

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

Py-Screenerを用いたフタル酸エステル類の
分析 (1)

Analysis of phthalate esters using Py-Screener (1)

RoHS指令(電気電子機器に含まれる特定有害物質の使用を制限する指令)において、2019年から従来の使用制限6物質に加えて、フタル酸ジイソブチル(DIBP)、フタル酸ジブチル(DBP)、フタル酸ブチルベンジル(BBP)、フタル酸ジ-2-エチルヘキシル(DEHP)の4種類のフタル酸エステル類が追加される予定です。

これらの物質のうちでGC-MSで測定可能な物質は臭素系難燃剤のPBBsとPBDEsとフタル酸エステル類ですが、精密定量法であるソックスレー抽出-GC/MS法は、前処理に時間を要し、また有機溶媒を利用するため、複雑な前処理を必要としない熱分解-GC/MS(Py-GC/MS)法がスクリーニング法として期待されております。

「Py-Screener」は、フタル酸エステル含有樹脂標準試料、試料調製用のサンプリングキット、Py-GC/MS分析用ファイル類などから構成されたフタル酸エステルスクリーニングシステムです。

本アプリケーションデータシートでは、Py-Screenerを用いたフタル酸エステル標準試料の測定について紹介します。

Py-Screenerで利用する標準試料

Py-Screenerでは、標準試料として、フタル酸エステルには、7種フタル酸エステル樹脂標準試料(P/N:225-31003-91)を利用し、PBBsとPBDEsには、臭素系難燃剤含有ポリプロピレン(ERM®-EC591)をそれぞれ利用します。これらの樹脂標準試料は専用のサンプリングツールキット(P/N:PY1-K101, 取扱先:フロンティアラボ株式会社)を利用することにより、有機溶媒を利用せずに簡便に調製できます。

フタル酸エステル標準試料の調製

フタル酸エステル樹脂標準試料はリボン状で厚さが均一になっています。そのため、専用のサンプリングツールキットに付属するφ1.25 mmのマイクロパンチャーで採取した試料2欠片(約0.5 mg)をPy用エコカップに入れるだけで試料調製できます。100 mg/kgの標準試料を7回繰り返し調製した試料重量の再現性をTable 1に示します。%RSDは2.24%と良好であり、サンプルの形状が均一に保たれていることがわかります。

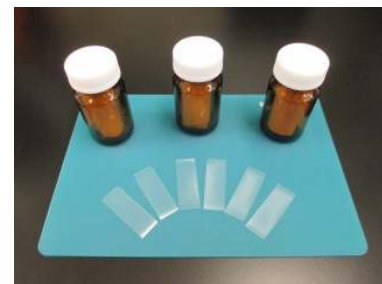


Fig. 1 Py-GC/MS用フタル酸エステル含有標準試料 (Blank, 100 mg/kg, 1000 mg/kgの3種類)

Table 1 100 mg/kgフタル酸エステル標準試料の採取重量再現性

	1回目	2回目	3回目	4回目	5回目	6回目	7回目	%RSD
試料重量(mg)	0.49	0.50	0.52	0.50	0.50	0.51	0.52	2.24

分析条件

GC-MSの分析条件はPy-Screenerに登録されている条件を利用しました。(Table 2)

Table 2 分析条件

熱分解装置	:マルチショットパイロライザー EGA/PY-3030D		
GC-MS	:GCMS-QP2010 Ultra		
カラム	:Ultra ALLOY-PBDE [長さ 15 m, 0.25 mm I.D., df = 0.05 μm]		
[Pyrolyzer]		[MS]	
熱分解炉温度	:200 °C→(20 °C/分)→300 °C→(5 °C/分)→340 °C(1分)	インターフェース温度	:320 °C
インターフェース温度	:Manual(300 °C)	イオン源温度	:230 °C
[GC]		測定モード	:FASST (Scan/SIM同時測定)
気化室温度	:320 °C	Scan質量範囲	:m/z 50-1000
カラムオープン温度	:80 °C→(20°C/分)→300 °C (5分)	Scanイベント時間	:0.15秒
注入モード	:スプリット	Scanスピード	:10,000 u/秒
キャリアガス	:He	SIM イベント時間	:0.3秒
制御モード	:線速度一定 (52.1cm/秒)	SIM マイクロスキャン幅	:0.3 u
ページ流量	:3.0 mL/分		
スプリット比	:50		

分析結果

100 mg/kgのフタル酸エステル標準試料を測定して得られた各フタル酸エステルのマスプロットグラムをFig. 2に示します。規制濃度の1/10の濃度でも十分な感度で検出することができました。100 mg/kgのフタル酸エステル標準試料を7回繰り返し測定して算出した再現性とMDLをTable 3に示します。得られた定量値の繰り返し再現性(%RSD)は4.1~5.7%であり、MDLは12.3 ~ 16.3 mg/kgと良好な結果を示しました。

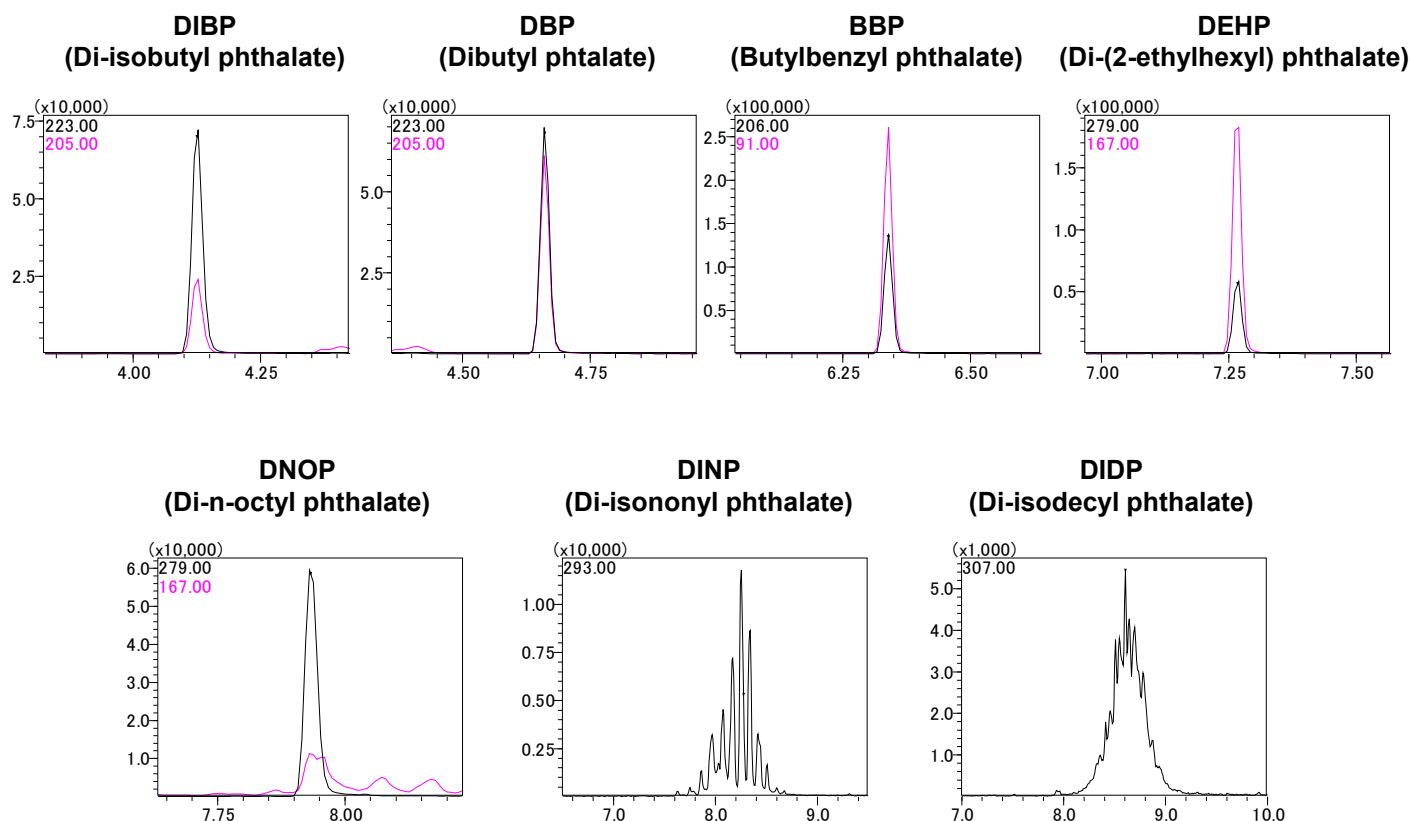


Fig. 2 100 mg/kgのフタル酸エステル標準試料を測定した各フタル酸エステルのマスプロットグラム

Table 3 100 mg/kgのフタル酸エステル標準試料の7回繰り返し再現性およびMDL

	定量値(mg/kg)							%RSD	MDL (mg/kg)
	1回目	2回目	3回目	4回目	5回目	6回目	7回目		
DIBP	104.1	102.9	98.6	95.2	103.2	109.3	101.5	4.4	14.0
DBP	107.0	105.2	100.7	98.7	105.9	113.8	106.6	4.6	15.3
BBP	95.5	94.3	91.0	87.9	96.3	100.1	95.1	4.1	12.3
DEHP	110.7	108.5	101.1	101.5	111.2	115.3	108.4	4.8	16.3
DOP	101.2	101.9	93.9	90.3	99.3	103.9	99.1	4.8	15.0
DINP	94.3	95.7	87.4	84.8	92.8	96.8	92.5	4.8	13.7
DIDP	93.3	94.2	83.1	80.9	89.2	91.6	87.3	5.7	15.9