

作業環境中のフラーレンの HPLCによる定量



独立行政法人
労働安全衛生総合研究所
○小野真理子、鷹屋光俊、芹田富美雄、
齊藤宏之、甲田茂樹

日本労働衛生工学会 京都 2008.11.14

フラーレンの用途

- 誘導体化して機能発現
→有機デバイス、医薬品、化粧品
- 金属との複合材料
- 樹脂との複合材料
→スポーツ用品

日本労働衛生工学会 京都 2008.11.14

ナノマテリアル取扱いに関する不安について

- 生産加工設備の管理の適否
- 作業環境測定 of 適否
- 保護具の適否
- 環境への排出・廃棄

安衛研・産総研共同アンケートの結果より

日本労働衛生工学会 京都 2008.11.14

本研究の背景と目的

- 生産施設における環境管理の妥当性を評価したり、作業者が曝露する濃度を測定するためには、環境中の濃度を測定する方法が必要である。
- 作業環境中には一般粉じんが共存するために、物理的な測定法だけで、目的とする粉じんを分別定量することは困難である。
- フラーレンのみを分離定量する化学分析を応用して、作業環境空気中のフラーレンを定量する


日本労働衛生工学会 京都 2008.11.14

本発表の概要

- 空気中のフラーレンをろ紙捕集した後溶解し、液体クロマトグラフ(HPLC)で分別定量する方法の環境測定への応用を検討した。
- HPLC条件の検討
- 測定感度の検討
- ろ紙からの回収率の検討
- 実測の可能性の検討
(株式会社イデアルスターにおける現場測定)

日本労働衛生工学会 京都 2008.11.14

フラーレンの性質

C ₆₀	有機溶媒への溶解度 (単位 g/L)	
	C ₆₀	C ₇₀
 (直径 0.7nm)	トルエン	1.4
	ベンゼン	1.3
	アセトン	0.002

溶解度の差を利用して、単離可能
→HPLCの利用

日本労働衛生工学会 京都 2008.11.14

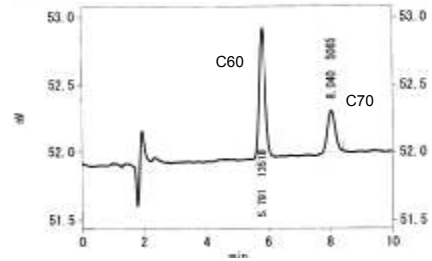
高速液体クロマトグラフ(HPLC) 分析条件

- HP1050システム オートサンプラー付き
(ヒューレットパッカード)
- カラム: Develosil RPFULLERENE (4 mm x 150 mm)
(野村化学株式会社)
- ガードカラム: Develosil C30-UG-5 (4 mm x 10 mm)
(野村化学株式会社)
- 溶離液: トルエン/アセトニトリル=70/30
- 流速: 1.0 mL/min、カラム温度: 30°C
- 検出: UV吸収 335 nm
(C₆₀のトルエン溶液の最大吸収波長)

日本労働衛生工学会 京都 2008.11.14

標準溶液のクロマトグラム

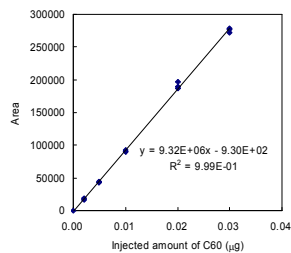
注入量: 0.02 μg



日本労働衛生工学会 京都 2008.11.14

検量線

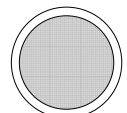
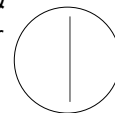
- 検量線の作成
C₆₀試薬 (Sigma-Aldrich) をトルエンに溶解した標準溶液 0.1-10 μg/mL
- 定量下限
定量下限付近の濃度の溶液を10回測定。その10σを定量下限とすると
定量下限: 0.002 μg
= 0.2 μg/m³
(1m³ 捕集、1 mL抽出、10 μL注入)



日本労働衛生工学会 京都 2008.11.14

粒子の捕集

シウタス カスケード インパクト
(Sioutas Cascade Impactor)
9 L/min で捕集



2.5 μm 以上
1.0 - 2.5 μm
0.50 - 1.0 μm
0.25 - 0.50 μm

日本労働衛生工学会 京都 2008.11.14

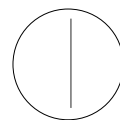
Sioutas Impactorによる捕集例



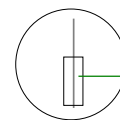
日本労働衛生工学会 京都 2008.11.14

測定手順

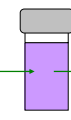
石英繊維ろ紙上に
粒子を捕集する



1 mLのトルエンで
5分間 超音波抽出



ろ紙から試料を切り抜く



試料溶液から
ろ紙をろ別する

HPLC
-UV分析

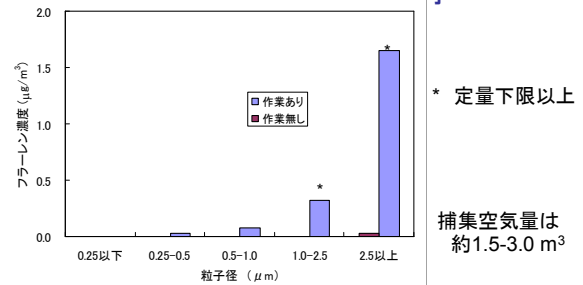
日本労働衛生工学会 京都 2008.11.14

石英ろ紙共存下でのC₆₀の回収率

ろ紙の枚数 (4mm x 10mm)	C ₆₀ 濃度		
	溶液濃度 μg/mL	実測値 μg/mL	回収率
2	0.1	0.108	1.08
2	1.0	1.06	1.06
4	1.0	1.16	1.16

日本労働衛生工学会 京都 2008.11.14

実験室レベルの 粉体作業における測定例



日本労働衛生工学会 京都 2008.11.14

実験室レベルの 粉体加工作業における測定例

作業あり 0.002 mg/m³
 作業なし 検出されるが、定量下限以下

炭素系の化合物の許容濃度

カーボンブラック	
ACGIH	3.5 mg/m ³
日本産業衛生学会 吸入性粉塵として	4 mg/m ³
ディーゼル粉じん (ACGIH ECとして)	0.02 mg/m ³

日本労働衛生工学会 京都 2008.11.14

まとめ

- HPLC-UVを用いてフラウレンを測定する本方法は、環境空气中のフラウレン粒子の測定に応用可能である。
- 捕集時間や抽出に用いるろ紙面積や抽出溶液量を変化させることにより、広範囲の濃度に対応可能である。
- フラウレンの純度や酸化の影響、他種のろ紙による妨害等について検討が必要である。

日本労働衛生工学会 京都 2008.11.14