

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: C 7 H7NO3			分子量: 153.14		CASNo.: 91-23-6	
許容濃度等：			OSHA		－	
			NIOSH		－	
			ACGIH		0.01ppm	
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)			
サンプリング速度：			0.5L/min.			
精度			分析方法：			
回収率(直接添加法による)			高速液体クロマトグラフ分析法			
1. 3.075 μ g			メタノール 124.4%			
2. 15.38 μ g			メタノール 112.3%			
3. 30.75 μ g			メタノール 112.0%			
容量			脱着：			
1.5mL			メタノール 1.5mL			
定量下限			20min.超音波抽出			
0.14 μ g/mL (分析調査課検討 10 σ)			20min.遠心分離			
0.5L/min×10 分間 0.006ppm (0.041mg/m3)			機器：			
0.1L/min×480 分間 0.0006ppm(0.004mg/m3)			Agilent 1100 シリーズ			
保存性について			カラム：			
室温で 7 日間の保存性を確認			TSK-gel ODS-80TsQA(3 μ m)			
添加量 3.075～30.75 μ g において 112.0～			2.0mm×25cm			
124.4%の回収率			カラム温度：			
			40℃			
			移動相：			
			メタノール／水=60／40(v／v%)			
			流量：			
			0.2mL/min.			
			検出器：			
			DAD 検出器			
			210nm			
			注入量：			
			5 μ L			
			検量線：			
			メタノールで調整			
			0 v/v% 0 μ g/ml			
			0.00025v/v% 3.075 μ g/mL			
			0.0005 v/v% 6.150 μ g/mL			
			0.0015 v/v% 12.30 μ g/mL			
			0.0025 v/v% 30.75 μ g/mL			
			0.005 v/v% 61.50 μ g/mL			
			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: CHCl=CHCH ₂ Cl		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℃ (cis-), 112℃ (trans-) 融点: -85℃ (cis-), -25℃ (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) (株ガステック) 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℃ 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	0.134 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: CHCl=CHCH ₂ Cl		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℃ (cis-), 112℃ (trans-) 融点: -85℃ (cis-), -25℃ (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) (株ガステック)		分析方法: ガスクロマトグラフ質量分析法	
サンプリング流量: 0.2L/min		脱着: 二硫化炭素 (作業環境測定用) 1 mL 1 時間放置	
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-d ₄)	
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		機器: Agilent GC6890N+Agilent5973 inert カラム: Inert Cap Pure-WAX 30m×0.25mm, 0.5 μm	
精度		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	
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 2 1 年 2 月 2 7 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 ₄ H ₇ Cl ₂ O ₄ P		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℃) BP : 140℃(2.7kp) ; 引火点 : >80℃ VP : 1.6 Pa(20℃)	
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)		分析方法 : ガスクロマトグラフ-質量分析法	
サンプリング流量 : 1 L/min 1 L/min (個人サンプラー)		脱着 : トルエン (IS : DDVP-d ₆ 2 μg/mL) 2mL 60min 静置	
サンプリング時間 : 10min(定点) 240min (個人サンプラー)		機器 : AgilentGC6890-5973MS	
採気量 : 10L(定点) 240L(個人サンプラー)		カラム : DB- 5 MS 60m×0.25mm×0.25 μm	
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。		温度-注入口 250℃	
ブランク : 検出せず		検出器トランスファ 280℃ 昇温:35℃ (0min) →7℃/min→210℃ (0min) 注入法 : スプリット 2 : 1 試料液導入量 : 1 μL	
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	
脱着率 直接添加法 トルエン 2mL 脱着 添加量 0.010 μg〜50 μg 91.9%		検量線 : トルエン溶媒で調整 0 μg/mL 0.01 μg/mL 0.1 μg/mL 1.0 μg/mL 2.0 μg/mL 25 μg/mL 25 μg/mL	
定量下限 (10σ) 0.010 μg/mL の標準液繰り返し 5 回分析 10σ を定量下限とすると 0.0045 μg/mL 0.9 μg/m ³ (採気量 10L として) 0.04 μg/m ³ (採気量 240L として)		内部標準法 DDVP d ₆ 2 μg/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 6 2			

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： 日本産業衛生学会 1ppm ACGIH 1 ppm		物性等 比重：1.2g/mL 沸点：210.8℃； 融点： 5.7℃ 蒸気圧：20 Pa（20℃）	
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℃ 検出器： ECD 300℃ カラム温度：185℃ 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 ACGIH		100 ppm 20 ppm	物性等：比重：1.138 g/mL BP：101.2℃ MP：-29℃ VP：4.9 kPa (37 mmHg；4.8% v/v)
別名：nitrocarbol			
サンプリング		分析	
サンプラー：球状活性炭捕集管 258A (株式会社ガステック)		分析方法：ガスクロマトグラフ分析法	
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）		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）	
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		機器：GC-FID, HP 6890 (Hewlett Packard)	
精度		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）	
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%		キャリアーガス：He (1.00 mL/min)	
検出下限 (3SD) 0.05 μg/mL (0.001 ppm, 0.2 L/min×4 h)		オープン条件： 40℃ (1 min) — 10℃/min — 230℃	
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)		注入口および検出器温度：250℃	
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		注入口モード：パルスドスプリットレス (45 psi, 1 min)	
妨害：－		注入量：2 μL	
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		検量線： 1.09－2188.80 μg/ mL の範囲で直線	
		定量法：絶対検量線法	

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℃	
ACGIH	20 ppm	MP：-29℃	
日本産業衛生学会	—	VP：4.9 kPa (37 mmHg; 4.8% v/v)	
別名：nitrocarbol			
サンプリング		分析	
サンプラー：球状活性炭捕集管 258A (株式会社ガステック)		分析方法：ガスクロマトグラフ分析法	
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）		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）	
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		機器：GC-FID, HP 6890 (Hewlett Packard)	
精度		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）	
添加回収率： 通気流量 0.2L/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%		キャリヤーガス：He (1.00 mL/min)	
検出下限（3SD） 0.05 μg/mL (0.019 ppm, 0.2 L/min×10 min)		オープン条件： 40℃ (1 min) — 10℃/min — 230℃	
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)		注入口および検出器温度：250℃	
適用：作業環境測定，他のニトロアルカン類と分離可能		注入口モード： パルスドスプリットレス (45 psi, 1 min)	
妨害：—		注入量：2 μL	
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		検量線： 1.09—2188.80 μg/ mL の範囲で直線	
		定量法：絶対検量線法	

作成日 2009/02/26

エチルベンゼン標準測定法

構造式: C ₈ H 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℃、融点: -95℃ 蒸気圧: 0.9kPa (20℃)	
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	
サンプラー: 吸引法: 活性炭管(100mg/50mg) ガステック社製 No. 258 球状活性炭管を使用 拡散法: 3M 有機ガスモニターNo. 3500 を使用 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: (取扱説明書参照)		分析方法: ガスクロマトグラフ/質量分析法 (機器名: Agilent GC7890A 5975C) 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 InterCap 1 (全長 60m×内径 0.25mm×膜厚 1.5 μm)	
精度		温度—注入口: 250℃	
脱着率 活性炭管 103.6% 3M 有機ガスモニター 96.0%		検出器 (MS): トランスファーライン 280℃ 昇温: 35℃ (4min) → 3℃/min → 100℃ → 10℃/min → 280℃ (2min) 注入法: パルスレスプリット (10:1) キャリアガス: He メイクアップ: He ヘッド圧: 45 psi 分析モード: SIM 測定質量数 (m/z)	
検出下限 標準溶液 (0.10 μg/ml) を繰り返し 3 回分析 により算出 0.03 μg/ml (3σ)		トルエン-d8: 定量イオン 100 確認イオン 99 エチルベンゼン: 定量イオン 91 確認イオン 106	
定量下限 標準溶液 (0.10 μg/ml) を繰り返し 10 回分析 により算出 0.10 μg/ml (10σ)		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)	
ばく露濃度 (8 時間) 0.003ppm 吸引 10 分サンプリング 0.03ppm			
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: CH ₃ CO ₂ 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℃ ; 融点 : -93℃ VP : 11.7kp(20℃)	
別名	酢酸ビニル Vinyl acetate monomer	Vinyl acetate	
サンプリング		分析	
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/m ² (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 : 2 L(定点) 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		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 μ m 温度-注入口 150℃ 検出器 : 250℃ 昇温:35℃ (6min) →4℃/min→70℃ (0min) →25℃/min→100℃ 注入法 : パルスドスプリットレス 14psi 試料液導入量 : 1 μ L キャリアガス : He 6.2mL/min ヘッド圧 6.97psi メイクアップ : N ₂ 検量線 : 二硫化炭素溶媒で調整 0 μ g /mL 0.70 μ g/mL 7.00 μ g/mL 70.0 μ g/mL 140 μ g/mL 700 μ g/mL 絶対検量線法	
精度			
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 μ g 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 μ g 平均 98% 定量下限 (10 σ) 0.7 μ g/mL の標準液繰り返し 5 回分析 10 σ を定量下限とすると 0.12 μ g/mL 0.02ppm (採気量 2L、1mL 脱着) 0.002ppm (ガスモニター 480 分間として)			
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	

作成日平成 21 年 2 月 27 日