

## GC-MS Application Datasheet No.48

## 熱分解-GC-MSを用いた同一分析条件による 臭素系難燃剤とフタル酸エステル類の分析(2) ～フタル酸エステル類の分析例～

近年、RoHS指令対象化合物であるPBBs、PBDEsの他にフタル酸エステル類や規制対象外の臭素化難燃剤(テトラブロモビスフェノールA、ヘキサブロモシクロデカン、ビス(ペンタブロモフェニル)エタンなど)に関する分析の要望が増えつつあります。フタル酸イソブチル(DIBP)、フタル酸-n-ブチル(DBP)、フタル酸ブチルベンジル(BBP)、フタル酸ビス(2-エチルヘキシル)(DEHP)はREACHの認可物質リストに設定されており、RoHS指令(2011/65/EU)でもDBP、BBP、DEHPの3種類のフタル酸エステルについては、将来的に対象化合物に設定される可能性があります。本アプリケーションデータシートではマルチショットパイロライザーEGA/PY-3030DとGCMS-QP2010 Ultraを用いた同一分析条件による臭素系難燃剤とフタル酸エステル類の分析のうち、7種フタル酸エステルの分析結果を紹介します。

### 分析条件

7種のフタル酸エステル標準試料をアセトンで溶解・希釈し、濃度 1, 10, 50, 100 ng/μLの混合標準溶液を作成しました。エコカップLFに5μLの混合標準溶液を添加後、溶媒を乾固して標準試料としました。また、実試料としてケーブル被膜(ポリ塩化ビニル)を0.5mg削り取り、測定を行いました。測定モードはScanとSIMを同時に測定できるFASSTを使用しました。Table 1に分析条件を、Fig. 1にSIM測定プログラムを示します。

Table 1 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]			
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	:Manual(300 °C)		
[GC]	[MS]		
気化室温度	インターフェース温度	:320 °C	
カラムオープン温度	イオン源温度	:230 °C	
注入モード	溶媒溶出時間	:0.5分	
キャリアガス	チューニングモード	:通常	
制御モード	測定モード	:FASST (Scan/SIM同時測定)	
ページ流量	Scan質量範囲	:m/z 50-1000	
スプリット比	Scanイベント時間	:0.15秒	
	Scanスピード	:10,000 u/秒	
	SIMモニタリングm/z	:Fig. 2参照	
	SIM イベント時間	:0.3秒	
	SIM マイクロスキャン幅	:0.5 u	

1分	グループ1 (m/z チャンネル数: 21)	10分	グループ2 (m/z チャンネル数: 11)	16分
	Tetra-BDE (m/z 325.9, 483.7)		Hexa-BDE (m/z 483.7, 641.5)	
	Penta-BDE (m/z 403.8, 563.6)		Hepta-BDE (m/z 563.6, 721.4)	
	Hexa-BDE (m/z 483.7, 641.5)		Octa-BDE (m/z 641.5, 801.3)	
	Hepta-BDE (m/z 563.6, 721.4)		Nona-BDE (m/z 719.4, 721.4)	
	Tetrabromobisphenol A [TBBPA] (m/z 528.7, 543.7)		Deca-BDE (m/z 799.3, 801.3)	
	Hexabromocyclododecane [HBCDD] (m/z 319.1, 560.6)		Deca-BB (m/z 941.3, 943.3)	
	Diisobutyl phthalate [DIBP] (m/z 149.0, 205.1, 223.1)		Bis(pentabromophenyl)ethane (m/z 484.5, 969.2)	
	Di-n-butyl phthalate [DIBP] (m/z 149.0, 205.1, 223.1)			
	Benzylbutyl phthalate [BBP] (m/z 91.0, 149.0, 206.1)			
	Bis(2-ethylhexyl) phthalate [DEHP] (m/z 149.0, 167.0, 279.1)			
	Di-n-octyl phthalate [DOP] (m/z 149.0, 261.1, 279.1)			
	Di-isononyl phthalate [DINP] (m/z 149.0, 167.0, 293.1)			
	Di-isodecyl phthalate [DIDP] (m/z 149.0, 167.0, 307.1)			

Fig. 1 SIM測定プログラム

## 分析結果

Fig. 2に250 ngの7種フタル酸エステルの特異イオンカレントクロマトグラム (TIC)を示します。DOP、DINP、DIDPはTICでは分離できませんが、マスククロマトグラムで分離することができました。Fig. 3に5 ngのDINPのSIMマスククロマトグラム、Table 2に5 - 500 ngの検量線の相関係数を示します。

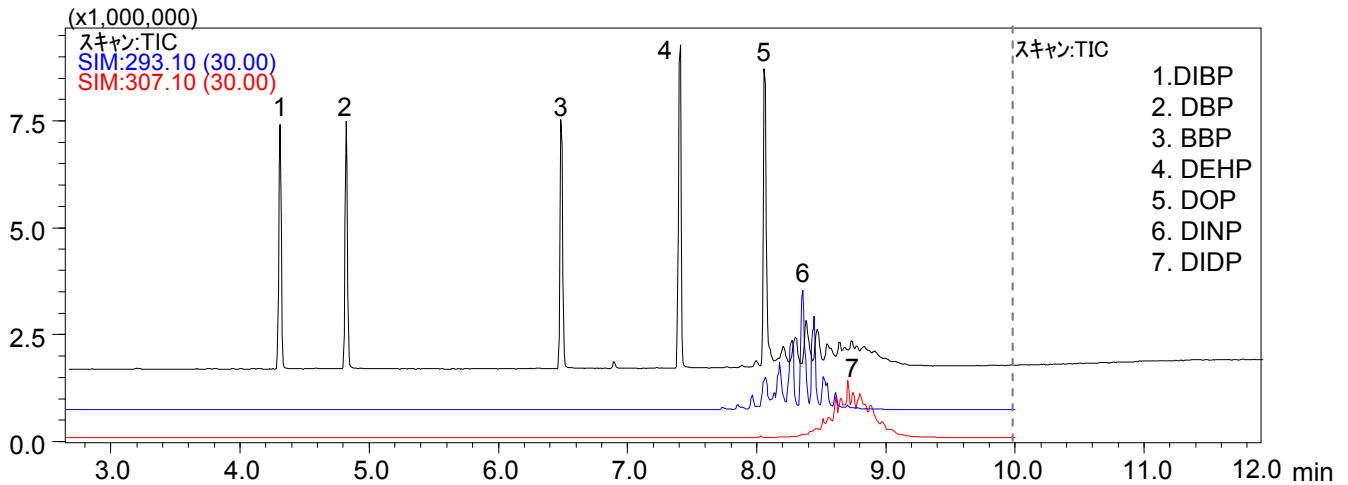


Fig. 2 7種フタル酸エステル(250 ng)の特異イオンカレントクロマトグラムとマスククロマトグラム

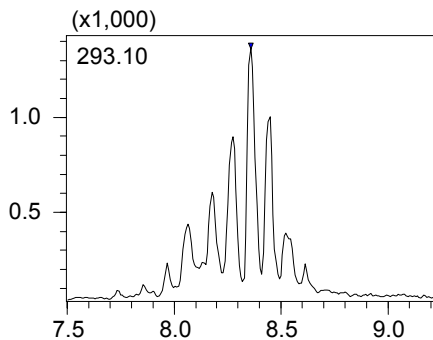


Fig. 3 DINP(5 ng)のSIMマスククロマトグラム

Table 2 7種フタル酸エステル検量線の直線性 (濃度範囲:5-500 ng)

化合物名	相関係数 (R)
DIBP	0.9995
DBP	0.9999
BBP	0.9999
DEHP	0.9999
DOP	0.9999
DINP	0.9999
DIDP	0.9997

Fig. 4にケーブル被膜(ポリ塩化ビニル)を測定したクロマトグラムを示します。SIMクロマトグラムからDEHP、DINP、DIDPの存在が確認できました。また、ScanマススペクトルからピークAはアジピン酸ビス(2-エチルヘキシル)、ピークBはトリメリット酸トリス(2-エチルヘキシル)であることが分かりました。FASST(Scan/SIM同時分析)で測定することにより、SIMデータを用いたフタル酸エステルの定量とScanデータを用いた規制対象外の可塑剤を同定することができます。

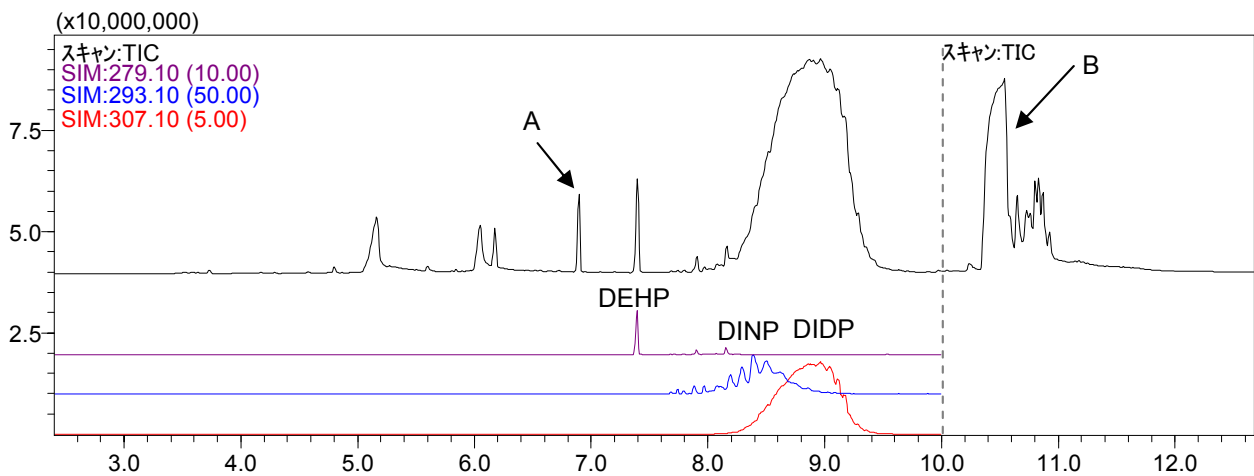


Fig. 4 ケーブル被膜のクロマトグラム

このデータ集は弊社が得た情報および内容のままにご提供するものであり、作成にあたり万全を期していますが、その正確性および特定の目的における有用性について保証するものではありません。弊社は、このデータ集の使用により直接的または間接的に生じたいかなる損害に対しても責任を負えないものであり、その使用により生じた結果および現象については使用者の責任とします。また、このデータ集の内容は将来予告なしに変更することがあります。  
Copyright © 2012 Shimadzu Corporation. All right reserved.