

有機溶剤登録講習  
吸光光度法・検知管法  
実習レポート



着席番号 2

氏名 五十嵐 信彦

実施期日：平成16年11月26日～ 月 日

II. 吸光光度分析による酢酸エチル濃度の測定

測定対象物質 酢酸エチル (M.W.=88.1 ρ=0.891 E=400ppm)

液体捕集（捕集液量4ml）→発色（捕集液3mlに発色試薬計5mlを加える）→吸光度測定

表1 分光光度計測定条件

使用機器型式	シマス UV-1700	光源	タンガステン	受光器	フォトダイオード
セルの材質	ガラス	セルの寸法	1 cm	スリット幅	1.0 nm
最適測定波長	509	nm			

表2 吸光光度分析による分析実験報告

試料	吸光度	発色液(8ml)中 酢酸エチル濃度 (μg/ml)	捕集液4ml中の 酢酸エチルの質量 (μg)	捕集率 (%)	吸引試料 空気量 (L)	試料空气中 の酢酸エチル 濃度(ppm)
標準系列液	No.1	0.000	0			
	No.2	0.127	20.0	$\frac{1.069 \frac{mg}{ml} \times 0.5 ml}{10 ml} \times 3 ml$		
	No.3	0.256	40.1	$\frac{1.069 \frac{mg}{ml} \times 1 ml}{10 ml} \times 3 ml$		
	No.4	0.589	80.2	$\frac{1.069 \frac{mg}{ml} \times 2 ml}{10 ml} \times 3 ml$		
未知試料A	小型ガス 吸収管 第1本目	0.185	25 - 29 200~232	$\frac{8 ml}{3} \times 3 ml = 8 ml$ 267~309 88.0~ 89.6	1.09	77.2~ 87.9
	小型ガス 吸収管 第2本目	0.018	3 24	32.0		
未知試料B	小型ガス 吸収管 第1本目	0.195	27 - 31 216~248	$\frac{8 ml}{3} \times 3 ml = 8 ml$ 288~331 81.5~ 83.9	1.09	90.0~ 101
	小型ガス 吸収管 第2本目	0.031	5 40	53.3		

- 検量線を作成しなさい。  
ただし、縦軸に吸光度をとり、横軸に発色液中の酢酸エチルの濃度 (μg/ml) をとること。  $x = \frac{a}{E}$
- 試料空气中の酢酸エチル濃度 (ppm) を計算しなさい。  
試料空气中の酢酸エチル濃度を計算した過程を次頁に示しなさい。なお、液体捕集の捕集率は次式により計算しなさい。  
捕集率  $\epsilon$  (%) =  $[1 - (m_2/m_1)] \times 100$   
ただし、 $m_1$  : 小型ガス吸収管1の捕集液 (4ml) 中の酢酸エチル質量  
 $m_2$  : 小型ガス吸収管2の捕集液 (4ml) 中の酢酸エチル質量

[試料空气中酢酸エチル濃度の計算過程]

表2. 標準系列液の No.3 または No.4 値はグラフ上、外側の値と読み取る。  
最終値の平均のみ。(他は前頁に記入)

$$A: \frac{\frac{267 \sim 309}{88.1} \times 24.47}{1.09} = 77.2 \sim 87.9 \text{ (ppm)} \quad \checkmark$$

$$B: \frac{\frac{90.0 \sim 101}{88.1} \times 24.47}{1.09} = 90.0 \sim 101. \text{ (ppm)} \quad \checkmark$$

吸光光度分析の結果についての考察及びまとめを記入しなさい。

表2. 標準系列液の No.3 または No.4 値はグラフ上、外側の値と読み取る。

知る。検体 A は 77.2 ~ 87.9 ppm, 検体 B は 90.0 ~ 101 ppm の値を読み取る。それぞれの誤差は 10.7 ppm と 11 ppm であり、測定値との誤差の程度はそれぞれ

$$13\% \left( \frac{10.7}{\frac{77.2 + 87.9}{2}} \times 100 = \frac{10.7}{82.6} \times 100 = 13 \right), 12\%$$

$$\left( \frac{11}{\frac{90 + 101}{2}} \times 100 = \frac{11}{95.5} \times 100 = 11.5 \right) \text{ である。}$$

計量誤差が最も原因と考えられる。複数人数で標準系列液を調製したためである。10% 内外の誤差であった。  $\checkmark$

検量線に使用した試料は、実際はもう一度やり直して下す。  
今回の試料液は St.3 を用いたため、St.3 に対して検量線  
を引くか、St.4 を用いて直線に検量線を用いて引くかどちらかに決める  
下す。

III. 混合有機溶剤の検知管法による測定

- イ トルエン用検知管
- ロ トリクロロエチレン用検知管
- ハ 酢酸エチル用検知管

(1) 検知管の選定：各自が担当する測定点（発生源近くの点、及び併行測定点をかねるものとする。）で、右記の3種類の検知管を用いて測定し、着色層が長く、着色の境界が明瞭で、読み取り誤差が小さい検知管を、班全体で1種類、選定する。

(2) 選定した検知管による併行測定点の測定値

(1)で選定した検知管の指示値を読み取り、右欄に記入する。→ 40 ✓ (ppm)

(3) ガスクロマトグラフによる併行測定点の測定

本実習では、ガスクロマトグラフ分析の結果、併行測定点の未知試料ガスの濃度は下記のとおりであったものとする。

有機溶剤名	併行測定点の未知試料ガス濃度 (ppm)	管理濃度 (ppm)
トルエン	15	50
酢酸エチル	25	400
トリクロロエチレン	5	50

(4) 各測定点の検知管による測定：選定した検知管で、担当する測定点を測定し、測定点No.ラベルを貼る。各自及び班員が測定した各測定点の検知管を受け取り、その指示値を読み取って、表3に記入する。

(5) 併行測定点における換算値及び換算値変換係数の算出

(3)の併行測定点におけるガスクロマトグラフ測定結果と管理濃度から併行測定点の換算値C（無次元）を計算し、次いで換算値変換係数を求める。

$$C = \frac{C_1}{E_1} + \frac{C_2}{E_2} + \frac{C_3}{E_3} = \frac{15}{50} + \frac{25}{400} + \frac{5}{50} = 0.463$$

ただし、C：併行測定点の換算値

$C_1, C_2, \dots$ ：有機溶剤の種類毎のガスクロマトグラフ測定による気中濃度 (ppm)

$E_1, E_2, \dots$ ：有機溶剤の種類毎の管理濃度 (ppm)

$$\text{換算値変換係数 (ppm}^{-1}\text{)} = \frac{\text{併行測定点における換算値 } C \text{ (無次元)}}{\text{併行測定点における検知管の指示値 (ppm)}} \quad \begin{matrix} 0.463 = 40 \times \\ \chi = 0.0116 \end{matrix}$$

換算値変換係数 (ppm<sup>-1</sup>) 0.0116 ✓

(6) 各測定点の換算値の計算、及び、管理区分の決定

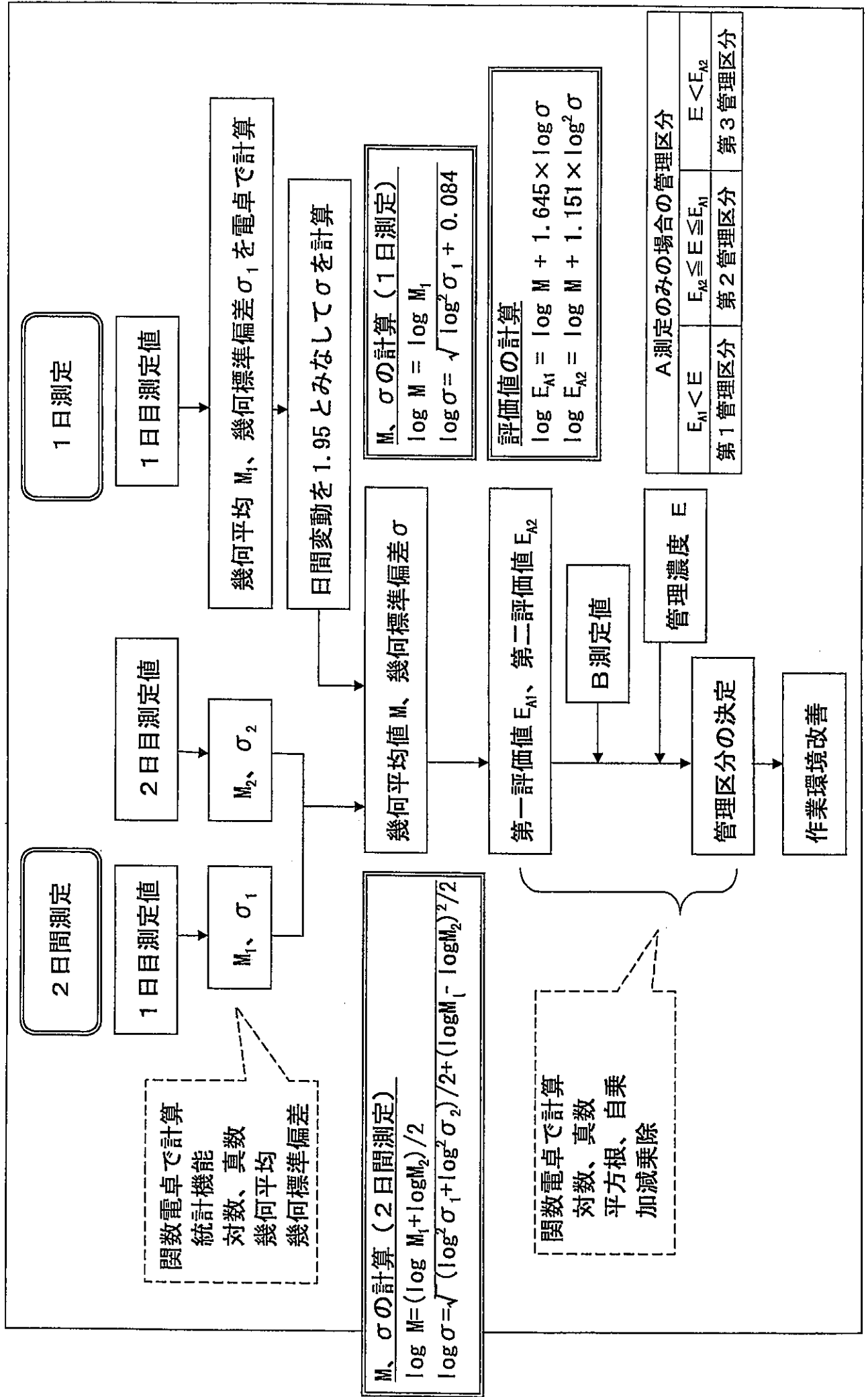
表3 測定結果及び評価計算

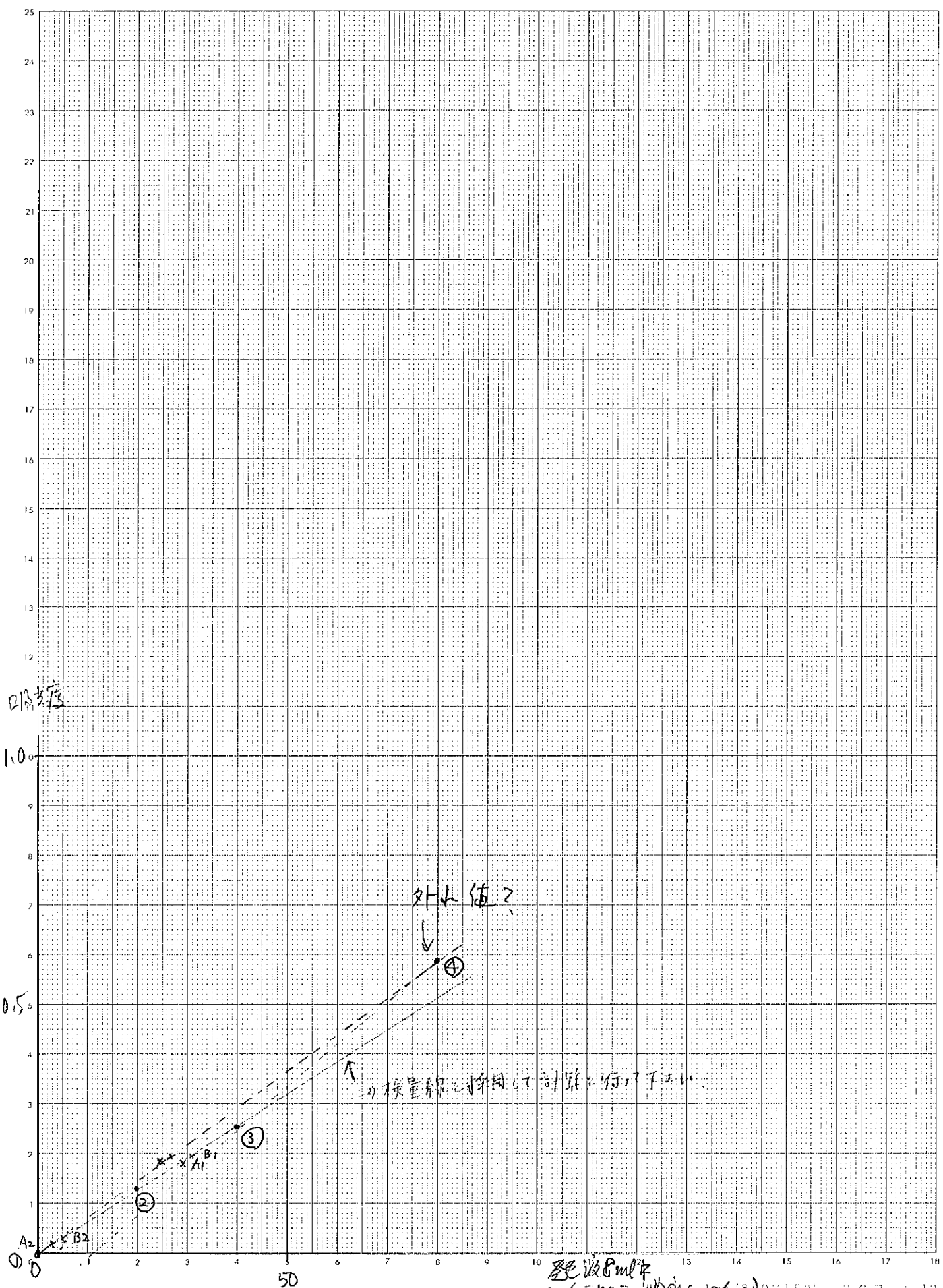
測定点No.	検知管の指示値 (ppm)	換算値	管理濃度 (E) = 1
1	42	0.487	$M_1 = 0.483 \quad \checkmark$
2	42	0.487	$\sigma_1 = 1.02 \quad \checkmark$
3	41	0.476	$M = 0.483 \quad \checkmark$
4	41	0.476	$\sigma = 1.95 \quad \checkmark$
5	41	0.476	$E_{A1} = 1.45 \quad \checkmark$
6	43	0.499	$E_{A2} = 0.604 \quad \checkmark$
			管理区分 = 第 [ II ] 管理区分 ✓

$$\begin{aligned} \ln FA_1 &= \ln M + 1.04 \sqrt{\ln^2 \sigma + 0.0844} \\ &= 0.161 \quad \therefore FA_1 = 1.95 \\ \ln FA_2 &= \ln M + 1.151 (\ln^2 \sigma + 0.0844) \\ &= -0.219 \quad \therefore FA_2 = 0.604 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \ln \bar{X}_1 &= -0.316 \\ \ln \bar{\sigma}_1 &= 8.315 \times 10^{-3} \\ \ln \sigma &= \sqrt{\ln^2 \sigma_1 + 0.0844} = \sqrt{0.0844} = 0.290 \end{aligned}$$

評価計算の手順





(表2の17) 吸光度分析に用いた分析実験報告

溶液 8ml 中  
硝酸鉛濃度 (μg/ml)  $\times 180$  173 4-19