

RoHS 指令フタル酸エステル類の分析 (溶媒抽出)



＜要旨＞ RoHS 指令における制限対象物質に 4 種類のフタル酸エステル（最大許容濃度は 0.1wt%（案））が追加される予定になっています（2015 年 2 月現在）。本アプリケーションノートでは、前処理として溶媒抽出法を用いた場合における GC/MS の測定について述べます。

Key Words: RoHS 指令、フタル酸エステル類、溶媒抽出、セルフクリーニングイオン源（SCIS）、GC/MS

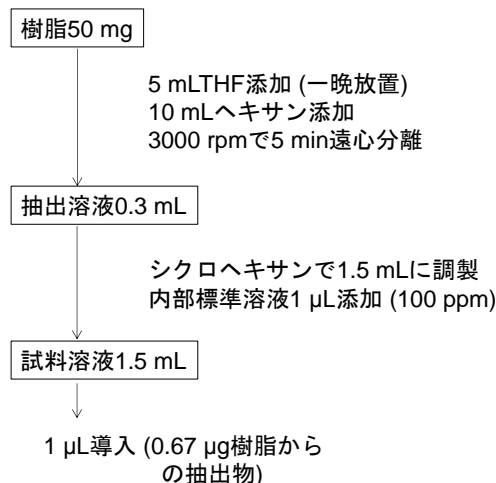
1. はじめに

2014 年 7 月、RoHS 指令における制限対象物質の見直しでは、改訂案が 2014 年 12 月に WTO 通達で発表され、4 種類のフタル酸エステル（フタル酸ジ（2-エチルヘキシル）、フタル酸ブチルベンジル、フタル酸ジブチル、フタル酸ジイソブチル）が追加される予定になっています。一部製品を除き、2019 年 7 月から適用される予定で、最大許容濃度は 0.1wt%（案）となっています。（2015 年 2 月現在）

本アプリケーションノートでは、前処理として溶媒抽出法を用いた場合における GC/MS の測定について述べます。

2. 実験方法

イオン源の汚染を大幅に低減するセルフクリーニングイオン源（SCIS）をオンラインモードで用いました。以下は、溶媒抽出法の一例です。



装置：Agilent 7890B GC/5977A inert MSD
(7890B GC)

注入量：1 μl

カラム：VF-5ms 30 m, 0.25 mm, 0.25 μm

注入口温度：300°C

注入法：パルスドスプリットレス

カラム流量：1.2 mL/min (He, コンスタントフローモード)
GC オープン温度：50°C (1min) - 30°C/min - 280°C - 15°C/min - 310°C (5min)

インターフェース温度：290°C

(5977A inert MSD PAH アナライザ SCIS 搭載)

イオン源温度：260°C 四重極温度：150°C

チューン：Atune. u

ゲイン：1

微量イオン検出 (TID)：on

Self-Cleaning イオン源：オンラインモード

測定モード：SIM/Scan

スキャン範囲： m/z 50-500

SIM モニターイオン：Table 1 参照

参考文献：

Test Method: CPSC-CH-C1001-09.3 Standard Operating Procedure for Determination of Phthalates, April 1st, 2010

3. 結果及び考察

Fig. 1 に、標準溶液 0.5ppm の SIM/Scan 測定によるクロマトグラムを示しました。Fig. 2 に、標準溶液 0.5ppm の SIM クロマトグラムを示しました。Table 1 に、濃度範囲 0.05-10 ppm (0.05, 0.1, 0.2, 0.5, 1.0, 2.0, 5.0, 10) における検量線の決定係数（内部標準法）及び標準溶液 0.5ppm の定量値の繰り返し再現性 (n=5) を示しました。検量線は、決定係数 0.997 以上と良好な直線性が得られました。標準溶

液 0.5 ppm (試料中 746ppm) の定量値の繰り返し再現性 (n=5) は、2.3%以内と良好な結果でした。

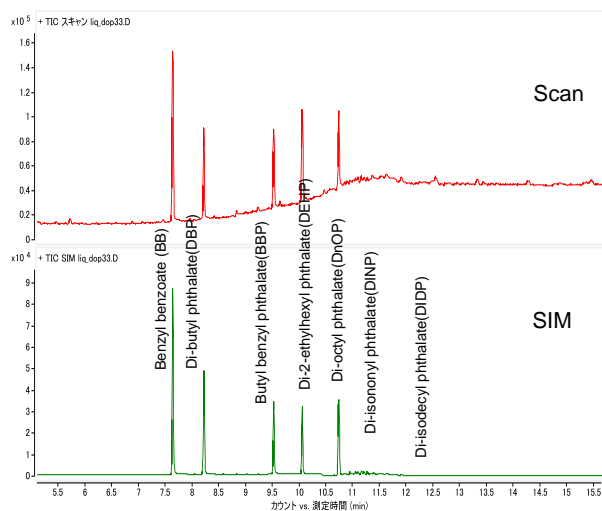


Fig. 1 標準溶液 0.5ppm のSIM/Scan測定によるクロマトグラム

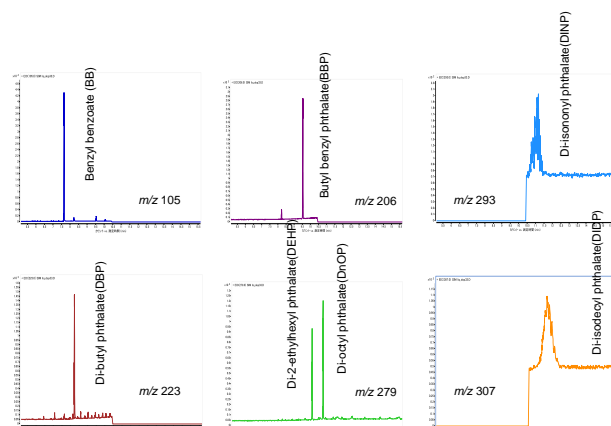


Fig. 2 標準溶液 0.5ppm のSIMクロマトグラム

Table 1 濃度範囲 0.05–10 ppm における検量線の決定係数 (内部標準法) 及び標準溶液 0.5ppm の繰り返し再現性 (RSD (%), n=5)

Pk#	Compounds	RT (min)	T-ion (m/z)	Q-ion (m/z)	RSD (%)	決定係数 ^{r2}
1	Benzyl benzoate(BB)	7.63	105	91, 194, 212	ISTD	ISTD
2	Di-butyl phthalate(DBP)	8.21	223	149, 205	0.4	0.998
3	Butyl benzyl phthalate(BBP)	9.52	206	91, 149	0.6	0.999
4	Di-2-ethylhexyl phthalate(DEHP)	10.05	279	149, 167	2.2	0.998
5	Di-octyl phthalate(DnOP)	10.73	279	149, 167, 261	0.6	0.997
6	Di-isononyl phthalate(DINP)	11.03	293	149, 167	1.9	0.998
7	Di-isodecyl phthalate(DIDP)	11.13	307	149, 167	1.7	0.999

* 試料量を 0.67 μ g (1 μ L) とすると、フタル酸エステル類 0.5ppm が試料中で 746ppm となる。内部標準物質 : Benzyl benzoate (BB) は 0.67ppm

* 当初、フタル酸エステル類の制限対象物質候補は 3 種類だったため、今回は追加候補のフタル酸ジイソブチルは測定していませんが、SIM モニターイオンはフタル酸ジブチルと同一のイオンを設定することができます。RT は、フタル酸ジブチルより前に溶出し、早くなります。

【GC-MS-201503NK-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