

o-アニシジン及びp-アニシ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

1. o-アニシジン及びp-アニシジンについて

表-1. o-およびp-アニシジンについて

	o-アニシジン	p-アニシジン
CAS NO.	94-04-0	104-94-9
構造式	$\text{CH}_3\text{OC}_6\text{H}_4\text{NH}_2$	$\text{CH}_3\text{OC}_6\text{H}_4\text{NH}_2$
物性		
沸点	225°C (760mmHg)	243°C
融点	5°C	57.2°C
比重	1.092	密度 1.071g/cm ³ (20°C)
蒸気圧	<0.133kPa (30°C)	0.8Pa (25°C)
許容濃度等		
OSHA	0.5 mg/m ³ (skin)	o 体と p 体の合計
NIOSH	0.5 mg/ m ³ (skin)	o 体と p 体の合計
ACGIH	0.1ppm(skin)(0.5 mg/m ³) (2B)	o 体と p 体の合計
日本産業衛生学会	0.1ppm(skin)(0.5 mg/m ³) (2B)	0.1ppm(skin)(0.5 mg/m ³)

2. 捕集方法および分析方法について

捕集剤には XAD-2 管 (100/50mg) (SKC 製)を用い、この 1 層目に o-アニシジン及び p-アニシジンの混合メタノール溶液をスパイクした。脱着はメタノール 4 mL で超音波抽出を 20 分行い、3000r.p.m. で 10 分間遠心分離し上澄みを分析に供した。分離分析は以下に示す高速液体クロマトグラフにより行った。

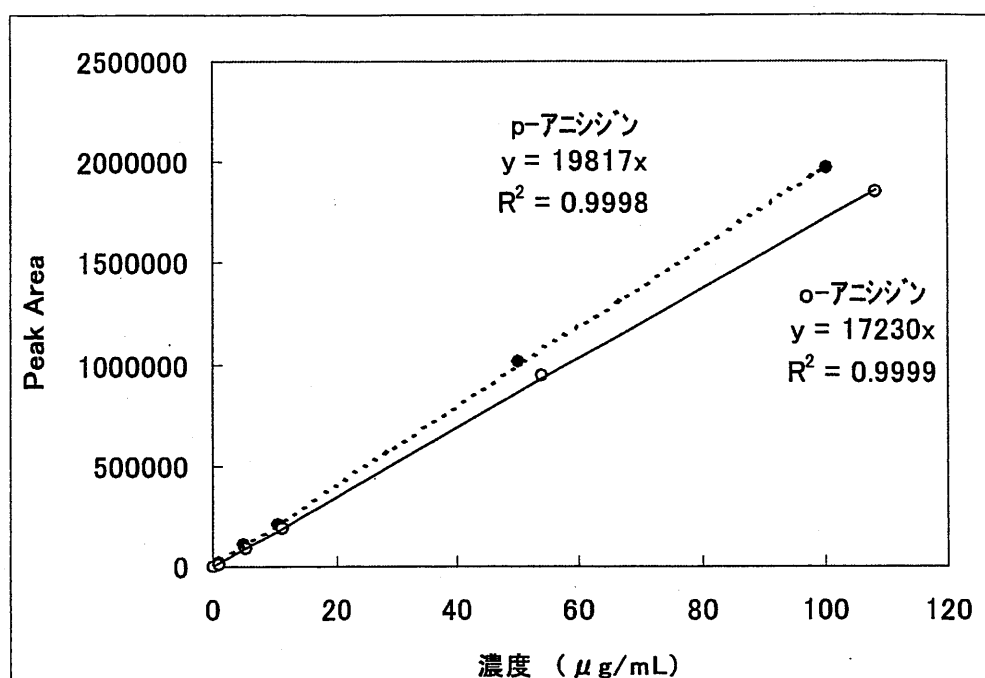
表-2. 分析機器及び分析条件

ポンプ	日立 L-7100 (x2)
オートサンプラー	日立 L-7200
検出器	日立 L-7400
	紫外検出器
カラムオープン	日立 L-7300
カラム	GL Sciences Inc.
	Inertsil ODS-80A、 4.6mm(i.d.)x25cm(long)
移動相	Water/acetonitrile=65/35 (v/v%)
カラム温度	40°C
流量	1.0 mL/min.
検出波長	254 nm
試料注入量	20 µL

3. 検量線の直線性

メタノールを溶媒として o-アニシジン及び p-アニシジンの混合標準溶液、0 (メタノール)、1.000、5.000、10.00、50.00、100.0、および 200.0 (µg/mL) の検量線について調べたところ、200.0

($\mu\text{g/mL}$) においては直線性が認められなかった。図—1 に検量線の一例を示す。



図—1. 検量線の例

4. 脱着率及び保存性

XAD-2 管の1層目にそれぞれ10、20、50 μg スパイクしたものを、遮光冷蔵(4~5 $^{\circ}\text{C}$) 保存で、5本ずつ、0日目、1日目、7日目の回収率及び保存性について調べた。それぞれ、表—3及び4のようになり、冷蔵で7日間は安定であった(添加量を100%とする)。

表—3. o-アニシジンの回収率及び保存性

添加量 (μg)	0日目	1日目	7日目
10.12	91.8%	89.1%	88.8%
	(n=5)	(n=5)	(n=5)
	s.d.1.3%	s.d.1.1%	s.d.1.3%
	c.v.1.4%	c.v.1.3%	c.v.1.4%
20.24	94.6%	92.0%	93.9%
	(n=5)	(n=5)	(n=5)
	s.d.1.3%	s.d.1.4%	s.d.1.7%
	c.v.1.4%	c.v.1.5%	c.v.1.8%
50.61	97.8%	95.9%	97.3%
	(n=5)	(n=5)	(n=5)
	s.d.1.6%	s.d.0.8%	s.d.2.1%
	c.v.1.7%	c.v.0.8%	c.v.2.2%

表－4. p-アニシジンの回収率及び保存性

添加量 (μg)	0日目	1日目	7日目
10.92	100.4% (n=5) s.d.2.9% c.v.2.9%	93.1% (n=5) s.d.1.6% c.v.1.7%	97.6% (n=5) s.d.1.0% c.v.1.0%
21.84	97.6% (n=5) s.d.1.7% c.v.1.8%	94.6% (n=5) s.d.1.4% c.v.1.5%	97.5% (n=5) s.d.0.6% c.v.0.6%
54.60	97.4% (n=5) s.d.0.9% c.v.0.9%	94.1% (n=5) s.d.1.2% c.v.1.3%	95.1% (n=5) s.d.3.1% c.v.3.3%

5. 定量下限

ブランク XAD-2 管 5 本の平均 SN を 2 とし、ブランクの 5 倍(SN=10)に相当する濃度（絶対量）を算出すると、o-アニシジン及び p-アニシジンのいずれも 0.02 μg/mL (0.08 μg) となった。空気中指標濃度を 0.5 mg/m³ とし、0.5 L/min 又は 1.0 L/min. で 10 分間採気すると、それぞれ指標濃度の約 1/30 及び 1/60 が測定可能である。

6. その他

o-アニシジン及び p-アニシジンに加えて m-アニシジンの 3 成分の一斉分離について調べた。表－2 の条件で p-体、m-体、及び o-体に順に溶出し、分離定量は可能であった。しかし、今回使用した m-体の標準試薬の純度が不十分で、m-体のクロマトグラムからは o-体及び p-体に相当する溶出時間にピークが認められたことから、m-体の分離分析には標準試薬の純度を吟味する必要があると考えられる。

o-アニシジン及び p-アニシジンの標準分析法

構造式: CH ₃ OC ₆ H ₄ NH ₂ 分子量:123.16		CAS: (o-) 90-04-0 CAS: (p-) 104-94-9
許容濃度等: OSHA: 0.5 mg/m ³ (skin) NIOSH: 0.5 mg/m ³ (skin) (o-体は発ガン性) ACGIH: 0.1 ppm (skin) (0.5 mg/m ³) 日本産業衛生学会: o-体 0.5 mg/m ³ (0.1 ppm) (skin)(2B) p-体 0.5 mg/m ³ (0.1 ppm) (skin)	物性等 o-体: 比重:1.092 沸点:225°C 融点: 5°C 蒸気圧:<0.133kPa(30°C) p-体: 密度:融点: 57.2°C、沸点: 243°C 蒸気圧:0.8Pa(25°C)	
別名: o-体: 2-aminoanisole; 2-methoxybenzenamine; o-methoxyaniline p-体: 4-aminoanisole; 4-methoxybenzenamine; p-methoxyaniline		
サンプリング	分析	
サンプラー: XAD-2 管 (150/75mg) 流量: 0.5 ~1.0 L/min 採気量: 最小 最大 保存性: 遮光冷蔵で1週間(4~5°C)	分析方法: 高速液体クロマトグラフ/紫外検出 脱着: メタノール 4mL 20min 超音波抽出、 10min 遠心分離(3000r.p.m.) 注入量: 20μL 移動相: 水/アセトニトリル=65/35 (v/v%) 1.0 mL/min、40°C カラム: GL サイエンス Inertsil ODS-80A、 4.6mm(i.d.)x25cm(long) 検出器: 254 nm 検量線: メタノール溶媒で o-体及び p-体の混合標準溶液 0~100(μg/mL)の範囲。m-体はこの条件で分離定量可能であるが、試薬によっては o-体及び p-体に相当するピークが認められるので、注意を要する。	
精度		
1. 回収率(直接添加法) o-体、p-体それぞれ 10、20、50 μg の添加で o-体(91.8~97.8%)、p-体(97.4~100.4%)の回収率。 2. 定量下限 ブランク XAD-2 管の 5 倍を定量下限とすると、o-体及び p-体のいずれも 0.5L/min 及び 1.0 L/min で 10 分採気で、それぞれ 0.02 及び 0.008 mg/m ³ が測定可能。		
適用		
妨害		
他の方法 参考: NIOSH (NMAM) 2514, issue 2		