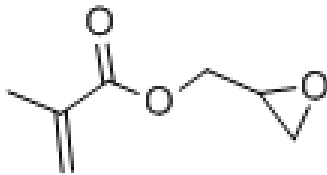


メタクリル酸-2,3-エポキシプロピルの測定・分析手法に関する検討結果報告書

## 1. はじめに

メタクリル酸-2,3-エポキシプロピルの物理化学的性状を示した<sup>1)2)</sup> (表 1)。

表 1 メタクリル酸-2,3-エポキシプロピルの物理化学的性状

CAS No.	106-91-2	
別名	メタクリル酸グリンジル	
用途	熱硬化性塗料、繊維処理剤、イオン交換樹脂、帯電防止剤原料	
構造式	 <chem>C=CC(=O)OCC1OC1</chem> C <sub>7</sub> H <sub>10</sub> O <sub>3</sub>	
分子量	142.15	
物性	比重	1.08
	沸点	189 °C
	融点	-42 °C
	蒸気圧	0.42 kPa (25 °C)
	形状	無色透明の液体
許容濃度等	日本産業衛生学会	0.01ppm
	OSHA	設定されていない
	NIOSH	設定されていない
	ACGIH	設定されていない

今回の対象は作業環境測定を目的としていることから、0.01 ppm を暫定二次評価値 (E) とし、その 1/10 (0.001 ppm) から 2 倍 (0.02 ppm) 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。

メタクリル酸-2,3-エポキシプロピル (以下、EMA と略す) は、平成 29 年度に個人ばく露測定を対象とした方法について報告を行っていることから、今回はその方法<sup>3)</sup>を参考に「球状活性炭捕集—ジクロロメタン脱着」を用い、スプリットレス分析法で検討を行うこととした。

## 2. 捕集および分析条件

捕集および分析条件を表 2 に示す。

表 2 捕集および分析条件

捕集剤	球状活性炭 (100 /50 mg) ; No.258 (ガステック社製)
脱着溶媒	ジクロロメタン (残留農薬試験用 5000 ; 富士フィルム和光純薬) 1 mL
脱着時間	1 時間室温放置
内標準物質	1,4-ジクロロブタン (1,4-DCB) (特級 ; 東京化成工業) ; 0.2 µg/ mL
装置	Agilent GC6890N+Agilent5973 inert
カラム	DB-WAX 60 m×0.25 mm, 0.5 µm (J&W 社製)
カラム温度	45 °C (2 min.) -4.5 °C /min.-90 °C (0 min.) -25 °C/ min. -190°C (3.0 min.)
注入方法	パルスドスプリットレス
注入量	1 µL
注入口温度	200 °C
MS インターフェイス温度	250 °C
MS イオン源温度	230 °C
m/z	定量イオン ; 69, 確認イオン ; 41 (1,4-DCB 定量イオン ; 55, 確認イオン ; 90)
キャリアガス	He 1.60 mL /min.

### 3. 脱着率

脱着率は、1/10 E, 1 E および 2 E の濃度の空気を 0.2 L/min で 10 分間通気した時に、サンプラー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 (2.952 µg /mL, 29.52 µg /mL および 59.04 µg /mL) をそれぞれ 4 µL ずつ活性炭管に添加した。添加後直ちに、0.2 L/min で 10 分間室内空気 (23.0-24.1°C, 20.0-20.3%) を通気させ、キャップをした後、4°C で一昼夜保存し脱着率を求めた。

その結果、脱着率は 92% から 102% であった (表 3)。

表 3 脱着率

	添加量 (µg)	脱着率 (%)	
		Mean	SD
1/10 E	0.012	102	4.9
1 E	0.118	97	3.4
2 E	0.236	92	4.1

n=5

### 4. クロマトグラム

標準液 (0.2341 µg/mL : ジクロロメタンベース) のクロマトグラムを図 1 に示す。

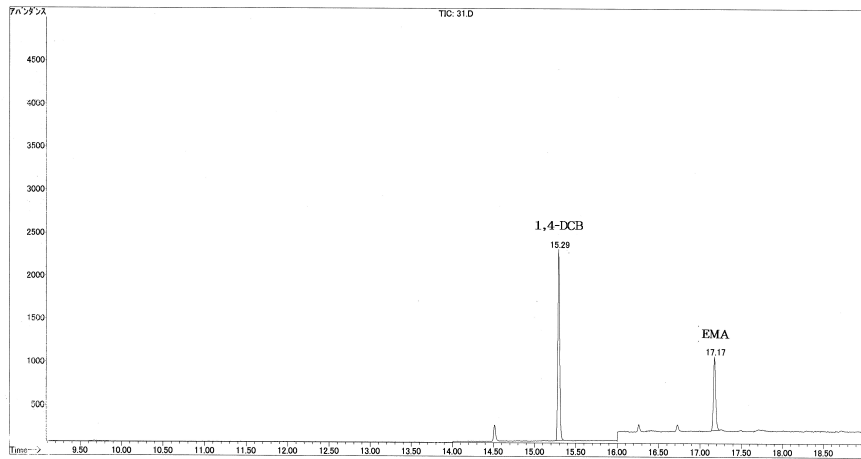


図1 メタクリル酸-2,3-エポキシプロピル標準液のクロマトグラム

### 5. 検量線

標準液をジクロロメタンで希釈、5段階の標準系列（0.0117  $\mu\text{g/mL}$  から 0.2341  $\mu\text{g/mL}$  の範囲）を調製し検量線の直線性について確認を行った。その結果、良好な直線性が得られた（図2）。

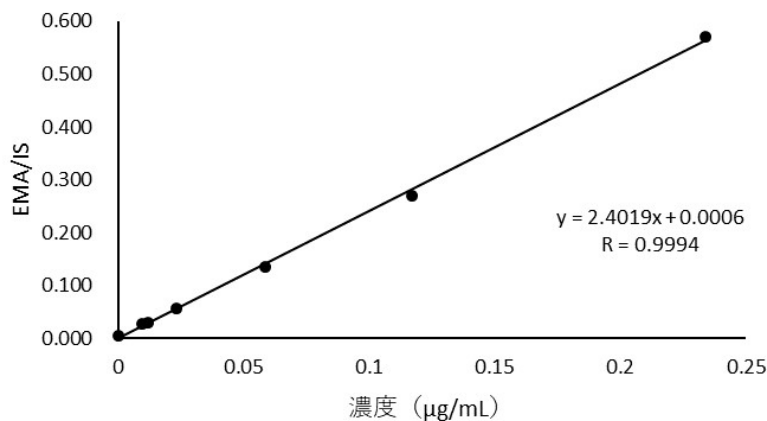


図2 メタクリル酸-2,3-エポキシプロピルの検量線

### 6. 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最低濃度 0.0117  $\mu\text{g/mL}$  を 5 サンプル分析し、定量値の標準偏差 (SD) から検出下限 (3 SD) および定量下限 (10 SD) を求めた。

その結果、装置の分析感度の検出下限および定量下限は表 5 に示すとおりとなり、0.2 L/min で 10 分間通気した時 (2 L 採気)、検出下限は 0.00020 ppm、定量下限は 0.00067 ppm であった。

表 5 装置の検出下限および定量下限

	検出下限 (3 SD)	定量下限 (10 SD)
溶液濃度 ( $\mu\text{g/mL}$ )	0.0024	0.0078
2 L 通気による気中濃度 (ppm)	0.00020	0.00067

n=5

## 7. 添加回収率

3. 脱着率の実験操作と同様に、活性炭管に標準液 (2.952 µg/mL, 29.52 µg/mL および 59.04 µg/mL) を 4 µL 添加した後、直ちに 0.2 L/min で 10 分間室内空気を通気 (23.0-23.6 °C, 20.0 未満) した。その後、脱着・分析を行い回収率を求めた。

その結果、添加回収率は 91% から 94 % であった (表 6)。

表 6 添加回収率

	添加量 (µg)	回収率 (%)	
		Mean	SD
1/10 E	0.012	94	6.0
1 E	0.118	91	3.4
2 E	0.236	94	5.1

n=5

## 8. 保存性

3. 脱着率の実験操作と同様に、活性炭管に標準液 (2.952 µg/mL, 29.52 µg/mL および 59.04 µg/mL) を 4 µL 添加した後、直ちに 0.2 L/min で 10 分間室内空気 (20.2-21.1 °C, 20.0% 未満) を通気した。その後、両端にキャップをし、4 °C 保存した。捕集直後を基準 (0 日目) とし、1, 3, 7 日後に脱着および分析し、保存性の確認を行った。

その結果、いずれの濃度でも 7 日目までは保存可能 (7 日目において保存率はそれぞれ 90 % 以上) であることが確認された (表 7、図 3)。

表 7 保存性

	添加量 (µg)	保存日数	回収率 (%)	
			Mean	SD
1/10 E	0.012	0	100	23.0
		1	105	2.9
		3	96	12.0
		7	93	3.1
1 E	0.118	0	100	4.7
		1	109	4.2
		3	101	6.5
		7	97	2.4
2 E	0.236	0	100	8.9
		1	98	7.3
		3	97	5.3
		7	103	4.5

n=3

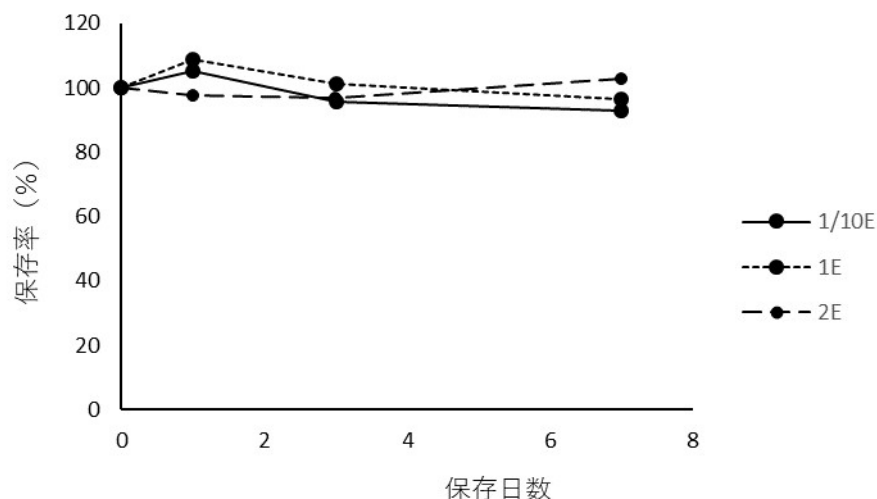


図3 保存性

## 9. まとめ

本検討の結果、作業環境測定を目的とした、暫定二次評価値（E：0.01 ppm）の 1/10 E から 2 E（0.001–0.02 ppm）の濃度を測定・分析できることが確認できた。

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。

## 10. 検討機関

中央労働災害防止協会 労働衛生調査分析センター

## 11. 参考文献

- 1) 安全データシート、東京化成工業株式会社、2020/7/1 改訂
- 2) 製品安全データシート（メタクリル酸-2,3-エポキシプロピル）、厚生労働省、2008  
<http://anzeninfo.mhlw.go.jp/anzen/gmsds/106-91-2.html>
- 3) メタクリル酸-2,3-エポキシプロピル分析法、化学物質のリスク評価検討会報告書（平成29年度ばく露実態調査対象物質に係るリスク評価）、厚生労働省、平成29年2月

(別紙)

## メタクリル酸-2,3-エポキシプロピル標準測定分析法

化学式: C <sub>7</sub> H <sub>10</sub> O <sub>3</sub>	分子量:142.15	CASNo.: 106-91-2
許容濃度等: 日本産業衛生学会 0.01 ppm	OSHA 設定されていない	NIOSH 設定されていない
	ACGIH 設定されていない	AIHA WEEL 0.5 ppm
物性等	沸 点: 189 °C	融 点: -42 °C
	蒸気圧: 0.42 kPa (25 °C)	形 状: 無色透明の液体
別名	メタクリル酸グリシジル	
サンプリング	分析	
サンプラー: No.258 球状活性炭管 (100/50 mg) (株)ガステック	分析方法: GC-MS 法	
サンプリング流量: 0.2 L/min	脱着:	
サンプリング時間: 10 分間 (2 L)	ジクロロメタン (残留農薬試験用 5000) 1 mL (内標準物質: 1,4-ジクロロブタン) 0.2 µg/ mL 1 時間放置	
保存性: 添加量 0.012 µg, 0.118 µg および 0.236 µg いずれの場合も、冷蔵で少なくとも 7 日間までは変化がないことを確認	機器: Agilent GC6890N+Agilent 5973inert カラム: DB-WAX (J&W 社製) 60 m×0.25 mm, 0.5 µm	
精度	注入口温度: 200°C	
脱着率; 添加量 0.012 µg の場合 102%	MS インターフェイス温度: 250°C	
0.118 µg 97%	MS イオン源温度: 230°C	
0.236 µg 92%	m/z: 定量イオン; 69, 確認イオン; 41)	
回収率; 添加量 0.012 µg の場合 94%	(I.S.: 定量イオン; 55, 確認イオン; 90)	
0.118 µg 91%	カラム温度:	
0.236 µg 94%	45°C (2 min) -4.5°C/min-90°C (0 min) - 25°C/min-190°C/min (3 min)	
定量下限 (10 SD)	注入法: パルスドスプリットレス	
0.0078 µg/mL	試料液導入量: 1 µL	
0.00067 ppm (採気量; 2 L)	キャリアガス: He 1.60 mL/min	
検出下限 (3 SD)	検量線: 0.0117-0.2341 µg/mL の範囲で直線	
0.0024 µg/mL	定量法: 内標準法	
0.00020 ppm (採気量; 2 L)	リテンションタイム: 17.17min	
適用: 作業環境測定		
妨害: なし		

作成日; 令和 3 年 3 月 8 日