

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

Py-Screenerを用いたフタル酸エステル類の
分析 (2)

Analysis of phthalate esters using Py-Screener (2)

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います。

「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類と臭素系難燃剤の分析例について紹介します。

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。詳細な分析条件については、GC/MSアプリケーションデータシート No. 110「Py-Screenerを用いたフタル酸エステルの分析 (1)」を参照してください。

分析結果

1000 mg/kgのフタル酸エステル樹脂標準試料を用いて検量線を作成し、その検量線を基にフタル酸エステル認証標準試料として販売されているKRISS CRM 113-03-006を測定し、定量を行いました。得られたマスプロトグラムをFig. 1に示します。また、定量値とCRMの認証値を比較した結果をTable 1に示します。認証値を基準とした回収率は、92.9~109.0%の範囲であり、スクリーニングと考慮しても良好な定量結果が得られました。

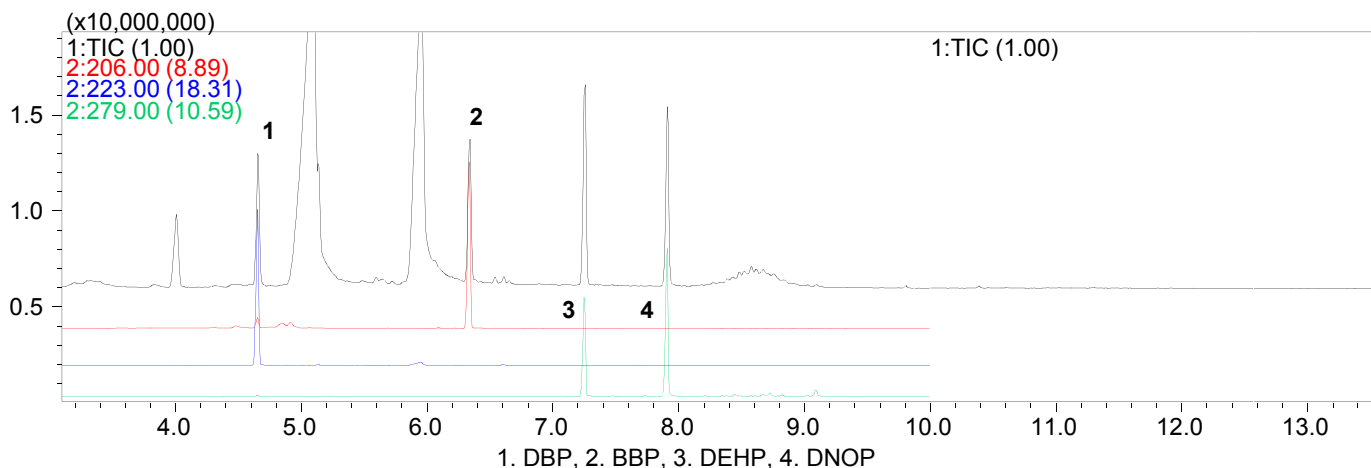


Fig. 1 KRISS CRM 113-03-006 を測定した各フタル酸エステルのマスプロトグラム

Table 1 Py-Screenerを用いて得られた定量結果と認証値の比較結果

	定量結果 (mg/kg)	認証値 (mg/kg)	認証値を基準とした 場合の回収率(%)
DBP	1059.0	972	109.0
BBP	894.0	962	92.9
DEHP	1015.0	989	102.6
DNOP	993.0	967	102.7

試験試料として、PVC製ケーブルおよびPBT樹脂を測定したマスクロマトグラムをFig. 2, 3にそれぞれ示します。PVC製ケーブルからDBP、DEHP、DINP、DIDPが検出され、PBT樹脂からDEHPとDeca-BDEが検出されました。本スクリーニングシステムは、1回の測定でフタル酸エステル類の他に臭素系難燃剤のスクリーニングにも適応出来ます。

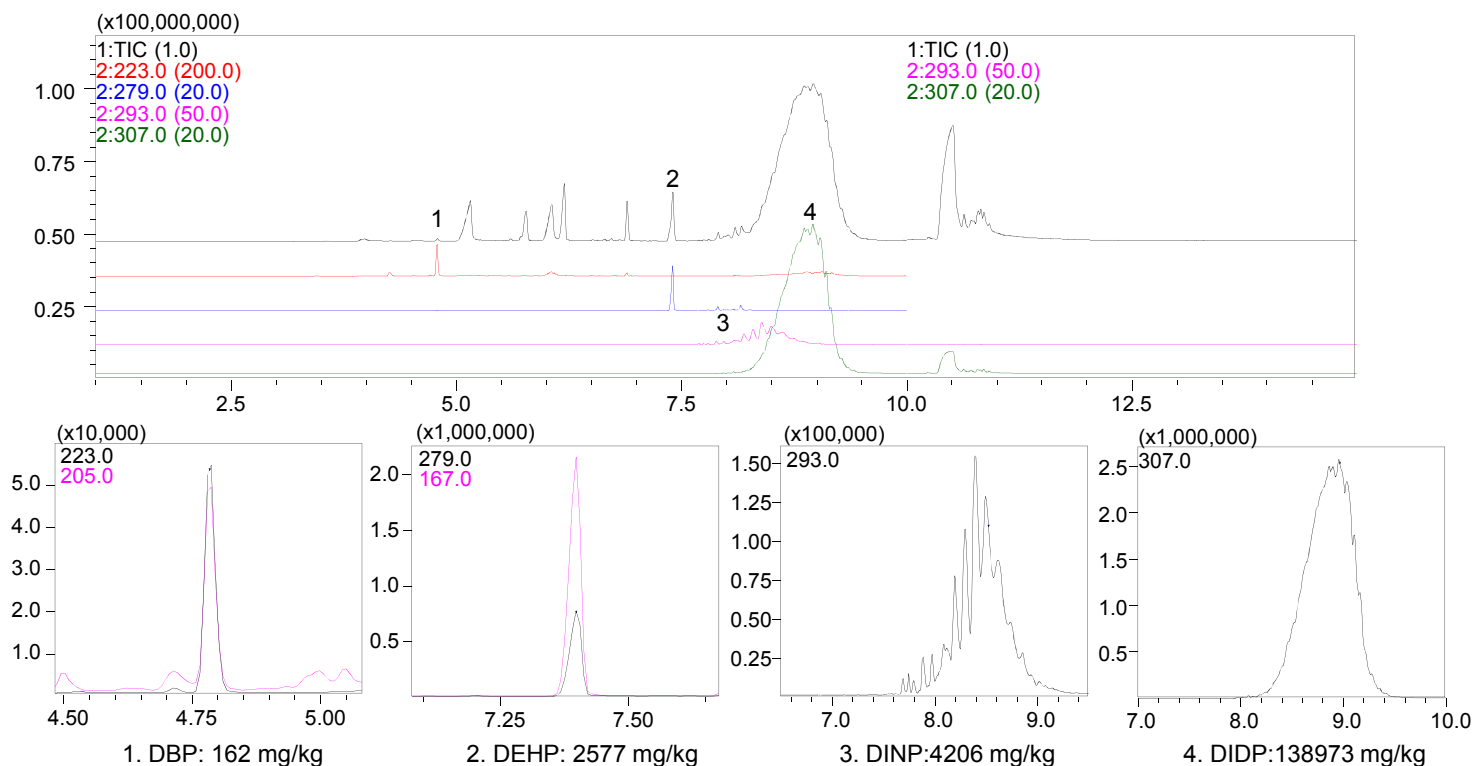


Fig. 2 PVC製ケーブルを測定して検出された化合物のマスクロマトグラム

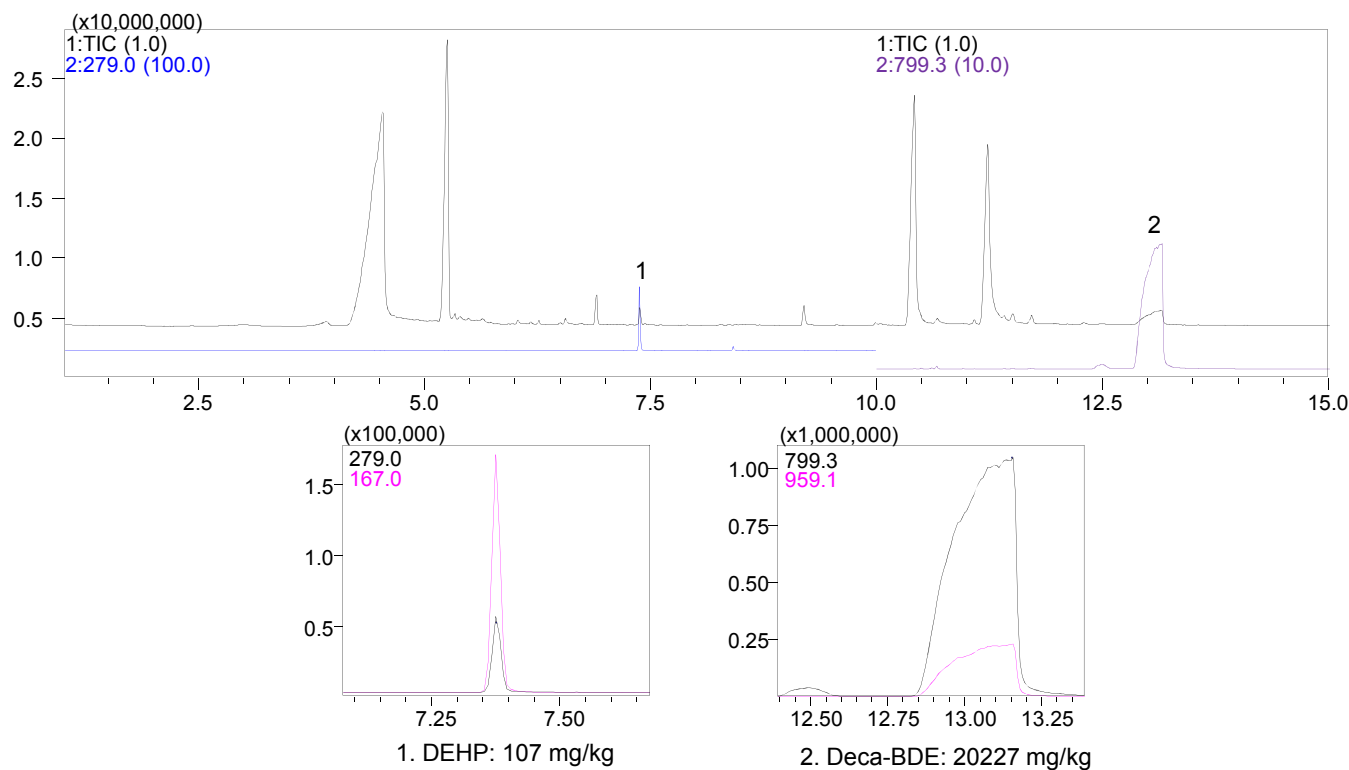


Fig. 3 PBT樹脂を測定して検出された化合物のマスクロマトグラム