

平成22年度リスク評価対象物質に係る測定分析法

- 5-1 オルトーニトロアニソール
- 5-2 1,3-ジクロロプロペン
- 5-3 ジメチル-2,2-ジクロロビニルホスフェイト (DDVP)
- 5-4 ニトロベンゼン
- 5-5 ニトロメタン
- 5-6 エチルベンゼン
- 5-7 酢酸ビニル

o-ニトロアニソール標準測定法

構造式: C7H7NO3		分子量: 153.14	CASNo.: 91-23-6
許容濃度等:	OSHA — NIOSH — ACGIH 0.01ppm	物性等 比重: 1.254 BP 277°C ; MP 9.4°C VP 4 Pa(30°C)	
別名	1-メトキシ-2-ニトロベンゼン オルト-ニトロフェニルメチルエーテル		
サンプリング		分析	
サンプラー:	ORBO 507 silica-gel tube (520 / 260mg)	分析方法:	高速液体クロマトグラフ分析法
サンプリング速度:	0.5L/min.	脱着:	メタノール 1.5mL 20min.超音波抽出 20min.遠心分離
精度		機器:	Agilent 1100 シリーズ
回収率(直接添加法による)		カラム:	TSK-gel ODS-80TsQA(3 μ m) 2.0mm×25cm
1. 3.075 μ g	メタノール 124.4%	カラム温度:	40°C
2. 15.38 μ g	メタノール 112.3%	移動相:	メタノール/水=60/40(v/v%)
3. 30.75 μ g	メタノール 112.0%	流量:	0.2mL/min.
容量		検出器:	DAD 検出器 210nm
1.5mL		注入量:	5 μ L
定量下限		検量線:	メタノールで調整
0.14 μ g/mL (分析調査課検討 10σ)		0 v/v%	0 μ g/ml
0.5L/min×10 分間 0.006ppm (0.041mg/m3)		0.00025v/v%	3.075 μ g/mL
0.1L/min×480 分間 0.0006ppm(0.004mg/m3)		0.0005 v/v%	6.150 μ g/mL
保存性について		0.0015 v/v%	12.30 μ g/mL
室温で7日間の保存性を確認		0.0025 v/v%	30.75 μ g/mL
添加量 3.075~30.75 μ g において 112.0~		0.005 v/v%	61.50 μ g/mL
124.4%の回収率		0.01 v/v%	123.0 μ g/mL
		絶対検量線	
適用			
妨害 3-ニトロアニソール、4-ニトロアニソールは妨害しない。ただし、4-ニトロアニソールの不純物ピークはo-ニトロアニソールと重なる。			
メソッド 参考:			

1,3-ジクロロプロペン標準測定分析法（個人ばく露濃度測定方法）

構造式: <chem>CHCl=CHCH2Cl</chem>	分子量:110.9	CASNo.: 542-75-6
許容濃度等 : OSHA — NIOOSH — ACGIH 1ppm (TLV-TWA)	物性等 密度: 1.23 g/cm ³ (cis-), 1.22 g/cm ³ (trans-) 沸点: 104°C (cis-), 112°C (trans-) 融点: -85°C (cis-), -25°C (trans-)	
別名		
サンプリング		分析
サンプラー : No.258 球状活性炭管 (100/50mg) (楕ガステック) サンプリング流量: 0.1L/min サンプリング時間: 最大 4 時間 (24L) 保存性: 添加量 0.134 μg および 267.37 μg いずれの場合も、冷蔵で少なくとも 6 日間までは変化がないことを確認		分析方法: ガスクロマトグラフ質量分析法 脱着: 二硫化炭素 (作業環境測定用) 1 mL 1 時間放置 (内部標準物質; 1,3-ジクロロプロペン-d ₄) 機器: Agilent GC6890N+Agilent5973 inert カラム: Inert Cap Pure-WAX 30m×0.25mm, 0.5 μm 注入口温度: 230°C MS インターフェイス温度: 230°C MS イオン源温度: 230°C m/z: 定量イオン; 75, 確認イオン; 110 (I.S.: 定量イオン; 79, 確認イオン; 114) カラム温度 40°C (1min) - 10°C/min - 200°C (0min) 注入法: パスルドスプリットレス 試料液導入量: 2 μL キャリアーガス: He 1.00mL/min 検量線: 0.0024 - 241.08 μg/mL (cis-), 0.0023 - 234.24 μg/mL (trans-) の範囲で直線 定量法: 内部標準法
精度		
脱着率 添加量 0.134 μg の場合 99% 2.674 μg 93% 26.74 μg 93% 267.37 μg 97% 回収率 添加量 0.134 μg の場合 96% 2.674 μg 96% 26.74 μg 94% 267.37 μg 95% 定量下限 (10σ) 0.00700 μg/mL 0.000032ppm (採気量;24L) 検出下限 (3σ) 0.00210 μg/mL 0.0000096ppm (採気量;24L)		
適用: 個人ばく露濃度測定		
妨害: 共存物質として 1,2-ジクロロプロパン、安定剤としてエピクロロヒドリンが混在		

1,3-ジクロロプロペン標準測定分析法（作業環境測定方法）

構造式: <chem>CHCl=CHCH2Cl</chem>	分子量:110.9	CASNo.: 542-75-6
許容濃度等 : OSHA — NIOSH — ACGIH 1ppm (TLV-TWA)	物性等 密度 : 1.23 g/cm ³ (cis-), 1.22 g/cm ³ (trans-) 沸点 : 104°C (cis-), 112°C (trans-) 融点 : -85°C (cis-), -25°C (trans-)	
別名		
サンプリング		分析
サンプラー : No.258 球状活性炭管 (100/50mg) (楕ガステック) サンプリング流量 : 0.2L/min サンプリング時間 : 10 分間 (2L) 保存性 : 添加量 0.027 μg および 53.47 μg いずれの場合も、冷蔵で少なくとも 6 日間までは変化がないことを確認		分析方法 : ガスクロマトグラフ質量分析法 脱着 : 二硫化炭素 (作業環境測定用) 1 mL 1 時間放置 (内部標準物質 ; 1,3-ジクロロプロペン-d ₄) 機器 : Agilent GC6890N+Agilent5973 inert カラム : Inert Cap Pure-WAX 30m×0.25mm, 0.5 μm 注入口温度 : 230°C MS インターフェイス温度 : 230°C MS イオン源温度 : 230°C m/z : 定量イオン ; 75, 確認イオン ; 110 (I.S. : 定量イオン ; 79, 確認イオン ; 114) カラム温度 40°C (1min) - 10°C/min - 200°C (0min) 注入法 : パスルードスプリットレス 試料液導入量 : 2 μL キャリアーガス : He 1.00mL/min 検量線 : 0.0024 - 241.08 μg/mL (cis-), 0.0023 - 234.24 μg/mL (trans-) の範囲で直線 定量法 : 内部標準法
精度		
脱着率 添加量 0.027 μg の場合 99% 0.267 μg 97% 26.74 μg 93% 53.47 μg 93% 回収率 添加量 0.027 μg の場合 98% 0.267 μg 98% 26.74 μg 99% 53.47 μg 99% 定量下限 (10σ) 0.00700 μg/mL 0.000386ppm (採気量;2L) 検出下限 (3σ) 0.00210 μg/mL 0.0001158ppm (採気量;2L)		
適用 : 作業環境測定		
妨害 : 共存物質として 1,2-ジクロロプロパン、安定剤としてエピクロロヒドリンが混在		

作成日平成 21 年 2 月 27 日

ジメチル-2, 2-ジクロロビニルホスフェイト標準測定分析法

構造式: $C_4H_7Cl_2O_4P$	分子量: 220.98	CASNo: 62-73-7
許容濃度等: OSHA 1mg/m ³ (Skin) NIOSH 1mg/m ³ (Skin) ACGIH 0.1mg/m ³	物性等 比重: 1.415(at 25°C) BP: 140°C(2.7kp); 引火点: >80°C VP: 1.6Pa(20°C)	
別名	2, 2-Dichlorovinyl Dimethyl Phosphate	ジクロロボス DDVP
サンプリング	分析	
サンプラー: SKC 捕集管 Glass Fiber Filter /XAD-2(270/140mg) サンプリング流量: 1 L/min 1 L/min (個人サンプラー) サンプリング時間: 10min(定点) 240min (個人サンプラー) 採気量: 10L(定点) 240L(個人サンプラー) 保存性: 冷蔵(4°C)において5日間保存しても変化はなかった。 ブランク: 検出せず	分析方法: ガスクロマトグラフ-質量分析法 脱着: トルエン (IS: DDVP-d ₆ 2μg/mL) 2mL 60min 静置 機器: AgilentGC6890-5973MS カラム: DB-5MS 60m×0.25mm×0.25μm 温度-注入口 250°C 検出器トランスファー 280°C 昇温: 35°C (0min) →7°C/min→210°C (0min) 注入法: スプリット 2:1 試料液導入量: 1μL	
精度	キャリアガス: He 0.7mL/min ヘッド圧 10.4psi メイクアップ: N ₂ 検量線: トルエン溶媒で調整 0μg/mL 0.01μg/mL 0.1μg/mL 1.0μg/mL 2.0μg/mL 25μg/mL 25μg/mL 内部標準法 DDVP d ₆ 2μg/mL	
脱着率 直接添加法 トルエン 2mL 脱着 添加量 0.010μg~50μg 91.9%		
定量下限 (10σ) 0.010μg/mL の標準液繰り返し5回分析 10σを定量下限とすると 0.0045μg/mL 0.9μg/m ³ (採気量 10Lとして) 0.04μg/m ³ (採気量 240Lとして)		
適用		
妨害: トリクロロホンは熱分解により DDVP に変化する		
参考: OSHA Sampling Analytical Method 62		

作成日平成 21 年 2 月 27 日

ニトロベンゼン標準測定法

構造式: C6H5NO2		分子量: 123.1		CASNo.: 98-95-3	
許容濃度等:			物性等		
日本産業衛生学会 1ppm			比重: 1.2g/mL		
ACGIH 1 ppm			沸点: 210.8°C; 融点: 5.7°C		
			蒸気圧: 20 Pa (20°C)		
別名		ニトロベンゾール、ミルバン油			
サンプリング			分析		
サンプラー: シリカゲル (150/75mg) サンプリング流量: 0.1 L/min サンプリング時間: 480min 採気量: 48L 保存性: シリカゲル管に添加し、冷蔵保存の場合、添加日より7日間まで冷蔵保存で変化なし。 ブランク: 検出せず			分析方法: ガスクロマトグラフ法 脱着: エタノール 2 mL (内部標準物質を含む: 2 ニトロトルエン (25 ug/100mL エタノール)) 20min (超音波) 振とう攪拌 機器: HEWLETT PACKARD HP6890 SERIES II カラム: DB-WAX 60m × 0.53mm × 1.0um 注入口温度: 300°C 検出器: ECD 300°C カラム温度: 185°C 10min (定温) 分析時間 8 min 注入法: スプリットレス 導入量: 2 uL キャリアガス: He 5.4 mL/min 検量線: エタノールで調製 0.016 から 10.0ug/mL まで直線性確認 (内部標準法)		
精度					
脱着 (回収) 率 1. 直接添加法 50mg/mL, 1uL 添加、2mL のエタノールで脱着のとき脱着率 93.2% 定量下限 0.02ug/mL (脱着液 2mL で) 0.008ppm (採気量 1 L として) 8 時間曝露の場合 0.00002ppm					
適用: ポンプ法によるばく露濃度測定可能					
妨害					
メソッド 参考: NIOSH (NMAM) 2005					

ニトロメタンの標準測定法（個人ばく露測定方法）

構造式: CH ₃ NO ₂	分子量: 61.04	CAS No.: 75-52-5
許容濃度等: OSHA 100 ppm ACGIH 20 ppm		物性等: 比重: 1.138 g/mL BP: 101.2°C MP: -29°C VP: 4.9 kPa (37 mmHg; 4.8% v/v)
別名: nitrocarbonyl		
サンプリング	分析	
<p>サンプラー: 球状活性炭捕集管 258A (株式会社ガステック)</p> <p>保存性: 4378 μg 添加の場合は、冷蔵で 5 日間保存可能。2 および 22 μg 添加の場合は、1 日間は保存可能であるが、保存日数が経つにつれ減衰する(特に添加量の少ない場合は顕著)</p> <p>ブランク: 脱着溶媒およびサンプラーブランクともに検出されない</p>	<p>分析方法: ガスクロマトグラフ分析法</p> <p>脱着: アセトン(残留農薬試験・PCB 試験用) (関東化学株式会社), 2 mL (30 min 浸漬)</p> <p>機器: GC-FID, HP 6890 (Hewlett Packard)</p> <p>カラム: InertCap WAX (30 m×0.25 mm, 0.5 μm) (ジーエルサイエンス株式会社)</p> <p>キャリアーガス: He (1.00 mL/min)</p> <p>オープン条件: 40°C (1 min) - 10°C/min - 230°C</p> <p>注入口および検出器温度: 250°C</p> <p>注入口モード: パルスドスプリットレス (45 psi, 1 min)</p> <p>注入量: 2 μL</p> <p>検量線: 1.09-2188.80 μg/ mL の範囲で直線</p> <p>定量法: 絶対検量線法</p>	
精度		
<p>添加回収率 通気流量 0.2L/min で 240 分間 2 μg 添加で 81%、22 μg で 89%、 219 μg で 93%、2189 μg で 95% 4378 μg で 97%</p> <p>検出下限 (3SD) 0.05 μg/mL (0.001 ppm, 0.2 L/min×4 h)</p> <p>定量下限 (詳細は参考文献参照) 1 μg/mL (0.02 ppm, 0.2 L/min×4 h)</p>		
適用: 個人ばく露濃度測定, 他のニトロアルカン類と分離可能		
妨害: -		
参考文献: ニトロメタンの分析測定法に関する検討結果報告書		

作成日 2009/02/26

ニトロメタンの標準測定法（作業環境測定方法）

構造式: CH ₃ NO ₂	分子量: 61.04	CAS No.: 75-52-5
許容濃度等:	物性等:	
OSHA 100 ppm	比重: 1.138 g/mL	
NIOSH —	BP : 101.2°C	
ACGIH 20 ppm	MP : -29°C	
日本産業衛生学会 —	VP : 4.9 kPa (37 mmHg; 4.8% v/v)	
別名: nitrocarbolic acid		
サンプリング		分析
<p>サンプラー: 球状活性炭捕集管 258A (株式会社ガステック)</p> <p>保存性: 4378 μg 添加の場合は、冷蔵で5日間保存可能。2 および 22 μg 添加の場合は、1日間は保存可能であるが、保存日数が経つにつれ減衰する(特に添加量の少ない場合は顕著)</p> <p>ブランク: 着溶媒およびサンプラーブランクともに検出されない</p>		<p>分析方法: ガスクロマトグラフ分析法</p> <p>脱着: アセトン(残留農薬試験・PCB 試験用) (関東化学株式会社), 2 mL (30 min 浸漬)</p> <p>機器: GC-FID, HP 6890 (Hewlett Packard)</p> <p>カラム: InertCap WAX (30 m×0.25 mm, 0.5 μm) (ジーエルサイエンス株式会社)</p> <p>キャリアーガス: He (1.00 mL/min)</p> <p>オープン条件: 40°C (1 min) — 10°C/min — 230°C</p> <p>注入口および検出器温度: 250°C</p> <p>注入口モード: パルスドスプリットレス (45 psi, 1 min)</p> <p>注入量: 2 μL</p> <p>検量線: 1.09—2188.80 μg/ mL の範囲で直線</p> <p>定量法: 絶対検量線法</p>
精度		
<p>添加回収率: 通気流量 0.2 L/min で 10 分間 2 μg で 80%、4 μg で 86%、 44 μg で 93%、109 μg で 98%、 219 μg で 95%</p> <p>検出下限 (3SD) 0.05 μg/mL (0.019 ppm, 0.2 L/min×10 min)</p> <p>定量下限 (詳細は参考文献参照) 1 μg/mL (0.40 ppm, 0.2 L/min×10 min)</p>		
適用: 作業環境測定, 他のニトロアルカン類と分離可能		
妨害: —		
参考文献: ニトロメタンの分析測定法に関する検討結果報告書		

作成日 2009/02/26

エチルベンゼン標準測定法

構造式: C_8H_{10}	分子量: 106.18	CASNo.: 100-41-4
許容濃度等: ACGIH 100ppm (TLV-TWA) 日本産業衛生学会 50ppm OSHA 100ppm NIOSH 100ppm (REL-TWA)	物性等 比重: 0.9 沸点: 136°C、融点: -95°C 蒸気圧: 0.9kPa (20°C)	
別名: フェニルエタン、エチルベンゾール		
サンプリング	分析	
<p>サンプラー:</p> <p>吸引法: 活性炭管(100mg/50mg) ガステック社製 No. 258 球状活性炭管を使用</p> <p>拡散法: 3M 有機ガスモニターNo. 3500 を使用</p> <p>吸引法サンプリング流量: 0.1 L/min</p> <p>サンプリング時間: 10min</p> <p>拡散法サンプリング流量: (取扱説明書参照)</p>	<p>分析方法: ガスクロマトグラフ/質量分析法 (機器名: Agilent GC7890A 5975C)</p> <p>脱着方法</p> <p>吸引法: 二硫化炭素 1ml で 30 分静置</p> <p>拡散法: 二硫化炭素 1.5ml で 30 分静置</p> <p>カラム: 無極性カラム InterCap 1 (全長 60m×内径 0.25mm×膜厚 1.5 μm)</p> <p>温度-注入口: 250°C</p> <p>検出器 (MS): トランスファーライン 280°C</p> <p>昇温: 35°C (4min) → 3°C/min → 100°C → 10°C/min → 280°C (2min)</p> <p>注入法: パルスレス スプリット (10:1)</p> <p>キャリアガス: He</p> <p>メイクアップ: He</p> <p>ヘッド圧: 45 psi</p> <p>分析モード: SIM</p> <p>測定質量数 (m/z)</p> <p>トルエン-d8: 定量イオン 100 確認イオン 99</p> <p>エチルベンゼン: 定量イオン 91 確認イオン 106</p> <p>検量線: 各溶媒で 0~100 μg/ml に調整 内部標準添加法: 内部標準物質 (トルエン-d8: 0.2 μg/ml)</p>	
<p>精度</p> <p>脱着率</p> <p>活性炭管 103.6%</p> <p>3M 有機ガスモニター 96.0%</p> <p>検出下限</p> <p>標準溶液 (0.10 μg/ml) を繰り返し 3 回分析 により算出</p> <p>0.03 μg/ml (3σ)</p> <p>定量下限</p> <p>標準溶液 (0.10 μg/ml) を繰り返し 10 回分析 により算出</p> <p>0.10 μg/ml (10σ)</p> <p>ばく露濃度 (8時間) 0.003ppm</p> <p>吸引 10 分サンプリング 0.03ppm</p>		
適用:		
妨害:		
他のメソッド 参考: NIOSH 5515		

※本方法は、各種文献を参照の上、中央労働災害防止協会にて策定したものである。

酢酸ビニル標準測定法

構造式: $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{CHCH}_2$	分子量: 86.09	CASNo.: 108-05-4
許容濃度等: OSHA 設定なし NIOSH 4 ppm(Ceiling) ACGIH 10ppm	物性等 比重: 0.9338 BP: 72.8°C; 融点: -93°C VP: 11.7kp(20°C)	
別名 酢酸ビニル Vinyl acetate monomer	Vinyl acetate	
サンプリング	分析	
<p>サンプラー: Carboxen564(ORBO92)(160/80mg) (定 点) (Supelco) 3M 有機ガスモニター#3520 (個人ばく露) サンプリング流量: 0.2L/min(定点) 35.8cm/m² (個人ばく露) サンプリング時間: 10min(定点) 480 分間 (個人ばく露) 採気量: 2L(定点) 保存性: 冷蔵(4°C)において 5 日間保存しても変化はなかった。 ブランク: 検出せず</p>	<p>分析方法: ガスクロマトグラフィー (FID) 脱着: 二硫化炭素 捕集管(1mL) 60min 静置 3M ガスモニター (1.5mL) 60min 静置 機器: AgilentGC6890 (FID) カラム: ガトレックス 70812 50m×0.53mm×5 μm 温度-注入口 150°C 検出器: 250°C 昇温: 35°C (6min) →4°C/min→70°C (0min) →25°C/min→100°C 注入法: パルスドスプリットレス 14psi 試料液導入量: 1 μL キャリアガス: He 6.2mL/min ヘッド圧 6.97psi メイクアップ: N₂ 検量線: 二硫化炭素溶媒で調整 0 μg/mL 0.70 μg/mL 7.00 μg/mL 70.0 μg/mL 140 μg/mL 700 μg/mL 絶対検量線法</p>	
精度		
<p>脱着率 直接添加法 捕集管: 二硫化炭素 1 mL 脱着 添加量 0.7、7.0、140 μg 平均 99.0% ガスモニター: 二硫化炭素 1.5mL 脱着 添加量 0.7、7.0、140 μg 平均 98% 定量下限 (10σ) 0.7 μg/mL の標準液繰り返し 5 回分析 10σ を定量下限とすると 0.12 μg/mL 0.02ppm (採気量 2L、1mL 脱着) 0.002ppm (ガスモニター 480 分間として)</p>		
適用		
妨害		
参考: OSHA Manual of Analytical Method 51	3Mヘルスケア(株)有機ガスモニター定量分析説明書	