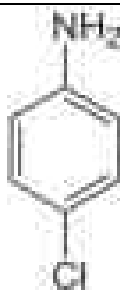


p-クロロアニリンの測定・分析手法に関する検討結果報告書

1. はじめに

p-クロロアニリンは、農薬・医薬品の原料、染料中間体、樹脂架橋剤などに用いられている。表1に物理化学的性状および許容濃度を示す¹⁾。外観は無色から黄色の結晶性粉末であり、光と空気の存在下および高温下で分解する。水への溶解度は0.39g/100mL(20)であり、大部分の有機溶媒に溶解する。p-クロロアニリンは、ベンゼン環の4位が塩素化されたアニリンであり、2位、3位が塩素化したo-クロロアニリン、m-クロロアニリンも含め3種類の位置異性体がある²⁾。

表1 p-クロロアニリンの物理化学的性状

CAS No.	106-47-8	
別名	4-クロロアニリン、1-アミノ-4-クロロベンゼン	
用途	農薬・医薬品の原料、染料中間体、樹脂架橋剤	
構造式		
分子量	127.57	
物性	比重	1.4(密度)
	沸点	232
	融点	69-72.5
	蒸気圧	2 Pa(20)
	形状	無色-黄色結晶
許容濃度等	日本産業衛生学会	未設定
	OSHA	未設定
	NIOSH	未設定
	ACGIH	未設定

ばく露防止および保護措置における管理濃度は現在未設定であり、許容濃度も日本産業衛生学会およびACGIHともに現在設定されていない³⁾。p-クロロアニリンの測定手法は、OSHA Method No.PV2109 に示されており⁴⁾目標濃度は5 ppmとしている。そこで、目標気中濃度を5 ppmから更に低濃度の1 ppmに設定し、蒸気圧が2 Paであることから目標気中濃度の1/1000から2倍の範囲における蒸気捕集および分析方法について検討を行った。なお、粒子が存在する場合は、追加の検討が必要である。

2. 文献調査

現在、p-クロロアニリンの測定およびその分析方法に関する公定法としてOSHA Method No.PV2109が示されている。捕集方法は、シリカゲルチューブ(20 - 40メッシュ、前部150 mg + 後部75 mg)を用いた固体捕集方法が採用されており、メタノールによる脱着後、HPLC (UV 254 nm)で分析している。

3. 予備検討

位置異性体のo、m、p-クロロアニリンは、用途が共通するため作業環境中に混在する懸念が

ある。そこで、HPLCによる分離条件の検討を行った。検討方法は、HPLC溶離液に緩衝液（20 mMリン酸緩衝液pH2.7、pH6.5）を用い測定した。表2-1に試薬詳細、表2-2に装置および分析条件を示す。

表2-1 予備検討に用いた試薬詳細

試薬名	メーカー	グレード	純度	Cat.No
p-クロロアニリン	和光純薬工業(株)	特級	98.0%	036-02342
m-クロロアニリン	和光純薬工業(株)	特級	97.0%	037-02333
o-クロロアニリン	和光純薬工業(株)	特級	98.0%	033-02313
リン酸	和光純薬工業(株)	特級	85.0%	167-02166
メタノール	和光純薬工業(株)	HPLC用	99.7%	132-06471
リン酸水素二カリウム	和光純薬工業(株)	特級	99.0%	164-04295
リン酸二水素カリウム	和光純薬工業(株)	特級	99.5%	169-04245

1) o、m、p-クロロアニリン標準原液および混合標準溶液

標準原液は、o、m、p-クロロアニリンを各々10 mg秤量し、メタノールで溶解の後、全量10 mLに定容した。混合標準溶液はo、m、p-クロロアニリン標準原液を同量分取し、メタノールで適宜希釈した。

2) 検討2) 20 mMリン酸緩衝液(pH 6.5)

- (A) リン酸水素二カリウムを3.4836g秤量し、純水を加えて全量1000 mLに定容する。
- (B) リン酸二水素カリウムを2.7218g秤量し、純水を加えて全量1000 mLに定容する。
- (C) (A) 750 mL、(B) 350 mLを混合する。

3) 検討3) 20 mMリン酸緩衝液(pH 2.7)

リン酸二水素カリウムを2.7218g秤量し、約900 mLの純水で攪拌溶解する。そこへ、20%リン酸水溶液を3.0 mL添加し、純水を加えて全量1000 mLに定容する。

表2-2 装置および分析条件

装置	日立高速液体クロマトグラフ Chromaster
カラム	LaChrom Ph (4.6 mm I.D.×150 mmL、5 μm) P/N 891-5068 日立ハイテクサイエンス製
溶離液	検討1) H ₂ O/メタノール = 65/35 検討2) 20 mM リン酸緩衝液 (pH6.5) /メタノール = 65/35 検討3) 20 mM リン酸緩衝液 (pH2.7) /メタノール = 65/35
流速	1.0 mL/min
カラム温度	40
検出器 (DAD)	測定波長 240 nm/バンド幅 10 nm (波長範囲 200 ~ 400 nm)
試料注入量	20 μL

図1に、各溶離液条件で測定したクロマトグラム重ね書きを示す。p-クロロアニリンは、検討3)に示す緩衝液pH2.7を用いて測定することでo、m-クロロアニリンと完全に分離する。予備検討結果より、HPLC溶離液の緩衝液は20 mMリン酸緩衝液(pH 2.7)を採用する事とした。また、サンプリングにより他の化学物質が混在した場合の分離も考慮し、メタノール比率を時間とともに順次上げていくリニアグラジエント溶離を採用した。

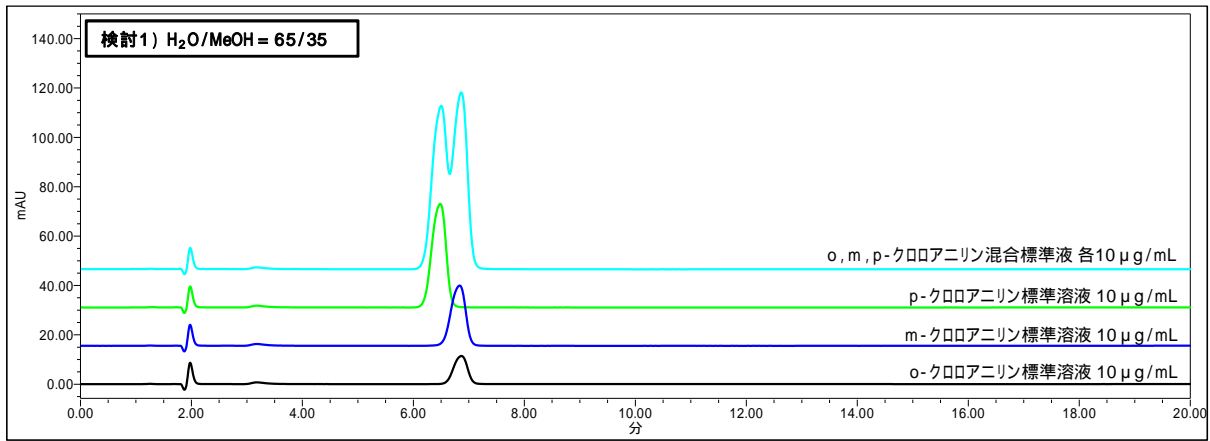


図 1-1 検討 1) $\text{H}_2\text{O}/\text{MeOH} = 65/35$ 溶離液によるクロマトグラム重ね書き

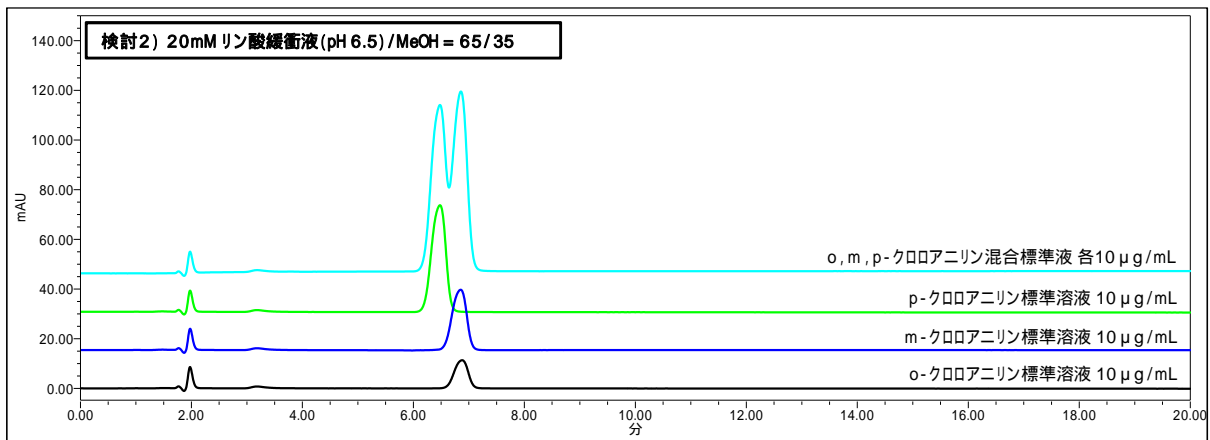


図 1-2 検討 2) 20 mM リン酸緩衝液 (pH6.5)/MeOH = 65/35 溶離液によるクロマトグラム重ね書き

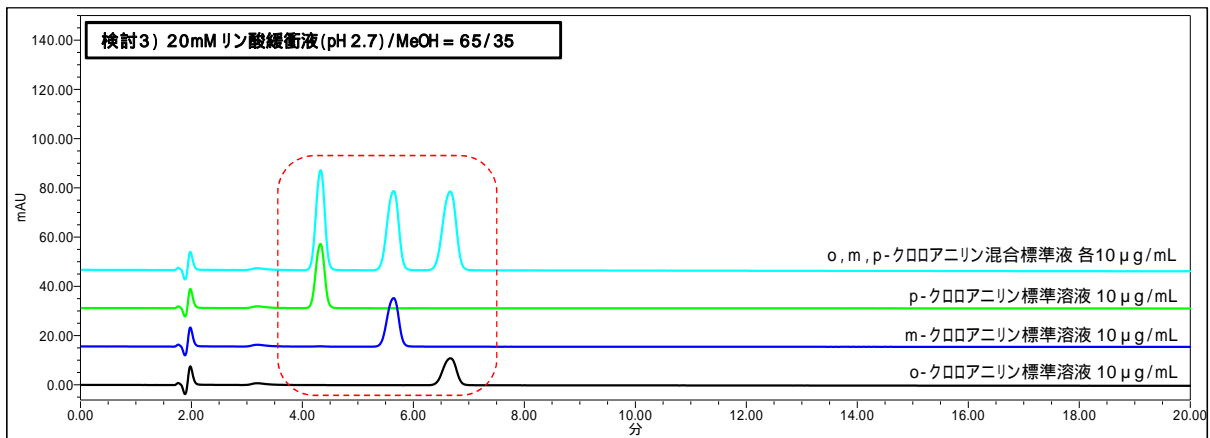


図 1-3 検討 3) 20 mM リン酸緩衝液 (pH2.7)/MeOH = 65/35 溶離液によるクロマトグラム重ね書き

4. 捕集および分析条件

4-1. 試薬

検討には表3に示す試薬を使用した。

表3 試薬詳細

試薬名	メーカー	グレード	純度	Cat.No
p-クロロアニリン	和光純薬工業(株)	特級	98.0%	036-02342
リン酸	和光純薬工業(株)	特級	85.0%	167-02166
メタノール	和光純薬工業(株)	HPLC用	99.7%	132-06471
リン酸二水素カリウム	和光純薬工業(株)	特級	99.5%	169-04245

1) p-クロロアニリン標準原液

p-クロロアニリン(和光純薬工業製)を500 mg秤量し、メタノールで溶解の後、全量10 mLに定容し5%の標準原液とした。なお、この標準原液は褐色バイアル瓶で密閉保存した。

2) p-クロロアニリン標準溶液

検量線作成および溶液添加に用いる標準溶液は、標準原液をメタノールで適宜希釈し調製した。なお、この標準溶液は褐色バイアル瓶で密閉保存した。

3) 20 mMリン酸緩衝液(pH 2.7)

リン酸二水素カリウムを2.7218 g秤量し、約900 mLの純水で攪拌溶解する。そこへ、20%リン酸水溶液を3.0 mL添加し、純水を加えて全量1000 mLに定容した。

4-2 . 捕集方法

捕集ポンプはSKC製Poket Pump 210-1002を使用した。OSHA Method No.PV2109では、サンプラーにシリカゲルチューブ(20 - 40メッシュ、前部150 mg + 後部75 mg)を用い、0.1 L/minで空気を吸引している。しかし、シリカゲル量が少ないため破過が懸念される事から、本検証試験では柴田科学製シリカゲルチューブ・スタンダード型(20 - 40メッシュ、前部520 mg + 後部260 mg)を採用し(図2)、脱着溶媒にはメタノールを用いた。

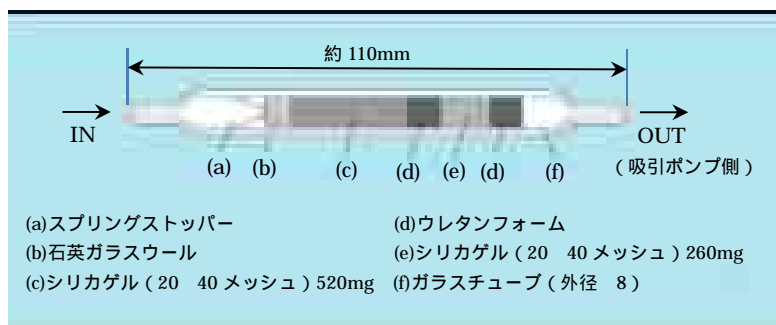


図2 シリカゲルチューブ・スタンダード型

出典：柴田科学(株)HP, 製品詳細

脱着時間を確認するため、p-クロロアニリン標準溶液を目標濃度1 ppmの1/50倍になるようシリカゲルチューブの前部に直接添加し、室内空気を0.2 L/minで10分間通気した。シリカゲル(前部 + 後部)をネジ口瓶に入れ、メタノール3 mLを添加し、静置5、30、60分間(静置後に手で数回振とう)および超音波抽出1分間による回収率を確認した。表4に脱着時間の結果を示す。5から60分間の静置で99%以上の高い回収結果が得られた。この事から、脱着の静置時間は5分間とした。なお、超音波抽出は、ブランク溶液に多数の夾雑成分が検出されるため行わない事。

表4 脱着時間の確認

室温26.7~28.5、湿度30.0~41.4%

捕集量 (L)	添加量 (μg)		溶媒脱着		定量値 (μg)	回収率 (%)
			方法	時間 (min)		
10	5.002	1/50E	静置	5	4.958	99.1
				30	4.965	99.3
				60	4.974	99.5
			超音波	1	5.002	100.0

図3に添加回収率(通気試験)の操作フローを示す。p-クロロアニリン標準溶液は、目標濃度1 ppmの1/1000、1/50、2倍濃度になるようシリカゲルチューブの前部に直接添加した。その後、室内空気を0.2 L/minで240分間通気した。通気後は、シリカゲル(前部+後部)をネジ口瓶に入れ、メタノール3 mLを添加し5分間静置した。静置後、手で数回振とうし、上澄み液をマイクロチューブに移し入れ、遠心分離(13000 rpm、10、20分間)を行った。遠心分離後の上澄み液はHPLC用バイアルに移し入れ、試料溶液とした。

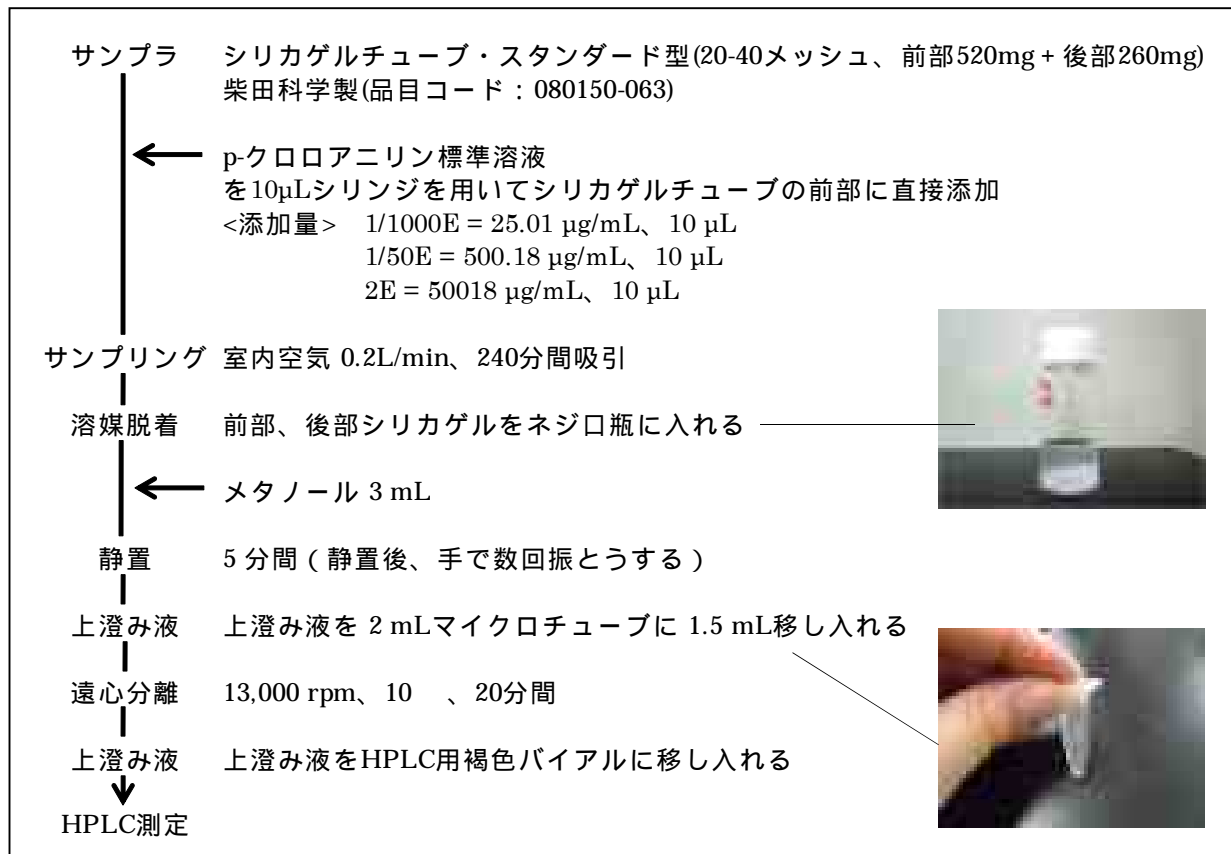


図3 添加回収率(通気試験)の操作フロー

4-3 . 分析条件

装置および分析条件を表5に示す。装置は、日立ハイテクサイエンス製の高速液体クロマトグラフChromasterを使用した。カラムは、充填剤にフェニルブチル基を有するLaChrom Ph(日立ハイテクサイエンス製)を採用した。

表5 装置および分析条件

装置	日立高速液体クロマトグラフ Chromaster		
カラム	LaChrom Ph (4.6 mm I.D.,×150 mmL、 5 μm) P/N 891-5068 日立ハイテクサイエンス製		
溶離液	A) 20 mM リン酸緩衝液(pH2.7) B) メタノール		
グラジエントタイムプログラム	時間(min)	%A	%B
	0.0	70	30
	0.5	70	30
	10.0	40	60
	10.1	70	30
	20.0	70	30
流速	1.0 mL/min		
カラム温度	40		
検出器 (DAD)	測定波長 240 nm/バンド幅 10 nm(波長範囲 200 ~ 400 nm) 応答速度 1 s、収集間隔 400 ms		
試料注入量	20 μL		

5 . ブランク

未使用のシリカゲルチューブのシリカゲル(前部 + 後部)をネジ口瓶に入れ、メタノール3 mLを入れて5分間静置した。静置後、手で数回振とうし、上澄み液をマイクロチューブに移し入れ遠心分離 (13000 rpm、10、20分間)を行い、上澄み液をブランク溶液とした。ブランク溶液は3検体調製し、HPLCで測定した。図4にブランク溶液のクロマトグラムを示す。確認に供したシリカゲルからは、p-クロロアニリンピークの保持時間に重なる夾雑成分の溶出は認められなかった。

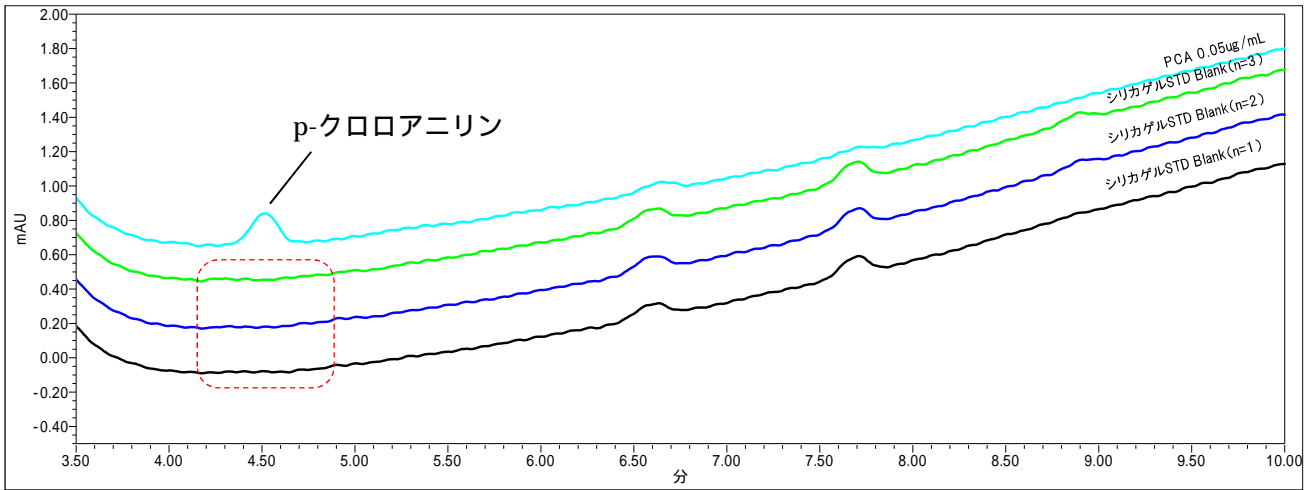


図4 ブランク溶液のクロマトグラム
(保持時間確認：p-クロロアニリン標準溶液 0.05 μ g/mL)

6. 光分解の確認

サンプリングによるp-クロロアニリンの光分解を確認した。p-クロロアニリン標準溶液を目標濃度 1 ppmの1/1000、1/50、2倍濃度になるよう、シリカゲルチューブ前部に直接添加した。シリカゲルチューブをアルミホイルで蔽い、遮蔽の有無による光分解を比較した。サンプリング操作は、添加回収率(通気試験)の操作フローに準じて行った。図5、表6に光分解試験結果を示す。遮蔽無しの場合、1/1000Eは12.3%、1/50Eは4.8%、2Eは6.6%の回収率低下が確認された。この結果より、以降の確認はシリカゲルチューブをアルミホイルで遮蔽する事とした。

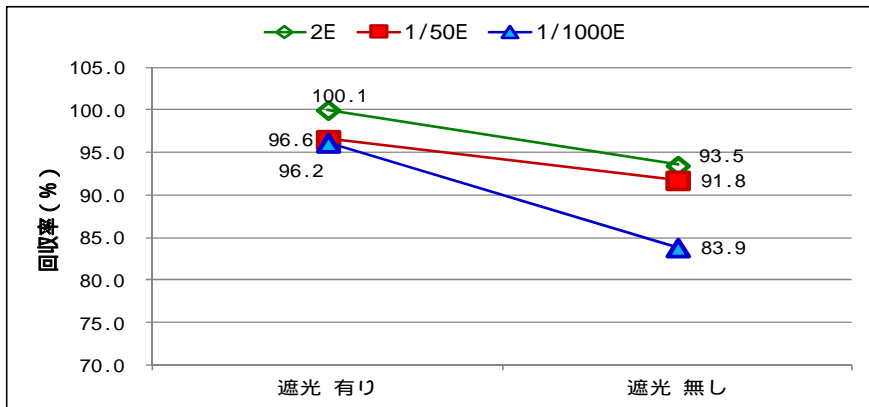


図5 遮蔽の有無による光分解比較

表6 光分解試験結果(n = 3) 室温26.7 ~ 28.5、湿度30.0 ~ 41.4%

捕集量 (L)	添加量 (μ g)		遮光	サンプル数	定量値 (μ g)	回収率 (%)	標準偏差 (o)	変動係数 (C.V.%)
48	0.250	1/1000E	有り	(n=3)	0.241	96.2	2.75	2.86
			無し		0.210	83.9	1.26	1.50
	5.002	1/50E	有り		4.830	96.6	2.89	2.99
			無し		4.591	91.8	1.15	1.25
	500.2	2E	有り		500.5	100.1	0.15	0.15
			無し		467.8	93.5	0.68	0.73

7. 破過

サンプラーの破過試験は、目標濃度(1 ppm)の2倍濃度になるようにp-クロロアニリン標準溶液(50018 µg/mL) 10 µLを、シリカゲルチューブ前部のシリカゲルに直接添加した。サンプリング操作は、図3の添加回収率(通気試験)操作フローに準じて行った。サンプリング操作は、図4の添加回収率(通気試験)操作フローに準じて行った。通気後は、シリカゲルチューブ前部、後部のシリカゲルを別々のネジ口瓶に入れ、メタノール3 mLを添加し静置(5分間)、遠心分離(13000 rpm、10、20分間)を行いHPLCで測定した。表7に破過試験結果を示す。室内空気を0.2 L/minで240分間通気させても、シリカゲル後部への破過は生じない事を確認した。

表7 破過試験結果(n = 2) 室温26.7~28.5、湿度30.0~41.4%

No	捕集量(L)	添加量(µg)		シリカゲル前部		シリカゲル後部	
				定量値(µg)	回収率(%)	定量値(µg)	回収率(%)
1	48	500.2	2E	500.0	100.0	0.000	0.0
2				496.5	99.3	0.000	0.0

8. 脱着率

脱着率試験は、p-クロロアニリン標準溶液を目標濃度(1 ppm)の1/1000、1/50、2倍濃度になるようにシリカゲルチューブ前部のシリカゲルに直接添加した。その後、室内空気を0.2 L/minで10分間通気した。通気後は、シリカゲルチューブ両端を付属のPEチャップで密栓し、冷暗所(4)で一晩安定させた。その後、脱着操作(図3参照)を行いHPLCで測定した。表8に脱着試験結果を示す。脱着率は99.6%から99.8%であり、全ての水準において90%以上を示した。

表8 脱着率試験結果(n = 5) 室温26.7~28.5、湿度30.0~41.4%

捕集量(L)	添加量(µg)		サンプル数	定量値(µg)	回収率(%)	標準偏差(σ)	変動係数(C.V.%)
10	0.250	1/1000E	(n = 5)	0.249	99.6	3.37	3.39
	5.002	1/50E		4.986	99.7	1.02	1.02
	500.2	2E		499.0	99.8	0.80	0.81

9. クロマトグラム

p-クロロアニリン標準溶液のクロマトグラムおよびスペクトルを図6に示す。

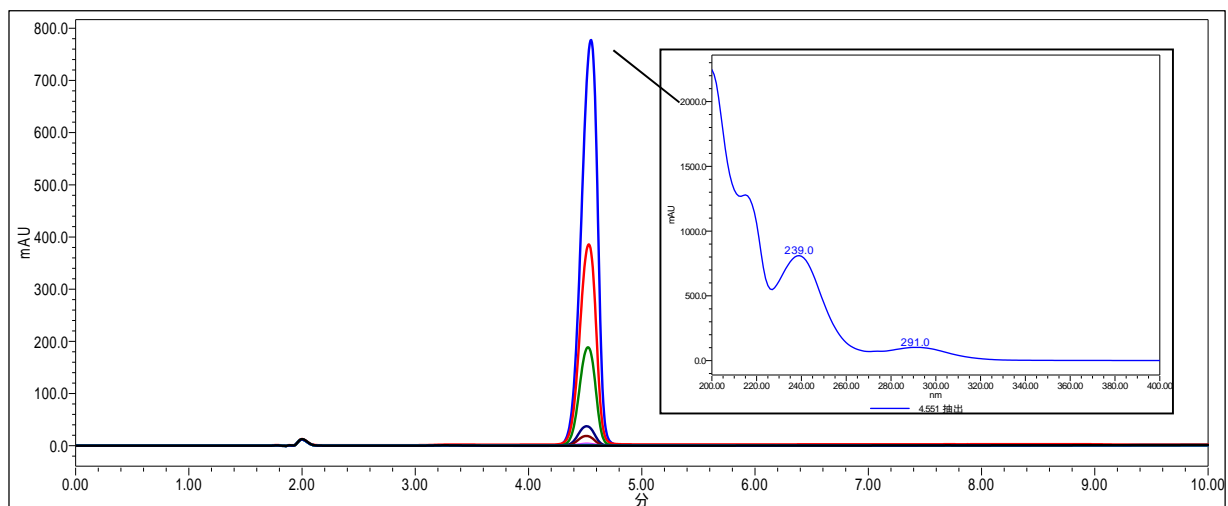


図6 p-クロロアニリン標準溶液(0-200µg/mL)のクロマトグラム重ね書きおよびスペクトル

10. 検量線

検量線は、p-クロロアニリン標準溶液をメタノールで希釈し、0.05、0.1、0.5、1、5、10、50、100、200 µg/mLの9段階の標準系列を調製し、直線性を確認した。表9にピーク面積値、図7には検量線を示す。0.05～5 µg/mLの低濃度範囲は相関係数(R2)1.0000、0.05～200 µg/mLの広範囲濃度においては相関係数 (R2) 0.9999を示し、良好な直線性が得られた。

表9 ピーク面積値

濃度 (µg/mL)	面積値
0.00	0
0.05	1828
0.10	3717
0.50	18639
1.00	37442
5.00	188697
10.00	378299
50.00	1899463
100.00	3850675
200.00	7808140

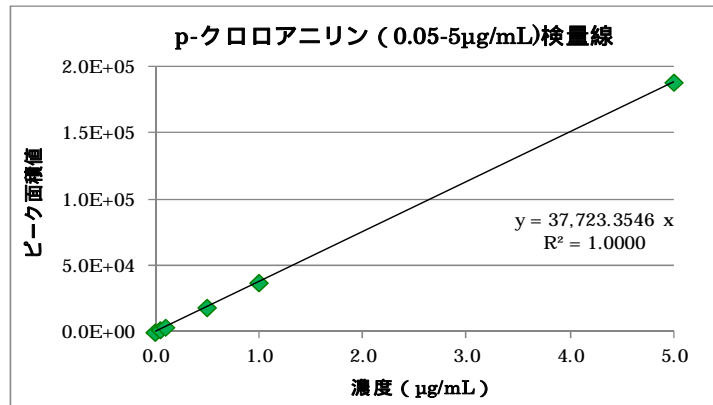


図 7-1 検量線(0.05-5 µg/mL)

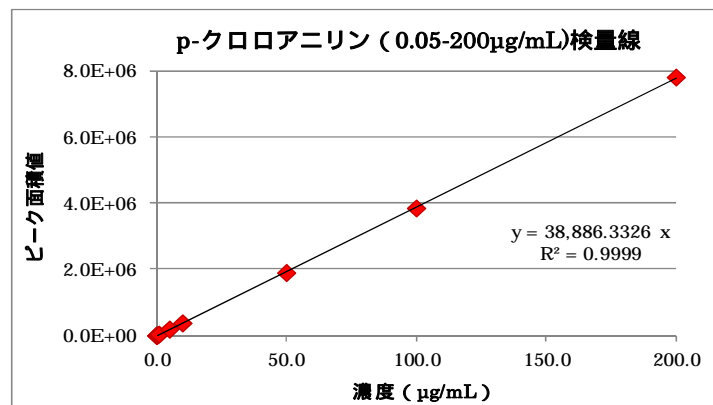


図 7-2 検量線(0.05-200 µg/mL)

11. 検出下限および定量下限

p-クロロアニリン標準溶液0.05 µg/mL (0.2 L/minで240分間通気した場合の気中濃度は0.00060 ppm、目標濃度1 ppmの1/1668倍に相当)を6検体測定し、定量値から検出下限値 (3σ) および定量下限値(10σ)を求めた。繰り返し測定による定量値の変動係数は3.068%、検出下限値は0.0044 µg/mL、定量下限値は0.0148 µg/mLであった。定量下限値より求められる気中濃度は、48 L通気(最終溶液量 3 mL)で0.000178 mg/m³であり目標濃度の1/5625となった(表10)。

表10 検出下限値および定量下限値

	検出下限値(3σ)	定量下限値(10σ)
溶液濃度 (µg/mL)	0.0044	0.0148
48 L通気による気中濃度(ppm)	0.000053	0.000178

< 計算式 >

$$\text{気中濃度 (ppm)} = \text{定量下限値濃度 (µg/mL)} \times \text{最終試料液量 (mL)} \times \frac{24.47 (\text{L})}{127.57 \times \text{吸引空気捕集量 (L)}}$$

1 2 . 添加回収率(通気試験)

添加回収率(通気試験)は、図3の添加回収率(通気試験)操作フローに準じて行った。p-クロロアニリン標準溶液は、目標濃度(1 ppm)の1/1000、1/50、2倍濃度になるように、シリカゲルチューブ前部に直接添加した。表11に添加回収率(通気試験)結果を示す。回収率は96.2から100.1%であり、全ての水準において90%以上である事を確認した。

表11 添加回収率(通気試験)結果(n=3)

室温26.7~28.5、湿度30.0~41.4%

捕集量 (L)	添加量 (μg)		サンプル数	定量値 (μg)	回収率 (%)	標準偏差 (σ)	変動係数 (C.V.%)
48	0.250	1/1000E	(n = 3)	0.241	96.2	2.75	2.86
	5.002	1/50E		4.830	96.6	2.89	2.99
	500.2	2E		500.5	100.1	0.15	0.15

1 3 . 保存性

保存性試験は、p-クロロアニリン標準溶液を、目標濃度(1 ppm)の1/1000、1/50、2倍濃度になるように、シリカゲルチューブ前部に直接添加した。その後、室内空気を0.2L/minで240分間吸引し通気した。通気後は、シリカゲルチューブ両端を付属のPEチャップで密栓し、冷暗所(4)で保存した。保存日数は、通気直後の0日目を基準とし、1、4、7日後に脱着操作(図3)を行いHPLCで測定した。表12、図8に保存性試験結果を示す。高濃度(1/50E、2E)は各濃度、日数において90%以上の保存率を示した。低濃度(1/1000E)は、1日間保存で91.4%(8.6%低下)、4日間は73.2%(26.8%低下)、7日間保存は40.2%(59.8%)と保存日数経過による低下を示し、90%以上の保存率を確保できたのは1日間までであった。

表12 保存性試験結果(n=3) 室温26.7~28.5、湿度30.0~41.4%

添加量0.250ug (1/1000E)							
捕集量 (L)	保存日数 (日)	サンプル数	定量値 (μg)	回収率 (%)	保存率 (%)	標準偏差 (σ)	変動係数 (C.V.%)
48	0	(n = 3)	0.241	96.2	100.0	2.75	2.86
	1		0.220	87.9	91.4	1.39	1.58
	4		0.176	70.5	73.2	1.66	2.36
	7		0.097	38.7	40.2	12.78	33.00
添加量5.002ug (1/50E)							
捕集量 (L)	保存日数 (日)	サンプル数	定量値 (μg)	回収率 (%)	保存率 (%)	標準偏差 (σ)	変動係数 (C.V.%)
48	0	(n = 3)	4.83	96.6	100.0	2.89	2.99
	1		4.80	96.0	99.5	0.54	0.56
	4		4.63	92.5	95.8	0.84	0.91
	7		4.58	91.5	94.7	4.50	4.92
添加量500.2ug (2E)							
捕集量 (L)	保存日数 (日)	サンプル数	定量値 (μg)	回収率 (%)	保存率 (%)	標準偏差 (σ)	変動係数 (C.V.%)
48	0	(n = 3)	500.5	100.1	100.0	0.15	0.15
	1		495.8	99.1	99.1	1.19	1.20
	4		484.1	96.8	96.7	0.54	0.56
	7		482.8	96.5	96.5	0.79	0.82

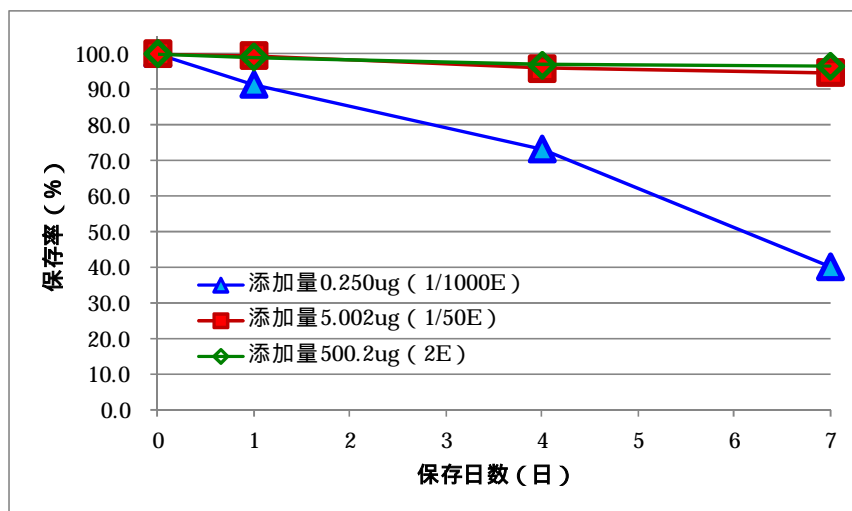


図8 0-7日間の保存安定性試験結果

前項の結果より、p-クロロアニリンは保存時の経過日数により分解し易く、特に低濃度は分解が著しい結果が得られた事から、サンプリング後のシリカゲルの保存方法を検討した。p-クロロアニリン標準溶液を、目標濃度(1 ppm)の1/1000倍濃度になるようにシリカゲルチューブ前部に直接添加した。その後、室内空気を0.2 L/minで240分間通気した。通気後は、シリカゲル(前部+後部)をネジ口瓶に移し入れ、メタノール3 mLを添加し、キャップで密閉してから冷暗所(4℃)で7日間保存した。図9。表13に結果を示す。低濃度(1/1000 E)の場合でも、サンプリング後、速やかに脱着する事で7日間の保存(保存率97.8%)が可能である。また、脱着率試験(約12時間保存)および前項の保存性試験結果から考察すると、密栓したシリカゲルチューブの保存期間目安は1日間であ

り、サンプリング後、HPLC測定まで日数を要する場合は速やかに脱着し、メタノール溶液として保存する必要がある。

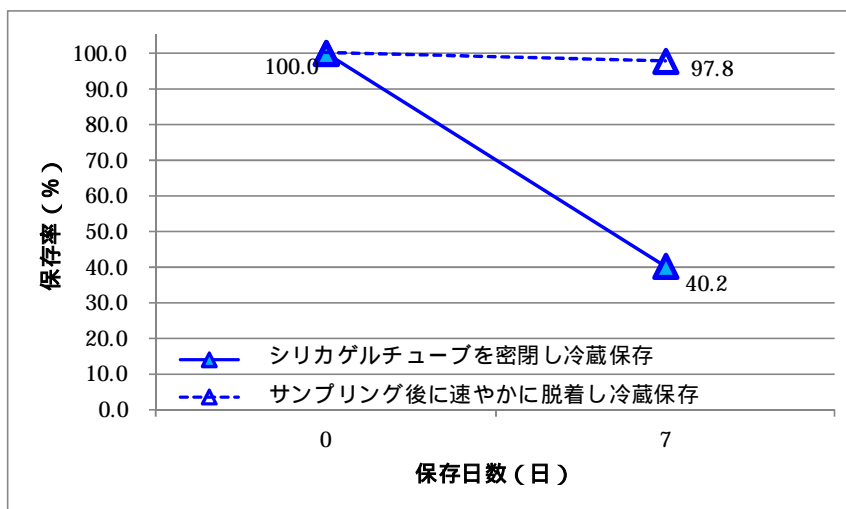


図9 サンプリング後の保存方法検討結果

表13 サンプリング後の保存方法検討結果(n=3) 室温26.7~28.5、湿度30.0~41.4%

添加量 (µg)	保存方法	保存日数 (日)	サンプル数	定量値 (µg)	回収率 (%)	保存率 (%)	変動係数 (C.V.%)
0.250	1/1000E	0	(n = 3)	0.241	96.2	100.0	2.86
		7		0.097	38.7	40.2	33.00
		0		0.241	96.2	100.0	2.86
		7		0.235	94.1	97.8	1.27

14. まとめ

検討の結果、本法は個人ばく露測定手法として0.02~2 ppmの濃度範囲(1 ppmの1/50から2倍濃度)を分析出来る手法であることを確認した。なお、サンプリング後、速やかに脱着する事で、低濃度0.001 ppm (1 ppmの1/1000倍濃度)でも7日間の保存が可能となり、良好に分析できる事を確認した。

以上の検討結果を標準測定分析法として別紙にまとめた。

15. 参考文献

- 1) GHSモデルラベル・SDS情報 製品安全データシート「パラ-クロロアニリン」2006年10月23日改定、厚生労働省、入手先 <<http://anzeninfo.mhlw.go.jp/anzen/gmsds/0111.html>> , 参照2014/12/5 .
- 2) IPCS (2003) , 4-Chloroanilin , Concise International Chemical Assessment Document No48 .
- 3) 日本産業衛生学会 , 2005、ACGIH , 2005
- 4) OSHA (1992) Chemical sampling information , p-Chloroaniline. Washington , DC , US Department of Labor , Occupational Safety and Health Administration , at website . <<https://www.osha.gov/dts/sltc/methods/partial/t-pv2109-01-8609-ch/t-pv2109-01-8609-ch.html>>

(別紙)

p-クロロアニリン標準測定分析法

化学式：C ₆ H ₆ ClN		分子量：127.57	CASNo：106-47-8																				
許容濃度等： ACGIH TLV - TWA 未設定 OSHA PER - TWA 未設定 日本産業衛生学会 未設定		物性等 沸点：232 融点：69 - 72.5 蒸気圧：2 Pa(20) 形状：無色-黄色結晶																					
別名 4-クロロアニリン、1-アミノ-4-クロロベンゼン																							
サンプリング		分析																					
サンプラー：シリカゲルチューブ・スタンダード型20-40メッシュ、前520 mg+後260 mg(柴田科学(株)製) サンプリング流量：0.2 L/min サンプリング時間：4時間(48 L) 要遮蔽 保存性：サンプリング後、速やかに脱着しメタノール溶液(遮蔽要)として冷蔵保存する。添加量0.25 µg、5.002µg、500.2µgにおいて冷蔵で7日間は安定。		分析方法：高速液体クロマトグラフ法 抽出溶液：メタノール3 mL(HPLC用) 脱着操作：静置5分間(静置後、数回振とう) 標準溶液：p-クロロアニリンをメタノールで溶解する。 分析条件： 機器：Chromaster (株)日立ハイテクサイエンス製 カラム：LaChrom Ph (4.6 mmI.D.×150 mmL, 5 µm)、P/N 891-5068 (株)日立ハイテクノロジーズ製 カラム温度：40 移動相：(A)20 mMリン酸緩衝液 pH2.7) ¹⁾ (B)メタノール 1)リン酸二水素カリウム2.7218 gを純水で溶解し20%リン酸水溶液3 mLを添加。純水で全量1 Lに定容。																					
精度																							
脱着率；添加量 0.25 µgの場合 99.6% 5.002 µg 99.7% 500.2 µg 99.8%																							
回収率；添加量 0.25 µgの場合 96.2% (4時間) 5.002 µg 96.6% 500.2 µg 100.1%																							
定量下限 (10σ) 0.0148 µg/mL 0.000178 ppm (採気量；48 L)																							
検出下限 (3σ) 0.0044 µg/mL 0.000053 ppm (採気量；48 L)		<table border="1"> <thead> <tr> <th></th> <th>時間 (min)</th> <th>%A</th> <th>%B</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td rowspan="5">グラジエントタイムプログラム</td> <td>0.0</td> <td>70</td> <td>3</td> </tr> <tr> <td>0.5</td> <td>70</td> <td>3</td> </tr> <tr> <td>10.0</td> <td>40</td> <td>6</td> </tr> <tr> <td>10.1</td> <td>70</td> <td>3</td> </tr> <tr> <td>20.0</td> <td>70</td> <td>3</td> </tr> </tbody> </table> 流速：1.0 mL/min 検出器：UV 240 nm 試料注入量：20 µL 検量線：0.005 ~ 200 µg/mLの範囲で直線性が得られている。 定量法：絶対検量線法			時間 (min)	%A	%B	グラジエントタイムプログラム	0.0	70	3	0.5	70	3	10.0	40	6	10.1	70	3	20.0	70	3
	時間 (min)	%A	%B																				
グラジエントタイムプログラム	0.0	70	3																				
	0.5	70	3																				
	10.0	40	6																				
	10.1	70	3																				
	20.0	70	3																				
適用：																							
妨害：																							
1) GHSモデルラベル・SDS情報 製品安全データシート「パラ-クロロアニリン」2006年10月23日改定、厚生労働省、入手先 < http://anzeninfo.mhlw.go.jp/anzen/gmsds/0111.html > , 参照 2014/12/5 . 2) IPCS (2003) , 4-Chloroanilin , Concise International Chemical Assessment Document No48 . 3) 日本産業衛生学会 , 2005、ACGIH , 2005 4) OSHA (1992) Chemical sampling information , p-Chloroaniline. Washington , DC , US Department of Labor , Occupational Safety and Health Administration , at website . < https://www.osha.gov/dts/sltc/methods/partial/t-pv2109-01-8609-ch/t-pv2109-01-8609-ch.html >																							

作成日：平成27年 2月25日