

熱脱着GC/MS法を用いた規制フタル酸エステル類の分析におけるDOTP及びDNOPの識別

【背景】 熱脱着 (TD-) GC/MS法は、各種ポリマー中に含まれる規制フタル酸エステル類の簡便な分析法として注目されており、公定法としても採用されている (ASTM D 7823-13*)。TD-GC/MS法においては、各フタル酸エステルは保持時間とマススペクトルを用いて同定するが、目的のフタル酸エステルと類似した保持指標とマススペクトルを持つ化合物が存在する時には注意が必要である。その一例が、規制フタル酸エステル類の1つである、フタル酸ジノルマルオクチル (DNOP、CAS: 117-84-0) と規制対象外であるが、DNOPと類似の構造を持つテレフタル酸ビス (2-エチルヘキシル) (DOTP、CAS: 6422-86-2) である。DOTPは図1に示すようにDNOPを定性するために一般的に用いられる m/z: 149 および 279 のイオンを共通に持つ。本報では、この二つの化合物を識別するポイントを解説する。

【方法】 数十%のDINCH®の他に、数百ppmのDNOPとDOTPを含むPVCを約 70 µg試料カップに採取後、ASTM D7823-13法に従って分析した。分析システムはマルチショット・パイロライザー (EGA/PY-3030D) をGC/MSの注入口に直結して使用した。

【結果】 DNOPとDOTPは図1に示す様に、種々のDINCHの構成成分と共に溶出して、TIC上ではこれらのピークを観測することはできないが、干渉の少ないイオンのマスクロマトグラム上には、明確に観測され、ベースライン分離が達成されている。しかし、DNOPの確認のために一般的に用いられる m/z: 149 および 279 のイオンは、図2に示す通りDOTPの特徴的なイオンでもあるため、誤認する可能性がある。そこで、DNOPとDOTPのマススペクトルの間で比較的高質量領域において大きな差がある、m/z: 261のマスクロマトグラムに注目すると、DNOPは殆ど観測されないがDOTPは明確に観測される。

以上の結果からDNOPとDOTPは、保持時間と質量数261 (m/z) のイオンの有無により、識別が可能であることが分かる。

・「熱脱着GC/MS法 (ASTM D7823) を用いたフタル酸エステル分析のノウハウ」

(http://www.frontier-lab.com/techinfo/phthalate/pdf/Phthalate_technical_briefjp.pdf)

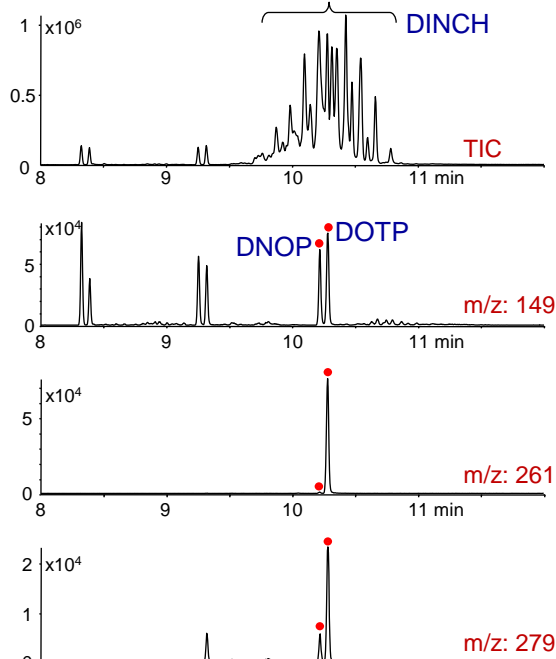


図1 各種の可塑剤を含むPVCのTD-GC/MS法によるクロマトグラム

熱脱着温度: 100-320°C (20°C/min, 5 min保持)
GCオープン: 80-200°C (50°C/min)-320°C (15°C/min, 2 min保持)
分離カラム: Ultra ALLOY+5 (5%ジフェニル95%ジメチルポリシロキサン)
L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.5 µm, スプリット比: 1/100, 試料量: 約70 µg

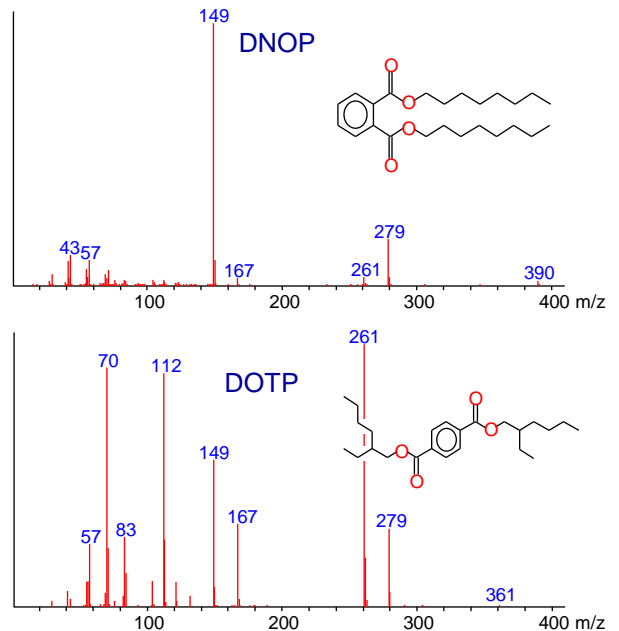


図2 DNOPとDOTPのマススペクトル

Keywords : ASTM, フタル酸エステル, DINCH, DOTP, DNOP

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 : 一般消費者向け製品中のフタル酸エステル分析

関連テクニカルノート : PYA1-063, PYA1-064, PYA1-068, PYA1-069

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/>