

ポリマー薄膜を塗布した試料カップを用いた揮発性フタル酸エステル(DMP)の定量分析 - Part 2 各種ポリマー薄膜による保持効果 -

【背景】 前報のPart 1 (PYA1-075) では、熱脱着 (TD)-GC/MSによる揮発性のフタル酸エステル測定を行う場合、予め試料カップの内壁にPVCポリマー薄膜を形成した後、試料溶液を採取し、分析する方法を報告した。本報では、試料カップの内壁に3種類のポリマー薄膜の形成を行って、フタル酸エステルのTD-GC/MS分析におけるピーク面積の再現性を検討した。

【方法】 前報同様に、ガラス製試料カップ (外径 4 mm, 内径 3 mm, 高さ 8 mm) の内壁に、可塑剤を含まないポリ塩化ビニル (PVC)、ポリスチレン (PS)、またはポリメチルメタクリレート (PMMA) の薄膜を形成した後、空气中200°Cで1時間加熱処理する方法で、膜厚 2.4 μm の薄膜を形成させた試料カップを調製した。その後、15種類のフタル酸エステル各 10 ppm を含む塩化メチレン溶液の 10 μL を試料カップに採取し、室温で200分間静置後にTD-GC/MS測定した。測定にはGCの注入口に、マルチショット・パイロライザー (フロンティア・ラボ: EGA/PY-3030D) を直結したシステムを用いた。

【結果】 3種のポリマーを用いて膜厚 2.4 μm の薄膜を内壁に形成した試料カップを用いて、フタル酸ジメチル (DMP) やフタル酸ジエチル (DEP) などの低沸点フタル酸エステルを含む6種類のフタル酸エステル類の保持効果を、試料採取後200分間静置した後、TD-GC/MS分析した結果をFig. 1に示す。ポリマー薄膜形成試料カップを使用した場合、各フタル酸エステルはほぼ定量的に保持されていることが分かる。また、各フタル酸エステルのピーク面積の再現性は、3種全てのポリマー薄膜形成試料カップにおいて、相対標準偏差約2%以下 ($n=5$) と優れた再現性が得られた。これら3種のポリマー薄膜の熱分解生成物によるフタル酸エステル分析への妨害は、Fig. 1から分かる様に、ほとんどないことが示される。

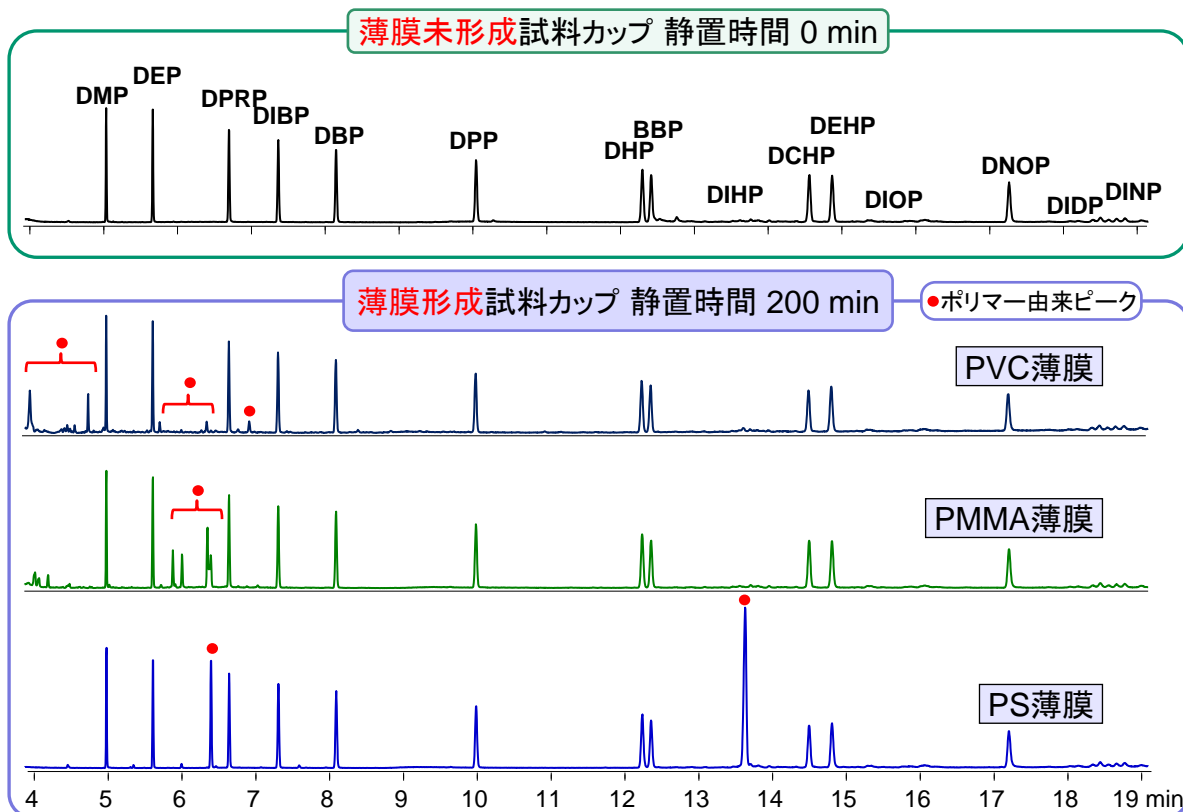


Fig. 1 薄膜未形成試料カップ (放置時間: 0 min) と3種のポリマー薄膜形成試料カップ (膜厚: 2.4 μm 、放置時間: 200 min) を使用した時の妨害ピークの比較

Ref.: 渡辺巻ほか, 高分子分析討論会, 2013 および 渡辺巻ほか, 分析化学会, 2013

Keywords: フタル酸エステル定量法, 熱脱着, TD-GC/MS, ポリマー薄膜形成試料カップ, PVC, PS, PMMA

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: 一般高分子分析, 玩具中添加剤分析

関連テクニカルノート: PYA1-063, PYA1-064, PYA1-068, PYA1-069, PYA1-074, PYA1-075

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/>