

熱脱着GC/MS法を用いたポリ塩化ビニル中の規制対象フタル酸エステル定量法 その2: 絶対検量線法と標準添加法の検討

【背景】 PYA1-068で決定した熱脱着温度を用いて、試料に多量の可塑剤が含まれる場合のフタル酸エステルの分析における、マトリックス効果を軽減する手法として、絶対検量線法と標準添加法を検討した。

【方法】 熱脱着(TD)-GC/MS測定システムは、Multi-shot pyrolyzer EGA/PY-3030DをGC/MSのスプリット/スプリットレス注入口に直結して構成した。試料(PVC-DINCH)の調整法は、PYA1-068に示したキャスト法で0.2 mgの薄膜として測定に供した。熱脱着温度は100から320°Cとした。定量分析には、6種類のフタル酸エステルを各0.1%含む標準溶液(Ph-Mix)を調整し、同定は、各々に特徴的なイオンと、共通イオン(m/z 149)の保持時間で確認し、定量値は、各イオンのピーク面積で計算した。

【結果】 図1に示すように、DBP、BBP、DEHPについては、各ピーク形状へのDINCHの影響はなく、どちらの定量分析法でも同様な結果が得られた。しかし、DNOP、DINP、DIDPについては、10~12分におけるDINCHの主ピークと保持時間が重なり、DINCHの影響が明確であった。特に、DNOPはPh-Mixのピークと比べ、その保持時間がわずかに遅くなり、ピークの半値幅も半減し、しかも、m/z 149のピーク高さは本来の約40%に減少した。その結果、表2に示すように、絶対検量線法を用いた場合には、DNOP、DINP、DIDPの含有率はDINCHのマトリックス効果により、真値の0.1%から大きくかけ離れた値となった。一方、標準添加法を用いた場合には、これらの含有率は真値0.1%に近い値が得られた。以上の結果から、TD-GC/MS分析を用いたポリ塩化ビニル中の規制対象フタル酸エステルの分析においては、数十%濃度の可塑剤のマトリックスによる影響を考慮して、標準添加法が適していることが明らかになった。

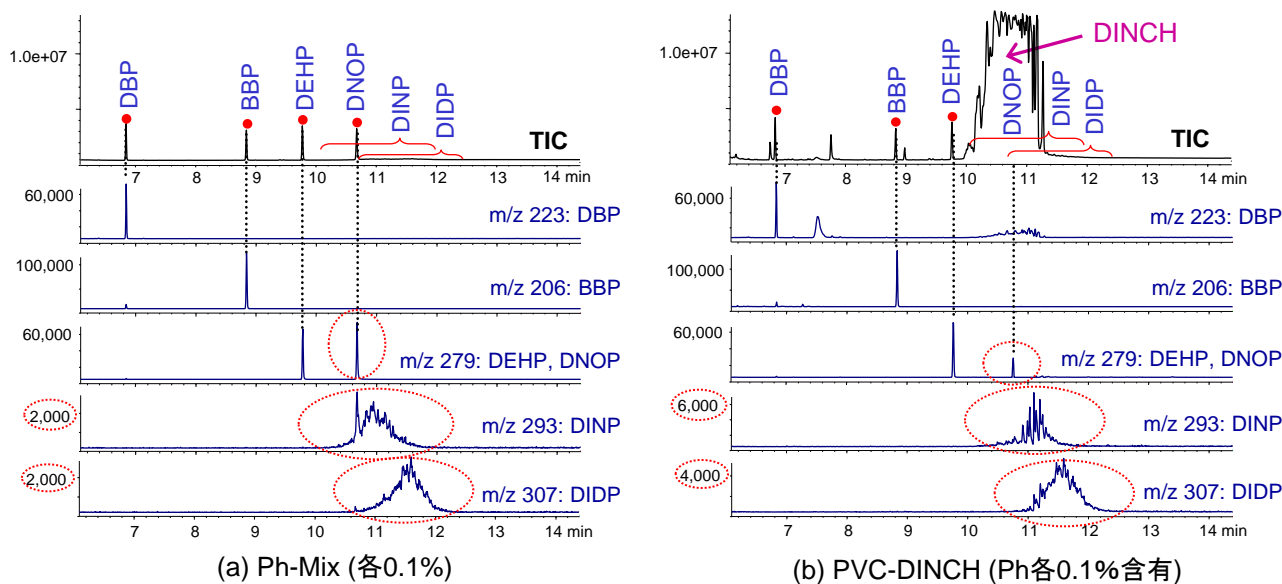


図1. 各試料中のTDクロマトグラムとDINCHの妨害によるフタル酸エステルへの影響 (TD: 100 - 320°C (20°C/min, 5 min保持))

表2. PVC-DINCH中の各フタル酸エステルのピーク面積の再現性と、絶対検量線法と標準添加法を用いた定量結果

フタル酸エステル: 各0.1%		DBP	BBP	DEHP	DNOP	DINP	DIDP
RSD (%) (n=5)		0.79	0.85	0.69	1.59	1.59	0.98
定量値 (%)	絶対検量線法	0.122	0.117	0.121	0.029	0.126	0.193
	標準添加法	0.115	0.093	0.096	0.098	0.103	0.088

Keywords: 規制対象フタル酸エステル, 可塑剤, 絶対検量線法, 標準添加法, 熱脱着, 子供用プラスチック玩具

使用製品: 多機能パイロライザー, オートショット・サンプラー, Vent-free GC/MS アダプター, UA-5

応用分野: 規制対象フタル酸エステル, 可塑剤

関連テクニカルノート: PYA1-063, PYA1-064, PYA1-068

お問い合わせは、FAXまたはウェブサイトの問い合わせフォームをご利用ください。

研究開発・製造 **フロンティア・ラボ株式会社**
Tel: 024-935-5100 Fax: 024-935-5102
http://www.frontier-lab.com/