



マイクロチャンバー(MARKES M-CTE250)を用いる高分子材料から放散するSVOCの分析



＜要旨＞ MARKES 社チャンバーM-CTE250 は、深さ 36 mm、内径 64 mm のサイズ（内容積 114cm³）のチャンバーを 4 つ装備し、同時に複数の試料からのサンプリングが可能です。チャンバー温度は 250℃まで上げることができます。本アプリケーションノートでは、高分子材料から放散する中揮発性化合物（SVOC）の分析を行い、良好な結果が得られましたので、報告します。

Key Words: 加熱脱着装置、マイクロチャンバー、SVOC、GC/MS、発生ガス分析

1. はじめに

近年、化学物質による室内空気の汚染が顕在化するとともに、いわゆるシックハウス症候群や化学物質過敏症など健康に関する問題が指摘されています。厚生労働省は、13 種類の化学物質に対して室内濃度指針値を設定し、さらに、室内空気質の総揮発性有機化合物（TVOC）の暫定目標値を 400 μg/m³ としています。しかしながら、指針値が設定されている化合物の濃度が低くても、個人によってシックハウス症候群の症状が出る場合があり、原因物質として可能性がある幅広い化合物のモニタリングが要求されます。中揮発性有機化合物（SVOC）であるフタル酸ジブチル及びフタル酸ジ 2-エチルヘキシルも指針値が設定されています。本研究では、対象を SVOC に絞り、より多くの化合物の検討を行いました。

マイクロチャンバーを用いて高分子材料から放散する SVOC の分析を行ったところ、良好な結果が得られましたので報告します。

2. 測定条件

装置：TD：MARKES TD-100

GC/MS：Agilent 7890A/5975C TAD

(TD)

チューブ：Tenax GR (Glass)

チューブ加熱：300℃ (10min) , 脱着流量：25ml/min

コールドトラップ：General Purpose Carbon

コールドトラップ温度：0℃ → 300℃ (10min)

スプリット比：10:1

(GC)

カラム：HP-5ms 30m, 0.25mm, 0.25 μm

オープン：40℃ (3min)-10℃/min-280℃ (5min)

カラム流量：1.2ml/min

インターフェース温度：280℃

(MS)

イオン化モード：EI, 電子エネルギー：70eV

イオン源温度：280℃

ゲイン係数：1

測定モード：スキャン (m/z 35-550, サンプリングレート 2²)

マイクロチャンバー：Markes 製 M-CTE250 (深さ 36 mm、内径 64 mm のサイズのチャンバーを 4 つ装備し、同時にサンプリングが可能、チャンバー温度を 200℃以上上げる場合は、高温用 O-リングを必要とする。本体の大きさは、高さ 41.5cm、幅 16cm、長さ 52cm、重さ 15kg)

*試料は、フロアマット（ポリ塩化ビニル製、PVC）を 5cm 四方に切断したもの

加熱温度：60℃

加熱時間：30 分

ヘリウム：50ml/min

①揮発した化合物をチューブへ捕集

②その後、サンプルをチャンバーから取り出し、温度 250℃において 20 分間、チャンバー壁面に吸着した化合物を別のチューブへ捕集

測定は、フロアマットからの放散ガスを 2 段階で捕集したチューブを別々に行った

3. 結果及び考察

SVOC は、D6、2-エチルヘキサノール、BHT、ヘキ



サデカン、フタル酸ジエチル、リン酸トリブチル、アジピン酸ジブチル、リン酸トリ(2-クロロエチル)、フタル酸ジブチル、エイコサン、アジピン酸ジ(2-エチルヘキシル)、リン酸トリフェニル及びフタル酸ジ(2-エチルヘキシル)を対象成分としました。Fig. 1 に、標準物質各 50ng のトータルイオンカレントクロマトグラム (TICC) を示しました。Table 1 に、標準物質 50ng をチャンバー内にセットした石英ウールへ添加し、回収率 (チューブへ標準物質 50ng を直接添加と比較) を計算した結果を示しました。上段は 60°C での回収率、下段はその後引き続き 250°C にしたときの回収率になります。4 つのチャンバーで同時にサンプリングを行い、RSD も示しました。BHT、ヘキサデカンは 60°C で 90% 以上回収され、エイコサンは約 10% の回収、D6 は約 50% の回収でした。フタル酸エステル類、リン酸エステル類、アジピン酸エステル類については、チャンバー温度 60°C では回収が困難でした。その後、温度を 250°C まで上げると、ほぼ回収が可能でした。Fig. 2 に、フロアマットからの 60°C での放散ガスを直接チューブに捕集した成分とチャンバー内面に吸着した成分を別々に測定した TICC を示しました。Table 2 に、n=4 で測定を行い、その定量値 (ng) 及び RSD を示しました。上段は 60°C での定量値、下段はその後サンプルを取り出しチャンバー壁面に吸着した化合物を 250°C で加熱したときの定量値になります。60°C で放散した SVOC 成分は、チャンバー内面に吸着した分も考慮に入れる必要があり、両定量値を合計しました。

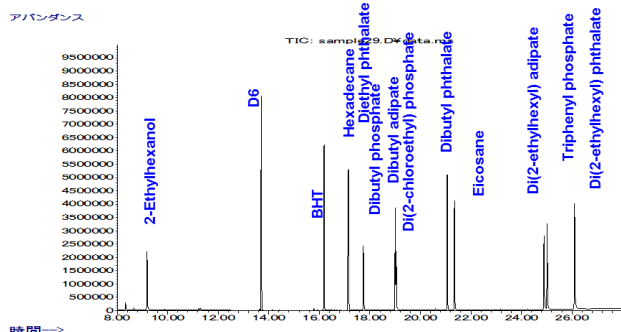


Fig. 1 標準物質各 50ng の TICC

Table 1 チャンバー2 段階サンプリングにおける標準物質の回収率 (%)

50ng, 60°C		Chamber 1	Chamber 2	Chamber 3	Chamber 4	Average	SD	RSD(%)
1	2-Ethyl hexanol	94.1	95.4	95.1	73.5	89.5	10.69	11.9
2	D6	66.0	59.2	47.0	30.5	50.7	15.59	30.7
3	BHT	100.3	98.7	97.4	90.7	96.8	4.19	4.3
4	Hexadecane	93.9	94.9	93.3	85.9	92.0	4.13	4.5
5	Diethyl phthalate	3.4	2.7	1.3	0.8	2.0	1.21	59.1
6	Tributyl phosphate	0.0	0.0	0.0	0.0			
7	Dibutyl adipate	0.0	0.0	0.0	0.0			
8	Tri(2-chloroethyl) phosphate	0.0	0.0	0.0	0.0			
9	Dibutyl phthalate	0.3	0.2	0.2	0.1	0.2	0.07	34.7
10	Eicosane	14.4	14.2	12.6	5.7	11.7	4.07	34.7
11	Di(2-ethylhexyl) adipate	0.0	0.0	0.0	0.0			
12	Triphenyl phosphate	0.0	0.0	0.0	0.0			
13	Di(2-ethylhexyl) phthalate	0.4	0.2	0.3	0.1	0.3	0.10	38.7

50ng, 250°C		Chamber 1	Chamber 2	Chamber 3	Chamber 4	Average	SD	RSD(%)
1	2-Ethyl hexanol	50.6	68.3	69.9	73.4	65.6	10.19	15.5
2	D6	31.4	40.4	51.5	68.5	47.9	16.01	33.4
3	BHT	2.0	1.8	2.0	2.7	2.1	0.39	18.7
4	Hexadecane	4.8	5.1	6.6	8.6	6.3	1.75	27.9
5	Diethyl phthalate	111.8	115.1	111.4	110.5	112.2	1.99	1.8
6	Tributyl phosphate	101.5	100.1	107.7	103.2	103.1	3.33	3.2
7	Dibutyl adipate	107.1	107.7	109.7	107.6	108.0	1.14	1.1
8	Tri(2-chloroethyl) phosphate	110.0	104.5	105.1	103.9	105.9	2.80	2.6
9	Dibutyl phthalate	129.5	117.7	115.0	114.5	119.2	7.03	5.9
10	Eicosane	85.5	84.1	84.8	92.7	86.8	3.96	4.6
11	Di(2-ethylhexyl) adipate	128.2	123.7	128.7	123.0	125.9	2.96	2.4
12	Triphenyl phosphate	106.6	88.2	104.9	97.6	99.3	8.40	8.5
13	Di(2-ethylhexyl) phthalate	138.2	123.5	128.8	112.1	125.6	10.89	8.7

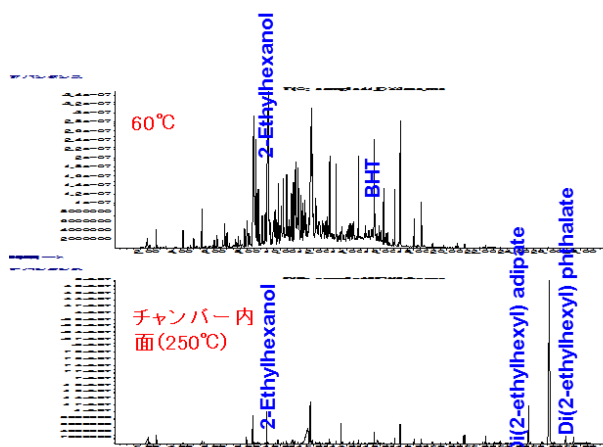


Fig. 2 フロアマット (PVC) の 60°C における揮発成分とチャンバー内面に吸着した成分の TICC

Table 2 フロアマット (PVC) の定量結果 (ng)

PVC mat		Chamber 1	Chamber 2	Chamber 3	Chamber 4	Average	SD	RSD(%)
50ng, 60°C								
1	2-Ethyl hexanol	3485.5	3763.7	3735.6	4134.7	3782.4	263.91	7.0
2	D6	8.3	9.0	9.0	10.1	9.1	0.71	7.8
3	BHT	90.9	96.1	102.2	114.2	100.8	10.01	9.9
4	Hexadecane	25.1	19.2	30.8	19.6	23.7	5.45	23.0
5	Diethyl phthalate	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.02	6.0
6	Tributyl phosphate	0.0	0.0	0.0	0.0			
7	Dibutyl adipate	0.0	0.0	0.0	0.0			
8	Tri(2-chloroethyl) phosphate	0.0	0.0	0.0	0.0			
9	Dibutyl phthalate	8.9	11.6	14.1	19.6	13.5	4.57	33.7
10	Eicosane	0.5	0.6	0.5	0.8	0.6	0.14	24.4
11	Di(2-ethylhexyl) adipate	0.0	0.0	0.0	0.0			
12	Triphenyl phosphate	0.0	0.0	0.0	0.0			
13	Di(2-ethylhexyl) phthalate	0.5	0.7	1.3	1.8	1.0	0.58	55.8
PVC mat								
50ng, 250°C								
1	2-Ethyl hexanol	231.7	232.3	212.5	199.9	219.1	15.78	7.2
2	D6	0.4	0.5	0.4	0.7	0.5	0.13	25.3
3	BHT	3.5	3.6	3.8	3.5	3.6	0.13	3.6
4	Hexadecane	1.6	1.4	2.1	1.5	1.7	0.28	16.9
5	Diethyl phthalate	5.4	5.9	7.0	4.9	5.8	0.89	15.3
6	Tributyl phosphate	0.7	0.8	0.7	0.9	0.8	0.12	15.9
7	Dibutyl adipate	0.5	0.7	0.7	1.1	0.7	0.23	30.8
8	Tri(2-chloroethyl) phosphate	0.0	0.0	0.0	0.0			
9	Dibutyl phthalate	31.0	34.7	28.3	25.4	29.9	3.95	13.2
10	Eicosane	0.0	0.0	0.0	0.0			
11	Di(2-ethylhexyl) adipate	214.9	218.3	225.3	258.2	229.2	19.82	8.6
12	Triphenyl phosphate	5.1	5.2	5.8	8.2	6.1	1.45	23.7
13	Di(2-ethylhexyl) phthalate	779.0	782.9	802.9	845.4	802.5	30.41	3.8

【GC-MS-201401NK-001】

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる障害について一切免責とさせていただきます。また、本文書に記載の情報、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