

事故時等健康危機管理における化学物質の分析法の検討

環 境 科 学 部

は じ め に

有害大気汚染物質モニタリングにおいて揮発性有機化合物(VOCs)の分析に採用されている容器採取-ガスクロマトグラフ質量分析法は多成分を同時に分析できる利点があり、事故時等において原因物質を特定するのに有効である¹⁾。

衛生研究所健康危機管理指針において当担当は危機管理時における役割として原因物質の同定を担っているが、現在使用している大気濃縮・ガスクロマトグラフ/質量分析(GC/MS)装置がこのような場合に対応可能かみるために、今回農薬や土壌殺菌剤として用いられているクロロピクリン(CCl_3NO_2)について本法による分析を試みた。

方 法

1 分析方法

(1) 使用機器、測定条件

事故発生から分析開始までの流れは図1のとおりである。分析開始までの時間は短時間でなければならないため、接続中のカラムをそのまま使用することは必須である。そのため、定量法とモニターイオン以外は通常有害大気汚染物質モニタリングに採用しているのと同じ条件で行った。その他については文献2の方法に準じた。

大気濃縮装置：Entech 7000

試料濃縮量：400ml

Module1 条件：ガラスビーズ

Trap(-150℃), Desorb(20℃)

Module2 条件：Tenax TA

Trap(-15℃), Desorb(180℃)

Module3 条件：溶融シリカキャピラリー

Trap(-150℃), Desorb(80℃)

GC/MS装置：HP6890/5973

使用カラム：Agilent HP-VOC 内径0.32mm, 長さ60m, 膜厚1.8μm

カラム温度：40℃(4分) (10℃/分) 250℃(5分)

注入口温度：220℃

注入法：パルスドスプリット, 20psi (1分)

インターフェイス温度：250℃

キャリアガス：ヘリウム, 3.3ml/分

検出法：SIM

定量法：絶対検量線法

モニターイオン：クロロピクリン

定量用：117, 確認用：119

(2) 標準試薬

クロロピクリン(関東化学製, 純度95%)4.1μlを1リットル真空瓶中で気化させ、高純度窒素で希釈して1000ppmの標準ガスを調製した。これから適宜真空瓶, キャニスター(内面を不活性処理したステンレス容器)へと希釈した。

2 検出下限値, 定量下限値測定

標準ガス50ppt, ゼロガスをそれぞれ5回連続測定し、分析マニュアル²⁾に従い算出した。

3 添加回収試験

標準ガス250pptを添加したキャニスターと添加しないキャニスターで研究所の外気を同時に捕集した試料3組の定量値の差から回収率を求めた。

4 保存安定性試験

添加回収試験に使用したキャニスターを4日後に再分析して安定性を確認した。

結 果

1 クロマトグラム

クロロピクリン標準品のマススペクトルを図2, SIMクロマトグラムを図3に示す。ピーク形状は良好である。

2 検量線, 検出下限値, 定量下限値

検量線を図4に示す。検量線は2次曲線で近似された。

連続測定において標準偏差の高かった50ppt標準ガスより算出した検出下限値は0.068μg/m³, 定量下限値は0.23μg/m³であった。

3 添加回収試験

回収率は117%~131%であった。なお、環境試料については全て定量下限値未満であった。

4 保存安定性試験

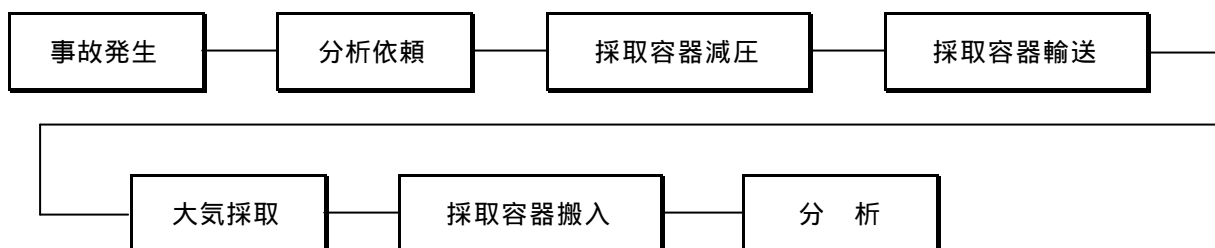
標準物質を添加したキャニスターについて、4日後に再測定した値は95~102%で安定性は良好であった。

今回容器採取-ガスクロマトグラフ質量分析法

でクロロピクリンの分析を検討した結果、高感度の分析が可能であることが分かった。また、キャニスターによる採取法は、現場で簡便かつ瞬時に試料を採取できることから、本分析法は薬品漏出事故時等緊急時においての適用が可能である。本市では大気濃縮-GC/MS装置を常時稼働させており、カラムの交換なしに液体窒素を準備して直ちに分析できることは、事故時等において迅速な対応が期待される。

文 献

- 1) 財団法人日本食品分析センター：緊急時における化学物質調査マニュアル 平成9年度環境庁公害調査委託費による報告書，42～63(1998)
- 2) 環境省環境管理局大気環境課：有害大気汚染物質測定方法マニュアル 大気中のベンゼン等揮発性有機化合物(VOCs)の多成分同時測定方法(容器採取-ガスクロマトグラフ質量分析法)，(2003)



- 注 1. 「採取容器減圧」の作業はサンプリングバッグ（悪臭用）で捕集する場合，不要である。
 2. 分析依頼のあった段階で液体窒素を手配する。

図1 事故発生から分析までの流れ

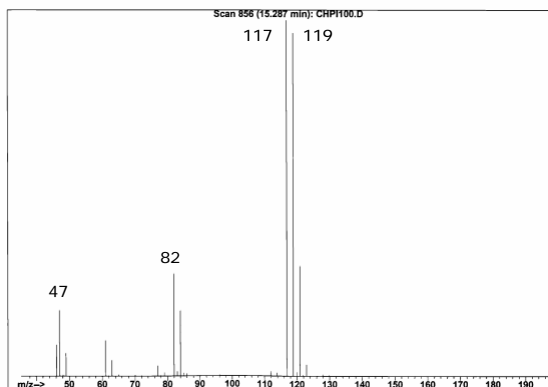


図2 クロロピクリン標準品のマスペクトル

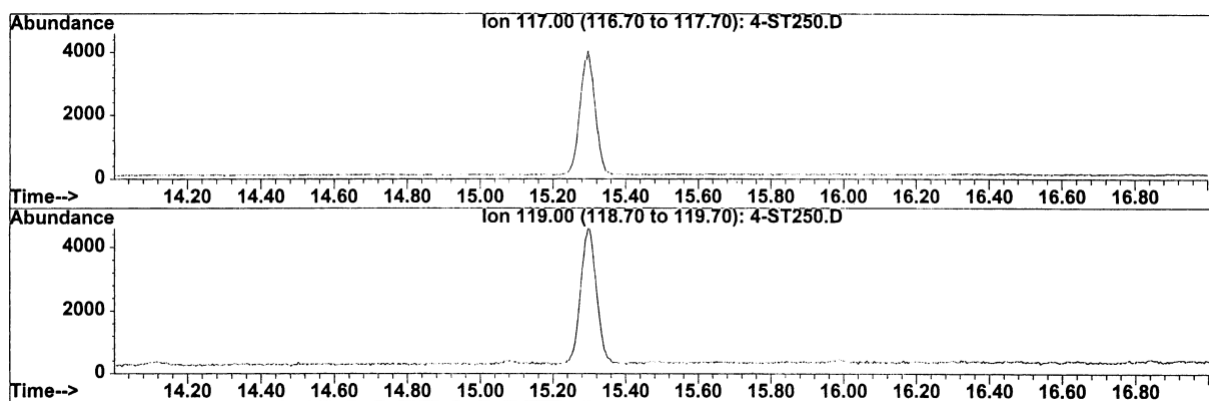


図3 クロロピクリン標準品のクロマトグラム

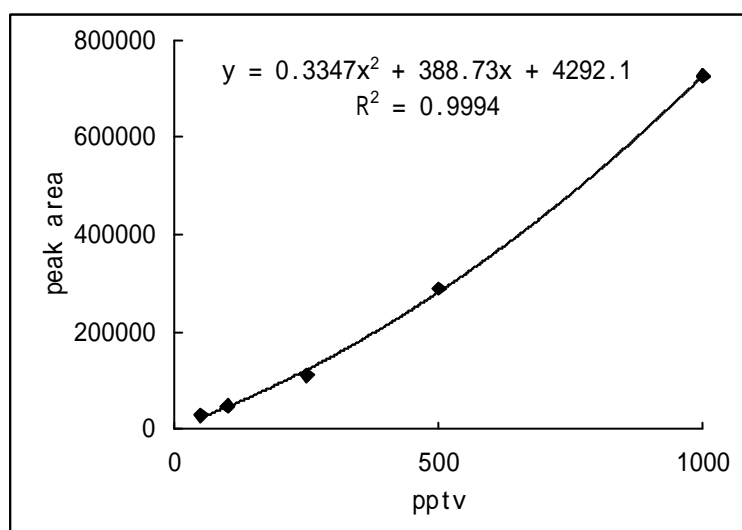


図4 検量線