

目 次

I. 原子吸光光度法による鉛の分析	1
1. 1 分析に使用する器具	1
1. 2 実習の概要	3
1. 3 試料溶液の調製方法	3
1. 4 直説法による測定	4
1. 5 抽出法による測定	5
1. 6 フレーム式原子吸光光度計の基本操作手順の例	7
II. ジフェニルカルバジド吸光光度法によるクロムの分析	15
2. 1 分析に使用する器具等	15
2. 2 実習の概要	16
2. 3 ジフェニルカルバジド吸光光度法	16
2. 4 分光光度計の基本操作手順の例	18

[別冊]

金属実習レポート

I. 原子吸光度法による鉛の分析

Pb (鉛) 管理濃度: 0.1mg/m³ (Pbとして)

1. 1 分析に使用する器具等

(1) 使用器具

- ① グラスファイバーろ紙
- ② 定量用ろ紙 (No. 5 C)
- ③ メスフラスコ (50ml, 100 ml)
- ④ メスピペット (2ml, 5 ml)
- ⑤ ホールピペット (0.5 ml, 1.0 ml, 2.0 ml, 3.0 ml, 25.0ml)
- ⑥ 駒込ピペット (5 ml)
- ⑦ 共栓試験管 (50ml)
- ⑧ ガラス製ブフナーロート
- ⑨ スキナー型分液ロート (100 ml)
- ⑩ 洗浄瓶
- ⑪ ビーカー (100 ml)

(2) 試薬

- ① 2.5M硝酸
- ② 鉛標準液 (10 μg/ml)
鉛標準原液 (1,000 μg/ml) 1.0ml をメスフラスコ (100ml) に取り、精製水で定容とする。
- ③ 酒石酸ナトリウムカリウム溶液 (25%)
酒石酸ナトリウムカリウム (原子吸光分析用) 25 g を取り、50°C 程度の精製水に溶解して全量を 100 ml とする。
- ④ メタクレゾールパープル溶液
m-クレゾールパープル 0.1 g を取り、エタノール約 100 ml に溶解する。
- ⑤ アンモニア水 (28%)
比重 0.9、NH₃ 28% のものを使用する。
- ⑥ 硫酸アンモニウム溶液 (50%)
硫酸アンモニウム (原子吸光分析用) 50 g をとり、50°C 程度の精製水で溶解し、全量を 100 ml とする。
- ⑦ ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム (DDTC) 溶液 (1%)
ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム (原子吸光分析用) 1 g をとり、精製水で溶解し、全量を 100 ml とする。
- ⑧ メチルイソブチルケトン (水飽和)
メチルイソブチルケトン約 500ml に精製水約 30ml を加え攪拌、水で飽和させておく。使用する際には静置し、二層に分離させ上層のみを使う。

鉛標準原液を
蒸留水で
保存液。

(3) 装置及び器具

- ①原子吸光光度計 (フレーム式、電気加熱炉式各一台)
- ②試験管立て
- ③吸引ポンプ (ユニポンプ)
- ④吸引ろ過装置
- ⑤テフロン製ピンセット
- ⑥ガラス棒
- ⑦恒温水槽 (80度で使用できるもの)

(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

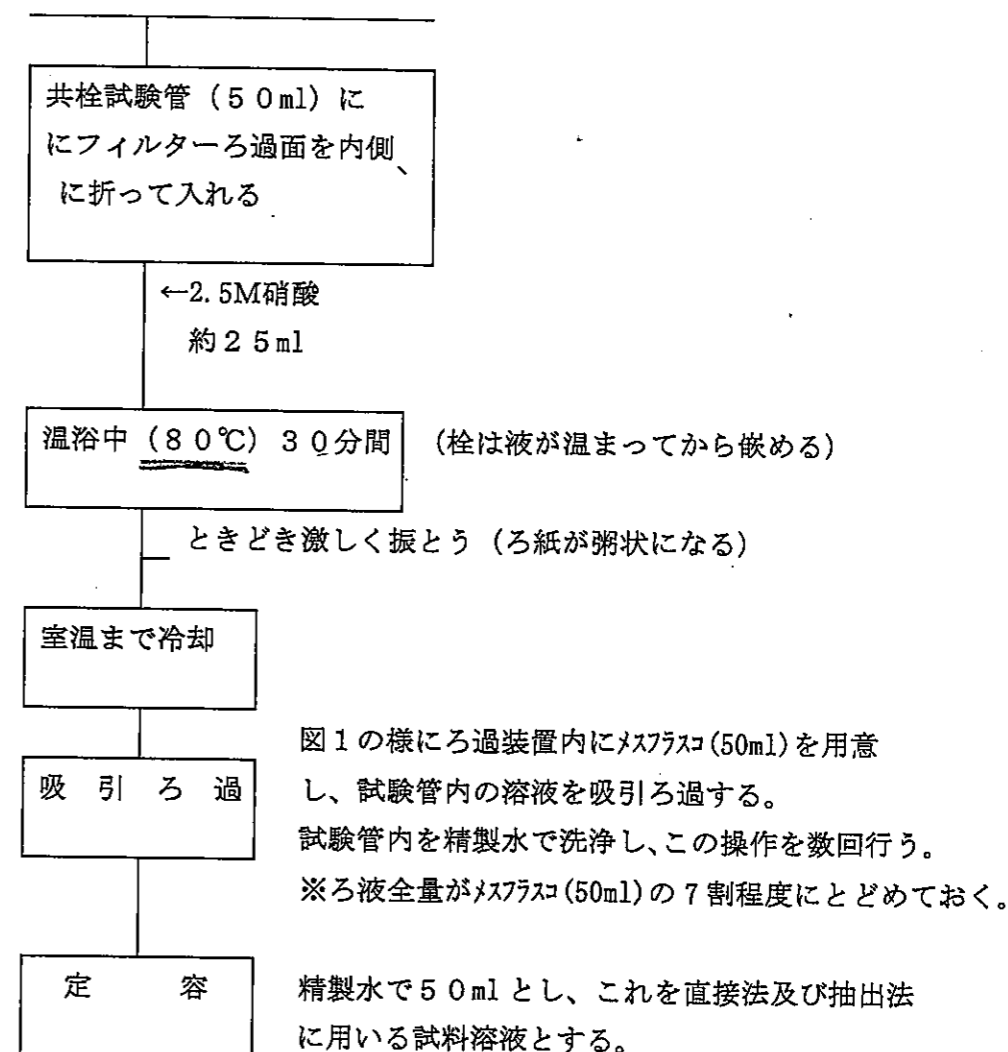
1. 2 実習の概要

ダストチャンバー内の鉛粉じんをローボリュームエアサンプラーを用いてグラスファイバーフィルターに捕集する。一吸引流量30 L/minで10分間捕集した。

2.5M硝酸に溶解し、定容としたものを試料溶液とし、これを直接、原子吸光光度計に噴霧し一分析波長217nm、試料中の鉛を測定する(直接法)。さらに試料溶液の一定量を分取し、鉛をDTC錯体として有機溶媒に抽出した後、有機層中の鉛を原子吸光光度法一分析波長283.3nmで測定する(抽出法)。直接法及び抽出法により作成した検量線より、試料溶液の鉛濃度を求め、環境空气中の鉛濃度を算出する。

1. 3 直接法・有機溶媒抽出分析用 鉛試料溶液の調製方法

ろ紙試料(サンプリング済及びブランクフィルター)の前処理



1. 4 直接法による測定

(1) 鉛標準系列液

1.1(2)②の鉛標準液 (10 μ g/ml) 0ml、0.5ml、1.0ml、2.0ml、3.0ml をそれぞれ別のメスフラスコ (10ml) に分取し、2.5M硝酸を5ml 加えた後、精製水で定容とする。

(2) フレーム式原子吸光度法による分析

a. (1)で調製した鉛標準系列液及び1.3の試料溶液をp7の1.6フレーム式原子吸光度計の基本操作手順の例に従って分析する。

ただし、分析波長は217nmで行う。

b. 測定結果の記録

- ・レポート用紙 頁1表1に測定条件を記入する。
- ・レポート用紙 頁1表2に測定結果を記入する。
- ・標準系列液の鉛濃度と、吸光度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。
- ・試料溶液の吸光度を検量線にあてはめ、試料溶液の鉛濃度を決定する。
- ・ろ紙上に捕集された鉛全量を試料溶液中の鉛濃度から求め、次いで、試料吸引空気量を基にして環境空气中の鉛濃度を求める。

1. 5 抽出法による測定

(1) 鉛標準系列液

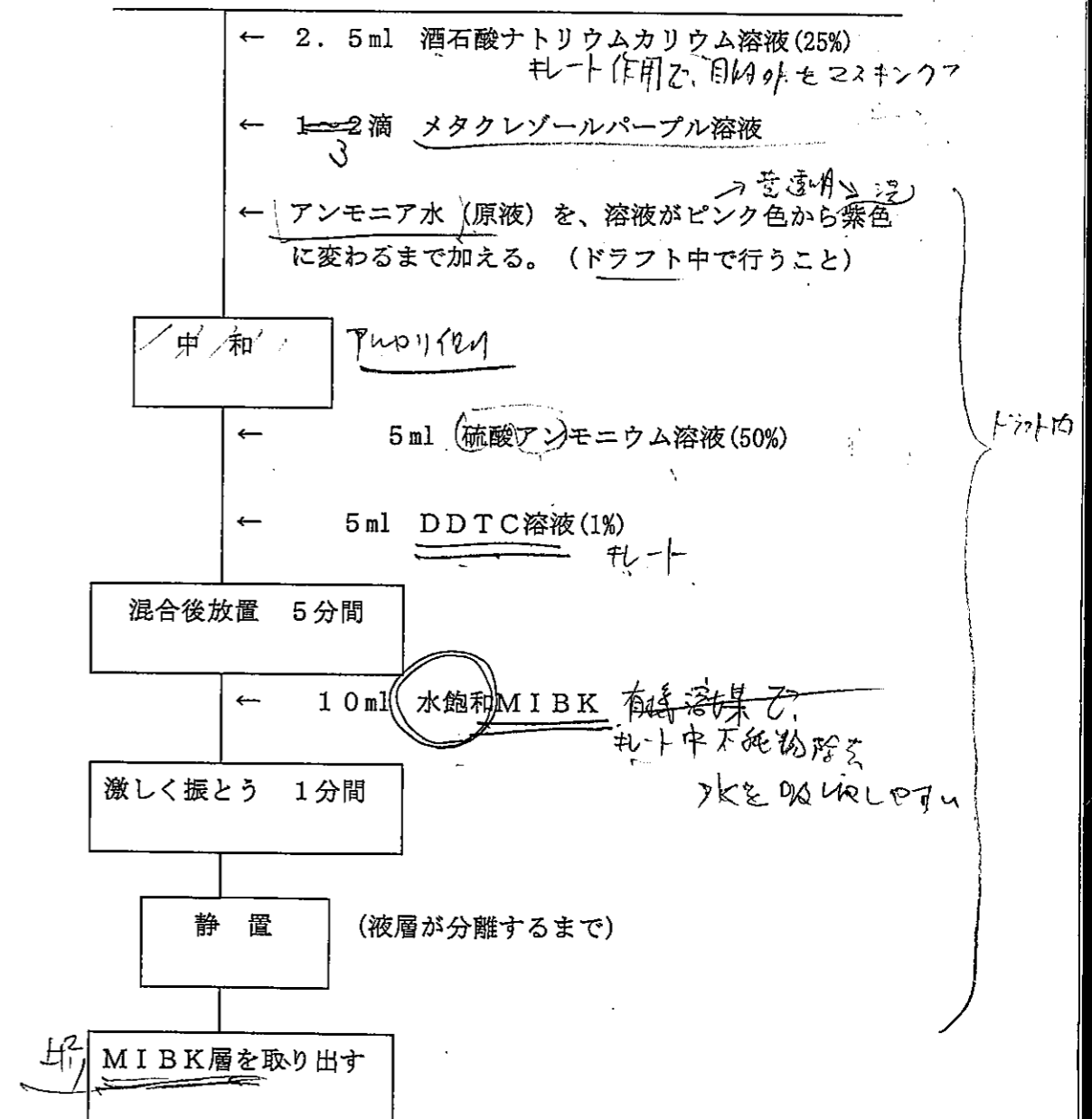
1.1(2)②の鉛標準液 (10 μ g/ml) 0ml、0.5ml、1.0ml、2.0ml、3.0ml をそれぞれ別々の分液ロートに分取し、2.5M硝酸5mlを加え、精製水ですべての内容量を約25mlとする。

(2) 試料溶液の作成

p3 1.3で作成した試料溶液 (50mlメスフラスコ中) をそれぞれ別々の分液ロートにホールピペットを用いて25mlずつ分取する。

(3) 溶媒抽出 (以下フチャート参照)

(1)鉛標準液及び(2)試料溶液の抽出操作 (分液ロート内で行う。)



(4) フレーム式原子吸光光度法による分析

a. (3)のMI BK層をp. 7の1.6 フレーム式原子吸光光度計の基本操作手順の例に従って分析する。

ただし、分析波長は283.3 nmで行う。

b. 測定結果の記録

- ・レポート用紙の頁2表3に測定条件を記入する。
- ・レポート用紙の頁2表4に測定結果を記入する。
- ・標準系列液の鉛濃度と、ピーク高さの関係をグラフ用紙にプロットして検量線を作成する。
- ・試料溶液のピーク高さを検量線にあてはめ、試料溶液の鉛濃度を決定する。
- ・ろ紙上に捕集された鉛全量を試料溶液中の鉛濃度から求め、次いで、試料吸引空気量を基にして環境空気中の鉛濃度を求める。

1.6 フレーム式原子吸光光度計(日立 A-2000 型)の基本操作手順の例

各項目の操作手順中の図・写真を参照のうえ、実際に操作又は確認をします。

1. 準備操作

(1) 本体及び周辺付属装置の電源を入れる。

① 本体電源：ロッカー型で装置前面の左上部にある。“I”に設定してシステムを起動し、初期化される。緑の表示灯が点灯している。

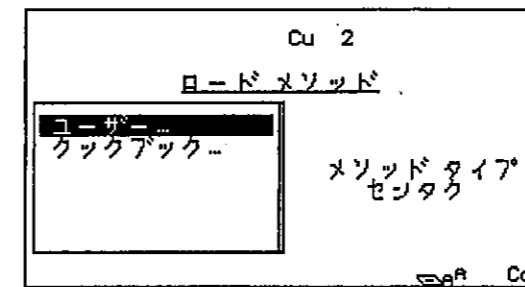
② 周辺装置

○ アセチレンボンベ：元栓は開けている。壁際の橙色の圧力ゲージが約75kpa (約0.7kg/cm²程度)であることを目視にて確認する。

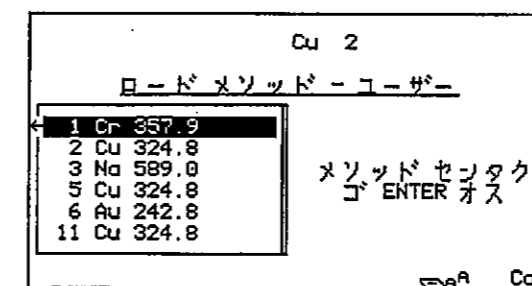
○ エアコンプレッサー：電源ON

(2) 初期化された後、本体右上部のディスプレイにロードメソッド画面が表示されている。

① ユーザー測定法を選択する。：Load method キーを押して、“ユーザー”を選択する。



② 使用する測定法(本実習では鉛 p. b 217 または 283.3)を選択する。



2. 測定法の設定

(1) 装置条件の設定

Inst. Params キーを押し、以下の設定状況を確認する。

Cu 2	
ジョウケン	
ソウチモード	キョウコウド
ランプイチ	1
デンリュウチ	3.4 mA
スタンプイ	ハイ
D ₂ ホセイ	エア/C ₂ H ₂
ガスタイプ	直接法: 217.0nm 又は有機溶媒抽出法: 283.3nm
スリット	1.0 nm

- ① ソウチモード: “キョウコウド”
- ② ランプイチ: “ 1 ”
- ③ デンリュウチ: “ 3.4 ” mA
- ④ D₂ホセイ: “ ハイ ”
- ⑤ ガスタイプ: “ エア/C₂H₂ ”
- ⑥ ハチョウ: “ 直接法: 217.0nm 又は有機溶媒抽出法: 283.3nm ”
- ⑦ スリット: “ 1.0 ” nm

(2) 測定条件の設定

OPTIONS キーを押し、以下の設定状況を確認する。

Cu 2	
オプショ	
ソクテイモード	セキブン
SIPS-10...	FR-DMT
リアルポート	クリカエシ
ゲッゴ	

- ① ソクテイモード: “ セキブン ”
- MEASURE PARAMS キーを押し、以下の設定状況を確認する。
- ① ツギノサンプル: “ 数値 ” 例: 自分のサンプルNo.
 - ② バッチナンバー: “ 数値 ” 例: 班No.
 - ③ タチアガリ: “ 3.0 ” sec
 - ④ ソクテイジカン: “ 3.0 ” sec
 - ⑤ クリカエシを: “ 3 ” 回

(3) 検量線情報の入力

CALIBRATE キーを押し、以下のパラメーターを設定する。

Cu# 2			
スタンダード	ノウド	Value	Reslope
0	0	0.010	
1			
2			
*3			
4			
5	5.00		

ジョウスウテン 0.3 ケタ

- ① ノウドの“スタンダード1~n”に調整した、標準液の濃度を入力する。

(4) 測定法の保存

Inst. Params キーを押し、以下のパラメーターを設定する。

Cu#	
ジョウケン	
D ₂ ホセイ	1
ガスタイプ	2
ハチョウ	3
ソクテイ	4
スリット	5
メソッドホゾン	6

- ① メソッドホゾンを選択し、Enter キーを押す。
- ② 未使用の保存番号または上書きする保存番号を選択して、Enter キーを押す。

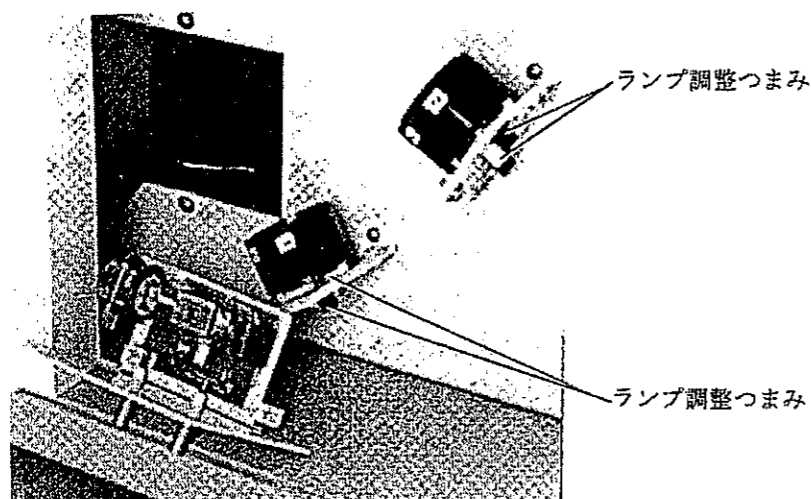
3. ハードウェアの設定

(1) ランプ位置の調整

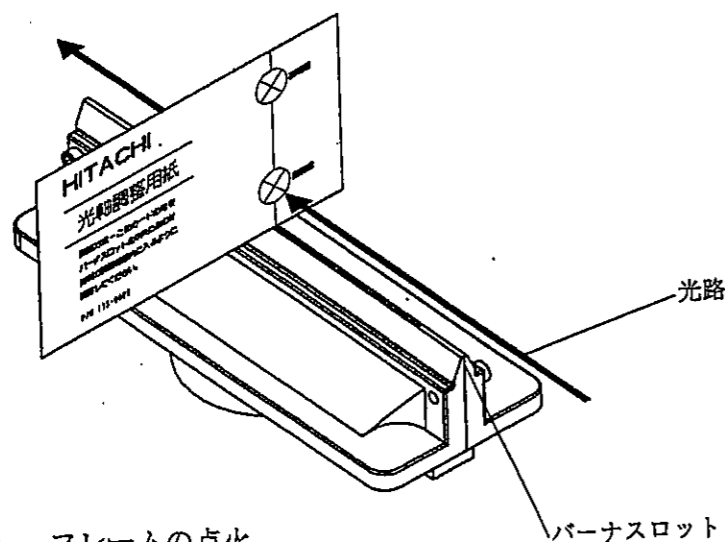
- ① ランプをウォーミングアップする(約15分)。実習では、ウォーミングアップは済んでいるので、光路に障害物等が無いことを確認のうえ、Optimize キーを押すとサイテキカ画面になる。

0.942 Cu#	
サイテキカ	
HC ランプ	リスケール
D ₂ ランプ	ENTER
ジグナル	
ゲイン = 46.4 %	

- ③ カーソルをHCランプ位置にして、Enterキーを押して、HCランプを選択する。ディスプレイ上のシグナルバーを確認しながら、信号が最大になるように、ランプ調整つまみの一方を回す。信号が最大の位置でEnterキーを押す。



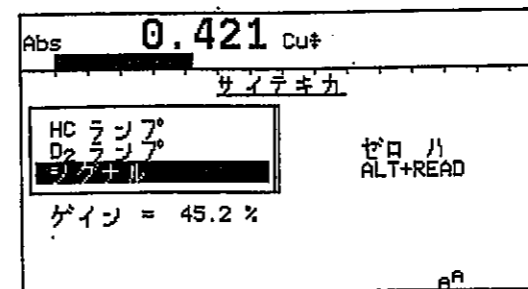
- ④ もう一方のランプ調整つまみを回して、③手順同様に操作する。
- (2) バーナーの位置調整
- ① 備え付けのバーナークリーニング・光軸調整用紙を使って光路について、以下の点を確認する。
- バーナースロットの中ほどに置き、垂線をバーナースロット中心に合わせて、光線が調整範囲(X印)に入ること。
 - 用紙をバーナースロットの両端に置いてみて、スロットが光路に対して平行であることも確認する。
- 異常が認められた場合は、バーナー位置の調整を行う。



- (3) フレームの点火
- ドレインポットに適当な溶媒が入っている事を確認する。
 - フレーム点火ボタン(装置左側の黒いボタン)を押しながら、アセチレンガス供給バルブを点火するまで開く。火が着いたら、点火ボタンを離す。
 - フレームが安定したら、適切な燃料ガス流量に調整する。 $\left\{ \begin{array}{l} \text{適当 } 1.0 \\ \text{抽出 } 0.5 \end{array} \right.$
 - 試料を吸引させるまでは、測定試料の溶媒を吸引させておく。

- (4) フレーム信号の最適化

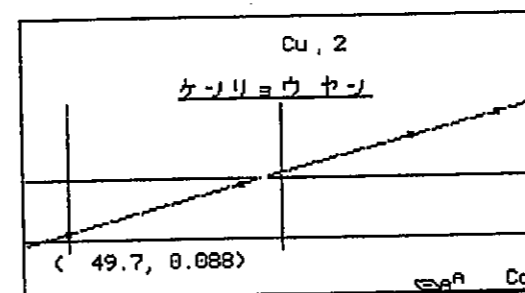
- Optimizeキーを押し、“シグナル”を選択する。
- ブランク試料(検量線の濃度0)を吸引して、Altキーを押しながらReadキーを押してオートゼロを実行する。



4. 測定操作

- (1) 検量線の作成

- Calibrateキーを押し、以下のパラメーターを設定する。
- カーソルを“ノウド0”に移動させて、ブランク試料を吸引してReadキーを押して、吸光度を記録する。
- 順次、カーソルを測定する標準試料No.にフィールドに移動させて、標準試料を吸引してReadキーを押して、吸光度を記録する。Alt+Calibrateキーで検量線が表示される。



- (2) 未知試料の測定

- Resultsキーを押す。ケッカ画面が表示される。
- カーソルキーを押すと、次の測定する未知試料(画面表示で反転している)番号が表示されるので、そのまま該当する未知試料を吸引して、Readキーを押す。
- ケッカ画面に表示された、吸光度を記録する。
- その他の未知試料についても③同様の操作を繰り返す。

5. 分析の終了

(1) 分析が終了したら、0.1%中性洗剤(TritonX-100等)を10分程度吸引させて、バーナーチャンバ/噴霧部を洗浄し、その後に純水を吸引させる。ただし、有機物を使用した場合は、その都度、分解洗浄をする。その他、バーナー部、アトマイザー部等の洗浄も適宜実施して保守を行う。(詳細は機器取り扱い説明書に従い、保守・点検を実施する)

(2) フレームの消火

装置左側の赤いフレーム消火ボタンを押して、消火する。アセチレン供給バルブを閉じる。

(3) 装置の停止

- ① 電源を切る。
- ② 圧力調整器のバルブおよびガスボンベの元栓を閉めてガス供給を遮断する。
- ③ 廃液容器を空にする。
- ④ エアコンプレッサーを停止させる。(詳細は取り扱い説明書に従い、操作する)
- ⑤ 排気ファンを停止させて終了。

装置概要

A-1000/A-2000形の装置概要を示します。

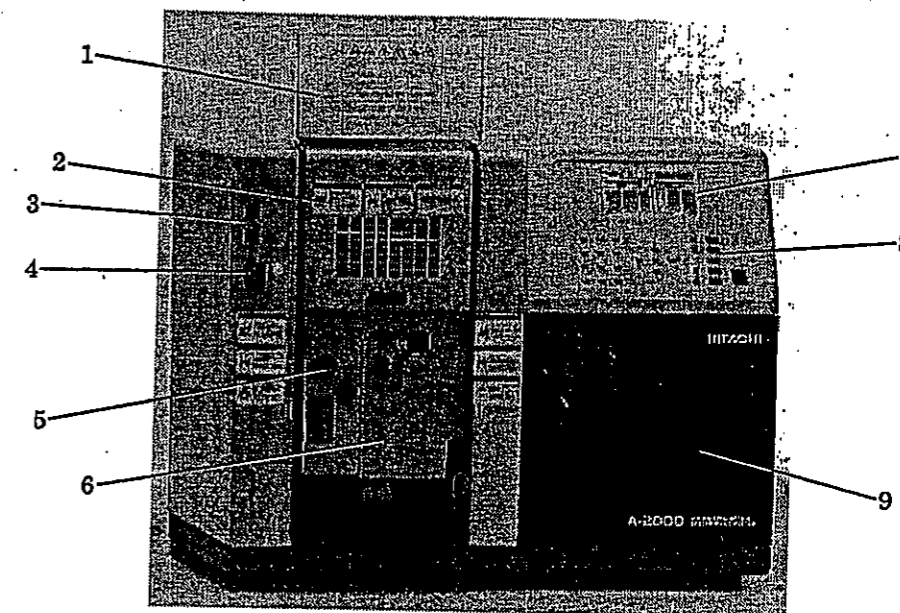


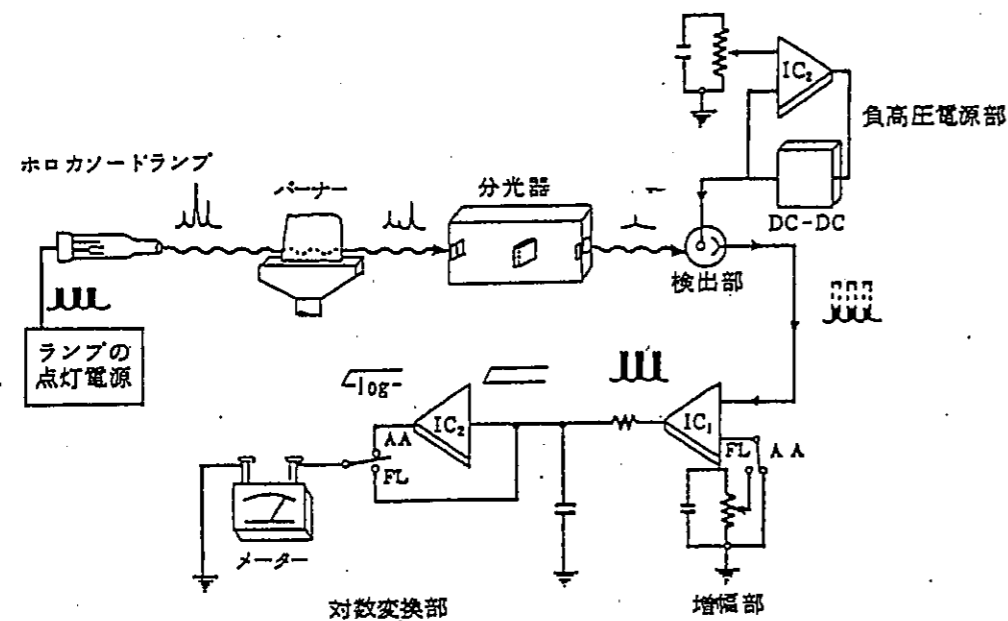
図1-1 A-1000/A-2000原子吸光度計の前面図

- | | |
|--------------------|---------------|
| 1. 煙突 | 2. バーナー室扉 |
| 3. フレーム点火/消火ボタン | 4. 電源スイッチ |
| 5. バーナー操作つまみ、ガス制御部 | 6. バーナー室前面パネル |
| 7. ディスプレイ (LCD) | 8. 操作キー |
| 9. ランプ室 | |

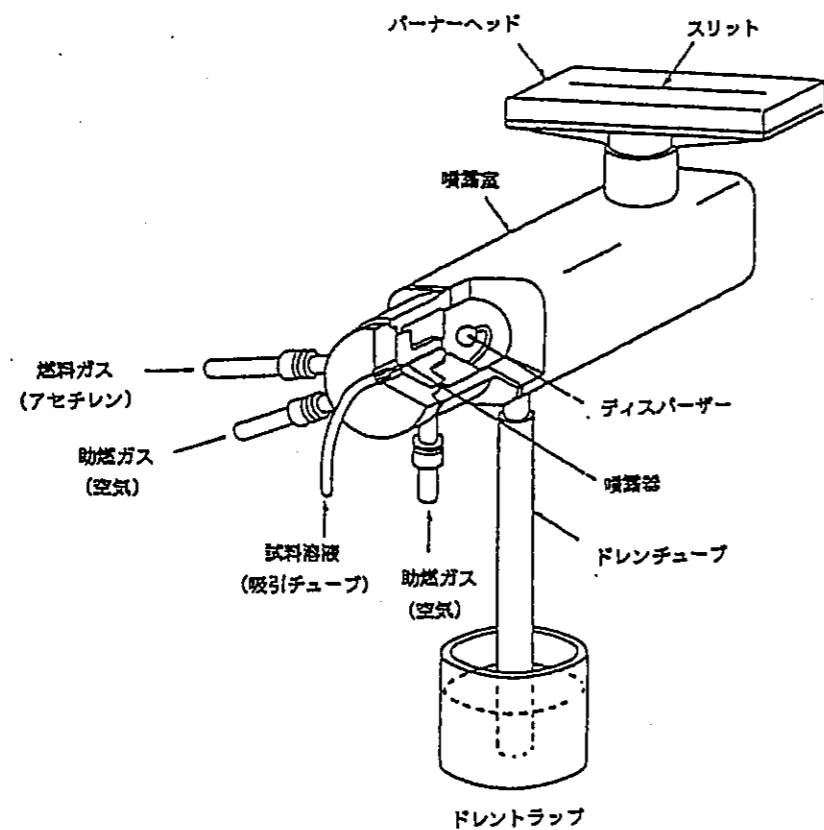
ランプ室

ランプ室は、装置右側のランプ室扉の後ろにあります。ランプ室にはホローカソードランプ用のランプソケットが2個あります。ランプの選択はソフトウェアにより自動的に行われます。

D₂ランプ室は、ランプ室内の左下にあり、D₂ランプ室扉を開けるとD₂ランプが消灯します。



フレイム原子吸光光度分析装置の構成例



フレイム原子吸光光度計のバーナー部の例

II. ジフェニルカルバジド吸光光度法によるクロムの分析

Cr (クロム) 管理濃度: 0.05 mg/m^3 (Crとして)

2. 1 分析に使用する器具等

(1) 使用器具

- ① ミゼットインピンジャー (12本)
- ② メスフラスコ (25ml×36、100ml×3)
- ③ メスピペット (1ml×2)
- ④ ホールピペット (1ml×10、2ml×7、5ml×6、10ml×1)
- ⑤ 駒込ピペット (1ml×2、2ml×2、5ml×2、10ml×2)
- ⑥ ガラスロート (12個)
- ⑦ ビーカー (50ml×3)
- ⑧ メートルグラス (20ml×1)
- ⑨ メスシリンダー (100ml×1)
- ⑩ 葉さじ

(2) 試薬(以下のとおり調製する。①、②はドラフト内で操作)

① 1.25M硫酸

共栓メスシリンダーで精製水 180ml を取り、試薬瓶に入れる。そこにメートルグラスに取った 95%硫酸 15ml を、徐々に加えて混合する。

② ジフェニルカルバジド溶液

ジフェニルカルバジド 250mg を秤り、メスフラスコ (100ml) に入れて、アセトンで定容とする。

③ クロム標準液 ($2 \mu\text{g/ml}$)

クロム標準原液 ($1000 \mu\text{g/ml}$) 2.0ml をメスフラスコ (100ml) に取り、精製水で定容とした後、この溶液 10.0ml をメスフラスコ (100ml) に取り、精製水で定容する。

(3) 装置及び器具

- ① 分光光度計一式 (島津 UV-1700 型)

(4) その他の用具

- ① 試験管立て
- ② 安全ピペッター
- ③ サインペン
- ④ ラベル

2. 2 実習の概要

環気中のクロム化合物を、精製水を捕集液としてミゼットインピンジャーに捕集する。本実習では、吸引流量 3.0 L/min で 10 分間捕集してある、ミゼットインピンジャー中の捕集液を硫酸酸性下でジフェニルカルバジド溶液を加えて赤紫色に発色させ、540nm 付近の波長で吸光度を測定する。

2. 3 ジフェニルカルバジド吸光光度法

(1) 試薬の調製

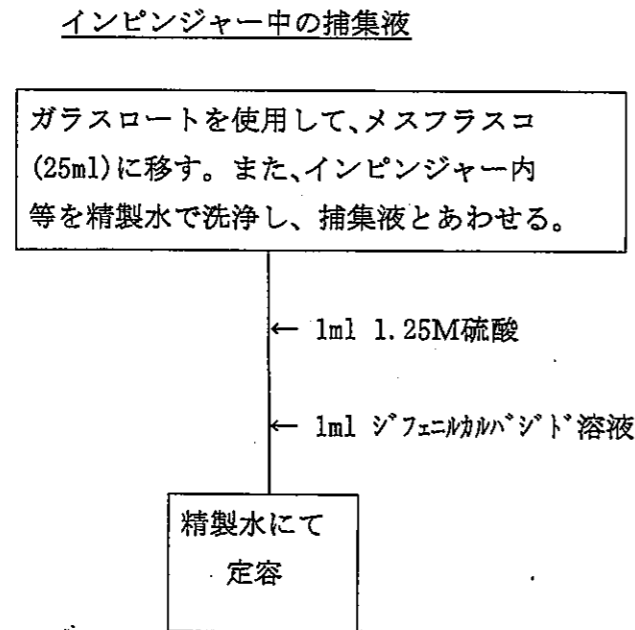
2. 1 (2) 試薬のとおり調製をして、実験台上に準備された試薬瓶に保存する。

(同じラベルネームの試薬瓶を 2 本用意してあるので、調製した試薬を分注して使う)

(2) 試料溶液の発色

発色試薬は、1ml ホールピペットを使用して入れる。

精製水にて定容する際は、洗びんで直接行っても良いが、場合によっては、準備されている、50ml ビーカーに精製水を移して、適当な容量の駒込又はメスピペットを用いて、定容すると良い。



(3) 標準系列液の発色(各人で調整)

2. 1 (2) ③のクロム標準液 ($2 \mu\text{g/ml}$) を用いて標準系列液を調整する。25ml メスフラスコを 4 個準備して、0ml、1.0ml、2.0ml、5.0ml とラベルを作成して各々に貼り付ける。

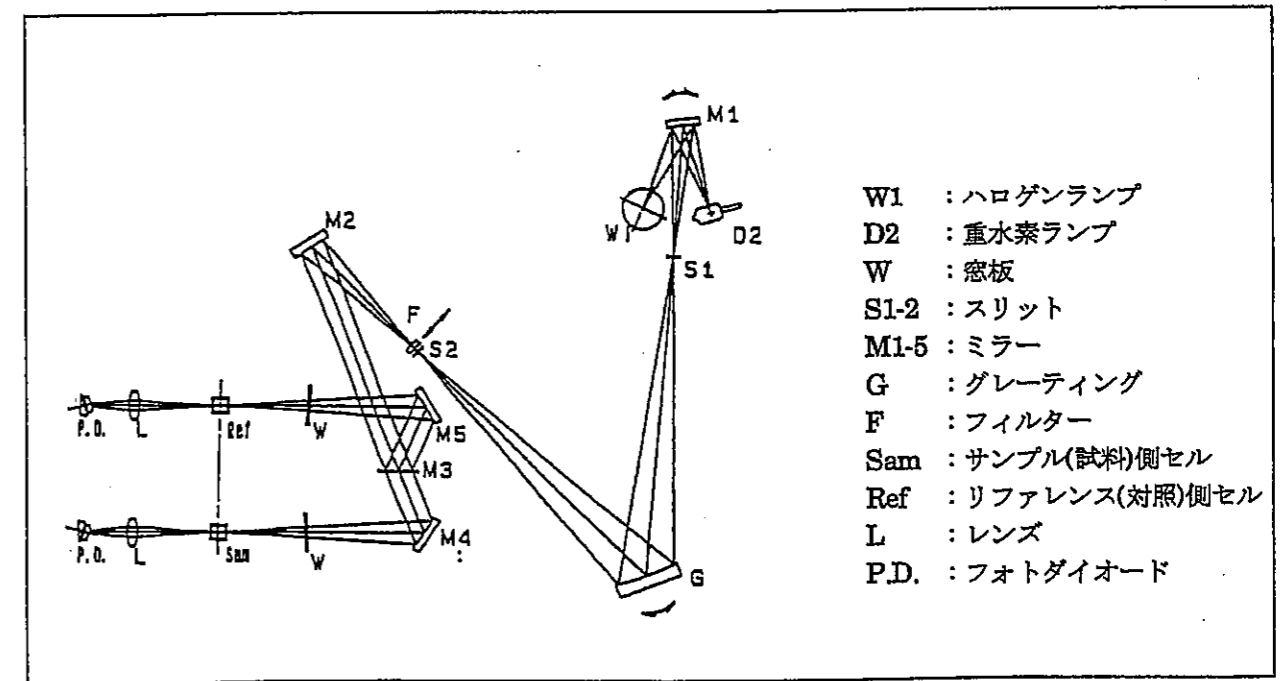
ラベルに貼り付けてある数字と同じ容量のホールピペットを準備して、クロム標準を採取して、同じ容量のラベルを貼り付けた 25ml メスフラスコに入れる。このため、ラベルネーム 0ml のメスフラスコは、標準液を入れないことになる。以下(2)試料溶液の発色と同様の定量操作を行ない、標準系列液とする。

(4) 吸収スペクトルの測定及び吸光光度測定

p 18 分光光度計の基本操作手順の一例に従って分析をする。

(5) 測定結果の記録

- ・レポート用紙 頁 3 表 5 に測定条件を記入する。
- ・レポート用紙 頁 5 表 6. 1 及び表 6. 2 に測定結果を記入する。
- ・発色液中のクロム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。
- ・発色液(試料)の吸光度を検量線にあてはめ、発色液(試料)中のクロム濃度を読み取る。それより捕集液 5ml 中のクロム質量を求める。
- ・捕集液 5ml 中のクロム質量、試料吸引空気量から環気中のクロム濃度を求める。
- ・レポート用紙 頁 4 IV 表に評価結果を記入する。

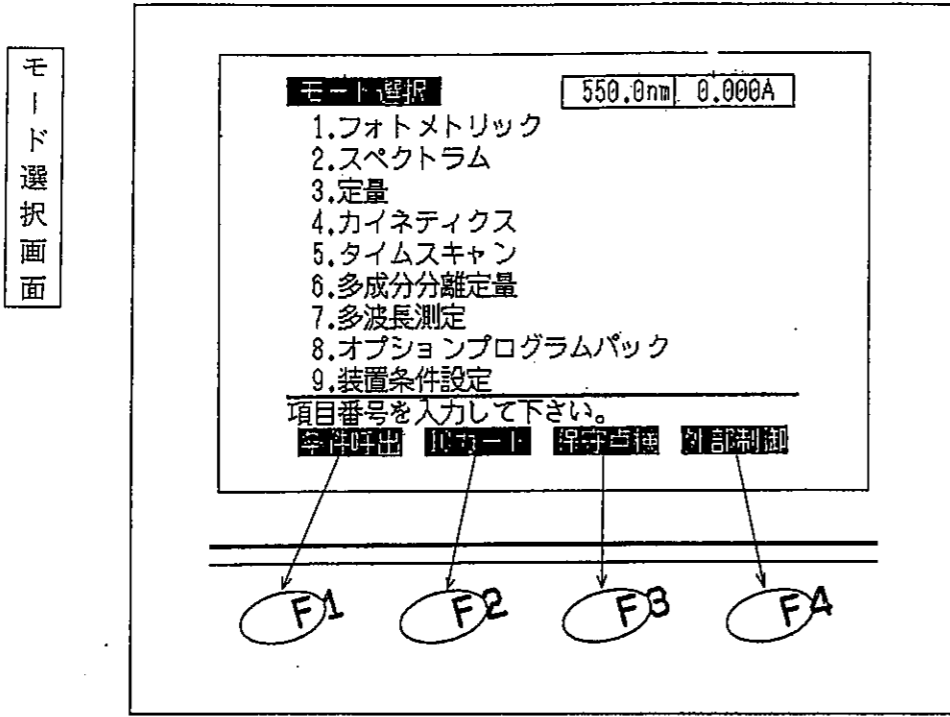


島津 UV-1700 型分光光度計の光学系統図

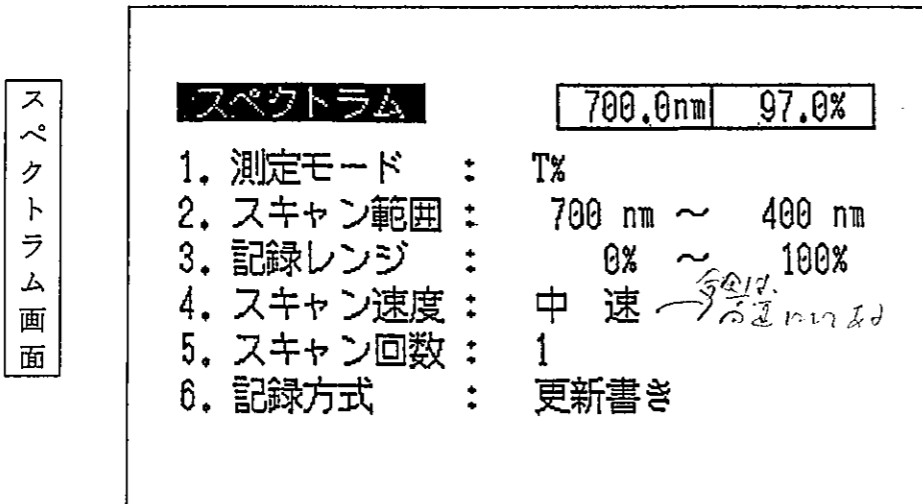
(6) 測定操作—分光光度計の基本操作手順の一例

(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。



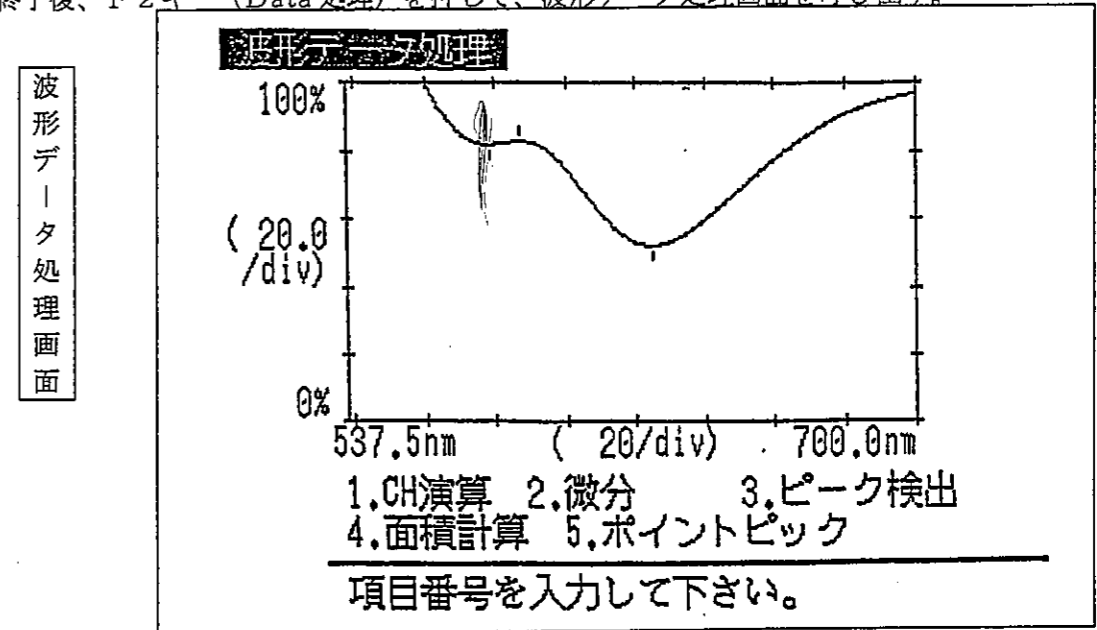
- ③ スペクトラム画面で<1. 測定モード>を選択し(数字キー1を押す)、%T(透過率モード)に設定する。同じく、<2. スキャン範囲>を選択(数字キー2を押す)して、700~400nmに設定する。



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(試料室手前側)のセルに精製水をリファレンス側(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。



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

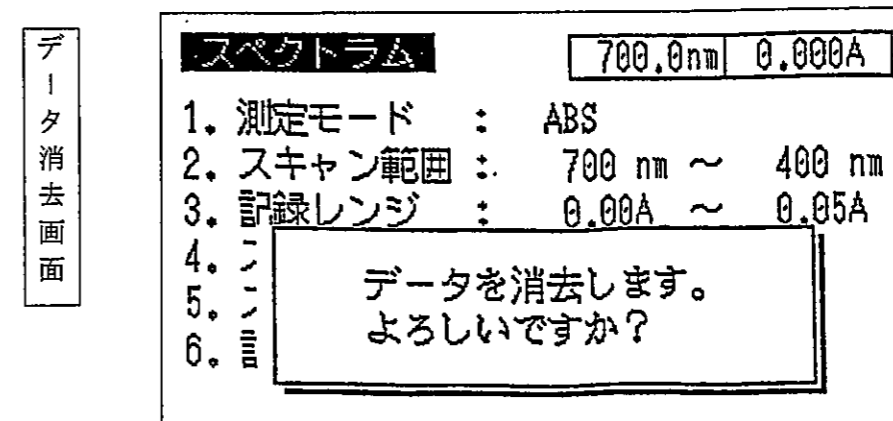
バレイ検出

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

SF3 47.3

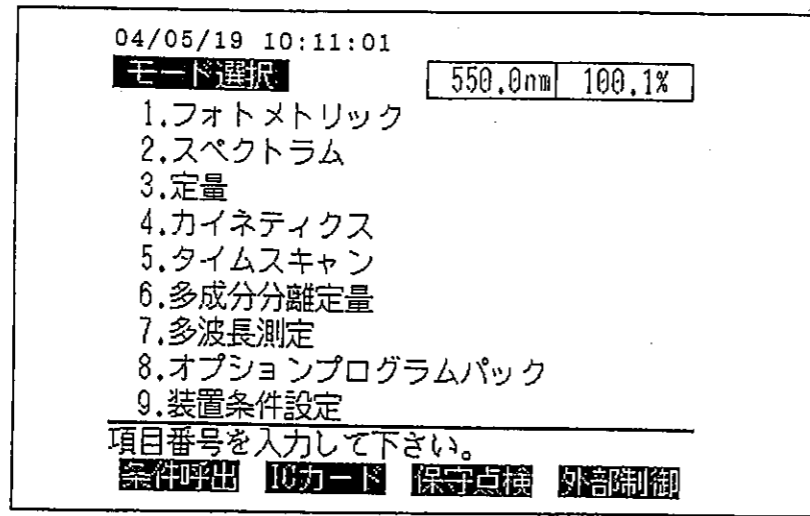
⑧ MODEキーを押して、データ消去(F3キー)し、モード選択画面に戻す。



(6-2) 吸光度測定

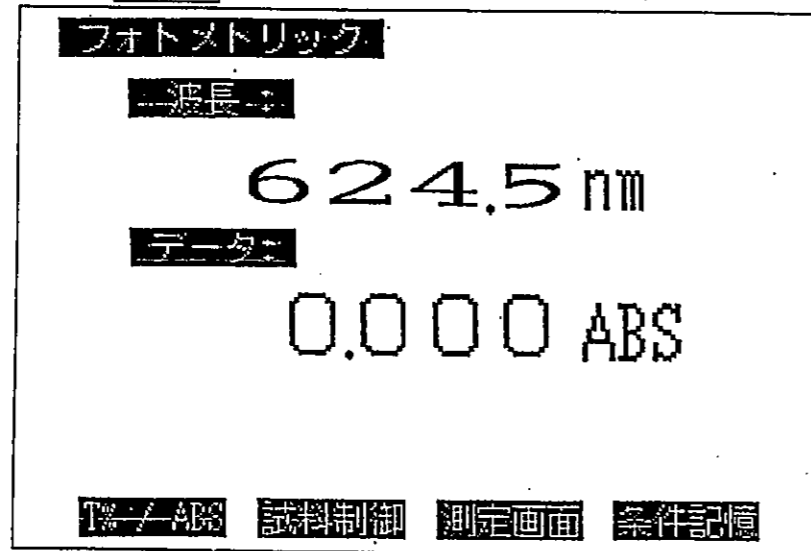
① モード選択画面で<1. フォトメトリック>を選択する (数字キー「1」を押す)。

モード
選
択
画
面



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



③ 精製水を入れてセット(ブランク側のセルは、スペクトラム測定時のまま)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。

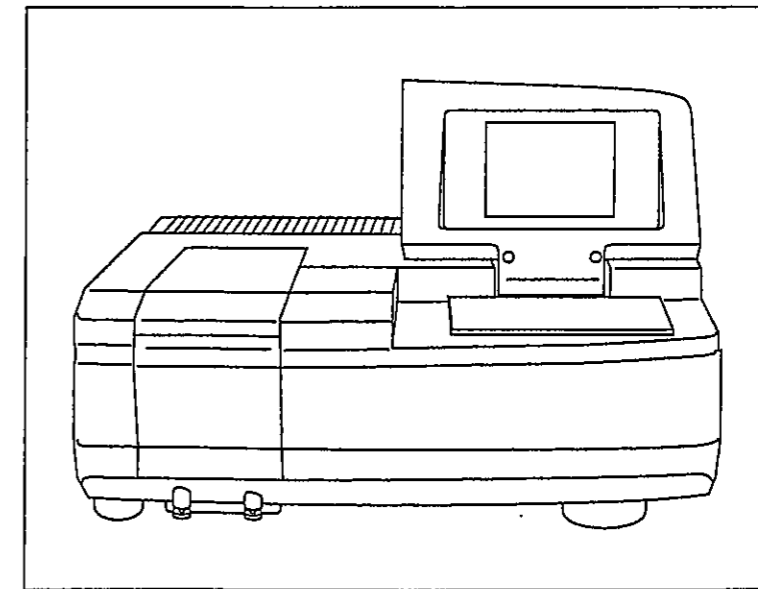
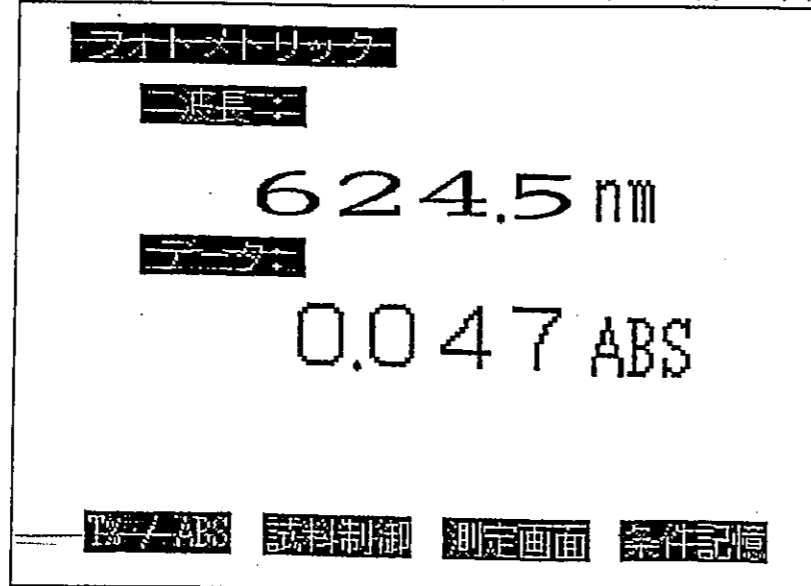


図3 島津UV-1700型分光光度計の概観

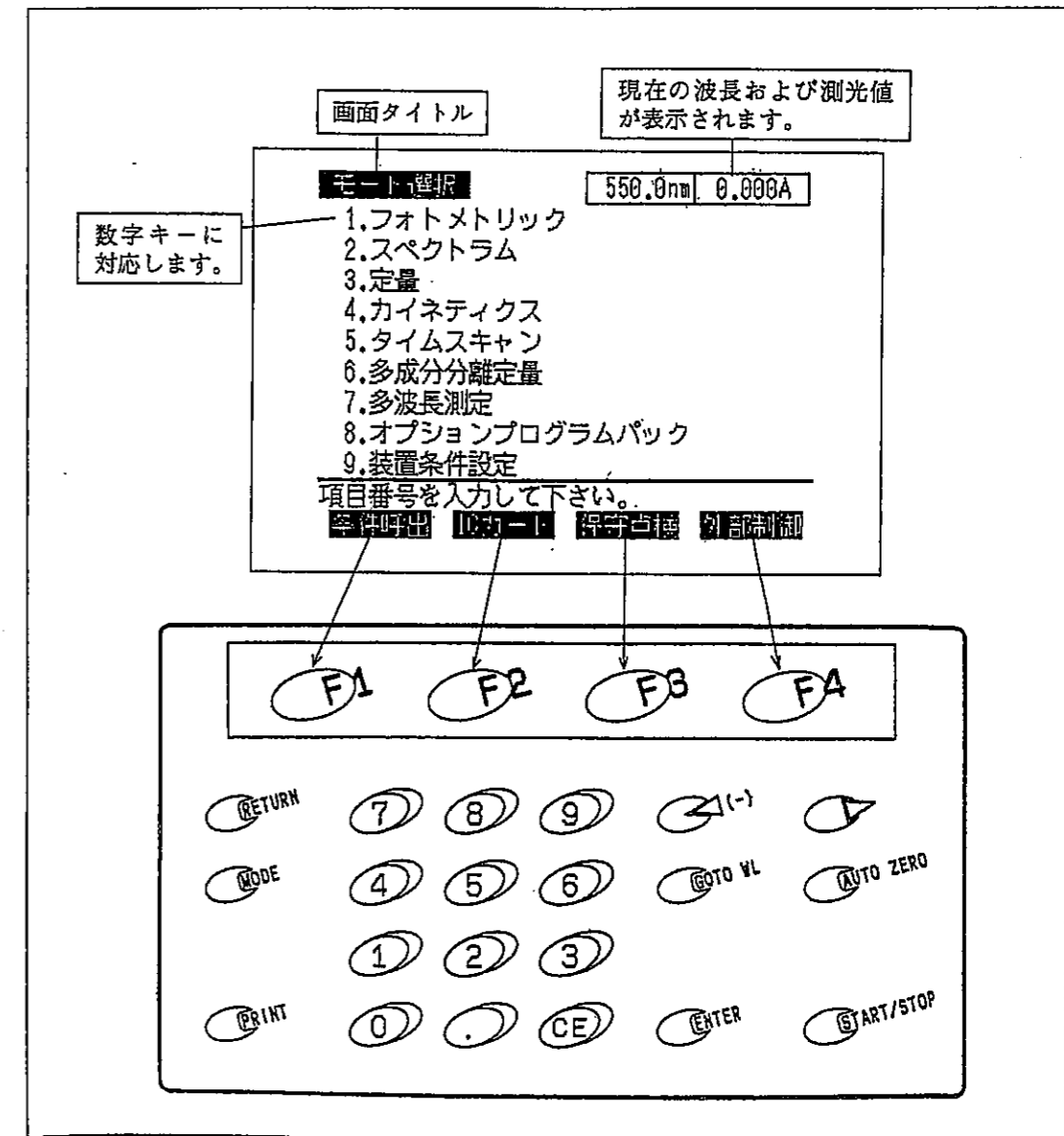


図4 島津UV-1700型分光光度計の画面表示とシートキー

作業環境測定士登録講習 カリキュラム

(別表4号:金属類)

	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 分析機器取り扱い上の注意	
12:30	昼食・休憩	
17:00	1. 原子吸光分析法による鉛の定量分析 i. 有機溶媒抽出法 (1)ろ紙試料の溶解 (2)試料溶液と標準系列液の調整 (3)定量操作 計算とレポート作成	2. 吸光光度法によるクロムの定量分析 (1)試薬調製 (2)試料溶液の調整 (3)試料溶液と標準系列液の調整 (4)定量操作 1. 原子吸光分析法による鉛の定量分析 ii. 直接法 (1)ろ紙試料の溶解 (2)試料溶液の調整 計算とレポート作成
9:30	2日目	
11:30	1. 原子吸光分析法による鉛の定量分析 ii. 直接法 (1) 定量操作	1. 原子吸光分析法による鉛の定量分析 i. 有機溶媒抽出法 ii. 直接法 (1) 定量操作
12:30	昼食・休憩	
16:30	2. 吸光光度法によるクロムの定量分析 (1)試薬調製 (2)試料溶液の調整 (3)試料溶液と標準系列液の調整 (4)定量操作 計算とレポート作成	計算とレポート作成
	修了試験 筆記試験(30分)及び実技試験	

(寺山)

班	3	着席番号	14	氏名	五十嵐 俊彦
---	---	------	----	----	--------

作業環境測定士登録講習
金属類マニュアル

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