

ポリ塩化ビニルを主成分とする合成樹脂製おもちゃにおける 6種類のフタル酸エステル試験法 (GC-FID)

Analysis of Phthalic Esters in Polyvinyl Chloride Toys by GC-FID

平成22年9月に食品、添加物等の規格基準(昭和34年厚生省告示第370号)の一部が改正され、規制対象とするフタル酸エステルの種類が2物質(フタル酸ビス(2-エチルヘキシル) [以下 DEHP], フタル酸ジイソノニル [以下 DINP])から6種類(DEHP, DINP, フタル酸ジ-*n*-ブチル [以下 DBP], フタル酸ベンジルブチル [以下 BBP], フタル酸ジイソデシル [以下 DIDP], フタル酸ジ-*n*-オクチル [以下 DNOP])に増加されました。また、規制対象とする材料についても、ポリ塩化ビニルを主成分とする合成樹脂に限定せず、可塑化された材料(可塑剤が使用された材料)からなる部分に拡大されました。

フタル酸エステル試験法では、有機溶剤で溶出させたおもちゃ中のフタル酸エステルをGC-FIDもしくはGC/MSで

測定し、試験溶液中の各フタル酸エステルのピーク面積が、基準濃度相当の標準溶液中の各フタル酸エステルのピーク面積より大きくないこと、(各フタル酸エステル量が0.1%以下であることを)確認します。GC-FID測定にて不適合であった場合には、GC/MSを用いて確認試験を行う必要があります。

本アプリケーションニュースでは、GC-FIDを用いた、おもちゃにおける6種類のフタル酸エステルの分析例をご紹介します。同一試料におけるGC/MSでの分析例につきましては、島津アプリケーションニュースNo.M261「ポリ塩化ビニルを主成分とする合成樹脂製おもちゃにおける6種類のフタル酸エステル試験法(GC/MS)」をご参照ください。

M. Asakawa

■分析方法

Analytical Method

前処理は、「平成22年厚生労働省告示第336号」に準じて行いました。前処理フローチャートをFig. 1に示しました。実試料には、市販のポリ塩化ビニル製のおもちゃ2品(AとB)を用いました。

■標準溶液の調製

Preparation of Phthalic Esters Standard Solutions

フタル酸エステル6種(DBP, BBP, DEHP, DNOP, DINP, DIDP)の標準品各10 mgをそれぞれアセトンで溶解して100 mLとしたものを標準原液としました(各100 µg/mL)。

DBP, BBP, DEHP, DNOP標準原液各1 mLを混合してアセトンで10 mLとしたものを標準溶液1, DINP標準原液1 mLをアセトンで10 mLとしたものを標準溶液2, DIDP標準原液1 mLをアセトンで10 mLとしたものを標準溶液3とし、3種類のフタル酸エステル標準溶液を調製しました(各10 µg/mL)。

DNOP, DINP, DIDPの溶出位置は近接しており、またピークの一部が重なる為、GC-FID測定の際には標準溶液を3種類に分けて調製する必要があります。

GC-FID分析条件をTable 1に示しました。キャリアガスの流速については、DEHPが約10分に溶出するように調節する必要があります。

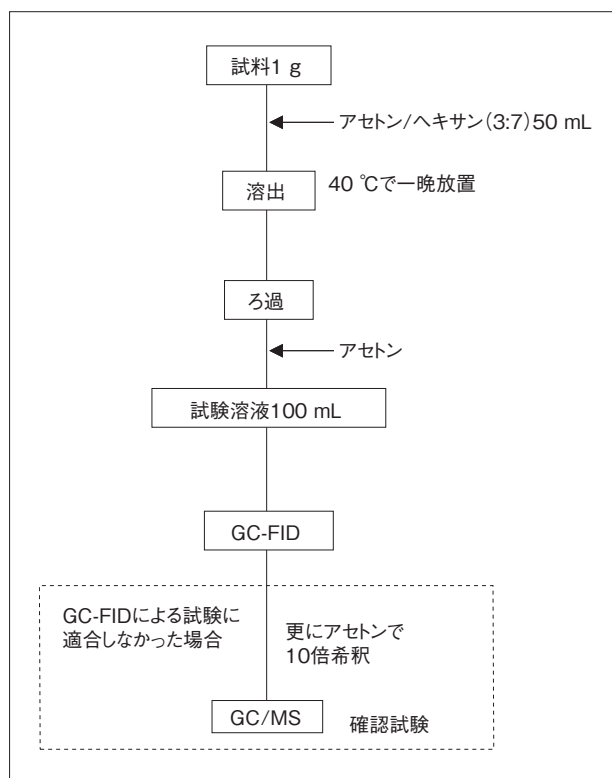


Fig. 1 おもちゃにおけるフタル酸エステルの前処理方法
Flow Diagram of Samples Preparation with Phthalic Esters in Toy

■標準溶液および試験溶液の分析

Analysis of Phthalic Esters Standard Solutions and Sample Solution

標準溶液1, 2, 3およびおもちやA, Bの試験溶液のクロマトグラムをFig. 2に示しました。

試験溶液AにおいてはDBP, DEHP, DINPの3成分が、試験溶液BにおいてはDEHPが、標準溶液中の当該ピークの溶出時間とピーク形状の一致が認められました。

試験溶液AのDBPのピーク面積は、標準溶液中の当該ピーク面積よりも小さいですが、DEHPおよびDINPのピーク面積が標準溶液中の当該ピーク面積よりも大きい為、お

もちやAは「不適合」であることがわかりました。

試験溶液BのDEHPのピークの面積については、標準溶液中の当該ピーク面積よりも小さい為、おもちやBは「適合」であることがわかりました。

これにより、GC-FIDによる試験で不適合であったサンプルAについては、さらにGC/MSによる確認が必要です。同一試料におけるGC/MSでの分析例につきましては、島津アプリケーションニュースNo.M261をご参照ください。

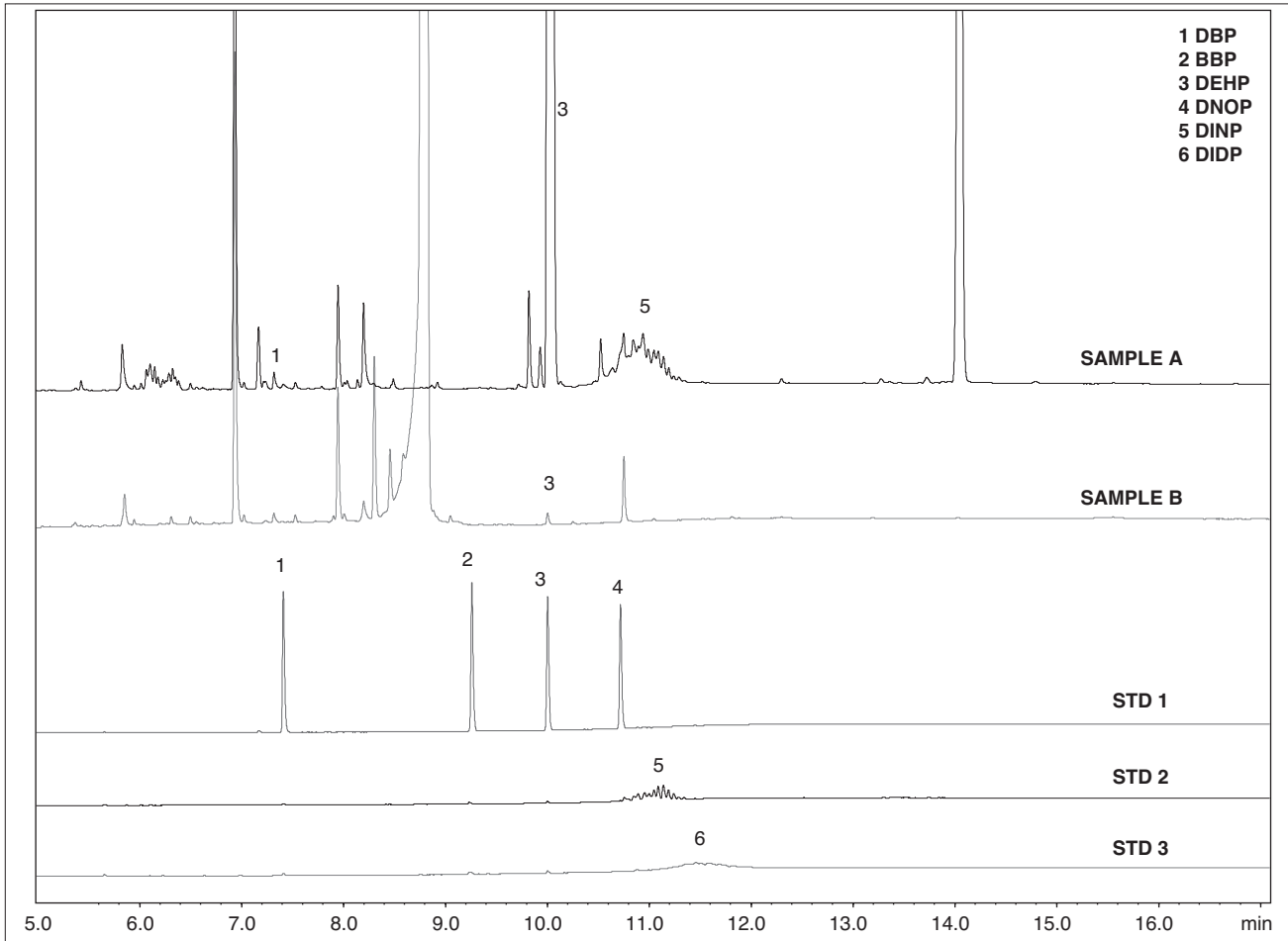


Fig. 2 フタル酸エステル標準溶液 (各10 µg/mL) と試験溶液のクロマトグラム
Chromatograms of Phthalate Esters Standard Solutions and Sample Solutions

Table 1 分析条件例
Analytical Conditions

Model	: GC-2010 Plus AF (230 V: High Power Oven Model)
Column	: Rxi-5MS (30 m × 0.25 mm I.D. df = 0.25 µm)
Column Temp.	: 100 °C - 20 °C/min - 320 °C (10 min)
Injection Temp.	: 250 °C
Injection Method	: split 1 : 10
Carrier Gas	: He 44 cm/sec (Constant Linear Velocity Mode)
Detector	: FID
Detector Temp.	: 280 °C
Injection Volume	: 1 µL

[注意]

本条件のように、検出器温度以上にカラム温度を上昇させる場合は、検出器が汚染される可能性がありますので、定期的なメンテナンスをおすすめします。検出器汚染防止機能が搭載されている機器の場合は、検出器汚染防止機能を解除してから測定してください。

[参考文献]

平成22年9月6日厚生労働省告示第336号

初版発行：2011年1月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎0120-131691 (携帯電話不可)
●携帯電話専用番号 (075) 813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。