

未処理ステンレス製試料カップを用いた IEC公定法に基づくフタル酸エステル類の分析

【背景】 熱脱着(TD)-GC/MS法は樹脂中のフタル酸エステル類の分析法としてIEC公定法(IEC 62321-8)に採用されている。試料カップはステンレス製で金属活性点の影響を抑制するために石英薄膜による不活性化処理を施しており、高価ではあるが繰り返し使用が可能である。しかし分析現場では、より安価なカップが求められている。この要望に対し、不活性化処理を行わない安価で使い捨ての未処理カップが考えられるが、未処理のため金属による接触熱分解の懸念がある。そこで本報では、不活性化処理カップと未処理カップ(洗浄済み)を用いてPVC認証標準物質の分析を行い、再現性や回収率を比較して、未処理カップがIEC公定法によるフタル酸エステル類の分析に適合できるかどうかを検討した。

【方法】 検討に用いた各試料カップを図1に示す。試料には産総研のPVC認証標準物質(NMIJ CRM 8152-a;フタル酸エステル類8種・アジピン酸エステル1種を各900 ppm程度含有)を用いた。分析にはマルチショット・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。試料を凍結粉砕により粉末化し、各試料カップに採取してIEC公定法のメソッドに準拠して分析した。

【結果】 各試料カップを用いて得られたTDクロマトグラムを図2に示す。保持時間2分から8分の範囲に認証標準物質に含まれる各化合物が検出され、両カップでほぼ同等のクロマトグラムが得られた。表1に各化合物に特徴的なイオンのマスクロマトグラムから算出したピーク面積値再現性(n=4)および未処理カップ使用時の回収率(不活性化処理カップ基準)を示す。再現性は、いずれのカップでも全ての化合物でRSD値は4%以下と良好であった。また、回収率については、各化合物において不活性化処理と未処理カップを用いて得られたピーク面積比を計算したところ、全ての化合物で94~101%であった。以上より、IEC公定法に基づくフタル酸エステル類の分析において、未処理カップでも不活性化処理カップとほぼ同等のデータが得られ、未処理カップも分析に使用可能であることがわかった。

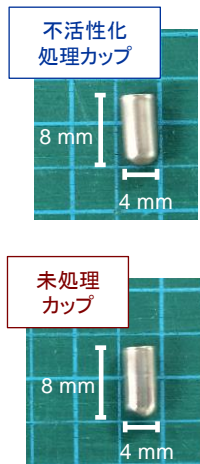


図1 各試料カップの写真

表1 各カップにおけるピーク面積値の再現性および回収率

	m/z	RSD [%] (n=4)		回収率 [%]
		不活性化処理カップ	未処理カップ	
DMP	163	0.72	2.54	98.3
DEP	149	1.29	0.86	100.9
DIBP	149	0.79	1.05	101.1
DBP	149	1.25	0.8	94.3
BBP	149	2.87	0.97	98.9
DEHA	129	0.97	0.94	100.1
DCHP	149	2.1	3.63	97.7
DEHP	149	1.62	1.16	101.3
DNOP	149	1.22	2.67	100.7

・それぞれの回収率は、「不活性化処理カップにおけるピーク面積値=100」として計算
 ・DMPとDEPは揮発性が高いため、参考データとして掲載

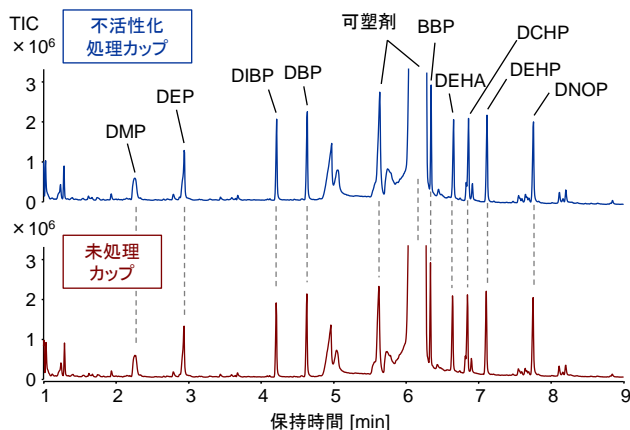


図2 各試料カップで得られたTDクロマトグラム

熱分解炉温度: 200 - 300 (20 °C/min) - 340°C (5 °C/min), 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 μm), カラム流量: 1 mL/min(He), スプリット比: 1/50, GCオープン: 80 - 300°C (20 °C/min), 試料量: 約0.5 mg

参考: 塩野ら, 第1回熱分析討論会(2018), P010

Keywords : IEC 62321-8, RoHS規制, フタル酸エステル, PVC, 熱脱着, 未処理カップ

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, ベントフリーGC/MSアダプター, UA-PBDE, エコカップLF, RoHSカップLN

応用分野 : 高分子分析全般

関連テクニカルノート :

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/>