

## ヘキサンジオンの クロスチェック集計結果

労働衛生検査精度向上研究会  
中村 正（株江東微生物研究所）

（GC）で実施していた。

測定条件では、前処理の抽出溶媒はジクロロメタンが7施設、他の1施設はエタノールを使用していた。全ての施設で内部標準法を用いており、用いている内部標準物質はシクロヘキサノンが4施設、3-メチルヘキサノンが2施設、他は各々異なる物質を採用していた。

### 3. 結果

集計結果を〈表2〉に示した。施設間の変動係数（C.V.）は標準水溶液で5.5～8.0%、添加尿で6.0～8.0%と良好な施設間差であった。2008年に実施した本研究会のクロスチェック（参加7施設）では、標準水溶液で5.0～5.3%、添加尿で5.2～9.3%であり、ほぼ同様な結果であった。

### 4. まとめ

労働衛生検査精度向上研究会では定期的に鉛・有機溶剤代謝物のクロスチェックを実施し、検査機関間の測定値の収束維持や、測定法の標準化に取り組んでいる。近年は各測定機関の測定データを集計するだけでなく、各機関が

表1 2,5-ヘキサンジオン測定に関する諸条件

|      |                  | A       | B              | C          | D          | E          | F          | G              | H              |
|------|------------------|---------|----------------|------------|------------|------------|------------|----------------|----------------|
| 前処理  | 試料量(mL)          | 2.5     | 5              | 1.5        | 5          | 0.5        | 1          | 1              | 1              |
|      | 水 解              | 試薬名     | 塩酸             | 塩酸         | 塩酸         | 塩酸         | 塩酸         | 塩酸             | 塩酸             |
|      |                  | 試薬量(mL) | 0.25           | 0.5        | 0.15       | 0.25       | 0.1        | 0.1            | 0.1            |
|      | 抽 出              | 反応条件    | 100℃ 30min     | 100℃ 30min | 100℃ 30min | 100℃ 30min | 100℃ 30min | 100℃ 30min     | 100℃ 30min     |
|      |                  | 試薬名     | ジクロロメタン        | ジクロロメタン    | ジクロロメタン    | ジクロロメタン    | エタノール      | ジクロロメタン        | ジクロロメタン        |
|      |                  | 試薬量(mL) | 1              | 2          | 0.5        | 2          | 2          | 2              | 0.5            |
| 測定条件 | 内部標準物質           |         | 3-メチルシクロヘキサノール | シクロヘキサノール  | シクロヘキサノール  | シクロヘキサノール  | キノリン       | 3-メチルシクロヘキサノール | 3-メチルシクロペンタノール |
|      | キャリアガス種類         |         | He             | He         | He         | He         | He         | He             | He             |
|      | 試料注入量(μL)        |         | 2              | 2          | 2          | 2          | 1          | 2              | 2              |
|      | スプリット/スプリットレス    |         | スプリットレス        | スプリットレス    | スプリットレス    | スプリットレス    | スプリット      | スプリット          | スプリット          |
|      | 注入口温度(℃)         |         | 200            | 225        | 200        | 250        | 150        | 220            | 200            |
|      | カラムメーカー          |         | HP             | SUPELCO    | J&W        | J&W        | GRACE      | J&W            | J&W            |
|      | カラム名             |         | HP-1           | SPB-20     | DB-1701    | DB-1       | EC™-WAX    | HP-5MS         | DB-1701        |
|      | カラムサイズ           |         | 30m×0.32mm     | 30m×0.53mm | 60m×0.32mm | 30m×0.25mm | 30m×0.25mm | 30m×0.25mm     | 30m×0.25mm     |
| 検出器  | 膜厚(μm)           |         | 0.25           | 1          | 1          | 1          | 0.25       | 0.25           | 0.25           |
|      | 検出器              |         | FID            | FID        | FID        | FID        | GC-MS      | GC-MS          | FID            |
| 定 量  | 検出器温度(℃)         |         | 250            | 250        | 260        | 250        | 250        | 230            | 250            |
|      | 2,5-ヘキサンジオン(分)   |         | 7.6            | 8.2        | 19.1       | 10.7       | 4.5        | 4.7            | 7.2            |
|      | 内部標準リテンションタイム(分) |         | 8.4            | 6.3        | 15.7       | 10.0       | 6.7        | 5.1            | 5.1            |
| 計算方法 |                  | 内部標準法   | 内部標準法          | 内部標準法      | 内部標準法      | 内部標準法      | 内部標準法      | 内部標準法          | 内部標準法          |

## ・2,5-ヘキサンジオン

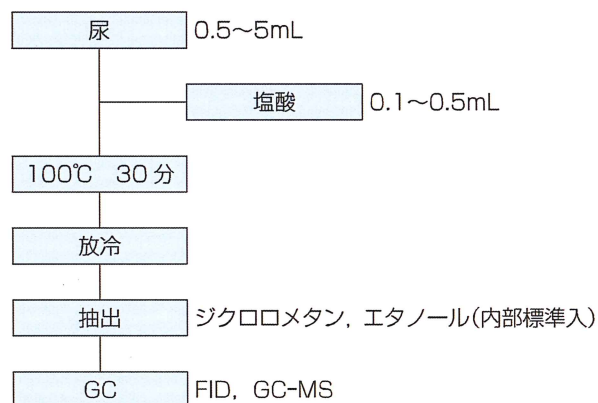


図1 測定フロー

表2 2,5-ヘキサンジオン クロスチェック測定結果

| 施設  |     | A   | B   | C   | D   | E   | F   | G   | H   | Mean (mg/L) | SD (mg/L) | CV (%) |
|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-------------|-----------|--------|
| 標準液 | 試料① | 1.9 | 1.9 | 1.6 | 1.8 | 2.1 | 1.9 | 2.0 | 2.0 | 1.9         | 0.15      | 8.0    |
|     | 試料② | 5.2 | 4.7 | 4.4 | 4.6 | 4.9 | 4.8 | 5.0 | 5.1 | 4.8         | 0.27      | 5.5    |
| 添加尿 | 試料③ | 2.6 | 2.3 | 2.1 | 2.2 | 2.2 | 2.0 | 2.4 | 2.2 | 2.3         | 0.18      | 8.0    |
|     | 試料④ | 5.7 | 5.3 | 5.0 | 5.0 | 5.0 | 4.7 | 5.5 | 5.3 | 5.2         | 0.31      | 6.0    |

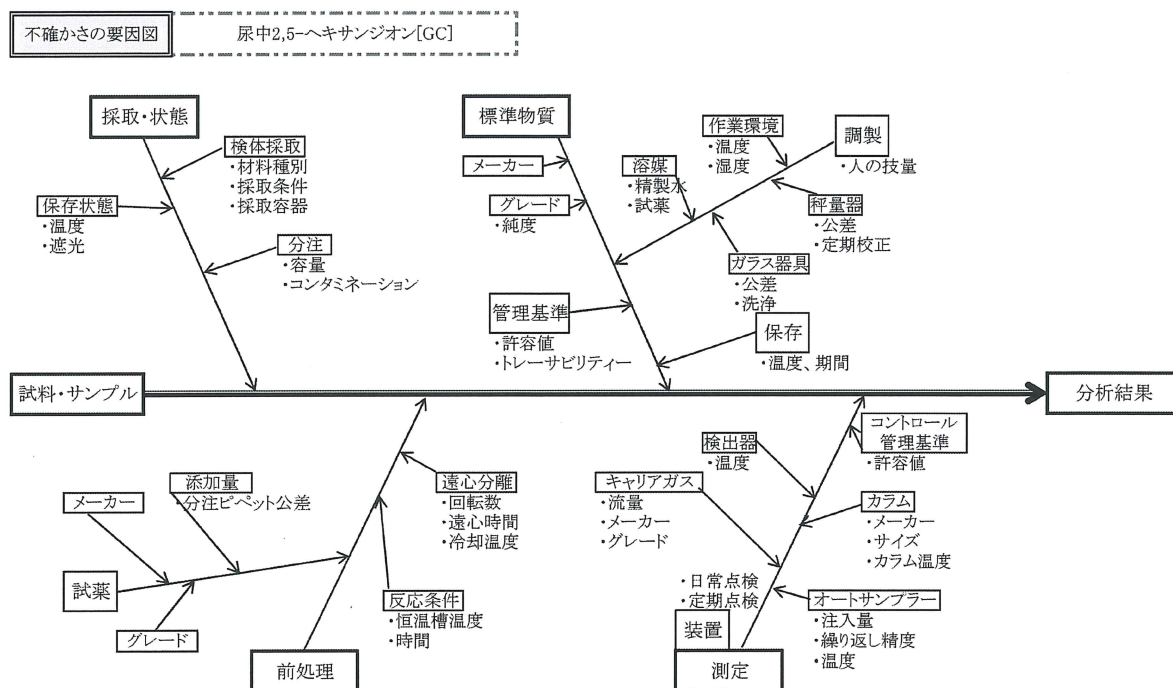


図2 不確かさの要因図

実施している処理・測定条件等も情報を提供してもらい、一覧として公表している。今回実施した2,5-ヘキサンジオンについても各機関の測定条件を〈表1〉に示した。また、分析結果に影響を与えるさまざまな要因を系統的・階層的に整理した「不確かさの特性要因図」を図2に示した。研究会の会員機関以外の施設にも是非参考にして頂きたい。

今回のクロスチェックにおいて、2,5-ヘキサンジオンについては良好な施設間差が維持されていることが確認できた。今後も定期的なクロスチェックを実施し、施設間差の是正及び測定精度の向上にむけて努めていく次第である。

## 〈参考文献〉

労働衛生検査精度向上研究会活動報告：  
尿中2,5-ヘキサンジオン及び尿中N-メチルホルムアミド集計結果  
労働衛生管理. 2009, Vol.20, No.3, 通巻第74号, p.49-52

\*労働衛生検査精度向上研究会会員：佐賀大学医学部 市場 正良, (財)神奈川県予防医学協会, (財)近畿健康管理センター, 中央労働災害防止協会 労働衛生調査分析センター, 関西労災病院産業中毒研究センター, パナソニック産業衛生科学センター, (株)エスアールエル, (株)江東微生物研究所, (株)ビー・エム・エル, (株)保健科学研究所, 三菱化学メディエンス(株), (株)保健科学東日本, (株)ファルコバイオシステムズ