

資料1-5-3

o-トルイジンの分析測定法に関する検討結果報告書

中央労働災害防止協会

中国四国安全衛生サービスセンター

目 次

◇予備検討	P3～
1. 文献調査	
2. 予備実験	
2. 1 分析条件	
2. 2 抽出率	
2. 3 誘導体化の確認	
2. 4 誘導体化条件	
2. 5 HFAA 誘導体の安定性	
◇作業環境測定方法（o-トルイジンについて）	P17～
1. 捕集及び分析方法	
2. 添加回収率	
3. 保存性	
4. 検量線	
5. 検出下限及び定量下限	
◇（別紙 1）o-トルイジンの分析法（作業環境測定方法）	P21
◇個人ばく露濃度測定方法（o-トルイジンについて）	P22
◇（別紙 2）o-トルイジンの分析法（個人ばく露濃度測定方法）	P23

【予備検討】

目標定量下限値（0.01ppm）が作業環境測定基準に準じ、10 分間の捕集で測定できる方法について、文献調査及び予備実験を行った。

1. 文献調査

現在、*o*-トルイジンの作業環境測定法及びその分析方法に関する公定法として示されているのは OSHA methods (No.73) と NIOSH methods (No.2002) である。さらに、他の芳香族アミンについても調査した（表 1）。

OSHA 法は、NIOSH 法の問題点（検出感度及びサンプル安定性など）を改善した方法である。

トルイジンは、アミノ基を持つ化合物（アミン）であるため、OSHA 法は、①アミンが硫酸塩によりアミン塩へと変換される性質と、②アミン塩がアルカリ溶液中でフリーのアミンに変換される性質を利用している。

すなわち、捕集は硫酸含浸フィルターを用いて行う（この際、捕集されたアミンはフィルター上でより揮発性の低いアミン塩に変換され、サンプリング中の損失を防いでいる）。そして、アルカリ溶液を用いて抽出し（再びフリーのアミンに変換する）、その後トルエンによる液-液抽出を行う。さらに、トルイジンのアミノ基を Heptafluoro butyric Anhydride (HFAA) でアシル化（図 1）することで感度の向上をはかっている。

したがって、誘導体化による定量が今回の目標定量下限値を得やすいと考え、OSHA methods73 を参考に検討を行うこととした。

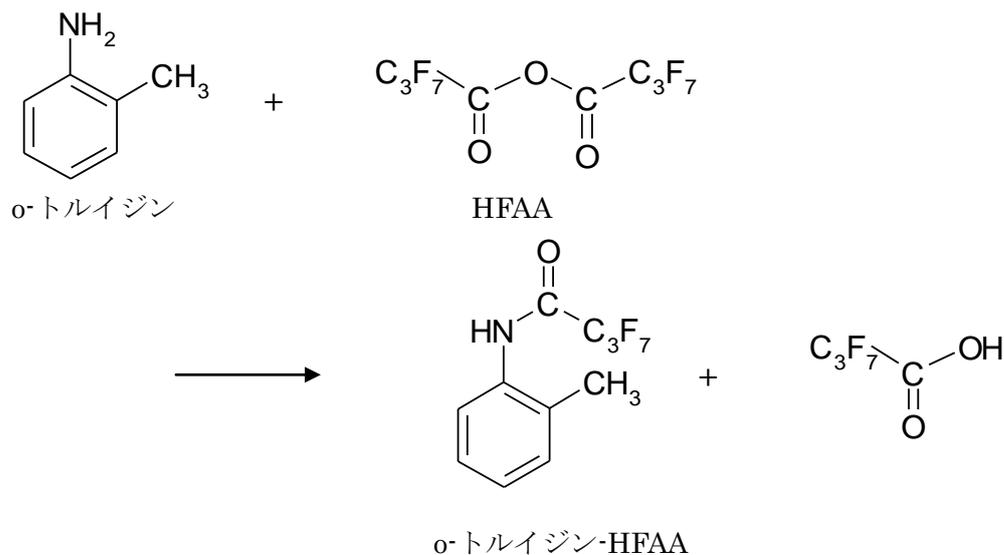


図 1 *o*-トルイジンと HFAA の反応

表 1 芳香族アミンの文献概要

分析法	物質	サンプラー	脱着溶媒	濃度範囲 定量・検出下限値	特記事項
OSHA No.73	o-toluidine	硫酸含浸	水酸化ナトリウ	0.97 μ g/ml(100L)	HFAA で誘導
	m-toluidine	フィルター	ム, トルエン	0.79 μ g/ml(100L)	体化
	p-toluidine			0.55 μ g/ml(100L)	
NIOSH No.2002	amines aromatic	シカゲル	95%エタノール	11.7-46.9mg/m ³ (50L)	
NIOSH No.2017	aniline	硫酸含浸	エタノール	31~255 μ g	
	o-toluidine	フィルター/シカゲル		30~252 μ g	
	nitorobenzene			27~460 μ g	
化学物質分析法開発 報告書：1985（環境 庁環境保健部保健調 査室）	o-toluidine	リン酸処理	エーテル	5pg(100L)	臭素酢酸で誘 導体化
	m-toluidine	SEP-PAK ^{RC18}			
	p-toluidine				
化学物質分析法開発 報告書：1997（環境 庁環境保健部保健調 査室）	aniline	Tenax-TA	—	4.6ng/m ³ (10L)	加熱脱着法
化学物質分析法開発 報告書：1990（環境 庁環境保健部保健調 査室）	aniline	リン酸処理	エチルアルコール	6pg	
	2,3-Xylidine	SEP-PAK ^{RC18}		1pg	
	2,4-Xylidine			1pg	
	3,4-Xylidine			1pg	
	N-Methylaniline			0.5pg	
	N-Ethylaniline			0.5pg	
	N,N-Dimethylaniline			0.5pg	

2. 予備実験

文献調査からより *o*-トルイジンに加え、MSDS 通知対象物質 638 物質に含まれる芳香族アミン (*m,p*-トルイジン, キシリジン, アニリン) の一斉分析を検討した。

2. 1 分析条件

抽出率実験時の分析条件 (表 2) 及び誘導体化実験時の分析条件 (表 3) を示す。

表 2 分析条件 (抽出率実験)

装置	Agilent GC6890N+Agilent5973inert
カラム	DB-WAX 30m×0.25mm, 0.5 μ m
カラム温度	40°C(1min)–10°C/min.–220°C(0min.)
注入方法	パルスドスプリット(10:1) ; パルス圧 25psi(1min.)
注入量	1 μ l
注入口温度	250°C
MS インターフェイス温度	220°C
MS イオン源温度	230°C
m/z	アニリン (93, 66)
(定量用, 確認用)	<i>o</i> -トルイジン (107, 106)
	<i>m</i> -トルイジン (107, 106)
	<i>p</i> -トルイジン (107, 106)
	2,6-キシリジン (121, 120)
	2,5-キシリジン (121, 120)
	2,4-キシリジン (121, 120)
	3,5-キシリジン (121, 120)
	2,3-キシリジン (121, 120)
	3,4-キシリジン (121, 120)
	(<i>o</i> -エチルアニリン ; 106, 121)
キャリアーガス	He 1.00ml/min.

表 3 分析条件 (誘導体化実験)

装置	Agilent GC6890N+Agilent5973inert
カラム	InertCap 1MS 30m×0.25mm, 0.25 μ m
カラム温度	60°C(1min)–10°C/min.–200°C(0min.)
注入方法	パルスドスプリット(10:1) ; パルス圧 25psi(1min.)
注入量	1 μ l
注入口温度	250°C
MS インターフェイス温度	280°C
MS イオン源温度	230°C
m/z	アニリン-HFAA (289, 120)
(定量用, 確認用)	o-トルイジン-HFAA (303, 134)
	m-トルイジン-HFAA (303, 134)
	p-トルイジン-HFAA (303, 134)
	2,6-キシリジン-HFAA (317, 148)
	2,5-キシリジン-HFAA (317, 148)
	2,4-キシリジン-HFAA (317, 148)
	3,5-キシリジン-HFAA (317, 148)
	2,3-キシリジン-HFAA (317, 148)
	3,4-キシリジン-HFAA (317, 148)
	(o-エチルアニリン-HFAA ; 317, 148)
キャリアーガス	He 1.00ml/min.

2. 2 抽出率

10 成分一斉分析を行うに当たって、抽出溶媒の選定を行った。HFAA 誘導体化に最も妨害となるのは、反応系に水分が含まれることである。したがって、水と混和せず、かつ水より比重の軽い（後の分取操作が簡便となる）溶媒として、トルエン及びヘキサンで検討を行った。

0.17N 水酸化ナトリウム溶液 3ml に、1~10000ppm の 10 種混合標準液（6.5N 硫酸ベース）を 20 μ l 添加し、各溶媒（2ml）で抽出を行い、HFAA 誘導体化せずにそのまま GC-MS で分析した。なお、内部標準物質には、MSDS 通知対象物質 638 物質に含まれず、トルイジンおよびキシリジンと構造の近い *o*-エチルアニリンを用いた。

その結果、全ての物質に対して、*n*-ヘキサンは低い抽出率（36~88%）を示した（表 4-1）が、トルエンは良好な結果（76~100%）を示した（表 4-3）。また、*o*-エチルアニリンを用いた内部標準補正を行うことにより、より抽出率が向上した（*n*-ヘキサン；43~104%、トルエン；84~110%）（表 4-2,4）。

以上のことから、抽出溶媒としてトルエンが、内部標準物質（I.S.）として *o*-エチルアニリンが適していることが確認された。

表 4-1 *n*-ヘキサン抽出率（絶対検量線法）

濃度 (ppm)	アニリン	抽出率 ; % (RSD ; %)								
		<i>o</i> -トルイジン	<i>p</i> -トルイジン	<i>m</i> -トルイジン	2,6-キシリジン	2,4-キシリジン	2,5-キシリジン	3,5-キシリジン	2,3-キシリジン	3,4-キシリジン
1	38	70	70	70	91	87	87	85	83	82
	(3.0)	(2.7)	(2.6)	(2.9)	(2.7)	(2.9)	(2.6)	(2.6)	(2.8)	(2.2)
10	37	70	69	69	91	87	87	86	83	87
	(1.6)	(1.6)	(1.8)	(1.7)	(1.6)	(1.7)	(1.7)	(2.0)	(1.6)	(2.0)
100	36	69	67	67	88	85	85	84	81	88
	(3.0)	(3.2)	(3.2)	(3.2)	(3.4)	(3.3)	(3.3)	(3.3)	(3.2)	(3.1)
Total (1~100ppm)	36	69	67	67	88	85	84	84	81	88

N=6

表 4-2 n-ヘキサン抽出率 (内部標準法)

濃度 (ppm)	抽出率 ; % (RSD ; %)									
	アニリン	o- トルイジン	p- トルイジン	m- トルイジン	2,6- キシリジン	2,4- キシリジン	2,5- キシリジン	3,5- キシリジン	2,3- キシリジン	3,4- キシリジン
1	41 (3.0)	76 (2.7)	77 (2.6)	76 (2.9)	99 (2.7)	94 (2.9)	94 (2.6)	93 (2.8)	90 (2.8)	90 (2.3)
10	40 (1.1)	77 (1.2)	76 (1.5)	76 (1.3)	100 (1.3)	96 (1.4)	96 (1.3)	95 (1.7)	91 (1.3)	96 (1.8)
100	43 (2.1)	81 (2.4)	78 (2.5)	78 (2.4)	104 (2.5)	99 (2.4)	99 (2.4)	98 (2.5)	95 (2.3)	103 (2.5)
Total (1~100ppm)	43	81	78	78	104	99	99	98	95	103

N=6

表 4-3 トルエン抽出率 (絶対検量線法)

濃度 (ppm)	抽出率 ; % (RSD ; %)									
	アニリン	o- トルイジン	p- トルイジン	m- トルイジン	2,6- キシリジン	2,4- キシリジン	2,5- キシリジン	3,5- キシリジン	2,3- キシリジン	3,4- キシリジン
1	103 (1.1)	114 (1.0)	122 (1.4)	115 (1.1)	120 (1.0)	118 (1.1)	117 (1.1)	121 (1.3)	116 (1.0)	132 (1.9)
10	84 (2.5)	92 (2.3)	99 (2.9)	93 (2.5)	97 (2.3)	96 (2.6)	95 (2.4)	98 (2.8)	94 (2.5)	109 (3.3)
100	76 (4.8)	85 (4.6)	90 (4.7)	85 (4.5)	90 (4.4)	89 (4.3)	87 (4.3)	89 (4.3)	86 (4.4)	100 (4.1)
Total (1~100ppm)	76	85	89	85	89	88	87	89	86	100

N=6

表 4-4 トルエン抽出率 (内部標準法)

濃度 (ppm)	抽出率 ; % (RSD ; %)									
	アニリン	o-トルイジン	p-トルイジン	m-トルイジン	2,6-キシリジン	2,4-キシリジン	2,5-キシリジン	3,5-キシリジン	2,3-キシリジン	3,4-キシリジン
1	85	94	100	95	99	98	96	99	95	109
	(1.1)	(1.0)	(1.5)	(1.1)	(0.9)	(1.1)	(1.0)	(1.3)	(0.9)	(2.0)
10	84	93	100	94	98	97	96	99	95	110
	(2.1)	(2.0)	(2.6)	(2.2)	(1.9)	(2.2)	(2.1)	(2.5)	(2.1)	(3.2)
100	84	93	99	93	99	98	96	98	95	110
	(3.7)	(3.5)	(4.0)	(3.6)	(3.3)	(3.4)	(3.3)	(3.6)	(3.4)	(4.1)
Total (1~100ppm)	84	93	99	93	99	98	96	98	95	110

N=6

2. 3 誘導体化の確認

11 種混合標準液 (10ppm) を Heptafluoro butyric Anhydride を用いて誘導体化したクロマトグラム (図 2) 及びマススペクトル (図 3-1~11) 示す。その結果、各物質の HFAA 誘導体の分子イオンが検出され、誘導体化が行われていることが確認された。

アバundance

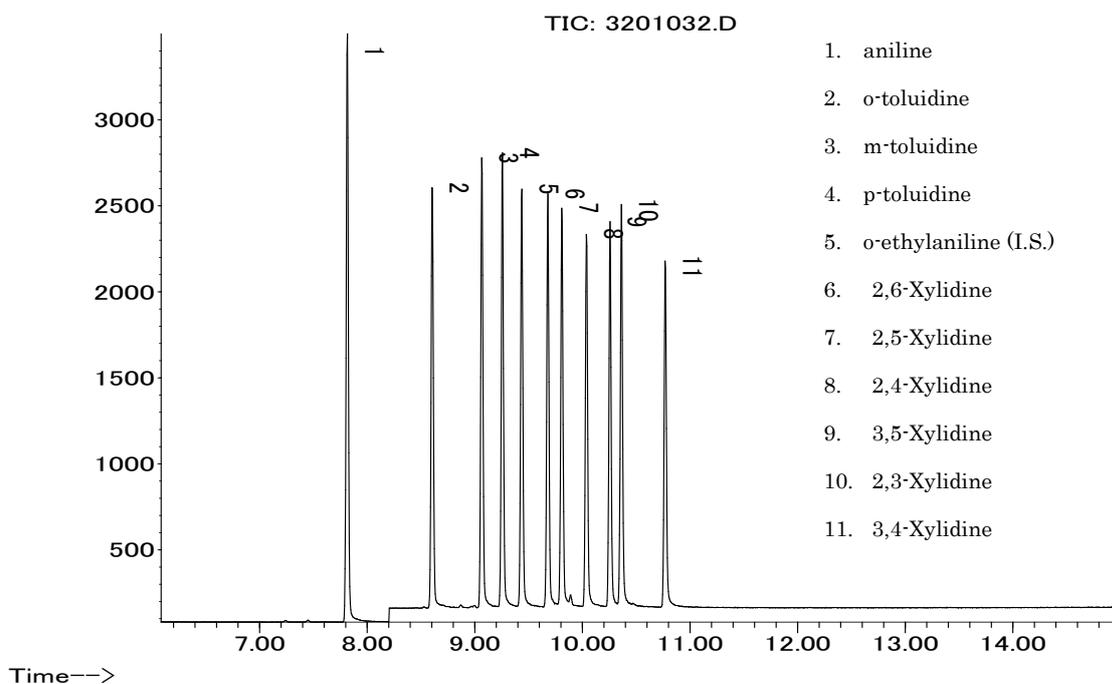


図 2 11 種混合標準液 (誘導体化) クロマトグラム

アハングス

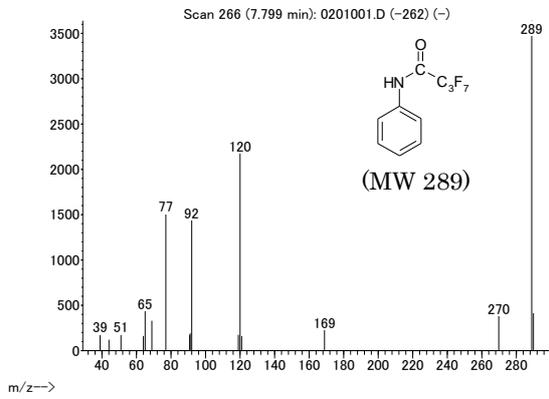


図 3-1 アニリン-HFAA マススペクトル

アハングス

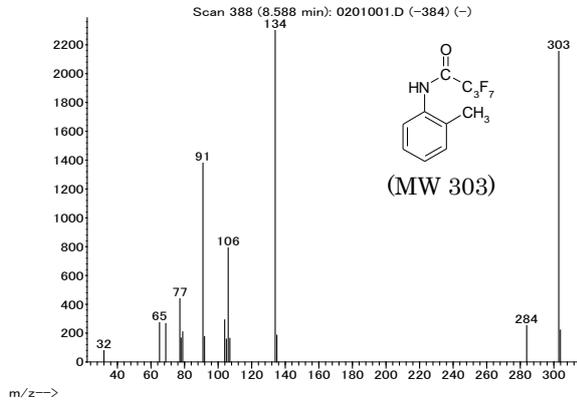


図 3-2 o-トルイジン-HFAA マススペクトル

アハングス

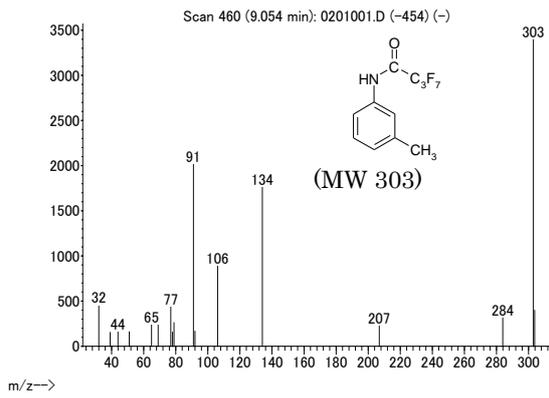


図 3-3 m-トルイジン-HFAA マススペクトル

アハングス

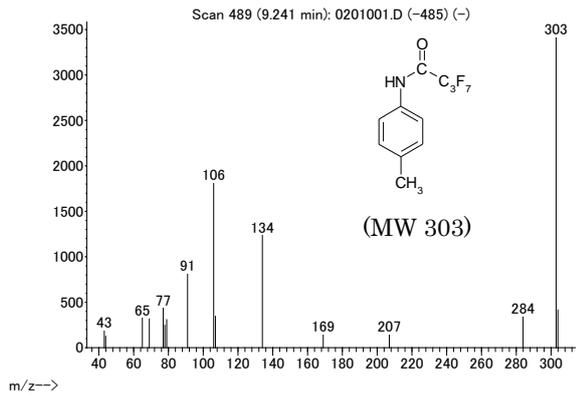


図 3-4 p-トルイジン-HFAA マススペクトル

アハングス

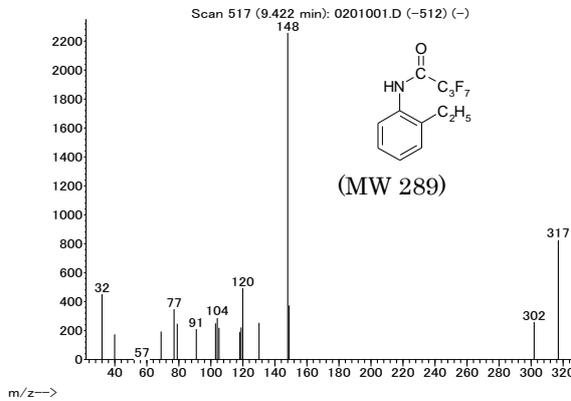


図 3-5 o-エチルアニリン-HFAA マススペクトル

アハングス

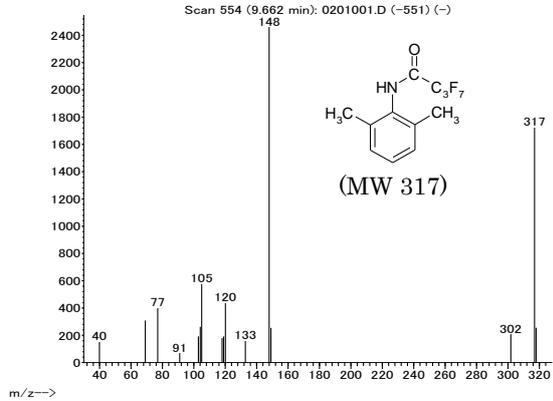


図 3-6 2,6-キシリジン-HFAA マススペクトル

アパンドス

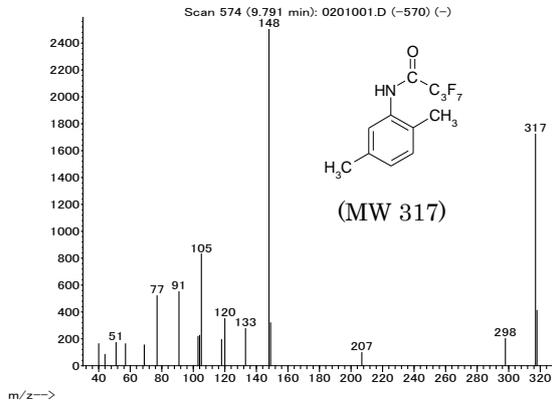


図 3-7 2,5-キシリジソ-HFAA マススペクトル

アパンドス

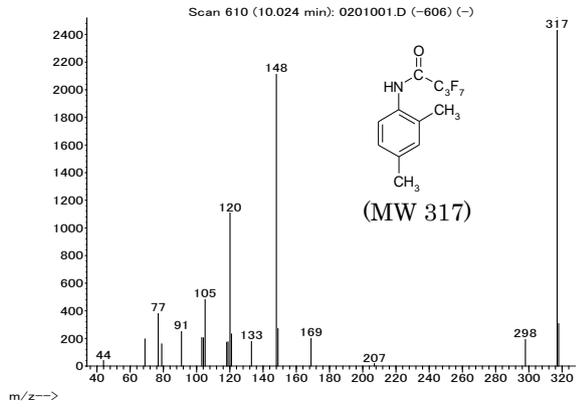


図 3-8 2,4-キシリジソ-HFAA マススペクトル

アパンドス

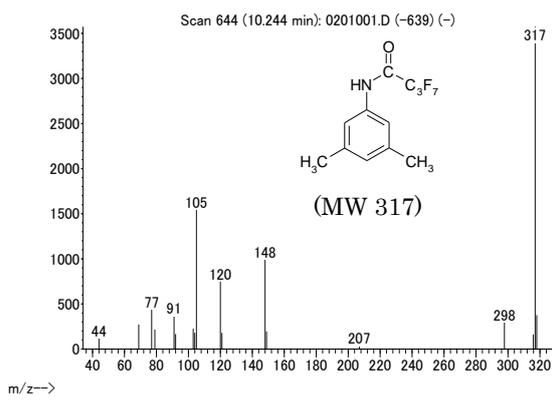


図 3-9 3,5-キシリジソ-HFAA マススペクトル

アパンドス

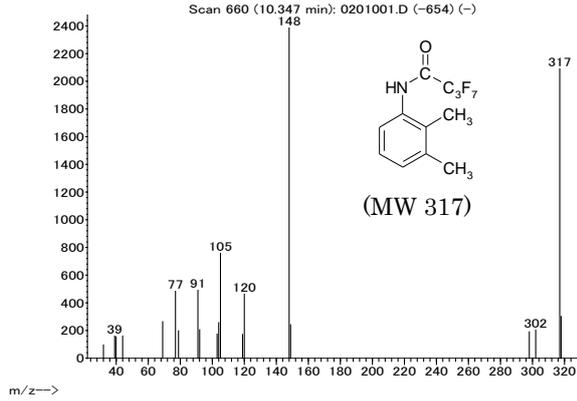


図 3-10 2,3-キシリジソ-HFAA マススペクトル

アパンドス

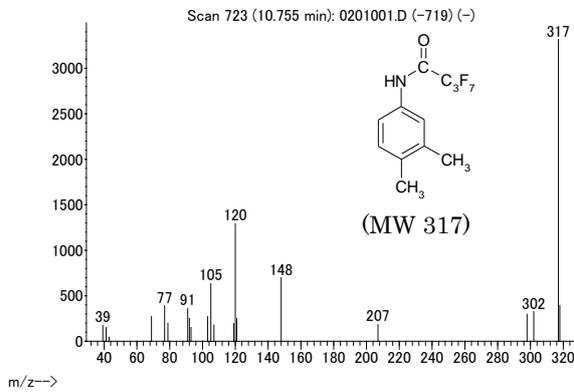


図 3-11 3,4-キシリジソ-HFAA マススペクトル

2. 4 誘導体化条件

誘導体化の最適化を行うために、以下の要因について検討を行った。

- ① 誘導体化試薬添加量
- ② 反応温度
- ③ 反応時間

なお、注入誤差および装置コンディションを補正するための外部標準物質として適切な物質が見あたらなかったために、結果は全て AREA のみで評価した。

① 誘導体化試薬添加量

標準液 (10ppm) をトルエン (2ml) に添加し (25 μ l)、誘導体化試薬添加量を変化させ (10~50 μ l) 誘導体化 (反応温度：室温, 反応時間：30 分間) を行った。

その結果、全ての物質において、10 μ l 添加時と 25 μ l 添加時には、差は見られなかったが、50 μ l 添加時には若干低値を示した。したがって、誘導体化試薬添加量は 25 μ l を選択した。

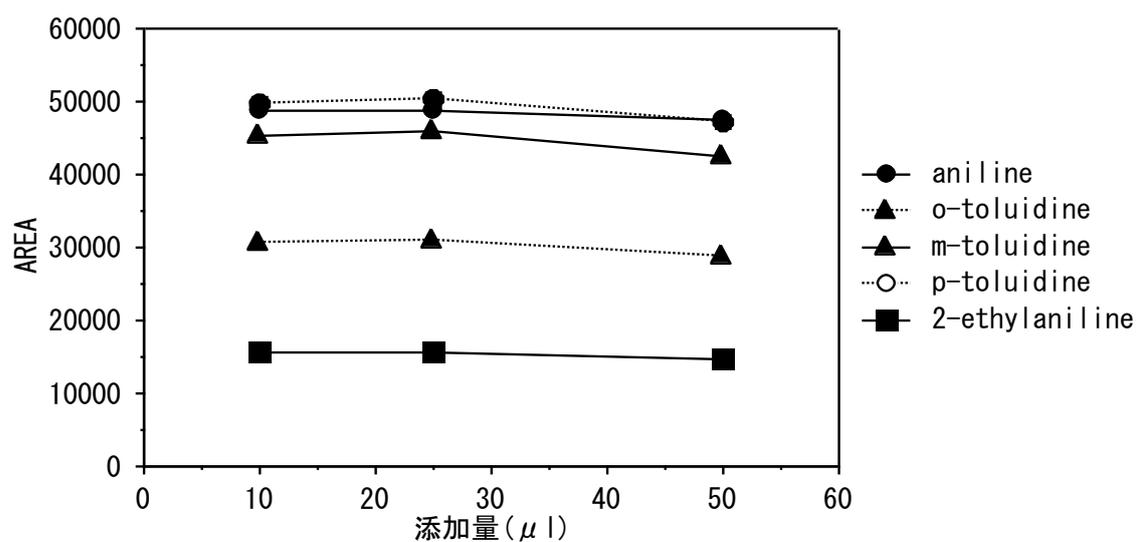


図 4-1 誘導体化試薬添加量

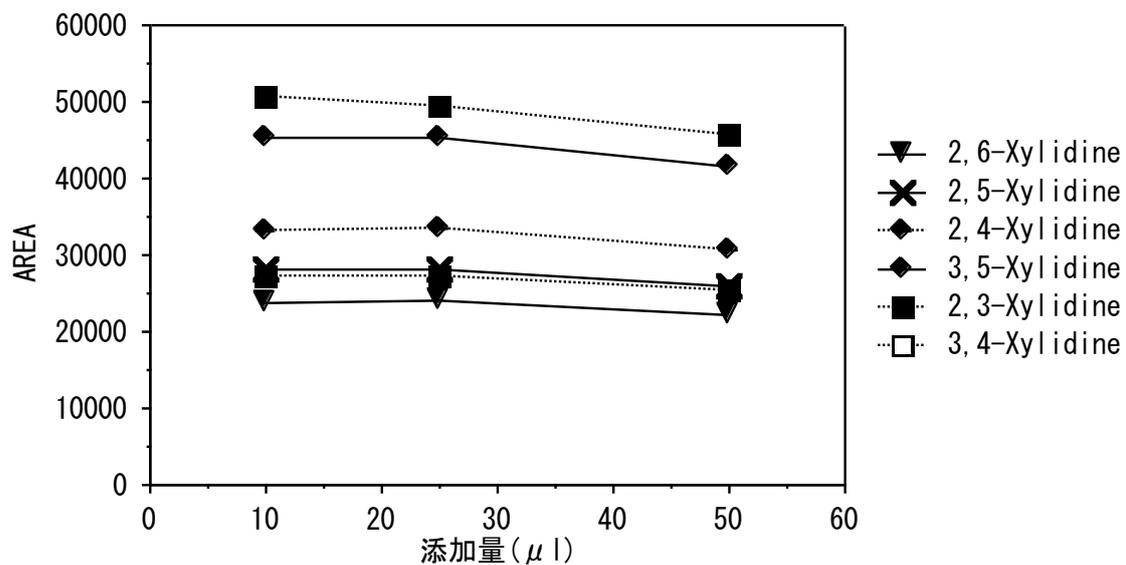


図 4-2 誘導体化試薬添加量

② 反応温度

標準液 (10ppm) をトルエン (2ml) に添加し (25 μl)、反応温度を変化させ (室温(25°C) ~80°C) 誘導体化 (誘導体化試薬添加量 : 25 μl, 反応時間 : 30 分間) を行った。

その結果、反応温度が高くなるにしたがって、若干 AREA は小さくなる傾向を示した。従って、反応温度は室温(25°C)に決定した。

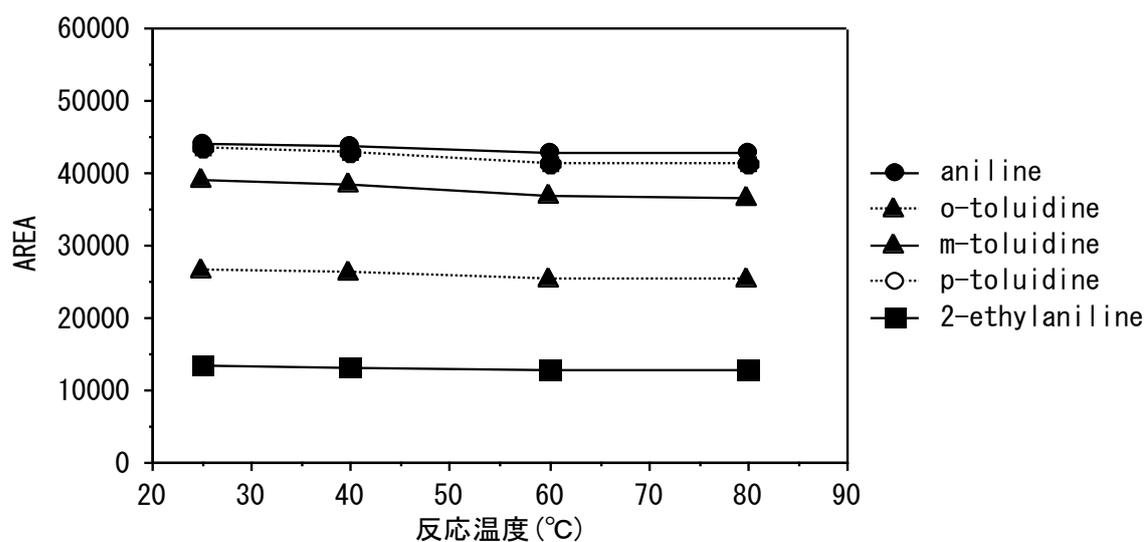


図 5-1 反応温度

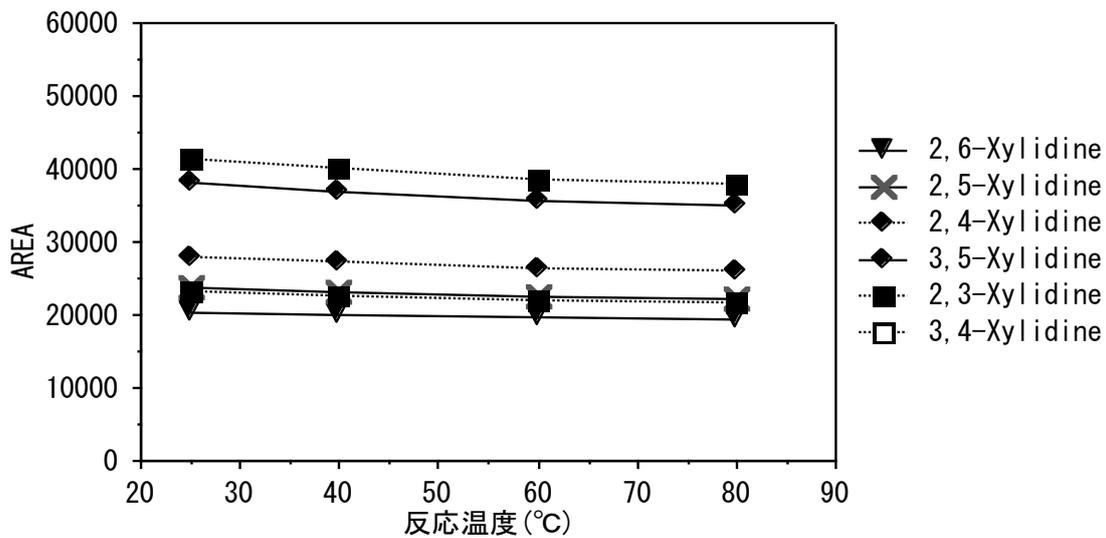


図 5-2 反応温度

③ 反応時間

標準液 (10ppm) をトルエン (2ml) に添加し (25 μ l)、反応時間を変化させ (0~60 分間) 誘導体化 (誘導体化試薬添加量: 25 μ l, 反応温度: 室温(25°C)) を行った。

その結果、誘導体化試薬添加後、直ちに反応は完了するものと思われた。従って、反応時間は 5 分間に決定した。

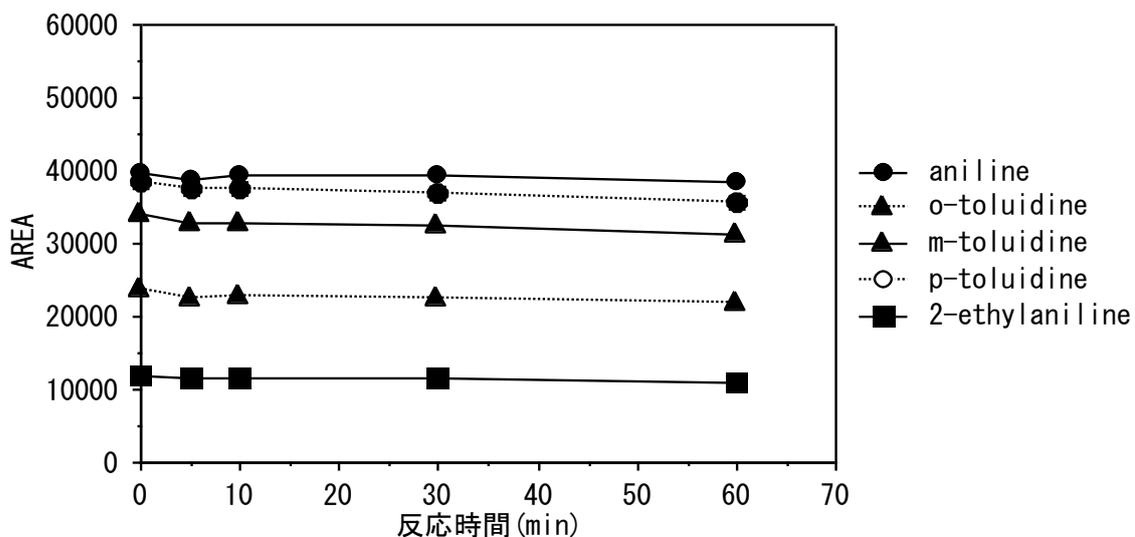


図 6-1 反応時間

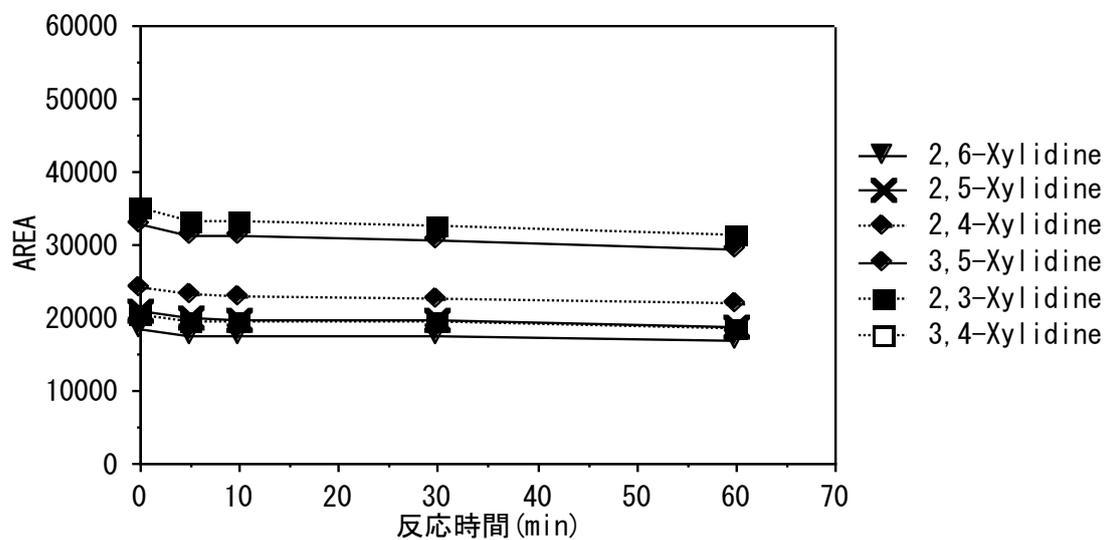


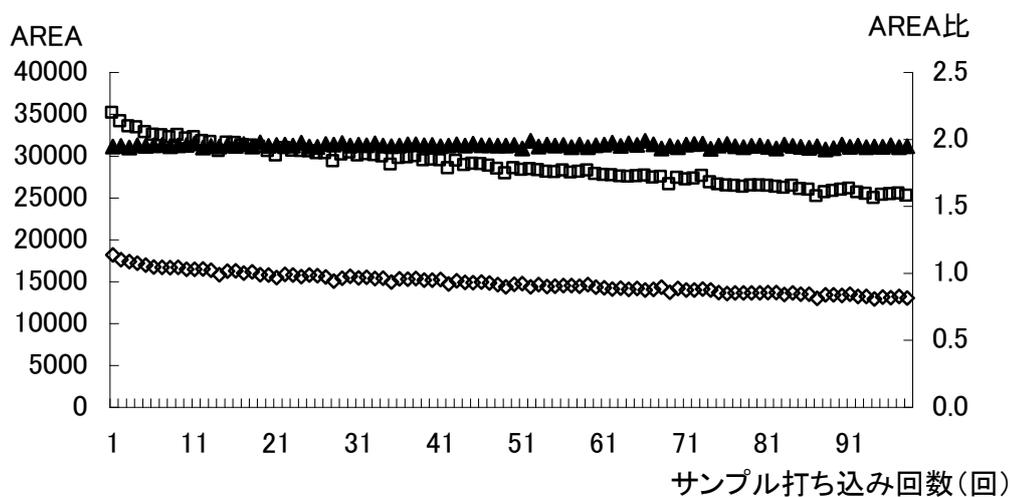
図 6-2 反応時間

以上のことから、誘導体化条件は誘導体化試薬添加量 $25 \mu\text{l}$, 反応温度室温 (25°C), 反応時間 5 分間に決定した。

2. 5 HFAA 誘導体の安定性

o-トルイジン標準溶液 (9.8 μ g/ml) を定量操作にしたがって誘導体化し、このサンプルを 100 回連続して分析し (約 33 時間)、HFAA 誘導体の安定性を確認した。

その結果、o-トルイジン-HFAA 誘導体及び o-エチルアニリン-HFAA 誘導体は、ともに打ち込み回数が増えるにしたがって減衰したが、AREA 比は一定であった (図 7)。このことから、内部標準物質の添加は必要であることが確認された。なお、他の物質についても同様の傾向が確認された。



□ ; AREA (o-toluidine), ◇ ; AREA (o-ethylaniline), ▲ ; AREA 比 (o-toluidine/ o-ethylaniline)

図 7 HFAA 誘導体安定性

【o-トルイジン（作業環境測定方法）】

予備検討の結果から、o-トルイジンの分析方法は OSHA 法を参考に行い、より感度・精度の高い GC-MS 法を採用し、内部標準法で行った。

1. 捕集及び分析方法（表 5, 図 8）

表 5 捕集及び分析条件

捕集材	硫酸含浸フィルター；SKC 社製（No.225-9004）
抽出液	3ml 0.17N 水酸化ナトリウム溶液 2ml トルエン（特級）
誘導体化試薬 内部標準物質	Heptafluorobutyric Anhydride（HFAA） o-ethylaniline；9.5 μg/ml
装置	Agilent GC6890N+Agilent5973inert
カラム	InertCap 1MS 30m×0.25mm, 0.25 μm
カラム温度	60°C(1min)－10°C/min.－200°C(0min.)
注入方法	パルスドスプリット(10:1)；パルス圧 25psi(1min.)
注入量	1 μl
注入口温度	250°C
MS インターフェイス温度	280°C
MS イオン源温度	230°C
m/z	定量イオン；303, 確認イオン；134 (o-ethylaniline 定量イオン；317, 確認イオン；148)
キャリアーガス	He 1.00ml/min.

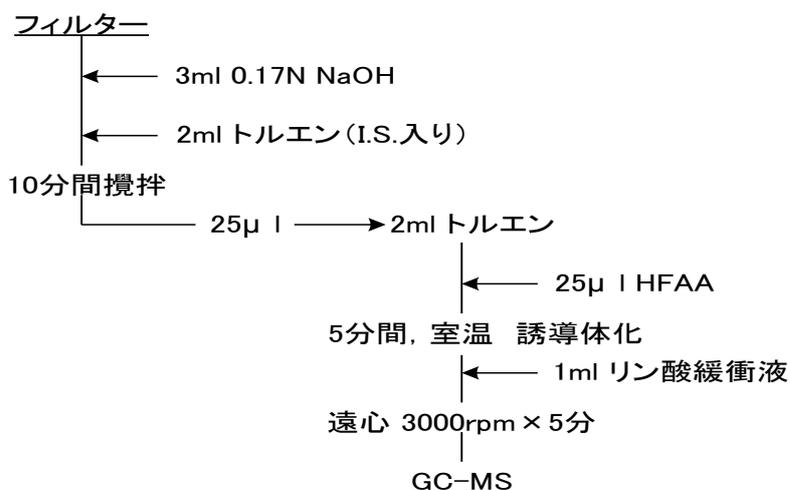


図 8 前処理フローチャート

2. 添加回収率

硫酸含浸フィルターに、標準溶液（0.098, 0.980, 9.800mg/ml）を添加（20 μ l）し、窒素ガスを 1.0L/min. で 10 分吸引した後、抽出・誘導体化及び分析を行った。

その結果、回収率は 91~92%であった。また、1.960~196.000 μ g の範囲では、回収率は 94%となった（表 6）。

表 6 添加回収率

添加量 (μ g)	回収量 (μ g)	回収率	
		mean.(%)	RSD(%)
1.960	1.795	92	1.82
19.600	17.825	91	2.47
196.000	179.803	92	1.41
Total(1.960~196.000 μ g)		94%	

N=5

3. 保存性

硫酸含浸フィルターに、標準溶液（0.980, 9.800mg/ml）を添加（20 μ l）し、窒素ガスを 1.0L/min. で 10 分吸引した後、速やかに両端にキャップをし、冷蔵保存した。このサンプルを捕集直後（0 目）を基準として、1, 3, 5 日目の保存性を確認した。その結果、両濃度において少なくとも 5 日目までは保存可能であることが確認された（表 7, 図 9, 10）

表 7 保存性

保存日数	添加量 (μ g)			
	19.600 μ g		196.000 μ g	
	保存率 (%)	RSD (%)	保存率 (%)	RSD (%)
0	100	1.30	100	2.33
1	108	0.37	103	1.65
3	100	4.87	98	2.24
5	106	1.54	99	1.95

N=3

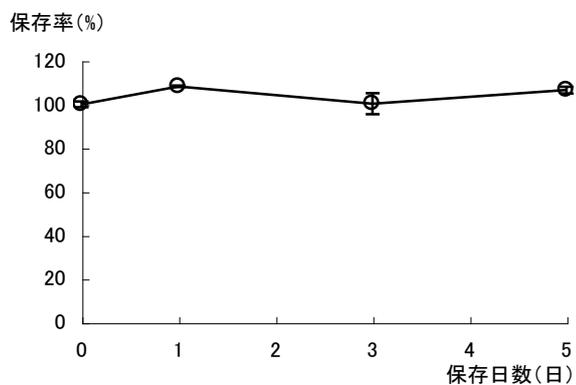


図9 保存性 (添加量 19.600 μg)

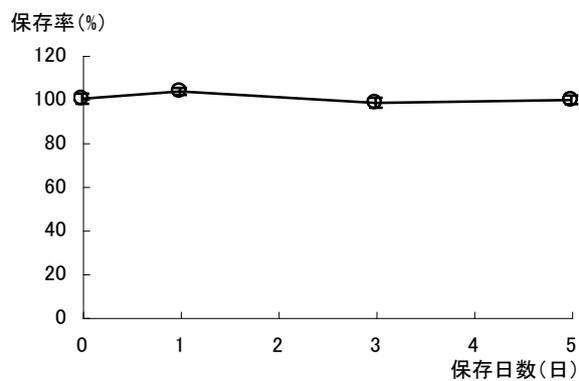


図10 保存性 (添加量 196.000 μg)

4. 検量線

o-トリイジンを内部標準物質入りトルエン溶液で9.800mg/mlに希釈し、標準原液とする。これを希釈して 0.098~98.000 μg/ml の範囲で8段階の標準系列を調整し、誘導体化操作を行い検量線の直線性について確認を行った。その結果、0.000~98.000 μg/ml の範囲で直線を示した。

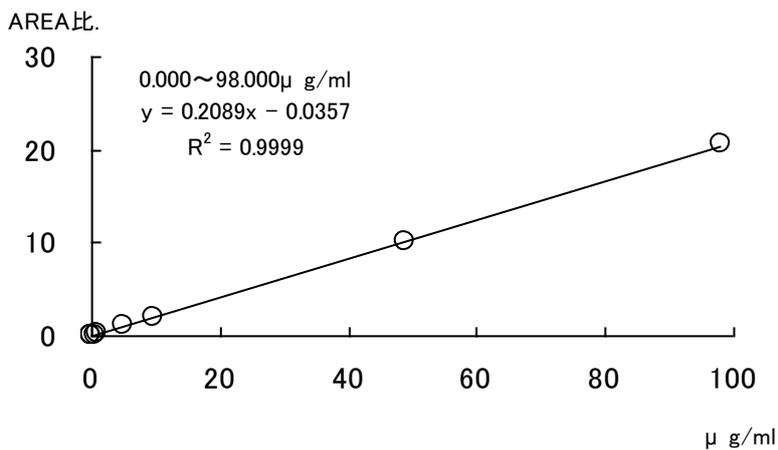


図11 o-トリイジン検量線 (0.000~98.000 μg/ml)

5. 検出下限及び定量下限

検量線作成で調製した標準溶液の最低濃度 $0.098 \mu\text{g/ml}$ (1.0L/min.で10分間測定した場合、気中濃度 0.004ppm に相当) を5サンプル分析し、*o*-トルイジン/*o*-エチルアニリンを求め、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、次式より検出下限及び定量下限を求めた (表 8)。

$$\text{検出下限 } (\mu\text{g/ml}) = 3\text{SD} / a \quad \text{定量下限 } (\mu\text{g/ml}) = 10\text{SD} / a$$

※ a は検量線の傾き

その結果、検出下限 $0.031 \mu\text{g/ml}$, 定量下限 $0.103 \mu\text{g/ml}$ となり、1.0L/min.で10分間測定したと仮定して気中濃度を計算するとそれぞれ 0.001ppm , 0.005ppm となった。

したがって、今回の方法を用いると目標定量下限値 (0.01ppm) の $1/2$ まで測定可能である。

表 8 検出・定量下限

	検出下限値 (3SD)	定量下限値 (10SD)
溶液濃度 ($\mu\text{g/ml}$)	0.031	0.103
10L 採気時の気中濃度 (ppm)	0.001	0.005

N=5

(別紙 1)

o-トルイジンの分析法 (作業環境測定方法)

構造式: $C_6H_4CH_3NH_2$	分子量: 107.16	CASNo.: 95-53-4
許容濃度等: OSHA 5ppm(Skin) NIOSH - ACGIH 2ppm(Skin) 日本産業衛学会 1ppm	物性等 比重: 1.01 BP: 200.0°C; MP: -16.0°C VP: 0.043 kPa	
別名	2-aminotoluene	
サンプリング	分析	
サンプラー: 硫酸含浸フィルター サンプリング流量: 1.0L/min、10min 保存性 添加量が 19.600 μ g 及び 196.000 μ g いずれの場合も、冷蔵で少なくとも 5 日間まで変化がないことを確認 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 3ml, トルエン 2ml (内部標準物質; o-ethylaniline 9.5 μ g/ml) 誘導体化試薬: Heptafluorobutyric Anhydride (HFAA) 機器: AgilentGC6890N+Agilent5973inert カラム: InertCap 1MS 30m×0.25mm, 0.25 μ m	
精度	注入口温度 250°C	
回収率 94%(1.960 μ g~196.000 μ g)	MS インターフェイス温度 280°C	
定量下限 (10SD) 0.103 μ g/ml 0.005ppm (抽出液 2ml, 採気量 10L)	MS 光源温度 230°C	
検出下限 (3SD) 0.031 μ g/ml 0.001ppm (抽出液 2ml, 採気量 10L)	m/z 定量イオン; 303 確認イオン; 134 (I.S.; 定量イオン; 317, 確認イオン; 148)	
	カラム温度 60°C(1min)-10°C/min-200°C(0min)	
	注入法: パルスドスプリット(10:1) パルス圧 25psi (1min.)	
	導入量: 1 μ l	
	キャリアガス: He 1.00mL/min	
	検量線: 0.000~98.000 μ g/ml の範囲で直線	
	定量法: 内部標準法	
適用: 作業環境測定及び STEL 測定, 芳香族アミン 9 成分は分離可能		
妨害: -		
参考文献: OSHA (Organic Method No.73)		

作成日 2007/02/28

【個人ばく露濃度測定方法（ σ -トルイジンについて）】

個人ばく露濃度測定のために、取り扱いが簡単で作業者に負担の少ない適当な捕集方法がなかったため、作業環境測定方法と同様の手法で行うこととし、480分間サンプリングでフィルター2層目への破過がないか、及び回収率の低下がないか確認を行った。

硫酸含浸フィルターに、標準溶液（0.980, 9.800mg/ml）を添加（20 μ l）し、窒素ガスを1.0L/min.で15, 60, 120, 240, 360, 480分間吸引した後、抽出・誘導体化及び分析を行った。

その結果、サンプリング流量1.0L/min.においてはフィルター2層目には σ -トルイジンは検出されず、フィルター1層目に480分間保持されていることが確認された（図12, 13）。

したがって、この手法で480分間サンプリングは可能である。

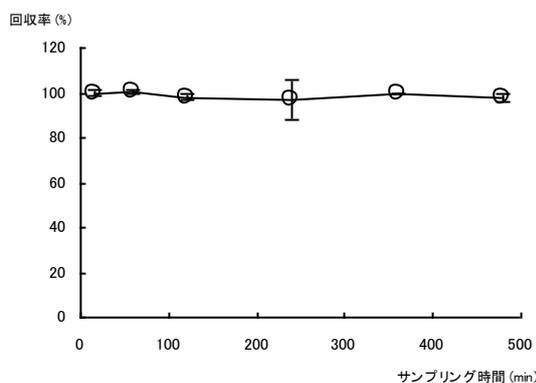


図 12 サンプリング時間と回収率
(添加量 19.600 μ g)

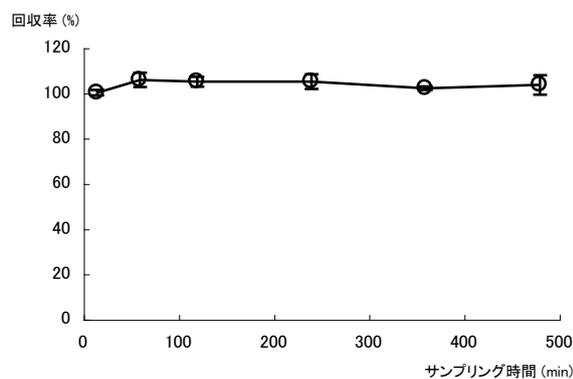


図 13 サンプリング時間と回収率
(添加量 196.000 μ g)

(別紙2)

o-トルイジンの分析法 (個人ばく露濃度測定方法)

構造式: $C_6H_4CH_3NH_2$		分子量: 107.16	CASNo.: 95-53-4
許容濃度等:	物性等		
OSHA 5ppm(Skin)	比重: 1.01		
NIOSH -	BP: 200.0°C; MP: -16.0°C		
ACGIH 2ppm(Skin)	VP: 0.043 kPa		
日本産業衛生学会 1ppm			
別名	2-aminotoluene		
サンプリング		分析	
サンプラー: 硫酸含浸フィルター	分析方法: ガスクロマトグラフ質量分析法		
サンプリング流量: 1.0L/min、480min	抽出: 0.17N 水酸化ナトリウム 3ml, トルエン 2ml		
保存性	(内部標準物質; o-ethylaniline 9.5 µg/ml)		
添加量が 19.600 µg 及び 196.000 µg いずれの場合も、冷蔵で少なくとも 5 日間まで変化がないことを確認	誘導体化試薬:		
ブランク	Heptafluorobutyric Anhydride (HFAA)		
検出されない	機器: AgilentGC6890N+Agilent5973inert		
精度	カラム: InertCap 1MS		
回収率	30m×0.25mm, 0.25 µm		
94%(1.960 µg~196.000 µg)	注入口温度 250°C		
定量下限 (10SD)	MS インターフェイス温度 280°C		
0.103 µg/ml	MS 光源温度 230°C		
0.098ppb (抽出液 2ml, 採気量 480L)	m/z 定量イオン; 303 確認イオン; 134		
検出下限 (3SD)	(I.S.; 定量イオン; 317, 確認イオン; 148)		
0.031 µg/ml	カラム温度		
0.029ppb (抽出液 2ml, 採気量 480L)	60°C(1min)-10°C/min-200°C(0min)		
	注入法: パルスドスプリット(10:1)		
	パルス圧 25psi (1min.)		
	導入量: 1 µl		
	キャリアガス: He 1.00mL/min		
	検量線: 0.000~98.000 µg/ml の範囲で直線		
	定量法: 内部標準法		
適用: 個人ばく露濃度測定, 芳香族アミン 9 成分は分離可能			
妨害: -			
参考文献: OSHA (Organic Method No.73)			

作成日 2007/02/28