

(別紙)

キシリジンの標準測定分析法

構造式： $(\text{CH}_3)_2\text{C}_6\text{H}_3\text{NH}_2$	分子量：121.18
CAS No.：キシリジン 1300-73-8, 2,4-キシリジン 95-68-1, 2,5-キシリジン 95-78-3, 2,6-キシリジン 86-62-7, 2,3-ジメチルアニリン 87-59-2, 2,4-ジメチルアニリン 95-68-1, 2,5-ジメチルアニリン 95-78-3, 2,6-ジメチルアニリン 87-62-7, 3,4-ジメチルアニリン 95-64-7, 3,5-ジメチルアニリン 108-69-0	

許容濃度等： ACGIH 0.5 ppm (TLV-TWA) 日本産業衛学会 —	物性等： 融点・凝固点：-15℃ -36℃ 沸点、初留点及び沸騰範囲：213-226℃ 224℃ 蒸気圧：<20 Pa(20℃) 8.4 Pa(0.138 mmHg(25℃))
--	---

別名：ジメチルアニリン アミノジメチルベンゼン ジメチルフェニルアミン

サンプリング	分析
サンプラー：硫酸含浸フィルター (No. 225-9004, SKC) サンプリング流量：1.0 L/min 保存性： 冷蔵で少なくとも5日間まで変化がないことを確認（添加量 0.6–600.0 µg） ブランク： 検出されない	分析方法：ガスクロマトグラフ質量分析法 抽出：0.17N 水酸化ナトリウム 3 ml, トルエン 2 ml (内部標準物質；o-ethylaniline 9.5 µg/ml) 誘導体化試薬： Heptafluorobutyric Anhydride (HFAA) 機器： 7890A GC System+5975 inert XL MSD (Agilent) カラム：InertCap 1MS (GL Sciences) 30 m×0.25 mm, 0.25 µm 注入口温度：250℃ MSインターフェイスおよびイオン源温度：280℃, 230℃ m/z：定量イオン 317 確認イオン 148 (IS；定量イオン 317, 確認イオン 148) カラム温度：60℃ (1 min)–10℃/min–200℃ 注入法：パルスドスプリット(10:1) パルス圧 25 psi (1 min) 導入量：1 µl キャリアガス：He 1.00 ml/min 検量線：0.125–600 µg/ml の範囲で直線 リテンションタイム： キシリジン (2,6-, 2,5-, 2,4-, 3,5-, 2,3-, 3,4-の順)： 9.470, 9.604, 9.831, 10.053, 10.154, 10.562 (min) IS：9.229 (min)
精度	
回収率： 個人ばく露 83–101% (0.6–1200.0 µg) 作業環境 92–100% (0.6–50.0 µg) 装置の検出下限 (LOD) と定量下限 (LOQ) LOD 0.02–0.04 µg/Sample LOQ 0.05–0.15 µg/Sample 測定法の定量下限(LOQ) 0.6 µg/Sample 個人ばく露測定 0.50 ppb (4 h 捕集時) 作業環境測定 12.12 ppb (10 min 捕集時)	

適用：個人ばく露測定および作業環境測定（芳香族アミン 9 成分は分離可能）

妨害：—

参考文献：

- 製品安全データシート（キシリジン）：中央労働災害防止協会 安全衛生情報センター
- 山本忍ほか：作業環境中 o-トルイジンの測定方法の検討，作業環境，30（2），51–58，2009
- U.S. Department of Labor, Occupational Safety and Health Administration: Sampling & Analytical Methods Method no 73, 1998

作成日 平成 22 年 3 月 19 日

ニトロベンゼン標準測定法

構造式: C6H5NO2		分子量: 123.1	CASNo: 98－95－3
許容濃度等： 日本産業衛生学会 1ppm ACGIH 1 ppm		物性等 比重：1.2g/mL 沸点：210.8℃； 融点： 5.7℃ 蒸気圧：20 Pa（20℃）	
別名 ニトロベンゾール、ミルバン油			
サンプリング		分析	
サンプラー：シリカゲル（150/75mg） サンプリング流量：0.1 L/min サンプリング時間：480min 採気量：48L 保存性： シリカゲル管に添加し、冷蔵保存の場合、添加日より 7 日間まで冷蔵保存で変化なし。 ブランク：検出せず		分析方法：ガスクロマトグラフ法 脱着：エタノール 2 mL （内部標準物質を含む:2 ニトロトルエン（25 ug/100mL エタノール） 20min（超音波）振とう攪拌 機 器：HEWLETT PACKARD HP6890 SERIES II カラム：DB-WAX 60m×0.53mm×1.0um 注入口温度： 300℃ 検出器： ECD 300℃ カラム温度：185℃ 10min（定温） 分析時間 8 min 注入法：スプリットレス 導入量：2 uL キャリアガス：He 5.4 mL/min 検量線:エタノールで調製 0.016 から 10.0ug/mL まで直線性確認 （内部標準法）	
精度			
脱着（回収）率 1. 直接添加法 50mg/mL,1uL 添加、2mL のエタノールで脱着のとき脱着率 93.2% 定量下限 0.02ug/mL（脱着液 2mL で） 0.008ppm（採気量 1 L として） 8 時間曝露の場合 0.00002ppm			
適用：ポンプ法によるばく露濃度測定可能			
妨害			
メソッド 参考：NIOSH（NMAM） 2005			

アンチモン及びその化合物標準測定分析法

構造式: Sb ₂ O ₃ 、SbCl ₃ 、Sb ₂ S ₃ 、NaSbO ₃ ・3H ₂ O、Sb CAS No.: Sb ₂ O ₃ 1309-64-4、SbCl ₃ 10025-91-9、Sb ₂ S ₃ 1345-04-6、NaSbO ₃ ・3H ₂ O 15432-85-6、Sb 7446-36-0	
許容濃度等: 日本産業衛生学会: 0.1mg/m ³ (Sb として、スピンを除く) ACGIH 金属: 0.5mg/m ³	物性等 (Sb として) Sb-metal 分子量: 121.76: 沸点(°C): 587 Sb ₂ O ₃ 分子量: 291.52: 沸点(°C): 1550 SbCl ₃ 分子量: 228.12: 沸点(°C): 224 Sb ₂ S ₃ 分子量: 339.72: 沸点(°C): 1150 NaSbO ₃ ・3H ₂ O 分子量: 246.8: 沸点(°C): 1427
【化合物種】金属アンチモン、酸化アンチモン(III): 三酸化アンチモン、セスキ酸化アンチモン、塩化アンチモン(III): 三塩化アンチモン、トリクロロアンチモン、アンチモン酸三ナトリウム; アンチモン酸トリナトリウム、硫化アンチモン(III): 三硫化二アンチモン、輝安鉱 (スティブナイト)	
サンプリング	分 析
サンプラー: 作業環境 47mmφ 個人ばく露 35mmφ メンブランフィルター (AAWP04700、03500 日本ミリポア株) サンプリング流量: 2.0~10.0L/min サンプリング時間: 2.0L/min 480min(8h) 10.0L/min 10min 採気量: 100L 以上 保存性: 溶解後少なくとも 8 日間は常温で安定。 ブランク: メンブランフィルターに 10ng 程度検出	分析方法: ICP 発光法、ICP 質量分析法、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塩酸(1+1) 4ml、過酸化水素 1m を加え約 90℃で 30 分加熱し。冷却後、3%塩酸を加えて 10ml に定容する。 総アンチモンとして定量 機器: ICP 発光分析装置 JY2000 ULTRACE (JOBIN YVON) ICP 質量分析装置 Agilent7700 ICP-MS (Agilent) 黒鉛炉原子吸光装置 HITACHI Z5010 ICP 発光分析装置測定条件 測定波長 217.581nm 出力 1.0KW プラズマガス アルゴン 1L/min 試料注入量 約 1mL/min ICP 質量分析装置測定条件 測定質量数 (m/z) 121 (定量用)、123 (検討用) 出力 1.4KW キャリアーガス アルゴン 1L/min 試料注入量 約 1mL/min 黒鉛炉原子吸光装置測定条件 測定波長 217.63nm 温度条件 dry 80~120℃ 60 s、ash 1000℃ 10 s atom 2300℃ 試料注入量 10μl 検量線: 酸溶液(塩酸 3%)で調整 黒鉛炉原子吸光法 0ng、1.0、3.0、5.0、10.0ng/mL ICP 質量分析法 0.0、0.1、0.5、1.0、5.0、10.0、50.0、100ng/mL ICP 発光分析法 0.0、0.1、0.5、1.0、5.0、10.0、50.0、100μg/mL 定量法: 絶対検量線法
精 度	
回収率 各化合物別に 78.2-104.5% ICP 発光分析法 検出下限 (3σ) 0.01 μg/mL (最終試料液濃度) 定量下限 (10σ) 0.05 μg/mL (最終試料液濃度) 5.00μg/m ³ (採気量 10L/min×10min・最終試料液量 10mL) 0.52μg /m ³ (採気量 2L/min×480min・最終試料液量 10mL) ICP 質量分析法 検出下限 (3σ) 0.03ng/mL (最終試料液濃度) 定量下限 (10σ) 0.1ng/mL (最終試料液濃度) 0.01μg /m ³ (採気量 10L/min×10min・最終試料液量 10mL) 0.001μg /m ³ (採気量 2L/min×480min・最終試料液量 10mL) 黒鉛炉原子吸光法 検出下限 (3σ) 1.7ng/mL (最終試料液濃度) 定量下限 (10σ) 5ng/mL (最終試料液濃度) 0.5μg /m ³ (採気量 10L/min×10min・最終試料液量 10mL) 0.05μg /m ³ (採気量 2L/min×480min・最終試料液量 10mL)	
適用	
妨害	
参考	

2-アミノエタノールの測定分析法

化学式: C ₂ H ₇ NO		分子量: 61.08	CAS No: 141-43-5
許容濃度等: 産業衛生学会		3 ppm	物性等: 比重: 1.018 BP: 171℃
ACGIH		3 ppm	MP: 10℃ VP: 53 Pa (20℃)
別名: モノエタノールアミン			
サンプリング		分析	
サンプラー: 硫酸含浸ガラスファイバーフィルター 303 (株式会社ガステック) サンプリング流量: 1.0 L/min 保存性: 冷蔵で、少なくとも 5 日間は変化がないことを確認 (添加量 1.79, 17.9, 1790 µg) ブランク: 0.100 µg/sample 程度検出される		分析方法: 高速液体クロマトグラフ分析法 抽出: 0.15 M NaOH 5 mL 誘導体化試薬: 9-fluorenylmethyl chloroformate (FMOC) 装置: Prominence UFLC (島津製作所社製) カラム: Ascentis RP-Amide (3 µm, 150 x 4.6 mm I.D.) (Supelco 社製) カラム温度: 50℃ 移動相: A (水), B (アセトニトリル) グラジエント条件: 45% B (0-8 min)→90% B (8.01-10) →45% B (10.01-20) 流速: 1.0 mL/min 検出器: フォトダイオードアレイ検出器 (PDA) (検出波長: 190 nm-400 nm, 定量波長: 265 nm) 蛍光検出器 (FL) (励起波長 (Ex) 272 nm, 蛍光波長 (Em) 311 nm) 注入量: 5 µL 検量線: 0.0359-35.9 µg/ mL (FL 検出器) 0.0359-718 µg/ mL (PDA 検出器) 定量法: 絶対検量線法	
精度			
回収率: 86-99% (0.747-3580 µg) (4 h 捕集時) 装置の検出下限 (LOD) と定量下限 (LOQ) FL 検出器: LOD (0.00733 µg/sample), LOQ (0.0244 µg/sample) PDA 検出器: LOD (0.0423 µg/sample), LOQ (0.141 µg/sample) 測定法の定量下限(LOQ) 0.750 µg/sample 個人ばく露測定 1 ppb (4 h 捕集時) 作業環境測定 30 ppb (10 min 捕集時)			
適用: 個人ばく露測定および作業環境測定			
妨害: 1 級および 2 級アミン化合物			
参考文献: 2-アミノエタノールの測定・分析法に関する検討結果 報告書			

作成日 2011/03/03

(別紙) メチレンビス (4,1 - フェニレン) =ジイソシアネート (MDI) の分析法

化学式: C ₁₅ H ₁₀ N ₂ O ₂		分子量: 250.2	CAS No.: 101-68-8
許容濃度等： ACGIH 0.005 ppm (5ppb) 日本産業衛学会 0.05 mg/m ³		物性等 BP : 208℃ / 1kPa、MP : 37℃ VP : <1mPa (25℃)	
別名 MDI			
サンプリング		分析	
サンプラー：ピペラジン含浸ガラスファイバーフィルター+カセット (Supelco ORBO80 coated Filter+Casset)		分析方法：高速液体クロマトグラフ / 蛍光検出器	
サンプリング流量： 1L / min (定点、個人ばく露)		脱着：アセトニトリル:DMSO=9:1 4mL	
サンプリング時間：30min (定点) 240min (個人ばく露)		分析機器：日立 L2000 シリーズ	
採気量：30L (定点)、 240L (個人ばく露)		注入量：20μL	
保存性：冷蔵 (4℃) で 5 日間、保存可能		移動相： A：酢酸アンモニウム緩衝液 0.01M (pH6.2) B：アセトニトリル (A：B=70：30) 14 分→ (A：B=60：40) 12 分→ (A：B=70：30) 9 分	
精度		流量：1.6mL / min	
脱着率：直接添加法 アセトニトリル：DMSO=9:1 4mL 脱着 添加量 0.4 μg,20 μg,40 μg において 脱着率 104.8%～105.7%		カラム：Ascentis RP-Amide (15cm×4.6mm I.D., 5μm) (Supelco 社製)	
通気試験における回収率：1.0L/min×240 分間 添加量 0.4 μg,20 μg,40 μg で 回収率 103.0～113.5%		カラム温度：40℃	
検出下限 (3SD)：0.02 μg/ mL 定量下限 (10SD)：0.05 μg/ mL 採気量 30 L 0.3 ppb (2.93 μg / m ³) 採気量 240 L 0.037 ppb (0.37 μg / m ³)		測定波長：励起波長 240nm、測定波長 370nm	
		検量線： 0.02～4.3μg/ mL の範囲で直線性あり	
		定量法：絶対検量線法	
適用：			
妨害：			
参考文献：OSHA METHYLENE BISPHENYL ISOCYANATE (MDI) Method No.47			

作成日 平成 23 年 3 月 18 日