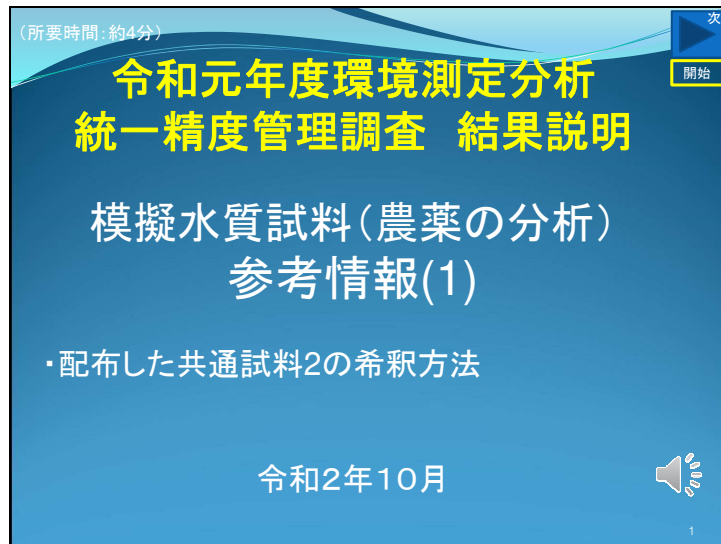


スライド 1



(所要時間: 約4分)

**令和元年度環境測定分析
統一精度管理調査 結果説明**

**模擬水質試料(農薬の分析)
参考情報(1)**

・配布した共通試料2の希釈方法

令和2年10月

次
開始

1

ここでは、模擬排水試料、農薬の分析の参考情報として、測定値に影響を及ぼしそうな基本操作のポイントをご紹介します。

まずはじめに、配布した共通試料の希釈方法について紹介します。

スライド 2

配布した共通試料(アセトン溶液)を希釈する方法 について影響のありそうな操作				
資料編 表1-2-1-3-10 希釈方法 (イプロベンホス) 設定値: 5.0 $\mu\text{g/L}$ (注) 偏り(平均値の差)及び精度の違いは水準間に見られない(危険率5%)。				
希釈方法	回答数	平均値 ($\mu\text{g/L}$)	SD ($\mu\text{g/L}$)	室間精度 CV%
1. マイクロシリンジを使って配布試料2を 試料容器に直接添加	44	4.33	0.667	15.3
2. 配布試料2を希釈した溶液を、全量ピ ペットを使って試料容器に添加	32	4.27	0.900	21.1
3. 適量の配布試料2を添加した溶液を、 メスシリンダーなどを使って試料容器に 分取	63	4.25	0.697	16.4
4. その他	23	4.37	0.667	15.3

資料編 表1-2-2-3-10 希釈方法 (フェニトロチオン) 設定値: 2.0 $\mu\text{g/L}$ (注) 偏り(平均値の差)及び精度の違いは水準間に見られない(危険率5%)。				
希釈方法	回答数	平均値($\mu\text{g/L}$)	SD ($\mu\text{g/L}$)	室間精度 CV%
1. マイクロシリンジを使って配布試料2を 試料容器に直接添加	42	1.74	0.270	15.5
2. 配布試料2を希釈した溶液を、全量ピ ペットを使って試料容器に添加	31	1.70	0.315	18.5
3. 適量の配布試料2を添加した溶液を、 メスシリンダーなどを使って試料容器に 分取	70	1.73	0.335	19.4
4. その他	22	1.74	0.246	14.1

配布した共通試料はアセトン溶液となっています。

実施要領では、この配布試料を各測定機関において1000倍希釈して、分析用の試料を作ることとなっています。

この希釈操作で、2. の配布試料2を希釈した溶液を、全量ピペットを使って試料容器に添加した 回答で、統計的には有意差は出ませんでした、室間CV%が高くなっている傾向が見受けられます。

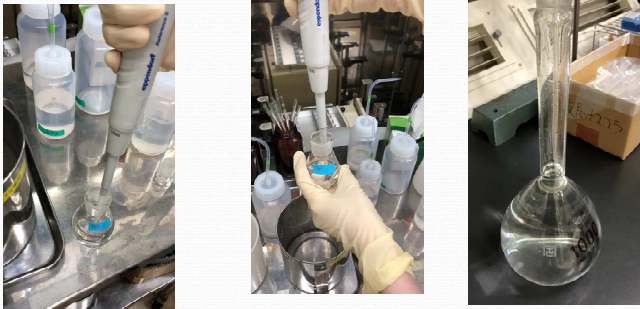
希釈方法として、その他、と答えている回答がイプロベンホスで23回答、フェニトロチオンで22回答ありました。

これらの回答に、平均値や室間精度で目立った違いは見られませんでした、分注器などを使用したのではないかと思います。

分取して、水で希釈した時点で、精度良く調製でいていない可能性がないかについて、この後に続く動画をご覧ください、ご参考としていただければ幸いです。

スライド 3

配布した共通試料(アセトン溶液)を希釈する方法について



アセトンのように揮発性が高く、表面張力が小さな有機溶媒を、分注器を用いて分取する際はこぼしやすいので注意が必要

3

配布しました共通試料2はアセトン溶液となっています。

アセトンのような揮発性が高く、表面張力の小さな有機溶媒を分取する際に、分注器を使うときの注意点として、非常にこぼしやすいことが挙げられます。

このような場合、有効な方法としては、一度チップを共洗いした後に操作することや、分注器はなるべく上下には動かさず、左手に持っている溶液が入っているボトルの方を下げる、などすると分注器から漏れ出てしまうのを防げます。

測定用の試料を1 L作製する場合では、全量ピペットを使うことも可能です。

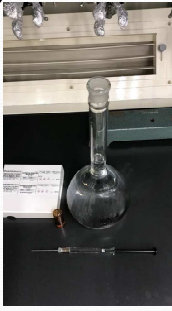
配布試料を水で希釈する際の注意点としては、大容量の水の中に共通試料を添加するようにしないと、農薬成分がガラスの器壁に吸着してしまい、特に数 $\mu\text{g/L}$ 程度の濃度の農薬の場合では、しばしば回収率が低下してしまうことが挙げられます。

スライド 4

配布した共通試料(アセトン溶液)を希釈する方法について
(続き)



配布試料を試料容器に入れてから希釈水を入れる方法では、特に低濃度領域で、吸着が問題(低い測定値)となる。



マイクロシリンジを用いて、希釈水中に配布試料を添加する方法がよいと思われる。

4

試料を分取する際に用いる器具としては他にマイクロシリンジがあります。

こちらですと、漏れの心配はほとんどありません。

こちらは、配布試料を先に試料容器に添加している例ですが、この場合、添加量が少ないために溶媒(アセトン)が揮発し、溶解していた農薬が試料容器の内面で結晶化する可能性が考えられ、そうすると加えた精製水に完全に溶解しないで回収されなくなる恐れがあります。

マイクロシリンジを用いて、希釈水中に配布試料を添加する方法がよいと思われます。