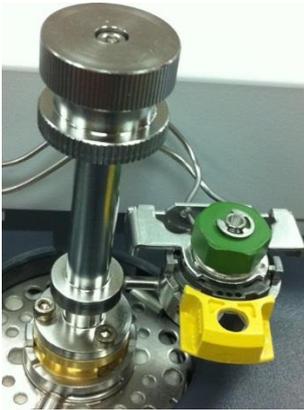




RoHS 指令フタル酸エステル類の分析 (サーマルセパレーションプローブ)



＜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、安価 (約 100 万円) でかつ試料を簡便な前処理で測定可能なサーマルセパレーションプローブを用いる GC/MS 法について述べます。

Key Words: RoHS 指令、フタル酸エステル類、サーマルセパレーションプローブ (TSP)、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)

一方、サーマルセパレーションプローブ (TSP) は、簡便にサンプルを GC 注入口に挿入するダイレクトプローブで、サンプルを迅速に加熱し、揮発性及び半揮発性化合物の分析が可能です。取付け、取外しが容易で、メンテナンスは原則不要 (定期的な O-リング交換、GC 側のメンテナンスは必要) です。使い勝手は極めて良好です。本アプリケーションノートでは、安価 (約 100 万円) でかつ試料を簡便な前処理で測定可能なサーマルセパレーションプローブを用いる GC/MS 法について述べます。

2. 実験方法

装置 : Agilent 7890B GC/5977A inert MSD

(TSP)

試料約 0.2mg をマイクロバイアルに秤取り、プローブにセットし、注入口 (300°C) へ挿入しました。

(7890B GC)

カラム : VF-5ms 30m, 0.25mm, 0.25 μ m

注入口 (スプリットスプリットレス) 温度 : 300°C

スプリット比 : 50:1

カラム流量 : 1.2ml/min (He, コンスタントフローモード)

GC オープン温度 : 40°C (2min) -15°C/min-300°C (5min)

インターフェース温度 : 280°C

(5977A inert MSD)

イオン源温度 : 250°C

チューン : Atune. u

ゲイン : 1

微量イオン検出 (TID) : on

測定モード : Scan

スキャン範囲 : m/z 29-800

3. 結果及び考察

Table 1 に、フタル酸ジブチル、フタル酸ブチルベンジル及びフタル酸ジ (2-エチルヘキシル) の 2-1000 ng (2, 10, 20, 100, 400, 1000ng、試料量 0.2mg で 10-5000ppm、フタル酸ジブチルは 2-400ng) における検量線の決定係数 (絶対検量線法) 及び標準溶液 2 ng の面積値の繰り返し再現性 (n=4) を示しました。検量線は、決定係数 0.995 以上と良好な直線性が得られました。標準溶液 2ng (試料量 0.2mg で、試料中 10ppm) の面積値の繰り返し再現性 (n=4) は、5.8%以内と良好な結果でした。Fig. 1 に、実際試料のポリ塩化ビニル (PVC) のマットのトータルイオンカレントクロマトグラム (TIC) を示しました。Table 2 に、PVC マットでの定量値の繰り返し再現性 (n=4) を示しました。RSD (%) 値は、フタル酸ジブチル 7.7%、フタル酸ジ (2-エチルヘキシル) 13.06% でした。フタル酸ブチルベンジルは不検出でした。



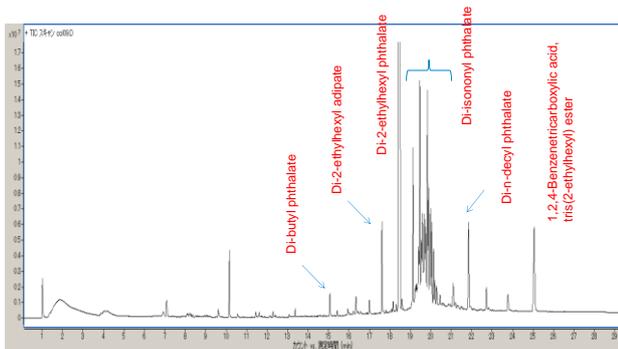


Fig. 1 PVC マットの TIC

Table 1 2-1000 ng (フタル酸ジブチルは 2-400ng) における検量線の決定係数及び標準溶液 2 ng の繰り返し再現性 (RSD (%), n=4)

| Pk# | Compounds | RSD (%) | 決定係数 r^2 |
|-----|---------------------------------|---------|------------|
| 1 | Di-butyl phthalate(DBP) | 3.3 | 0.995 |
| 2 | Butyl benzyl phthalate(BBP) | 5.8 | 0.999 |
| 3 | Di-2-ethylhexyl phthalate(DEHP) | 5.0 | 0.998 |

Table 2 PVC マットでの定量値 ($\mu\text{g/g}$) の繰り返し再現性 (RSD (%), n=4)

| Pk# | Compounds | Run 1 | Run 2 | Run 3 | Run 4 | Average | SD | RSD(%) |
|-----|---------------------------------|---------|---------|---------|---------|---------|--------|--------|
| 1 | Di-butyl phthalate(DBP) | 72.0 | 68.9 | 67.9 | 59.8 | 67.2 | 5.2 | 7.7 |
| 2 | Butyl benzyl phthalate(BBP) | ND | ND | ND | ND | - | - | - |
| 3 | Di-2-ethylhexyl phthalate(DEHP) | 17363.5 | 17514.5 | 22689.8 | 18875.8 | 19110.9 | 2481.0 | 13.0 |

* 試料量 : 0.2mg、単位 : $\mu\text{g/g}$ (ppm)

* フタル酸ジ-2-エチルヘキシル (DEHP) は、検量線範囲の 5000ppm を超過していました。

【GC-MS-201503NK-003】

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