

は定量値の信頼性を提示するために重要であると言える。本節では作業環境測定ガイドブックの定義に則り、各物質の定量下限を確認し、作業環境測定で求められる管理濃度の 1/10 倍の濃度の定量が可能か検討した。

3.4.2 検出下限及び定量下限の算出方法

管理濃度の 1/10 に相当する標準試料ガスについて、もしくは管理濃度の 1/10 に相当する標準試料ガスを標準的な吸引流量で、10 分間捕集して得られる最終試料液濃度になるよう調製した標準試料について、繰り返し 5 回分析し、その標準偏差(σ)の 3 倍(3σ)を検出下限、10 倍(10σ)を定量下限とした。

3.4.3 実験結果

検出下限及び定量下限の結果を表 11 に示す。なお、ヘキサン、スチレンに関しては検量線が作成できなかったため、R.S.D.のみ算出する。また、メタノール以外はサンプル捕集量を 0.5[L]として濃度換算した。ただし、メタノールは 1[L]で換算した。

表 11 対象物質の検出下限・定量下限

物質名	検出下限 (ppm)	定量下限 (ppm)	R.S.D. (%)
ジクロロメタン	0.367	1.22	3.53
アセトン	1.07	3.57	3.70
クロロホルム	0.0951	0.317	3.06
メタノール	3.53	11.8	6.76
ノルマルヘキサン			5.74
酢酸エチル	2.32	7.72	3.81
イソプロピルアルコール	0.409	1.36	3.74
トルエン	0.805	2.68	5.92
o-キシレン	0.709	2.36	2.55
スチレン			5.46

3.4.4 考察

市販されているポンプで精度良く捕集できる流量は 50[mL/min]以上であるため、10[min]以上捕集することを考えたとき、可能な量は 0.5[L]～1[L]である。その範囲において目標とする定量下限を得られる事が確認された。また、どの物質においても管理濃度の 1/10 倍に相当する絶対量で良好な再現性を得ることができた。

3.5 二硫化炭素の加熱脱着法を用いた定量分析

3.5.1 目的

管理濃度の変更においては ACGIH を参考にしているため、管理濃度を 1[ppm]に変更する予定となっている。しかし、管理濃度を 1[ppm]にするためには、その 1/10 倍の濃度、つまり 0.1[ppm]まで精度よく分析できなければならない。ただし、この場合作業環境での測定を考慮して、測定時間 10[min]で 0.1[ppm]の精度が要求される。現在、二硫化炭素の分析は直接捕集－GC/FPD 法もしくは液体捕集－吸光光度分析法を用いるのが一般的である。しかし、これらの方法で 0.1[ppm]まで精度良く分析できるという報告はなく、新たな分析法の検討が必要である。

そこで、加熱脱着分析は捕集した物質の全量を装置に導入することができる特徴がある。加熱脱着法が二硫化炭素の分析に適用できれば、0.1[ppm]という低濃度まで精度良く分析できることについて検証する。

3.5.2 実験結果

二硫化炭素の相対標準偏差 (R.S.D.[%]) 及び脱着率を算出し、評価する。その結果を下記に示す。

R.S.D (%) : 5 %

脱着率 (%) : 99.6 %

3.5.3 考察

他の有機溶剤と同様に R.S.D.が 10.0[%]以内に収まっており、脱着率も 99.6[%]と良好な結果が得られた。以上の結果から二硫化炭素を加熱脱着法で分析することが可能であると示唆された。

3.5.4 検出下限・定量下限の確認

1) 目的

二硫化炭素の管理濃度が 1[ppm]に改正されるためには、その 1/10 倍の濃度である 0.1[ppm]まで精度良く定量できなければならない。そこで、定量下限を得る事ができるかを確認した。

2) 実験結果

管理濃度の 1/10 倍について連続 5 回分析して求めた定量下限の結果を表12に示す。

表 12 より、0.1[ppm]以下に収まっているので、目標とする定量下限を得ることができた。

二硫化炭素の分析は他の物質と比べ、感度が悪い事と目的濃度が低い事が課題であった。しかし、加熱脱着法を適用させる事、0.5[L/min]で 10[min]捕集し、捕集量を多くする事によって管理濃度の 1/10 倍の濃度まで精度良く分析できることが確認された。

表 12 二硫化炭素の定量下限

検出下限 (ppm)	0.0147
定量下限 (ppm)	0.0489

6 まとめ

活性炭管を用いて、加熱脱着分析を作業環境測定に適応させるための基礎的事項の検討を行った。椰子殻活性炭及び球状活性炭を用いて選定した有機溶剤 10 物質の加熱脱着特性を検討したところ、ジクロルメタンやクロロホルムといった沸点が低い物質に関しては、椰子殻活性炭、球状活性炭ともに再現性及び脱着率に関して良好な結果を得た。しかし、極性を持つメタノールなどや沸点が高いトルエンを再現良く分析できるのは球状活性炭であった。o-キシレンやスチレンといった物質はどちらの吸着剤を用いても、5[min]という短時間で素早く脱着することはできなかつた。ともに 300[°C]、60[min]の加熱条件であれば、良好な結果が得られるが、球状活性炭に関しては 5 [min]以上 60[min]未満の検討は行っておらず、ヤシ殻活性炭より短時間で分析できる可能性が期待できる。また、サンプル捕集量を 0.5[L]に抑えても、物質によっては目標とする範囲に及ばないものもあったが、5 物質に関しては管理濃度以上の範囲で検量線を作成することができた。定量下限に関しては検量線を作成できなかったヘキサン及びスチレンを除くどの物質も必要とする管理濃度の 1/10 倍の濃度を確保することができた。また、二硫化炭素についても、加熱脱着法を適用させる事、0.5[L/min]で 10[min]捕集し、捕集量を多くする事によって管理濃度の 1/10 倍の濃度

まで精度良く分析できることが確認された。

D. 研究発表

1. 研究論文

名古屋俊士他：粒状活性炭—加熱脱着— GC / FID 法による有機溶剤の定量について
Vol29、No3、作業環境 日本作業環境測定協会
2008 (掲載決定)

2. 研究発表

*名古屋俊士他：活性炭管を用いた加熱脱着法による作業環境測定法の確立に関する研究(その2)
第 47 回日本労働衛生工学会 収録集 2007
*名古屋俊士他：溶接用 PDS-2 を用いたヒューム濃度の測定及び溶接作業環境評価
第 47 回日本労働衛生工学会 収録集 2007
*名古屋俊士他：溶接作業場における粉じん濃度の可視化による労働衛生管理への応用に関する研究
第 47 回日本労働衛生工学会 収録集 2007

E. 知的財産権の出願・登録状況

無し

注：溶接用に開発した改良型 PDS-2 及び改良型 PDS-2 とビデオ撮影の映像を一画面に掲載し対策と教育を両立させるシステムの開発は、実用新案への申請が可能であるが、測定機器及びシステムの普及を願って申請しなかつた。