# 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。 CASN₀: 13463-67-7

許容濃度等: 日本産業衛生学会:未設定

ACGIH TLV: 10mg/m<sup>3</sup>

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 0.117 µgの場合 95.9%

1.  $010 \mu g$  95. 4%

10. 006 μ g 99. 8%

ルチル型

添加量 0.109μgの場合 98.8%

1.  $017 \mu g$  96. 5%

10. 010 μ g 103. 7%

定量下限 (10 σ)

 $0.013\,\mu$  g/mL

(溶解液中のチタン濃度として)

 $0.054 \,\mathrm{mg/m^3}$ 

(酸化チタンとして、採気量 20L・溶解液量 50mL の場合)

 $0.001 \,\mathrm{mg/m^3}$ 

(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

 $0.000 \mu \text{ g/mL}, 0.025 \mu \text{ g/mL}$ 

 $0.050 \,\mu$  g/mL,  $0.100 \,\mu$  g/mL

 $0.150 \mu \text{ g/mL}, 0.200 \mu \text{ g/mL}$ 

 $0.300 \,\mu$  g/mL,  $0.400 \,\mu$  g/mL

• 定量法: 絶対検量線

適用

妨害

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)

1,3・シクロロノロペン標準側足分析法(個人はく路優度側足力法)							
構造式:	CHCl=CHCH <sub>2</sub> Cl	分子量:1	10.9 CASNo: 542-75-6				
許容濃度等	等:OSHA		物性等				
	NIOSH	_	密度: 1.23 g/cm³ (cis-), 1.22 g/cm³ (trans-)				
	ACGIH 1ppm	(TLV-TWA)	沸点: 104℃ (cis-),112℃ (trans-)				
			融点: -85℃ (cis-), -25℃ (trans-)				
別名	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)			分析方法:ガスクロマトグラフ質量分析法				
	(㈱ガステック	ク)	脱着:二硫化炭素(作業環境測定用) 1 mL				
サンプリング流量: 0.1L/min			1時間放置				
サンプリング時間: 最大 4 時間 (24L)			(内部標準物質;1,3-ジクロロプロペン-d4)				
保存性: 添加量 0.134 $\mu$ g および 267.37 $\mu$ g いず			機器: Agilent GC6890N+Agilent5973 inert				
れの場合も、冷蔵で少なくとも6日間ま			カラム : Inert Cap Pure-WAX				
	では変化がないこと	を確認	$30 ext{m} imes0.25 ext{mm},~~0.5\mu$ m				
			注入口温度:230℃				
	 精度		MS インターフェイス温度: 230℃				
脱着率	.,,,,,		MS イオン源温度:230℃				
添加量	0.134μgの場合	99%	m/z:定量イオン; 75, 確認イオン; 110				
N.V.	$2.674\mu\mathrm{g}$	93%	(I.S.:定量イオン; 79,確認イオン; 114)				
	$26.74\mu$ g	93%	カラム温度				
	267.37 μ g	97%	40°C (1min) -10°C/min-200°C (0min)				
回収率	_0o. p. g	0.77	注入法:パスルドスプリットレス				
添加量	0.134μgの場合	96%	試料液導入量:2μL				
11:441 ==	$2.674\mu\mathrm{g}$	96%	キャリアーガス:He 1.00mL/min				
	$26.74\mu$ g	94%	検量線:0.0024-241.08 μ g/mL(cis-),				
	267.37 μ g	95%	$0.0023-234.24~\mu$ g/mL (trans-)				
定量下限	_		の範囲で直線				
0.00700 μ g/mL			定量法:内部標準法				
	0 <b>032ppm</b> (採気量;24	4L)					
検出下限		•					
	210 μ g/mL						
	00096ppm(採気量;	24L)					
	· - F.F. (41.0 (1 = )	<u> </u>					

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: CHCl=CHCH <sub>2</sub> Cl	1,3・ングロロノロペン標準側足分析法(作業界規側足力法)						
NIOSH	構造式:	CHCl=CHCH <sub>2</sub> Cl	分子量:1	10.9 CASNo.: 542-75-6			
#A.C.GIH 1ppm (TLV-TWA)	許容濃度等	等:OSHA	_	物性等			
開名		NIOSH	_	密度: 1.23 g/cm³ (cis-), 1.22 g/cm³ (trans-)			
サンプリング 分析 サンプリング 分析 サンプラー: No.258 球状活性炭管 (100/50mg) (構力ステック) サンプリング流量: 0.2L/min 1 時間放置 (内部標準物質; 1,3・ジクロロプロペンーd4) 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 20.27 μg の場合 99% (注入口温度: 230℃ MS (ケクーフェイス温度: 230℃ MZ: 定量付か; 75, 確認付か; 110 (I.S.: 定量付か; 75, 確認付か; 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 注入法: 八スルドスプリットレス 注入 に対し (1.S.: 定量付か: 75, 確認付か: 75		ACGIH 1ppm	(TLV-TWA)	沸点: 104℃ (cis-),112℃ (trans-)			
サンプリング				融点: -85℃ (cis-), -25℃ (trans-)			
サンプラー: No.258 球状活性炭管 (100/50mg) ((網ガステック)	別名						
機力ステック	サンプリング			分析			
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 $\mu$ g および 53.47 $\mu$ g 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 第一次 1 上に Cap Pure-WAX 30m×0.25mm, 0.5 $\mu$ m注入口温度: 230℃ MS $\ell$ $\ell$ $\ell$ $\ell$ MS $\ell$ $\ell$ $\ell$ $\ell$ $\ell$ $\ell$ $\ell$ MS $\ell$	サンプラー : No.258 球状活性炭管 (100/50mg)			分析方法:ガスクロマトグラフ質量分析法			
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 30m×0.25mm, 0.5 μ m 注入口温度: 230℃ MS イク・フェイ温度: 230℃ MZ: 定量イク・フ・フ・ス 確認イか; 110 (I.S.: 定量イか; 75, 確認イか; 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: 2 μ L 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 定量法: 内部標準法	(㈱ガステック)			脱着:二硫化炭素(作業環境測定用) 1 mL			
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 カラム: Inert Cap Pure・WAX 30m×0.25mm, 0.5 μ m 注入口温度: 230℃ MS インターフェイス温度: 230℃ MS インタースulæg: 230℃ MS インターフェイス温度: 230℃ MS インターフェイス温度: 230℃ MS インタースulæg: 230℃ MS インターxulæg: 230℃ MS インターxulæ	サンプリング流量: 0.2L/min			1 時間放置			
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 おうシム:Inert Cap Pure・WAX 30m×0.25mm, 0.5 μ m 注入口温度:230℃ MS インターフェイス温度:230℃ MS インターフェイス温度:230℃ MS インターフェイス温度:230℃ MS インターフェイス温度:230℃ MS インターフェイス温度:230℃ MS インン゙沢温度:230℃ MS インン゙パ温度:230℃ MS インン゙沢温度:230℃ MS インン゙パ温度:230℃ MS インン゙沢温度:230℃ MS インン゙沢温度:230℃ MS インン゙沢温度:230℃ MS インン゙パ温度:230℃ MS インン゙沢温度:230℃ MS インン゙沢温度:230℃ MS インン゙パ温度:230℃ MS インン゙パ温度:230℃ MS インン゙沢温度:230℃ MS /vi›ïÄll 位式を含む (I.S.: 定量付ン: 79, 確認イオン: 110	サンプリング時間: 10分間(2L)			(内部標準物質;1,3-ジクロロプロペン-d4)			
までは変化がないことを確認 30m×0.25mm, 0.5μm 注入口温度:230℃ MS インターフェイス温度:230℃ MS インクーフェイス温度:230℃ MS インクーフェイス温度:230℃ MS インクーフェイス温度:230℃ MS イン源温度: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 カラム温度 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 法科液導入量:2μL キャリアーガス:He 1.00mL/min 検量線:0.0024−241.08μg/mL (cis⁻), 0.00700μg/mL 0.00700μg/mL 定量下限 (10 σ) の範囲で直線 定量法:内部標準法 定量法:内部標準法	保存性:	添加量 0.027 μ g お	3よび 53.47μg いず	機器: Agilent GC6890N+Agilent5973 inert			
接度  脱着率  添加量 0.027 μg の場合 99%		れの場合も、冷蔵で	で少なくとも6日間	カラム : Inert Cap Pure-WAX			
脱着率  添加量 0.027 μg の場合 99%		までは変化がない。	ことを確認	$30\mathrm{m}\! imes\!0.25\mathrm{mm},~0.5\mu$ m			
脱着率  添加量 0.027 μg の場合 99%				注入口温度:230℃			
派加量 0.027 μg の場合 99%	精度			MS インターフェイス温度: 230℃			
(I.S.: 定量付ン; 79, 確認付ン; 114) カラム温度 カラム温度 カラム温度 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-), の範囲で直線 定量下限 (10 σ) の000386ppm (採気量; 2L) 検出下限 (3 σ) 0.00210μg/mL	脱着率			MS イオン源温度 : 230℃			
0.267 μ g 97% 26.74 μ g 93% 53.47 μ g 93% 回収率 添加量 0.027 μ g の場合 98% 0.267 μ g 98% 次元 26.74 μ g 98% 高・3・47 μ g 98% 次元 26.74 μ g 99% 53.47 μ g 99% 53.47 μ g 99% 53.47 μ g 99%  定量下限 (10 σ) 0.00700 μ g/mL 0.000386ppm (採気量; 2L) 検出下限 (3 σ) 0.00210 μ g/mL	添加量	0.027μgの場合	99%	m/z:定量イオン;75,確認イオン;110			
26.74 μ g 93% 53.47 μ g 93% 回収率 添加量 0.027 μ g の場合 98% 0.267 μ g 98% 26.74 μ g 99% 53.47 μ g 99% 53.47 μ g 99% 53.47 μ g 99% で量下限 (10 σ) 0.00700 μ g/mL 0.000386ppm (採気量; 2L) 検出下限 (3 σ) 0.00210 μ g/mL			97%	(I.S.:定量イオン;79,確認イオン;114)			
回収率   注入法:パスルドスプリットレス   試料液導入量:2μL   計水液導入量: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   定量下限 (10 σ)   0.00700μg/mL   で量法:内部標準法   0.000386ppm (採気量;2L)   検出下限 (3 σ)   0.00210μg/mL   で量法:内部標準法   で単法   で重法   ですで		$26.74\mu$ g	93%	カラム温度			
添加量 0.027 µ g の場合 98% 0.267 µ g 98% 26.74 µ g 99% 53.47 µ g 99% 定量下限 (10 σ) 0.00700 µ g/mL 0.000386ppm (採気量; 2L) 検出下限 (3 σ) 0.00210 µ g/mL		$53.47\mu~{ m g}$	93%	40°C (1min) -10°C/min-200°C (0min)			
0.267 μ g 98% 26.74 μ g 99% 53.47 μ g 99% 定量下限 (10 σ) 0.00700 μ g/mL 0.000386ppm (採気量; 2L) 検出下限 (3 σ) 0.00210 μ g/mL	回収率			注入法:パスルドスプリットレス			
26.74 μ g 99% 53.47 μ g 99% 定量下限(10 σ) 0.00700 μ g/mL 0.000386ppm(採気量; 2L) 検出下限(3 σ) 0.00210 μ g/mL	添加量	0.027μgの場合	98%	試料液導入量: $2\mu\mathrm{L}$			
53.47 μ g 99%  定量下限 (10 σ )  0.00700 μ g/mL  0.000386ppm (採気量; 2L)  検出下限 (3 σ )  0.00210 μ g/mL		$0.267\mu~{ m g}$	98%	キャリアーガス:He 1.00mL/min			
定量下限 (10 σ )		$26.74\mu~\mathrm{g}$	99%	検量線:0.0024-241.08 μ g/mL(cis·),			
0.00700 μ g/mL       定量法: 内部標準法         0.000386ppm (採気量;2L)       検出下限 (3 σ)         0.00210 μ g/mL       (20)		$53.47\mu~\mathrm{g}$	99%	$0.0023-234.24~\mu$ g/mL (trans-)			
0.000386ppm (採気量;2L) 検出下限 (3 σ ) 0.00210 μ g/mL	定量下限	$(10 \sigma)$		の範囲で直線			
検出下限(3 σ) 0.00210 μ g/mL	$0.00700\mu~\mathrm{g/mL}$			定量法:内部標準法			
$0.00210\mu$ g/mL	0.000	386ppm(採気量;2	L)				
	検出下限	(3 σ)					
0.0001158ppm(採気量;2L)	0.002	$10\mu$ g/mL					
	0.000	1158ppm(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

## ジメチルー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:  $C_4H_7C1_2O_4P$ 分子量:220.98 CASNo.: 62-73-7 1mg/m<sup>3</sup>(Skin) 許容濃度等:OSHA 物性等 NIOSH 1mg/m<sup>3</sup>(Skin) 比重:1.415(at 25℃) ACGIH BP : 140℃(2.7kp); 引火点 :>80℃  $0.1 \text{mg/m}^3$  $VP : 1.6 Pa(20^{\circ}C)$ 別名 2, 2-Dichlorovinyl Dimethyl Phosphate ジクロルボス **DDVP** サンプリング 分析 サンプラー : SKC 捕集管 Glass Fiber Filter **分析方法**: ガスクロマトグラフー質量分析法 脱着:トルエン (IS:DDVP-d<sub>6</sub> 2 µ g/mL) /XAD-2(270/140mg) サンプリング流量:1 L/min 2mL 60min 静置 1 L/min (個人サンプ<sup>°</sup>ラー) 機器: AgilentGC6890-5973MS サンプリング時間:10min(定点) カラム: DB-5 MS 240min (個人サンプ<sup>°</sup>ラー)  $60\text{m} \times 0.25\text{mm} \times 0.25 \,\mu\text{ m}$ **採気量:**10L(定点) 240L(個人サンプ ラー) 温度-注入口 250℃ 保存性: 冷蔵( $4^{\circ}$ )において 5 日間保存しても変化 検出器トランスフアー 280℃ 昇温: $35^{\circ}$ C  $(0min) \rightarrow 7^{\circ}$ C/ $min \rightarrow 210^{\circ}$ C (0min)はなかった。 注入法: スプリット 2:1 試料液導入量: $1 \mu L$ ブランク:検出せず キャリアーガス: He 0.7mL/min ヘッド圧 10.4psi 精度 メイクアップ :  $N_2$ 脱着率 検量線:トルエン溶媒で調整 直接添加法 トルエン 2mL 脱着  $0 \mu \text{ g/mL}$ 添加量  $0.010 \,\mu\,\mathrm{g} \sim 50 \,\mu\,\mathrm{g}$  91.9%  $0.01 \,\mu$  g/mL 定量下限(10σ)  $0.1 \,\mu$  g/mL 0.010 μ g/mL の標準液繰り返し 5 回分析  $1.0 \,\mu$  g/mL  $10\sigma$ を定量下限とすると  $0.0045\mu$  g/mL  $2.0 \mu \text{ g/mL}$ 0.9 μ g/m³ (採気量 10L として)  $25 \mu \text{ g/mL}$ 0.04 μ g/m³ (採気量 240L として)  $25 \mu \text{ g/mL}$ 内部標準法 DDVP d<sub>6</sub> 2 μ g/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

## p - ジクロロベンゼン標準測定法

構造式:C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>C1<sub>2</sub> CASNo.: 106-46-7 分子量:147

許容濃度等: ACGIH 10ppm(TLV-TWA) 物性等

日本産業衛生学会 10ppm 60mg/m³ 比重:1.241 沸点:174℃、融点:53℃

蒸気圧:170Pa (20℃)

分析方法:ガスクロマトグラフ/質量分析法

吸引法:二硫化炭素 1ml で 30 分静置

カラム:無極性カラム DB-1

拡散法:二硫化炭素 1.5ml で 30 分静置

(全長 60m×内径 0.25mm×膜厚 1.5 μm)

(機器名: Agilent GC6890A 5973MSD)

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 分析

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:

27.8cm³/min (取扱説明書参照)

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: スプリット(5:1)

キャリアーカ、ス: He メイクアップ : He

脱着方法

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0~100 μ g/ml に調整

内部標準添加法:内部標準物質

(トルエン-d8:0.2 μ g/ml)

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 (0.10 μ g/ml) を繰り返し3回分析 により算出

 $0.03 \,\mu \, g/m1 \, (3 \,\sigma)$ 

定量下限

標準溶液 (0.10 μ g/ml) を繰り返し 10 回分析

により算出

 $0.10 \,\mu \,\mathrm{g/ml} \,(10 \,\sigma)$ 

ばく露濃度(8時間) 0.002ppm 吸引 10 分サンプリング 0.02ppm

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<sub>8</sub>H<sub>12</sub> 分子量: 108.18 CAS No.: 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 分析

ポンプ法:球状活性炭管 (ガステック 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

分析方法: GC / MS 法

脱着:二硫化炭素 1mL

(内部標準 p-シメン  $0.17\mu g/mL$ )

分析機器: Agilent GC6890

/ MSD 5973N

注入量:1uL

注入口条件:250℃、

パ ルスト スプ リットレス、60psi (1分)

キャリアカ 、ス: ヘリウム 1.2mL/分

カラム: J&W DB-1

 $(60 \text{m} \times 0.25 \text{mm} \times 1 \mu \text{m})$ 

オープン条件: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)

アシメン(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)

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

 $0.004 \mu g$  で 96.4%、  $0.017 \mu g$  で 81.1%、

16.58µg で 84.0%

定量下限

 $0.003\mu g/ mL$ 

(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

参考文献: 3M Technical Data Bulletin 1028

Organic Vapor Monitor Sampling and Analysis Guide