

**N-[1-(N-ノルマル-ブチルカルバモイル)-1H-2-ベンゾイミダゾリル]カルバミン酸メチル
の測定・分析手法に関する検討結果報告書**

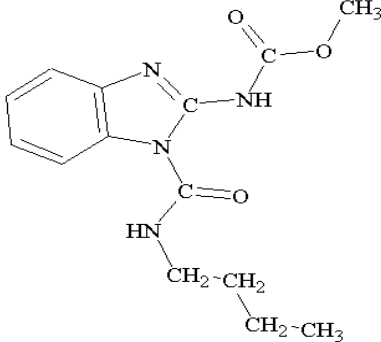
1. はじめに.....	1
2. 文献調査.....	1
3. 予備検討.....	1
3-1. HPLC 分離条件の検討	2
3-2. HPLC 検出感度の確認.....	3
4-1. 試薬.....	3
4-2. HPLC 測定条件.....	4
4-3. 捕集方法.....	4
4-4. 捕集操作フロー.....	4
5. ブランク.....	6
6. 添加回収率（通気試験）	6
7. 光分解の確認.....	7
8. 破過.....	7
9. 脱着率.....	7
10. 検量線.....	8
11. 検出下限および定量下限.....	9
12. 保存性.....	9
13. まとめ.....	10
14. 参考文献.....	11

(別紙) N-[1-(N-ノルマル-ブチルカルバモイル)-1H-2-ベンゾイミダゾリル]カルバミン酸メチル
(ベノミル) 標準測定分析法

1. はじめに

N-[1-(N-ノルマル-ブチルカルバモイル)-1H-2-ベンゾイミダゾリル]カルバミン酸メチル（ベノミル）は、カルバメート系殺虫剤であり農薬として用いられている。表1に物理化学的性状および許容濃度を示す。外観は白色固体であり特異臭を有する。不燃性であるが、加熱により分解し、窒素酸化物を含む有害なヒュームを生じる。蒸気圧は 5.0×10^{-6} Pa 以下（25℃）である¹⁾。

表1 N-[1-(N-ノルマル-ブチルカルバモイル)-1H-2-ベンゾイミダゾリル]カルバミン酸メチルの物理化学的性状

CAS No.	17804-35-2	
別名	ベノミル、ベンレート、ターサン 1991	
用途	農薬	
構造式		
分子式/分子量	C ₁₄ H ₁₈ N ₄ O ₃	290.32
物性	比重（密度）	1.338 g/cm ³ （22℃）
	融点	分解のため測定不能
	沸点	分解のため測定不能
	蒸気圧	5.0×10^{-6} Pa 以下（25℃）
	形状	白色固体
許容濃度等	日本産業衛生学会	未設定
	OSHA	PEL-TWA 15 mg/m ³ (total) (2011年) PEL-TWA 5 mg/m ³ (resp) (2011年)
	NIOSH	未設定
	ACGIH	TLV-TWA 1 mg/m ³ (2016年)

ばく露防止および保護措置における管理濃度は現在未設定である。許容濃度は、日本産業衛生学会が未設定、OSHAはPEL-TWA 10 mg/m³ (total) およびPEL-TWA 5 mg/m³ (resp) に設定している。また、ACGIHはTLV-TWA 1 mg/m³ に設定している。そこで、ACGIH TLV-TWA 1 mg/m³ を暫定2次評価値(E)とし、これの1/1000倍(0.001 mg/m³)についての捕集および分析方法の検討を行った。

2. 文献調査

現在、ベノミルの測定およびその分析方法に関する公定法として、OSHA Method No.PV2107が示されている。捕集方法は、OVS-2チューブ（ガラス繊維フィルター、XAD-2吸着剤 270 mg+140 mg）を用い、1 L/minで空気を60分間吸引した固体捕集方法が採用されている。測定は、アセトニトリル 3 mLによる脱着後、HPLC-UV（244 nm および 286 nm）にて行っている²⁾。

3. 予備検討

3-1. HPLC 分離条件の検討

OSHA Method No.PV2107は、HPLC-UV (244 nm および 286 nm) にて 70 アセトニトリル移動相を用いたアイソクラティック溶離を採用している。しかし本検討では、ばく露実態調査において作業環境中にベノミル以外のカルバメート系殺虫剤が共存捕集されることを想定し、グラジエント溶離による分離条件の検討を行った。表2に共存捕集されることを想定した物質を示した。

表2 予備検討に用いたカルバメート系殺虫剤

試薬名	メーカー	グレード	純度	Cat.No.
ベノミル	和光純薬工業(株)	残留農薬試験用	98.0%	028-18411
オキサミル	GLサイエンス(株)	—	98.0%	1021-34237
メチオカルブスルホキシド標準品	和光純薬工業(株)	残留農薬用	98.0%	135-12191
メチオカルブスルホン標準品	和光純薬工業(株)	残留農薬用	98.0%	131-12171
アルジカルブ標準品	和光純薬工業(株)	残留農薬用	98.0%	012-14111
ベンダイオカルブ	GLサイエンス(株)	—	98.0%	1021-34230
エチオフェンカルブ	和光純薬工業(株)	残留農薬用	99.0%	051-04033
ピリミカーブ標準品	和光純薬工業(株)	残留農薬用	99.0%	164-14803
BPMC 標準品 (フェノブカルブ)	和光純薬工業(株)	残留農薬用	98.0%	023-06773
メチオカルブ	GLサイエンス(株)	—	98.0%	1021-34275
NAC 標準物質	和光純薬工業(株)	残留農薬用	99.8%	144-09031

1) 分離検討カルバメート系殺虫剤標準溶液

各カルバメート系殺虫剤を 10 mg 秤量し、メタノールで溶解後、全量 10 mL に定容し 1000 µg/mL の標準溶液原液を調製した。この標準原液をメタノールで 10 倍に希釈し、100 µg/mL の標準溶液を調製した。

表3 装置および HPLC 条件

装置	日立高速液体クロマトグラフ Chromaster
カラム	LaChrom II C18 (4.6 mm I.D.×250 mmL、5 µm) 日立ハイテクサイエンス製
移動相	(A) 5%メタノール/ (B) メタノール 35%B(0 - 1 min)→ 80%B(1 - 10 min)→ 80%B(10 - 13 min)→ 35%B(13.1 -20 min)
流速	1.0 mL/min
カラム温度	40°C
検出器 (DAD)	波長範囲：200 ~ 400 nm、応答速度：1 s、収集間隔：400 ms 抽出波長：286 nm (バンド幅 10 nm)
試料注入量	1 µL

表3のHPLC条件にてカルバメート系殺虫剤(11成分)を測定し、ベノミルとの分離について確認した。図1にクロマトグラムを示す。ベノミルは、他のカルバメート系殺虫剤10成分のピークと完全に分離し、当該カルバメート系殺虫剤が共存捕集されても測定に影響は無い事を確認した。

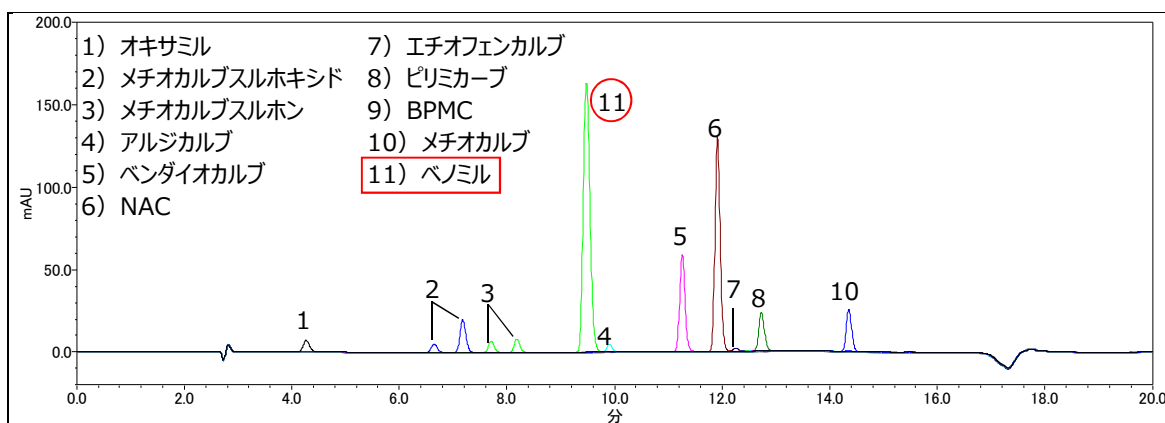


図1 カルバメート系殺虫剤クロマトグラム

3-2. HPLC 検出感度の確認

E (1 mg/m³) の 1/1000 倍濃度 (0.001 mg/m³) を分析するためには、HPLC によるベノミルの定量下限を確認する必要がある。そこで、1/1000E~1/50E に相当するベノミル標準溶液を測定し S/N を確認した。気中濃度は 48 L および 360 L 通気条件から換算した。

ベノミルの定量下限 (S/N = 10) 付近は 0.04 µg/mL であり、48 L 通気の気中濃度は 0.008 mg/m³ (1/125 倍)、360 L 通気の気中濃度は 0.0011 mg/m³ (1/900 倍) であった (表 4)。この結果から、48 L 通気では 1/1000E を測定することは困難であるが、1/100E であれば十分測定できることを確認した。

表 4 HPLC によるベノミル感度 (S/N) および気中濃度 (※最終液量は 10 mL)

ベノミル標準溶液濃度 (µg/mL)	0.005	0.01	0.02	0.04	0.05	0.08	0.10
ピーク高さ (µAU)	N.D.	N.D.	140	264	300	530	646
ノイズ (µAU)	20						
S/N	—	—	7	13	15	27	32
48 L 通気の気中濃度 (mg/m ³)	0.001	0.002	0.004	0.008	0.010	0.017	0.021
許容濃度/気中濃度	1/1000E	1/500E	1/250E	1/125E	1/100E	1/59E	1/47E
360 L 通気の気中濃度 (mg/m ³)	—	—	0.0006	0.0011	0.0014	0.0022	0.0028
許容濃度/気中濃度	—	—	1/1800E	1/900E	1/720E	1/450E	1/360E

4. 捕集および分析条件

4-1. 試薬

表 5 試薬詳細

試薬名	メーカー	グレード	純度	Cat.No.
ベノミル	和光純薬工業(株)	残留農薬試験用	98.0%	028-18411
メタノール	和光純薬工業(株)	HPLC 用	99.7%	132-06471
クロロホルム	和光純薬工業(株)	HPLC 用	99.7%	033-08631

1) 検量線作成用ベノミル標準溶液

ベノミルを 10 mg 秤量し、メタノールで溶解後、全量 10 mL に定容し 1000 µg/mL のベノミル標準溶液原液を調製した。この標準原液をメタノールで段階的に希釈し、検量線作成用ベノミル標準溶液を調製した。標準溶液の保存は、褐色バイアル瓶で密閉し冷蔵保存 (4℃) とした。

2) 捕集試験用ベノミル標準溶液

ベノミルを 25.05 mg 秤量し、クロロホルムで溶解後、全量 10 mL に定容し 2505 µg/mL の捕集試験用ベノミル標準原液を調製した。この標準原液をクロロホルムで段階的に希釈し、501.0 µg/mL、50.01 µg/mL の標準溶液を調製した。標準溶液の保存は、褐色バイアル瓶で密閉し冷蔵保存 (4°C) とした。

4-2. HPLC 測定条件

装置および HPLC 条件を表 6 に示す。装置は、日立ハイテクサイエンス製の高速液体クロマトグラフ Chromaster を使用した。

表 6 装置および HPLC 条件

装置	日立高速液体クロマトグラフ Chromaster
カラム	LaChrom II C18 (4.6 mm I.D.× 250 mmL、5 µm) 日立ハイテクサイエンス製
移動相	(A)5%メタノール/(B)メタノール 35 %B(0 - 1 min)→ 80 %B(1 - 10 min)→ 80%B(10 - 13 min)→ 35%B(13.1 - 20 min)
流速	1.0 mL/min
カラム温度	40°C
検出器 (DAD)	波長範囲：200 ~ 400 nm、応答速度：1 s、収集間隔：400 ms 抽出波長：286 nm (バンド幅 10 nm)
試料注入量	25 µL

4-3. 捕集方法

捕集ポンプは、Pocket Pump 210-1002 (捕集量 48 L) および SKC 製 AirChek 2000 (捕集量 360 L) を使用した。サンプラーは、ろ過捕集 (ガラス濾紙) および固体捕集 (ジビニルベンゼンメタクリレート共重合体 440 mg) が可能な日立ハイテクサイエンス製 NOBIAS RP-SG1WA (SG1WA) を使用した (図 2)。脱着溶媒はメタノールを用い、バックフラッシュ法にてメタノールを通液した。



4-4. 捕集操作フロー

図 3-1 は 48 L 通気、図 3-2 には 360 L 通気条件による基本捕集操作フローを示す。48 L 通気は E (1 mg/m³) の 1/100 倍から 20 倍範囲 (0.01~20 mg/m³)、360 L 通気は 1/1000 倍~2 倍の

範囲 (0.001~2 mg/m³) を確認した。SG1WA のガラス繊維濾紙にベノミル標準溶液を直接添加し、15 分間放置して溶媒を気化させた。捕集量 48 L の場合は、SG1WA にキャップを接続 (開口部 φ 4.6 mm) して採気流量 0.2 L/min (面速度 20.1 cm/s)、捕集量 360 L は SG1WA にはキャップを接続せず (開口部 φ 12.7 mm) 採気流量 1.5 L/min (面速度 19.7 cm/s) に設定し、室内空気を 240 分間吸引した。脱着溶媒はメタノールを用い、バックフラッシュ法にてメタノールを通液し、PP 製 15 mL 遠沈管の目盛りで 10 mL に定容した。

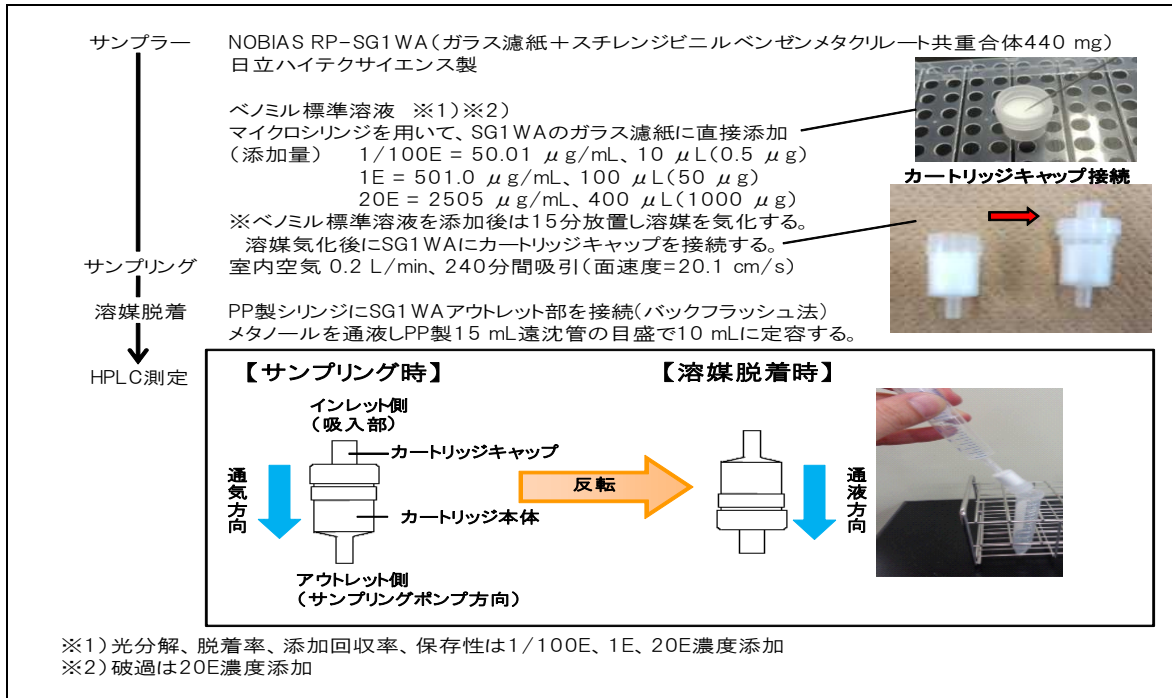


図3-1 捕集量 48 L 基本捕集操作フロー

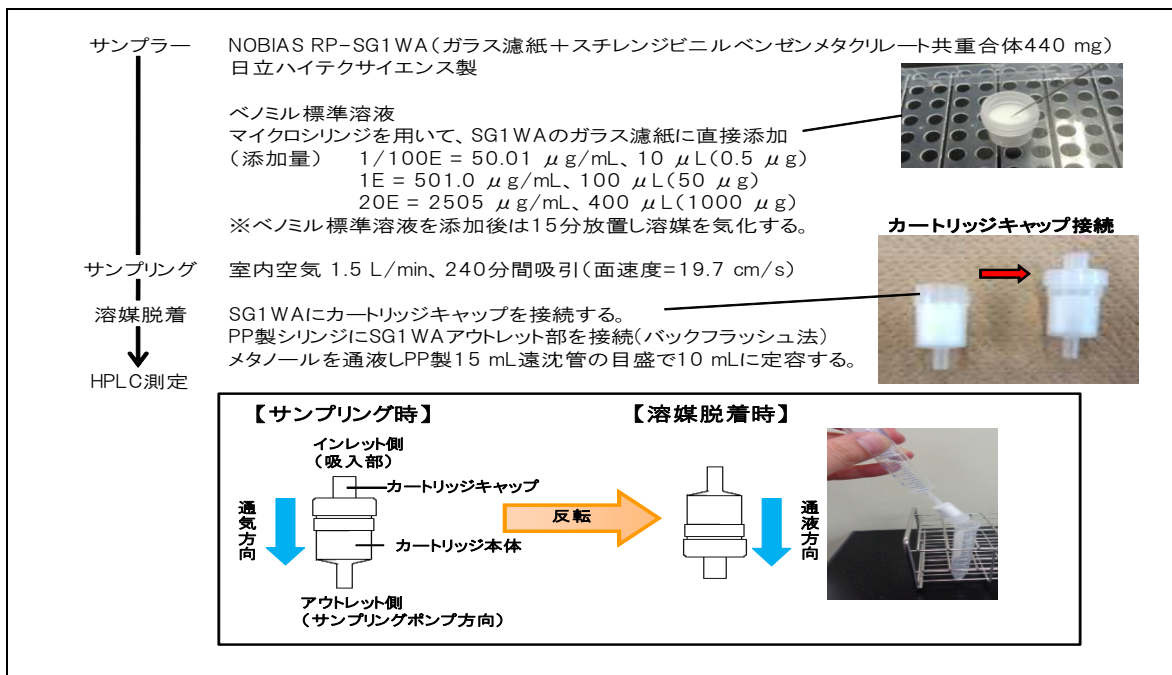
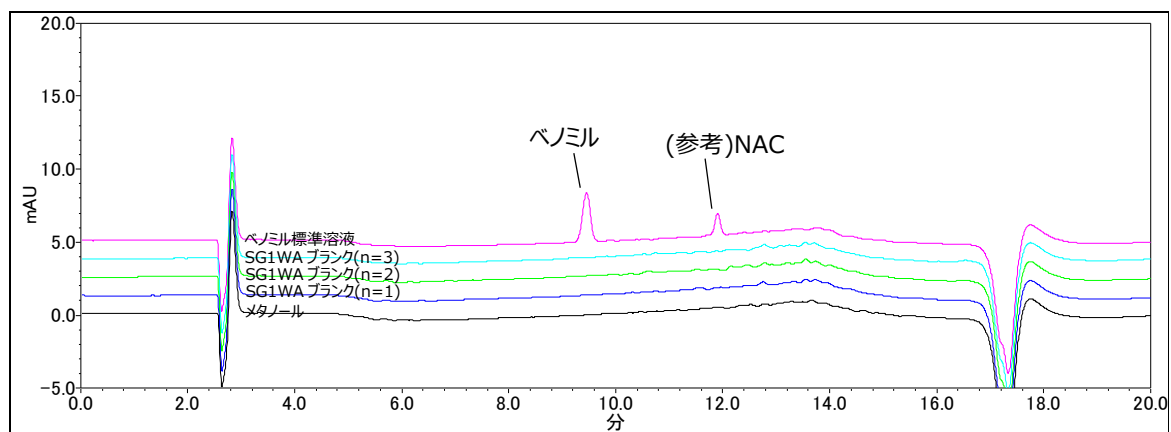


図3-2 捕集量 360 L 基本捕集操作フロー

5. ブランク

未使用の SG1WA にカートリッジキャップを接続し、バックフラッシュ法にてメタノールを通液し、PP 製 15 mL 遠沈管の目盛で 10 mL に定容し、ブランク溶液とした。図 4 にブランク溶液のクロマトグラムを示す。確認に供した SG1WA からは、ベノミルのピーク保持時間に重なる夾雑成分の溶出は認められなかった。



(保持時間確認：ベノミル標準溶液 0.5 $\mu\text{g/mL}$)

図 4 SG1WA ブランク溶液のクロマトグラム

6. 添加回収率 (通気試験)

添加回収率 (通気試験) は、図 3 基本捕集操作フローに準じて行った。48 L 通気は 1/100E~20E 濃度、360 L 通気は 1/1000E~2E 相当の濃度になるようベノミル標準溶液を SG1WA のガラス繊維濾紙に直接添加した。表 7 に添加回収率 (通気試験) 結果を示す。48 L 通気の添加回収率は 93.3~97.8%、360 L 通気は 74.1~93.7% であった。360 L 通気では、1/1000E および 1/100E 濃度において回収率が 70% 台となり満足な結果を得ることができなかった。このことから、ベノミルの個人ばく露濃度測定は、採気流量 1.5 L/min、360 L 通気で捕集する事は困難であると判断し、以降の検討は採気流量 0.2 L/min、48 L 通気で行う事とした。

表 7-1 捕集量 48 L 添加回収率 (通気試験) 結果

(n = 3) 室温 23.5~26.4°C、湿度 34.7~67.0%

捕集量 (L)	添加量 (μg)		サンプル数	定量値 (μg)	回収率 (%)	標準偏差 (σ)	変動係数 (C.V.%)
48	0.5	1/100E	n=3	0.475	94.9	2.18	2.29
	50	1/E		46.7	93.3	1.49	1.59
	1000	20E		97.8	97.8	3.43	3.51

表 7-2 捕集量 360 L 添加回収率 (通気試験) 結果

(n = 3) 室温 23.5~26.4°C、湿度 34.7~67.0%

捕集量 (L)	添加量 (μg)		サンプル数	定量値 (μg)	回収率 (%)	標準偏差 (σ)	変動係数 (C.V.%)
360	0.4	1/1000E	n=3	0.30	74.1	7.06	9.53
	40	1/10E		31.4	78.4	2.18	2.78
	750	2E		70.3	93.7	0.85	0.91

7. 光分解の確認

サンプリング時におけるベノミルの光分解の有無を確認した。1/100E、1E、20EになるようSG1WAのガラス繊維濾紙にベノミル標準溶液を直接添加し、カートリッジキャップを接続した。SG1WAをアルミホイルで覆ったものと覆わないものを準備し、光の遮へいの有無による光分解を確認した。サンプリング操作は、図3-2基本捕集操作フローに準じて行った。表8に光分解試験結果を示す。光の遮へいの有無により、各濃度の回収率に差は見られなかった。この結果より、サンプリング時のSG1WAには光の遮へいの必要は無い事がわかった。

表8 光分解試験結果 (n = 3)

室温 23.5~26.4℃、湿度 34.7~67.0%

通気量 (L)	添加量 (µg)		遮光	サンプル数	定量値 (µg)	回収率 (%)	標準偏差 (σ)	変動係数 (C.V.%)
48	0.5	1/100E	有り	n=3	0.475	94.9	2.18	2.29
			無し		0.479	95.8	2.79	2.91
	50	1E	有り		46.7	93.3	1.49	1.59
			無し		45.7	91.4	0.93	1.01
	1000	20E	有り		978	97.8	3.43	3.51
			無し		987	98.7	0.61	0.62

8. 破過

破過試験は、SG1WAを2個直列に接続し、ベノミル標準溶液を20Eの濃度になるよう前側のSG1WAのガラス繊維濾紙に直接添加して、カートリッジキャップを接続した。サンプリング操作は、図3-1基本捕集操作フローに準じて行った。通気後のSG1WAは1層目(前側)、2層目(後側)は別々に脱着操作を行った。表9に破過試験結果を示す。室内空気を0.2 L/minで240分間通気させても、SG1WAの2層目へ破過は生じない事を確認した。

表9 破過試験結果 (n = 2)

室温 23.5~26.4℃、湿度 34.7~67.0%

サンプルNo	捕集量 (L)	添加量 (µg)		SG1WA 1層目 (前側)		SG1WA 2層目 (後側)	
				定量値 (µg)	回収率 (%)	定量値 (µg)	回収率 (%)
1	48	1000	20E	972	97.2	0.0	0.0
2				984	98.4	0.0	0.0

9. 脱着率

脱着率試験は、ベノミル標準溶液を1/100E、1E、20EになるようSG1WAのガラス濾紙に直接添加し、カートリッジキャップを接続した。その後、室内空気を0.2 L/minで10分間通気した。通気後は、SG1WAの両端を付属のPPキャップで密栓し、SG1WAに付属の密閉チャック付きアルミ袋に入れ、冷蔵庫(4℃)で一晩安定させた。その後の脱着操作は、図3-1基本捕集操作フローに準じて行った。表10に脱着率試験結果を示す。脱着率試験の回収率は94.2~99.6%であった。

表 1 0 脱着率試験結果 (n=5)

室温 23.5~26.4°C、湿度 34.7~67.0%

捕集量 (L)	添加量 (μg)		サンプル数	定量値 (μg)	回収率 (%)	標準偏差 (σ)	変動係数 (C.V.%)
2	0.5	1/100E	n = 5	0.479	95.7	3.51	3.67
	50	1/E		47.1	94.2	2.59	2.75
	1000	20E		996	99.6	3.27	3.28

1 0. 検量線

検量線は、1/100E (ベノミル標準溶液濃度 0.05 μg/mL) から 20E (ベノミル標準溶液濃度 100 μg/mL) の濃度範囲のベノミル標準溶液を使用した。表 1 1 にピーク面積値、図 5 には検量線、図 6 にクロマトグラムを示す。0.05~5 μg/mL の低濃度範囲および 0.05~100 μg/mL の広範囲濃度において、寄与率 (R²) は 1.0000 を示し良好な直線性が得られた。

表 1 1 ピーク面積値

濃度 (μg/mL)	0.05	0.1	0.5	1	5	10	50	100
面積値	3523	6645	34312	66389	335270	673389	3358744	6668954

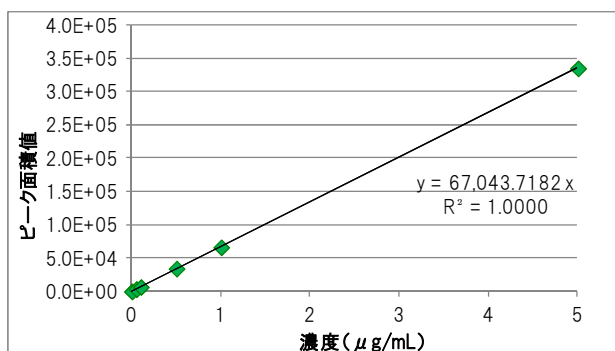


図 5 - 1 低濃度範囲 0.05-5 μg/mL 検量線

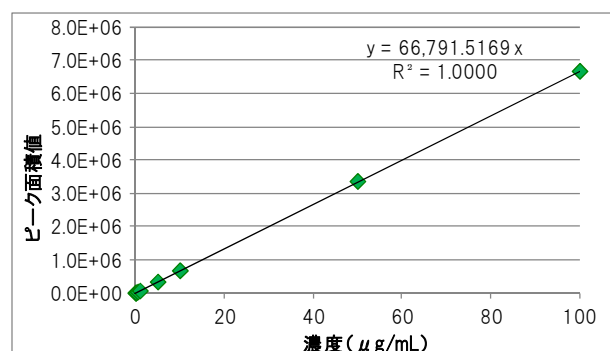


図 5 - 2 広範囲濃度 0.05-100 μg/mL 検量線

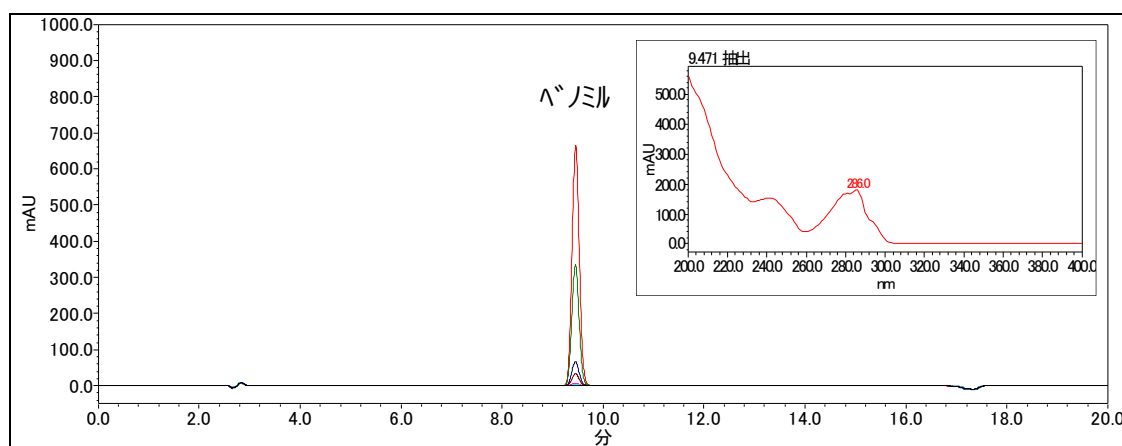


図 6 - 1 ベノミル標準溶液 (0.05~100 μg/mL) クロマトグラム重ね書きおよびスペクトル

1.1. 検出下限および定量下限

1/100E 濃度となるベノミル標準溶液 0.05 µg/mL を 6 検体測定し、定量値の標準偏差から検出限界 (3SD) および定量下限 (10SD) を求めた。繰り返し測定による定量値の変動係数は 1.0635%、検出限界は 0.0016 µg/mL、定量下限は 0.0055 µg/mL であった。定量下限より算出した気中濃度は 0.001141 mg/m³ であり 1/876E となる (表 1 2 - 1)。

また、ベノミルピークの S/N より算出した定量下限 (S/N = 10) は 0.0308 µg/mL、気中濃度の定量下限は 0.006417 mg/m³ となり 1/155E であった。

本検討では、表 12-1 に示す「労働者の有害物によるばく露評価ガイドライン」に準じた目標濃度標準試料の繰り返し分析による標準偏差の (3SD) (10SD) から求められた検出下限および定量下限は、ノイズの影響を受け定量できないため、ベノミルピークの S/N より算出した検出下限および定量下限 (表 1 2 - 2) を採用する。

表 1 2 - 1 検出限界および定量下限

	検出限界 (3σ)	定量下限 (10σ)
溶液濃度 (µg/mL)	0.0016	0.0055
48 L 通気による気中濃度 (mg/m ³)	0.000342	0.001141

表 1 2 - 2 S/N より算出した検出限界 (S/N = 3) および定量下限 (S/N = 10)

	検出限界 (S/N = 3)	定量下限 (S/N = 10)
溶液濃度 (µg/mL)	0.0092	0.0308
48 L 通気による気中濃度 (mg/m ³)	0.001917	0.006417

1.2. 保存性

保存性試験は、図 3 - 1 の基本捕集操作フローに準じて行うが、サンプリング後は SG1WA の両端を付属の PP キャップで密栓し、SG1WA に付属の密閉チャック付きアルミ袋に入れ冷蔵庫 (4 °C) で保存した。保存日数は、通気直後の 0 日目を基準とし、1、3、7 日後に脱着操作を行い HPLC で測定した。表 1 2、図 7 に保存性試験結果を示す。全ての濃度および保存日数において保存率は 90% 以上を示し、7 日間保存できる事を確認した。

表 1 2 保存性試験結果 (n = 3)

室温 23.5~26.4°C、湿度 34.7~67.0%

添加量 0.5 µg (1/100E)							
捕集量 (L)	保存日数 (日)	サンプル数	定量値 (µg)	保存率 (%)	回収率 (%)	標準偏差 (σ)	変動係数 (C.V.%)
48	0	n = 3	0.475	100.0	94.9	2.18	2.29
	1		0.461	97.0	92.1	0.25	0.28
	3		0.467	98.3	93.4	1.54	1.65
	7		0.453	95.5	90.7	2.04	2.25
添加量 50 µg (1E)							
捕集量 (L)	保存日数 (日)	サンプル数	定量値 (µg)	保存率 (%)	回収率 (%)	標準偏差 (σ)	変動係数 (C.V.%)
48	0	n = 3	46.7	100.0	93.3	1.49	1.59
	1		46.7	100.1	93.4	5.12	5.48
	3		45.9	98.4	91.8	1.77	1.93
	7		46.4	99.5	92.9	1.36	1.46
添加量 1000 µg (20E)							
捕集量 (L)	保存日数 (日)	サンプル数	定量値 (µg)	保存率 (%)	回収率 (%)	標準偏差 (σ)	変動係数 (C.V.%)
48	0	n = 3	978	100.0	97.8	3.43	3.51
	1		972	99.4	97.2	4.26	4.38
	3		955	97.7	95.5	1.76	1.85
	7		943	96.4	94.3	1.20	1.27

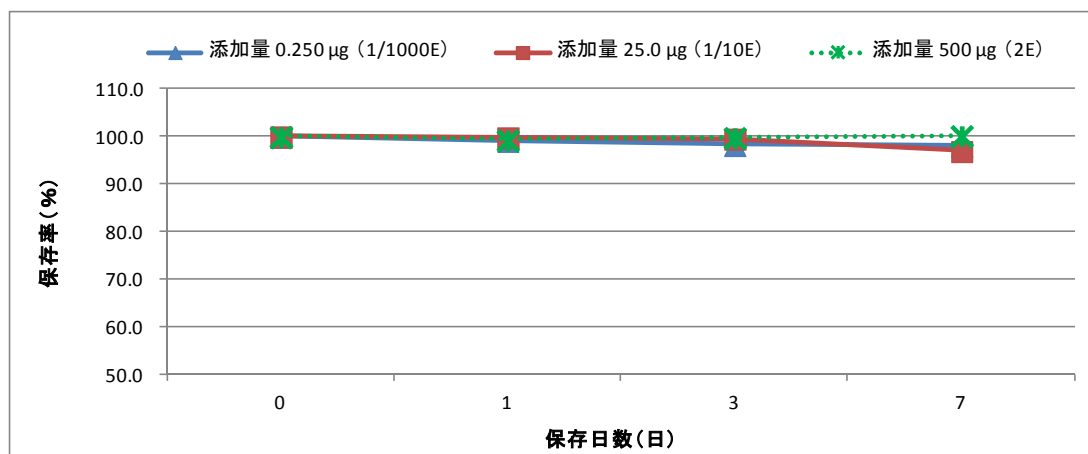


図 7 0~7 日間の保存性試験結果

1 3. まとめ

本検討の結果、定量下限 (S/N = 10) は 0.0308 µg/mL、気中濃度の定量下限は 0.006417 mg/m³ であり 1/155E まで測定できる事を確認した。また個人ばく露濃度測定手法としては、1/100E から 20E となる 0.01 mg/m³ から 20 mg/m³ の濃度範囲を分析できる手法である事を確認した。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。

1 4. 参考文献

- 1) GHS モデルラベル・SDS 情報 製品安全データシート「N-[1-(N-ノルマル-ブチルカルバモイル)-1H-2-ベンゾイミダゾリル]カルバミン酸メチル（別名ベノミル）」2006年10月15日改定、厚生労働省，<http://anzeninfo.mhlw.go.jp/anzen/gmsds/0185.html>，参照 2017/1/16.
- 2) Occupational Safety and Health Administration (OSHA) : Benomyl. Method PV2107 (1988) ,
<https://www.osha.gov/dts/sltc/methods/partial/t-pv2107-01-8804-ch/t-pv2107-01-8804-ch.html> ,
参照 2017/1/16.

(別紙) N-[1-(N-ノルマル-ブチルカルバモイル)-1H-2-ベンゾイミダゾリル]カルバミン酸メチル
(ベノミル) 標準測定分析法

化学式： C ₁₄ H ₁₈ N ₄ O ₃	分子量： 290.32	CASNo17804-35-2																		
許容濃度等： ACGIH：TLV-TWA：TWA 1 mg/m ³ NIOSH、日本産業衛生学会：未設定 OSHA：PEL-TWA：TWA 15 mg/m ³ (Tatal) PEL-TWA：TWA 5 mg/m ³ (Resp)	物性等 沸 点：分解のため測定不能 融 点：分解のため測定不能 蒸気圧：5.0×10 ⁻⁶ Pa 以下 (25 °C) 形 状：白色固体																			
別名:ベノミル、ベンレート、ターサン 1991																				
サンプリング	分析																			
<p>サンプラー：NOBIAS RP-SG1WA (日立ハイテクサイエンス製)、ガラス繊維濾紙入り、ジビニルベンゼンメタクリレート共重合体 440 mg、 サンプリング流量：0.2 L/min サンプリング時間：4 時間 (48 L) 保存性：添加量 0.5 µg、50 µg、1000 µg において冷蔵保存 (4°C) で少なくとも 7 日間までは変化がない事を確認。</p>	<p>分析方法：高速液体クロマトグラフ法 抽出溶液：メタノール 10 mL 脱着操作：バックフラッシュ法 検量線作成用ベノミル標準溶液： ベノミルを 10 mg 秤量し、メタノールで溶解後、全量 10 mL に定容する (1000 µg/mL)。 この標準原液をメタノールで段階的に希釈する。</p>																			
精度	分析条件：																			
<table border="1"> <tr> <td>脱着率；添加量</td> <td>0.5 µg の場合</td> <td>95.7 %</td> </tr> <tr> <td></td> <td>50 µg</td> <td>94.2 %</td> </tr> <tr> <td></td> <td>500 µg</td> <td>99.6 %</td> </tr> <tr> <td>回収率；添加量</td> <td>0.5 µg の場合</td> <td>94.9 %</td> </tr> <tr> <td>(4 時間)</td> <td>50 µg</td> <td>93.3 %</td> </tr> <tr> <td></td> <td>500 µg</td> <td>97.8 %</td> </tr> </table>	脱着率；添加量	0.5 µg の場合	95.7 %		50 µg	94.2 %		500 µg	99.6 %	回収率；添加量	0.5 µg の場合	94.9 %	(4 時間)	50 µg	93.3 %		500 µg	97.8 %	<p>機器：Chromaster (日立ハイテクサイエンス製) カラム：LaChrom II C18 (4.6 mmI.D.×250 mmL, 5 µm) (日立ハイテクサイエンス製) カラム温度：40°C 移動相：(A) 5%メタノール/(B)メタノール 35%B(0 - 1 min) → 80%B(1 - 10 min) → 80%B(10 - 13 min) → 35%B(13.1 - 20 min) 流速：1.0 mL/min 検出器：DAD (200~400 nm) 抽出波長：286 nm 試料注入量：25 µL 検量線：0.05~100 µg/mL (R²=1.0000) 定量法：絶対検量線法</p>	
脱着率；添加量	0.5 µg の場合	95.7 %																		
	50 µg	94.2 %																		
	500 µg	99.6 %																		
回収率；添加量	0.5 µg の場合	94.9 %																		
(4 時間)	50 µg	93.3 %																		
	500 µg	97.8 %																		
<p>定量下限 (S/N = 10) 0.0308 µg/mL 0.006417 mg/m³</p> <p>検出限界 (S/N = 3) 0.0092 µg/mL 0.001917 mg/m³</p>	<p>※「労働者の有害物によるばく露評価ガイドライン」に準じた目標濃度標準試料の繰り返し分析による標準偏差の (3σ) (10σ) から求められた検出下限および定量下限はでは、ノイズの影響を受け定量できないため、ベノミルピークの S/N より算出した検出下限および定量下限を採用する。</p> <p>※分析法バリデーションを行う場合 捕集試験用ベノミル標準溶液：ベノミルを 25 mg 秤量し、クロロホルムで溶解後、全量 10 mL に定容する (2500 µg/mL)。この標準原液をクロロホルムで段階的に希釈する。</p>																			
適用：個人ばく露濃度測定、作業環境測定 (A 測定の際には、1 測定点につき、16 分間以上のサンプリングが必要である。)																				
妨害：なし																				
文献：1) 厚生労働省 職場の安全サイト GHS モデル SDS 情報 2) Occupational Safety and Health Administration(OSHA) : Benomyl. Method PV2107 (1988)																				

作成日；平成 29 年 2 月 13 日

