

No. _____

フェニルオキシラン分析測定法に関する検討結果報告書（案）

平成 19 年 3 月 20 日

1. フェニルオキシランについて

別名 スチレンオキシド 酸化スチレン 1, 2-エポキシエチルベンゼン
フェニルエチレンオキシド

表1 フェニルオキシランについて

CAS No.	0 0 0 0 9 6 - 0 9 - 3	
構造式	C8H8O	
物性	比重	1. 0 5 2
	沸点	1 9 4℃
	融点	- 2 5℃
	蒸気圧	4 0 Pa(2 0℃)
	分子量	1 2 0. 0 5 8
許容濃度等	OSHA	- ppm
	NIOSH	- ppm
	ACGIH	- ppm

2. 捕集方法および分析方法について

捕集方法は Tenax GC Tube (30/15mg) を捕集材とした固体捕集方法とし、分析方法は捕集材から酢酸エチルにより脱着した後、ガスクロマトグラフ分析法により行う。(参考 OSHA ケミカルサンプリングインフォメーション)

3. 検出器について (FID と質量分析器 MS の比較)

ケミカルサンプリングインフォメーションでは FID で行なうが、前年度 FID で検討したところ採気量 2 L 時の定量下限が 0.31ppm と有害性評価結果による目標定量下限値 (0.022ppm) に及ばなかったため、更なる高感度化を図るため MS で検討を行った。ちなみに FID と MS の強度を比較したところ以下の結果のようになり、より低濃度を測定する事が出来る MS が優位であることが判った。

濃度	0.01v/v% (103.1 μg/ml)	1 μl 注入
FID	434 (ピコアンペア*秒)	
MS(SIM)	30071476(レスポンス)	

4. GC-MSによる分析条件を以下に示した。

表2 GC-MSによる分析条件

ガスクロマトグラフ	Agilent GC6890 5973MSD
カラム	DB-5 MS、60m×0.25mm φ×0.25 μm
カラム温度	3 5℃(5 min)- 5℃/min-1 3 0℃(0min)
キャリアーガス	He : 1.20ml/min(28cm/sec)
注入法	スプリット(5:1)
注入口温度	200℃
検出器	トランスファーライン 230℃ MS 四重極 150℃ イオン源 230℃
検出条件(SIM)	定量イオン 91 (確認イオン 8 9, 1 0 4, 1 2 0)

5. 検量線の直線性について

酢酸エチルに溶解したフェニルオキシランの濃度を 0、0.10、1.03、10.30、103.01 ($\mu\text{g/ml}$) として検量線の直線性について確認を行った結果、良好な直線性が得られた。n 数は各濃度につき 5 とした。

表 3 溶液濃度と GC-MS 分析レスポンス

標準液濃度 ($\mu\text{g/ml}$)	レスポンス n=5
0.00	0
0.10	18736
1.03	297723
10.30	5183437
103.01	50466416

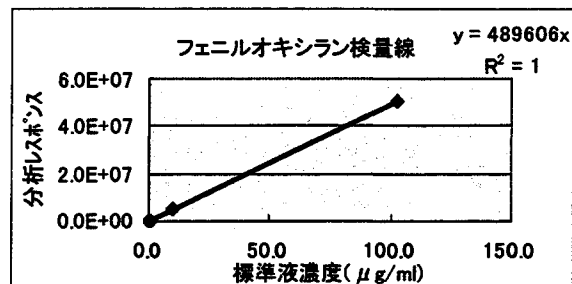


図 1 フェニルオキシラン検量線

6. 脱着率について

脱着率の検討は相平衡法と直接添加法により行なった。相平衡法は、0.001v/v% (10.30 $\mu\text{g/ml}$) および 0.01v/v% (103.01 $\mu\text{g/ml}$) の 2 濃度の標準溶液を作製し、捕集材の 1 層目を入れ、1 時間平衡後、濃度を分析し、0.001v/v% および 0.01v/v% の標準溶液の濃度 (対照) と比較して求め表 4 に結果を示した。

表 4-1 相平衡法 0.001v/v% (10.30 $\mu\text{g/ml}$)

捕集材を入れた標準溶液	レスポンス	標準溶液	レスポンス
捕集材No.1	5420928	対照No.1	6202829
捕集材No.2	6380608	対照No.2	5898763
捕集材No.3	5753142	対照No.3	6157244
捕集材No.4	6340162	対照No.4	6157244
捕集材No.5	6354195	対照No.5	6212183
平均	6049807	平均	6125653
標準偏差	438716	標準偏差	129343
C.V.(%)	7.3	C.V.(%)	2.11
		脱着率(%)	98.8

表 4-2 相平衡法 0.01v/v% (103.01 $\mu\text{g/ml}$)

捕集材を入れた標準溶液	レスポンス	標準溶液	レスポンス
捕集材No.1	53492883	対照No.1	46198103
捕集材No.2	55639439	対照No.2	50777774
捕集材No.3	54113009	対照No.3	52220076
捕集材No.4	52916529	対照No.4	49945114
捕集材No.5	51405670	対照No.5	50679052
平均	53513506	平均	50905504
標準偏差	1555536	標準偏差	951848
C.V.	2.9	C.V.(%)	1.9
		脱着率(%)	105.1

直接添加法は、1.0v/v%および10v/v%の標準溶液 1.0 μ l を、それぞれ捕集材の1層目に添加し、酢酸エチルで脱着した後の溶液濃度(脱着率が100%であれば濃度はそれぞれ10.30 μ g/mlと103.01(μ g/mlとなる)を分析し、一方、酢酸エチル1mlに同様に添加した標準溶液の濃度を分析しこれを対照として比較して求めた。結果を表5に示した。

表 5-1 直接添加法 0.001v/v%(10.30 μ g/ml)

標準溶液添加捕集材	レスポンス	標準溶液	レスポンス
捕集材No.1	8850739	対照No.1	9559394
捕集材No.2	8345647	対照No.2	8160319
捕集材No.3	8052647	対照No.3	9004012
捕集材No.4	8168234	対照No.4	8641016
捕集材No.5	7948207	対照No.5	8613753
平均	8273095	平均	8795699
標準偏差	354994	標準偏差	521384
C.V.	4.3	C.V.(%)	5.9
脱着率(%)			94.1

表 5-2 直接添加法 0.01v/v%(103.01 μ g/ml)

標準溶液添加捕集材	レスポンス	標準溶液	レスポンス
捕集材No.1	73113650	対照No.1	70610194
捕集材No.2	82951161	対照No.2	62576190
捕集材No.3	69504175	対照No.3	73466657
捕集材No.4	77772620	対照No.4	61797924
捕集材No.5	65698708	対照No.5	62926875
平均	71522288	平均	66275568
標準偏差	5150597	標準偏差	5372364
C.V.	7.2	C.V.	8.1
脱着率(%)			107.9

7. 保存性について

1.0v/v%および10v/v%の標準溶液を1.0 μ l 添加(添加量として10.30 μ g、103.01 μ g)した捕集材を常温(25℃)と冷蔵(4℃)の条件で保管し、0、1、7日後に酢酸エチル1mlにて脱着、分析を行い、経時変化を確認した。n数は各濃度、各経過日数、各保管条件において5とし、結果を表6及び図2に示した。添加直後(添加2時間後分析)の回収率を100として、日数経過後の回収率を求めると、7日経過後では冷蔵で保管した方が高い傾向にあった。サンプリング後は冷蔵保管にて7日以内に分析するのが望ましいと確認された。

表 6-1 保存性

添加量 10.30 μ g	経過日数(日)	分析濃度(μ g/ml) n=5	回収率(%)
添加直後	0	12.220	100.00
常温保存	1	9.475	77.50
	7	9.151	74.89
冷蔵保存	1	10.496	85.89
	7	11.651	95.34

表 6-2 保存性

添加量 103.01 μg	経過日数(日)	分析濃度($\mu\text{g/ml}$) n=5	回収率(%)
添加直後	0	109.02	100.00
常温保存	1	96.70	88.70
	7	88.36	81.05
冷蔵保存	1	90.99	83.46
	7	97.80	89.71

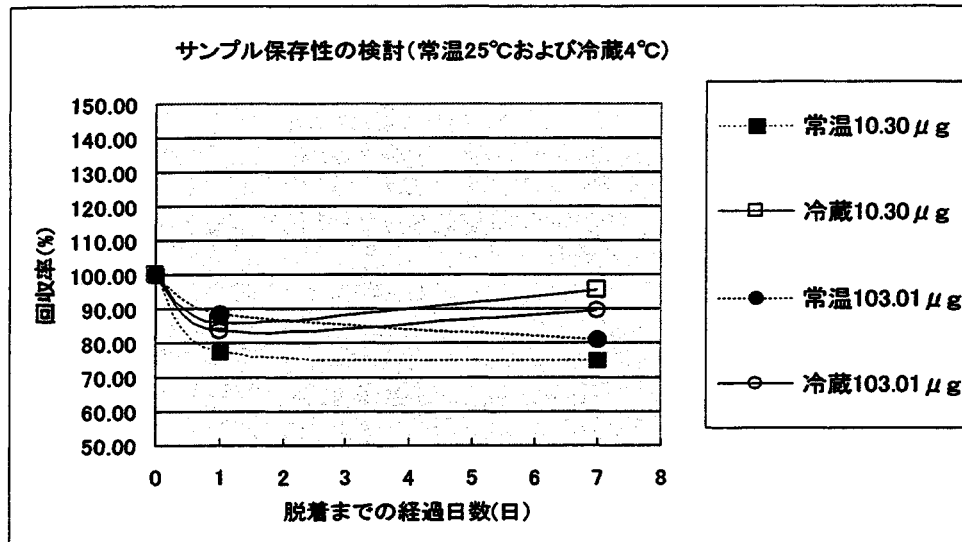


図2 サンプル保存性

8. 定量下限について

最も低い濃度の標準溶液 0.0001v/v% (0.103 $\mu\text{g/ml}$) を繰返し5回分析し、その結果の標準偏差の10倍を定量下限として算出した。この値を使って0.2l/minで10分間測定したと仮定して気中濃度を計算した。結果を表3に示した。これにより気中濃度の定量下限は0.001ppmとなった。

表3 定量下限

5回分析	レスポンス
分析No.1	19566
分析No.2	17822
分析No.3	18328
分析No.4	19236
分析No.5	18730
平均	18736.40
標準偏差 σ	696.562
3 σ	2089.686
3 σ 濃度($\mu\text{g/ml}$)	0.004
2Lサンプリング3 σ 濃度(ppm)	0.0004
10 σ	6965.621
10 σ 濃度($\mu\text{g/ml}$)	0.014