

フタル酸エステル類の熱脱着(TD)-GC/MS分析における 各種試料カップの不活性さの重要性

【背景】 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分析の公定法(ASTM D 7823-13, IEC 62321-8)として採用されている。通常使用する処理済試料カップ(ECO-L: 高さ8 mm、外径4.2 mm、内径4.0 mm)はステンレス製で、表面の金属活性点を除去するために、最表面は石英膜の不活性化処理が施されている。本報では、表面処理の異なる4種類の試料カップ(処理カップ(ECO-L)、未処理ECO-L、未処理ECO-Lに α -アルミナ粉を加えたカップ、ガラス(G-)カップを用いて、試料カップ表面性状と試料の加熱接触分解の関連について検討した。試料にはフタル酸ジ(2-エチルヘキシル)(DEHP)とフタル酸ジオクチル(DOP)を用いた。

【方法】 マルチショット・パイロライザー(EGA/PY-3030D)をGC注入口に直結したシステムを用いた。試料はDEHP(140 ppm)とDOP(98 ppm)のエタノール溶液の10 μ Lを各カップに採取し、溶媒を乾燥後、測定した。また、未処理カップに入れた試料を乾燥後、 α -アルミナ粉(住友化学、A-21, 50 μ m)を約0.1 mg添加した場合についても測定した。

【結果】 Fig. 1に各カップで測定したフタル酸エステル類のクロマトグラムを示す。これらのエステル類は、わずかではあるが加熱接触熱分解によりアルコールと酸に解離する。Table 1に、各カップにおけるフタル酸エステルのピークとその分解ピーク面積比(%)を示した。これらの結果からカップの性状の影響について、処理ECO-Lを用いた時のDEHPとDOPの接触熱分解率は0.48、0.75%と最小であり、次いでG-カップ、未処理ECO-L、 α -アルミナ粉添加の順であった。また、処理ECO-Lのピーク面積と比較して、 α -アルミナ粉の添加により、DEHPは6%、DOPは23%も減少し、接触分解していることが分かる。以上のことから、試料と接触するカップ表面性状は、分析値に大きな影響を与えるために、カップ表面の不活性化処理は必要であることが分かった。

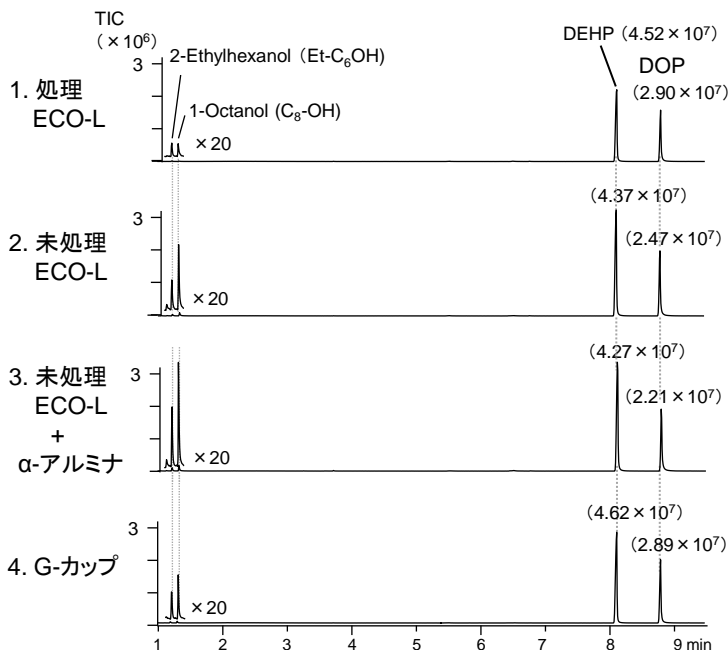


Fig. 1 異なる表面処理の試料カップを用いたクロマトグラム

熱脱着温度: 200°C - 340°C (100 °C/min, 2 min 保持), スプリット比: 1/50,
GCオープン温度: 80°C - 300°C (20 °C/min), カラム流量: 1 mL/min, 試料量: 約1.0 μ g,
分離カラム: UA-PBDE (ジメチルポリシロキサン), L=15 m, i.d.=0.25 mm, df=0.05 μ m,
熱脱着成分をマイクロジェット・クライオトラップにより冷却捕集,
上記①内はピーク面積を示す。

Table 1 各種試料カップにおけるフタル酸エステルの接触熱分解率

	ピーク面積比(%)	
	Et-C ₆ OH/DEHP	C ₈ OH/DOP
1. 処理ECO-L	0.48	0.75
2. 未処理ECO-L	1.00	3.78
3. α -アルミナ添加	1.78	6.01
4. G-カップ	1.06	1.62

Keywords: フタル酸エステル類, 熱脱着-GC/MS, エコカップ, 活性点, 不活性化処理

使用製品: 多機能パイロライザー, マイクロジェット・クライオトラップ, UA-PBDE, エコカップLF, エコカップG

応用分野: 添加剤分析, 電気・電子工業, 環境分析, 高分子分析全般

関連テクニカルノート: [PYA1-074](#), [PYA1-075](#), [PYA1-076](#), [PYA1-082](#)

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/>