短 報

ガスクロマトグラフを用いる作業環境気中 ニトログリコールの測定方法の検討

Determination of Nitroglycol in Ambient Air by Gas Chromatography

作業環境気中ニトログリコール（以下 Ng と略す）の分析方法として、吸光光度法^{1,2)} とガスクロマトグラフ法³⁾ があるが、作業環境測定法にもとづく「作業環境測定基準」では液体捕集法でサンプリングを行ない吸光光度法で分析を行なう方法のみ採用されている。一方、NIOSH⁴⁾ では Tenax GC を捕集剤とした固体捕集法でサンプリングを行ない、ガスクロマトグラフで分析する方法を定めている。

著者らは最近、作業環境気中の Ng の分析に ECD (Electron Capture Detector) 型ガスクロマトグラフを用いた場合の各種捕集方法、すなわち捕集袋を用いた直接捕集法や捕集剤を用いた固体捕集法について検討を行なった。また作業者の暴露濃度を把握するための個人サンプラーとして、近時、注目されてきた Passive Gas Sampler を用いた方法についても検討を加えたのでこれらを取りまとめて報告する。

実験方法

(1)直接捕集法（捕集袋）に関する検討：直接捕集法の捕集袋として、どの材質の合成樹脂が適しているかを検討するためテフロンバッグ（四フッ化エチレン製）、マイラーバッグ（ポリエステル製）、アフロバッグ（エチレン四フッ化エチレン共重合体製）、テドラーバッグ（フッ化ビニール製）の4種類の袋を用い袋内 Ng 濃度の経時変化の実験を行なった。袋はいずれも 1 l の容量のものを使用した。ガス調製は袋内希釈法により清浄空気を用い Ng 濃度 0.005, 0.2 ppm の試料ガスを 50 l テフロンバッグ内に調製し、上記捕集袋に小分けした。小分け後一定時間ごとにサンプリングし、ガスクロマトグラフに導入、分析を行なった。

(2)固体捕集法に関する検討：捕集剤としてシリカゲル、活性炭、Tenax GC を用い、捕集率および回収率の実験を行なった。使用した捕集剤は次のとおりである。シリカゲルと光純薬工業製 Wakogel-G (30~50 mesh)、活性炭：柴田化学器械工業製 Charcoal Tube, Tenax GC：ガスクロ工業製 Tenax GC (60~80 mesh)。実験方法は袋内希釈法により 50 l テフロンバッグ内に濃度 0.01, 0.3 ppm の Ng ガスを調製し、一定量を捕集管

Table 1. Recovery of nitroglycol.

Adsorbent	Desorbent	Ng concent. (ppm)	Recovery (%)
Silica gel	Ethanol	0.01	94
		0.30	89
Tenax GC	Ethanol	0.01	85
		0.30	103
Activated Carbon	Ethanol	0.01	62
		0.30	59
	Acetone	0.01	94
		0.30	104

に通気捕集した。シリカゲル、Tenax GC を用いた実験では内径 3 mm 長さ 150 mm のガラス管に捕集剤を第 1 フラクションに 1 ml, 第 2 フラクションに 0.5 ml と、わけて充てんした。活性炭を用いた実験では第 1 フラクションに 100 mg, 第 2 フラクションに 50 mg を充てんしてある市販の Charcoal Tube を使用した。吸引ポンプは柴田化学器械工業製 MP-05 を使用し、流量は 0.3 l/min で 20 分間吸引捕集した。捕集後、ただちに 10 lm 共栓試験管に捕集剤を移し、エタノール、アセトンなどの脱着溶媒を 5 ml 加え、振とうし、20分間放置後、ガスクロマトグラフに導入、分析を行なった。

(3)Passive Gas Sampler 法に関する検討：スリーエム薬品製の有機ガスモニター（以下ガスモニターと略す）を用いて種々の Ng 暴露濃度における Ng 回収量の実験を行なった。50 l テフロンバッグ内に 0.01~0.2 ppm の濃度の Ng ガスを調整し、その中にガスモニターを入れ暴露させた。1~4 時間後取り出しアセトン 1.5 ml を注入し脱着させ 30 分間放置後ガスクロマトグラフに導入、分析を行なった。なお使用したガスクロマトグラフの条件は、使用機器：島津製 GC-6 A (ECD 型)、カラム：ガラス 3 mmφ×1 m, 充てん剤：Silicone GEXE-60 5%担体 Chromosorb G (AW-DMCS), 試料導入部および検出器温度：145°C, カラム恒温槽温度：125°C, キャリヤーガス：窒素 60 ml/min である。

結 果

(1) 直接捕集法（捕集袋）に関する検討：袋内 Ng 濃度の経時変化を Fig. 1 に示した。Fig. 1 a) より初期濃度 0.005 ppm の場合はテフロンバッグを除く他の 3 種類のバッグでは 60 分以内かなりの濃度保持率の減衰のあることが確認された。更にテフロンバッグとテドラーバッグについて初期濃度 0.2 ppm での経時変化の実験を行なったところ、Fig. 1 b) に示したようにテフロンバッグの濃度保持率は良好であるのに対し、テドラーバッグでは急激な減衰がみられた。

(2)固体捕集法に関する検討：捕集率の実験においてシ

Fig. 1. Retention of nitroglycol in plastic bags.

Fig. 2. Variation of samples collected with Ng concentration by organic vapor monitor.

Fig. 3. Variation of samples collected with exposure time by organic vapor monitor.

リカゲル, 活性炭, Tenex GC ともすべて第1フラクションのみに捕集されていた。また, 各実験において捕集管の出口側の空気をサンプリングし分析したところ Ng は検出されなかったことにより, Ng はほとんど管内で捕集されているものと考えられる。回収率の実験結果を Table 1 に示す。シリカゲル, Tenex GC ではエタノール脱着で回収率 90% 前後の値であったが, 活性炭では 60% と低値であった。そこで活性炭での脱着溶媒について検討した結果, アセトンで回収率 90% 以上の高値が得られた。

(3)Passive Gas Sampler 法に関する検討: Ng 濃度とガスモニターからの回収量の関係を Fig. 2 に, 暴露時間と回収量の関係を Fig. 3 に示した。

考察とまとめ

(1)直接捕集法については4種類の捕集袋における Ng の経時変化を調べたところ, テフロンバッグの場合に良好な結果が得られた。しかし, 現在市販のテフロンバッグは接着部分が切れやすいこと, また, ECD 型ガスクロマトグラフにおいて試料空気の導入回数が多いと試料中の水蒸気の影響で感度が低下するなどの問題があるため, 捕集袋を用いた直接捕集法は全体として良法とはいえないように思われる。

(2)固体捕集法については捕集剤としてシリカゲル, 活性炭, Tenax GC を用いて捕集率, 回収率の検討を行ったが, 捕集率はいずれの捕集剤ともほぼ 100% であった。また, 回収率についての実験結果より, シリカゲル, Tenax GC ではエタノール脱着, 活性炭ではアセトン脱着で回収率 90% 前後であった。

(3)Passive Gas Sampler 法としてガスモニターを用いた場合の Ng 濃度と回収量, 暴露時間と回収量の関係を検討したが, いずれも直接関係が得られ良好な結果であったので, これを測定機器として実用に供することも可能であることが示唆された。このガスモニターは吸引ポンプを必要とせず, 小型で作業者の襟元に装着するだけであるから, 装着者の作業動作にはほとんど影響を与えず, 火薬製造工場など爆発の危険が伴う作業場での個人サンプラーとして適していると思われるが, さらに実験室的検討を行なうとともに現場において, 固体捕集法との並行測定等を行なったうえで結論を導きたいと考える。

稿を終えるに当たり, ご校閲を賜った久保田重孝所長, 木村二郎衛生管理士に感謝いたします。

文 献

- 1) 浦川 孝, 横川六雄: エアサンプラーを用いジフェニルベンジジン試薬法によるダイナマイト工室の空气中ニトログリコールガス濃度測定法, 工業火薬, 26: 83, 1965.
- 2) 秋定辰夫: 空气中ニトログリコール, ニトログリセリンの定量, 分析化学, 12(5): 443—446, 1963.
- 3) Camera, E. and Pravisani, D.: Determination of alkylpolynitrates by electron capture gas chromatography—Application of air pollution, Anal. Chem., 39(13): 1945—1946, 1967.
- 4) NIOSH: Manual of Analytical Methods, 2nd. ed., S 216-1~S 216-11, 1977.

田中 茂, 赤羽章子, 浦島幸昌

中央労働災害防止協会労働衛生検査センター

Shigeru TANAKA, Akiko AKABANE and
Yukimasa URASHIMA

Occupational Health Service Center, Japan Industrial
Safety Association, Shiba 5-35-1 Minato-ku, Tokyo,
108 Japan

昭和55年2月19日受付

通信先: 田中あて, Reprint requests to S. Tanaka