

資料2-5

指針対象物質の作業環境測定の方法（案）

物質名	作業環境測定の方法		作業環境測定の方法の詳細（参考例）			＜参考＞許容濃度等	
	試料採取方法	分析方法	定量下限	捕集法 （器具、流量、 捕集時間）	分析法及び 検出器	ACGIHの TLV-TWA	日本産業 衛生学会の 許容濃度
①1-ブロモブタン	固体捕集方法	ガスクロマトグラフ質量 分析方法	0.093 ppm （1L捕集）	活性炭管 0.1L/分	溶媒脱着 ガスクロマトグラフ質量分析	なし	なし
同上	固体捕集方法	（加熱脱着）ガスクロマ トグラフ質量分析方法	0.0014ppm （1L捕集）	Tenax管 0.1L/分	加熱脱着 ガスクロマトグラフ質量分析		
②2-アミノ-4-ク ロロフェノール	ろ過捕集方法	高速液体クロマトグラフ 分析方法	3ppb （10L捕集）	硫酸含浸ガラ ス繊維ろ紙 1L/分	高速液体 クロマトグラフ 紫外吸光度検出器	なし	なし

(別紙-①)		1-ブロモブタン標準測定分析法	
構造式: CH ₃ CH ₂ CH ₂ CH ₂ Br		分子量: 137.02	CAS No. 109-65-9
許容濃度等: OSHA 設定されていない NIOSH 設定されていない ACGIH 設定されていない		物性等 比重: 1.28 BP: 101.6℃ VP: 40hPa (20℃)	
別名 臭化 n-ブチル(n-Butylbromide)			
サンプリング		分 析	
サンプラー: 活性炭捕集管 (柴田科学 スタンダード型) φ6×70mm 20~40mesh 100mg/50mg サンプリング流量: 0.1L/min 採気量: 1L (最大 6L) 保存性: 冷蔵 (4℃) 3 日間以内に抽出すること 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 (GC/MS) 脱着: 二硫化炭素 2mL 内部標準物質: 50mg/L フルオロベンゼン-d5/メタノール溶液を 10 μL 添加 30min 静置 (気泡発生、時々振とう) 1 層目と 2 層目全てをそれぞれ 2mL で脱着する 機器: Varian8400GC/320MS ＜GC 部＞ カラム: VF-1MS 内径 0.25mm×膜厚 1 μm×長さ 30m 注入口温度 220℃ インターフェイス温度 200℃ 昇温: 35℃(5min)→8℃/min→80℃→20℃/min→200℃ 注入法: スプリット (5:1) キャリアガス: He 1mL/min ＜MS 部＞ イオン化法: EI イオン化電圧: 70eV 測定モード: SIM 測定質量数 (m/z) 1-ブロモブタン: 定量イオン 57 確認イオン 136、138 フルオロベンゼン-d5: 定量イオン 101 測定サイクル: 0.45s/cycle 検量線: 内部標準法 0 μg/mL 0.064 μg/mL 0.128 μg/mL 0.64 μg/mL 1.28 μg/mL 6.4 μg/mL 12.8 μg/mL 分析時のリテンションタイム 対象物質: 9.4min 内部標準: 7.6min	
精 度			
脱着率 直接添加法 二硫化炭素 2mL 脱着 添加量 1.0 μg 20 μg 平均回収率 95% 捕集率 (通気試験における回収率) 0.1L/min×5min、60min 添加量 1.0 μg、20 μg 平均回収率 92%			
検出下限 (3σ) 0.078 μg/mL 定量下限 (10σ) 0.261 μg/mL ※これより低濃度では回収率低下が顕著となる 定量下限 (気中濃度) 0.093ppm (v/v) (採気量を 1L として) 0.015ppm (v/v) (採取気量を 6L として) ※6L を超える採気量は回収率低下を生ずる			
妨害: 揮発性炭化水素 (ガソリン等) による妨害はほとんどない。もし妨害が認められた場合は定量イオンに m/z = 136 または 138 を用いて検量線を作成し定量することも可能			
参考: NIOSH Manual of Analytical Methods No.1025			

作成日 平成 22 年 2 月 26 日

(別紙-②)

1-ブロモブタン標準測定分析法

構造式: $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Br}$ 分子量: 137.02 CAS No.109-65-9	
許容濃度等: OSHA 設定されていない NIOSH 設定されていない ACGIH 設定されていない	物性等 比重: 1.28 BP: 101.6°C VP: 40hPa (20°C)
別名 臭化 n-ブチル(n-Butylbromide)	
サンプリング	分 析
サンプラー: TENAX-TA (SUPELCO) サンプリング流量: 0.1L/min 採気量: 0.5~1L 保存性: 冷蔵(4°C)3日間保存において問題なし ブランク: 検出せず	分析方法: 加熱脱着ガスクロマトグラフ質量分析法 (ATD/GC/MS) 機器: PerkinElmer TurboMass Gold Turbo Matrix ATD
精 度	
捕集率(通気試験における回収率) 0.1L/min × 10min ①添加量 0.5 μg : 平均回収率 85% ②添加量 6.0 μg : 平均回収率 86%	<GC 部> カラム: DB-5MS 内径 0.25mm × 膜厚 0.25 μm × 長さ 60m インターフェース温度: 250°C 昇温: 40°C(2min)→10°C/min→100°C(2min) →20°C/min→150°C キャリアガス: He 1mL/min
検出下限(3 σ) 0.0023 μg 定量下限(10 σ) 0.0076 μg (0.010 μg の標準液繰り返し 5 回測定)	<MS 部> イオン化法: EI イオン化電圧: 70eV 測定モード: SIM 測定質量数(m/z) 対象物質: 定量イオン 57 確認イオン 136,138 測定サイクル: 0.3s/cycle
定量下限(気中濃度) 0.0027ppm(v/v) (採気量を 0.5L として) 0.0014 ppm(v/v) (採気量を 1L として) ※1L を超える採気量は低濃度域における回収率の低下を生ずる	<加熱脱着部> 脱着温度: 280°C(8min) トラップ温度: -30°C→40°C/s→320°C 流量: 入口スプリット 30mL/min、出口スプリット 10mL/min、脱着 30mL/min (スプリット比 22:1) 検量線 0 μg 0.01 μg 0.05 μg 0.10 μg 0.20 μg 0.50 μg 1.0 μg 2.0 μg 4.0 μg 6.0 μg 8.0 μg 分析時のリテンションタイム 対象物質: 9.1min
参考: 化学物質分析法開発調査報告書(1989): 1,5-ジブロモペンタン他: 環境省 化学物質分析法開発調査報告書(1997): 2-ブロモプロパン他: 環境省 川崎市公害研究所年報(1999): 1-ブロモブタン他: 川崎公害研究所	

作成日 平成 22 年 2 月 26 日

2-アミノ-4-クロロフェノール標準測定分析法

構造式： <chem>C6H3(OH)(NH2)Cl</chem> 分子量：143.6 CAS No. 109-65-9	
許容濃度等：TWA 設定されてない MAK 設定されてない	物性等 融点：140℃ 引火点：170℃ 発火温度：500℃ 溶解度(水)：0.3mg/100ml (20℃) 蒸気圧：0.2Pa (25℃) log Pow：1.24
別名 5-クロロ-2-ヒドロキシアニリン	
サンプリング	分析
サンプラー：硫酸含浸フィルター (SKC 社製 No. 225-9012) サンプリング流量：1L/min 採気量：10L	高速液体クロマトグラフ法 脱着：15% (v/v) メタノール+85% (v/v) 0.5M-H ₂ SO ₄ 水溶液： 10ml 機器：Agilent1100 シリーズ 使用カラム：Waters Puresil 5μC18 120Å 4.6×250mm
精 度	カラム温度：40℃ 流量：1ml/min 注入量：20μl 検出器：UV 検出波長：227nm ※224～228nm で良好な吸収波長を選択して行う 移動層：メタノール/水/リン酸=15/85/0.2 検量線：絶対検量線法 0μg/ml 0.1μg/ml 0.5μg/ml 1.0μg/ml 5.0μg/ml 10μg/ml 分析時のリテンションタイム：6.1min
保存性：冷蔵（4℃）において 6 日間安定 通気試験 1L/min×10min 通気時の回収率 1μg 添加時：86% 10μg 添加時：80% 100μg 添加時：81% (※10min を超える捕集は低濃度における回収率低下を生ずる) 検出下限：0.006μg/ml (計算上 3σは0.0019μg/ml) 定量下限：0.02μg/ml (計算上 10σは0.0065μg/ml) ※計算上の値は実際のクロマトグラム上でピークとして判定することが困難であったため、ピークの S/N=3 を検出下限、10 を定量下限とした。 定量下限 (気中濃度)：3ppb (v/v) (1L/min×10min 通気において)	
妨害：未確認である	
備考：捕集効率が不明、採気時間を長くとれないなどが課題である	
参考：AOAC Journal of AOAC International 2007/5/1 産業医学 Jpn Ind Health 1992;34:126-130	

作成日 平成 22 年 2 月 26 日