

BL TEC News ビーエルテックニュース

2013年5月号

Vol.21

第8回オートアナライザーシンポジウムのご案内

第8回オートアナライザーシンポジウムを2013年6月7日(金曜日)梅田スカイビル『スペース36』タワーウエスト36階にて開催いたします。

【開催日時】 2013年6月7日(金)

●シンポジウム 13:00~17:20 ●懇親会 17:50~20:00

【開催場所】 梅田スカイビル『スペース36』タワーウエスト 36階 大阪市北区大淀中1丁目1番

- ◆ 協会挨拶 オートアナライザー協会 会長 鹿児島大学 教授 前田 広人
- ◆ 基調講演 都市における水辺の生態系再生研究 -大阪の海と川のエコロジー
大阪市立大学大学院工学研究科 教授 矢持 進
- ◆ 標準物質を使用した測定結果の品質管理について
株式会社環境総合テクノス 技術グループリーダー 木村 宗人
- ◆ 下水の超高度処理について 公益財団法人淡海環境保全財団 主任専門員 宮川 和則
- ◆ 有明海の堆積物によるアンモニウムイオンの吸脱着
独立行政法人水産総合研究センター西海区水産研究所
有明海・八代海漁場環境研究センター 研究員 博士(工学) 徳永 貴久
- ◆ 「東日本大震災における環境ビジネスの現状」環境測定・分析を中心として
エヌエス環境株式会社 東北支社支社長 取締役常務執行役員 南部 満
- ◆ 第6回技能試験 結果のご報告 ビーエルテック株式会社 技術部 課長代理 西村 崇
- ◆ 交流会 懇親会 17:50~20:00 会場:同フロアー 参加費:1,000円
*参加費は、当日会場受付にてお支払いください。*事前登録制です。

ごあいさつ

拝啓

時下ますますご清栄のこととお慶び申し上げます。また、平素は格別のご高配を賜り厚く御礼申し上げます。さて、オートアナライザー協会主催による、第8回 オートアナライザーシンポジウムを別紙の通り開催する運びとなりましたので、皆様にご案内申し上げます。

オートアナライザーは化学分析の自動化装置として、環境や、化学、農水産分野を中心に内外の基幹の検査センター等で多く利用されている気泡分節を用いたシステムで、今日においても、行政機関や顧客ニーズに対応すべく改良を重ね、多方面から高く評価されております。

本協会は、オートアナライザーを通して、水質分析の高度化および水質保全に資するための技術支援と会員相互の情報交換の場を提供することを目的としており、第8回目開催となる今回のシンポジウムでは、現在注目されている各分野でのオートアナライザーの活用事例が6テーマ発表されます。皆様には、このシンポジウムが新しい技術情報の収集と、技術研鑽の場になりましたら幸いです。

また、シンポジウム終了後、演者の先生方との交流会をご用意させていただいておりますので、ご多忙中大変恐縮ではございますが、こちらも是非ご出席くださいますようお願い申し上げます。

敬具

オートアナライザーシンポジウム事務局 ビーエルテック株式会社 代表取締役社長 川本 和信

流れ分析法による水質試験方法 JIS K 0170 の確認・検証実験

横浜国立大学 名誉教授 中村 栄子

2011年3月にJIS K 0170流れ分析法による水質試験方法が公示された。その第1部にはアンモニア体窒素、第2部には亜硝酸体窒素及び硝酸体窒素、第3部には全窒素、第4部にはリン酸イオン及び全リン、第5部にはフェノール類、第6部にはフッ素化合物、第7部にはクロム(VI)、第8部には陰イオン界面活性剤、第9部にはシアン化合物がそれぞれ規格化された。この規格では、一つの測定項目に3~4種類の 방법이併記されている。これは、原案作成時の次のような原則によったためである。フローインジェクション分析法(FIA)と連続流れ分析法(CFA)の両方を併記する、分析原理、試薬、条件などについてはJIS K 0102の条件であることが望ましい、分析原理、試薬、条件などがJIS K 0102と異なるISO規格も取り上げる、JISやISOの規格にないが環境分析現場で使用されている方法も取り上げる。このような原則で規格化されたため、環境基準や排水基準の測定法(以下、公定法と記す)に多く引用されている工場排水試験方法 JIS K 0102 と前処理や発色の条件が異なる場合がある。これらについては、公定法との比較実験が必要と考える。

私の研究室では、JIS K 0170のいくつかの項目について確認実験や検証実験などを行っており、これまでにシアン化物イオン、フッ化物イオン、クロム(VI)のFIAでの検討結果が得られている。その結果、シアン化合物では、流れ分析へ適用するための前処理蒸留器の小型化を達成し¹⁾、フッ化物イオンでは、アセトンを含まず、フッ化物イオンを0.5mg/Lとなるように添加したアルフッソソ溶液を発色試薬溶液として用いることで、0170-6よりも高感度化できることを見出した²⁾。また、クロム(VI)の検討では、アセトンや酸濃度を0170-7よりもそれぞれ1/10、1/3に低下させたジフェニルカルバジド溶液を用いても0170-7と同等の感度が得られることを見出した³⁾。

現在は、CFAによるフッ素化合物の蒸留前処理について検討を行っている。フッ素化合物はフッ化物イオンの他、鉄やアルミニウムとのフルオロ錯体等、水中で様々な形態で存在しており、公定法では、試料の微アルカリ性での濃縮-硫酸・リン酸性での水蒸気蒸留の前処理後、得られた留出液に対してランタンアリザリンコンプレキソン(La-ALC)吸光光度法を行うことになっている。公定法での前処理は煩雑であり、操作の自動化の要望が強い。一方、JIS K 0170-6 蒸留・La-ALC発色CFAでは、

流れの中で蒸留する方法が規定され、蒸留操作が自動化されている。しかし、CFAでの蒸留は直節蒸留であり、公定法の水蒸気蒸留とは異なっているため、フッ素化合物の蒸留状況の検証が必要である。

このために、まず、数種のフッ素化合物を用いてCFAでの蒸留状況を検討した。CFA装置としてはBLTEC製 Auto Analyzer 3を用いた。送液流量はペリスタポンプにかけるチューブの太さを変えて調整した。蒸留試薬として硫酸(0.9mol/L)-リン酸(0.15mol/L)混合溶液、ヘキサフルオロケイ酸の捕集液としてトリトンX-100溶液(0.5%)、発色溶液としてアルフッソソ溶液(アルフッソソ5g/L、酢酸1.3mol/L、イミダゾール20g/L、フッ化物イオン0.5mg/L、アセトン25%)を用いた。空気分節後の蒸留試薬(流量1.2ml/min)の流れに、試料を0.96ml/minで送液し、これらをガラス製反応コイル(内径2mm、長さ50cm)内で混合させた。これをシリコンオイル反応釜(145℃)中のガラス製蒸留コイルに送液して蒸留した。蒸留コイルからの蒸気は水冷管-空冷管で液体となり、この留出液の一部を捕集液(流量0.1ml/min)の流れと混合し、ヘキサフルオロケイ酸を捕集した。この溶液中の分節空気を除いた後、空気分節された発色溶液(流量0.8ml/min)の流れに、流量0.6ml/minで送液し、ガラス製反応コイル(内径2mm、長さ200cm)内で混合してフッ化物イオンとLa-ALCとの複合錯体を生成させた。検出は620nmで行った。試料溶液として数種のフッ素化合物溶液を用い、蒸留温度等を変えて、蒸留、定量を行い、蒸留状態を検討した。フッ化ナトリウム溶液(Fとして0.2~1mg/L)を用いて蒸留温度を115~145℃と変化させたところ、いずれの濃度でも135℃以上で一定の吸光度が得られたことから、蒸留釜の温度は145℃が適切と考えられた。Fとして0.2~1mg/Lのヘキサフルオロケイ酸ナトリウム溶液、ヘキサフルオロリン酸カリウム溶液、テトラフルオロホウ酸カリウム溶液を用いた検討では、前者二つの場合はいずれの濃度でもフッ化ナトリウム溶液とほぼ同じ吸光度となったが、テトラフルオロホウ酸カリウム溶液の場合はフッ化ナトリウム溶液の場合のそれより低くなった。

- 1) 分析化学,61,953-957(2012)
- 2) J. Flow Injection Anal.,29,17-20(2012)
- 3) 分析化学,62,31-35(2013)

オートアナライザー ワンポイントアドバイス ●トラブル防止 測定終了時の洗浄について

トラブルを予防するための、測定終了後のシステムの洗浄について点を述べます。

測定が終了した後、試薬ストロー先端からの洗浄がマニュアルに記載されていますが、この洗浄は必ず実行してください。次に洗浄液として金属の汚染が気になるようであれば1N程度の塩酸を15分程度吸引してください。(塩酸吸引の前後は必ず純水を流し残留する試薬と交じり合ったり、最後に塩酸が残留することの無いように配慮してください)

また蛋白や有機物の洗浄には有効塩素1%未満の次亜塩素酸ナトリウムで洗浄すると効果があります。

このような特に汚れが気になる場合の洗浄や通常の純水での洗浄でも、洗浄後は必ず空気を吸引させて、システム全体のライン内部を空気で置換してください。

空気で置換しないとトランスミッションチューブが劣化するばかりでなく、測定に大きな悪影響があります。測定終了後ラインに水を入れたまま放置するのは禁則事項です。

NIRのABC | 回折格子型とフーリエ変換型について

近赤外分析装置は、その構造上回折格子型 (grating monochromator / 以下 grating) とフーリエ変換型 (FT-NIR) に大きく分けることができる。他にフィルタータイプや音響光学素子等もあるが、現状でそれらは代表的とは言えない。

FT-NIRはgratingに比べ新しい技術とと思っている人が意外と多い。

FT-NIRの元になる技術はFT-IRであり、それらを代表するのはマイケルソン干渉計と言えよう。米国のアルバート・アブラハム・マイケルソンは、1887年(明治20年)に自らの名を冠したマイケルソン干渉計を開発した。その後、1960年代になり有機化合物の同定機として商品化されたが、非破壊測定可能なFT-NIRはその延長線上にある技術と言えよう。従ってその技術的な特徴は、定量よりも判別測定に向いている。それについては後述する。



The concept of the Michelson Interferometer was developed by **Albert Abraham Michelson** in 1887. He was the first American ever to receive the Nobel Prize in the sciences (Physics prize in 1907).

Gratingについては、1950年代に光学式回転エンコーダーの概念は生まれていたが、1980年代までは完成品はできなかった。1986年にアメリカで特許として認められてから、大きく舵をきって進化した。(The first US Patent for Optical Rotary Encoders was issued to Nakamura, et al. on June 3, 1986 (U. S. Patent No. 4,593,269). Since this time 29 other U.S. Patents have been issued to enhance this technology.)

Unity社のスペクトラスターは、これら最新の技術を採用し自社でも特許を有するgratingで、比類のない正確性、再現性、堅牢性を実現している。



次に、定量の際に最も重要なSN比 (signal to noise ratio) について比べてみる。

Gratingを採用したスペクトラスターのSN比は20 μ Absで50000:1、対してFT-NIRのSN比は、A社が10000:1、B社が1000:1であり、はるかにスペクトラスターが優れている。

冒頭、FT-NIRが定量よりも判別に向いていると記したのは、このことを指している。

一部の人からFT-NIRは分解能が高くgratingは低いと聞くことがある。

例えば、象を撮るのに顕微鏡とカメラのどちらが適しているかは自明である。対象サンプルの有効成分を近赤外計で測定するには、0.5nmのFTの分解能は象を顕微鏡で見るが如くである。ブロードしたNIR特有のスペクトルを用いる定量には、分解能ではなく吸光度の精度や正確性が重要なのである。

紙面の関係上、続きは次回に委ねたい。



自動滴定 / BOD測定装置のご紹介

昨年より、カナダ マンテック社製PC-BOD/Titrate duoが新たにビーエルテック製品のラインナップに追加されました。PC-BOD/Titrate duoは、滴定、BOD希釈の複合機で、世界25ヶ国以上のユーザーより支持を受け続けております。

世界中より支持を集める理由として、特徴的な3つの性能を有しております。

1. 複数の分析項目の同時分析

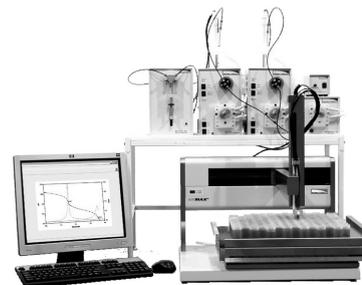
ひとつの試料から、pH、電気伝導率、酸消費量、塩化物イオン等の分析を行うことができます。反応ビーカーに試料を吸引して分析を行うことが可能なため、試料吸引量を調整することにより、試料の種類を問わず高濃度から低濃度まで幅広いレンジでの分析に対応することができます。電極や滴定試薬は任意での選択ができるので、項目やラボの規模を問わず、お客様の状況に合わせた分析装置をご提供いたします。

2. 分析用途に合わせたオートサンプラー

AutoMax73, AutoMax122, AutoMax197の3タイプのオートサンプラーがあり、AutoMax197は、50mL試料容器であれば197個のセットが可能です。ラボの規模や用途に合わせて選択してください。

3. ソフトウェア

PC-Titrateソフトウェアでは、精度管理システムの構築が可能となり、分析結果の精度向上に寄与します。また、報告書式のカスタマイズや、エクセル、CSVファイルやLIMSへの自動エクスポート機能を搭載しております。



多様な業界では求められる測定項目は多岐に渡るため、これまでは全ての項目をひとつの分析機器で対応することは困難でした。PC-BOD/Titrate duoは、より多くの分析項目を1台の分析機器で対応することを可能にします。PC-BOD/Titrate duoは、全ての分析において正確、迅速、そして効率化をお約束いたします。

測定項目の組み合わせ例

対象業界	測定項目と特徴
計量証明事業所 ボイラー水、冷却水の管理	<ul style="list-style-type: none"> ● BOD ● 希釈やDOの測定、計算に至るまでを自動で行う ● pH、電気伝導率、塩化物イオン、酸消費量、アルカリ消費量等 ● ひとつの試料から、上記項目を同時に分析 ● DO(よう素滴定法) DO(隔膜電極法)
上水道分析機関 (20条分析機関、ビル管等)	<ul style="list-style-type: none"> ● pH、色度、濁度、電気伝導率等 ● ひとつの試料から、上記項目を同時分析
食品	<ul style="list-style-type: none"> ● pH、総酸度、塩化物イオン ● 濃度域の異なる多種のサンプルでも、1台の機器で測定可能
農業(土壌抽出液)	<ul style="list-style-type: none"> ● pH、電気伝導率、アンモニア、硝酸、カリウム等

※分析の一例です。その他多種多様な項目の分析ができます。

第6回「オートアナライザー技能試験」の結果報告

昨年、下記内容の第6回「オートアナライザー技能試験」が行われました。

1. 技能試験の実施概要

1.1 実施機関

ビーエルテック株式会社 技術部

〒103-0011 東京都中央区日本橋大伝馬町14-15 マツモトビル4F

TEL: 03-5847-0252 FAX: 03-5847-0255

ただし、試料調製、試料配付は、外部委託した。

1.2 試験項目および実施期間

試験番号: BL-PT-13

試験名: 生活排水分析

分析項目: 全窒素、全りん、ふっ素化合物、シアン化合物、フェノール類、栄養塩類(硝酸態窒素、亜硝酸態窒素、アンモニア態窒素、りん酸態りん、ケイ酸態ケイ素)

試験申込期間: 平成24年10月16日(火)～平成24年11月16日(金)

試料の配付: 平成24年11月26日(月)発送

結果報告期限: 平成24年12月28日(金)

1.3 分析方法

連続流れ分析法、JIS K 0170、JIS K 0102、その他試験法

今回の技能試験は、ISO/IEC 17043に基づく技能試験として規格に基づくマニュアルを作成し、手順書に従い試料の調製、均質性試験および安定性試験を行ない、同一ロットの試料を提供させて頂きました。

本年度は、190試験所からの申し込みがあり、184試験所からの結果報告がありました。各測定項目に於ける報告試験所数を表1に示します。

■ 表1 測定項目と報告試験所数

測定項目	第6回 報告試験所数
全窒素 (UV法)	53
(Cd法)	90
全りん	108
ふっ素化合物	82
シアン化合物	81
フェノール類	52
硝酸態窒素+亜硝酸態窒素	81
亜硝酸態窒素	73
アンモニア態窒素	74
りん酸態りん	65
ケイ酸態ケイ素	15

報告試験所数: 184

参加頂きました試験所には、第6回「オートアナライザー技能試験」報告書をお送りさせて頂き、弊社ホームページ上 (URL: <http://www.bl-tec.co.jp/>) から様々なデータを取得できるようになっております。

環境分野における分析は、多項目、極微量といった高度な分析とともに信頼性の向上・確保が求められております。結果から自施設の分析技術を客観的に把握していただき、今後の品質管理や測定精度のさらなる向上に努めて頂ければと思います。

今回、ご都合により参加できなかった施設の皆様も、ご参照頂き、次回は是非ご参加頂ければと思います。今後とも宜しくお願いします。

その他ご不明な点がありましたら、弊社までお問い合わせください。

TEL 03-5847-0252 FAX 03-5847-0255

ビーエルテック技術部

第8回 オートアナライザーシンポジウムのご案内

■ 第8回 オートアナライザーシンポジウム
お申し込み先・お問い合わせ先
オートアナライザーシンポジウム開催事務局
(ビーエルテック株式会社内)
担当: 木村 kimura@bl-tec.co.jp

■ 連絡先
東京都中央区日本橋大伝馬町14-15
マツモトビル4F
TEL (03)-5847-0252
FAX (03)-5847-0255
URL <http://www.bl-tec.co.jp>

■ 参加費 無料 *事前登録制です。
■ 事前登録 ホームページからお申し込みください。
■ 開催日時 2013年6月7日(金曜日)
シンポジウム 13:00～17:20
懇親会 17:50～20:00
■ 開催場所 梅田スカイビル『スペース36』
タワーウエスト 36階

■ 懇親会(交流会)
参加費用 ● 1,000円
*参加費は当日会場にてお支払いください。
*事前登録制です。
時 間 ● 17:50～20:00
場 所 ● シンポジウムと同じフロアです。

ビーエルテック株式会社の セミナー及び展示会のご案内

7月18～19日 ● 日本環境測定分析協会
関東支部 福島 *ランチョンセミナーあり

9月4～6日 ● JASIS2013(旧分析展)
幕張メッセ国際展示場

9月26～27日 ● 日本環境測定分析協会
全国大会 鹿児島 *ランチョンセミナーあり

10月9～11日 ● 食品開発展2013
東京ビッグサイト

11月13～15日 ● サイエンスエキスポ2013
(旧全日本科学機器展IN大阪)
インテックス大阪

ビーエルテック株式会社 広報部

販売代理店

発行 | **ビーエルテック株式会社**
<http://www.bl-tec.co.jp/> E-mail: contact@bl-tec.co.jp

本 社 〒550-0002 大阪府大阪市西区江戸堀1-25-7 江戸堀ヤタニビル2F
TEL (06) 6445-2332(代) FAX (06) 6445-2437

東京本社 〒103-0011 東京都中央区日本橋大伝馬町14-15 マツモトビル4F
TEL (03) 5847-0252(代) FAX (03) 5847-0255

九州支社 〒812-3311 福岡県福岡市宮司浜1-16-10 サンガーデン宮司A棟101号室
TEL (0940) 52-7770 ※FAXは本社へ