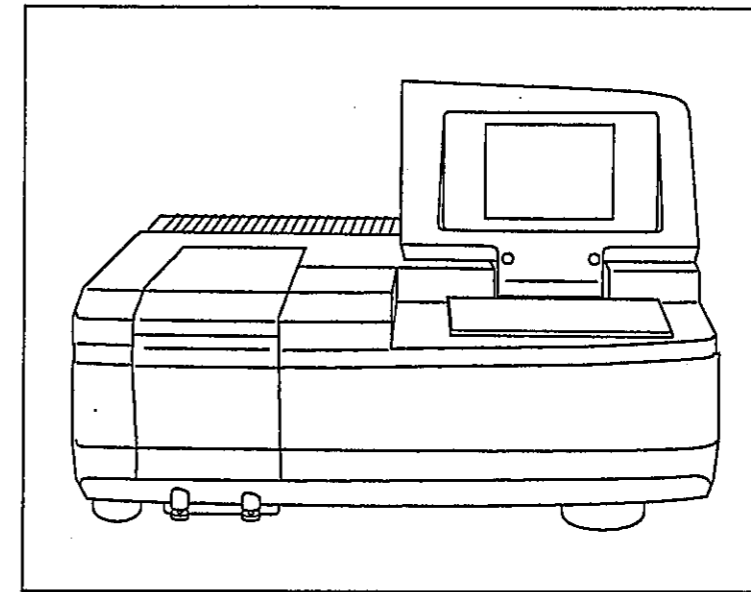


図 3 島津 UV-1700 型分光光度計の概観

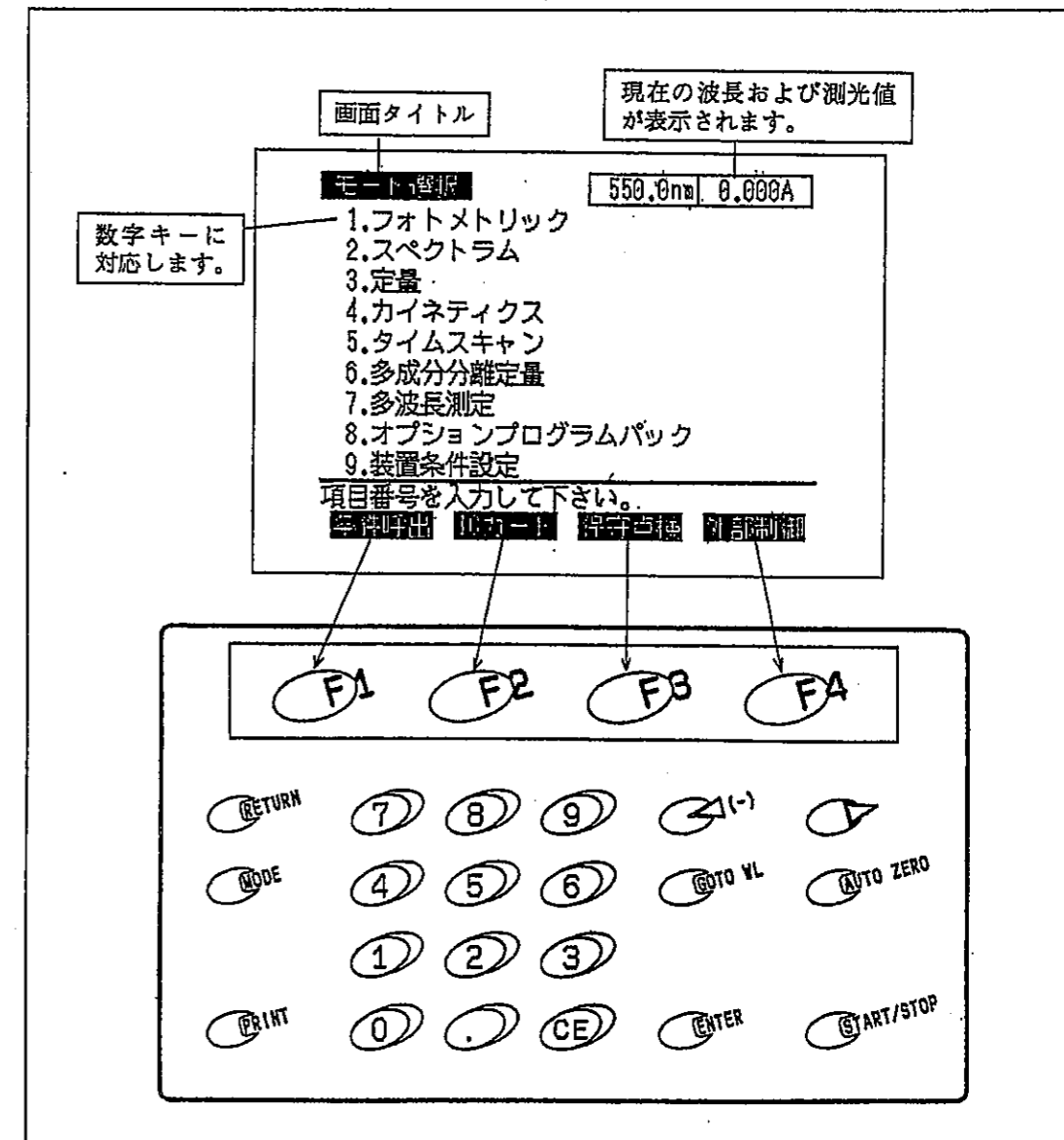


図 4 島津 UV-1700 型分光光度計の画面表示とシートキー

2. 5 液体捕集法によるフッ化水素の捕集 (参考資料)

(1) 使用する装置器具等

- ① ホールピペット (10 ml)
- ② 吸収液 (2.3(2)②の水酸化ナトリウム水溶液)
- ③ ミゼットインピンジャー
- ④ 吸引ポンプ
- ⑤ 流量計
- ⑥ 石鹼膜流量計
- ⑦ ストップウォッチ

(2) 未知試料空気の捕集

- ① ミゼットインピンジャー2本を用意しスタンドに立て、吸収液を10 ml ずつ入れる。(吸収液の標線を確認しておく。)
- ② ミゼットインピンジャー2本、液滴トラップ、吸引ポンプを写真2 サンプルング配管例の様に接続する。
- ③ 未知試料空気の捕集前にサンプルング空気流量の校正を行う。
石鹼膜流量計を吸引口に接続し、吸引ポンプの流量調整ネジをドライバーで調整する。(サンプルング空気流量0.5~1.0 l/minの範囲に設定する。)
- ④ 未知試料空気を10分間捕集する。捕集後、吸収液が蒸発等により減少している場合は初めに確認しておいた標線まで吸収液を追加する。
- ⑤ 捕集後、ミゼットインピンジャーを取り外し、それぞれの吸引口と排気口にキャップをしてスタンドに立てる。

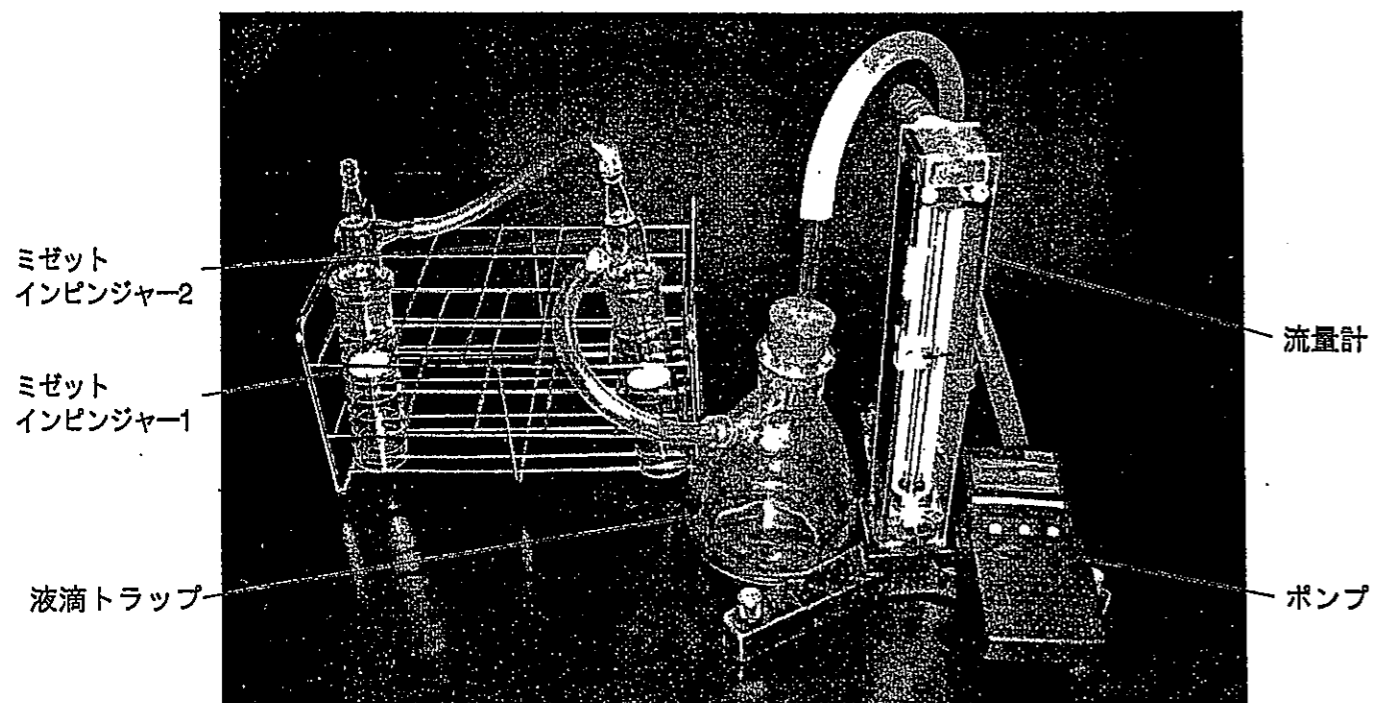


写真2 サンプルング配管例

作業環境測定士登録講習 カリキュラム

(別表3号：特定化学物質)

	第1グループ	第2グループ
9:15	1日目	
9:30	オリエンテーション	
11:30	講義 分析機器取扱い上の注意	
12:30	1. GC分析法によるベンゼンの濃度測定 i. 固体捕集法 (1) 標準ガス発生装置からの固体捕集 (2) 脱着操作	2. 吸光光度分析法によるフッ化水素の濃度測定 i. 液体捕集法 (1) 試料液等の前処理
13:30	昼食・休憩	
17:00	(3) 定量操作 ii. 直接捕集 (1) 標準ガス発生装置からの試料ガス採取 (2) 定量分析 計算とレポート作成	(2) 定量操作 計算とレポート作成
9:30	2日目	
11:30	2. 吸光光度分析法によるフッ化水素の濃度測定	1. GC分析法によるベンゼンの濃度測定
12:30	昼食・休憩	
16:30	計算とレポート作成	計算とレポート作成
17:00	修了試験 (筆記試験(30分)及び実技試験)	

班	2	着席番号	9	氏名	五十嵐 俊彦
---	---	------	---	----	--------

麻生大由記

作業環境測定士登録講習
特定化学物質マニュアル

作業環境測定士登録講習機関

社団法人 日本作業環境測定協会