

# RoHS 指令フタル酸エステル類の分析 (パイロライザ)



<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、試料を簡便な前処理で測定可能なパイロライザ GC/MS について述べます。

**Key Words:** RoHS 指令、フタル酸エステル類、パイロライザ、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)

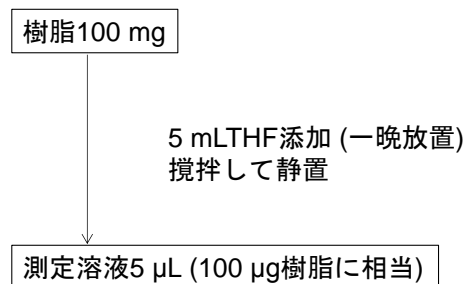
本アプリケーションノートでは、試料を簡便な前処理で測定可能なパイロライザ GC/MS について述べます。

## 2. 実験方法

試料を THF に溶解し、均一にします。また、パイロライザはオートサンプラの Auto-Shot Sampler を装着することで、測定を自動化し、大幅に効率を向上することができます。

### 参考文献:

Yuzawa et al., Anal Sci, 25, 1057(2009)



装置: Agilent 7890B GC/5977A inert MSD

(Auto-Shot Sampler + Multi-Shot Pyrolyzer  
EGA/PY-3030D フロンティアラボ)  
加熱炉温度: 100°C-20°C/min-320°C  
(7890B GC)

カラム: VF-5ms 30 m, 0.25 mm, 0.25 μm

注入口温度: 300°C

注入法: スプリット 20:1

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: 70°C (0min)-30°C/min-200°C-15°C/min-320°C (5min)

インターフェース温度: 300°C

(5977A inert MSD)

イオン源温度: 280°C (6mm ドローアウトレンズ)

チューン: Atune. u

ゲイン: 1

微量イオン検出 (TID): on

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

## 3. 結果及び考察

Fig. 1 に、標準溶液 10ng 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 10ng の SIM クロマトグラムを示しました。Table 1 に、10-500 ng (10, 20, 50, 100, 200, 500ng) における検量線の決定係数 (絶対検量線法) 及び標準溶液 10ng 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 10ng (試料中 100ppm) の定量値の繰り返し再現性 (n=5) は、2.9%以内と良好な結果でした。



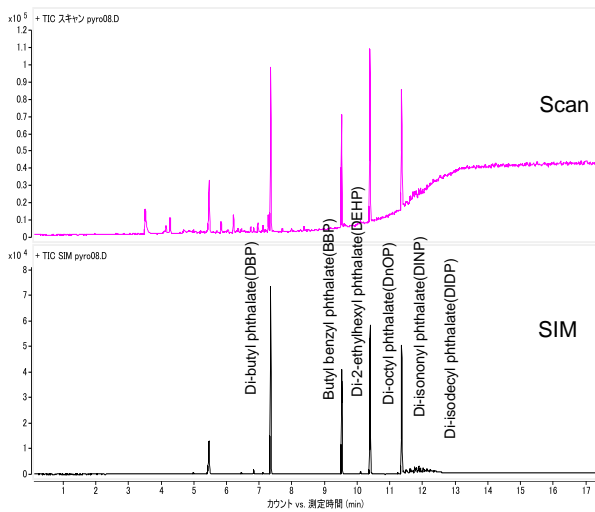


Fig. 1 標準溶液 10ng の SIM/Scan 測定によるクロマトグラム

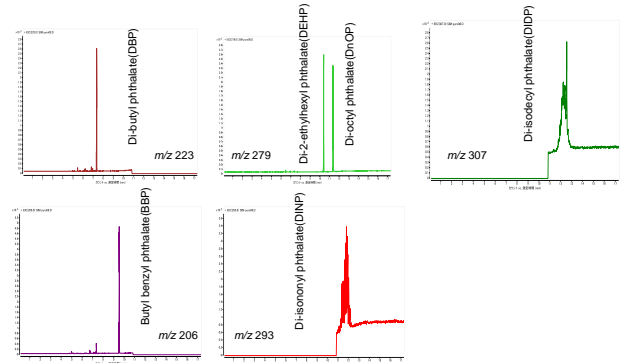


Fig. 2 標準溶液 10ng の SIM クロマトグラム

Table 1 10–500 ng における検量線の決定係数及び標準溶液 10ng 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 $r^2$
1	Di-butyl phthalate(DBP)	7.33	223	149, 205	2.9	0.997
2	Butyl benzyl phthalate(BBP)	9.51	206	91, 149	0.9	0.999
3	Di-2-ethylhexyl phthalate(DEHP)	10.37	279	149, 167	2.1	0.999
4	Di-octyl phthalate(DnOP)	11.34	279	149, 167, 261	0.7	0.999
5	Di-isononyl phthalate(DINP)	11.78	293	149, 167	1.1	0.999
6	Di-isodecyl phthalate(DIDP)	12.22	307	149, 167	2.8	0.998

\* 試料量を 100  $\mu$ g (5  $\mu$ L) とすると、フタル酸エステル類 100ng が試料中で 1000ppm となる。

\* 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-002】

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