

1, 3-プロパンスルホン
分析法検討に関する報告書

中央労働災害防止協会

1. 目的

化学物質である 1, 3- プロパンスルトンの捕集・分析方法を検討する。

実験機関

大阪労働衛生総合センター 分析測定室

実験担当者及び報告者

永滝 陽子

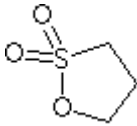
河合 俊夫

検討日時 2007 年 10 月～2008 年 2 月

2. 1, 3- プロパンスルトンの性状

1, 3- プロパンスルトンの性状を表 1 に示す。

表 1. 1, 3- プロパンスルトンの性状

CAS No.	1120-71-4
別名	1,2-オキシチオラン-2,2-ジオキソ 3-ヒドロキシ-1-プロパンスルホン酸スルトン 1-プロパンスルホン酸, 3-ヒドロキシ-γ-スルトン
構造式	
化学式	C ₃ H ₆ O ₃ S
分子量	122.1
外観	白色～うすい黄色、結晶～結晶塊
におい	特異臭
沸点	180℃ / 4kPa
融点	32℃ (凝固点)
引火点	158℃
蒸気圧	情報なし
溶解性	可溶: ケトン、芳香族炭化水素類
オクタノール/水分配係数	-0.28
安定性	空気中の水分により分解する
反応性	湿気や水と反応し、有毒な 3-ヒドロキシ-1-プロパンスルホン酸を発生する
許容濃度等	設定なし

3. 分析法

(1) 分析概要

環境気中の 1,3- プロパンスルトン（以下、PS）を小型ポンプにより捕集材 Tenax に捕集する。捕集材からの脱着はアセトン（内部標準物質として 1,2-ジクロロベンゼン（以下、DCB）を含む）で行い、ガスクロマトグラフ / 質量分析装置で分析する。

(2) 試薬・器具・装置

使用した試薬・器具・装置を表 2 に示す。

表 2－1．試薬

試薬名	販売元	規格等
1,3- プロパンスルトン	東京化成	純度 99.0%以上
アセトン	関東化学	残留農薬・PCB 試験用
1,2-ジクロロベンゼン	東京化成	純度 98.0%以上
Tenax 捕集管	SKC	100 / 50mg
グラスファイバーフィルター	東洋濾紙	GB-100R

表 2－2．器具・装置

器具・装置名	販売元	
小型ポンプ	SKC	Pocket Pump
ガスクロマトグラフ / 質量分析装置	Hewlett Packard	GC 6380 / MSD 5973N
カラム	J&W	DB-1

(3) 捕集管の加工

Tenax 捕集管（SKC Cat.No.226-35-03）のガラス管を、捕集材 1 層目の位置で切り、捕集材前側のグラスファイバーを取り除く。直径 8mm の円形に切ったグラスファイバーフィルター（東洋濾紙 GB-100R）で捕集材を押さえ、ポリスチレン樹脂のリングで固定する。

(4) 試料の捕集方法

石鹼膜流量計を用いて小型ポンプの流量を調整する。（3）で加工した Tenax 捕集管をチューブでポンプとつなぎ、採気を行う。試料採取後の捕集管はアルミホイルで包み、冷蔵で輸送・保管を行う。

（５）捕集材からの脱着

内部標準物質として 1,2-ジクロロベンゼン（1 μ L/100mL）を含有するアセトンを脱着液とした（以下、内部標準入りアセトン）。

捕集管から Tenax 樹脂を試験管へ移し、内部標準入りアセトンを 1mL 加える。栓をして室温で 20 分間超音波脱着する。上澄をバイアルへ移し、栓をして冷蔵保存する。

（６）標準液の作製

PS が凝固している場合は 40℃程度で温め液体状態にして精密に量り取り、内部標準入りアセトンで溶解および適当な濃度に希釈して標準系列を作製する。

（７）ガスクロマトグラフ / 質量分析装置による測定

ガスクロマトグラフ / 質量分析装置（以下、GC / MS）による測定条件を表 3 に示す。

表 3．測定条件

キャピラリーカラム	J&W DB-1（60m×0.25mm,1 μ m）
注入量	1 μ L
注入口温度	230℃
注入法	スプリットレス
温度条件	100℃,10 分→10℃/分→180℃,2 分
キャリアガス	ヘリウム 2.3mL/分
MS インターフェース温度	200℃
MS イオン源温度	230℃
選択イオン PS	定量イオン m/z=58、確認イオン m/z=122
DCB	定量イオン m/z=146、確認イオン m/z=111

PS と内部標準 DCB のピーク面積の比により定量計算を行う。

4．分析検討事項

（１）キャピラリーカラムの選択

非極性カラム（DB-1）と極性カラム（DB-WAX）について比較した。DB-1 を用いて上記の条件で分析すると保持時間 16.90 分でピークが見られる。DB-WAX では PS ピークを見つけることが出来なかったため、DB-1 を用いることとした。

（２）注入口温度の選択

注入口温度を 200 / 230 / 280℃として比較した。注入口温度 230℃で分析した場合、感度が高く不純物ピーク（ノイズ）による影響が少ない。そこで 230℃を用いることとした。

（３）捕集材の選択

PS アセトン溶液（50mg / mL）2μL をマイクロシリンジで 6 種類の捕集材に添加し、小型ポンプで清浄空気を 0.1L / 分で 30 分通気後、内部標準入りアセトン 1mL で脱着した試料で脱着試験を行った。同量の PS アセトン溶液を内部標準入りアセトンで希釈したものを対照試料とした。クロモソルブ、Tenax、XAD-2、XAD-7 は、対照試料比（＝脱着率）99.3～102.5%、脱着試料間の変動（N=3）1.0～7.9%と良好だった。捕集材として脱着率が高く、脱着試料間の変動の少ない Tenax と XAD-2 を採用した。

表4. 捕集材の選択

	PS/DCB 面積比	対照試料 との比 %	脱着試料間 の変動 %
対照試料	1.566	(100.0)	3.4
活性炭	65.052	4153.2	9.1
シリカゲル	1.349	86.2	0.8
クロモソルブ	1.602	102.3	3.9
Tenax	1.569	100.2	1.1
XAD-2	1.556	99.3	7.9
XAD-7	1.605	102.5	1.0

N=3

（４）検量線の直線性

1,3-プロパンスルトン を 40℃程度で温め液体状態にして、約 1g 精密に量り取り、内部標準入りアセトンで 20mL に定容した（50mg/mL）。これを標準原液とし内部標準入りアセトンで希釈し、0 / 0.5 / 1 / 2 / 5 / 10 / 50 / 100 μg/mL の標準系列を作製した。100 μg/mL までの直線性が確認でき、相関係数 0.999 と良好だった（図 1）。

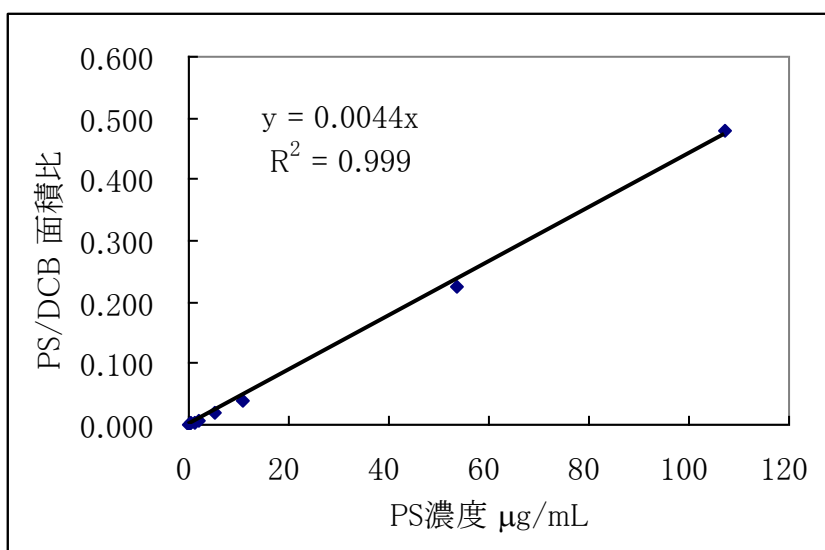


図 1．PS 検量線

(5) 定量下限の算出

標準液 $1\mu\text{g/mL}$ を 5 回分析し、その標準偏差の 2.132 倍である $0.1\mu\text{g/mL}$ を分析法の検出下限、その約 3 倍の $0.5\mu\text{g/mL}$ を定量下限とした。2.132 は繰り返し回数 $n=5$ 、自由度 $n-1$ 、危険率 5% (片側) の場合の t 値である。ポンプ流量 0.2L / 分 で 10 分採気した場合 (採気量 2L) 気中濃度の定量下限は 0.05ppm (0.25mg / m^3)、30 分採気した場合 (採気量 6L) 0.02ppm (0.08mg / m^3) となる。

(別紙 1)

1,3- プロパンスルクトンの分析法

化学式: C ₃ H ₆ O ₃ S		分子量: 122.1	CAS No.: 1120-71-4
許容濃度等： OSHA — NIOSH — ACGIH — 日本産業衛学会 —		物性等 BP : 180℃ / 4kPa MP : 32℃ VP : 情報なし	
別名 1,2-オキサチオラン-2,2-ジオキソ、3-ヒドロキシ-1-プロパンスルホン酸スルトン、 1-プロパンスルホン酸, 3-ヒドロキシ-γ-スルトン			
サンプリング		分析	
サンプラー：グラスファイバーフィルター＋Tenax 捕集管 サンプリング流量：0.2L / min 保存性：捕集管内で 5 日間、冷蔵（4℃） 保存可能		分析方法：ガスクロマトグラフ / 質量分析法 脱着：アセトン 1mL （内部標準として 1,2-ジクロロベンゼンを含む） 分析機器：HP GC6890 / MSD 5973N カラム：J&W DB-1（60m×0.25mm, 1μm） 注入量：1μL	
精度		注入法：スプリットレス 注入口温度：230℃ キャリアガス：ヘリウム 2.3mL / 分 昇温条件：100℃(10 分)→5℃/分 →180℃(2 分) MS インターフェース温度：200℃ MS イオン源温度：230℃ 検量線：0.00～100μg / ml の範囲で直線 定量法：内部標準法	
捕集管での添加回収率 100.2%			
検出下限 0.1μg/ mL			
定量下限（検出下限の 3 倍） 0.5μg/ mL 採気量 2L 0.05ppm (0.25mg / m ³) 採気量 6L 0.02ppm (0.08mg / m ³)			
適用：			
妨害：			
参考文献：			