

作業環境測定の方法改善及びスキルアップ研修実施報告

常三島技術部門

地域協働グループ^a 副技術部門長^b 分析グループ^c

情報システムグループ^d 計測制御システムグループ^e

山下 陽子 (YAMASHITA Yoko)^a

桑原 知彦 (KUWABARA Tomohiko)^c

東 知里 (AZUMA Chisato)^c

佐々木 由香 (SASAKI Yuka)^b

片岡 由樹 (KATAOKA Yoshiki)^d

三浦 隆浩 (MIURA Takahiro)^e

1. はじめに

令和2年度から作業環境測定の一部を技術支援部で行うこととなった。その中のジクロロメタンは、測定要望が最も多い物質であり、ガスクロマトグラフ（以下、GC）を使用する必要がある。前期の測定では、直接捕集法という手法で行ったが、分析に多くの労力と時間を要した。そこで後期の測定では、より効率的に行える固体捕集法に着目し、サンプリング方法及び分析方法の改善を行った。繁忙期では1日に複数の部屋を測定する必要があるため、GC分析担当者以外のメンバーも試料調製までの操作が行えるよう、スキルアップ研修を行った。測定方法の改善と研修内容について報告する。

2. 前期の測定を振り返って

前期測定で行った直接捕集法は、袋に空気を捕集し、その気体をそのまま注入する手法である。分析には地域協働技術センターのGCを使用した。GCの検出器は、水素炎イオン化検出器（以下、FID）と電子捕獲検出器（以下、ECD）の2種類ある。気体を注入する場合、FIDしか使用できず、物質を分離させるカラムはピークの幅が広くなりやすいパックドカラムとなる。

FIDで測定を行った際の問題として、①手動で気体の注入と測定開始ボタンを押す必要があるため、ピークを検出する時間（保持時間）がずれる可能性がある。②有機物質のほとんどを検出してしまうため、有機溶剤を何種類も使用する居室では、図1のようにピークが重なり合ってしまう。③上記理由により

検出されたピークが目的物質であるか確認しなければならない。等が生じる。③の問題を解決するためには、標準ガスと混合させた気体を追加し、目的物質の保持時間を確認する必要がある。

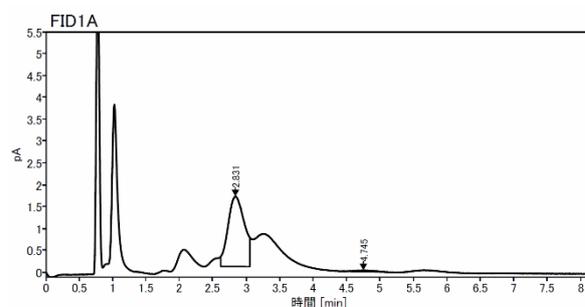


図1 複数物質が重なって検出されている様子

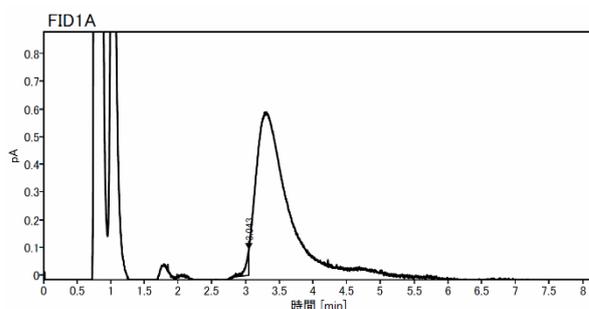


図2 ある居室での前期の測定の結果

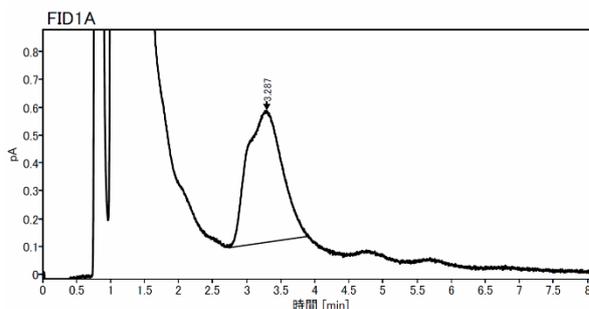


図3 標準ガスと混合して測定した結果

図2は実際に前期で作業環境測定を行った結果である。3.2 min にピークが検出され、ジクロロメタンかと思われた。しかし、標準ガスと混合し測定したところ、図3のように3.0 min の所にピークが現れている。よって、3.2 min のピークはジクロロメタンではないことがわかる。このような作業を前期測定では何回も行わなければならなかったため労力と時間を要した。

以上の事から、後期の測定では、ピーク幅が狭く分離の良いキャピラリーカラムと物質選択性のある ECD を使用する固体捕集法を行うことにした。

3. 変更点

3. 1. 検出器

ECDは電子親和力の強い物質が高感度で検出される検出器である。そのため、電子親和力の高いハロゲン化合物であるジクロロメタンやクロロホルムの検出が容易となる。また、電子親和力の低い他の有機物質は検出されないため同定も容易となる。

3. 2. 固体捕集法

固体捕集法は、活性炭やシリカゲルに空気中の有機溶剤を吸着させたのち、溶媒で脱着し、脱着させた溶媒をGCで測定する手法である。液体であるため、カラムもより分離の良いキャピラリーカラムが使用できる。また、気体は手動注入であったが、液体の場合はオートサンプラーが付属しているため、測定が終了するまで機器のそばにいない必要がなくなり、作業時間の短縮が可能である。さらに、保持時間のずれが少なくなるため、物質の同定がより容易となる。

4. 使用する固体について

ジクロロメタンやクロロホルムといった極性の低い物質を捕集するため、吸着させる固体は活性炭を使用した。活性炭チューブは複数のメーカーから販売されているが、ガステック製の物を選択した(図4)。これは検知管と同じメーカーであることから捕集方法がほぼ同じであり、操作ミスを防ぎやすいためである。チューブにはカッティングするため

の傷が入っており、2層に活性炭が詰められている。活性炭の前後にガラスウールが詰められており、脱着時は取り外す必要がある。



図4 活性炭チューブ

5. 研修実施日

日程：1回目 令和2年10月1日(木)

2回目 令和2年11月6日(金)

場所：地域協働技術センター測定機器室

参加者：作業環境測定チーム

6. 研修内容

- ① ポンプの流量(200 mL/min)と捕集時間(10 min)を設定し、活性炭チューブをセットした。
- ② 捕集後、チューブ中の前層、後層の活性炭を褐色バイアルにそれぞれ移し、脱着溶媒の二硫化炭素を2 mL添加した。
- ③ ときどき攪拌させながら1時間以上放置し、上澄み液を専用のバイアル瓶に移し替え、GC測定を行った。
- ④ 褐色バイアルの中に残っている活性炭を廃棄し洗浄した。

活性炭を回収している様子を図5に示す。



図5 活性炭を回収している様子

7. 研修を行って

7. 1. 活性炭の回収

捕集については問題なく行うことができた。チューブをカッティングする際、力加減や折る方向に戸惑ったが、慣れると容易にできるようになった。カッティング後のチューブの様子を図6に示す。活性炭を取り出す際、前層の前にあるガラスウールは容易に取り外すことができ、褐色バイアルに移すことができた。しかし、チューブが細いため前層と後層の間はピンセットが入らず取り出せなかった。そのため、排気側から針金を使用して取り出そうと試みたが、ガラスウールが上手にずらせなかったり、活性炭が挟まっていたりしたため作業に時間がかってしまった。



図6 カッティング後の様子

ガラスウールの取り外し方についてメーカーに確認したところ、シリンジ針のような細いもので引っかけながら取り外すとよいと返事をいただき、後日再度挑戦した。シリンジの針先を使用した場合、無事取り出すことができたが、先が尖っているだけで引っかかりにくく、慣れるには時間がかかるように思えた。シリンジ針とは別に、かぎ針状をした工具を東技術職員に作製していただき試したところ、より容易にガラスウールを引っかけ取り外すことが可能となった(図7)。



図7 奥のガラスウールをかぎ針状工具で取り出している様子

7. 2. その他作業について

脱着溶媒を入れる際にマクロピペットコントローラーを使用してホールピペットに溶媒を吸い上げたが、マクロピペットコントローラーの使用に慣れていなかったため作業に少し時間がかかった。

使用済みの活性炭は最初溶媒で濯いで廃棄していたが、溶媒を大量に消費する問題があった。しかし、溶媒が揮発し活性炭が乾燥状態になれば溶媒を使用せずに廃棄できることが判明した。

1回目の研修後、チームで意見を出し合った。活性炭が作業台に広がることを防ぐためにステンレスバットを購入したり、大量のバイアルの区別をするためにラベルシールを取り付けたりする等、より良い測定ができるように改良した。

8. 後期の測定を振り返って

図8は図1と同じ居室を後期に測定した結果である。検出されるピーク数が前期と比較して減少しており、またピークの重なりがないことから物質の同定が容易となった。次年度以降の測定も固体捕集法で実施し、より同定が良くなるような条件を検討していこうと考えている。

また、今回はコロナ禍で密集を避けるために基本1人で全ての作業を行ったが、今後は測定物質が増えていくため、チームの協力がより重要となる。少しずつより良い作業を行っていけるような体制を整えていきたいと考えている。

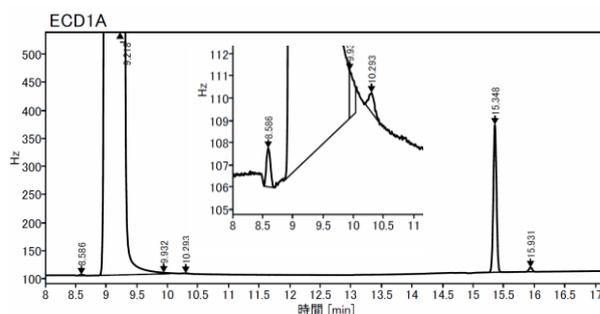


図8 ECDでの測定結果