

3,3'-ジクロロ-4,4'-ジアミノジフェニルメタン標準測定分析法

化学式： C₁₃H₁₂Cl₂N₂ 分子量： 267.16

CASNo： 101-14-4

許容濃度等： 厚生労働省 管理濃度 0.005 mg/m ³ 日本産業衛生学会 許容濃度 0.005 mg/m ³ (1993年設定) ACGIH TLV-TWA 0.01ppm(0.11 mg/m ³) (1991年設定)	物性等 沸点：沸点以下で分解 融点：110 °C 蒸気圧：3.81×10 ⁻⁵ Pa(25 °C) 形状：黄褐色の固体
---	--

別名 4,4'-Methylenebis (2-chloroaniline) , MOCA

サンプリング	分析																																				
<p>サンプラー：硫酸含浸フィルター（ガステック：No.303, 神奈川） カセット：SKC-225-3LF, USA サンプリング流量：1.0 L/min (SKC：Air check 2000, USA) サンプリング時間：10 min (10 L) 保存性：冷蔵で少なくとも5日間までは変化がないことを確認。7日目以降は保存率が90%と減衰が見られた。</p>	<p>分析方法：ガスクロマトグラフ質量分析法 脱着：超純水 2 mL 及び 0.5 mol/L NaOH 溶液 1 mL を加え I.S.入り抽出用トルエン溶液 2 mL 加え振とうし、遠心分離する。 誘導体化：遠心分離後のトルエン溶液を 0.5 mL 分取し、MBTFA10 µL を添加し 10 秒間攪はんする。30 分間室温で静置し TFA 誘導体化を行った後、1 µL GC-MS に注入する。 I.S.；3,3'-ジクロロベンジジン 5 µg/mL in トルエン</p>																																				
<p>精度</p> <table border="1"> <tr> <td>添加回収率：添加量</td> <td>0.005 µg の場合</td> <td>104 %</td> </tr> <tr> <td></td> <td>0.025 µg</td> <td>95 %</td> </tr> <tr> <td></td> <td>0.050 µg</td> <td>91 %</td> </tr> <tr> <td></td> <td>0.100 µg</td> <td>98 %</td> </tr> </table> <p>保存率：添加量</p> <table border="1"> <tr> <td></td> <td>0.005 µg</td> <td>0.050 µg</td> <td>0.100 µg</td> </tr> <tr> <td>0 日目</td> <td>100 %</td> <td>100 %</td> <td>100 %</td> </tr> <tr> <td>1 日目</td> <td>104 %</td> <td>97 %</td> <td>100 %</td> </tr> <tr> <td>3 日目</td> <td>102 %</td> <td>91 %</td> <td>93 %</td> </tr> <tr> <td>5 日目</td> <td>105 %</td> <td>96 %</td> <td>111 %</td> </tr> <tr> <td>7 日目</td> <td>89 %</td> <td>85 %</td> <td>103 %</td> </tr> </table>	添加回収率：添加量	0.005 µg の場合	104 %		0.025 µg	95 %		0.050 µg	91 %		0.100 µg	98 %		0.005 µg	0.050 µg	0.100 µg	0 日目	100 %	100 %	100 %	1 日目	104 %	97 %	100 %	3 日目	102 %	91 %	93 %	5 日目	105 %	96 %	111 %	7 日目	89 %	85 %	103 %	<p>機器：Agilent GC7890A+Agilent 5975C inert XL MSD 分析条件： カラム；VF-200ms 30 m×0.25 mm, 0.25 µm カラム温度； 100 °C (1 min)—10 °C/min—300 °C キャリアーガス；He 1.0 mL/min 注入方法；パルスドスプリットレス パルス圧 25 psi (1 min) 注入量；1 µL 注入口温度；250 °C MSD トランスファーライン温度；300 °C 四重極温度；150 °C MS イオン源温度；230 °C SIM (m/z)；MOCA-TFA (423, 458) DCB-TFA (409, 444) (定量イオン, 確認イオン) 検量線：0.00125—0.0500 µg/mL の範囲で直線性が得られている。 定量法：内部標準法</p>
添加回収率：添加量	0.005 µg の場合	104 %																																			
	0.025 µg	95 %																																			
	0.050 µg	91 %																																			
	0.100 µg	98 %																																			
	0.005 µg	0.050 µg	0.100 µg																																		
0 日目	100 %	100 %	100 %																																		
1 日目	104 %	97 %	100 %																																		
3 日目	102 %	91 %	93 %																																		
5 日目	105 %	96 %	111 %																																		
7 日目	89 %	85 %	103 %																																		
<p>定量下限 (10σ) 0.00037 µg/mL 0.074 µg/m³ (採気量; 10 L)</p> <p>検出下限 (3σ) 0.00011 µg/mL 0.022 µg/m³ (採気量; 10 L)</p>																																					
適用：作業環境測定																																					
妨害：																																					
参考文献：作業環境, 2019;40(3), OSHA Methods. No.71, 1989.																																					