

トリエチルアミンの測定・分析手法に関する検討結果報告書

1. はじめに.....	- 3 -
2. 目的.....	- 4 -
3. 捕集および分析方法.....	- 4 -
3-1. OSHA PV2060 準拠法.....	- 4 -
4. ブランク.....	- 5 -
5. 破過.....	- 5 -
6. 脱着率.....	- 5 -
7. クロマトグラム.....	- 6 -
8. 検量線.....	- 6 -
9. 検出下限および定量下限.....	- 6 -
10. 添加回収率(通気試験).....	- 7 -
11. 保存性.....	- 7 -
12. まとめ.....	- 8 -
13. 参考文献.....	- 8 -

1. はじめに

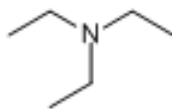
トリエチルアミンの物理化学的性状を示した。

トリエチルアミン

Triethylamine

CAS 番号:121-44-8

分子式:C₆H₁₅N



[物理化学的性状]

項目	値	測定条件	備考	出典
分子量	101.19 ~101.22			1
モノアイソトピック質量	101.1204			
比重	0.7255 ~0.7275	25~20°C		1
沸点	89°C	-		2
融点	-115°C	-		3
蒸気圧	72 hPa	20°C		2
水溶解度	5.5 %	20°C		4
log P _{ow}	1.45	-		2
ヘンリー定数	1.49×10 ⁻⁴ atm·m ³ /mol	25°C		5
引火点	-17°C	closed cup		2
発火点	249°C	-		5
燃焼範囲	1.2~8.0 vol%	-		5

[実験動物に対する急性毒性情報]¹⁾

動物種	経路	致死量、中毒量等	
マウス	経口	LD ₅₀	546 mg/kg
ラット	経口	LD ₅₀	460 mg/kg

出典

- 1) 神奈川県化学物質安全情報提供システム (kis-net)
- 2) 国立医薬品食品衛生研究所 国際化学物質安全性カード(ICSC)
- 3) Budavari, S.,(Ed), The Merck Index Ver.12:2
- 4) Lide, D.R.,(ed), CRC Handbook of Chemistry and Physics 84th Edition

Hazardous Substances Data Bank, National Library of Medicine

対象物質の許容濃度

名称	許容濃度		測定方法
トリエチルアミン	1 ppm	4.1 mg/m ³	GC/MS

2. 目的

トリエチルアミンの分析法として、リン酸をコーティングした XAD-7 を用いた-固体捕集法 (OSHA PV 2060) が報告されている。本方法を改良することによって良好な結果が認められたので報告する。

3. 捕集および分析方法

3-1. OSHA PV2060 準拠法

OSHA PV2060 準拠の方法を図 1 に示す。リン酸をコーティングした XAD-7 充填ガラスチューブ (SKC 社製) に大気試料を 0.1 L/min の流速で 24 L 捕集する。捕集後、XAD-7 を 2 mL バイアルに移し、H₂O:MeOH 1:1 を 1 mL を添加して 30 分間振とうする。振とう後、抽出液 500 μl を別の 1.5 mL バイアルに移し、そこへ 1N NaOH : MeOH 1:4 を 500 μl 加え振り混ぜて試験液とする。本方法で添加回収試験を検討した結果、良好な結果を得ることができず、トリエチルアミンの定量性を得ることは困難であることが示唆された。

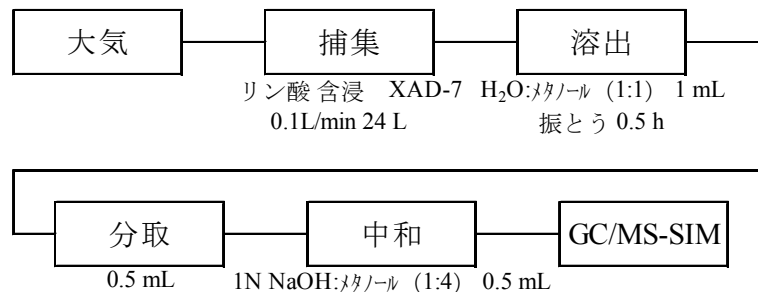


図 1 分析法フローチャート(OSHA PV2060 準拠)

3-2. OSHA PV2060 改良法

OSHA PV2060 改良の方法を図 2 に示す。リン酸をコーティングした XAD-7 充填ガラスチューブ (SKC 社製) に大気試料を 0.1 L/min の流速で 24 L 捕集する。捕集後、XAD-7 を 2 mL バイアルに移し、MeOH を 2 mL 添加して 1 時間振とうする。振とう後、抽出液 500 μl を別の 1.5 mL バイアルに移し、そこへ 0.1N NaOH-MeOH 溶液を 500 μl 加え振り混ぜて試験液とする。OSHA PV2060 準拠法の試験液中の H₂O 量に注目し、試験液中の H₂O を 35%から 0%にする改良法を作成した。本方法によってトリエチルアミンの定量性が向上したため、OSHA PV2060 改良法として採用することとした。

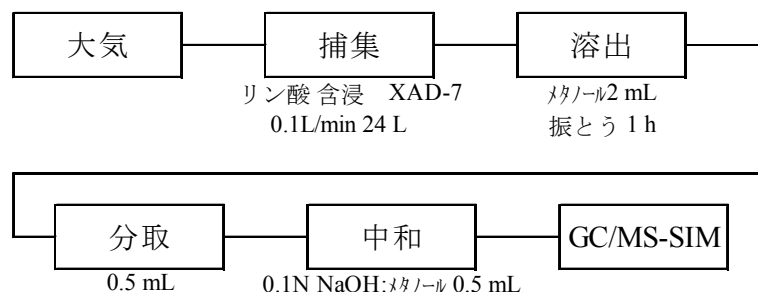


図 2 分析法フローチャート(OSHA PV2060 改良)

[GC/MS 条件]

使用機種	: 島津製作所製 GCMS-QP2010 Ultra
使用カラム	: Rtx-VolatileAmine 60 m×0.32 mm 0 μm df
カラム温度	: 50°C (5 min) → 7°C /min → 130°C → 25°C /min → 240°C (5 min)
注入口温度	: 230°C
検出温度	: 230°C
試料導入方法	: スプリットレス
キャリアーガス	: ヘリウム 2.0 mL/min
注入量	: 1 μL
モニターイオン	: <i>m/z</i> 101.0 (定量用) : <i>m/z</i> 86.0 (確認用)

4. ブランク

脱着溶媒およびカートリッジのブランクの確認を行ったところ、トリエチルアミンの定量に妨害を与えるピークは検出されなかった。

5. 破過

リン酸がコーティングされた XAD-7 にトリエチルアミンを 80 μg (許容濃度相当) 添加し、後段にバックアップ用カートリッジを装着して室内空気を流速 0.1 L/min で 24 L 吸引して破過の検討を行なった。その結果、前段のカートリッジの回収率は 88% であり、後段からトリエチルアミンは検出されなかった。

6. 脱着率

リン酸がコーティングされた XAD-7 充填ガラスチューブにトリエチルアミンを添加後、室内空気を流速 0.1 L/min で 0.5 L 捕集し一晩保存し、脱着率の検討を行なった (表 1)。脱着率は 92~101%、変動係数が 3.4~11.4% と良好な結果が得られた。

表 1 トリエチルアミンの脱着率検討結果 (n=5)

添加量 (μg)	相当濃度	脱着率 (%) (n=5)		変動係数 (%)
		平均	標準偏差	
0.4	目標濃度	101	5.99	5.9
400	許容濃度	98	11.3	11.4
800	許容濃度×2	92	3.11	3.4

7. クロマトグラム

検量線標準液のクロマトグラムを図3に示す。

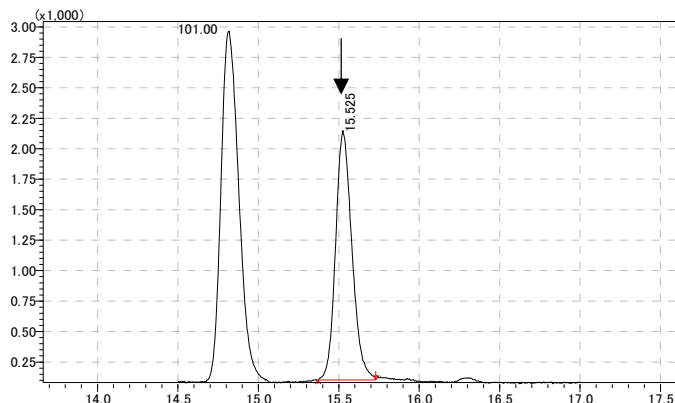
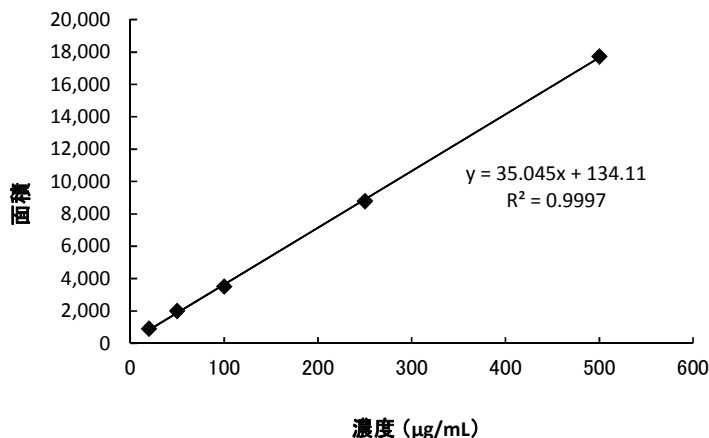


図3 トリエチルアミンのクロマトグラム

8. 検量線

標準液を MeOH で調製し、検量線の直線性について確認を行った。その結果、良好な直線性が得られた (図4)。



濃度 ($\mu\text{g/mL}$)	応答値	応答値/ 濃度
0.02	902	35460
0.05	2002	35096
0.10	3504	35040
0.50	8774	40040
1.00	17730	45100
平均		38147
標準偏差		4419

図4 トリエチルアミンの検量線および検量線作成用データ

9. 検出下限および定量下限

検量線作成で調製した標準溶液の最低濃度 $0.02 \mu\text{g/mL}$ を 5 サンプル分析し、その標準偏差 (SD) を算出した。得られた標準偏差から検量線を用い、次式より検出下限および定量下限を求めた。

$$\text{検出下限 } (\mu\text{g/mL}) = 3\text{SD} \qquad \text{定量下限 } (\mu\text{g/mL}) = 10\text{SD}$$

その結果、検出下限および定量下限は表2に示すとおりとなった。

表2 検出下限及び定量下限

直線範囲 (µg/mL)	3SD	10SD
溶液濃度 (µg/mL)	0.0032	0.0108
24 採気時の気中濃度 (mg/m ³)	0.000538	0.00179

10. 添加回収率(通気試験)

リン酸がコーティングされた XAD-7 充填ガラスチューブに測定物質を添加後、室内空気を流速 0.1 L/min で 24 L 捕集し添加回収試験を行なった (表 3)。回収率は 92~95%、変動係数が 8.6~10.5% と良好な結果が得られた。

表3 トリエチルアミンの添加回収試験結果 (n=5)

添加量 (µg)	試料換算濃度 (mg/m ³)	相当濃度	回収率 (%) (n=5)		変動係数 (%)
			平均	標準偏差	
0.08	0.00333	目標濃度	93	9.81	10.5
80	3.33	許容濃度	95	8.37	8.8
160	6.67	許容濃度×2	92	7.94	8.6

環境空气中濃度 C (mg/m³) は次式により算出した。

$$C=c \cdot 4/Q$$

c : 最終試料中のトリエチルアミン濃度 (µg/mL)

Q : 吸引試料空気量 (L)

11. 保存性

リン酸がコーティングされた XAD-7 充填ガラスチューブにトリエチルアミンを添加後、室内空気を流速 0.1 L/min で 24 L 捕集し、保存性試験を行なった (表 4)。回収率は 84~120% と良好な結果が得られた。また、回収率の変動係数が 1.2~10.1% と良好な結果が得られた。

表4 トリエチルアミンの保存性試験結果 (n=3)

添加量 (μg)	試料換算濃度 (mg/m ³)	相当濃度	保存日数	回収率 (%) (n=3)		変動 係数 (%)
				平均	標準偏差	
0.08	0.00333	目標濃度	0	102	2.63	2.6
			1	112	8.14	7.2
			3	120	4.71	3.9
			5	119	6.08	5.1
			0	93	4.30	4.6
160	6.67	許容濃度 ×2	1	84	8.47	10.1
			3	89	1.53	1.7
			5	93	1.09	1.2

1 2. まとめ

OSHA で報告されているリン酸コーティング XAD-7 を用いた固体捕集法を改良し、トリエチルアミン分析法の検討を行った。その結果、添加回収率、保存性試験共に良好な結果を示したことから、本方法は作業環境中のトリエチルアミンの分析に有効であることが示唆された。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。

1 3. 参考文献

OSHA PV 2060

(別紙)

トリエチルアミン標準測定分析法

化学式: C ₆ H ₁₅ N	分子量: 101.19 ~101.22	CASNo: 121-44-8
許容濃度等 : 1 ppm 4.1 mg/m ³	物性等 沸点 : 89°C 融点 : -115°C 蒸気圧 : 72hPa(108.3°C)	
別名		
サンプリング	分析	
サンプラー : リン酸コーティング XAD-7 充填 ガラスチューブ (SKC 社製) サンプリング流量 : 0.1 L/min サンプリング時間 : 4 時間 (24 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	分析方法 : GC-MS 機器 : 島津製作所 GCMS-QP2010 Ultra 分析条件 : 使用カラム : Rtx-VolatileAmine 60 m×0.32 mm 0 μm df カラム温度 : 50°C (5 min) → 7°C /min → 130°C → 25°C /min → 240°C (5 min) 注入口温度 : 230°C 検出温度 : 230°C	
精度	試料導入方法 : スプリットレス キャリアーガス : ヘリウム 2.0 mL/min 注入量 : 1 μL 検量線 : 0.02 - 1.0 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	
回収率 ; 添加量 0.08 μg の場合 (採気量 ; 24 L) 0.019 μg/mL (0.00304 mg/m ³) 93%		
定量下限 (10σ) 0.0108 μg/mL 0.00179 mg/m ³ (採気量 ; 24 L) 検出下限 (3σ) 0.00179 μg/mL 0.000538mg/m ³ (採気量 ; 24 L)		
適用 : 個人ばく露濃度測定、作業環境測定		
参考文献 : OSHA PV 2060		
妨害 :		

作成日 ; 平成 28 年 1 月 15 日

