

マイクロインピンジャーによるフェニルヒドラジン標準測定分析法

構造式 C6H5NHNH2		CAS No.: 100-63-0
許容濃度等 : ACGIH TLV : 0.1ppm OSHA PEL : 5ppm NIOSH C : 0.14ppm/120min.	物性等 分子量 : 108.14 比重 : 1.098 沸点 : 243.5°C (分解) 融点 : 19.5°C	
別名 hydrazinobenzene, hydrazine-benzene		
サンプリング	分析	
サンプラー : マイクロインピンジャー (6mL、0.1M 硫酸) サンプリング流量 : 0.1L/min サンプリング時間 : 240min 採気量 (MAX) : 保存性 : 通気後 (24L) 6ml を 10ml へ吸収液で容量調整後、遮光冷蔵保存にて 5 日目 3.6 μ g/mL、85% (0 日比) 18 μ g/mL、104% (0 日比) 36 μ g/mL、111% (0 日比) ※保管濃度は $\times 0.6$ ブランク : 検出せず	分析方法 : HPLC-UV 法 誘導体化 : 捕集液または標準液 6mL に 4%フルラル水溶液 (含 0.6M 酢酸ナトリウム) 3mL を加え 2 時間放置。その後、3mL n-ヘキサンを加え抽出する。3000r. p. m. で 10 分間遠心分離。ヘキサン相を 2.4mL 分取し、35°C 以下の温浴中で、窒素気流下濃縮する。アセトニトリル 0.5mL に転溶し、HPLC 分析する。 機器 : HPLC1100 シリーズ (Agilent 社製) 検出器 : UV/VIS 検出器 カラム : TSK-gel ODS 100S (2.0mm (i. d.) \times 25cm (Length) (5 μ m) 移動相 : 水/アセトニトリル = 55/45 (V/V%) カラム温度 : 40°C 流量 : 0.2mL/min 試料導入量 : 2 μ L 波長 : 340nm 検量線 : 100 μ L を 0.1M 硫酸 100mL に溶解したものを、標準原液 (1083 μ g/mL) とする。以下の溶液を誘導体化、抽出、濃縮し、検量線とする。 0 μ g/mL 1.08 μ g/mL 5.42 μ g/mL 27.1 μ g/mL 54.2 μ g/mL 定量法 : 絶対検量線 注意 : 用時調製 溶出時間 (R. T.) 主成分 : 16.5 分 (PH1)、微量成分 : 22.3 分 (PH2) ※標準物質 (フェニルヒドラジン) の代替品としてフェニルヒドラジン硫酸塩を用いることが可能である。	
精度 (H22 報告) 検出下限 (3 σ) 0.045 μ g/mL 定量下限 (10 σ) 0.151 μ g/mL 定量下限気中濃度 0.0036 ppm (採気量 10L) 0.0018 ppm (採気量 30L) 0.0009 ppm (採気量 60L) 0.0005 ppm (採気量 120L)		
適用 : 同誘導体化にてヒドラジン、N,N-ジメチルヒドラジンも分析可能		
注意 : (1) 空気、光により酸化されるので遮光、冷蔵保存する。また、マイクロインピンジャー捕集時の遮光についても茶染め加工や遮光について留意する。 (2) 誘導体はシス体、トランス体の 2 種に分離され、メインピークの面積比は 80~85% である。		
参考文献 : 昭和 59 年度化学物質分析法開発調査報告書 (環境庁環境保健部保健調査室)		