

自動車内装材料から放散する SVOC の簡易分析法



<要旨> フタル酸エステル類などの SVOC は、沸点が高く吸着性が強いいため、チャンバーやテトラバッグなどの分析法では測定が困難です。そこで、このアプリケーションニュースでは、ドイツの VDA278 及び TE を用いるマイクロチャンバー法による SVOC 分析について詳述します。TE 法では、自動車内装材料から放散する SVOC13 成分の分析を検討し、良好な結果が得られました。

Key Words: 自動車内装材料、SVOC、サーモエクストラクター (TE)、マイクロチャンバー、加熱脱着 GC/MS、VDA278

* * * * *

1. はじめに

自動車工業会 (JAMA) では、車室内を居住空間の一部と考え、車室内揮発性有機化合物 (VOC) 低減に対する自主取り組みを始めました。厚生労働省の室内濃度に対する指針値指定 13 物質に対し、乗用車については 2007 年度発売の新型車から、トラック・バス等商用車については 2008 年度発売の新型車から指針値を満足させることになりました。その 13 物質の中で、フタル酸エステル類 (フタル酸ジブチル、フタル酸ジエチルヘキシル) は、中揮発性有機化合物 (SVOC) に分類され、沸点が高く吸着性が強いいため、チャンバーやテトラバッグなどの分析法では内

面への吸着が大きいため、測定が困難です。そこで、SVOC を簡便に測定できる 2 つの手法として、ドイツで自動車用に開発された規格 VDA278 及びサーモエクストラクター (TE) を用いるマイクロチャンバー法を紹介します。

2. VDA278

加熱脱着装置のガラスチューブに内装材料 (3mm*4cm 程度、30±5mg) を直接入れ、オンラインで放散ガスを GC/MS で測定する非常に簡便な手法があります。試料を 90 で 30 分間加熱し、VOC 成分 (C20 まで) を測定した後、その試料を 120 で 60 分加熱

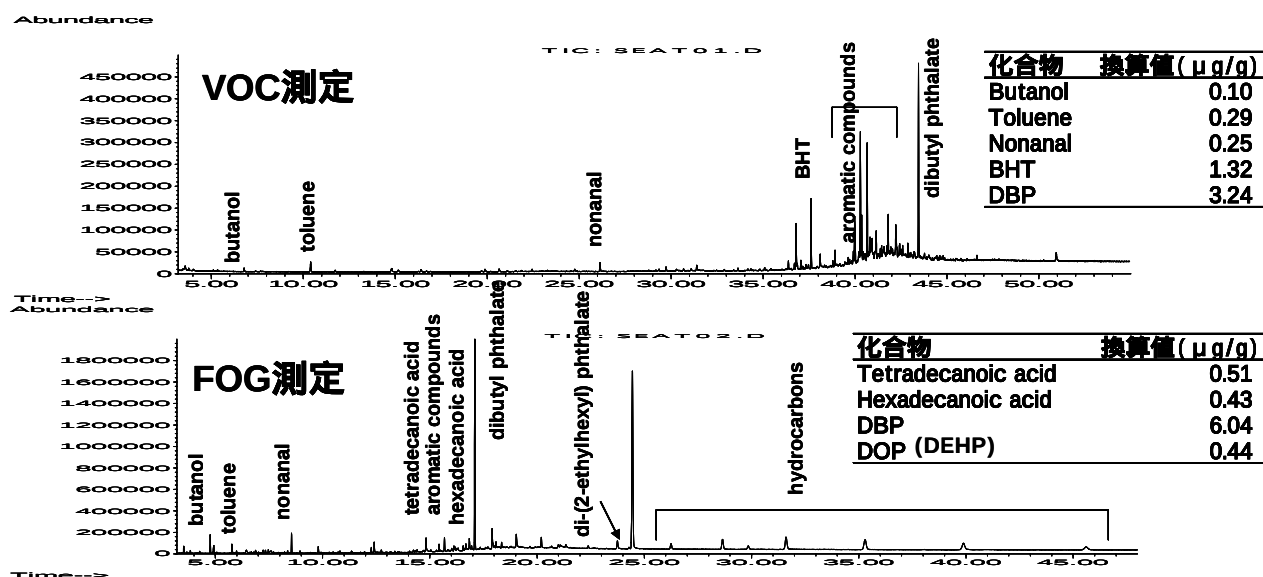


Fig.1 ファブリックシート表皮の VDA278 による結果

装置: Gerstel TDS + Agilent 6890GC/5973MSD, カラム: Ultra 2, 50m, 0.32mm, 0.52μm

1. VOC 測定: スプリット比: 30:1, クライオ温度: -150, GC オープン温度: 40 (2min)-3 /min-92 -5 /min-160 -10 /min-280 (10min), カラム流量: 1.3ml/min (定流量モード), Scan モード: m/z 29-280

2. FOG 測定: GC オープン温度: 50 (2min)-25 /min-160 -10 /min-280 (30min), Scan モード: m/z 29-370, その他の条件は、1 と同じ



Agilent Technologies

し、SVOC (F0G: フロント窓ガラスの曇りの主要原因) 成分 (C16 - C32) を測定します。VOC 成分はトルエン換算値、SVOC 成分はヘキサデカン換算値として算出します。Fig.1 に、ファブリックシート表皮 (30mg) を Gerstel 社加熱脱着装置 (TDS)、Agilent 社 GC/MS (6890/5973) で測定した結果を示しました。

3. TE を用いるマイクロチャンバー法

マイクロチャンバーとして、取り扱いが非常に簡単な Gerstel 社 TE を用いました。Fig.2 に、TE の流路図を示しました。試料は、5cm*1cm*0.5cm の大きさに切り取り、内径 14mm のガラスチューブに入れ、TE に取り付けた後、温度 60 でヘリウムを 150ml/min で 40 分間パージし、放散ガスを Tenax TA に捕集しました。パージガスを 2:1 にスプリットした後に、Tenax TA に捕集しているため、捕集量は 4L (100ml/min*40min) になります。さらに、内径 14mm のガラスチューブ内面に吸着している SVOC 成分を捕集するため、試料を取り出した後 250 まで加熱し、新たな Tenax TA に捕集を行いました。Fig.3 に、本法によりフロアマット (5cm*1cm) からの放散ガスを Tenax TA に捕集し、Gerstel 社加熱脱着装置 (TDS)、Agilent 社 GC/MS (6890/5973) で測定した結果を示しました。Table 1 に、SVOC13 成分の定量結果及び繰り返し再現性 (n=3) を示しました。60 で放散した SVOC 成分は、TE ガラスチューブ内面に吸着した分も考慮に入れる必要があるため、両定量結果の合量となります。

4. まとめ

チャンバー法及びテトラバッグ法は、化学物質の放散量の少ない各種材料の開発に有効ですが、吸着性が強い SVOC の測定にはマイクロチャンバー法や加熱脱着装置での試料を直接加熱する方法などが有力な分析法として期待できます。

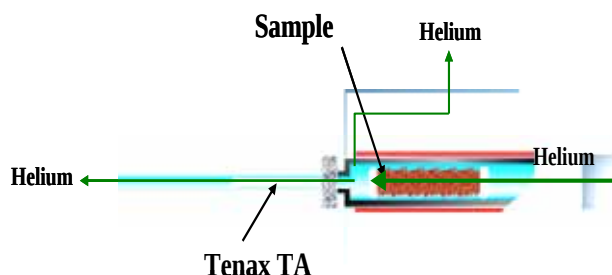


Fig.2 TE の流路図

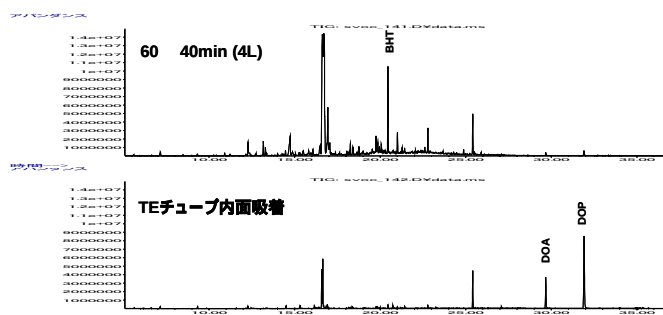


Fig.3 フロアマットの TE 法による測定例

装置: Gerstel TDS + Agilent 6890GC/5973MSD, カラム: Ultra 2 50m, 0.32mm, 0.52μm
加熱脱着温度: 20 -60 /min-280 (5min)@50ml/min, スプリット比: 10:1, クライオ温度: -130, GC オープン温度: 40 (3min)-10 /min-280 (10min), カラム流量: 1.3ml/min (定流量モード), Scan モード: m/z 29-550

Table 1 SVOC 成分の定量結果及び繰り返し再現性 (n=3)

# 化合物	60 4L捕集		TEチューブ内面吸着	
	(μg/g)	RSD(%)	(μg/g)	RSD(%)
1) 2-Ethylhexanol	0.114	(8.0)	0.003	(11.4)
2) D6	n.d.	()	n.d.	()
3) BHT	0.331	(8.2)	0.014	(2.9)
4) Hexadecane	0.029	(8.5)	0.002	(5.9)
5) Diethyl phthalate (DEP)	n.d.	()	n.d.	()
6) Tributyl phosphate (TBP)	n.d.	()	n.d.	()
7) Dibutyl adipate (DBA)	n.d.	()	n.d.	()
8) Tri(2-chloroethyl) phosphate (TCEP)	n.d.	()	n.d.	()
9) Dibutyl phthalate (DBP)	0.019	(1.6)	0.007	(13.3)
10) Eicosane	n.d.	()	n.d.	()
11) Dioctyl adipate (DOA)	0.017	(10.8)	0.173	(9.0)
12) Triphenyl phosphate (TPP)	n.d.	()	n.d.	()
13) Dioctyl phthalate (DOP), (DEHP)	0.026	(4.5)	0.496	(5.6)

【MS-200703-003】

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1
www.agilent.com/chem/jp



Agilent Technologies