α一メチルスチレンの測定手法検討結果報告書

平成23年3月7日

測定手法検討分科会

1. はじめに

 α —メチルスチレン(α -Methylstyrene 以下: AMS)は芳香族炭化水素で、特徴的な臭気のある無色の液体である。プロピレンとベンゼンを原料とするクメンの酸化でフェノール、アセトンを生産する際に副生され、2007年は推定38,000tが生産された。用途として、ABS 樹脂の耐熱・耐衝撃性の強化、ポリエステル樹脂、アルキド樹脂の変性、香料、農薬などがある。また、二量化(α -メチルスチレンダイマー)して分子量調整剤などにも使用される。1)

今回、個人ばく露濃度測定、作業環境測定を行うにあたり、精度よく定量できるよう、 測定・分析法の検討を行った。

2. 物理化学的性状

AMS について物理化学的性状を表1に示す

表1. AMS について

CAS No.	98-83-9					
別名	1-イソプロペニルベンゼン					
	2-フェニル	2-フェニルプロペン				
	1ーメチル・	ー1 ーフェニルエチレン				
構造式	C9H10					
	CH ₂	CH ₃				
物性	比重	0.99				
	分子量	118.2				
	沸点	164℃				
	融点	-23℃				
	蒸気圧	300Pa(20℃)				
許容濃度等	OSHA	_				
	NIOSH	_				
	ACGIH	TWA 50ppm				
		STEL 100ppm				

3. 捕集方法および分析方法について

NIOSH 1501 (HYDROCARBONS AROMATIC) 2)においては、ヤシガラ活性炭管 (100/50mg)を用いて 0.2L/min 以下で捕集、1mL 二硫化炭素で脱着、GC-水素炎イオン化 検出器 (FID) で分析している。 この方法においての LOD (検出下限) は $0.6\,\mu$ g/サンプルであり、脱着率のデータはなく、検討が必要であるとしている。今回この方法を参考に検討を行い、捕集方法および分析方法を決定した。

3-1. 分析条件

AMS の測定範囲を、気中濃度として TLV50ppm の 1/1000 (0.05ppm) \sim 2 倍 (100ppm) とすると、捕集管あたりの捕集量は $2.25\sim11712\,\mu$ g(捕集流量 0.1L/min、測定時間 10 分間 \sim 4 時間と仮定)と分析濃度の範囲は広くなる。機器の感度を考慮して分析は GC-FID で行うこととし、分析条件を表 2 に示す。

表 2. 分析条件

<u> </u>					
ガスクロマトグラフ	Agilent GC7890 (FID)				
カラム	HP-5 $30\text{m} \times 0.32\text{mm} \phi \times 0.25 \mu \text{ m}$				
カラム温度	$40^{\circ}\text{C} (1.0\text{min}) \rightarrow 7^{\circ}\text{C/min} \rightarrow 180^{\circ}\text{C}(0\text{min})$				
キャリアーガス	ヘリウム:9.14psi 2.0mL/min(32.69cm/sec)				
注入法	パルスドスプリット 2:1 パルス圧(20psi 0.75min)				
注入量	1 μ L				
注入口温度	250°C				
検出器	280℃ (FID)				
内部標準物質(IS)	トルエン 85.3 μ g/mL (トルエン-d8 和光純薬)				

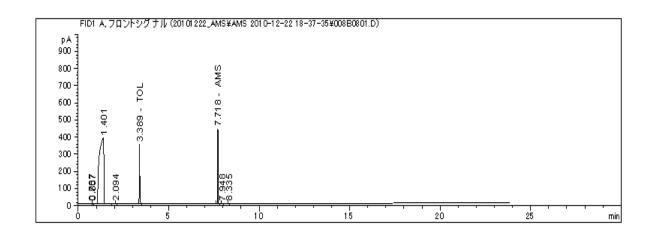


図 1. α —メチルスチレンの分析例(90 μ g/mL)

3-2. 捕集管および脱着溶媒の選定

捕集管は以下の①~③の3種類を候補とし、添加回収試験を行った。それぞれの捕集管1層目 に二硫化炭素を溶媒として調整した AMS 標準液をマイクロシリンジ(ハミルトン社製 10 μ L)で添 加(スパイク)し、小型ポンプ(SKC 社製 ポケットポンプ)において 0.1L/min で 5 分間吸引後(以 下、検討用サンプルは全て同様に操作)、一昼夜冷蔵庫(4°C)で保管後、以下 A~Cの3種類の溶 媒で脱着して脱着率を求めた。 脱着溶媒量と脱着時間はそれぞれ 1mL 及び 60 分間としたが、捕 集管③に関しては、脱着時にグラファイトカーボンブラックの微粒子が脱着溶媒液中に浮遊し、分 析の妨げとなるため、脱着後遠心分離操作をすることとし、脱着溶媒量を 1.5mL とした。捕集管①、 ②は脱着に4mLガラスバイアルビンを使用し、捕集管③は 10mL ガラスチューブ(IWAKI TE-32)を使用した。その結果を表 3 に示した。ヤシガラ活性炭系である捕集管①②を比較すると、 ヤシガラ活性炭に安定剤を添加した捕集管①は若干脱着率が高い傾向にあった。しかしながら、 AMS の添加量が少なくなると脱着率が下がる傾向は改善されず、低濃度の気中 AMS 測定は難 しいといえる。脱着溶媒については二硫化炭素にアセトンを添加しても脱着率は向上せず、さらに トルエンに変更しても向上することはなかった。また、下記のトルエンを用いた場合は不純物と見ら れる微小ピークが多数認められ、ベースラインに細かいノイズが出現するため、低濃度の AMS を 分析する際に妨げとなると考えられた。捕集管③については、添加量にかかわらず良好な脱着率 が得られたため、最も適切と考えられる捕集管③(以下捕集管とする)と、不純物、ノイズ等の不安 のない **A.二硫化炭素**の組み合わせで捕集を行うこととした。なお、採用する溶媒(二硫化炭素)に 内部標準物質としてトルエン・d8*(*今後 MS 分析の可能性を考慮)を添加(85.3 μ g/mL)し、溶媒 ブランク、サンプルブランクを確認したところ、両者の内部標準物質の検出エリアには差がなく、 AMS のピークも認められなかったことから、あらかじめ脱着溶媒に内部標準物質を添加して用いる こととした。

・捕集管の候補

捕集管① (ORBO351、安定剤カテコール添加の活性炭、100/50mg、シグ、マアルト、リッチ製)

捕集管② ORBO32 (ヤシカ・ラ活性炭、100/50mg、シク・マアルト・リッチ製)

捕集管③ ORBO101 (グラファイトカーボンブラック粒子: 非多孔性、100/50mg、シグマアルドリッチ製)

・脱着溶媒の候補

- A. 二硫化炭素 (作業環境測定用、和光純薬)
- B. 5%アセトン (特級、和光純薬) /二硫化炭素
- C.トルエン(特級、和光純薬)

・脱着量及び脱着時間

- ①、②:1mL 振とう後 60 分間静置
- ③ : 1.5mL 振とう後 60 分間静置+3000 回転 10 分間

表 3. 各捕集管における各種脱着溶媒による脱着率(%) n=3

	脱着率(%)				
脱着溶媒	添加量(µg)	捕集管①	捕集管 ②	捕集管 ③	
	9.0	78	63	101	
A.二硫化炭素	135.1	88	83	103	
	$900.9_{(n=1)}$	108	95	103	
B.5%アセトン/二硫化炭素	9.0	69	52	89	
B.3%/ ピトン/ 二帆 仁 灰糸	135.1	87	82	98	
C.トルエン	9.0	78	64	98	
C.[7/L_2	135.1	84	74	93	

3-3 遠心分離の温度における影響

捕集管は脱着操作を行うと、脱着液中に微粉末が浮遊し、分析の妨げになることから、遠心分離操作が必要となる。遠心分離操作で脱着溶媒の温度が上昇し、AMS 濃度に影響を与える事が懸念されたため、遠心分離時における温度の影響を確認した。捕集管に AMS を添加し、脱着後、温度設定付の遠心分離機(日立微量高速遠心機)で、15、25、35 $^{\circ}$ $^{\circ}$ と 3段階に温度を変化させ、3000 回転で 10 分間の遠心分離操作を行った。その結果、表 4 に示したとおり 15 $^{\circ}$ $^{\circ}$

表 4. 遠心分離の温度における回収率(%)の変化(25℃を 100%として)

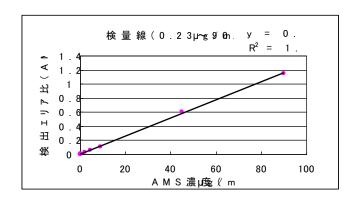
※hn县(~)	遠心分離温度における影響(%)			
添加量(μ g)	25℃	15℃	35℃	
9.0	100	102	99	
135.1	100	99	100	
			n=3	

4. 検量線

AMS を内部標準物質入り二硫化炭素で希釈し、標準系列を調整した。分析の結果を表 5、図 2-1、2-2 に示した。 $0.23\sim90.09\,\mu$ g/mL、 $0.23\sim90.09\,\mu$ g/mLの範囲で良好な直線性を得られた。

表 5 希釈系列

P 4 0 1/4 D 42/1/2 4		
溶液濃度	検出エリア比(n=5)	RSD
$(\mu \text{ g/mL})$	(AMS/TOL_d8)	(%)
0.23	0.003	1.6
0.45	0.006	1.4
2.25	0.031	0.3
4.51	0.062	1.0
9.01	0.089	0.1
45.05	0.598	0.1
90.09	1.151	0.1
900.90	11.190	0.1
9009.00	113.891	0.1



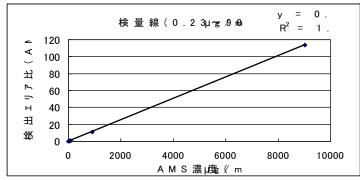


図 2-1. 0.23~90.09 µ g/mL 領域の検量線

図 2-2. 0.23~9009 µ g/mL 領域の検量線

5. 定量下限

測定目標濃度値を TLV の 1/1000(0.05ppm)としたときの相当濃度付近の 4.505μ g/mL $(0.1L/min \times 4$ 時間において 0.04ppm に相当)を 5 サンプル分析し、標準偏差をもとめた。標準偏差の 3 倍を検出下限、10 倍を定量下限として検量線より値を算出すると、溶媒濃度として、それぞれ 0.14μ g/mL、 0.46μ g/mL になる。結果を**表 6** に示した。

表 6. 検出下限と定量下限

	検出下限値(3SD)	定量下限値(10SD)	捕集例(参考)
- 溶液濃度(μg/mL)	0.14	0.46	_
1L 捕集時の気中濃度(ppm)	0.043	0.14	$0.1L/min \times 10min$
4.8L 捕集時の気中濃度(ppm)	0.0090	0.029	$0.02L/min \times 240min$
24L 捕集時の気中濃度(ppm)	0.0018	0.0060	$0.1L/min \times 240min$

6. AMS の最大捕集量の検討

今回の AMS の測定範囲は、捕集管あたりの捕集量として計算すると、 $2.25\sim11712\,\mu\,\mathrm{g}$ となることから、捕集管あたりの実際の最大捕集量及び破過を確認した。捕集管に AMS を添加し、 $0.1\mathrm{L/min}$ 及び $0.02\mathrm{L/min}$ で 240 分間通気を行い、回収率を求めた。結果を表 7 に示した。2 層目への破過を 1 層目の 10%以内を許容範囲とすると、表 7 から捕集管一本あたりの AMS 最大捕集量は $900\,\mu\,\mathrm{g}$ 程度と考えられる。そこで本検討は $2.25\sim900.9\,\mu\,\mathrm{g}$ の捕集量の範囲で検討を行うこととした。これは AMS の気中濃度に換算すると、 $0.02\sim0.1\mathrm{L/min}$ 捕集で測定すると仮定すると、 $0.5\sim187\mathrm{ppm}(0.1\mathrm{L/min}$ 、10 分間測定)、 $0.02\sim8\mathrm{ppm}(0.1\mathrm{L/min}$ 、240 分間測定)、 $0.002\sim8\mathrm{ppm}(0.1\mathrm{L/min}$ 、240 分間測定)の範囲となる。

表7 AMSの捕集容量の確認

通気 240 分間	<u>流</u> 量	0.1L/min	流量 0.	02L/min
添加量(μ g)	回収率(%)1)	二層目破過(%)2)	回収率(%)1)	二層目破過 (%) ₂₎
2.3	93	0.0	_	_
4.5	91	0.0	_	_
135.1	106	0.1	_	_
450.5	107	2.8	_	_
900.9	100	5.8	100.1	2.0
2702.7	62	88.1	101	38.1
4504.5	47	79.5	63	57.4
6306.3	32	61.5	49	54.6
8108.1	25	56.9	36	58.9

¹⁾ 一層目と二層目の合計

²⁾ 一層目に対する二層目の割合(%)

7. 脱着率の検討

脱着率の検討は、直接添加法により行った。添加量は二硫化炭素で調整した標準液をマイクロシリンジで $2.25\sim900.90\,\mu\,\mathrm{g}$ となるように捕集管 1 層目に添加し、 $0.1\mathrm{L/min}$ 、5 分間通気した後、密閉して 1 昼夜冷蔵庫(4° C)で保管した。その後、二硫化炭素 $1.5\mathrm{m}$ L で 60 分間静置して脱着を行い、3000 回転で 10 分間遠心分離操作をおこなった。脱着率は表8 に示した通りとなり、 $2.25\sim900.9\,\mu\,\mathrm{g}$ の範囲で平均 100.8%となった。

表 8. 脱着率

捕集管)	n=5		
No.	2.25μ g	4.50μ g	135.14μ g	450.45μ g	900.90μ g
1	97.4	101.6	104.0	102.9	99.6
2	99.0	98.1	103.5	103.5	101.6
3	99.9	98.2	102.4	103.9	100.3
4	97.4	96.5	103.8	103.6	100.9
5	100.4	97.5	101.5	103.5	100.2
平均	98.8	98.4	103.0	103.5	100.5
SD	1.38	1.93	1.06	0.35	0.76
RSD(%)	1.4	2.0	1.0	0.3	0.8
				全平均	100.8%

8. 保存性について

保存性の検討についても直接添加法により行った。二硫化炭素で調整した標準液をマイクロシリンジで 2.25、4.50、450.45、 $900.90\,\mu\,\mathrm{g}$ となるように捕集管 1 層目に添加した。一添加量についてそれぞれ 17 本作成し、0 (通気直後)、1、4、7、14 日後にそれぞれ 3 本(1 日後は5 本)ずつ脱着して分析を行った。脱着を行うまでは冷蔵庫 (4 $^{\circ}$ C) に保管した。結果を表 9、図 3 に示した。14 日間経過後においても回収率は脱着率と変化なく、安定していることが確認された。ただし、 $450.45\,\mu\,\mathrm{g}$ 以上添加しているサンプルについては、経過日数とともに、1 層目に添加した AMS が 2 層目に移行していく傾向が見られ、7 日間を過ぎると 2 層目への移行が 2%程度となることから、経過日数に注意を払い(少なくとも 7 日目以内に脱着が望ましい)、2 層目まで確実に分析する必要がある。

表 9. 保存性

保存性-1	回収率(%) n=3							
		添加量	$2.25 \mu g$			添加量	4.50μ g	
経過日数(日)	平均 1)	SD	RSD (%)	2層目(%)2)	平均 1)	SD	RSD (%)	2層目(%)2)
0	100.0	2.17	2.1	0.0	95.3	7.34	7.4	0.0
1	98.8	1.44	1.4	0.0	98.4	2.01	2.0	0.0
4	97.8	1.42	1.4	0.0	99.1	1.08	1.1	0.0
7	103.0	2.42	2.3	0.0	100.2	1.05	1.0	0.0
14	106.0	4.55	4.1	0.0	101.5	0.45	0.4	0.0

保存性-2	回収率(%) n=3							
	添加量 450.45 µ g 添加量 900.90 µ g							
経過日数(日)	平均 1)	SD	RSD (%)	2層目(%)2)	平均 1)	SD	RSD (%)	2層目(%)2)
0	101.7	2.19	2.2	0.0	101.2	1.73	1.7	0.0
1	103.5	0.35	0.3	0.2	100.5	0.76	0.8	0.3
4	98.5	2.49	2.5	0.8	97.5	2.28	2.3	1.2
7	103.2	0.38	0.4	1.6	101.4	0.21	0.2	2.2
14	103.3	0.88	0.9	6.3	101.5	0.46	0.5	12.1

1) 1層目、2層目の合計の回収率 2) 1層目に対する2層目の割合

全平均: 100.6%

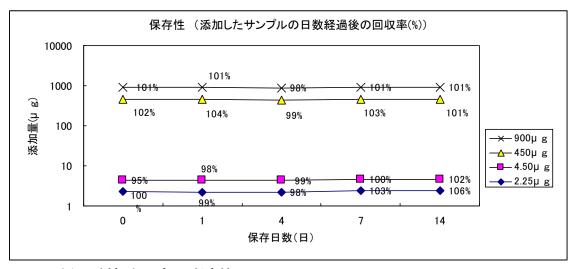


図3. 添加サンプルの保存性

9. 通気試験における回収率について

環境空気中で捕集をすることを想定し、添加後捕集管に通気し、その回収率を直接添加法において確認した。捕集管 1 層目に 2.25、4.05、135.14、450.05、900.90 μ g を添加し、0.1L/min で 4 時間通気を行い、その後脱着、分析を行い回収率を算出した。2.25、900.9 μ g については 0.02L/min で 4 時間通気も行った(表 10)。その結果、回収率は 92.8-105.5% となった。添加量 2.25、4.05 μ g においては 2 層目への破過が見られず、135.14、450.05、900.90 μ g では 2 層目に破過(135.15 μ g 添加時の 2 層目検出は検出下限程度)が見られたが、全体の回収率は低下しなかった。しかし流量を 0.02L/min に下げても破過は見られたことから 2 層目の分析を確実に行うこととし、通気時間は 4 時間以下とする。

表 10. 通気試験における回収率

通気条件:18.6~20.6℃ 24.7~32.5%RH 通気流量 0.1L/min, 0.02L/min

通気流量	通気時間	添加量			回収率(%)		
(L/min)	(分)	(μg)	1層目	2層目	平均(Total)	SD	RSD(%)
0.1	10	2.25	101.7	0.0	101.7	1.43	1.4
0.1	10	4.50	102.8	0.0	102.8	1.17	1.1
0.1	240	2.25	91.9	0.0	93.2	3.13	3.4
0.02	240	2.25	99.3	0.0	99.3	2.24	2.3
0.1	240	4.50	91.1	0.0	92.8	2.55	2.8
0.1	240	135.14	104.7	0.1	104.8	0.81	0.8
0.1	240	450.45	101.9	2.8	104.7	0.96	0.9
0.1	240	900.90	97.9	7.6	105.5	0.59	0.6
0.02	240	900.90	98.2	2.0	100.1	0.49	0.5

全平均 100.5%

n=5

10. パッシブサンプラーの使用について

気中濃度が 40ppm を超える環境下の場合は、パッシブサンプラーの使用が考えられる。今回、各種パッシブサンプラーの仕様を確認の上 3 、3 M 有機ガスモニターの脱着率と保存性を確認した。3 M 有機ガスモニター内に少量のグラスウールを入れ、プラスティックキャップを取り付け、キャップ中心からマイクロシリンジで AMS をグラスウールに打ち込み、一昼夜常温で保管して活性炭シートに AMS を吸着させた(8 時間ばく露として、 $2.25\,\mu\,\mathrm{g}-0.04\mathrm{ppm}$ 、 $900.9\,\mu\,\mathrm{g}-16\mathrm{ppm}$ 、 $5405.4\,\mu\,\mathrm{g}-93\mathrm{ppm}$ に相当)。その後、 $1.5\mathrm{mL}$ の二硫化炭素でグラスウールごと脱着、分析して脱着率を算出した。なお、3M 有機ガスモニターNo.3500、No.3520 定量分析説明書 4 によると、グラスウールの代わりに $2.5\mathrm{cm}$ 径の適当なろ紙を使用し、ろ紙を取り除いた後に脱着操作を行い、脱着率を求める。しかしながら今回同様に操作を行ったところ、ろ紙(No.6、アドバンテック社製)に AMS が残留し、脱着率が低くなる傾向が認められたためグラスウールを使用した。その結果を表 11、図 4 に示した。活性炭管同様に AMS 量が少ないと脱着率が下がる傾向が見られたが、平均脱着率は 92.0%となった。添加翌日にサンプラーを冷蔵庫(4° C)に 6 日間保管し(添加後から 7 日間経過)、分析したところ、安定性に問題なかった。なお、 3 M 社のデータではサンプリング速度 $25\mathrm{cm}^{3}$ /min、脱着率 102%、最大捕集容量は $25\mathrm{mg}$ となっている $(50\%\mathrm{RH}$ 以下での使用)。5.60

表 11. 3 M 有機ガスモニターの脱着率と保存性について

添加時~添加翌日:20.6~20.9℃ 24.9~27.2%RH

	添加翌日			添加7日目		
添加量(μg)				添加量(µg)		
2.25	900.90	5405.40	2.25	900.90	5405.40	
83.3	96.8	95.5	94.2	96.3	96.6	
81.1	95.6	94.8	84.8	95.5	94.1	
90.3	93.3	97.0	90.4	99.3	93.5	
84.9	95.3	95.8	89.8	97.1	94.7	
4.84	1.80	1.12	4.7	2.02	1.66	
5.7	1.9	1.2	5.3	2.1	1.8	
	83.3 81.1 90.3 84.9 4.84	添加量(μg 2.25 900.90 83.3 96.8 81.1 95.6 90.3 93.3 84.9 95.3 4.84 1.80	添加量(μg) 2.25 900.90 5405.40 83.3 96.8 95.5 81.1 95.6 94.8 90.3 93.3 97.0 84.9 95.3 95.8 4.84 1.80 1.12	添加量(μg) 2.25 900.90 5405.40 2.25 83.3 96.8 95.5 94.2 81.1 95.6 94.8 84.8 90.3 93.3 97.0 90.4 84.9 95.3 95.8 89.8 4.84 1.80 1.12 4.7	添加量(μg) 添加量(μg) 添加量(μg) 2.25 900.90 5405.40 2.25 900.90 83.3 96.8 95.5 94.2 96.3 81.1 95.6 94.8 84.8 95.5 90.3 93.3 97.0 90.4 99.3 84.9 95.3 95.8 89.8 97.1 4.84 1.80 1.12 4.7 2.02	

脱着率平均 92.0%

n=3

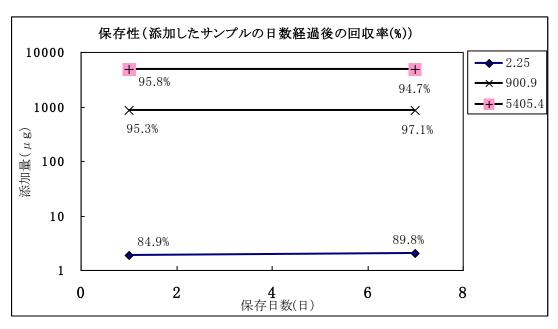


図 4 有機ガスモニターの保存性

11. まとめ 以上の検討結果を標準測定分析法として別紙にまとめた。

12. 検討機関

中央労働災害防止協会 労働衛生調査分析センター

参考文献:

- 1) 化学工業日報社, 15509 の化学商品, (2009) 788
- 2) NIOSH 1501 HYDOROCARBONS AROMATIC
- 3) (社)日本作業環境測定協会,パッシブサンプラーとガス・蒸気用簡易型測定器, (1999)
- 4) 3M 安全衛生製品事業部 技術部, 有機ガスモニターNo.3500, No.3520 定量分析説明書, (2004)
- 5) 3M Occupational Health and Environmental Safety Division, 3M Technical Data Bulletin Organic Vapor Monitor Sampling and Analysis Guide 1028
- 6) 3M Occupational Health and Environmental Safety Division, 3M Technical Data Bulletin #125 3M Diffusion Monitors 3500/3510/3520/3530 Storage and Recovery 1021

α ―メチルスチレン標準測定分析法(アクティブサンプリング)

構造式: C₆H₅ C(CH₃)=CH₂ 分子量:118.2 CASNo.: 98-83-9 許容濃度等:OSHA 物性等

NIOSH

(別紙1)

ACGIH 50ppm(TLV) 100ppm(STEL)

BP :164°C VP:300Pa(20°C)

比重:0.91 MP:-23℃

別名:1-イソプロピニルベンゼン 2-フェニルプロペン 1-メチル-1-フェニルエチレン

サンプリング

サンプラー: ORBO 101 (100/50mg) シグマアルトリッチ社

サンプリング流量:0.1 L/min (定点 187ppm まで)

0.02L/min(40ppm まで) 0.1L/min (8ppm まで)

サンプリング時間: 10min(定点) 240min(個人ばく露)

採気量:1L(定点) 4.8L あるいは 24L(個人ばく露)

保存性:冷蔵(4℃) 14 日間保存において回収率は脱着

率とほぼ同値が得られた。ただし徐々に移行 し、保存日数7日で2%程度移行。7日間以内

が望ましく、かつ2層目も分析する。 (回収率 100.6%、脱着率 100.8%)

ブランク:検出せず

精度

脱着率 直接添加法 二硫化炭素 1.5mL 脱着

添加量 2.25 µ g -900.90 µ g 平均脱着率 100.8%

通気試験における回収率

0.1L/min×10 分間、添加量 2.25、4.05 μ g

0.1L/min×240 分間、添加量 2.25-900.90 μ g

0.02L/min × 240 分間、添加量 2.25、900.90 μ g

平均回収率 100.5%

定量下限

 $0.46 \,\mu$ g/mL

0.14ppm(1L)0.029 ppm(4.8 L)0.0060(24L)

検出下限

 $0.14 \,\mu$ g/mL

0.043ppm(1L) 0.0090ppm(4.8L) 0.0018(24L)

分析

分析方法: ガスクロマトグラフーFID

脱着: 二硫化炭素(内部標準物質入り) 1.5mL 60min 静置後、遠心分離(3000 回転 10 分間)

室温 15℃~35℃までなら冷却等不用

機器: AgilentGC7890(FID)

カラム: HP-5 30m×0.32mm Φ×0.25 μ m 温度-注入口 250℃ 検出器 280℃

昇温: 40° C(1min) $\rightarrow 7^{\circ}$ C/min $\rightarrow 180^{\circ}$ C(0min)

注入法: ゙スプ゚リット 2:1 試料液導入量: $1 \mu L$

キャリアーカス:He 2.0mL/min ヘット 圧 9.14psi

メイクアップ:N₂

検量線:内部標準法(IS:トノレエン-d8 85.3 μ g/mL)

 $0 \mu \text{ g/mL}$

 $0.23 \,\mu$ g/mL

 $0.45 \,\mu$ g/mL

 $2.25\,\mu\;\mathrm{g/mL}$

 $4.51 \,\mu$ g/mL $9.01 \,\mu\,{\rm g/mL}$

 $45.05 \,\mu\,\,{\rm g/mL}$

 $90.09 \,\mu\,\,{\rm g/mL}$

 $900.90 \,\mu\,\,{\rm g/mL}$

分析時のリテンションタイム

 $7.7 \min$

適用

妨害:

参考: NIOSH 1501 HYDOROCARBONS AROMATIC

(別紙2) α ーメチルスチレン標準測定分析法 (パッシブサンプリング)

構造式: C6H5 C(CH3)=CH2 分子量:118.2 CASN₀: 98-83-9

許容濃度等:OSHA - 物性等

NIOSH - 比重:0.91 MP:-23℃

ACGIH 50ppm(TLV) 100ppm(STEL) BP :164°C VP:300Pa(20°C)

別名:1-イソプロペニルベンゼン 2-フェニルプロペン 1-メチル-1-フェニルエチレン

サンプリング 分析

サンプラー: 3M 有機ガスモニター#3500 分析方法:ガスクロマトグラフーFID

カゲカ伝: カヘノロマドツ ファードロ

 サンプリング速度(3M データ):
 25cm³/min

 脱着:
 二硫化炭素(内部標準物質入り):

 1.5mL

サンプリング・時間(3M データ): 15(少なくとも)~480 分間 60min 遠心分離操作不要 保存性(実験値):添加して一昼夜常温で吸着後 6 日間 機器: AgilentGC7890(FID)

(4°C)で保存したところ(添加後 7 日 カラム: HP-5 30m×0.32mm Φ×0.25 μ m

間)、回収率は脱着率とほぼ同値が得 **温度-注入口** 250℃ 検出器 280℃

られた。(回収率 93.9%、脱着率 92.0%) **昇温:** 40℃(1min)→7℃/min→180℃(0min)

プランク:検出せず **注入法**: ゙スプ゚リット 2:1 **試料液導入量**: 1 μ L

精度 キャリアーガス: He 2.0mL/min ヘット 圧 9.14psi

脱着率(3M データ): 102% メイクアップ: N₂

添加量 2.25, 900.90, 5405.4 μ g **平均脱着率 92.0%** 0 μ g/mL

 $0.23~\mu$ g/mL

定量下限(実験値) $0.45 \,\mu\,\mathrm{g/mL}$ $0.46 \,\mu\,\mathrm{g/mL}$ $2.25 \,\mu\,\mathrm{g/mL}$

0.026ppm(480 分間) 4.51 μ g/mL

0.052ppm(240 分間) 9.01 μ g/mL

検出下限(実験値) 45.05 μ g/mL

 $0.14 \,\mu \,\mathrm{g/mL}$ 90.09 $\mu \,\mathrm{g/mL}$

0.0078ppm(480 分間) 900.90 μ g/mL

0.016ppm(240 分間)

分析時のリテンションタイム

 $7.7 \min$

適用

妨害:

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