

## フルフルールの測定・分析手法に関する検討経過報告書

令和 4 年 3 月 2 日

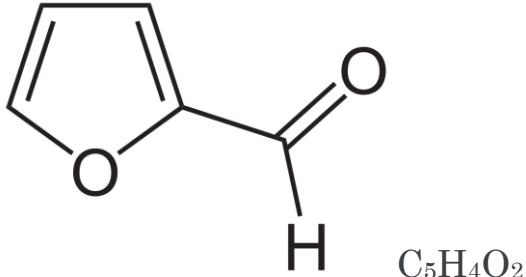
測定手法等検討評価委員会

|                                |    |
|--------------------------------|----|
| 1. はじめに .....                  | 1  |
| 2. 文献調査 .....                  | 2  |
| 3. 予備検討 .....                  | 2  |
| 3-1. サンプラーおよびサンプリング条件の検討 ..... | 2  |
| 3-2. 予備検討の添加回収率（通気試験）結果 .....  | 3  |
| 4. 捕集および分析条件 .....             | 5  |
| 4-1. 試薬 .....                  | 5  |
| 4-2. 調製 .....                  | 5  |
| 4-3. 捕集条件 .....                | 5  |
| 4-4. HPLC 測定条件 .....           | 5  |
| 5. ブランク .....                  | 6  |
| 6. 破過 .....                    | 6  |
| 7. 脱着率 .....                   | 7  |
| 8. 検量線 .....                   | 7  |
| 9. 検出下限および定量下限 .....           | 8  |
| 10. 添加回収率(通気試験) .....          | 9  |
| 11. 保存性 .....                  | 9  |
| 12. まとめ .....                  | 10 |
| 13. 検討機関 .....                 | 10 |
| 14. 参考文献 .....                 | 10 |

## 1. はじめに

フルフラールの物理化学的性状を示す（表 1）。

表 1 フルフラールの物理化学的性状

|         |                                                                                    |                                              |
|---------|------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------|
| CAS No. | 98-01-1                                                                            |                                              |
| 別名      | 2-フルアルデヒド<br>2-フリルメタナル<br>フルフリルアルデヒド                                               |                                              |
| 用途      | 溶剤、合成樹脂（フラン樹脂）、テトラヒドロフラン、ナイロンの原料、浮遊選鉱剤、石油精製、医薬品、香料                                 |                                              |
| 構造式     |  |                                              |
| 分子量     | 96.09                                                                              |                                              |
| 物性      | 比重                                                                                 | 1.1563(25 °C/4 °C)                           |
|         | 沸点                                                                                 | 162 °C                                       |
|         | 融点                                                                                 | -36.5 °C                                     |
|         | 蒸気圧                                                                                | 0.144 kPa(20 °C)                             |
|         | 形状                                                                                 | 無色 - 黄色液体                                    |
| 許容濃度等   | 日本産業衛生学会                                                                           | 2.5 ppm, 9.8 mg/m <sup>3</sup> (皮)           |
|         | OSHA                                                                               | PEL-TWA 5 ppm (20 mg/m <sup>3</sup> ) (skin) |
|         | NIOSH                                                                              | 未設定                                          |
|         | ACGIH                                                                              | TLV-TWA 2 ppm (skin)                         |

フルフラールは、酸化・還元による化学変換が容易なため様々なフラン誘導体を生産し易く、溶剤、合成樹脂（フラン樹脂）、テトラヒドロフラン。ナイロンの原料、浮遊選鉱剤、石油精製、医薬品、香料などに用いられている。ほとんどの有機溶剤に易溶であるが、水やアルカン類には微溶であり、自動酸化を起こして赤褐色に変色する<sup>1)</sup>。

人の健康に対する有害性は、急性毒性（経口）（区分 3）、急性毒性（経皮）（区分 3）、急性毒性（吸入：蒸気）（区分 2）、皮膚腐食性・刺激性（区分 2）、眼に対する重篤な損傷・眼（区分 2A）、発がん性（区分 2）、特定標的臓器毒性（単回ばく露）（区分 1（呼吸器、肝臓））、特定標的臓器毒性（反復ばく露）（区分 1（呼吸器）、区分 2（肝臓））となっており、蒸気の吸入による危険や皮膚・眼への刺激、発がんの疑い、長期又は反復ばく露による呼吸器の障害・肝臓障害のおそれなどの危険有害性が喚起されている<sup>2)</sup>。

ばく露防止および保護措置における管理濃度は現在未設定である。許容濃度は、日本産業衛生学会は 2.5 ppm (9.8 mg/m<sup>3</sup>)、OSHA は PEL-TWA 5 ppm、NIOSH 未設定、ACGIH では TLV-TWA 2 ppm に設定している<sup>2)</sup>。そこで、暫定二次評価値 (E) を ACGIH の TLV-TWA 2 ppm とし 1/1000E から 2E の範囲における捕集および分析方法についての検討を行った。

## 2. 文献調査

現在、フルフラ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 Manual of Analytical methods (NMAM) No.2529、OSHA Sampling Analytical Methods Furfural (Method #72) が示されている。NIOSH は、SOLID SORBENT TUBE (10 % 2-(hydroxymethyl) piperidine on XAD-2 120 mg/60 mg) に空気を 0.01 から 0.05 L/min で吸引 (捕集量: 最小 1 L、最大 12 L) し、トルエンで脱着後、GC (FID) で分析する固体捕集法・ガスクロマトグラフ測定法が示されている<sup>3)</sup>。OSHA は活性炭チューブ (100 mg/50 mg) に空気を 1 L/min で吸引 (捕集量: 180 L) し、1 % ジメチルホルムアミド (DMF) を含む二硫化炭素で脱着後、GC/FID で分析する固体捕集法・ガスクロマトグラフ測定法が示されている<sup>4)</sup>。

フルフラールの測定には GC が多く用いられているが、トルエンや二硫化炭素など人の健康有害性が喚起されている有機溶媒を使用するため、これらを使用しない HPLC を用いた分析手法を検討することとした。HPLC によるフルフラールの測定例としては、食品中や変圧器油中のフルフラール分析例などが存在する。本報では、固体捕集法・HPLC 測定法による手法の検討をおこなった。

## 3. 予備検討

### 3-1. サンプラーおよびサンプリング条件の検討

予備検討として、サンプラーの検討をおこなった。フルフラールは自動酸化することから、捕集時のフルフラール分解を抑制するために捕集速度は 0.2 L/min とした。捕集材は、日立ハイテクサイエンス製 NOBIAS RP-SG1WA および柴田科学製シリカゲルチューブ・スタンダード型 (20-40 メッシュ、前部 520 mg、後部 260 mg) を用い、フルフラールを暫定二次評価値の 0.001E、0.1E、2E になるよう添加し、添加回収率 (通気試験) による比較検討を行った。表 2 に予備検討のサンプリングおよび測定条件を示す。

表 2 予備検討の捕集および分析条件

|                        |                                         |                                                                                                                                                                                         |  |                                                                     |  |
|------------------------|-----------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--|---------------------------------------------------------------------|--|
| サン<br>プ<br>リ<br>ン<br>グ | サンプラー                                   | NOBIAS RP-SG1WA<br>(ジビニルベンゼンメタクリレート共<br>重合体 440 mg)<br>(日立ハイテクサイエンス製)                                                                                                                   |  | シリカゲルチューブ・スタンダード型<br>(20-40 メッシュ、前部 520 mg、後部<br>260 mg)<br>(柴田科学製) |  |
|                        | ポンプ<br>流量、時間                            | SKC 製 Pocket Pump 210-1002<br>0.2 L/min、240 min (48 L)                                                                                                                                  |  |                                                                     |  |
|                        | 脱着溶液                                    | アセトニトリル 10 mL<br>※順方向の加圧溶出                                                                                                                                                              |  | アセトニトリル 5 mL<br>※前部、数分間攪拌、静置 10 分間                                  |  |
| 測<br>定                 | 機器<br>カラム、温度<br>移動相、流速<br>検出器、波長<br>注入量 | 日立高速液体クロマトグラフ Chromaster (日立ハイテクサイエンス製)<br>LaChrom C18-AQ(4.6 mmI.D.×150 mmL 5 μm)、40 °C<br>(A) H <sub>2</sub> O / (B) アセトニトリル = 90 / 10、1.0 mL/min<br>DAD、275 nm (200～400 nm)<br>10 μL |  |                                                                     |  |

フルフラールは、富士フィルム和光純薬製の 2-フルアルデヒド（063-04795）を使用した。添加に用いたフルフラールは、アセトニトリルで段階的に希釈し、0.001E は 0.04 % を 1  $\mu$ L、0.1E は 4 % を 1  $\mu$ L、2E はフルフラール原液 0.8  $\mu$ L をマイクロシリンジで各サンプラーに添加した。

図 1 に NOBIAS RP-SG1WA、図 2 にシリカゲルチューブ・スタンダード型の詳細を示す。NOBIAS RP-SG1WA は、フルフラールを⑦ガラス濾紙へ添加し、カートリッジキャップを接続して開口部直径を 4.6mm とした。この時のサンプリング面速度は 20.1cm/s となる。シリカゲルチューブ・スタンダード型は、前部 (c) のシリカゲル部までマイクロシリンジのニードル先端を到達させてからフルフラールを添加した。

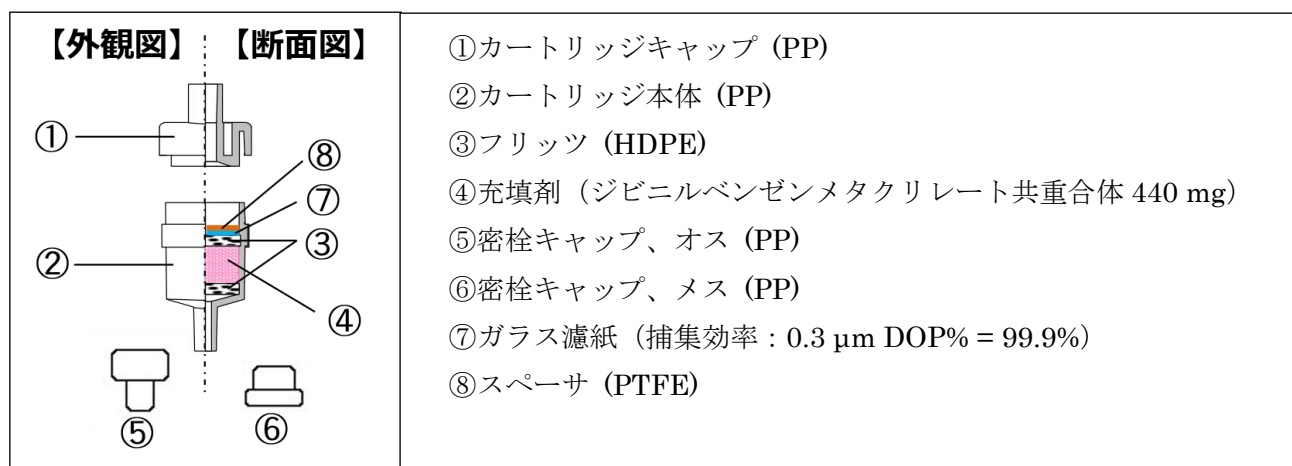


図 1 NOBIAS RP-SG1WA の詳細

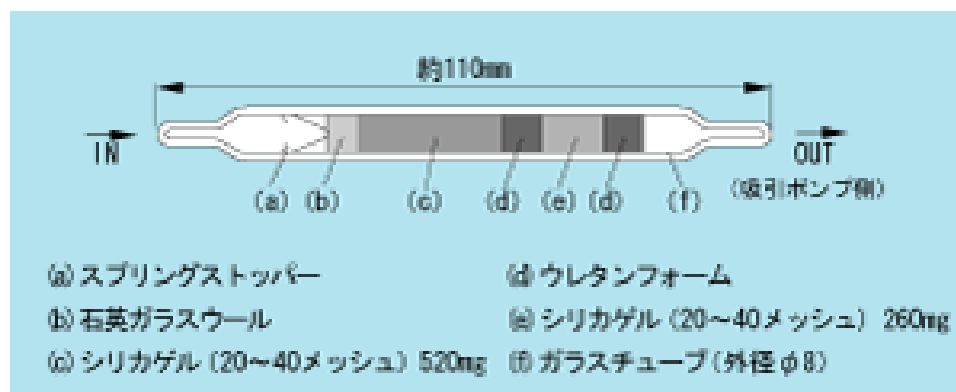


図 2 シリカゲルチューブ・スタンダード型の詳細

出典：柴田科学株式会社 HP 製品紹介

### 3-2. 予備検討の添加回収率（通気試験）結果

予備検討の添加回収率（通気試験）結果を表 3、図 3 に示す。NOBIAS RP-SG1WA の添加回収率は 37.14 から 83.58 % であり、0.001E、0.1E の回収率低下が目立った。NOBIAS RP-SG1WA は、フルフラールをガラス濾紙へ添加しているため、サンプリング時にフルフラールの酸化・分解が促進したものと推測する。シリカゲルチューブ・スタンダード型の添加回収率は 75.79 から 95.58 % であり、全ての濃度範囲において 75 % 以上の回収率が得られた。シリカゲルチューブを使用する場合、添加す

るフルフラールがシリカゲル表層部の場合、回収率が低くなる傾向が見られ、変動係数が 1.81 から 22.76 %までのバラツキが見られた。

各サンプラーの添加回収率結果からは目標とする 90 %以上の結果を得ることはできなかったが、シリカゲルチューブ・スタンダード型を用いることで、75 %以上のフルフラール捕集が可能であることから、シリカゲルチューブ・スタンダード型を用いた詳細な検討をおこなう事とした。

表 3－1 NOBIAS RP-SG1WA の添加回収率（通気試験）結果

室温：20.6～22.0℃、湿度：28～30 %R.H.

| 捕集量 | 添加量  |        | サンプル数 | 定量値    | 回収率   | 標準偏差  | 変動係数    |
|-----|------|--------|-------|--------|-------|-------|---------|
| (L) | (μg) |        |       | (μg)   | (%)   | (SD)  | (C.V.%) |
| 48  | 0.4  | 0.001E | (n=3) | 0.24   | 59.15 | 0.02  | 8.03    |
|     | 40   | 0.1E   |       | 14.86  | 37.14 | 0.16  | 1.08    |
|     | 800  | 2E     |       | 668.61 | 83.58 | 26.77 | 4.00    |

表 3－2 シリカゲルチューブ・スタンダード型の添加回収率（通気試験）結果

室温：20.3～25.6℃、湿度：26～28 %R.H.

| 捕集量 | 添加量  |        | サンプル数 | 定量値    | 回収率   | 標準偏差   | 変動係数    |
|-----|------|--------|-------|--------|-------|--------|---------|
| (L) | (μg) |        |       | (μg)   | (%)   | (SD)   | (C.V.%) |
| 48  | 0.4  | 0.001E | (n=3) | 0.38   | 95.58 | 0.01   | 1.81    |
|     | 40   | 0.1E   |       | 35.48  | 88.69 | 5.46   | 15.39   |
|     | 800  | 2E     |       | 606.35 | 75.79 | 138.03 | 22.76   |

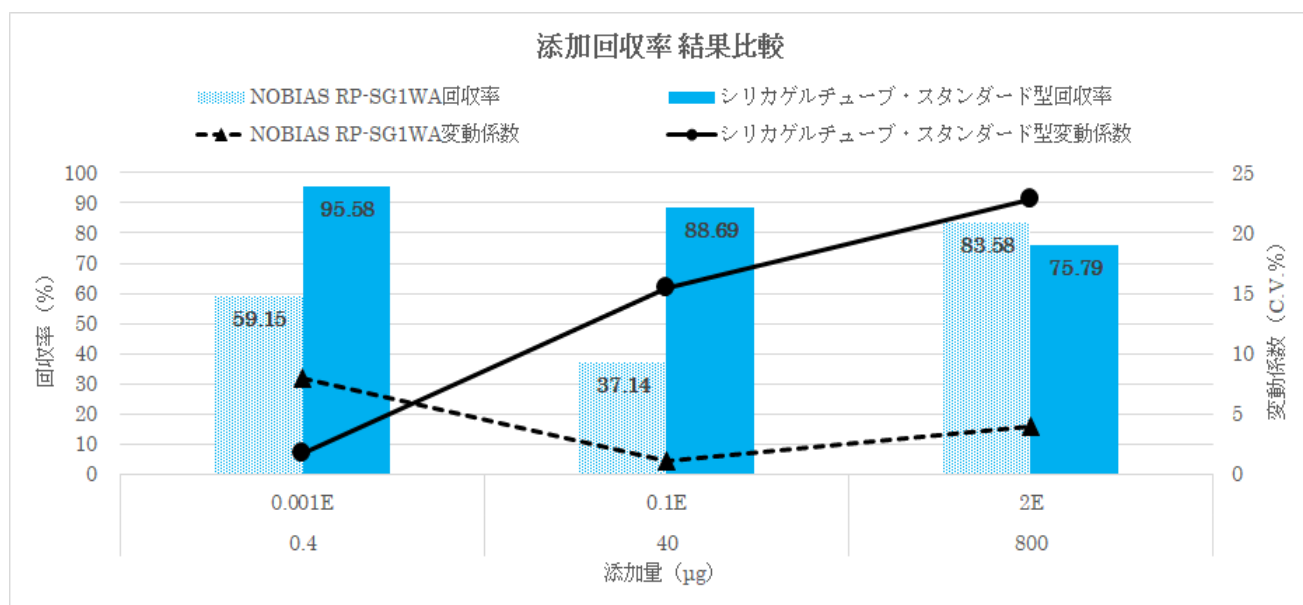


図 3 予備試験の添加回収率結果

#### 4. 捕集および分析条件

##### 4-1. 試薬

検討には、表 4 に示す試薬を使用した。

表 4 試薬詳細

| 試薬名       | メーカー       | グレード   | 純度                       | Cat. No   |
|-----------|------------|--------|--------------------------|-----------|
| 2-フルアルデヒド | 富士フイルム和光純薬 | 一級     | 99.3 %<br>(規格 95.0 % 以上) | 063-04795 |
| アセトニトリル   | 富士フイルム和光純薬 | HPLC 用 | 99.9 %                   | 015-08633 |

##### 4-2. 調製

###### 1) 検量線作成用フルフラール標準溶液

フルフラールを 80 mg 秤量し、アセトニトリルで溶解の後、全量 10 mL に定容し 0.8 % の標準原液を調製した。この標準原液をアセトニトリルで段階的に希釈し、検量線作成用フルフラール標準溶液とした。標準溶液の保存は、褐色バイアル瓶で密閉し冷蔵保存 (4 °C) した。

###### 2) 捕集試験用フルフラール溶液

2E はフルフラール原液を使用した。0.1E はフルフラールを 400 mg 秤量し、アセトニトリルで溶解の後、全量 10 mL に定容し 4 % のフルフラール溶液を使用した。0.001E は 4 % フルフラール溶液をアセトニトリルで段階的に希釈し、0.04 % のフルフラール溶液を使用した。フルフラール溶液の保存は、褐色バイアル瓶で密閉し冷蔵保存 (4 °C) した。

##### 4-3. 捕集条件

捕集条件を表 5 に示す。捕集ポンプは SKC 製 Pocket Pump 210-1002 を使用した。サンプラーはシリカゲルチューブ・スタンダード型 (柴田科学製) を採用し、室内空気を 0.2 L/min 吸引した。脱着は、PP 製の 15 mL 遠沈管にガラスチューブから取り出したシリカゲルを入れ、アセトニトリル 5 mL を添加して数分攪拌の後、10 分間静置した。

表 5 捕集条件

|       |                                                                  |
|-------|------------------------------------------------------------------|
| サンプラー | シリカゲルチューブ・スタンダード型<br>(20-40 メッシュ、前部 520 mg、後部 260 mg)<br>(柴田科学製) |
| ポンプ   | SKC 製 Pocket Pump 210-1002                                       |
| 流量、時間 | 0.2 L/min、240 min (48 L)                                         |
| 脱着溶液  | アセトニトリル 5 mL<br>※前部、数分間攪拌、静置 10 分間                               |

##### 4-4. HPLC 測定条件

HPLC 測定条件を表 6 に示す。装置は日立ハイテクサイエンス製の高速液体クロマトグラフ Chromaster を使用した。

表6 予備検討の捕集および分析条件

|      |           |                                                           |
|------|-----------|-----------------------------------------------------------|
| 測定条件 | 機器        | 日立高速液体クロマトグラフ Chromaster (日立ハイテクサイエンス製)                   |
|      | カラム       | LaChrom C18-AQ (日立ハイテクサイエンス製)<br>4.6 mmI.D.×150 mm (5 μm) |
|      | カラム温度     | 40 °C                                                     |
|      | 移動相       | (A) H <sub>2</sub> O / (B) アセトニトリル = 90 / 10              |
|      | 流速        | 1.0 mL/min                                                |
|      | 検出器<br>波長 | DAD<br>275 nm (200～400 nm)                                |
|      | 注入量       | 10 μL                                                     |

## 5. ブランク

未使用のシリカゲルチューブ・スタンダード型の前部・後部のシリカゲルを、別々の PP 製 15 mL 遠沈管に入れ、アセトニトリル 5 mL を添加してブランクを確認した。ブランク溶液のクロマトグラムを図4に示す。確認に供したシリカゲルからは、フルフラールピークの保持時間に重なる夾雑成分の溶出は認められなかった。

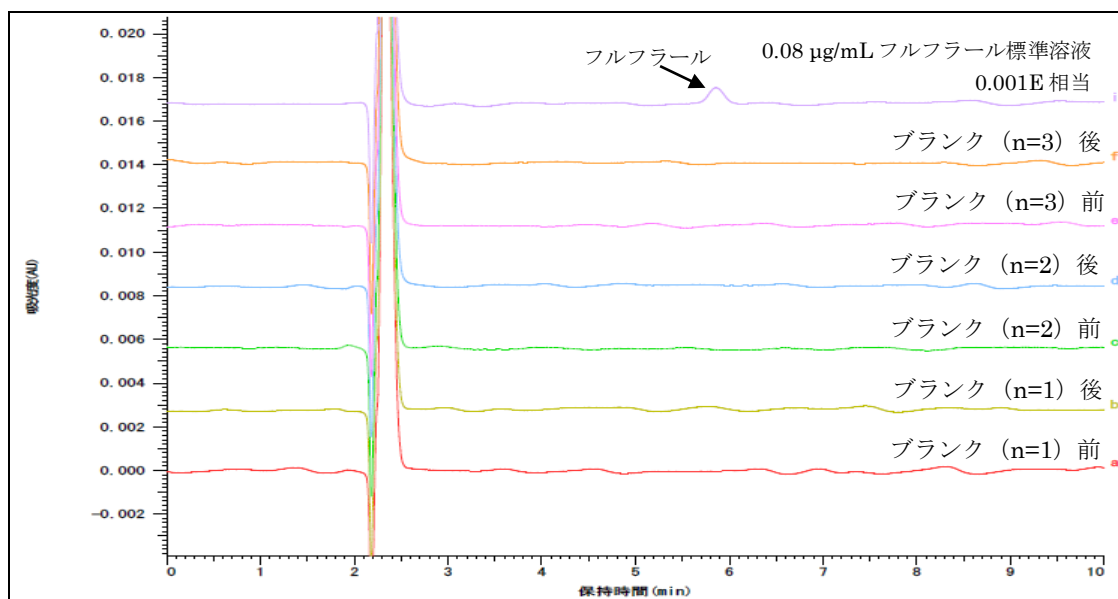


図4 ブランク溶液のクロマトグラム  
(保持時間確認：0.08 μg/mL フルフラール標準溶液(0.001E 相当))

## 6. 破過

破過試験は、フルフラールを暫定二次評価値の 2E になるようシリカゲルチューブ・スタンダード型の前部に添加 (0.8 μL) し、室内空気を 0.2 L/min で 240 分間吸引した。通気後のシリカゲルチューブから、前部・後部のシリカゲルを別々の PP 製遠沈管に取り出し、アセトニトリル 5 mL を添加して破過を確認した。表7に破過試験の結果を示す。シリカゲルチューブ・スタンダード型の後部への破過は生じない事を確認した。



表 7 破過試験

室温：20.3～25.6℃、湿度：26～28 %R.H.

| サンプル  | 捕集量 | 添加量  |    | シリカゲル（前）    |            | シリカゲル（後）    |            |
|-------|-----|------|----|-------------|------------|-------------|------------|
|       | (L) | (μg) |    | 定量値<br>(μg) | 回収率<br>(%) | 定量値<br>(μg) | 回収率<br>(%) |
| (n=3) | 48  | 800  | 2E | 606.35      | 75.79      | 0.00        | 0.00       |

## 7. 脱着率

脱着率は、フルフラールを暫定二次評価値の 0.001E、0.1E、2E になるよう添加し、室内空気を 0.2 L/min で 10 分間吸引した。通気後のシリカゲルチューブから、前部のシリカゲルを PP 製遠沈管に取り出し、アセトニトリル 5 mL を添加して確認した。表 7 に脱着率の結果を示す。脱着率は指定の濃度範囲において 75.51 から 89.78 % となり、目標とする 90 % 以上には及ばなかった。

表 8 脱着率

室温：20.3～25.6℃、湿度：26～28 %R.H.

| 捕集量 | 添加量  |        | サンプル数 | 定量値    | 回収率   | 標準偏差  | 変動係数    |
|-----|------|--------|-------|--------|-------|-------|---------|
| (L) | (μg) |        |       | (μg)   | (%)   | (SD)  | (C.V.%) |
| 2   | 0.4  | 0.001E | (n=3) | 0.30   | 75.51 | 0.05  | 16.88   |
|     | 40   | 0.1E   |       | 35.09  | 87.72 | 3.46  | 9.85    |
|     | 800  | 2E     |       | 718.23 | 89.78 | 20.82 | 2.90    |

## 8. 検量線

検量線は、暫定二次評価値の 0.001E から 2E の範囲濃度に該当するフルフラール標準溶液を HPLC で測定した。図 5 にクロマトグラム重ね書きおよびスペクトル、表 9 に各フルフラール面積値、図 6 に検量線を示す。検量線は、0 から 1.60 μg/mL の低濃度範囲および 0 から 160 μg/mL の広範囲濃度において、相関係数 ( $R^2$ ) 0.9998 から 1.0000 を示し、良好な直線性が得られた。

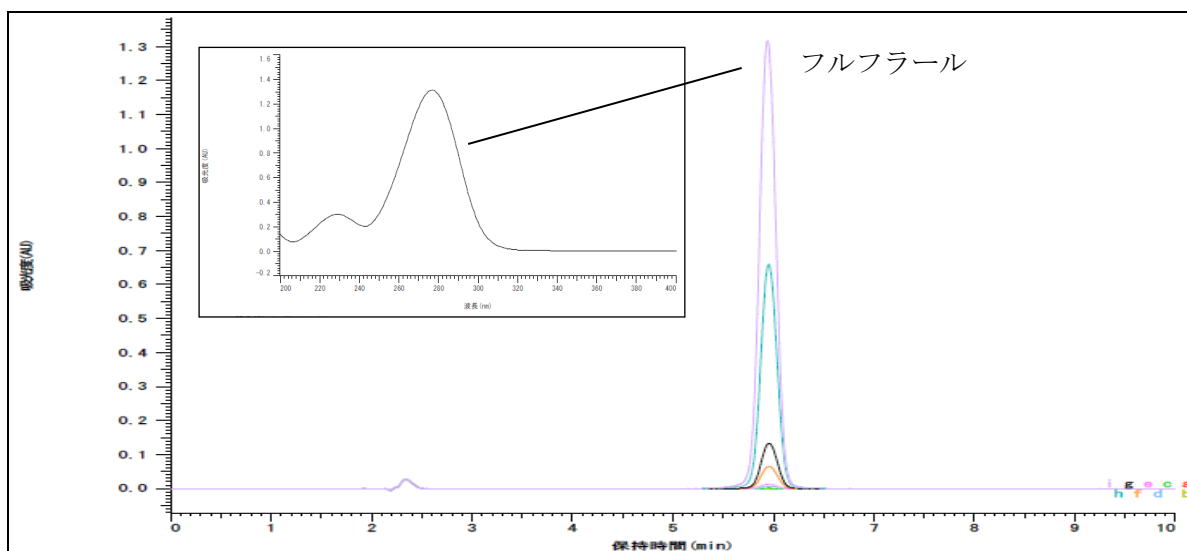
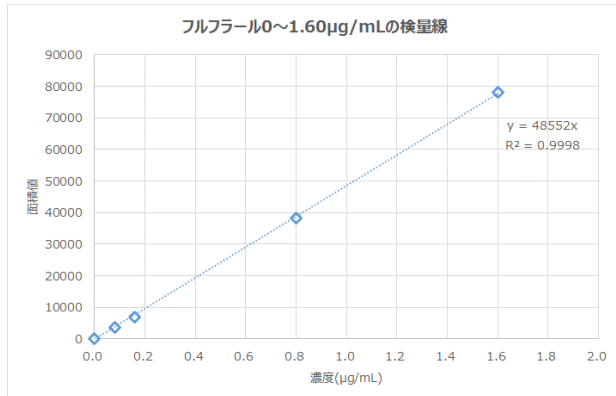
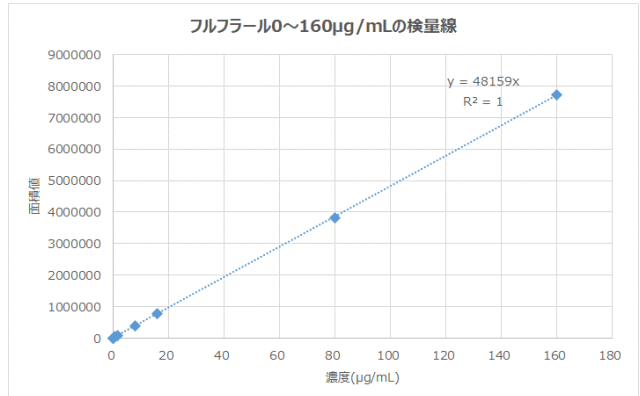


図 5 フルフラール標準溶液 (0～160 μg/mL) のクロマトグラム重ね書きおよびスペクトル

表9 フルフラール面積値

| 濃度<br>( $\mu\text{g/mL}$ ) | 0 | 0.08 | 0.16 | 0.8   | 1.6   | 8.0    | 16     | 80      | 160     |
|----------------------------|---|------|------|-------|-------|--------|--------|---------|---------|
| 面積値                        | 0 | 3739 | 6866 | 38178 | 78112 | 377588 | 772416 | 3815429 | 7724251 |

図6-1 低濃度範囲検量線 (0.08~1.60  $\mu\text{g/mL}$ )図6-2 広範囲濃度検量線 (0.08~160  $\mu\text{g/mL}$ )

## 9. 検出下限および定量下限

検量線作成で調製したフルフラール標準溶液の最低濃度 0.08  $\mu\text{g/mL}$  (0.2 L/min で 240 分間捕集した場合；気中濃度 0.0021 ppm、暫定二次評価値の 1/1000 に相当) を 5 サンプル分析し、その標準偏差 (SD) を算出した。得られた標準偏差から検量線を用い、次式より検出限界および定量下限を求めた。また、フルフラールピークの S/N より算出した検出限界 (S/N=3) および定量下限 (S/N=10) も求めた。

$$\text{検出限界 } (\mu\text{g/mL}) = 3\text{SD}$$

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

その結果、検出限界および定量下限は表 10 に示すとおりとなった。定量下限より求められる気中濃度は 48 L 採気で 0.00067 ppm となり、TLV-TWA : 2 ppm の 1/3003 となる。また、フルフラールピークの S/N より算出した定量下限より求めた気中濃度は 0.00126 ppm となり、TLV-TWA : 2 ppm の 1/1585 であった。

表 10-1 検出限界と定量下限

|                           | 検出限界 (3SD) | 定量下限 (10SD) |
|---------------------------|------------|-------------|
| 溶液濃度 ( $\mu\text{g/mL}$ ) | 0.0075     | 0.0251      |
| 48 L 採気時の気中濃度 (ppm)       | 0.00020    | 0.00067     |

表 10-2 フルフラールピークの S/N より算出した検出限界と定量下限

|                           | 検出限界 (S/N=3) | 定量下限 (S/N=10) |
|---------------------------|--------------|---------------|
| 溶液濃度 ( $\mu\text{g/mL}$ ) | 0.0143       | 0.0476        |
| 48 L 採気時の気中濃度 (ppm)       | 0.00038      | 0.00126       |

## 10. 添加回収率(通気試験)

添加回収率（通気試験）は、フルフラールを暫定二次評価値の 0.001E、0.1E、2E になるようシリカゲルチューブ・スタンダード型の前部に添加し、直ちに 0.2 L/min で 240 分間室内空気を吸引した。その後、脱着・分析を行い、回収率を求めた（表 1 1）。添加回収率は 75.79 から 95.58 %であり、全ての濃度範囲において目標とする 90 %以上の結果を得ることはできなかった。

| 表 1 1 添加回収率（通気試験） |      |        | 室温：20.3～25.6℃、湿度：26～28 %R.H. |        |       |        |         |
|-------------------|------|--------|------------------------------|--------|-------|--------|---------|
| 捕集量               | 添加量  |        | サンプル数                        | 定量値    | 回収率   | 標準偏差   | 変動係数    |
| (L)               | (μg) |        |                              | (μg)   | (%)   | (SD)   | (C.V.%) |
| 48                | 0.4  | 0.001E | (n=3)                        | 0.38   | 95.58 | 0.01   | 1.81    |
|                   | 40   | 0.1E   |                              | 35.48  | 88.69 | 5.46   | 15.39   |
|                   | 800  | 2E     |                              | 606.35 | 75.79 | 138.03 | 22.76   |

## 11. 保存性

保存性は、10. 添加回収率（通気試験）の実験操作と同様に、フルフラールを暫定二次評価値の 0.001E、0.1E、2E になるようシリカゲルチューブ・スタンダード型の前部に添加し、直ちに 0.2 L/min で 240 分間室内空気を吸引した。その後、シリカゲルチューブの両端を付属の PE キャップで密栓し、遮光できるアルミ袋に入れ、室温で保存した。サンプル作製直後を基準（0 日目）とし、1, 3, 5 日後に脱着および分析し、保存性の確認を行った（表 1 2、図 7）。

その結果、0.001E は 86.69 から 95.08 %、0.1E は 110.30 から 110.46 %、2E では 120.53 から 133.61 %となり、0.1E および 2E の基準 0 日目の回収率が低かったため、保存率は 100 %を超える結果となった。

| 表 1 2 保存性       |      |       | 室温：20.3～25.6℃、湿度：26～28 %R.H. |        |        |        |         |
|-----------------|------|-------|------------------------------|--------|--------|--------|---------|
| 添加量             | 保存日数 | サンプル数 | 定量値                          | 回収率    | 保存率    | 標準偏差   | 変動係数    |
| (μg)            | (日)  |       | (μg)                         | (%)    | (%)    | (SD)   | (C.V.%) |
| 0.4<br>(0.001E) | 0    | (n=3) | 0.38                         | 95.58  | 100.00 | 0.01   | 1.81    |
|                 | 1    |       | 0.33                         | 82.86  | 86.69  | 0.07   | 19.75   |
|                 | 3    |       | 0.35                         | 87.30  | 91.33  | 0.02   | 4.55    |
|                 | 5    |       | 0.36                         | 90.88  | 95.08  | 0.02   | 5.71    |
| 40<br>(0.1E)    | 0    | (n=3) | 35.48                        | 88.69  | 100.00 | 5.46   | 15.39   |
|                 | 1    |       | 39.19                        | 97.97  | 110.46 | 1.27   | 3.25    |
|                 | 3    |       | 39.13                        | 97.83  | 110.30 | 0.86   | 2.21    |
|                 | 5    |       | 39.18                        | 97.95  | 110.44 | 15.59  | 2.13    |
| 800<br>(2E)     | 0    | (n=3) | 606.35                       | 75.79  | 100.00 | 138.03 | 22.76   |
|                 | 1    |       | 810.13                       | 101.27 | 133.61 | 8.03   | 0.99    |
|                 | 3    |       | 795.95                       | 99.49  | 131.27 | 3.34   | 0.42    |
|                 | 5    |       | 730.81                       | 91.35  | 120.53 | 15.59  | 2.13    |

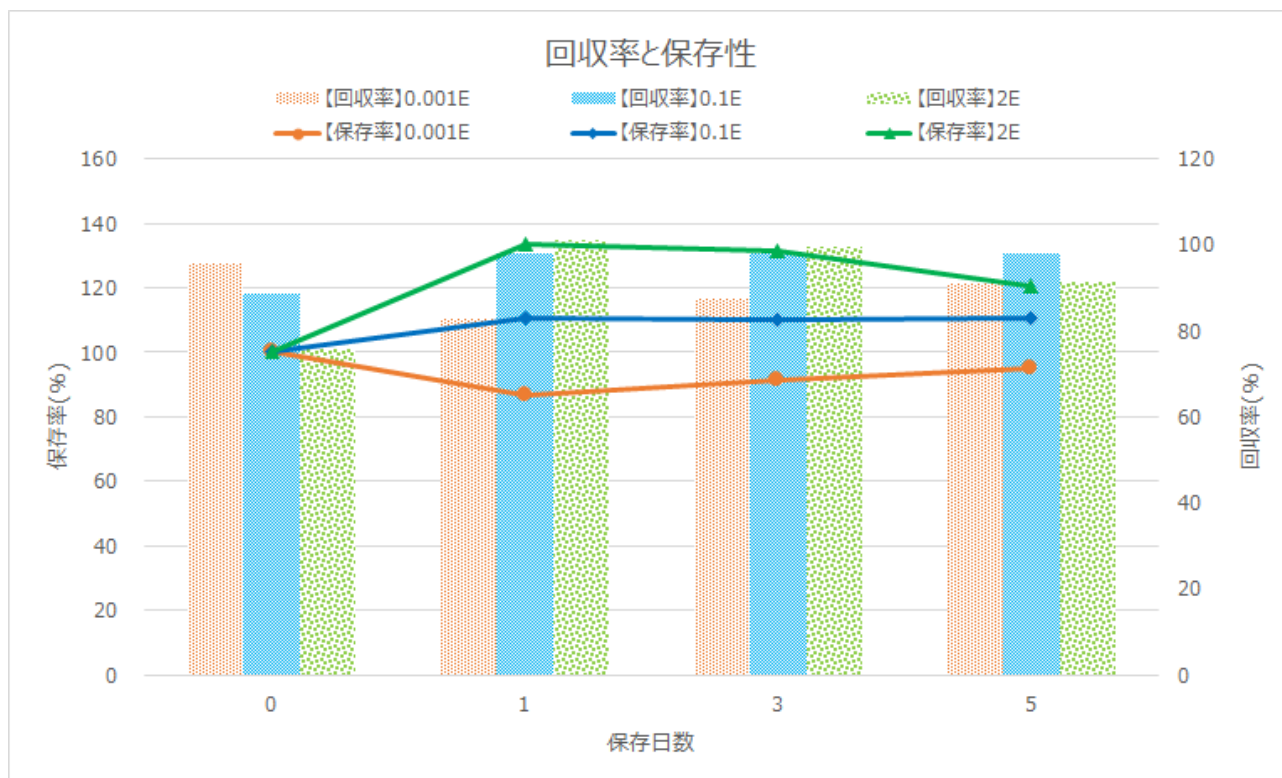


図7 回収率および保存性

## 1.2. まとめ

本検討の結果、本法は個人ばく露濃度測定手法として、暫定二次評価値（E）を ACGIH の TLV-TWA 2ppm とした 1/1000 E から 2E の濃度範囲を分析する場合、各試験において目標とする添加回収率 90 %以上の結果を得ることができなかった。なお、目標値が 75 %以上であればフルフルール分析が可能であるが、シリカゲルチューブへのフルフルール添加方法（表層または深層）で回収率にバラツキが生じることから、サンプリング時のフルフルール分解を抑制できる新たな測定分析手法の検討が必要と判断する。

## 1.3. 検討機関

XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX

## 1.4. 参考文献

- 1) 橘 熊野, 林 千里, 粕谷 健一：フルフルールを原料としたバイオベース材料開発. 日本接着学会誌 53 : 276-282, 2017.
- 2) 職場のあんぜんサイト安全データシート（フルフルール）. 厚生労働省, 2006.  
<https://anzeninfo.mhlw.go.jp/anzen/gmsds/0924.html>
- 3) NIOSH Manual of Analytical methods (NMAM), Fourth Edition : FURFURAL Method No.2529. August 1994.
- 4) OSHA Sampling and Analytical Methods : FURFURAL Method No72. June 1988.