

## スライド 1

(所要時間:約5分)

次

開始

# 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(2)

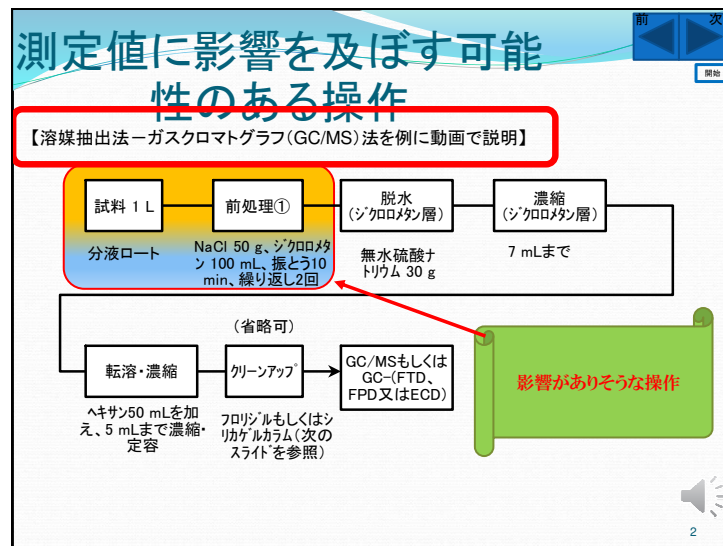
- ・ジクロロメタンによる液液抽出のポイント

令和2年10月

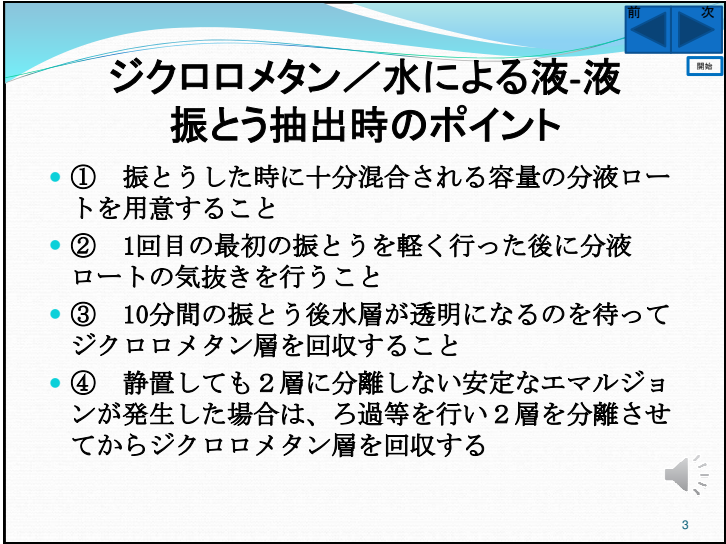
1

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の続きとして、ジクロロメタンによる液液抽出のポイントを紹介します。

## スライド 2



測定値に影響を及ぼす可能性のある操作として、溶媒抽出法 ガスクロマトグラフにおける、液液抽出について説明します。



**ジクロロメタン／水による液-液  
振とう抽出時のポイント**

- ① 振とうした時に十分混合される容量の分液ロートを用意すること
- ② 1回目の最初の振とうを軽く行った後に分液ロートの気抜きを行うこと
- ③ 10分間の振とう後水層が透明になるのを待ってジクロロメタン層を回収すること
- ④ 静置しても2層に分離しない安定なエマルジョンが発生した場合は、ろ過等を行い2層を分離させてからジクロロメタン層を回収する

ジクロロメタン・水の振とう抽出のポイントとして、次の4点が挙げられます。

- ① 振とうした時に十分、混合される容量の分液ロートを用意すること、
- ② 1回目の最初の振とうを軽くおこなったあとに、分液ロートの気抜きを行うこと、
- ③ 10分間の振とう後、水層が透明になるのを待ってジクロロメタン層を回収すること
- ④ 静置しても2相に分離しない安定なエマルジョンが発生した場合は、ろ過等を行い、2層を分離させてから、ジクロロメタン層を回収すること

前

次

開始

### 基本的な操作で犯しがちなミスについて(1)



ジクロロメタンをこぼさないように十分に注意すること。例えば、分液ロートの口にNaClが付着していると、蓋に隙間が出来て、振とうの途中で溶媒が漏れ出してくることがあるので、水でよく洗い込んでおく事。

試料容器の洗い込みは十分におこなうこと



4

前処理の過程の基本的な操作で、ミスを犯しやすい点について紹介します。

ジクロロメタンは有害ですので、換気を十分に行うとともに、こぼさないように取り扱う、細心の注意が必要です。

例えば、分液ロートの口に、**NaCl**が付着していると、蓋に隙間が出来て、振とうの途中でジクロロメタンが漏れ出してくることがあるので、このように蓋の部分に付着した**NaCl**は水でよく洗い込んでおきます。

試料容器の洗い込みも基本的な操作の一つですが、水・オクタノール分解係数が高い農薬の場合では特に、試料容器は有機溶媒で洗い込みをすることが重要です。

試料容器に吸着する量は絶対量で一定と考えられますので、低濃度であればある程、吸着による影響は大きくなります。また、その影響は測定値が低くなる方向に作用しますので、特に注意が必要です。

## 基本的な操作で犯しがちなミスについて(2)

前 次  
開始



抽出回数・溶媒量は試料量(及び分液ロートのサイズ)に対して適切か？

振とう速度は十分か？遅いと攪拌せず、抽出できない

振とう速度は十分か？この程度の速度が必要

  
5

前処理過程の基本的な操作で、ミスを犯しやすい点についての紹介の続きです。  
抽出溶媒の量は試料量に対して十分にあることが必要ですが、それと共に、振とうによって十分に攪拌できる容量の分液ロートを使うことも重要です。  
分液ロートの容量いっぱいまで液体が入っていると、溶媒と試料水とを十分に分散させることができず、抽出効率が落ちます。  
また、振とう速度が遅いと、やはりうまく分散させることができません。

前

開始

### 基本的な操作で犯しがちなミスについて(3)



【犯しがちなミス】  
分液の様子  
ガラス製のコックの場合で、乾燥しているとコックの滑りが悪く、硬くなっていることがある。あらかじめ水などで濡らしておくとなすべりが良くなる。



【犯しがちなミス】  
硫酸ナトリウムによる脱水の様子  
注ぎ口が付いている容器を使って、なるべくロートに近い位置で注ぎ入れるのがよい（左は失敗例）。

  
6

前処理過程の基本的な操作で、ミスを犯しやすい点についての紹介の続きです。

分液ロートのコックがガラス製の場合では、乾燥しているとコックの滑りが悪く、硬くなっていることがあります。

力をいれて回すと急に開いて、勢いよくジクロロメタンが流れ始めてこぼしてしまうことがあります。

このような場合はあらかじめ水などで濡らしておくとなすべりが良くなります。

また、ジクロロメタンの表面張力は水よりもかなり小さいため、硫酸ナトリウムに抽出後のジクロロメタンを注ぎ入れるときなどに、ガラス棒をうまく伝わらず、こぼしてしまいがちです。

このような場合、ガラス棒のなるべく低い位置から、そそぎ口のついた容器で移し入れると安全です。

以上で、参考情報はおわりです。