

有機溶剤実習マニュアル
目 次

1. ガスクロマトグラフ分析方法 (GC) によるトルエン濃度の測定.....	1
1. 1 トルエンの物性等.....	1
1. 2 分析に使用する器具等.....	1
1. 3 トルエンピークの同定及び直接捕集法によるトルエン濃度の測定.....	2
1. 4 固体捕集法によるトルエン濃度の測定.....	4
1. 5 ガスクロマトグラフ (FID) の基本操作手順の一例.....	6
[参考資料]	8
2. 吸光度分析法 (ヒドロキサム酸法) による酢酸エチル濃度の測定.....	9
2. 1 酢酸エチルの物性等.....	9
2. 2 分析に使用する器具等.....	9
2. 3 液体捕集法による酢酸エチル濃度の測定.....	10
3. 検知管方式による混合有機溶剤の測定.....	17

1. ガスクロマトグラフ(GC)分析法によるトルエン濃度の測定

1. 1 トルエンの物性等

トルエン $C_6H_5CH_3$ 分子量: 92.1 g/mol 密度: 0.862 g/ml 管理濃度: 50 ppm

1. 2 分析に使用する器具等

(1) 使用器具

- ① 真空捕集瓶 (1 L) 5本
- ② ホールピペット (2 ml) 1本
- ③ バイアル瓶 (2 ml) 4本
- ④ マイクロシリンジ (10 μ l) 2本
- ⑤ ガスタイトシリンジ (5 ml) 2本

(2) 試薬

- ① トルエン標準液 (固体捕集法用) 86.2 μ g/ml、二硫化炭素 (CS_2) ベース
トルエン標準物質 1ml を CS_2 に溶かして 100 ml とし、この 1ml をさらに CS_2 で希釈して 100 ml としたもの。
- ② 検量線用トルエン標準系列液 (直接捕集法用) ジエチルエーテルベース
- ③ 二硫化炭素 (作業環境測定用)
- ④ 有機溶剤試薬 (定性用)

(3) 装置及び器具

- ① ガスクロマトグラフ分析装置一式 (島津GC-14型、クロマトパックCR-8A型)
- ② 活性炭管
- ③ 吸引ポンプ (吸引流量: 200 ml/min 程度に調整済)
- ④ 石けん膜流量計
- ⑤ 未知試料用ガスバッグ (A, B)

(4) その他の用具

- ① 安全ピペッター
- ② ストップウォッチ
- ③ サインペン
- ④ ラベル

1. 3 トルエンピークの同定及び直接捕集法によるトルエン濃度の測定

(1) ガスクロマトグラフ (GC) 操作

1. 5 ガスクロマトグラフの基本操作手順の一例 (p. 7) に基づき分析条件等の設定及び確認を行う。分析条件等を実習レポート p. 1 表 1 に記入する。

(2) 測定対象物質トルエンの同定

- ① トルエン標準物質の入った共栓試験管の上部の気体をガスタイトシリンジに約 1 ml 採取する。これを GC に直接打ち込まず、GC 上部の排気口又はドラフト内に一旦捨てる。さらに、清浄空气中でプランジャーを数回押し引きしてシリンジ内のトルエン濃度を下げ、再度シリンジの容量を清浄空気です約 1 ml に合わせ GC に導入する。
- ② ガスバッグ A、B からそれぞれ試料空気 1 ml をガスタイトシリンジに採取し、GC に導入する。
- ③ 得られたトルエン標準物質のクロマトグラム上のピーク保持時間から、ガスバッグ内の試料空気中のトルエンピークの同定を行う。実習レポート p. 1 表 2 に記入する。

ガスタイトシリンジを用いて試料ガスを GC へ導入する方法

- (1) ガスタイトシリンジ (5 ml) 内が清浄であることを確認して、試料ガスを所定の容量だけ採取する。
- (2) シリンジを GC の注入口に直角に立て、注入口のセプタムに針の根元まで差し込み、すばやくプランジャーを押し下げる。針を差し込むときプランジャーの先端を指で軽く押さえておく。
- (3) 試料ガスを注入後、シリンジを抜く。このときもプランジャーを指で押さえたまま抜くようにする。

(3) 標準ガスの調製

① 次の組成のトルエン標準系列液が実験台上に用意されているので、確認する。

ラベル No. 1	トルエン	0 ml + ジェルソルベント	→ 100 ml
ラベル No. 2	"	1.0 ml + "	→ 100 ml
ラベル No. 3	"	3.0 ml + "	→ 100 ml
ラベル No. 4	"	5.0 ml + "	→ 100 ml

- ② 実験台上に準備された真空捕集瓶のうち 4 本を、真空ポンプに接続して内部の空気を吸引し、いずれも、差圧を 10 mmHg 以下にする。
- ③ 標準系列液ラベル No. 1 を、マイクロシリンジ (10 μ l) に正確に 5.0 μ l 採取する。このとき、シリンジ内に気泡や異物が入らないように注意する。
- ④ プランジャーを、シリンジ内に空気が入ってくるまで引き、針先の分も含めた全液量を読み取り、記録する。(約 6.0 μ l 入る。針先の液体は約 1.0 μ l)。
- ⑤ 真空捕集瓶のセプタムにシリンジの針を差し込んで、シリンジ内の液を真空捕集瓶に注入する。注入後すこしおいて、シリンジを抜く。
- ⑥ 真空捕集瓶のバルブを開いて清浄空気を取り込む。空気が取り込まれたらすぐにバルブを閉じる。
- ⑦ 真空捕集瓶中にはシリンジ内の標準系列液が全量入るので、これより真空捕集瓶中のトルエン

濃度 (μ g/L) を求めることができる。

- ⑧ 標準系列液ラベル No. 2 ~ 4 について、③ ~ ⑦ を繰り返し、別々の真空捕集瓶にそれぞれの濃度の標準系列ガスを調製する。
- ⑨ 標準系列液ラベル No. 4 から調製した標準試料ガスの濃度 (ppm) を計算で求め実習レポート p. 1 表 3 に記入する。

(4) 標準ガスの分析と検量線の作成

- ① 真空捕集瓶中の標準ガスをガスタイトシリンジ (5 ml) を用いて採取し、そのうち 1.0 ml を正確にガスクロマトグラフに導入する。
- ② トルエンピークの保持時間、ピーク高さ及び面積を求める。
- ③ ガスクロマトグラフに導入した標準試料中のトルエン質量とピーク面積の関係をグラフ用紙にプロットして、検量線を作成する。

(5) 未知試料の分析 (定量)

- ① 未使用の真空捕集瓶 (1 L) を真空ポンプと接続して吸引し、10 mmHg 以下に減圧する。
- ② 未知試料空気の入ったガスバッグ A と真空捕集瓶とを接続して試料空気を捕集する。
- ③ 真空捕集瓶内の試料空気をガスタイトシリンジ (5 ml) を用いて採取し、そのうち 1.0 ml を正確にガスクロマトグラフに導入する。
- ④ 得られたクロマトグラム上のトルエンピークの高さ及び面積を求める。
- ⑤ 1. 3 (4) で作成した検量線に、未知試料のトルエンピーク面積をあてはめ、導入したトルエンの質量を求める。
- ⑥ 求めたトルエン質量とガスクロマトグラフへの試料空気導入量との関係から、真空捕集瓶に捕集された試料空気中のトルエン濃度 (ppm) を求める。

(6) 測定結果の記録

- ① トルエンピークの同定の結果を実習レポート p. 1 表 2 に記入しなさい。
- ② 直接捕集による濃度等の測定結果を実習レポート p. 1 表 3 に記入しなさい。

(7) 後始末

- ① 使用した真空捕集瓶内の標準ガス及び未知試料ガス (有機溶剤) を処理して瓶をクリーニングするため、ガス採取口のセプタムを外し真空ポンプと接続して、活性炭層を通して吸引する。
- ② ガスタイトシリンジを清浄空気クリーニングした後、プランジャーを抜き取って箱の中に別々に収納する。プランジャーをシリンジ内に差し込んだままにせず、はずして別々に保存するのは、プランジャーの先端のテフロン・ガスケットチップが縮むのを防止するためである。

1. 4 固体捕集法によるトルエン濃度の測定

(1) 捕集装置の組み立てと捕集 (各班)

- ① 活性炭チューブによるガス捕集装置を写真1のように組み立てる。
活性炭チューブの両端をカットして、流量計に接続する。
- ② 試料空気をサンプリングする前に吸引口に石けん膜流量計を接続して、ポンプの吸引流量が 200 ml/min 程度になるように流量校正を行う。
(実習ではすでに調整済であるので、流量確認のみ行う。)

50 ml / 14.4"
= 208 ml/min

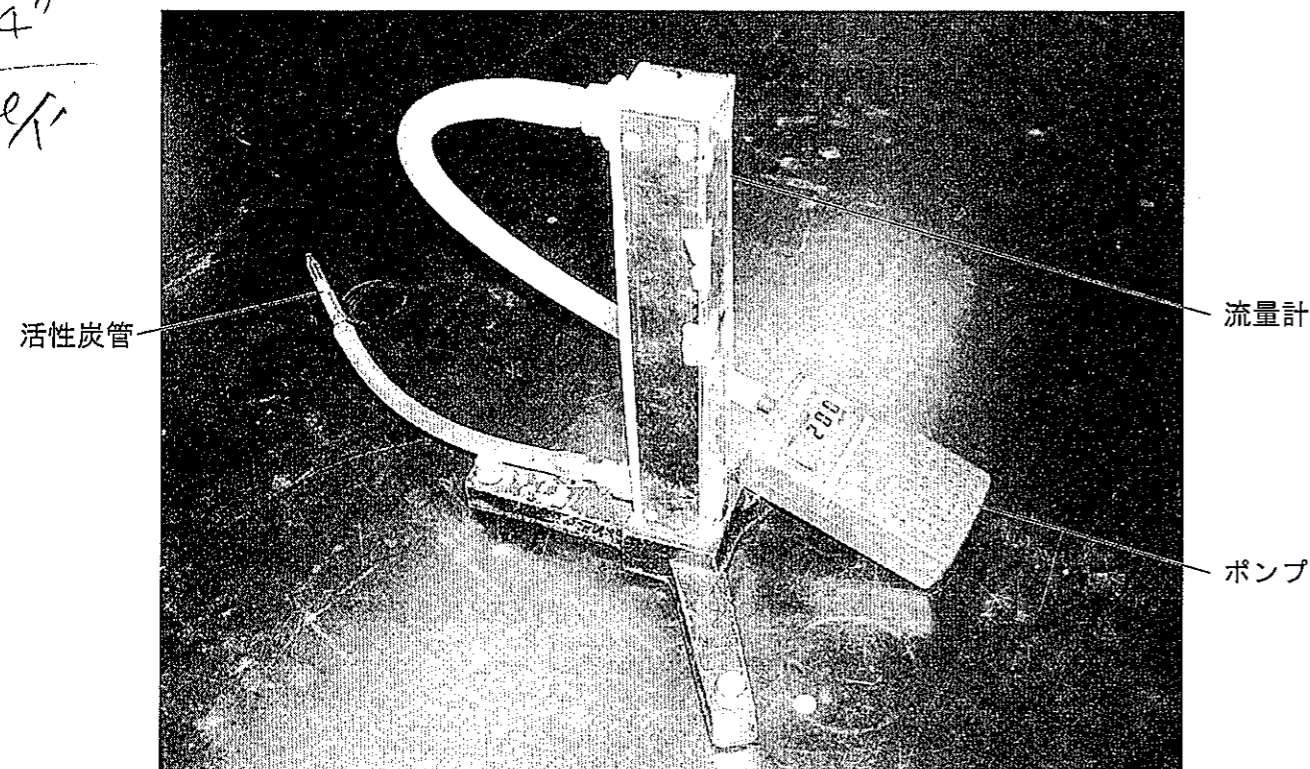


写真1 固体捕集のサンプリング配管例

- ③ 活性炭チューブの吸引口側をガスバッグAの採気口に接続し、試料空気を10分間吸引して捕集する。
- ④ 活性炭チューブを配管からはずして、両端にキャップをする。

(2) 捕集された試料の溶媒脱着

- ① 試料空気を捕集した活性炭チューブ内の2層(前層:1層目と後層:2層目)の活性炭を取り出し別々にバイアル瓶に入れる。このとき、1層目と2層目を区別できるように、あらかじめ、バイアル瓶にラベルテープを貼り付けておく。
- ② 未使用の活性炭チューブについても同様に活性炭を取り出し、バイアル瓶に入れ、ブランクとする。
- ③ それぞれのバイアル瓶に、ホールピペットを用いて二硫化炭素を2.0 ml ずつ入れ密栓し、振とうしたあと、一時間以上放置する。これを試料液とする。

(3) 標準系列液の分析と検量線の作成

- ① あらかじめ調製されたトルエン標準液(86.2 μg/ml、二硫化炭素ベース)が実験台上におかれているので、確認する。
- ② このトルエン標準液の1.0 μl、2.0 μl、3.0 μl、及び4.0 μlと、溶媒として使用している二硫化炭素1 μlをそれぞれマイクロシリンジを用いて採取してGCに導入し、得られたクロマトグラムからトルエンのピーク高さ及び面積を求める。
- ③ 求めたピーク面積とGCへ導入した標準系列液中のトルエンの質量との関係をグラフ用紙にプロットして、検量線を作成する。

マイクロシリンジを用いて試料液をGCへ導入する方法

- (1) マイクロシリンジ(10 μl)のシリンダー内を試料液の溶媒で洗浄する。
- (2) シリンダー内を試料液で数回共洗いする。
- (3) 必要量の試料液をシリンダーに満たす。このとき気泡や異物が入らないようにする。
- (4) プランジャーを引き、シリンジの針先部分も含めて採取した全液量(A μl)を読み取る。
- (5) シリンジの針先等に液滴のないことを確認して、ガスクロの注入口に直角に立て、針を根元まで差し込み、すばやくプランジャーを押し下げる。針を差し込む時プランジャーを軽く指で押さえる。
- (6) 注入後、プランジャーを引いてシリンダー内に残った試料液量(B μl)を読み取る。
- (7) (A-B) μlをガスクロマトグラフへの導入量とする。

(4) 未知試料液の分析

- ① (3)操作と同様に、マイクロシリンジを用いて未知試料液1 μlを採取し、ガスクロマトグラフに導入する。得られたクロマトグラムのピーク高さ及び面積を求める。
- ② 求めたピーク面積を検量線にあてはめ、ガスクロマトグラフに導入した試料液中のトルエンの質量を求める。これより脱着した試料液中のトルエンの質量を計算する。
- ③ 試料液中のトルエンの質量及び試料空気の捕集量から試料空気中のトルエン濃度(ppm)を求める。

(5) 測定結果の記録 (各自)

トルエン標準液の測定と検量線の作成、及び、未知試料の測定の結果を実習レポートp. 2表4に記入しなさい。

(6) 後始末

- ① ガス捕集装置(吸引ポンプ、流量計等)を解体して整理しておく。
- ② バイアル瓶、フラスコ等の内容物を所定の容器に廃棄し、ガラス器具は簡単に水洗いしたあと、洗剤で洗う。
- ③ 活性炭チューブのガラスの破片等を安全に捨てる。

1.5 ガスクロマトグラフ (FID) の基本操作手順の一例

- (1) キャリヤガス (窒素) 流量の設定
操作: フローコントローラーの窒素調整つまみで分析条件のキャリヤガス流量にフローメーターを設定する。
- (2) ガスクロマトグラフ (GC) 本体の電源を入れる。
操作: パワースイッチON後、ヒーター及びFIDスイッチON
- (3) 空気流量の設定※設定済
操作: 空気圧力調整つまみで適切な空気量になるように圧力を設定する。
- (4) 水素流量の設定※設定済
操作: 水素圧力調整つまみで適切な水素量になるように圧力を設定する。
- (5) FIDの点火
操作: IGNITボタンを押しながら、電子ライターをFID検出器キャップの排気口に近づけて着火する。
- (6) 点火の確認
操作: FID検出器キャップの排気口に鏡や光沢のある金属表面を近づけて、水蒸気が付く事を確認
- (7) ディテクタ (検出器) 温度の設定
操作: GC設定部 (キーユニット) による設定
例) 150°Cに設定する場合
表示:

DET-T	1	5	0	ENT
-------	---	---	---	-----
- (8) インジェクション (気化室) 温度の設定
操作: GC設定部 (キーユニット) による設定
例) 150°Cに設定する場合
表示:

INJ	1	5	0	ENT
-----	---	---	---	-----
- (9) カラム温度の設定
操作: GC設定部 (キーユニット) による設定
例) 90°Cに設定する場合
表示:

COL	INT	9	0	ENT
	TEMP			
- (10) ディテクタ (検出部)、インジェクション (気化室)、カラムの温調を開始させる。
操作: GC設定部 (キーユニット) による設定
表示:

START				**
-------	--	--	--	----
- (11) ディテクタ (検出部) の選択
操作: GC設定部 (キーユニット) による設定
例) DET1に選択する場合
表示:

DET	1	ENT
-----	---	-----
- (12) ディテクタ (検出部) の極性 (Polarity) の設定
操作: GC設定部 (キーユニット) による設定 (+)
例) 1側のインジェクションポート信号を正方向
表示:

POL	1	ENT
-----	---	-----
- (13) ディテクタ (検出部) の感度 (Range) の設定
操作: GC設定部 (キーユニット) による設定
例) 10⁴mVに設定する場合
表示:

RANGE	1	ENT
-------	---	-----

- (14) 記録計 (クロマトパック) の電源を入れる。
記録計本体のパワースイッチを入れる。
CR8A; 信号音を確認する。
- (15) 入力信号レベルの確認とゼロ点の調整
GCからの入力信号レベルを確認して、-1000 μ Vから+5000 μ Vの範囲内にあることを確認する。
この範囲外の場合はGC本体のゼロ調整つまみを操作して調整する。(範囲内になるとグリーンのインジケータランプが点灯する)

CR8A キー操作

COMMAND	M(FREE)	ENTER	MONIT
---------	---------	-------	-------

- (16) GCの安定確認
しばらく時間を置いてGCが安定 (ベースラインを描かせて見ると尚良い) したようであれば、再度、入力信号レベルを確認してみる。(15)での調整値と比べて、おおきく変化が無いようであれば良い。

CR8A キー操作

COMMAND	B(PLOT)	ENTER
---------	---------	-------

※同じキー操作でベースラインのプロットは停止する。

- (17) 記録計の感度 (ATTEN) およびチャートスピード (SPEED) を設定する。
今回の実習では、以下の通り設定している。ただし、分析試料のクロマトグラムの状態によって適宜、変更する。

CR8A キー操作

COMMAND	7(ATTEN)	6	ENTER
---------	----------	---	-------

COMMAND	8(SPEED)	2	0	ENTER
---------	----------	---	---	-------

- (18) ゼロ補正
入力信号レベルをゼロ補正する。この操作は(15)及び(16)操作により、入力信号レベルが-1000 μ Vから+5000 μ Vの範囲内で調整されており、安定している場合に有効である。

CR8A キー操作

COMMAND	N(ZERO)	ENTER
---------	---------	-------

- (19) 分析の開始・終了

CR8A キー操作

START1	STOP1
--------	-------

〔参考資料〕

混合溶剤、シンナーの蒸発〔作業環境測定のための労働衛生の知識より抜粋

；厚生労働省労働衛生課監修・（社）日本作業環境測定協会編〕

混合有機溶剤から蒸発して発生する蒸気の組成は、共沸混合物の場合を除いて、一般に溶剤の組成と同じではない。それは、混合溶剤の各成分のある温度における蒸気圧が等しくないため、たとえば下表2。塗料用シンナーの配合例中のスプレー用シンナー（トルエン66%、酢酸エチル・酢酸ブチル各14%、ブタノール4%、セロソルブ2%）を蒸発させると最初は低沸点成分の酢酸エチル、トルエンを主とした蒸気が発生し、半分くらい蒸発すると酢酸エチルはなくなってトルエン蒸気のみになり、蒸発が進むに従い段々と高沸点成分が出てくる。従ってもし、このシンナーを塗装工場で使用すると、塗料の調合、希釈などの際には酢酸エチルとトルエンが約半分ずつ混合して蒸発し、噴霧塗装の際には酢酸エチルとトルエンが1:1ないし1:2の割合で、自然乾燥の際にはトルエンに少量の酢酸ブチルが混合して蒸発し、最後に乾燥炉に入って焼付けの際にはトルエンと酢酸ブチルが1:1で混合し、これに残りのブタノールやセロソルブの高沸点成分が加わって蒸発するものと推定される。

このように同じシンナーを使用していても作業によっては発生する蒸気の組成は異なるので、作業環境の測定評価の際にはこれを考慮しなければならない。特に測定に検知管法や吸光光度分析法のような、成分に対する選択性のない方法を使用する場合には共存成分の影響が重要であり、できれば最初に作業場の空気を採取してガスクロマトグラフ法で分析し、蒸気の組成を知っておくことが望ましい。

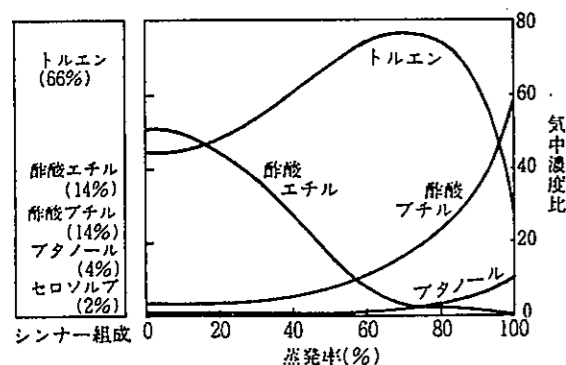


図1 混合溶剤（シンナー）の蒸発
（沼野，労働衛生8巻2号，p.109，昭和42年）

表2 塗料用シンナーの配合例

成分	用途			
	刷毛塗り用	スプレー用	スプレー用 (リターダー)	ハイソリッド ラッカー用
酢酸エチル	—	14%	—	10%
酢酸ブチル	—	14%	—	20%
酢酸ベンチル(酢酸アミル)	—	—	30%	—
エチルアルコール	10%	—	—	—
イソプロピルアルコール	10%	—	—	—
1-ブタノール	—	4%	—	10%
メチルエチルケトン	—	—	—	30%
トルエン	—	66%	—	30%
エチレングリコールモノエチルエーテル(セロソルブ)	—	2%	10%	—
エチレングリコールモノエチルエーテルアセテート(セロソルブアセテート)	35%	—	—	—
テレピン油	45%	—	—	—
ソルベントナフサ	—	—	60%	—

2. 吸光光度分析法（ヒドロキサム酸法）による酢酸エチル濃度の測定

2.1 酢酸エチルの物性等

酢酸エチル $\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$ 分子量：88.1 g/mol 密度：0.891 g/ml 管理濃度：400 ppm

2.2 分析に使用する器具等

(1) 使用器具

- ① メスフラスコ (10 ml) 6個
- ② ホールピペット (0.5 ml) 1本
- (1 ml) 3本
- (2 ml) 1本
- (3 ml) 11本
- (4 ml) 1本
- ③ 共栓試験管 (10 ml) 10本
- ④ 駒込ピペット (2 ml) 2本

(2) 試薬

- ① 酢酸エチル標準液 (1.069 mg/ml、調製済)
酢酸エチル1mlを90%エタノール(吸収液)に溶かして50mlとし、この3mlをさらに吸収液で希釈して50mlとしたもの。
- ② 吸収液(90%エタノール)
- ③ 塩酸ヒドロキシルアミン(5%)溶液
- ④ 水酸化カリウム(25%)溶液
ポリエチレン瓶に保存する。
- ⑤ 塩化鉄(III)溶液
塩化鉄(III)約1.2gを塩酸(4M)100mlに溶解したもの。

(3) 装置及び器具

- ① 分光光度計一式(島津UV-1700型)
- ② 小型ガス吸収管
- ③ 吸引ポンプ(吸引流量が100 ml/min程度に調整されている。)
- ④ 流量計
- ⑤ 石けん膜流量計(流量校正用)
- ⑥ 未知試料用ガスバッグA及びB

(4) その他の用具

- ① 安全ピペッター
- ② ストップウォッチ
- ③ サインペン
- ④ ラベル

2. 3 液体捕集法による酢酸エチル濃度の測定

(1) ガスバッグA及びBの試料空気中の酢酸エチルの捕集

① 捕集器具の準備

小型ガス吸収管2本をスタンドに立て、各吸収管に吸収液(90%エタノール)を4 mlずつ入れて、吸収液の標線に印をつけておく。これを2組準備する。

② 液体捕集装置の組立

①で準備した吸収液入り小型ガス吸収管1組、液滴トラップ及び吸引ポンプを写真2に示すようにチューブで接続する。これを1組の液体捕集装置とする。

③ 流量校正

組み立てた液体捕集装置の吸引口を石けん膜流量計に接続し流量校正を行う。

吸引空気流量が100 ml/min前後になるように、必要であれば、吸引ポンプの流量調整を行う。(実習では、調整済みであるので、流量の確認のみを行う。)

④ ガスバッグ中の試料空気の捕集

流量校正済みの液体捕集装置の吸引口をガスバッグA(又はB)に接続して試料空気を10分間吸引する。

⑤ 捕集後処理

試料空気の採取後、小型ガス吸収管を取り外し、それぞれの吸引口と排気口にキャップをしてスタンドに立てる。吸収液が蒸発等により減少している場合は始めに印を付けておいた標線まで吸収液を追加する。

⑥ 別のガスバッグ中の試料空気の捕集

次いで、ガスバッグB(又はA)の試料空気を、同様に捕集する。(②~⑤を繰り返す。)

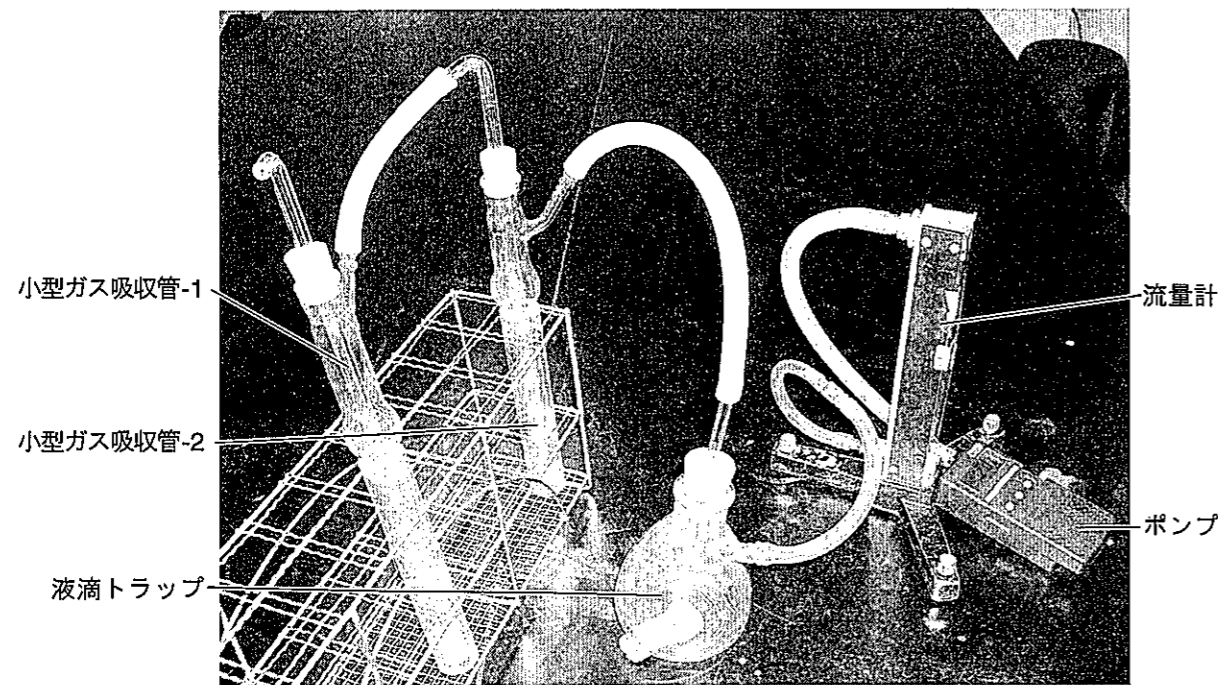


写真2 サンプルング配管例

(2) 分光光度計の稼働準備

本体の電源を入れ、初期化後、光源等が安定するまで待つ。(約30分程度)

(3) 標準系列液の調製

酢酸エチル標準液(2.2(2)①)を吸収液で希釈して、検量線作成用の標準系列液を調整する。

- ① 10mlメスフラスコを4個準備し、「0ml」「0.5ml」「1ml」「2ml」と記したラベルを貼る。
- ② ラベルと同じ容量のホールピペットで、酢酸エチル標準液を分取する。「0ml」のメスフラスコには何も入れない。
- ③ 吸収液で定容とし、混和する。定容の際は、駒込ピペット又はメスピペットを用いて正確に標線に合わせる。
- ④ 各標準系列液の酢酸エチル濃度を計算しておく。

(4) 吸収スペクトル測定用標準液の調製

標準系列液と同様の方法で、ラベルネーム「0ml」及び「2ml」と同じ溶液を調製し、これらを吸収スペクトル測定用標準液とする。

(5) 発色操作

捕集済の吸収液4種類(ガスバッグA及びBから捕集した小型ガス吸収管1及び2)、標準系列液4種類、吸収スペクトル測定用標準液2種類の計10種類の試料について発色操作を行う。

- ① 共栓試験管(10 ml)を10本準備し、各試料のラベルネームを貼付する。
- ② 各試料を3 mlずつホールピペットに採り、同じラベルネームの共栓試験管に入れる。
- ③ 塩酸ヒドロキシルアミン溶液3 mlを加えて1分間強振したのち、さらに水酸化カリウム溶液1 mlを加えて1分間強振したのち、60℃の恒温槽中で5分間加温する。*(手際よく)*
- ④ 水浴中で室温まで冷却後、塩化鉄(III)溶液1 mlを加えて1分間強振する。これをそれぞれの発色液とする。

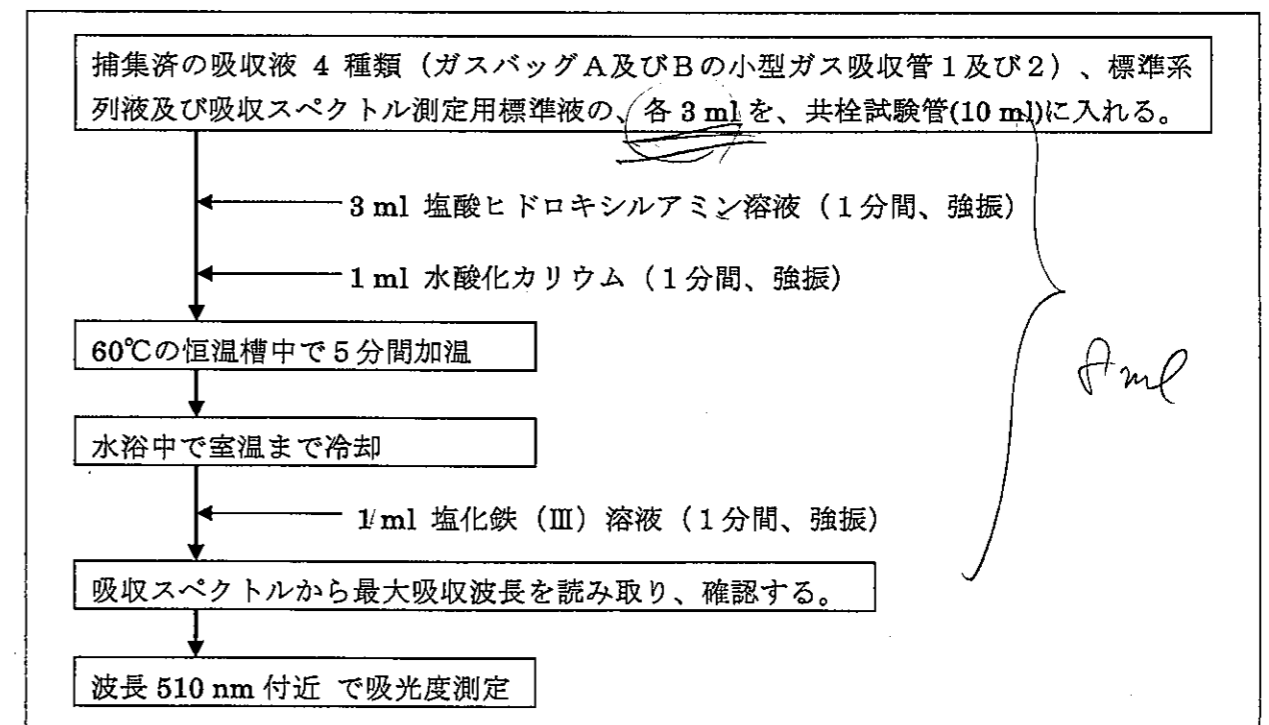


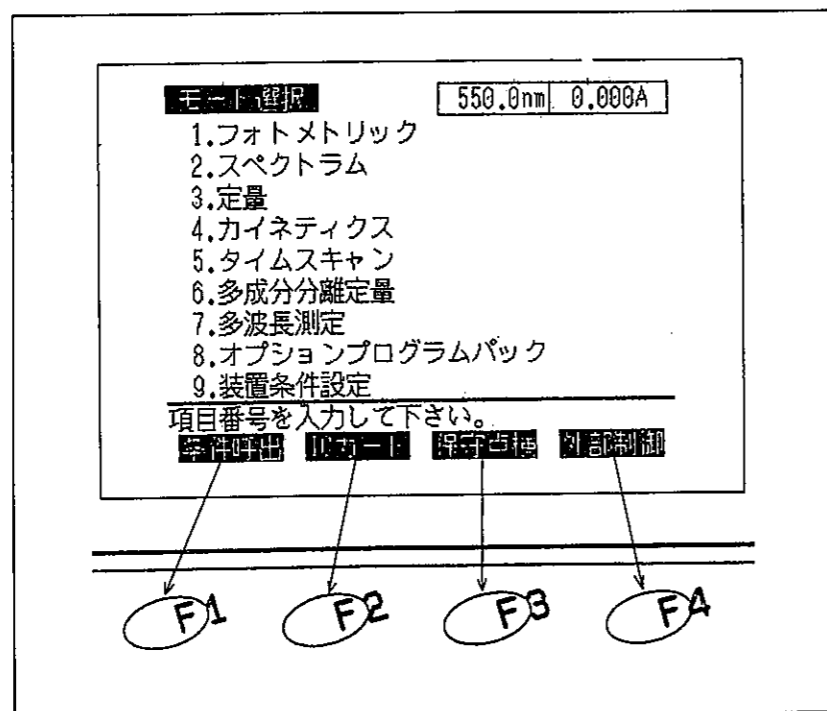
図1 発色操作(フローチャート)

(6) 測定操作—分光光度計の基本操作手順の一例

(6-1) 吸収スペクトルの測定

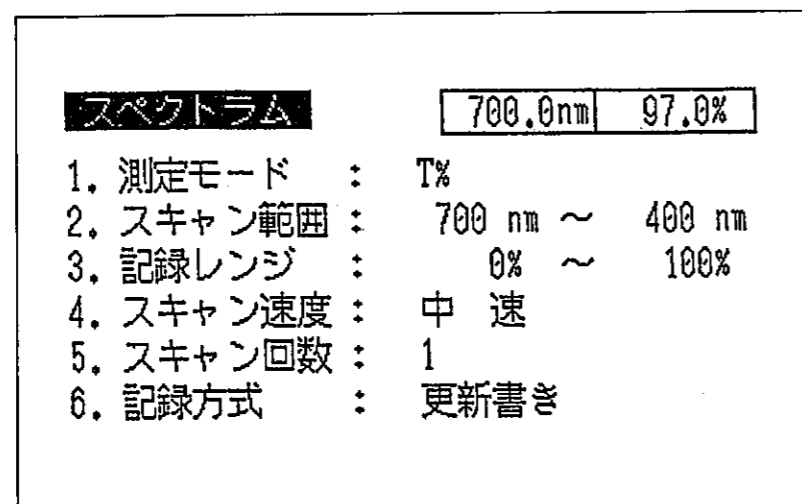
- ① 装置電源を入れると初期画面であるモード選択画面が表示される。暖機時間を置く。
- ② モード選択画面で<2. スペクトラム>を選択し(数字キー「2」を押す)、スペクトラム画面を呼び出す。

モード
選択
画面



- ③ スペクトラム画面で<1. 測定モード>を選択し(数字キー1を押す)、%T(透過率モード)に設定する。同じく、<2. スキャン範囲>を選択(数字キー2を押す)して、700~400nmに設定する。

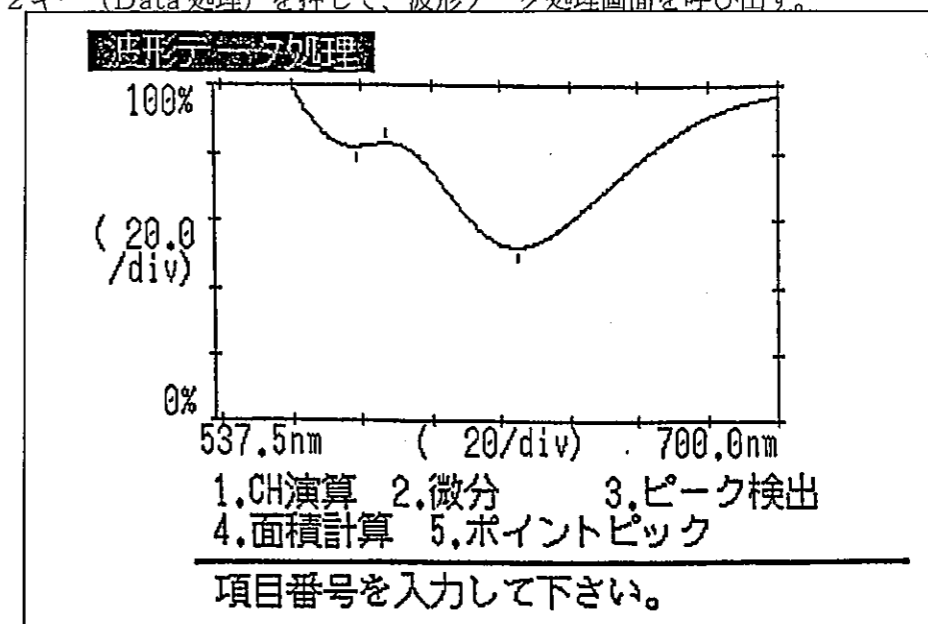
スペクトラム
画面



- ④ スペクトラム測定用試料のうち、標準液からの発色液をサンプル側(試料室手前側)のセルに、標準液を加えずに発色操作のみを行った試料液(ブランク試料:濃度ゼロ)をリファレンス側(試料室奥側)のセルに、それぞれ入れてセットする。
- ⑤ START/STOPキーを押すとスペクトル図の画面になり、測定が開始される。

- ⑥ 測定終了後、F2キー(Data処理)を押して、波形データ処理画面を呼び出す。

波形データ
処理画面



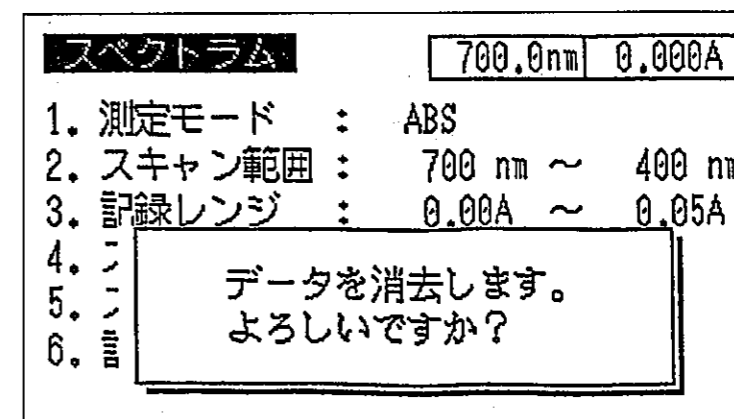
- ⑦ <3. ピーク検出>画面を選択し(数字キー3を押す)、さらにバレイ(F4キー)を押して、最大吸収波長を確認する。RETURNキーを3回押して、スペクトラム画面まで戻す。

バレイ
検出画面

横軸値	T%	横軸値	T%
624.5	52.4		
578.5	82.1		

- ⑧ MODEキーを押して、データ消去(F3キー)し、モード選択画面に戻す。

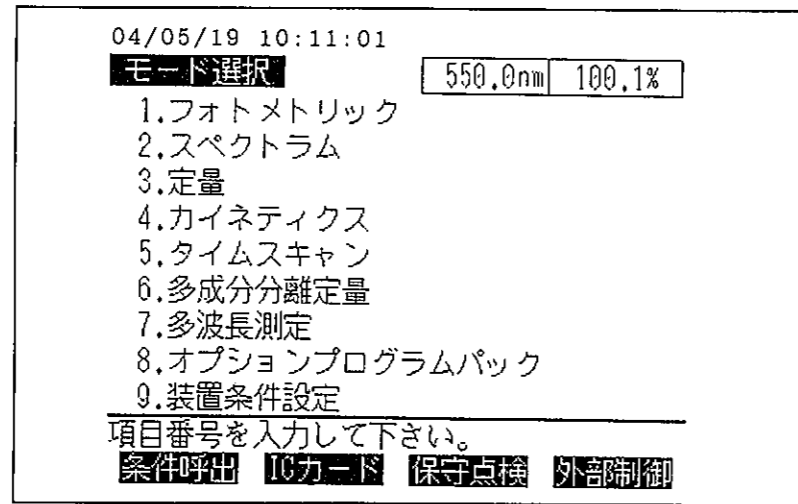
データ
消去画面



(6-2) 吸光度測定

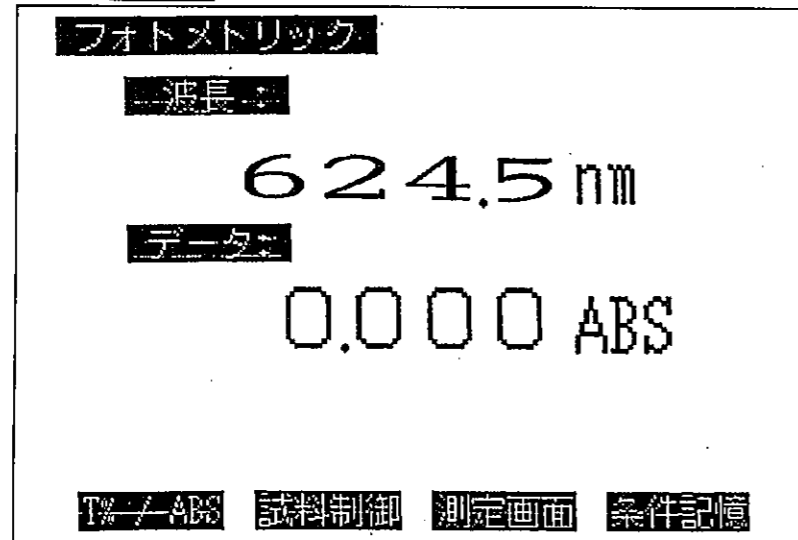
① モード選択画面で<1. フォトメトリック>を選択する(数字キー「1」を押す)。

モード
選択
画面

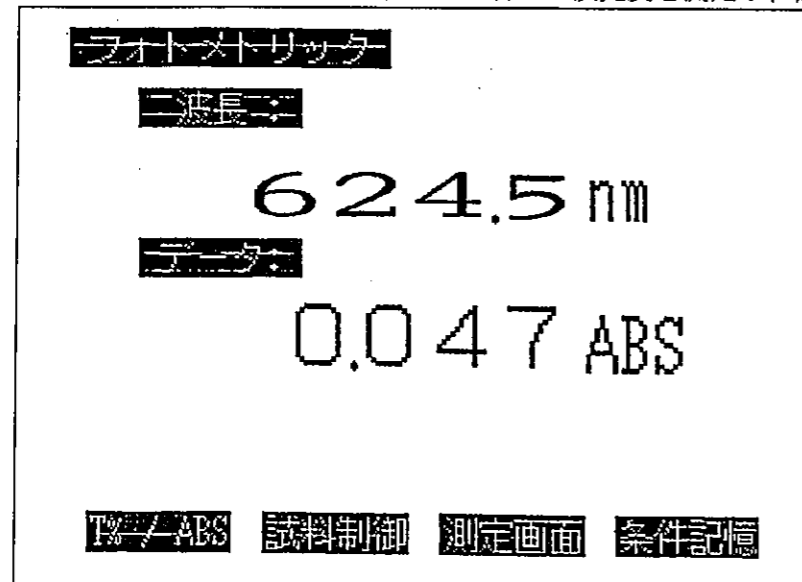


② フォトメトリック画面で[GOTO WL]キーを押して、測定波長を入力し、ENTERキーを押す。

フォ
トメ
トリ
ック
画
面



③ サンプル側のセルに、検量線用の標準系列液の濃度0 (ブランク試料) を入れてセットし、オートゼロを実行する。以後、サンプル側のセルに試料を入れ替えて吸光度を測定し、記録する。



(7) 測定結果の記録(班員各自)

- ① 実習レポート p. 1 表 1 に測定条件を記入する。
- ② 実習レポート p. 1 表 2 に測定結果を記入する。
- ③ 標準系列液から調製した発色液について、酢酸エチル濃度と吸光度をグラフ用紙にプロットして、検量線を作成する。
- ④ 未知試料液の吸光度を検量線にあてはめ、発色液中の酢酸エチル濃度を求める。
- ⑤ 求めた発色液中の酢酸エチルの濃度から捕集液 4 ml 中の酢酸エチルの質量を計算する。
- ⑥ 1 本目の小型ガス吸尿管の捕集液 4 ml 中の酢酸エチルの質量 (m_1) と 2 本目の小型ガス吸尿管の捕集液 4 ml 中の酢酸エチルの質量 (m_2) から、次式に基づき捕集率を求める。

$$\text{捕集率 (\%)} = \left[1 - \frac{m_2}{m_1} \right] \times 100$$

- ⑦ 1 本目の小型ガス吸尿管の捕集液 4 ml 中の酢酸エチルの質量と捕集率、試料空気捕集量とから酢酸エチルの環境空气中濃度 (ppm) を算出する。

(8) 後始末 (各班)

- ① ガス捕集装置の配管を外す。
- ② ガラス容器の中の液を所定の容器内へ廃棄する。
- ③ ガラス器具の洗浄
メスフラスコ、試験管などは洗浄後、実験台上の試験管台へ逆にして立てる。
- ④ 分光光度計のセルは石けん水につけておく。
- ⑤ ピペットは水道水で洗って、ピペット洗浄器の中へ先端を上にして入れる。
- ⑦ 実験台上を清掃する。

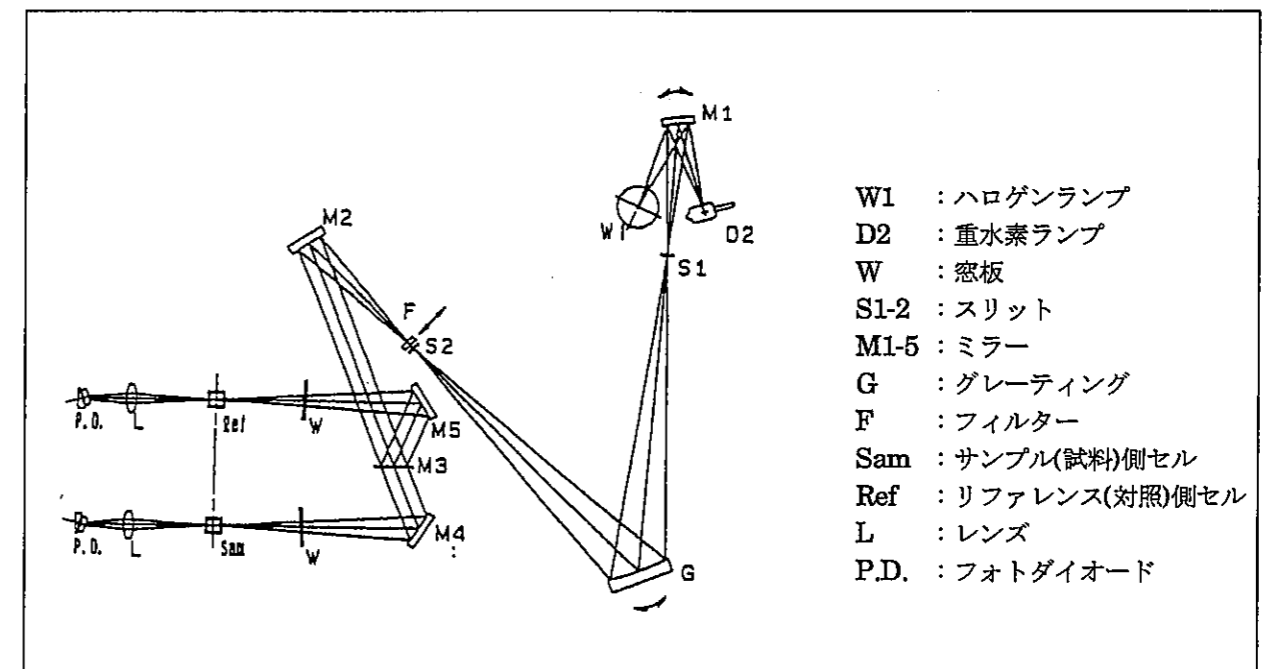


図2 島津UV-1700型分光光度計の光学系統図

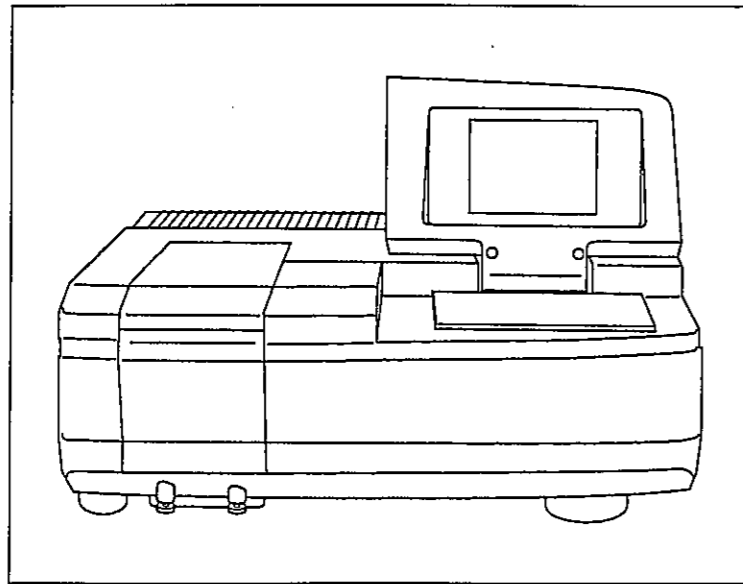


図3 島津UV-1700型分光光度計の概観

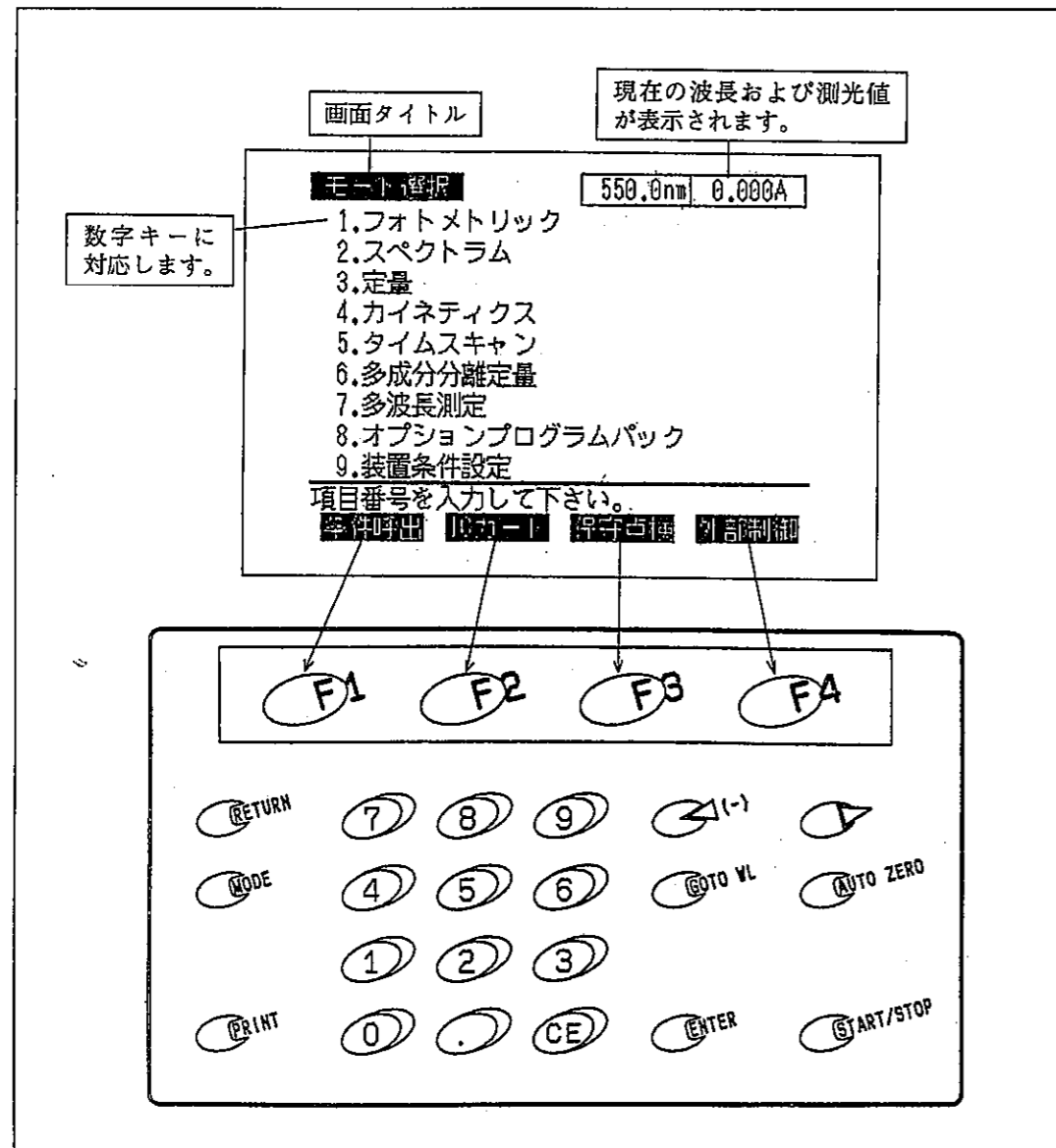


図4 島津UV-1700型分光光度計の画面表示とシートキー

3. 検知管方式による混合有機溶剤の測定

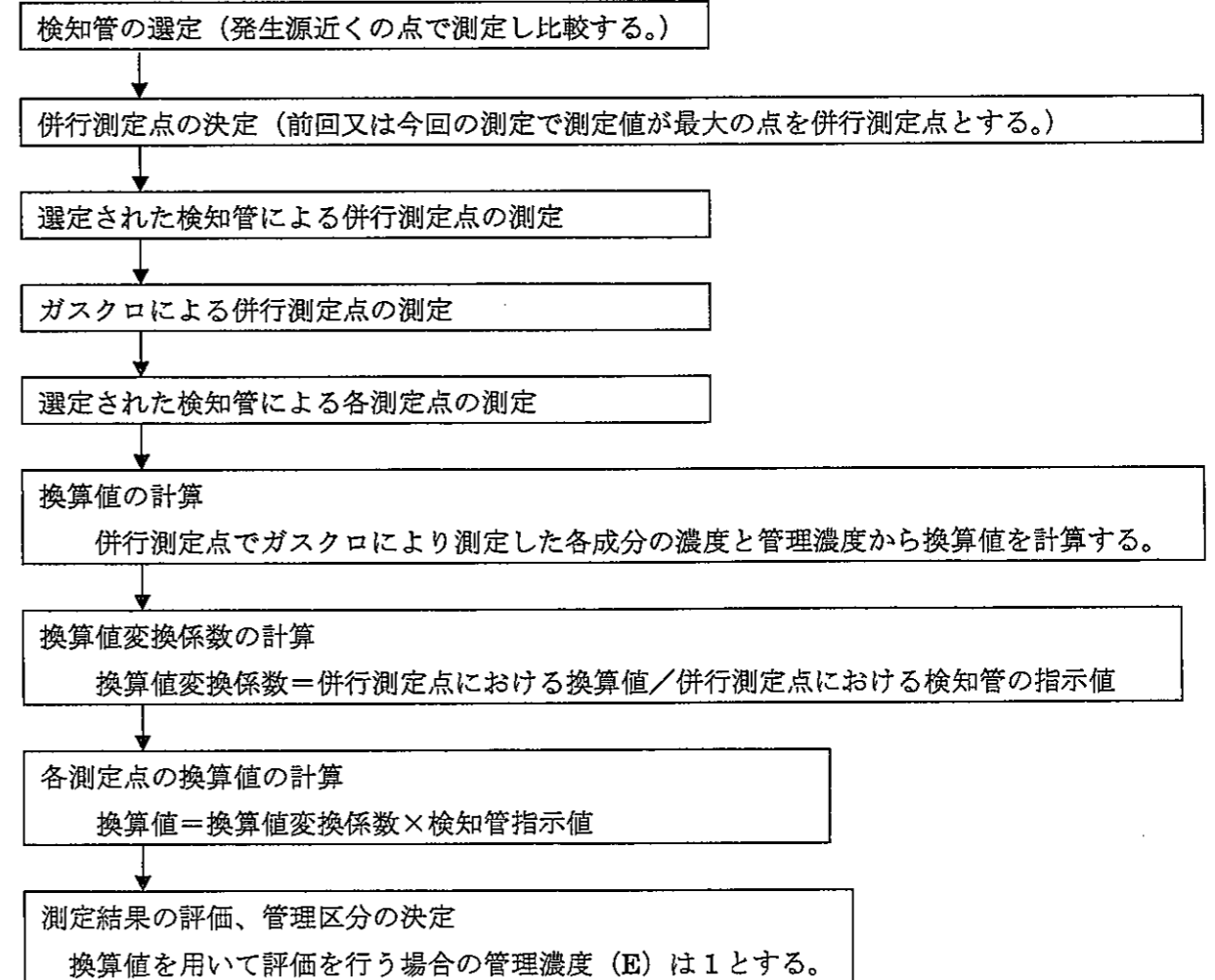
—所轄労働基準監督署長より作業環境測定特例許可を受けた作業場における混合有機溶剤の測定—

(1) 実習の概要

労働安全衛生法施行例別表第6の2第1号から47号までに掲げる物（ただし、作業環境測定基準第13条第2項に掲げる物以外の物にあつては、同項に掲げる物を主成分とする混合物として製造され、又は取り扱われる場合に限る。）について、有機溶剤予防規則第28条の2第1項の規定による測定結果の評価が2年以上行われ、その間、当該評価の結果、第1管理区分に区分されることが継続した単位作業場所については、所轄労働基準監督署長の許可を受けた場合には、当該有機溶剤の濃度の測定は、検知管方式による測定機器を用いる方法によることができる。ただし、1以上の測定点において、作業環境測定基準第13条第1項に掲げる方法（ガスクロマトグラフ等）により、併行測定を行うことになっている。（詳細は、作業環境測定基準等を参照のこと）

今回は、このような作業場の空気をテドラーバッグ内に調製し、全測定点を検知管方式により測定する。この内、1測定点を併行測定点とし、検知管による測定の外に、ガスクロマトグラフ分析法によっても測定する。併行測定点におけるガスクロマトグラフの測定結果と管理濃度から換算値を計算し、この換算値を検知管の指示値で除して換算値変換係数を求める。その後、検知管方式による各測定点の指示値を換算値に変換し、当該単位作業場所の評価を行う。

(2) 測定の流れ（例）



(3) 実習で使用する器具等

- ① 未知試料用ガスバッグ (取り扱う溶剤は、芳香族化合物、脂肪族化合物、及び塩素化炭化水素系化合物を成分とする混合有機溶剤とする。)
- ② 真空式ガス採取器 ③ ガス検知管 (トルエン用、酢酸エチル用、トリクロルエチレン用)
- ④ チップカッター ⑤ ラベル

(4) 実習操作

- ① 発散源近くの点、及び、併行測定点の設定
本実習では、各自が、それぞれ、準備されたガスバッグの測定点の1つを担当し、その測定点が発散源近くの点、及び、併行測定点をかねるものとする。
- ② 使用する混合有機溶剤の成分
使用する混合有機溶剤の成分は、芳香族化合物 (トルエン)、脂肪族化合物 (酢酸エチル)、及び、塩素化炭化水素系化合物 (トリクロルエチレン) である。
- ③ 検知管の選定
次の検知管を用いて、発散源近くの点とみなした測定点で測定し、変色層が最も長く、先端部分のはっきりと読みやすい検知管を、班全体で1種類、選定する。
イ トルエン用検知管
ロ 酢酸エチル用検知管
ハ トリクロルエチレン用検知管
以降は、選定した検知管で測定し、その指示値を読み取る。
- ④ 選定した検知管による併行測定点の測定値
③で測定した検知管のうち、選定した検知管の指示値を読み取り、併行測定点における検知管の測定値とする。
- ⑤ ガスクロマトグラフによる併行測定点の定量分析結果
併行測定点における未知試料ガスの各有機溶剤ガス濃度は、ガスクロマトグラフ分析の結果、以下のとおりであったものとする。

トルエン	15 ppm
酢酸エチル	25 ppm
トリクロルエチレン	5 ppm

- ⑥ 選定した検知管による各測定点の測定
選定した検知管を用いて、各自が担当する測定点でもう一度測定し、測定点No.のラベルを貼付する。他の測定点の測定値については、他の班員が測定した検知管を受け取って指示値を読み取る。
- ⑦ 換算値変換係数の算出
⑤に示したガスクロマトグラフによる併行測定の測定値及び管理濃度から併行測定点における混合有機溶剤の換算値を計算する。次いで、換算値を④で求めた検知管による併行測定の測定値で除して、換算値変換係数を求める。
- ⑧ 各測定点の換算値の算出
各測定点の検知管による測定値に換算値変換係数を乗じて、換算値を算出する。
- ⑨ 測定結果の記録及び計算
測定結果を実習レポート p. 3表3に記入し、評価計算を行い、管理区分を決定する。

有機溶剤の測定に使用される検知管の主要な反応と妨害成分の例

測定対象成分	反応原理	妨害成分	
		プラスの妨害	マイナスの妨害
キシレン クロルベンゼン トルエン	① 硫酸酸性五酸化二ヨウ素を還元してヨウ素を遊離させる	芳香族炭化水素、高濃度の脂肪族炭化水素	
クレゾール スチレン	② 発煙硫酸で酸化されて黄色の重合物を生成する	ブタジエン、高濃度のアルコール類、エステル類	アクリロニトリル
クレゾール	③ 第2セリウム錯塩で酸化されて重合物を生成する	フェノール類、アンモニア、脂肪族アミン、芳香族アミン	
アセトン イソプロピルアルコール イソペンチルアルコール 2-ブタノール エチルエーテル 酢酸イソブチル、酢酸イソプロピル、酢酸エチル、酢酸ブチル シクロヘキサノン、メチルシクロヘキサノン	④ 酸化クロムまたは重クロム酸塩の6価クロムイオン (黄または橙色) が3価クロムイオン (青または緑色) に還元される	ほとんどすべての有機溶剤	
アセトン	⑤ 塩酸ヒドロキシルアミンと反応して生成した塩化水素が pH 指示薬を変色させる		
シクロヘキサノン メチルシクロヘキサノン	⑥ 2,4-ジニトロフェニルヒドラジンと反応してジニトロフェニルヒドラゾン生成する	ケトン類、フルフラール	
四塩化炭素	⑦ 酸化剤で酸化されて生成したホスゲンが芳香族アミンおよびアニリン誘導体と反応して染料を生成する	ハロゲン、ハロゲン化炭化水素	
クロロホルム 1, 2-ジクロルエチレン テトラクロルエチレン 1, 1, 1-トリクロルエタン トリクロルエチレン	⑧ 酸化剤で酸化されて生成した塩素がオルトトリジンと反応して黄色ホロキノン生成する	飽和および不飽和ハロゲン化炭化水素	
クロルベンゼン 1, 2-ジクロルエチレン テトラクロルエチレン トリクロルエチレン	⑨ 酸化剤で酸化されて生成した塩化水素が pH 指示薬を変色させる	不飽和ハロゲン化炭化水素	高濃度の炭化水素類
N, N-ジメチルホルムアミド	⑩ アルカリと反応して生成したジメチルアミンが pH 指示薬を変色させる	アンモニア、アミン類、ヒドラジン	
二硫化炭素	⑪ 酸化剤で酸化されて生成した二酸化いおうが塩化第二水銀と反応して塩化水素を生成し pH 指示薬を変色させる	二酸化いおう、硫化水素	

計算問題3

空气中の酢酸エチル蒸気を小型ガス吸収管(捕集液4ml)で、
100ml/minの吸引流量で10分間捕集した。
その捕集液から3mlをとって、希釈させ、8mlとし、吸光度を
測定したところ、最終試料液の酢酸エチル濃度は30μg/ml
であった。このときの空气中酢酸エチル濃度は何ppmか？
(捕集率は80%とし、酢酸エチルモル質量を88.1とす)

解答.

捕集液4ml中の酢酸エチル量は、

$$30 \frac{\mu\text{g}}{\text{ml}} \times 8 \text{ ml} \times \frac{4 \text{ ml}}{3 \text{ ml}} = 320 \mu\text{g}$$

捕集率εの補正: $\varepsilon:320=1:x \Rightarrow x = \frac{320}{\varepsilon} = \frac{320}{0.8} = 400$
吸引気体量は、

$$0.1 \frac{\text{l}}{\text{min}} \times 10 \text{ min} = 1 \text{ l}$$

空气中酢酸エチル濃度は、

$$\frac{400 \times 10^{-6} \text{ g}}{88.1 \text{ g}} \times 24.47 \frac{\text{l}}{\text{mol}}$$

1 l

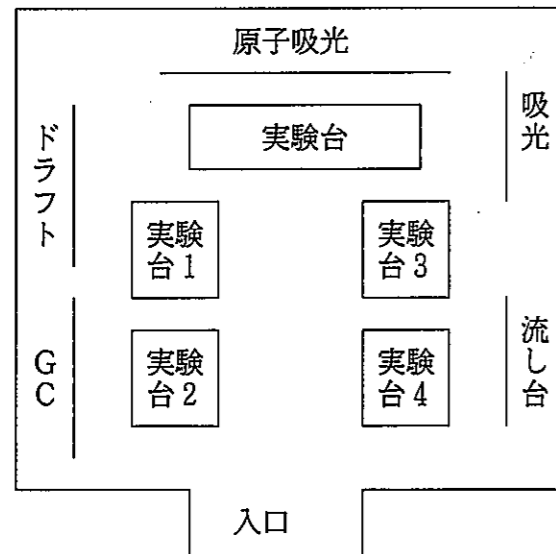
$$= 111 \text{ ppm}$$

有機溶剤実習ローテーション表

(社)日本作業環境測定協会

平成16年11月25日~26日

	ガスクロマトグラフ分析によるトルエンの分析		吸光光度分析法による酢酸エチルの分析 及び 検知管法	
	実験台1	実験台2	実験台3	実験台4
1 日 目	1班	2班	3班	4班
	1	7	1 3	1 9
	5	5	5	5
	6	1 2	1 8	2 4
2 日 目	3班	4班	1班	2班
	1 3	1 9	1	7
	5	5	5	5
	1 8	2 4	6	1 2



作業環境測定士登録講習 カリキュラム

(別表5号:有機溶剤)

中野 須藤

	第1グループ	第2グループ
1日目		
9:15	オリエンテーション	
9:30	講義 分析機器取扱い上の注意 中野 須藤 日測協 寺山さん	
11:30	1. GC分析法によるトルエン濃度の測定 1) 固体捕集法 (1) 固体捕集による試料ガス採取 (2) 脱着操作	2. 吸光光度分析法による酢酸エチル濃度の測定 1) 液体捕集法 (1) 試料液等の前処理
12:30	昼食・休憩	
13:30	(3) 定量操作 2) 直接捕集 (1) 真空捕集瓶による試料ガス採取 (2) 定量操作 計算とレポート作成	(2) 定量操作 3. 検知管法による混合有機溶剤の測定 計算とレポート作成
17:00	2日目	
9:30	2. 吸光光度分析法による酢酸エチル濃度の測定	1. GC分析法によるトルエン濃度の測定
11:30	昼食・休憩	
12:30	3. 検知管法による混合有機溶剤の測定 計算とレポート作成	計算とレポート作成
16:30	修了試験 筆記試験(30分)及び実技試験	

班	1	着 席 番 号	2	氏 名	五十嵐 俊彦
---	---	------------------	---	--------	--------

作業環境測定士登録講習会

有機溶剤マニュアル

作業環境測定士登録講習機関

社団法人 日本作業環境測定協会