

(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°C -36°C

沸点、初留点及び沸騰範囲：213-226°C 224°C

蒸気圧：&lt;20 Pa(20°C) 8.4 Pa(0.138 mmHg(25°C))

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
<p>サンプラー：硫酸含浸フィルター (No. 225-9004, SKC)</p> <p>サンプリング流量：1.0 L/min</p> <p>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)</p> <p>ブランク： 検出されない</p>	<p>分析方法：ガスクロマトグラフ質量分析法</p> <p>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)</p> <p>誘導体化試薬： Heptafluorobutyric Anhydride (HFAA)</p> <p>機器： 7890A GC System+5975 inert XL MSD (Agilent)</p> <p>カラム：InertCap 1MS (GL Sciences) 30 m×0.25 mm, 0.25 µm</p> <p>注入口温度：250°C</p> <p>MSインターフェイスおよびイオン源温度：280°C, 230°C</p> <p>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)</p> <p>カラム温度：60°C (1 min)-10°C/min-200°C</p> <p>注入法：パルスドスプリット(10:1) パルス圧 25 psi (1 min)</p> <p>導入量：1 µl キャリアーガス：He 1.00 ml/min</p> <p>検量線：0.125-600 µg/ml の範囲で直線</p> <p>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)</p>
精度	
<p>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)</p> <p>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</p> <p>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)</p>	

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：

1. 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
2. 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
2. 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: <b>C6H5NO2</b>	分子量: <b>123.1</b>	CASNo.: <b>98-95-3</b>
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°C; 融点: 5.7°C 蒸気圧: 20 Pa (20°C)
別名	ニトロベンゾール、ミルバン油	
サンプリング		分析
<p>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</p>		<p>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°C  検出器: ECD 300°C  カラム温度: 185°C 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)</p>
精度		
<p>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%</p> <p>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</p>		
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: $Sb_2O_3$ , $SbCl_3$ , $Sb_2S_3$ , $NaSbO_3 \cdot 3H_2O$ , Sb	
CAS No.: $Sb_2O_3$ 1309-64-4, $SbCl_3$ 10025-91-9, $Sb_2S_3$ 1345-04-6, $NaSbO_3 \cdot 3H_2O$ 15432-85-6, Sb 7446-36-0	
許容濃度等: 日本産業衛生学会: $0.1 \text{ mg/m}^3$ (Sbとして, スピンを除く) ACGIH 金属: $0.5 \text{ mg/m}^3$	物性等 (Sbとして) Sb-metal 分子量: 121.76: 沸点(°C): 587 $Sb_2O_3$ 分子量: 291.52: 沸点(°C): 1550 $SbCl_3$ 分子量: 228.12: 沸点(°C): 224 $Sb_2S_3$ 分子量: 339.72: 沸点(°C): 1150 $NaSbO_3 \cdot 3H_2O$ 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 (ステイブナイト)

サンプリング	分析																						
<p>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)</p> <p>サンプリング流量: <math>2.0 \sim 10.0 \text{ L/min}</math> サンプリング時間: <math>2.0 \text{ L/min}</math> 480min (8h) <math>10.0 \text{ L/min}</math> 10min</p> <p>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</p>	<p>分析方法: ICP 発光法、ICP 質量分析法、黒鉛炉原子吸光法</p> <p>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 <math>90^\circ\text{C}</math> 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</p> <p>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</p> <p>ICP 発光分析装置測定条件</p> <table border="1"> <tr><td>測定波長</td><td>217.581nm</td></tr> <tr><td>出力</td><td>1.0KW</td></tr> <tr><td>プラズマガス</td><td>アルゴン 1L/min</td></tr> <tr><td>試料注入量</td><td>約 1mL/min</td></tr> </table> <p>ICP 質量分析装置測定条件</p> <table border="1"> <tr><td>測定質量数 (m/z)</td><td>121 (定量用), 123 (検討用)</td></tr> <tr><td>出力</td><td>1.4KW</td></tr> <tr><td>キャリアーガス</td><td>アルゴン 1L/min</td></tr> <tr><td>試料注入量</td><td>約 1mL/min</td></tr> </table> <p>黒鉛炉原子吸光装置測定条件</p> <table border="1"> <tr><td>測定波長</td><td>217.63nm</td></tr> <tr><td>温度条件</td><td>dry <math>80 \sim 120^\circ\text{C}</math> 60 s, ash <math>1000^\circ\text{C}</math> 10 s atom <math>2300^\circ\text{C}</math></td></tr> <tr><td>試料注入量</td><td><math>10 \mu\text{l}</math></td></tr> </table> <p>検量線: 酸溶液(塩酸 3%)で調整</p> <p>黒鉛炉原子吸光法 <math>0 \text{ ng}</math>, 1.0, 3.0, 5.0, 10.0ng/mL</p> <p>ICP 質量分析法 <math>0, 0.1, 0.5, 1.0, 5.0, 10.0, 50.0, 100 \text{ ng/mL}</math></p> <p>ICP 発光分析法 <math>0, 0.1, 0.5, 1.0, 5.0, 10.0, 50.0, 100 \mu\text{g/mL}</math></p> <p>定量法: 絶対検量線法</p>	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	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	測定波長	217.63nm	温度条件	dry $80 \sim 120^\circ\text{C}$ 60 s, ash $1000^\circ\text{C}$ 10 s atom $2300^\circ\text{C}$	試料注入量	$10 \mu\text{l}$
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																						
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																						
測定波長	217.63nm																						
温度条件	dry $80 \sim 120^\circ\text{C}$ 60 s, ash $1000^\circ\text{C}$ 10 s atom $2300^\circ\text{C}$																						
試料注入量	$10 \mu\text{l}$																						
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 ( $3\sigma$ ) $0.01 \mu\text{g/mL}$ (最終試料液濃度) 定量下限 ( $10\sigma$ ) $0.05 \mu\text{g/mL}$ (最終試料液濃度) $5.00 \mu\text{g/m}^3$ (採気量 $10 \text{ L/min} \times 10 \text{ min}$ ・最終試料液量 10mL) $0.52 \mu\text{g/m}^3$ (採気量 $2 \text{ L/min} \times 480 \text{ min}$ ・最終試料液量 10mL)																							
ICP 質量分析法 検出下限 ( $3\sigma$ ) $0.03 \text{ ng/mL}$ (最終試料液濃度) 定量下限 ( $10\sigma$ ) $0.1 \text{ ng/mL}$ (最終試料液濃度) $0.01 \mu\text{g/m}^3$ (採気量 $10 \text{ L/min} \times 10 \text{ min}$ ・最終試料液量 10mL) $0.001 \mu\text{g/m}^3$ (採気量 $2 \text{ L/min} \times 480 \text{ min}$ ・最終試料液量 10mL)																							
黒鉛炉原子吸光法 検出下限 ( $3\sigma$ ) $1.7 \text{ ng/mL}$ (最終試料液濃度) 定量下限 ( $10\sigma$ ) $5 \text{ ng/mL}$ (最終試料液濃度) $0.5 \mu\text{g/m}^3$ (採気量 $10 \text{ L/min} \times 10 \text{ min}$ ・最終試料液量 10mL) $0.05 \mu\text{g/m}^3$ (採気量 $2 \text{ L/min} \times 480 \text{ min}$ ・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 <sub>2</sub> H <sub>7</sub> NO	分子量: 61.08	CAS No: 141-43-5
許容濃度等: 産業衛生学会 ACGIH	3 ppm 3 ppm	物性等: 比重: 1.018 BP: 171°C MP: 10°C VP: 53 Pa (20°C)
別名: モノエタノールアミン		
サンプリング		分析
<b>サンプラー:</b> 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) <b>サンプリング流量:</b> 1.0 L/min <b>保存性:</b> 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) <b>ブランク:</b> 0.100 µg/sampLe 程度検出される		<b>分析方法:</b> 高速液体クロマトグラフ分析法 <b>抽出:</b> 0.15 M NaOH 5 mL <b>誘導体化試薬:</b> 9-fluorenylmethyl chloroformate (FMOC) <b>装置:</b> Prominence UFLC (島津製作所社製) <b>カラム:</b> Ascentis RP-Amide (3 µm, 150 x 4.6 mm I.D.) (Supelco 社製) <b>カラム温度:</b> 50°C <b>移動相:</b> A (水), B (アセトニトリル) <b>グラジエント条件:</b> 45% B (0-8 min) → 90% B (8.01-10) → 45% B (10.01-20) <b>流速:</b> 1.0 mL/min <b>検出器:</b> 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) <b>注入量:</b> 5 µL <b>検量線:</b> 0.0359-35.9 µg/mL (FL 検出器) 0.0359-718 µg/mL (PDA 検出器) <b>定量法:</b> 絶対検量線法
精度		
<b>回収率:</b> 86-99% (0.747-3580 µg) (4 h 捕集時) <b>装置の検出下限 (LOD) と定量下限 (LOQ)</b> <b>FL 検出器:</b> LOD (0.00733 µg/sampLe), LOQ (0.0244 µg/sampLe) <b>PDA 検出器:</b> LOD (0.0423 µg/sampLe), LOQ (0.141 µg/sampLe) <b>測定法の定量下限 (LOQ)</b> 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: $C_{15}H_{10}N_2O_2$	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 <sup>3</sup>	物性等 BP : 208°C / 1kPa, MP : 37°C VP : <1mPa (25°C)	
別名 MDI		
サンプリング	分析	
<p>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)</p> <p>サンプリング流量: 1L / min (定点、個人ばく露)</p> <p>サンプリング時間: 30min (定点) 240min (個人ばく露)</p> <p>採気量: 30L (定点)、240L (個人ばく露)</p> <p>保存性: 冷蔵 (4°C) で 5 日間、保存可能</p>	<p>分析方法: 高速液体クロマトグラフ / 蛍光検出器</p> <p>脱着: アセトニトリル:DMSO=9:1 4mL</p> <p>分析機器: 日立 L2000 シリーズ</p> <p>注入量: 20μL</p> <p>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</p> <p>流量: 1.6mL / min</p> <p>カラム: Ascentis RP-Amide (15cm×4.6mm I.D., 5μm) (Supelco 社製)</p> <p>カラム温度: 40°C</p> <p>測定波長: 励起波長 240nm、測定波長 370nm</p> <p>検量線: 0.02~4.3μg/ mL の範囲で直線性あり</p> <p>定量法: 絶対検量線法</p>	
精度		
<p>脱着率: 直接添加法</p> <p>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%</p> <p>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%</p> <p>検出下限 (3SD): 0.02 μg/ mL</p> <p>定量下限 (10SD): 0.05 μg/ mL</p> <p>採気量 30 L 0.3 ppb (2.93 μg / m<sup>3</sup>)</p> <p>採気量 240 L 0.037 ppb (0.37 μg / m<sup>3</sup>)</p>		
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