

Agilent GC/MS フタル酸エステル スクリーナー



＜要旨＞ Agilent GC/MS フタル酸エステル スクリーナーは、前処理の省略あるいは簡素化、ハイスループット、容易なデータ解析、メンテナンス性の向上を目的として、開発されました。その結果、前処理が不要で試料導入が自動化できるパイロライザ、高速カラム、MassHunter Quant「化合物クロマトグラムの一覧」ソフトウェアにより、ハイスループット化が可能となり、データ解析も容易なシステムが完成しました。このシステムでは、アジレント特許技術 JetClean により、イオン源のメンテナンス頻度の低減が可能です。

Key Words: スクリーニング、フタル酸エステル、RoHS、パイロライザ、産業技術総合研究所 認証標準物質 (NMIJ CRM 8152-a)、JetClean、高速カラム、GC/MS、MassHunter Quant「化合物クロマトグラムの一覧」

1. はじめに

改正 RoHS 指令により、フタル酸エステル類 4 物質（フタル酸イソブチル、フタル酸 n-ブチル、フタル酸ブチルベンジル、フタル酸ジ（2-エチルヘキシル））が制限対象物質に追加され、一部製品を除き 2019 年 7 月 22 日から適用されます。最大許容濃度はそれぞれ 0.1% です。既規制物質である臭素系難燃剤では、蛍光 X 線による簡便なスクリーニング法がありますが、フタル酸エステル類では適切なスクリーニング法がありませんでした。本アプリケーションノートでは、アジレント独自のパイロライザ GC/MS による簡易で迅速なスクリーニング法を紹介します。サイクルタイムは約 26 分で、1 日に 48 サンプル（オートショットにセットできる最大サンプル数）の分析ができ、さらに、MassHunter ソフトウェアを用いてより簡単に解析を行うことができます。

2. 実験方法

標準品は、フタル酸エステル類（約 0.1% の認証値付）を含むポリ塩化ビニル樹脂（産業技術総合研究所 認証標準物質 (NMIJ CRM 8152-a)）を用いました。パイロライザは、フロンティア・ラボ製マルチショット・パイロライザ EGA/PY-3030D にオートショット・サンブラ AS-1020E を組み合わせました。GC/MS には、アジレント特許技術である JetClean を搭載し、イオン源の汚れを抑えメンテナンスによるダウンタイムを低減しました。Fig. 1 に、JetClean の模式図を示しました。専用の電子圧力制御モジュール (EPC) によって、高精度で制御された微量の水

素がイオン源へ導入され、フィラメントがオンの状態でイオン源の表面がクリーニングされます。測定中、継続的にクリーニングを行うオンラインクリーニングが可能です。また、オフラインでクリーニングを行うこともでき、オンライン・オフラインの両方に対応することが可能です。

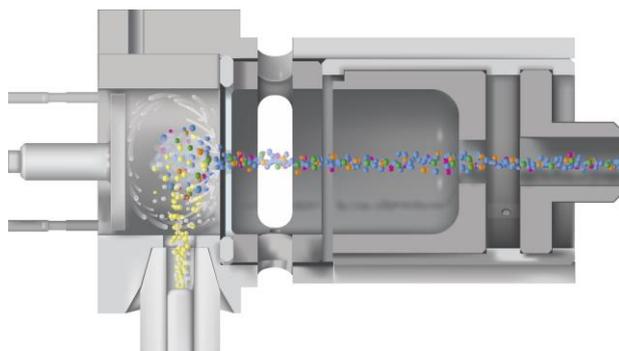


Fig. 1 JetClean の模式図

試料 0.5mg を、直接、パイロライザにより 100°C-20°C/min-320°C (1min) で昇温加熱し、揮発成分をスプリットで、カラムへ導入しました。SIM/Scan モードで測定を行い、SIM でターゲットのフタル酸エステル類 4 成分の設定を行い、Scan ではターゲット成分以外のピークの定性分析ができるように設定しました。カラムは、VF-5ms 12m, 0.2mm, 0.33 μm (Part#: GP8935) を用い、GC オープン温度を 70°C (0min) -60°C



/min-175°C (0min)-30°C/min-320°C (3min) (分析時間 : 9.6 分) とし、測定の高速度を図りました。

3. 結果及び考察

Fig. 2 に、産業技術総合研究所 認証標準物質 (NMIJ CRM 8152-a) 0.5mg を測定した SIM/Scan のクロマトグラムを示しました。含有されるフタル酸エステル類 9 成分の検出と、可塑剤として配合されているアセチルクエン酸トリブチルは Scan で採取したマススペクトルから同定が可能でした (Fig. 3)。SIM で規制物質 4 成分の検出を行い、そのピーク面積値を用い 1 点検量線を作成し、スクリーニング結果を算出します。データ解析は、MassHunter Quant 「化合物クロマトグラムの一覧」で、複数の化合物、サンプルを同時に表示可能で、標準サンプルの行を固定でき、効率よくピークの確認が可能です。また、外れ値ピークはハイライトでき、一目瞭然で分かります (Fig. 4)。

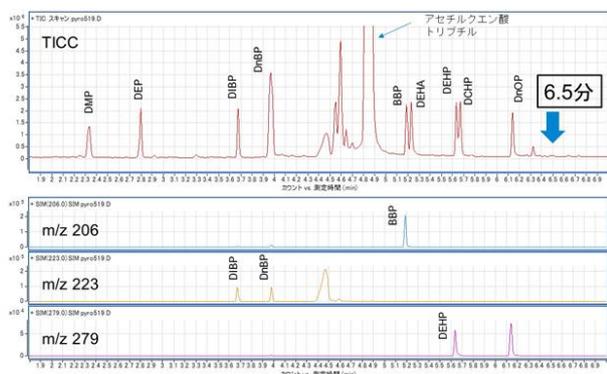


Fig. 2 NMIJ CRM 8152-a 0.5mg を測定した SIM/Scan クロマトグラム

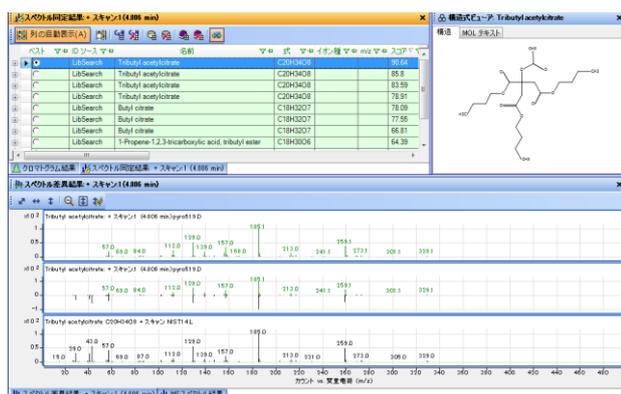


Fig. 3 アセチルクエン酸トリブチルのライブラリ検索結果

Table 1 に、NMIJ CRM 8152-a 約 0.5mg を 6 回直接分析した各フタル酸エステルのピーク面積値 (試料量で補正済み) の再現性を示しました。RSD で 5.7%

以下と良好な結果でした。

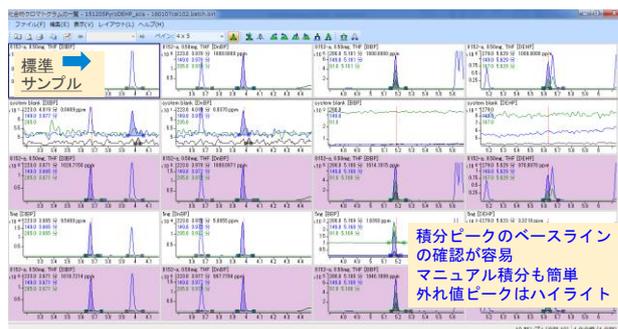


Fig. 4 MassHunter Quant 「化合物クロマトグラムの一覧」によるデータ解析

Table 1 NMIJ CRM 8152-a 約 0.5mg を 6 回直接分析した各フタル酸エステルのピーク面積値 (試料量で補正済み) の再現性

Pk#	Compounds	Average	SD	RSD(%)
3	DIBP	105973	5228	4.9
4	DnBP	112290	5082	4.5
5	BBP	248046	12789	5.2
7	DEHP	78172	4421	5.7

4. まとめ

本スクリーニング法により、フタル酸エステル類のおおよその含有量を把握し、精密分析として、ASTM D7823 (2013) による標準添加法を用いることによって¹⁾、膨大なサンプル数の検査が可能です。JetClean を搭載することで、MS のイオン源メンテナンスの頻度を低減し、現場サイドでの GC/MS の運用をしやすくすることが期待できます。

5. 参考文献

1) ASTM D7823 (2013): Standard Test Method for the Determination of Low Level, Regulated Phthalates in Poly (Vinyl Chloride) Plastics by Thermal Desorption - Gas Chromatography/Mass Chromatography.

【GC-MS-201609NK-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

