

## 排出ガス中の酸化エチレン測定の課題と標準ガスを用いた 試料保存性の検討状況について

○杉谷啓行 武市越生 伊藤久美

### 1 はじめに

大気汚染防止法の優先取組物質である酸化エチレン（エチレンオキシド）は、平成30年に発がん性に関する有害性評価値が示されるとともに、令和4年に排出ガス中の酸化エチレンの暫定測定方法（以下「暫定測定方法」という。）<sup>1)</sup>や事業者による酸化エチレンの自主管理促進のための指針<sup>2)</sup>が公表されるなど、発生源対策が進みつつある。

当センターでは、従来から大気試料については有害大気汚染物質等の常時監視としての測定実績がある。しかし、暫定測定方法に示された測定方法とは異なる部分もある。そこで、排出ガス中の酸化エチレン測定に関する課題を整理するとともに、標準ガスを用いて試料の保存性について検討したので、報告する。

### 2 排出ガス中の酸化エチレン測定方法の課題

排出ガス試料は大気試料と比較して、施設ごとの濃度のばらつきや、時間変動が大きい。また、水分など夾雑物の含有量が多いという特徴があり、測定方法も大気試料とは異なる。表1に、大気試料及び排出ガス試料の酸化エチレン測定方法を整理し、排出ガス試料を測定する場合の課題を抽出した<sup>1)3)</sup>。

排出ガス試料では、事前に排出実態を把握し、適切な吸引時間やタイミングを設定しておく必要がある。また、間接吸引により捕集バッグに採取後、必要に応じて希釈し捕集管に通気することとなっており、各操作方法、希釈倍数や注入量の設定、採取バッグ内での保存性について事前に検討しておく必要がある。

表1 酸化エチレンの測定方法と排出ガス試料測定の課題

測定対象		大気試料	排出ガス試料	課題
参照資料		有害マニュアル <sup>3)</sup>	暫定測定方法 <sup>1)</sup>	
試料採取	採取方法	捕集管（直接捕集）	捕集バッグ（間接捕集）	<ul style="list-style-type: none"> <li>採取機材のセッティング</li> <li>採取バッグ内に水滴等が生じた場合の措置（ゼロガス希釈、凝集水中の酸化エチレンの測定等）</li> </ul>
	吸引時間	24時間	60分（一工程の平均濃度が把握できる時間）	施設の種類・業態や排出実態等に応じた適切な採取時間及びタイミング
	吸引量	700mL/min (24時間で1008L)	250mL/min (60分で15L)	
前処理		<ul style="list-style-type: none"> <li>捕集管は遮光し冷蔵保存</li> <li>トルエン/アセトニル（1:1）で抽出</li> <li>炭酸ナトリウムで過剰の臭化水素酸を中和</li> <li>内標を添加</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>必要に応じて、適当な濃度に希釈</li> <li>速やかに適量を捕集管に通気（低湿度の滅菌装置では15時間以内）</li> <li>以降の抽出操作は個体捕集-GC/MSと同じ</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>希釈操作方法の検討、希釈倍数の設定</li> <li>捕集管への注入方法の検討、注入量の設定</li> <li>採取バッグ内での保存性（水分など夾雑物の影響を含む）</li> </ul>
分析		<ul style="list-style-type: none"> <li>GC/MS法</li> <li>標準溶液濃度 0.05～0.5mg/L</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>GC/MS法</li> <li>標準溶液濃度 0.05～0.5mg/L</li> </ul>	検量線の濃度範囲

### 3 方法

排出ガス中の酸化エチレンについて、試料バッグ中での保存性を確認するため、市販の標準ガスを用いて暫定測定方法に従い分析した。分析フローを図1に、試料の調製方法等を表2に示す。調製した試料は、ゼロガスを繋いだ捕集管 (Supelco 社製 ORB078) を後段からポンプで吸引しつつ、ガスタイトシリンジで分取した試料を注入することにより捕集した。捕集管は密閉・遮光し抽出まで冷蔵保存した。同一の試料についてこの操作を繰り返すとともに、試料調製から捕集までの経過時間を記録した (試料バッグ保存性試験)。また、抽出操作以降は一連の捕集操作が終わった後にまとめておこなったことから、捕集管ごとに捕集から抽出までの時間が異なる。その間に分解されることが考えられたため、定期的に同様の試料を新たに調製し、直後に捕集管に捕集し同様に分析した (捕集管保存性試験)。

### 4 結果及び考察

試料バッグ保存性試験の結果を図2に示す。窒素ベースの試料1及びAirを含む試料2ともに、時間の経過により低下したが、48時間程度経過後で比較すると、試料1は95%であるのに対し試料2は84%まで低下していた。一方、192時間程度経過後では、同程度であった。このことから、調製後の早い時間では、試料バッグ中の酸素が保存性低下の要因となることが示唆された。また、捕集管保存性試験の結果を図3に示す。試料バッグと比較して、時間経過による低下は小さく試料1と試料2との差もみられなかった。

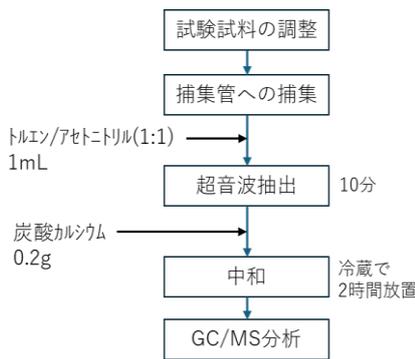


図1 分析フロー

表2 分析試料の調製方法等

	試料1	試料2
標準ガス	100ppm、N <sub>2</sub> ベース	100ppm、N <sub>2</sub> ベース
試料及び調製方法	同上 標準ガスポンベから直接採取	50ppm、Air含む 標準ガスとゼロガス (捕集管に室内空気を通気し作製) を1:1で調製
保管方法	常温・遮光	常温・遮光
注入量 (mL)	3	6
ゼロガス	N <sub>2</sub>	Air (捕集管に室内空気を通気し作製)

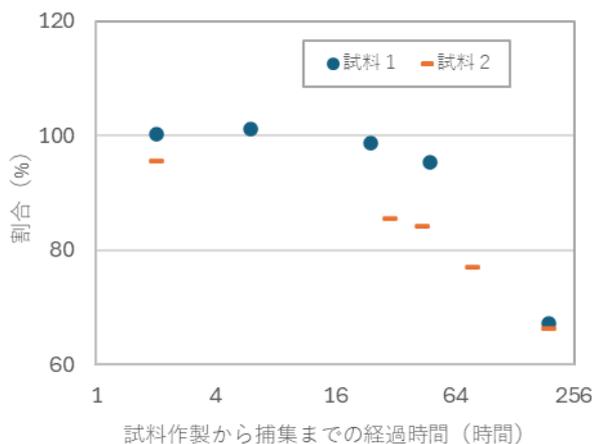


図2 試料バッグ保存性試験の結果

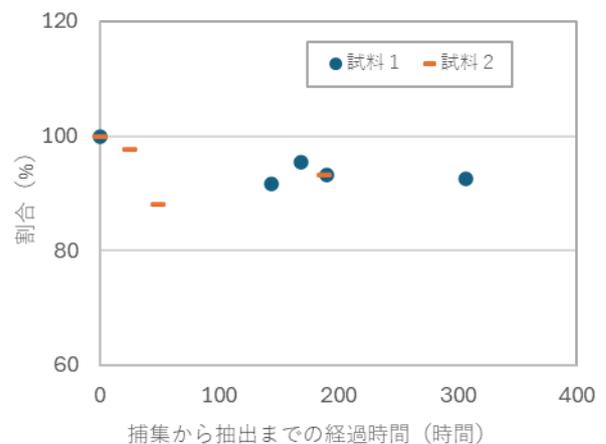


図3 捕集管保存性試験の結果

1) 環境省 水・大気環境局 大気環境課 排出ガス中の酸化エチレン測定方法調査ワーキンググループ、排出ガス中の酸化エチレン暫定測定方法、令和4年3月)

2) 環境省 水・大気環境局、事業者による酸化エチレンの自主管理促進のための指針の策定について(通知、令和4年10月18日)

3) 環境省 水・大気環境局 環境管理課 環境汚染対策室、有害大気汚染物質等測定方法マニュアル、平成31年3月(令和6年3月改訂)