

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 ₂		CASNo.: 13463-67-7	
許容濃度等: 日本産業衛生学会: 未設定 ACGIH TLV: 10mg/m ³		物性等 分子量: 79.9 比重: 3.9~4.3 沸点: 2500~3000°C 融点: 1855°C	
別名 二酸化チタン			
サンプリング		分析	
<p>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</p>		<p>・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°C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°C 25 秒 乾燥温度 2 110-310°C 25 秒 灰化温度 1000°C 15 秒 原子化温度 2800°C 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 μg/mL、0.025 μg/mL 0.050 μg/mL、0.100 μg/mL 0.150 μg/mL、0.200 μg/mL 0.300 μg/mL、0.400 μg/mL ・定量法: 絶対検量線</p>	
精度			
<p>回収率 アナターゼ型 添加量 0.117 μg の場合 95.9% 1.010 μg 95.4% 10.006 μg 99.8% ルチル型 添加量 0.109 μg の場合 98.8% 1.017 μg 96.5% 10.010 μg 103.7%</p>			
<p>定量下限 (10σ) 0.013 μg/mL (溶解液中のチタン濃度として) 0.054mg/m³ (酸化チタンとして、採気量 20L・溶解液量 50mL の場合) 0.001mg/m³ (酸化チタンとして、採気量 960L・溶解液量 50mL の場合)</p>			
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）

構造式: <chem>CHCl=CHCH2Cl</chem>	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°C (cis-), 112°C (trans-) 融点: -85°C (cis-), -25°C (trans-)																									
別名																										
サンプリング		分析																								
<p>サンプラー : No.258 球状活性炭管 (100/50mg) (楕ガステック)</p> <p>サンプリング流量: 0.1L/min</p> <p>サンプリング時間: 最大4時間 (24L)</p> <p>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</p>		<p>分析方法: ガスクロマトグラフ質量分析法</p> <p>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-d₄)</p> <p>機器: Agilent GC6890N+Agilent5973 inert</p> <p>カラム: Inert Cap Pure-WAX 30m×0.25mm, 0.5 μm</p> <p>注入口温度: 230°C</p> <p>MS インターフェイス温度: 230°C</p> <p>MS イオン源温度: 230°C</p> <p>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)</p> <p>カラム温度 40°C (1min) - 10°C/min - 200°C (0min)</p> <p>注入法: パスルドスプリットレス</p> <p>試料液導入量: 2 μL</p> <p>キャリアーガス: He 1.00mL/min</p> <p>検量線: 0.0024 - 241.08 μg/mL (cis-), 0.0023 - 234.24 μg/mL (trans-) の範囲で直線</p> <p>定量法: 内部標準法</p>																								
精度																										
<p>脱着率</p> <table border="1"> <tr> <td>添加量</td> <td>0.134 μg の場合</td> <td>99%</td> </tr> <tr> <td></td> <td>2.674 μg</td> <td>93%</td> </tr> <tr> <td></td> <td>26.74 μg</td> <td>93%</td> </tr> <tr> <td></td> <td>267.37 μg</td> <td>97%</td> </tr> </table> <p>回収率</p> <table border="1"> <tr> <td>添加量</td> <td>0.134 μg の場合</td> <td>96%</td> </tr> <tr> <td></td> <td>2.674 μg</td> <td>96%</td> </tr> <tr> <td></td> <td>26.74 μg</td> <td>94%</td> </tr> <tr> <td></td> <td>267.37 μg</td> <td>95%</td> </tr> </table> <p>定量下限 (10σ) 0.00700 μg/mL 0.000032ppm (採気量;24L)</p> <p>検出下限 (3σ) 0.00210 μg/mL 0.0000096ppm (採気量;24L)</p>		添加量	0.134 μg の場合	99%		2.674 μg	93%		26.74 μg	93%		267.37 μg	97%	添加量	0.134 μg の場合	96%		2.674 μg	96%		26.74 μg	94%		267.37 μg	95%	
添加量	0.134 μg の場合	99%																								
	2.674 μg	93%																								
	26.74 μg	93%																								
	267.37 μg	97%																								
添加量	0.134 μg の場合	96%																								
	2.674 μg	96%																								
	26.74 μg	94%																								
	267.37 μg	95%																								
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																										

作成日平成21年2月27日

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 — NIOOSH — ACGIH 1ppm (TLV-TWA)	物性等 密度 : 1.23 g/cm ³ (cis-), 1.22 g/cm ³ (trans-) 沸点 : 104°C (cis-), 112°C (trans-) 融点 : -85°C (cis-), -25°C (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 : 0.2L/min 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		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°C MS インターフェイス温度 : 230°C MS イオン源温度 : 230°C 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°C (1min) - 10°C/min - 200°C (0min) 注入法 : パスルドスプリットレス 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 0.027 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21年2月27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: $C_4H_7Cl_2O_4P$ 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°C) BP : 140°C(2.7kp); 引火点 : >80°C VP : 1.6 Pa(20°C)
別名 2, 2-Dichlorovinyl Dimethyl Phosphate ジクロロボス DDVP	
サンプリング	分析
<p>サンプラー : SKC 捕集管 Glass Fiber Filter /XAD-2(270/140mg)</p> <p>サンプリング流量 : 1 L/min 1 L/min (個人サンプラー)</p> <p>サンプリング時間 : 10min(定点) 240min (個人サンプラー)</p> <p>採気量 : 10L(定点) 240L(個人サンプラー)</p> <p>保存性 : 冷蔵(4°C)において 5 日間保存しても変化はなかった。</p> <p>ブランク : 検出せず</p>	<p>分析方法 : ガスクロマトグラフ-質量分析法</p> <p>脱着 : トルエン (IS : DDVP-d₆ 2 μg/mL) 2mL 60min 静置</p> <p>機器 : AgilentGC6890-5973MS</p> <p>カラム : DB-5 MS 60m×0.25mm×0.25 μm</p> <p>温度-注入口 250°C</p> <p>検出器トランスファ- 280°C</p> <p>昇温:35°C (0min) →7°C/min→210°C (0min)</p> <p>注入法 : スプリット 2 : 1</p> <p>試料液導入量 : 1 μL</p> <p>キャリアガス : He 0.7mL/min ヘッド圧 10.4psi</p> <p>メイクアップ : N₂</p> <p>検量線 : トルエン溶媒で調整</p> <p>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</p> <p>内部標準法 DDVP d₆ 2 μg/mL</p>
精度	
<p>脱着率</p> <p>直接添加法 トルエン 2mL 脱着 添加量 0.010 μg~50 μg 91.9%</p> <p>定量下限 (10σ)</p> <p>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</p> <p>0.9 μg/m³ (採気量 10L として) 0.04 μg/m³ (採気量 240L として)</p>	
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

p-ジクロロベンゼン標準測定法

構造式: $C_6H_4Cl_2$	分子量: 147	CASNo.: 106-46-7
許容濃度等: ACGIH 10ppm (TLV-TWA) 日本産業衛生学会 10ppm 60mg/m ³	物性等 比重: 1.241 沸点: 174°C、融点: 53°C 蒸気圧: 170Pa (20°C)	
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	
<p>サンプラー</p> <p>吸引法: 活性炭管(100mg/50mg) ガステック社製 No. 258 球状活性炭管</p> <p>拡散法: 3M 有機ガスモニターNo. 3500</p> <p>吸引法サンプリング流量: 0.1 L/min</p> <p>サンプリング時間: 10min</p> <p>拡散法サンプリング流量: 27.8cm³/min (取扱説明書参照)</p>	<p>分析方法: ガスクロマトグラフ/質量分析法 (機器名: Agilent GC6890A 5973MSD)</p> <p>脱着方法</p> <p>吸引法: 二硫化炭素 1ml で 30 分静置</p> <p>拡散法: 二硫化炭素 1.5ml で 30 分静置</p> <p>カラム: 無極性カラム DB-1 (全長 60m×内径 0.25mm×膜厚 1.5 μm)</p> <p>温度-注入口: 250°C</p>	
精度	検出器 (MS): イオン源温度 230°C	
脱着率	昇温: 40°C (13min) → 7°C/min → 280°C (2min)	
活性炭管 91.6% (取扱説明書参照)	注入法: スプリット (5:1)	
3M 有機ガスモニター 74.0% (取扱説明書参照)	キャリアガス: He	
保存性 捕集後 冷蔵保存	メイクアップ: He	
脱着後 冷蔵保存	ヘッド圧: 19.9 psi	
検出下限	分析モード: SIM	
標準溶液 (0.10 μg/ml) を繰り返し 3 回分析 により算出	測定質量数 (m/z)	
0.03 μg/ml (3σ)	トルエン-d8: 定量イオン 100 確認イオン 99	
定量下限	p-ジクロロベンゼン: 定量イオン 146 確認イオン 148	
標準溶液 (0.10 μg/ml) を繰り返し 10 回分析 により算出	検量線: 各溶媒で 0~100 μg/ml に調整	
0.10 μg/ml (10σ)	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) 0.002ppm		
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_8H_{12}	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°C 融点 : 109°C 蒸気圧 : 3.43kPa / 38°C	
別名 4-Vinyl-1-cyclohexene		
サンプリング		分析
ポンプ法 : 球状活性炭管 (カステック 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°C) 保存		分析方法 : GC / MS 法 脱着 : 二硫化炭素 1mL (内部標準 <i>p</i> -シメン 0.17µg/mL) 分析機器 : Agilent GC6890 / MSD 5973N 注入量 : 1µL 注入口条件 : 250°C、 パルストースプリットレス、60psi (1分) キャリアガス : ヘリウム 1.2mL / 分 コラム : J&W DB-1 (60m×0.25mm×1µm) オーブン条件 : 40°C (13分) →7°C/分→ 165°C (1分) →20°C/分→260°C (3分) 炉源温度 : 230°C 定量条件 : VCH (定量 m/z=79, 確認 54,39) <i>p</i> -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 0.004µg で 96.4%、0.017µg で 81.1%、 16.58µg で 84.0% 定量下限 0.003µg / 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