

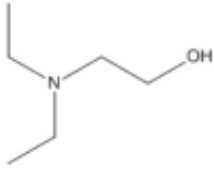
## 2- (ジエチルアミノ) エタノールの測定・分析手法に関する検討結果報告書

1. はじめに.....	1
2. 文献調査.....	1
3. 捕集および分析条件.....	2
4. ブランク.....	3
5. 破過.....	4
6. 脱着率.....	4
7. クロマトグラム.....	5
8. 検量線.....	5
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. 検討機関.....	8

1. はじめに

2- (ジエチルアミノ) エタノールの物理化学的性状を表 1 に示した。1), 2)

表 1 2- (ジエチルアミノ) エタノールの物理化学的性状

CAS No.	100-37-8	
別名	N, N-ジエチルエタノールアミン、2-ジエチルアミノエチルアルコール、(2-ヒドロキシエチル) ジエチルアミン	
用途	繊維用の均染剤やカチオン化剤（紙加工剤）の原料、抗ヒスタミン剤、抗マラリア剤、局部麻酔剤や鎮痛剤などに用いられる医薬品の原料、ワックス添加用の乳化剤、防錆剤、印刷インキ、アゾ染料揮発剤、エポキシ樹脂の低温反応（重合）促進剤やウレタンフォームの発泡触媒など	
構造式	 分子式：C <sub>6</sub> H <sub>15</sub> NO	
分子量	117.19	
物性	比重	0.884～0.886 (20℃)
	沸点	163℃
	融点	-70℃
	蒸気圧	0.187 kPa (25℃)
	性状	アミン臭を有した無色ないし淡黄色の液体
許容濃度等	日本産業衛生学会	設定されていない
	ACGIH(TLV-TWA)	2 ppm (9.6 mg/m <sup>3</sup> )
	管理濃度	設定されていない

ACGIH-TLV-TWA 2 ppm (9.6 mg/m<sup>3</sup>) を暫定二次評価値 (E) とし、これの 1/1000 から 2 倍の範囲における捕集および分析方法について検討を行った。

2. 文献調査

現在、2- (ジエチルアミノ) エタノールの測定およびその分析方法に関する公定法として、NIOSH (The National Institute for Occupational Safety and Health) Methods <sup>3)</sup> が示されている。(表 2)

表 2 測定および分析手法に関する文献調査

出典	サンプリング法	脱着溶媒	分析方法
NIOSH AMINOETHANOL COMPOUNDS I 2007	固体捕集 Silica gel、 (300 mg/150 mg)	0.12 N HCl in 4:1 (v/v) methanol:water	GC-FID (水素炎イオン化 検出器)

### 3. 捕集および分析条件

低濃度まで精度良く測定および分析方法を検討するため、ガスクロマトグラフー質量分析計 (GC-MS) を採用した。捕集方法および分析条件等を表 3 に示す。

表 3 捕集方法および分析条件等

捕集方法	
捕集管・固相カラム	Oasis HLB Plus Short Cartridge (225 mg Sorbent per Cartridge, 60 μm Particle Size) (Waters Cat No. 186000132)
吸引速度	0.1 L/min (ガステック GSP-300FT-2)
脱着溶媒	メタノール 5 mL (富士フィルム和光純薬株式会社 残留農薬・PCB 試験用 99.8+%, メタノール 300)
分析条件等	
装置	ガスクロマトグラフー質量分析計 (GC-MS) 株式会社島津製作所 GCMS-QP2020 NX
分析カラム	Stabilwax-DB (長さ 30 m×内径 0.25 mm、膜厚 0.25 μm) (RESTEK Cat No. 10823)
標準試薬	2-(ジエチルアミノ)エタノール (和光純薬工業株式会社 和光一級)
キャリアガス	He 1.87 mL/min
注入法	スプリット (10 : 1)
注入量	1 μL (Topaz ライナー、ウール付シングルグースネックス プリットレス、RESTEK Cat No. 23336)
オープン温度	50°C (2 min) →10°C/min→110°C→25°C/min→210°C (4 min)
注入口温度	200°C
イオン源温度	200°C
インターフェース温度	210°C
イオン化法	EI 法
イオン化電圧	70 eV
エミッション電流	60 μA
測定モード	SIM
測定イオン (m/z)	2-(ジエチルアミノ)エタノール : 86 (確認用 58)
保持時間	2-(ジエチルアミノ)エタノール 6.5 min 付近
検量線	絶対検量線法

(分析試料調製フロー)



#### 4. ブランク

脱着溶媒および捕集剤のブランク確認を行ったところ、測定対象物質の保持時間に妨害となるピークは認められなかった。

抽出溶媒の測定クロマトグラムを図1に、捕集剤 (225 mg) を抽出溶媒 (5 mL) で抽出した液の測定クロマトグラムを図2に示す。

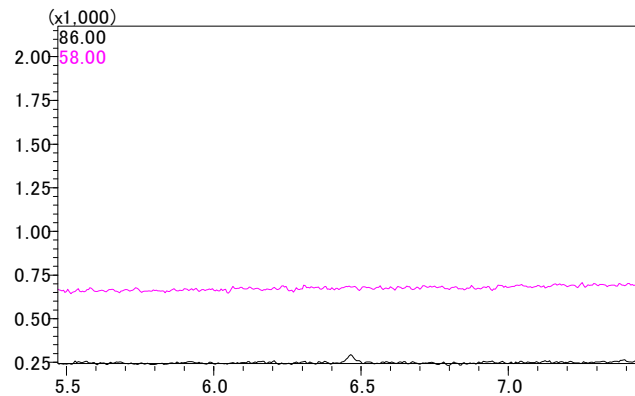


図1 抽出溶媒の測定クロマトグラム (SIM クロマトグラム)

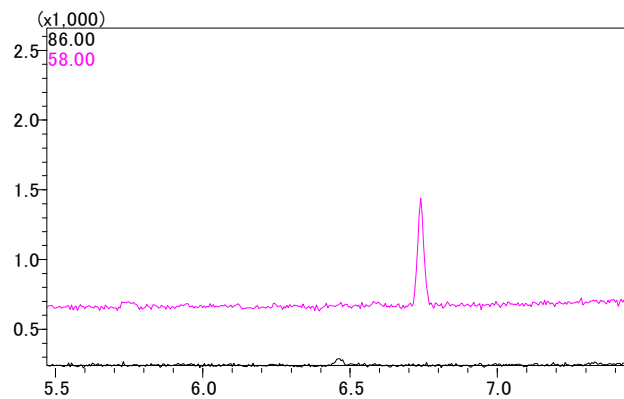


図2 捕集剤抽出液の測定クロマトグラム (SIM クロマトグラム)

## 5. 破過

今回の検討で使用する固相カラムについて、固相カラムに 500 µg 添加後、同固相カラムを下流側に連結し、0.1 L/min で 240 分間室内空気を通気（室温 24.5±1℃、湿度 22±5%）した。その後、1 層目および 2 層目をそれぞれ脱着および分析し、回収率を求めた。

その結果を表 4 に示す。1 層目の面積に比べて 2 層目の面積が 0.01%未満であり、240 分間通気させても破過は認められなかった。

よって、サンプリング時間は確認のとれた最長 240 分間とし、さらに長時間作業の場合には固相カラムを交換することとする。

表 4 破過試験結果

添加量 (µg)	平均面積		2 層目 / 1 層目 (%)
	1 層目	2 層目	
500	11037553	288	0.0026

(n=5)

## 6. 脱着率

脱着率試験は、1/1000E から 2E の濃度の空気を 0.1 L/min で 240 分間吸引した時に、捕集剤に捕集される絶対量（捕集率：1 で算出）を算出し、その範囲の量となるように溶媒で調製した標準液を固相カラムに添加した。実際の気中濃度換算値は、0.002~4 ppm（0.001E~2E）の範囲となる。（10 分間測定では、0.048~96 ppm の範囲となる。）

溶媒で調製した標準液を固相カラムに 0.2 µg（0.001E 相当）、20 µg（0.1E 相当）、500 µg（2E 相当）添加後、直ちに 0.1 L/min で 10 分間室内空気を通気（室温 24.5±1℃、湿度 22±5%）させ、バイアル瓶に入れた後、冷蔵庫（4℃）で一晩保管したものを分析し、脱着率を求めた。

その結果を表 5 に示す。いずれの濃度でも平均脱着率は、90%以上であった。

表 5 脱着率

添加量 (µg)	脱着率 (%)		RSD (%)
	Mean	SD	
0.2 (0.001E 相当)	96.1 ± 2.0	2.1	
20 (0.1E 相当)	102.7 ± 1.1	1.1	
500 (2E 相当)	102.8 ± 1.6	1.6	

(n=5)

脱着方向の確認は、0.2 µg（0.001E 相当）添加後、直ちに 0.1 L/min で 240 分間室内空気を通気（室温 24.5±1℃、湿度 22±5%）させたものを順方向および逆方向での脱着を行ない、それらの回収率を求めた。順方向では、76.1%となり、逆方向では、93.4%となった。バックフラッシュ法を用いることで、回収率が 90%以上となるため、本測定分析法ではバックフラッシュ法を採用した。

## 7. クロマトグラム

2-(ジエチルアミノ)エタノールの質量スペクトルを図3に、測定クロマトグラム（メタノールベース）のTICCおよびSIMクロマトグラムを図4に示す。

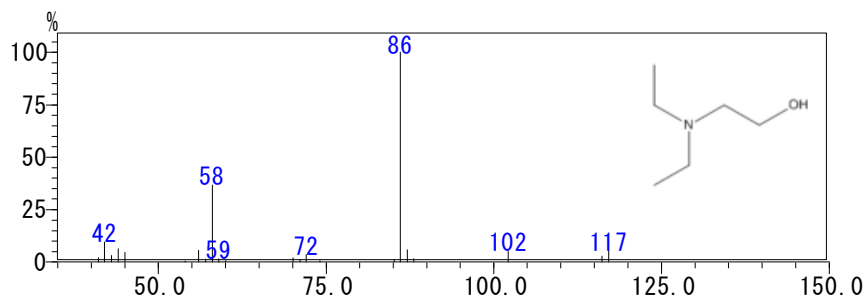


図3 2-(ジエチルアミノ)エタノールの質量スペクトル

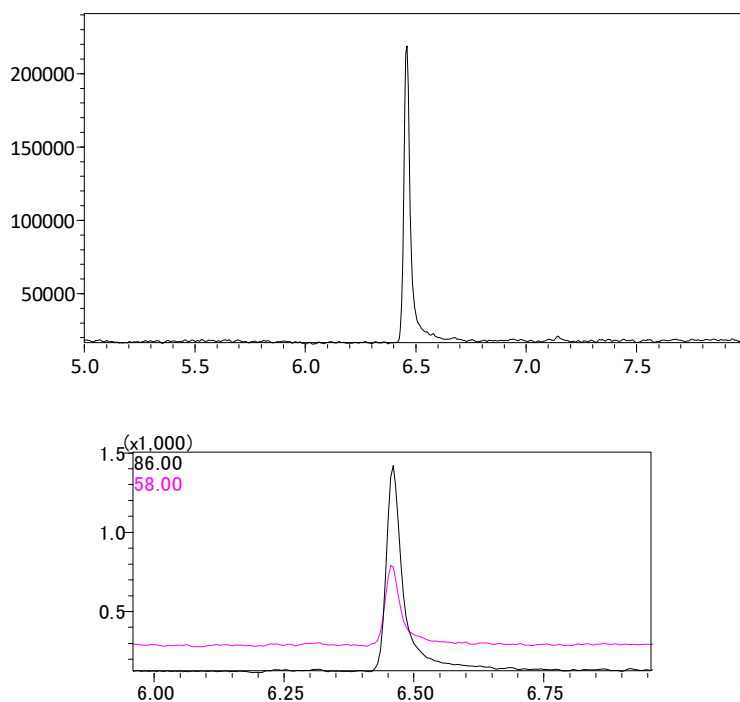


図4 測定クロマトグラム（TICCおよびSIMクロマトグラム）  
（上）4  $\mu\text{g/mL}$ （トータルイオンカレントクロマトグラム）  
（下）0.04  $\mu\text{g/mL}$ （SIMクロマトグラム）

## 8. 検量線

2-(ジエチルアミノ)エタノールをメタノールで希釈し、0.04、0.2、1、4、20、100  $\mu\text{g/mL}$ の6段階の標準系列を調製し、検量線の直線性について確認した。

その結果、全濃度範囲で良好な直線性（相関係数（R）=0.9995845）が得られた。作成した検量線を図5に示す。

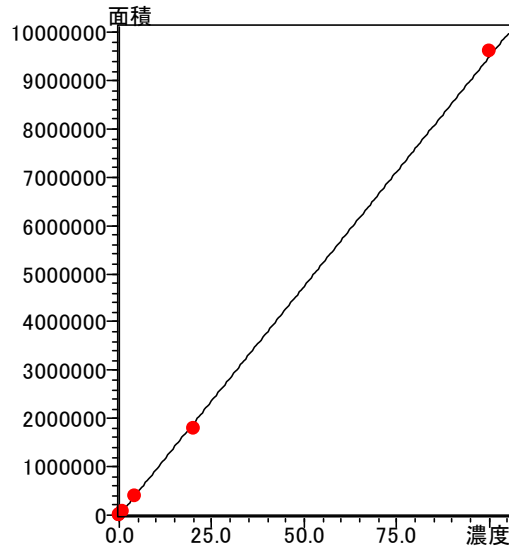


図5 2-(ジエチルアミノ)エタノールの検量線  
( $Y = 94920.75 X - 1782.806$ 、重み付け法：1/C)

キャリーオーバー試験は、ウール付スプリットレスライナーを用い、検量線作成で調製した標準溶液の 100  $\mu\text{g/mL}$  を測定後、メタノールを 3 回測定し、0.04  $\mu\text{g/mL}$  の面積と比較した。100  $\mu\text{g/mL}$  の測定直後は、0.04  $\mu\text{g/mL}$  の面積の 116%、2 測定目は 35%、3 測定目は 22%であった。ウール付きスプリットライナーやサイクロスプリットライナーを用いて検討を行なったが、さらにメタノールによるブランク測定が必要であることを確認した。そのため、ウール付スプリットレスライナーを本法で採用することとした。

#### 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 0.04  $\mu\text{g/mL}$  (0.1 L/min で 240 分間測定した場合、気中濃度 0.0017 ppm、1/1176E に相当) を 5 サンプル分析し、面積の標準偏差 (SD) を算出した。得られた標準偏差 (SD) 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。

$$\text{検出下限 } (\mu\text{g/mL}) = 3\text{SD}/a$$

$$\text{定量下限 } (\mu\text{g/mL}) = 10\text{SD}/a$$

\*a は検量線の傾き

その結果、検出下限および定量下限は下記の表 6 に示す。定量下限値より求められる気中濃度は 24 L 採気で 0.00028 ppm (0.0014  $\text{mg/m}^3$ ) となり、1/7100E となる。



表6 検出下限・定量下限

	検出下限値 (3SD)	定量下限値 (10SD)
溶液濃度 (µg/mL)	0.00196	0.00653
24L 採気時の気中濃度 (ppm) *	0.000085	0.00028
(mg/m <sup>3</sup> ) *	0.00041	0.0014
1L 採気時の気中濃度 (ppm) *	0.0020	0.0067
(mg/m <sup>3</sup> ) *	0.0098	0.034

\* 5 mL 脱着とした時

備考：溶液濃度の検出下限 (3SD) および定量下限 (10SD) は、有効数字 3 桁で 4 桁目を切り上げた。

気中濃度の検出下限および定量下限は、有効数字 2 桁で四捨五入とした。

#### 10. 添加回収率 (通気試験)

回収率試験は、1/1000E から 2E の濃度の空気を 0.1 L/min で 240 分間吸引した時に、捕集剤に捕集される絶対量 (捕集率：1 で算出) を算出し、その範囲の量となるように溶媒で調製した標準液を固相カラムに 0.2 µg (0.001E 相当)、2 µg (0.01E 相当)、20 µg (0.1E 相当)、500 µg (2E 相当) 添加後、直ちに 0.1 L/min で 240 分間室内空気を通気 (室温 24.5 ± 1°C、湿度 22 ± 5%) させた。その後、脱着・分析を行い、回収率を求めた。

その結果を表 7 に示す。いずれの濃度でも平均回収率は 90% 以上であった。

表7 回収率

添加量 (µg)	回収率 (%)		RSD (%)
	Mean	SD	
0.2 (0.001E 相当)	93.4 ± 4.7	5.0	
2 (0.01E 相当)	94.6 ± 3.4	3.6	
20 (0.1E 相当)	101.2 ± 3.2	3.1	
500 (2E 相当)	104.2 ± 0.7	0.7	

(n=5)

#### 11. 保存性

保存性試験は、1/1000E から 2E の濃度の空気を 0.1 L/min で 240 分間吸引した時に、捕集剤に捕集される絶対量 (捕集率：1 で算出) を算出し、その範囲の量となるように溶媒で調製した標準液を固相カラムに 0.2 µg (0.001E 相当)、20 µg (0.1E 相当)、500 µg (2E 相当) 添加後、直ちに 0.1 L/min で 10 分間室内空気を通気 (室温 24.5 ± 1°C、湿度 22 ± 2%) させ、バイアル瓶に入れた後、冷蔵庫 (4°C) で保管した。

サンプル調製直後を基準 (0 日目) とし、1、3、5 後に脱着分析を行い、保存率を確認した。

その結果を表 8、図 6 に示す。いずれの濃度でも 5 日後までは冷蔵保管することで 90% 以上保存できることが確認された。

表8 保存率

添加量 ( $\mu\text{g}$ )	保存 日数	保存率 (%)		RSD (%)
		Mean	SD	
0.2 (0.001E 相当)	0	100	$\pm 2.4$	2.3
	1	93.8	$\pm 2.0$	2.1
	3	95.2	$\pm 2.9$	2.9
	5	94.6	$\pm 1.0$	1.0
20 (0.1E 当)	0	100	$\pm 2.2$	2.2
	1	105.6	$\pm 1.1$	1.1
	3	98.2	$\pm 4.1$	4.3
	5	105.5	$\pm 1.8$	1.8
500 (2E 相当)	0	100	$\pm 2.9$	2.8
	1	100.8	$\pm 1.6$	1.6
	3	99.0	$\pm 2.5$	2.5
	5	102.4	$\pm 0.6$	0.6

(n=5)

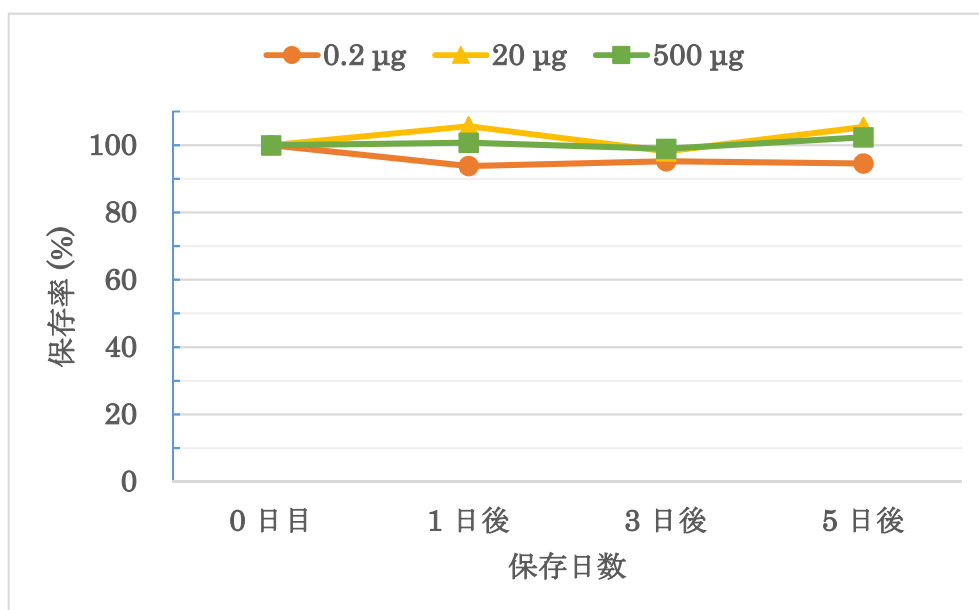


図6 保存率

## 1 2. まとめ

本検討の結果、2-(ジエチルアミノ)エタノールを 1/1000E から 2E 倍まで精度良く、測定および分析できることを確認した。

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. 検討機関

株式会社島津製作所 分析計測事業部 グローバルアプリケーション開発センター

#### 1 4. 参考文献

1. 厚生労働省 職場のあんぜんサイト GHS モデルラベル・モデル SDS 情報
2. 環境省「化学物質ファクトシート」
3. The National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH) : Method AMINOETHANOL COMPOUNDS I 2007

(別紙)

## 2- (ジエチルアミノ) エタノール標準測定分析法

化学式 : C <sub>6</sub> H <sub>15</sub> NO		分子量 : 117.19	CAS No. : 100-37-8
許容濃度等 : 日本産業衛生学会 : 設定されていない ACGIH (TLV-TWA) : 2 ppm (9.6 mg/m <sup>3</sup> ) 管理濃度 : 設定されていない		物性等 沸点 : 163°C 融点 : -70°C 蒸気圧 : 0.187 kPa (20°C) 性状 : アミン臭を有した無色ないし淡黄色の液体	
別名 : N,N-ジエチルエタノールアミン、2-ジエチルアミノエチルアルコールなど			
サンプリング		分析	
サンプラー : Oasis HLB Plus Short Cartridge (225 mg、60 µm Particle Size) Waters 製、Cat No. 186000132 サンプリング流量 : 0.1 L/min サンプリング時間 : 240 分間 (24 L)		分析方法 : ガスクロマトグラフィー質量分析法 (GC/MS) 脱着溶媒 : メタノール 5 mL バックフラッシュ法 (1 mL/min) 分析機器 : 株式会社島津製作所 GCMS-QP2020 NX	
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。 ブランク : 検出せず		<GC 部> カラム : Stabilwax-DB (長さ 30 m×内径 0.25 mm、膜厚 0.25 µm) (RESTEK、Cat No. 10823) オープン温度 : 50°C (2 min) →10°C/min → 110°C→25°C/min→210°C (4 min) 注入口温度 : 200°C イオン源温度 : 200°C インターフェース温度 : 210°C 注入法 : スプリット (10 : 1) 注入量 : 1 µL (Topaz ライナー、ウール付シングルグ ースネックスプリットレス RESTEK、 Cat No. 23336) キャリアガス : He 1.87 mL/min	
精度 脱着率 : 添加量 0.2 µg の場合 96.1% 20 µg の場合 102.7% 500 µg の場合 102.8% 回収率 : 添加量 0.2 µg の場合 93.4% (4 時間) 2 µg の場合 94.6% 20 µg の場合 101.2% 500 µg の場合 104.2%		<MS 部> イオン化法 : EI 法 イオン化電圧 : 70 eV エミッション電流 : 60 µA 測定モード : SIM 測定質量 (m/z) : 定量イオン 86 (確認用 58) 定量法 : 絶対検量線法 検量線 : 0.04~100 µg/mL の範囲で直線性が得 られている。 分析時の保持時間 : 6.5 min 付近	
定量下限 (10SD) 0.00653 µg/mL 0.00028 ppm (採気量 : 24 L、抽出液量 : 5 mL) 0.0067 ppm (採気量 : 1 L、抽出液量 : 5 mL)			
検出下限 (3SD) (採気量 : 24 L、抽出液量 : 5 mL) 0.00196 µg/mL 0.000085 ppm (採気量 : 1 L、抽出液量 : 5 mL) 0.0020 ppm			
適用 : 個人ばく露測定、作業環境測定			
妨害 : 確認されていない。			
文献 :			
1. 厚生労働省 職場のあんぜんサイト GHS モデルラベル・モデル SDS 情報 2. 環境省「化学物質ファクトシート」 3. The National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH) : Method AMINOETHANOL COMPOUNDS I 2007			

作成日 ; 平成 31 年 1 月 15 日