参考 4-1

酸化チタン(アナターゼ型・ルチル型)標準測定分析法

構造式:TiO_2　　CASNo.: 13463-67-7

許容濃度等：　日本産業衛生学会：未設定
ACGIH TLV：10mg/m^3

物性等
分子量: 79.9
比重：3.9～4.3
沸点：2500～3000℃
融点：1855℃

別名　二酸化チタン

サンプリング

サンプラー ： サイクロン(25mmΦ,37mmΦ)
(GS-3 Multiple-inlet Cyclone・SKC 製)
(GS-1 Respirable Dust Cyclone・SKC 製)
サンプリング流量：
2.75L/min (GS-3)、2.0 L/min (GS-1)
サンプリング時間： 480min
採気量：1320L (GS-3)、960L (GS-1)
保存性：溶解後 14 日間程度まで常温で変化がない事を確認
ブランク：検出せず

精度

回収率
アナターゼ型
添加量　0.117μg の場合 95.9%
1.010μg　95.4%
10.006μg　99.8%
ルチル型
添加量　0.109μg の場合 98.8%
1.017μg　96.5%
10.010μg　103.7%

定量下限（10σ）
0.013μg/mL
(溶解液中のチタン濃度として)
0.054mg/m^3
(酸化ﾁﾀﾝとして、採気量 20L・溶解液量 50mL の場合)
0.001mg/m^3
(酸化ﾁﾀﾝとして、採気量 960L・溶解液量 50mL の場合)

分析

・分析方法：黒鉛炉原子吸光法
・溶解：
試料を採取したメンブランフィルターに超純水 3mL・硝酸 1mL・硫酸 3mL を加え、260℃ホットプレート上で 1 時間加熱。冷却後、超純水で 50ml に定容。
チタンとして定量
・機器：HITACHI　Z-5010
HITACHI　チタン中空陰極管
パイロチューブＡ
・測定条件

測定波長	364.3nm	
試料注入量	10μL	
乾燥温度 1	70-110℃	25 秒
乾燥温度 2	110-310℃	25 秒
灰化温度	1000℃	15 秒
原子化温度	2800℃	5 秒

・検量線：チタン標準液(1000ppm･原子吸光分析用)を 3%硫酸溶液で希釈
0.000μg/mL、0.025μg/mL
0.050μg/mL、0.100μg/mL
0.150μg/mL、0.200μg/mL
0.300μg/mL、0.400μg/mL
・定量法：絶対検量線

適用

妨害

作成日 2009/02/27

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:　$CHCl=CHCH_2Cl$　　分子量:110.9　　CAS№: 542-75-6

許容濃度等：OSHA　－
NIOSH　－
ACGIH　1ppm（TLV-TWA）

物性等
密度：　1.23 g/cm³（cis-），1.22 g/cm³（trans-）
沸点：　104℃（cis-），112℃（trans-）
融点：　-85℃（cis-），-25℃（trans-）

別名

サンプリング

サンプラー　：　No.258 球状活性炭管（100/50mg）
（㈱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 0.134μg および 267.37μg 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

精度

脱着率
添加量　0.134μg の場合　99%
2.674μg　93%
26.74μg　93%
267.37μg　97%
回収率
添加量　0.134μg の場合　96%
2.674μg　96%
26.74μg　94%
267.37μg　95%
定量下限（10σ）
0.00700μg/mL
0.000032ppm（採気量;24L）
検出下限（3σ）
0.00210μg/mL
0.0000096ppm（採気量;24L）

分析

分析方法：ｶﾞｽｸﾛﾏﾄｸﾞﾗﾌ質量分析法
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-ｼﾞｸﾛﾛﾌﾟﾛﾍﾟﾝ-d_4）
機器：Agilent GC6890N＋Agilent5973 inert
カラム：Inert Cap Pure-WAX
30m×0.25mm，0.5μm
注入口温度：230℃
MS ｲﾝﾀｰﾌｪｲｽ温度：230℃
MS ｲｵﾝ源温度：230℃
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℃（1min）－10℃/min－200℃（0min）
注入法：パスルドスプリットレス
試料液導入量：2μL
キャリアーガス：He　1.00mL/min
検量線：0.0024－241.08μg/mL（cis-），
0.0023－234.24μg/mL（trans-）
の範囲で直線
定量法：内部標準法

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

作成日平成２１年２月２７日

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:　$CHCl=CHCH_2Cl$　　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/cm³（cis-），1.22 g/cm³（trans-）
沸点：　104℃（cis-），112℃（trans-）
融点：　-85℃（cis-），-25℃（trans-）

別名

サンプリング

サンプラー　：　No.258 球状活性炭管（100/50mg）
（㈱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 0.027μg および 53.47μg 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

精度

脱着率

添加量	0.027μg の場合	99%
	0.267μg	97%
	26.74μg	93%
	53.47μg	93%

回収率

添加量	0.027μg の場合	98%
	0.267μg	98%
	26.74μg	99%
	53.47μg	99%

定量下限（10σ）
0.00700μg/mL
0.000386ppm（採気量;2L）
検出下限（3σ）
0.00210μg/mL
0.0001158ppm（採気量;2L）

分析

分析方法：ｶﾞｽｸﾛﾏﾄｸﾞﾗﾌ質量分析法
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-ｼﾞｸﾛﾛﾌﾟﾛﾍﾟﾝ-d_4）
機器：Agilent GC6890N＋Agilent5973 inert
カラム：Inert Cap Pure-WAX
30m×0.25mm，0.5μm
注入口温度：230℃
MS ｲﾝﾀｰﾌｪｲｽ温度：230℃
MS ｲｵﾝ源温度：230℃
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℃（1min）－10℃/min－200℃（0min）
注入法：パスルドスプリットレス
試料液導入量：2μL
キャリアーガス：He　1.00mL/min
検量線：0.0024－241.08μg/mL（cis-），
0.0023－234.24μg/mL（trans-）
の範囲で直線
定量法：内部標準法

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/m³(Skin)
NIOSH　1mg/m³(Skin)
ACGIH　0.1mg/m³

物性等
比重：1.415(at 25℃)
BP　：140℃(2.7kp)；　引火点　：>80℃
VP：1.6Pa(20℃)

別名　２，２－Dichlorovinyl Dimethyl Phosphate　ジクロルボス　DDVP

サンプリング

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（個人ｻﾝﾌﾟﾗｰ）
サンプリング時間：10min(定点)
240min（個人ｻﾝﾌﾟﾗｰ）
採気量：10L(定点)　240L(個人ｻﾝﾌﾟﾗｰ)
保存性：冷蔵(4℃)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

精度

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/m³（採気量 10L として）
0.04μg/m³（採気量 240L として）

分析

分析方法：ｶﾞｽｸﾛﾏﾄｸﾞﾗﾌｰ質量分析法
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℃
検出器ﾄﾗﾝｽﾌｧｰ　280℃
昇温:35℃（0min）→7℃/min→210℃（0min）
注入法：ｽﾌﾟﾘｯﾄ　２：1
試料液導入量：1μL
ｷｬﾘｱｰｶﾞｽ：He 0.7mL/min　ヘッド圧 10.4psi
ﾒｲｸｱｯﾌﾟ：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

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

参考４－４

ｐ－ジクロロベンゼン標準測定法

構造式:$C_6H_4Cl_2$　　分子量:147　　CASNo.: 106-46-7

許容濃度等： ACGIH　10ppm（TLV-TWA）
日本産業衛生学会　10ppm　60mg/m^3

物性等
比重：1.241
沸点：174℃、融点：53℃
蒸気圧：170Pa（20℃）

別名：1,4-ジクロロベンゼン、ジクロロベンゼン

サンプリング

サンプラー
吸引法：活性炭管(100mg/50mg)　ガステック社製
No.258 球状活性炭管
拡散法：3M 有機ガスモニターNo.3500
吸引法サンプリング流量：0.1 L/min
サンプリング時間：10min
拡散法サンプリング流量：
27.8cm^3/min（取扱説明書参照）

精度

脱着率
活性炭管　91.6%（取扱説明書参照）
3M 有機ガスモニター　74.0%（取扱説明書参照）

保存性　捕集後　冷蔵保存
脱着後　冷蔵保存

検出下限
標準溶液（0.10μg/ml）を繰り返し 3 回分析により算出
0.03μg/ml（3σ）

定量下限
標準溶液（0.10μg/ml）を繰り返し 10 回分析により算出
0.10μg/ml（10σ）
ばく露濃度（８時間）　0.002ppm
吸引 10 分サンプリング　0.02ppm

分析

分析方法：ｶﾞｽｸﾛﾏﾄｸﾞﾗﾌ/質量分析法
（機器名：Agilent GC6890A　5973MSD）
脱着方法
吸引法：二硫化炭素 1ml で 30 分静置
拡散法：二硫化炭素 1.5ml で 30 分静置
カラム：無極性カラム DB-1
（全長 60m×内径 0.25mm×膜厚 1.5μm）
温度－注入口：250℃
検出器（MS）：イオン源温度　230℃
昇温：40℃(13min)→7℃/min→280℃(2min)
注入法：ｽﾌﾟﾘｯﾄ(5:1)
ｷｬﾘｱｰｶﾞｽ：He
ﾒｲｸｱｯﾌﾟ：He
ヘッド圧：19.9 psi
分析モード：SIM
測定質量数（m/z）
トルエン-d8：定量イオン 100　確認イオン 99
ｐ-ジクロロベンゼン:
定量イオン 146　確認イオン 148
検量線：各溶媒で 0～100μg/ml に調整
内部標準添加法：内部標準物質
（トルエン-d8：0.2μg/ml）

適用：

妨害：

他のメソッド：参考　シックハウス（室内空気汚染）問題に関する検討会中間報告書（第 6～7 回）

※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。

4 - ビニルシクロヘキセンの標準測定法

化学式: C_8H_{12}　　分子量: 108.18　　CAS №: 100-40-3

許容濃度等：

ACGIH TLV：TWA 0.1ppm

物性等

沸点　：128℃

融点　：109℃

蒸気圧　：3.43kPa / 38℃

別名　4-Vinyl-1-cyclohexene

サンプリング

ポンプ法：球状活性炭管（ｶﾞｽﾃｯｸ No.258）
100mL / min

拡散法：有機ガスモニター（3M No.3500）

保存性：球状活性炭管・有機ガスモニターとも
サンプラー中で 5 日間、
脱着液中で 7 日間、冷蔵（4℃）保存

精度

活性炭管からの脱着率
0.004μg で 96.4%、0.017μg で 82.8%、
1.658μg で 86.0%

有機ガスモニターからの脱着率
0.004μg で 96.4%、0.017μg で 81.1%、
16.58μg で 84.0%

定量下限
0.003μg/ mL
（標準液 5 回測定標準偏差の 10 倍）
採気量 1L　　0.001ppm
ばく露 8 時間 0.0001ppm

分析

分析方法：GC / MS 法

脱着：二硫化炭素　1mL
（内部標準 *p*-ｼﾒﾝ 0.17μg/mL）

分析機器：Agilent GC6890
/ MSD 5973N

注入量：1μL

注入口条件：250℃、
ﾊﾟﾙｽﾄﾞｽﾌﾟﾘｯﾄﾚｽ、60psi（1 分）

ｷｬﾘｱｶﾞｽ：ﾍﾘｳﾑ 1.2mL / 分

ｶﾗﾑ：J&W DB-1
（60m×0.25mm×1μm）

ｵｰﾌﾞﾝ条件：40℃（13 分）→7℃/分→165℃（1 分）→20℃/分→260℃（3 分）

ｲｵﾝ源温度：230℃

定量条件：
VCH（定量 m/z=79,確認 54,39）
p-ｼﾒﾝ（定量 m/z=119,確認 134,91）

検量線：0～100μg / mL の範囲で直線性あり

定量法：絶対検量線法（内部標準）

参考文献：3M Technical Data Bulletin 1028
Organic Vapor Monitor Sampling and Analysis Guide