

1,2-ジクロロプロパン標準測定分析法

化学式: C ₃ H ₆ Cl ₂	分子量:112.99	CASNo.: 78-87-5
許容濃度等 : OSHA 75ppm (TWA) NIOSH - ACGIH 10ppm (TLV-TWA)	物性等 沸点 : 96.4℃ 融点 : -100.4℃ 形状 : 無色液体	
別名 塩化プロピレン, 二塩化プロピレン		
サンプリング	分析	
<p>サンプラー : No.258 球状活性炭管 (100/50mg) (籐ガステック)</p> <p>サンプリング流量 : 0.1L/min</p> <p>サンプリング時間 : 4 時間 (24L)</p> <p>保存性 : 添加量 1.1368 μg, 11.368 μg, 113.68 μg および 1136.8 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 ; トルエン-d8)</p> <p>機器 : Agilent GC6890N+Agilent5973 inert</p> <p>カラム : InertCap AQUATIC-2 60m×0.25mm, 1.4 μm</p> <p>注入口温度 : 230℃</p> <p>MS インターフェイス温度 : 230℃</p> <p>MS イオン源温度 : 230℃</p> <p>m/z : 定量イオン ; 63, 確認イオン ; 76 (I.S. : 定量イオン ; 98, 確認イオン ; 70)</p> <p>カラム温度 40℃ (1min) - 10℃/min - 200℃ (0min)</p> <p>注入法 : パスルドスプリット 50:1</p> <p>試料液導入量 : 1 μL</p> <p>キャリアーガス : He 1.00mL/min</p> <p>検量線 : 0.11368 - 2273.6 μg/mL の範囲で直線</p> <p>定量法 : 内部標準法</p>	
精度		
<p>脱着率 ; 添加量 0.11368 μg の場合 94%</p> <p>1.1368 μg 96%</p> <p>11.368 μg 95%</p> <p>56.840 μg 103%</p> <p>113.68 μg 103%</p> <p>1136.8 μg 100%</p> <p>2273.6 μg 98%</p> <p>回収率 ; 添加量 0.11368 μg の場合 96%</p> <p>1.1368 μg 94%</p> <p>11.368 μg 96%</p> <p>56.840 μg 95%</p> <p>113.68 μg 98%</p> <p>1136.8 μg 97%</p> <p>2273.6 μg 102%</p>		
<p>定量下限 (10σ) 0.02387 μg/mL 0.0002154ppm (採気量;24L)</p> <p>検出下限 (3σ) 0.00716 μg/mL 0.0000646ppm (採気量;24L)</p>		
適用 :		
妨害 : 共存物質として 1,3-ジクロロプロペンが混在する可能性あり		

マイクロインピンジャーによるフェニルヒドラジン標準測定分析法

構造式 C6H5NHNH2		CAS No.: 100-63-0
許容濃度等 : ACGIH TLV : 0.1ppm OSHA PEL : 5ppm NIOSH C : 0.14ppm/120min.	物性等 分子量 : 108.14 比重 : 1.098 沸点 : 243.5°C (分解) 融点 : 19.5°C	
別名 hydrazinobenzene, hydrazine-benzene		
サンプリング		分析
<p>サンプラー : マイクロインピンジャー (6mL、0.1M 硫酸)</p> <p>サンプリング流量 : 0.1L/min サンプリング時間 : 240min 採気量 (MAX) :</p> <p>保存性 : 通気後 (24L) 6ml を 10ml へ吸収液で容量調整後、遮光冷蔵保存にて 5 日目 3.6 μg/mL、85% (0 日比) 18 μg/mL、104% (0 日比) 36 μg/mL、111% (0 日比) ※保管濃度は × 0.6</p> <p>ブランク : 検出せず</p>	<p>分析方法 : HPLC-UV 法 誘導体化 : 捕集液または標準液 6mL に 4%フルラル水溶液 (含 0.6M 酢酸トリウム) 3mL を加え 2 時間放置。その後、3mL n-ヘキサンを加え抽出する。3000r. p. m. で 10 分間遠心分離。ヘキサン相を 2.4mL 分取し、35°C 以下の温浴中で、窒素気流下濃縮する。アセトニトリル 0.5mL に転溶し、HPLC 分析する。</p> <p>機器 : HPLC1100 シリーズ (Agilent 社製) 検出器 : UV/VIS 検出器 カラム : TSK-gel ODS 100S (2.0mm (i. d.) x 25cm (Length) (5 μm) 移動相 : 水/アセトニトリル = 55/45 (V/V%)</p> <p>カラム温度 : 40°C 流量 : 0.2mL/min 試料導入量 : 2 μL 波長 : 340nm 検量線 : 100 μL を 0.1M 硫酸 100mL に溶解したものを、標準原液 (1083 μg/mL) とする。以下の溶液を誘導体化、抽出、濃縮し、検量線とする。 0 μg/mL 1.08 μg/mL 5.42 μg/mL 27.1 μg/mL 54.2 μg/mL</p> <p>定量法 : 絶対検量線 注意 : 用時調製 溶出時間 (R. T.) 主成分 : 16.5 分 (PH1)、微量成分 : 22.3 分 (PH2)</p> <p>※標準物質 (フェニルヒドラジン) の代替品としてフェニルヒドラジン硫酸塩を用いることが可能である。</p>	
精度 (H22 報告)		
<p>検出下限 (3σ) 0.045 μg/mL 定量下限 (10σ) 0.151 μg/mL 定量下限気中濃度 0.0036 ppm (採気量 10L) 0.0018 ppm (採気量 30L) 0.0009 ppm (採気量 60L) 0.0005 ppm (採気量 120L)</p>		
適用 : 同誘導体化にてヒドラジン、N,N-ジメチルヒドラジンも分析可能		
注意 : (1) 空気、光により酸化されるので遮光、冷蔵保存する。また、マイクロインピンジャー捕集時の遮光についても茶染め加工や遮光について留意する。 (2) 誘導体はシス体、トランス体の 2 種に分離され、メインピークの面積比は 80~85% である。		
参考文献 : 昭和 59 年度化学物質分析法開発調査報告書 (環境庁環境保健部保健調査室)		

ナノ粒子酸化チタン標準測定分析法(表面コーティングあり)

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 : 37mmφメンブランフィルター (AAWP03700・日本ミリポア株)</p> <p>PM4.0としてサンプリング</p> <p>サンプリング流量: 2.0L/min</p> <p>サンプリング時間: 2.0L/min 10min以上</p> <p>採気量: 20L以上</p> <p>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</p> <p>ブランク: 検出せず</p>		<p>・分析方法: 黒鉛炉原子吸光法</p> <p>・溶解: 試料を採取したメンブランフィルターに超純水3mLと硝酸1mLを加え、界面活性剤(トリトンX-100)を一滴加えて軽く攪拌した後、硫酸3mLを加え、120°Cホットプレート上でメンブランフィルターが溶けるまで加熱。その後、240°Cまでゆるやかに加熱後、溶液が黄色透明になるまで加熱。冷却後、超純水で50mlに定容。チタンとして定量。</p> <p>・機器: HITACHI Z-5010 HITACHI チタン中空陰極管 パイロチューブA</p> <p>・測定条件</p> <table border="0"> <tr> <td>測定波長</td> <td>364.3nm</td> <td></td> </tr> <tr> <td>試料注入量</td> <td>10μL</td> <td></td> </tr> <tr> <td>乾燥温度1</td> <td>70-110°C</td> <td>25秒</td> </tr> <tr> <td>乾燥温度2</td> <td>110-310°C</td> <td>25秒</td> </tr> <tr> <td>灰化温度</td> <td>1000°C</td> <td>15秒</td> </tr> <tr> <td>原子化温度</td> <td>2800°C</td> <td>5秒</td> </tr> </table> <p>・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</p> <table border="0"> <tr> <td>0.000 μg/mL</td> <td>0.025 μg/mL</td> </tr> <tr> <td>0.050 μg/mL</td> <td>0.100 μg/mL</td> </tr> <tr> <td>0.150 μg/mL</td> <td>0.200 μg/mL</td> </tr> <tr> <td>0.300 μg/mL</td> <td>0.400 μg/mL</td> </tr> </table> <p>・定量法: 絶対検量線</p>		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	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
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																											
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																												
精度																													
<p>回収率</p> <p>シリコンコート酸化チタン</p> <table border="0"> <tr> <td>添加量 1mg の場合</td> <td>102.8%</td> </tr> <tr> <td>10mg</td> <td>105.1%</td> </tr> </table> <p>ステアリン酸アルミコート酸化チタン</p> <table border="0"> <tr> <td>添加量 1mg の場合</td> <td>98.8%</td> </tr> <tr> <td>10mg</td> <td>102.8%</td> </tr> </table> <p>酸化チタン(ルチル型)</p> <table border="0"> <tr> <td>添加量 1mg の場合</td> <td>101.6%</td> </tr> <tr> <td>10mg</td> <td>99.5%</td> </tr> </table> <p>定量下限(10σ)</p> <p>0.0007mg (溶解液中の酸化チタン絶対量として)</p> <p>0.054mg/m³ (酸化チタンとして、採気量20L・溶解液量50mLの場合)</p> <p>0.001mg/m³ (酸化チタンとして、採気量960L・溶解液量50mLの場合)</p>		添加量 1mg の場合	102.8%	10mg	105.1%	添加量 1mg の場合	98.8%	10mg	102.8%	添加量 1mg の場合	101.6%	10mg	99.5%																
添加量 1mg の場合	102.8%																												
10mg	105.1%																												
添加量 1mg の場合	98.8%																												
10mg	102.8%																												
添加量 1mg の場合	101.6%																												
10mg	99.5%																												
適用 本法はシリコンコート酸化チタン、ステアリン酸アルミコート酸化チタン、酸化チタン(ルチル型)について、確認したものである。																													
妨害																													

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℃ 融点: 1855℃	
別名 二酸化チタン			
サンプリング		分析	
サンプラー: 37mmφメンブランフィルター (AAWP03700・日本ミリポア株) サンプリング流量: 2.0L/min サンプリング時間: 2.0L/min 10min以上 採気量: 20L以上 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		・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℃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℃ 25秒 乾燥温度2 110-310℃ 25秒 灰化温度 1000℃ 15秒 原子化温度 2800℃ 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	
精度			
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%			
定量下限 (10σ) 0.0007mg (溶解液中の酸化チタン絶対量として) 0.054mg/m ³ (酸化チタンとして、採気量20L・溶解液量50mLの場合) 0.001mg/m ³ (酸化チタンとして、採気量960L・溶解液量50mLの場合)			
適用			
妨害			

作成日 2009/02/27

中央労働災害防止協会 労働衛生調査分析センター

ナフタレン標準測定分析法

構造式: C ₁₀ H ₈		分子量:128. 18	CASNo.: 91-20-3
許容濃度等: OSHA 10ppm NIOSH 10ppm ACGIH 10ppm(TLV-TWA) 15ppm (TLV-STEL)		物性等 形状: 白色結晶 比重:1.16 BP :218℃(昇華性) MP:80℃	
別名: ナフタリン			
サンプリング		分析	
<p>サンプラー: スチレンジビニルベンゼン捕集管: (InertSep Slim-J AERO SDB、ジールサイエンス社製) 注;ポリプロピレン製ルアータイプ型容器にSDBを400mg充填した捕集管のみが保存性を満足し、他のタイプの捕集管では保存性にバラツキが見られた。 サンプリング流量:0.02L/min または 0.1L/min 以下の定量下限を確認の上、決定する。</p> <p>0.02L/min: 0.5ppm(10 分間), 0.02ppm(240 分間) 0.1L/min: 0.1ppm(10 分間), 0.004ppm(240 分間)</p> <p>サンプリング時間: 10min(定点) 240min(個人ばく露)*注 *注) 測定手法検討分科会における個人ばく露濃度測定の測定手法は 240min 捕集を基本とする。但し、0.02L/min、0.1L/min どちらの流量であっても、捕集量 1210μg で 480min までの通気を確認。その場合 0.02L/min で 24ppm、0.1L/min で 4.8ppm まで捕集が可能である。</p> <p>採気量:0.02L/min\times10 分間 0.2L 0.02L/min\times240 分間 4.8L 0.1L/min\times10 分間 1.0L 0.1L/min\times240 分間 24L</p> <p>保存性: 冷蔵(4℃) 14 日間保管において回収率は脱着率とほぼ同値が得られ、回収率の低下は認められなかった。 (0~14日間保管の平均回収率 94.7%)</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ー質量分析法 脱着溶媒: ジクロロメタン(内部標準物質入り) 5mL</p> <p>捕集管に注射外筒、共栓付試験管をセットし、脱着溶媒を捕集管に約 5mL/min 程度で通過させる。その後、捕集管にゴム球を接続し、残留した脱着溶媒を完全に押し出し、最終的に脱着溶媒で共栓付試験管の目盛り5mL に調整する。</p> <p>機器: AgilentGC6890(5973MS) カラム: DB-5MS 30m\times0.25mm$\Phi$$\times0.25\mu$m 温度: 注入口 300℃ インターフェース 325℃ 昇温: 75℃(0.5min)\rightarrow10℃/min\rightarrow180℃(0min) \rightarrow25℃/min\rightarrow310℃(10min) 注入法: ハルススプリット (ハルス圧 15psi 0.8min) スプリット比 50:1 試料液導入量: 1μL キャリアーガス: He 0.8mL/min ヘッド圧 7.07psi メイクアップ: N₂ 定量イオン: ナフタレン Tgt.128, Q.127, 129 ナフタレン-d8 Tgt.136, Q.137,134</p> <p>検量線: 内部標準法 (IS: ナフタレン-d8 2μg/mL) 0.1μg/mL 0.5μg/mL 1.0μg/mL 20μg/mL 50μg/mL 100μg/mL 250μg/mL 500μg/mL</p> <p>分析時のリテンションタイム ナフレン-d8: 7.36min , ナフタレン: 7.40min</p>	
精度			
<p>脱着率 直接添加法 ジクロロメタン5mL 脱着 添加量 3~1210μg 平均脱着率 96.2 % 通気試験における回収率 添加量 3~1210μg 平均回収率 97.7 % 定量下限 0.1μg/mL 0.5ppm(0.2L) 0.02ppm(4.8L) 0.1ppm(1L) 0.004ppm(24L)</p>			
適用: ナフタレン蒸気を測定対象とする。			
妨害:			
参考: NIOSH 5515 POLYNUCLEAR AROMATIC HYDROCARBONS by GC			

フタル酸ビス (2 - エチルヘキシル) (DEHP) の分析法

化学式: $C_{24}H_{38}O_4$	分子量: 390.6	CAS No.: 117-81-7
許容濃度等 : ACGIH 5 mg/m ³ 日本産業衛学会 5 mg/m ³	物性等 BP : 385°C MP : -50°C VP : 1Pa (20°C)	
別名 フタル酸ジ (2 - エチルヘキシル)、1, 2 - ベンゼンジカルボン酸ビス (2 - エチルヘキシル)、ジエチルヘキシルフタレート、DEHP		
サンプリング	分析	
<p>サンプラー : グラスファイバーフィルター + TENAX TA (Supelco ORBO-N5020 52681-U)</p> <p>サンプリング流量 : 1L / min (定点、個人ばく露)</p> <p>サンプリング時間 : 10min (定点) 240min (個人ばく露)</p> <p>採気量 : 10L (定点)、240L (個人ばく露)</p> <p>保存性 : 冷蔵 (4°C) で 5 日間、保存可能</p> <p>ブランク : 様々なものから検出される。</p>	<p>分析方法 : ガスクロマトグラフ / 質量検出器</p> <p>脱着 : トルエン 4mL (内部標準としてフルオランテン-d10 を含む)</p> <p>分析機器 : HP GC6890+5973N MSD (HP : 現 Agilent technologies)</p> <p>カラム : J&W DB-5 (30m×0.25mm, 0.25µm)</p> <p>注入量 : 1µL</p> <p>注入法 : パルスドスプリットレス パルス圧 30psi(1min)</p> <p>注入口温度 : 280°C</p>	
精度	<p>キャリアガス : ヘリウム 0.7mL / min</p> <p>昇温条件 : 60°C (2分) → 10°C/分 → 280°C (10分)</p> <p>検量線 : 0.05~100µg / mL の範囲で直線</p> <p>定量法 : 内部標準法</p>	
<p>脱着率 :</p> <p>直接添加法 トルエン 4.0mL 脱着</p> <p>添加量 1.2 µg~2400 µg で 94.3-102.2%</p> <p>通気試験での添加回収率</p> <p>1L/min×240 分間</p> <p>添加量 1.2 µg~2400 µg で 95.0~98.0%</p> <p>検出下限 (3SD) 0.01µg/ mL</p> <p>定量下限 (10SD) 0.05µg/ mL</p> <p>採気量 10L 1.25ppb (20µg / m³)</p> <p>採気量 240L 0.052ppb (0.83µg / m³)</p>		
適用 :		
妨害 :		
参考文献 : OSHA sampling and Analytical Methods 104 DEHP		

リフラクトリーセラミックファイバー標準測定分析法 (PCM法)

構造式:	分子量:	CAS No.: 142844-00-6
許容濃度等: ACGIH 0.2 f/cm ³ RCFC (米国 RCF 製造協会) 0.5 f/cm ³ (推奨基準) HSE 1 f/cm ³		物性等: 物理的状态: ウール状、繊維 比重: 2~3 g/mL 引火点: 非引火性 化学成分: Al ₂ O ₃ : 30~60%、SiO ₂ : 40~60% RnO _m : 0~20%
サンプリング	分析	
サンプラー: ろ過捕集装置 セルロースエステル混合メンブランフィルター φ25mm (ホアサイズ 0.8 μm 等がある) サンプリング流量: 面速が 4.0~5.0cm/s になるように流量を設定する。1L/min 程度 (φ25mm) 採気量: (最大 800L) 保存性: 安定 (ろ紙のまま保存) ブランク: 1 回の測定につき未使用のセルロースエステル混合メンブランフィルター φ25mm (サブリングしたものと同じホアサイズのもの) を 1 枚使用する。(バックグラウンド保証されているろ紙もある。)	分析方法: 計数法 (位相差顕微鏡法) 前処理: 灰化処理なし: セトン蒸気による透明化処理—トリアセチン法により固定 灰化処理あり: アセトン蒸気による透明化処理—低温灰化処理—トリアセチン法により固定 (有機繊維の混入が著しい場合は灰化処理を行う) 計数規則: 長さ 5 μm 以上、長さと同幅 (直径) の比が 3:1 以上で幅が 3 μm 未満の繊維を計数する。	
精度		
定量下限: 信頼限界 95% を上限とした定量 下限値 S (f/cm ³) $S = \frac{2.645 \times A}{a \times n \times Q}$ A: 採じんした面積 (メンブランフィルターの有効ろ過面積 (mm ²)) a: 顕微鏡で計数した 1 視野の面積 (mm ²) n: 計数視野数は 50 視野 Q: 吸引空気量 (L)	機器: ①位相差顕微鏡 ②位相差顕微鏡の対物レンズの開口数 0.65 以上のもの ③アイピースグレイティクル ④HSE/NPL テストスライド キャリブレーション: HSE/NPL テストスライド (グループ No.5 以上を確保すること。)	
適用: この方法は、リフラクトリーセラミックファイバー繊維のみを適用するものではなく、総繊維数濃度として繊維状粒子を測定するため、他の人造鉱物繊維や石綿の測定方法としても適用可能である。リフラクトリーセラミックファイバー繊維を特定する場合は、分散染色法や電子顕微鏡法を併用すると良い。		
妨害: 視野内に非繊維状の粒子が多く含まれている場合や、現場で繊維の飛散状況を考慮せず、分割サンプリングを実施しなかった場合、繊維が折重なることにより、マイナス誤差になる。計数規則に従って計数するため、リフラクトリーセラミックファイバー以外の繊維が飛散している場合は、その繊維も計数することになり、プラス誤差になる。		
参考文献: NIOSH Manual of Analytical Methods 7400		