

一酸化二窒素の測定手法検討結果
(個人ばく露濃度及び作業環境測定)

平成24年3月9日

測定手法検討分科会

目次

1. 目的
2. 物性等
3. 文献調査
4. 方法
 - 4-1. 試薬
 - 4-2. サンプルングバッグ
 - 4-3. サンプルング
 - 4-4. 測定機器
5. 結果
 - 5-1. クロマトグラム
 - 5-2. 検量線
 - 5-3. 検出下限及び定量下限
 - 5-4. 保存安定性
6. まとめ
7. 検討担当機関
8. 参考文献

1. 目的

一酸化二窒素は吸入麻酔薬、アジ化ナトリウムの製造、食品添加物としてホイップクリームの噴射剤などに使用されている。また、アジピン酸の製造、燃料や廃棄物の燃焼、家畜糞尿からの堆肥化などの過程で発生し、オゾン層の破壊や温室効果に寄与することが知られている。人への健康障害として発がん性については確認されていないが、GHS分類において生殖毒性が区分 1A、標的臓器/全身毒性(反復暴露)が区分 1、標的臓器/全身毒性(単回暴露)が区分 3 に該当している。

一酸化二窒素の測定手法として NIOSH では赤外分光法(以下 IR 法)を用いているが、より簡便で低濃度まで測定できる直接捕集-ガスクロマトグラフ電子捕獲型検出器(以下 GC/ECD)による個人ばく露濃度測定及び作業環境測定手法を検討したので、ここに報告する。

2. 物性等

一酸化二窒素は、大気中に約0.3ppm存在する無色のガスで、臭いは無い。また、常温では安定であり、オゾン、水素、ハロゲン類、アルカリ金属類とは反応しない。一酸化二窒素の物性及び許容濃度を表1に示す。

表1. 物性及び許容濃度

CAS No.	10024-97-2
分子量(g/mol)	44.01
融点(°C)	-90.8
沸点(°C)	-88.5
許容濃度 ACGIH TLV	50ppm

3. 文献調査

一酸化二窒素の測定法に関する文献を表2に示す。

表2. 一酸化二窒素の測定法に関する文献

出展	測定法	測定範囲等
NIOSH method No. 6600	直接捕集-IR 法	10ppm-1%
(財)電力中央研究所 横山、松田	直接捕集-GC/ECD 法	0.1ppm(定量下限値)
(財)日本環境衛生センター 古川	直接捕集-GC/ECD 法	-

4. 方法

(財)電力中央研究所の方法をもとに測定手法を検討し、分離性能、検量線の直線性、検出下限、定量下限及び保存安定性を調べた。

4-1. 試薬

純亜酸化窒素(一酸化二窒素) : GLサイエンス(株) 99.5% プッシュ缶標準ガス
純窒素 : (株)巴商会 G3(≥99.9995%) 高压ガス

4-2. サンプルングバッグ

スマートバッグ PA : GLサイエンス(株) 10L 容量 酢酸ビニル共重合体フィルム製

4-3. サンプルング

サンプルングバッグに直接試料を採取した。なお採取流速は、個人ばく露濃度測定は0.04L/min、作業環境測定は1L/minとした。

4-4. 測定機器

試料をガスタイトシリンジにて一定量採取し、GC/ECD に直接導入した。測定機器条件を表3に示す。

表 3. 測定機器条件

装置	: GC-14B (島津製作所)
カラム	: PORAPAK Q (50-80mesh, 3.2mm, 3.1m)
キャリアガス	: N ₂ 80kPa (20mL/min)
メイクアップガス	: N ₂ 75kPa
導入量	: 2mL (全量注入)
カラムオープン温度	: 70°C
気化室温度	: 130°C
検出器温度	: 250°C
カレント	: 0.05nA
レンジ	: 10 ⁰

5. 結果

5-1. クロマトグラム

標準ガス（窒素ベース、二酸化炭素 10%、一酸化二窒素 1ppm）を GC/ECD にて測定したクロマトグラムを図 1 に示す。二酸化炭素と一酸化二窒素を分離できる事を確認できた。

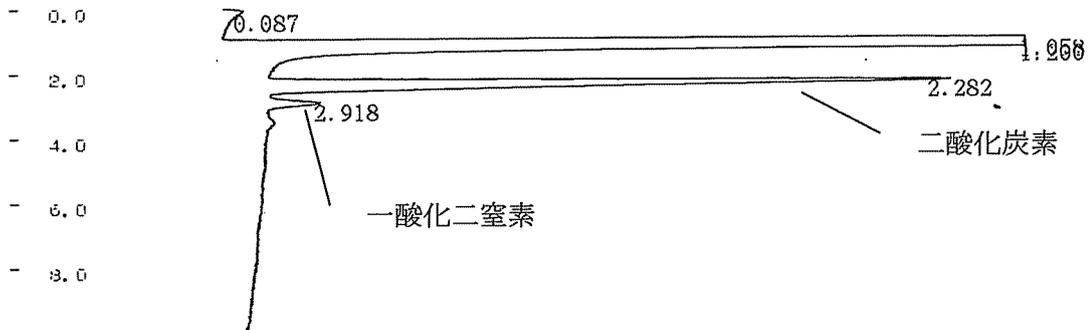


図 1. クロマトグラム

5-2. 検量線

ACGIH TLV 値 50ppm の 100 分の 1 から 2 倍 (0.5~100ppm) に対応する濃度を含む検量線を作成した。結果は図 2 及び表 4 に示すとおり、広範囲にわたり良好な直線性を得ることができた。なお、検量線用標準ガスについては、サンプリングバッグを用いて純亜酸化窒素標準ガスを純窒素にて段階的に希釈し、調製した。

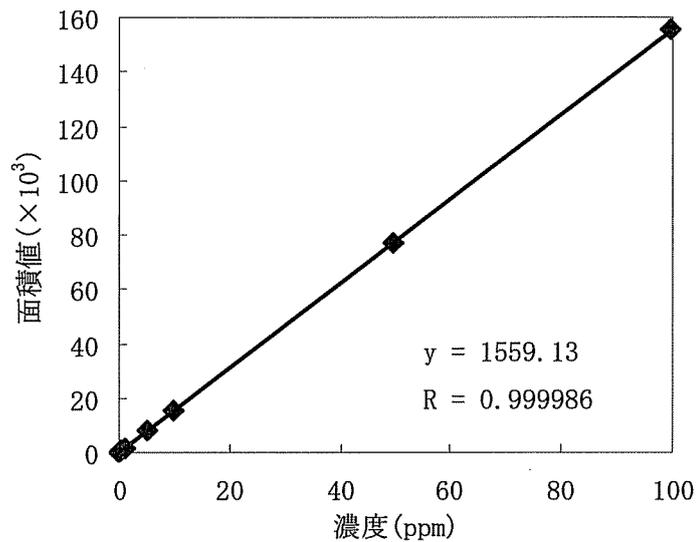


図 2. 検量線

表 4. 検量線データ

濃度 (ppm)	面積値
0	0
0.4975	714
0.995	1488
4.975	7768
9.95	15443
49.75	76888
99.5	155480

5-3. 検出下限及び定量下限

検量線の最低濃度(0.5ppm)の標準ガスを10回繰り返し測定し、得られた測定値の標準偏差を求め、その3倍を検出下限(LOD)、10倍を定量下限(LOQ)とした。その結果は表5に示すとおりであり、目標濃度である0.5ppmを測定するのに十分な感度である事が示された。なお、大気中には約0.3ppmの一酸化二窒素が存在していることを留意する必要がある。

表 5. 繰り返し測定の結果、LOD 及び LOQ 単位 : ppm

測定値 1	0.498
測定値 2	0.488
測定値 3	0.560
測定値 4	0.531
測定値 5	0.464
測定値 6	0.445
測定値 7	0.545
測定値 8	0.480
測定値 9	0.480
測定値 10	0.485
平均値	0.498
S. D.	0.0364
S. V. (%)	7.32
3 σ (LOD)	0.109
10 σ (LOQ)	0.364

5-4. 保存安定性

室内大気（相対湿度 63%）で満たしたサンプリングバッグに約 0.5ppm 及び 100ppm になるように標準ガスを添加し、1 日、3 日、5 日、7 日間、暗所、室温（約 20℃）にて保存した試料を測定し、保存安定性を調べた。結果は表 6 に示すとおりであり、7 日間保存してもほとんど減衰しないことが示された。なお、結果は調製直後の測定値に対する各日数経過後の測定値の割合で示される。

表 6. 保存安定性 単位：% (mean±SD) n=5

保存日数 (days)	設定濃度 (ppm)	
	0.5	100
1	103±6.8	97.2±4.0
3	102±5.2	104±4.1
5	101±7.6	96.2±3.7
7	99.2±6.6	102±3.9

6. まとめ

本検討により、検量線は 0.5～100ppm の広い範囲にわたり直線性を示し、目標濃度である 0.5ppm を定量するのに十分な感度を有しており、捕集後 7 日間は減衰することなく安定であることから、直接捕集-GC/ECD 法による一酸化二窒素の測定方法は個人ばく露濃度測定及び作業環境測定手法として適用可能であると判断する。

7. 検討担当機関

一般財団法人 上越環境科学センター

8. 参考文献

1. The National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH) (1994). NITROUS OXIDE: METHOD 6600.
2. 横山隆壽・松田裕光(1990). 火力発電排ガス中の N₂O に関する実態調査.
3. 古川修(1990). ガスクロマトグラフィーによる環境大気中の一酸化二窒素 (N₂O) の測定. (財)日本環境分析センター所報, 17, 50-55.

(別紙)

一酸化二窒素標準測定分析法

構造式(示性式) : N ₂ O	分子量 : 44.01	CAS No. : 10024-97-2
許容濃度 ACGIH TLV : 50ppm	物性等 融点(°C) : -90.8 沸点(°C) : -88.5	
別名 亜酸化窒素		
サンプリング		分析法
サンプリングバッグ : 10L 容量スマートバッグ PA (GLサイエンス)	分析方法 : ガスクロマトグラフ 電子捕獲型検出法(GC/ECD法)	
サンプリング流量 : 個人ばく露濃度測定 0.04L/min 作業環境測定 1L/min	装置 : GC-14B (島津製作所)	
保存性 : 捕集後、暗所、室温で7日間迄安定	カラム : PORAPAK Q (50-80mesh, 3.2mm, 3.1m)	
ブランク : 大気中に約 0.3ppm 存在	キャリアガス : N ₂ 80kPa (20mL/min)	
精度	メイクアップガス : N ₂ 75kPa	
検出下限(LOD) : 0.2ppm	導入量 : 2mL (全量注入)	
定量下限(LOQ) : 0.4ppm	カラムオープン : 70°C	
	気化室温度 : 130°C	
	検出器温度 : 250°C	
	カレント : 0.05nA	
	レンジ : 10 ⁰	
	検量線 : 絶対検量線法 (範囲 : 0.5~100ppm)	

参考

The National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH) (1994). NITROUS OXIDE : METHOD 6600.

横山隆壽・松田裕光(1990). 火力発電排ガス中の N₂O に関する実態調査.

古川修(1990). ガスクロマトグラフィーによる環境大気中の一酸化二窒素 (N₂O) の測定. (財)日本環境分析センター所報, 17, 50-55.