

9.10 NO、NO₂簡易測定法

9.10.1 はじめに

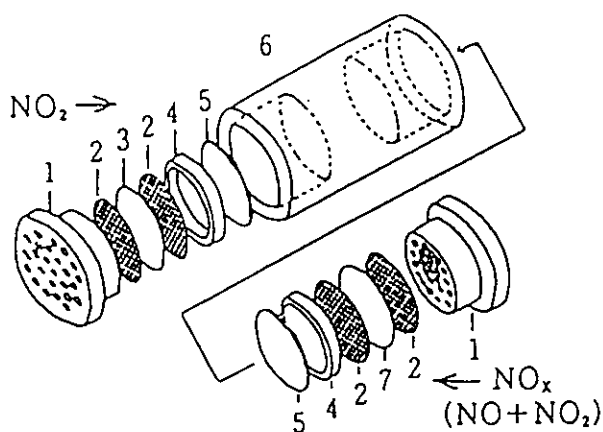
NO₂を主とした簡易測定法^{1~5)}は9.12に述べる疫学調査の分野では注目されている方法の一つである。PTIO (2-Pheny 1-4.4.5.5-tetramethylimidazoline-3-oxide-1-oxyl) を、捕集剤であるTEA (Triethanolamine) に混合したものをを用いるとNOとNO₂を同時に測定できる。

このことを利用し、分子拡散原理による小型サンプラを用いて大気中のNO、NO₂を簡便に測定する方法⁵⁾について述べる。本方法のサンプラー及び付属品は市販されており、このほかにもNO₂測定用のバッチ式パーソナルサンプラー⁴⁾などが市販されている。

9.10.2 サンプラーの構造と捕集方法

サンプラーの捕集部はNO₂とNO_xに分かれ、大気中のNOとNO₂はそれぞれの捕集部へ捕集される。サンプラーの構造を図9.10.1に示す。

NO₂は図9.10.1の2の部分に捕集され、一方NO_x (NO+NO₂) は図9.10.1の7の部分に捕集されることから、捕集されたNO量はNO_x-NO₂によって求められる。



- 1 ポリエチレン多孔栓 (円筒型吸引口 25 個)
- 2 ステンレス金網 (80 メッシュ)
- 3 NO₂ 捕集エレメント
- 4 テフロンリング (厚さ 2 mm)
- 5 テフロン板 (厚さ 1.5 mm、直径 14 mm)
- 6 アクリル円筒 (内径 15 mm、外径 19 mm、長さ 26 mm)
- 7 NO_x 捕集エレメント

図 9.10.1 PTIO 法 NO_x サンプラーの構造図⁵⁾

9.10.3 サンプラーの準備

(1) 試薬の調整

① NO₂ 吸収液 (10% V/V TEA・アセトン溶液)

トリエタノールアミン (特級) 20 ml をアセトン (特級) に溶かし、200 ml とする。

② NO_x 吸収液 (PTIO・TEA 溶液) *

PTIO 0.3 g を NO₂ 吸収液に溶かし、10 ml とする。

*) PTIO は常温でも分解するので要時調整し、冷却保存が望ましい。

(2) NO₂ 捕集エレメントの調整

直径 14.5 mm に打ち抜いたセルロース繊維ろ紙 (東洋 No.50) をテフロン網上に置き、マイクロシリンジを用いて、NO₂ 吸収液 50 μl をろ紙上に担持 (dripping) させ、NO₂ 捕集エレメントとする。

(3) NO_x 捕集エレメントの調整

直径 14.5 mm に打ち抜いたセルロース繊維ろ紙 (東洋 No.50) をテフロン網上に置き、マイクロシリンジを用いて、NO_x 吸収液 50 μl をろ紙上に担持 (dripping) させ、NO_x 捕集エレメントとする。

9.10.4 サンプラーの組み立て

サンプラーの左右の奥側にそれぞれテフロン板、テフロンリングをいれる。次に、NO₂ 及び NO_x 捕集エレメントをステンレス金網 (80 メッシュ) 2 枚で挟み、それを各捕集部に納め、ポリエチレン多孔栓をはめこみ固定する (図 9.10.1 分解構造図を参照)。このサンプラー本体を付属の安全ピン・クリップ付き固定バッチに装着し、ただちにチャック付きポリ袋に入れ、スチロール瓶 (70 ml 広口薬剤保存防湿容器が適当) 中に密栓保存する。

9.10.5 窒素酸化物の捕集

- (1) サンプラーを被検場所に暴露する。暴露時間は 24 時間を標準とする。このサンプラーを 24 時間暴露した場合、数 ppb から数 ppm までの濃度範囲の NO_x 濃度の測定が可能である。
- (2) 屋外空気の測定に用いるときは、付属シェルターの中にサンプラーを固定し、直射日光を避けるとともに、雨が直接当たらないようにする。
- (3) 個人暴露量の測定に用いるときは、サンプラーを着衣などに着けて暴露する。

9.10.6 分析方法

(1) 試薬の調整

① スルファニル溶液

スルファニルアミド (特級) 80 g をリン酸 (特級) 200 ml と水約 700 ml を混合した溶液に溶かし、更

に水を加えて1 ℓとする。冷暗所に保存する。

② NEDA 溶液

N-(1-ナフチル) エチレンジアミン二塩酸塩 0.56 g を水 100 ml に溶かす。冷暗所に保存する。

③ 発色試薬

スルファニル溶液 10 容と NEDA 溶液 1 容を混合する。使用時調整する。

④ NO₂ 標準原液

亜硝酸ナトリウムを 105~110℃ で 4 時間以上乾燥し、その 1.50 g を精秤し、水に溶かして 1 ℓ とする。この溶液 1 ml の中に NO₂ 100 μg を含む。

⑤ NO₂ 標準溶液

NO₂ 標準原液を水で 100 倍に希釈し、さらにその 0, 2, 4, 6, 8, 10 ml をとり、それぞれ水で希釈し、100 ml とし標準液 (0~1.0 μg NO₂/ml) を使用時調整する。

(2) 分析操作

- ① 暴露されたサンプラーの NO₂ 捕集部及び NO_x 捕集部の金網と共に、捕集エレメントをピンセットで取出し、それぞれ 25 ml 共栓試験管に入れる。
- ② 水 8 ml を加え、30 分間抽出後、軽く振り混ぜる。
- ③ これを 2~6℃ に冷却後、発色試薬 2 ml 加えると同時に速やかに攪拌し、冷却したまま 30 分間放置する。
- ④ 室温に戻し、波長 545 nm 付近の最大吸収波長で吸光度を測定する。
- ⑤ 暴露しなかった捕集エレメントについて同様の操作を行い、空試験値を測定する。
- ⑥ 段階的に調整した NO₂ 標準液 (0~1.0 μg NO₂/ml) の一定量 (8 ml) を正確にとり、発色試薬 2 ml を加え、同様の発色操作を行い検量線を作成する。

(3) 濃度の算出

NO、NO₂ 濃度を (1)、(2) 式で計算する。

$$\text{NO 濃度 (ppb)} = \alpha_{NO} \times \frac{W_{NOx} - W_{NO_2}}{t} \dots\dots\dots (1)$$

$$\text{NO}_2 \text{ 濃度 (ppb)} = \alpha_{NO_2} \times \frac{W_{NO_2}}{t} \dots\dots\dots (2)$$

ここに、

W_{NOx}, W_{NO_2} : 検量線に照らして求めた NO_x 及び NO₂ 捕集エレメントに捕集された NO₂ 量 (ng)

$\alpha_{NO}, \alpha_{NO_2}$: ppb 濃度換算係数 (ppb · min/ng)

t : 暴露時間 (min)

通常、気温 20℃、相対湿度 70% とみなし、

$$\alpha_{NO} = 60$$

$$\alpha_{NO_2} = 56 \text{ として算出する。}$$