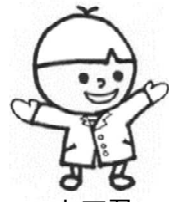




かな先生

ぶんせき かわら版

＝第1回：操作ブランク試験＝



カワ君

- かな先生： はじめまして、カワ君。これから環境測定分析で重要なことを一緒に勉強していきましょう。
- カワ君： はい、かな先生。よろしくお願いします。
- かな先生： 第1回目は「操作ブランク」について勉強しましょう。「操作ブランク試験」ってわかるかな？
- カワ君： はい。実試料を使わないで純水で試料と同じ操作することです。
- かな先生： そのとおり。じゃあ、操作ブランク値に影響を与えるものには何があるかな？
- カワ君： 実試料のかわりに使う純水と試薬類、あとは使用器具と分析機器です。
- かな先生： そう、同じ試薬だってロットによってはブランク値の高いものもあるし、純水も装置の状態によってはブランク値が高くなることもあるよ。どこから汚染がやってくるのか確認しておくことが大事だよ。分析項目によっては分析室の雰囲気も重要な要素になることを忘れずにね。
- カワ君： かな先生、JIS K0102 や環境庁告示の中で、操作ブランクを出来る限り低減という文章をよく見かけるのですが、実際に操作ブランクがどのくらいだったら、試料の分析に支障がないのかわかりません。
- かな先生： ふむ、ふむ…。試料を測定するときには「定量下限値」が決まっているよね。
- カワ君： はい。例えば排水中のカドミウムだったら、基準値の 1/10 で 0.003mg/L です。
- かな先生： 操作ブランク値は、この定量下限値より小さくないとね。理想的には 1/3 以下かな～。
操作ブランク値が大きいと測定感度が悪くなるばかりでなく、定量下限値が大きくなって測定値の信頼性が低下しちゃうからね。
- カワ君： そっか。操作ブランクは、試料濃度から引けば分析には問題ないのかと思っていました。
定量下限値が高くなったり、信頼性が低下するのは困ります…。操作ブランクが高くなってしまった時はどうすればよいでしょう？
- かな先生： 何が原因で高くなっているのかを見つけることが大事だね。純水、試薬などひとつずつ潰していくのは大変だけどね。とくに環境水などは試料中の濃度が低いから、試薬、装置、器具などからの汚染を低減するためのノウハウを自分で見つけることも大事だよ。
- カワ君： う～ん、難しいな。操作ブランク試験は1回やればよいですか？
- かな先生： 試験頻度は 10 試料ごとに 1 回か、1 日の測定試料が 10 試料以下であれば 1 日に 1 回を目安にやってみて。あと、試料濃度から操作ブランクを引くかどうかは、測定方法の出典によっても違うので確認してね。原因と対処方法を次に載せておくので参考にしてください。
- カワ君： はい、わかりました。かな先生、ありがとうございました。
- かな先生： 信頼性の高い分析を目指してください。

最後に、読者の皆さんへ

アンモニウムイオンやシアンなど前処理で蒸留を行う場合の空試験は、JIS では発色操作から行うことになっています。試料と同じ全操作を行うものと考え、蒸留操作も含めた空試験がよりベストだと考えますが、皆さんの事業所ではどのように解釈されていますか？

【操作ブランク試験の汚染源と低減方法】

操作ブランク試験の汚染源と低減方法として、以下のものが挙げられます。

ブランクの種類	汚染源	操作ブランクの低減方法
ブランク水	精製水	精製水中に調査対象物質が含有される場合は、精製水を溶媒で洗浄、固相吸着剤等で除去処理する。
	VOC の使用水	対象が VOC の場合は、煮沸や清浄な窒素ガスでパージすることにより、除去処理する。 市販のミネラルウォーターは、VOC の含有量が少なく、ブランク水として利用できる場合がある。
装置ブランク	分光光度計	セルの洗浄等を行う。
	イオンクロマトグラフ	分離カラムの洗浄交換、溶離液の再調製、サプレッサー洗浄交換等を行う。
	流れ分析	流路洗浄交換、セルの洗浄等を行う。
	GC、GC-MS	セブタム交換、オートサンプラーのバイアル洗浄、分離カラム先端カット、イオン源洗浄等を行う。
試薬等ブランク	試薬	試薬メーカー、ロット、グレード等を見直しする。
	溶媒	分析に使用する溶媒量と等量の溶媒を実際の分析と同様に濃縮し、ブランクをチェックする。 溶媒が汚染されている場合は、試薬メーカーや溶媒のグレードを変更するか蒸留等により精製する。
	固相吸着剤	固相吸着剤から調査対象物質が検出される場合は、できるだけ多種類の固相吸着剤を検討し、ブランク値が低くロット間でばらつきの小さいものを選択する。
器具ブランク	器具全般	水道水→洗剤→水道水→純水の順で洗浄する。
	金属分析に使用する器具	酸浸漬→水道水→純水の順で洗浄する。
	有機物分析に使用する器具	水道水→洗剤→水道水→アセトン等の親水性溶媒→抽出溶媒→乾燥(乾燥による汚染が懸念される場合は行わない)の順で洗浄する。 必要であれば使用前に再度溶媒で洗浄する。

次回は、「分析で使用する水」について掲載します。

ご意見、ご感想は神環協事務局までお願いします。

発行：一般社団法人 神奈川県環境計量協議会 技術部会

2017 年 7 月