

# 高速フタル酸エステル分析システムの開発

## Part 2. UA-PBDE (GU)を用いたフタル酸エステル類の高速分析

**【背景と目的】** 電気電子機器中のフタル酸エステルの定量分析法として、国際電気標準会議において熱脱着 (TD)-GC/MSを用いる選択イオンモニタリング (SIM) 分析法が定められている (IEC62321-8)<sup>1)</sup>。フタル酸エステル分析の高速化のため、長さ3 mの分離カラムの先端にガードカラムを接続した一体型カラムUA-PBDE (GU)を開発し、その耐久性と定量分析の再現性を先に報告した<sup>2,3)</sup>。本報では、UA-PBDE (GU)を用いたTD-GC/MS分析により、フタル酸エステルを含有する試料の一検体当たり10分以内の高速分析を検討した。

**【方法】** 分析には、マルチショット・パイロライザー (EGA/PY-3030D: フロンティア・ラボ社製) をGC注入口に直結したGC/MSを用いた。さらに自動分析のため、オートショット・サンプラー (AS-1020E: 同社製) を取り付けた。分離カラムにはUA-PBDE (GU)を使用したが、カラムが短いことからカラム入口が陰圧になることを避けるため、抵抗管の役割をするベントフリーGC/MSアダプターを使用した。試料のTD温度を150°C - 320°C (200 °C/分, 0.5分保持)、GCオープン温度を80°C - 280°C (50 °C/分, 1分保持) として、熱脱着とGCオープンの冷却を含めて1検体あたり計9.5分の分析条件とした。

**【結果】** 図1に14成分のフタル酸エステル類各1000 ppm含有PVC試料のTICクロマトグラムと抽出イオンクロマトグラム (EIC)を示す。フタル酸エステル類は全て5分以内に分離溶出した。また、各フタル酸エステルに特徴的な質量数のEICにより、各成分を明瞭に分離できることを確認した。オートショット・サンプラーを用いた多検体試料分析では、各検体当たり9.5分で再現性良く連続分析できた。以上より、ガードカラム付き分離カラムUA-PBDE (GU)を用いた自動試料導入分析システムにより、1検体あたり約10分以内でフタル酸エステル類を高速分析できた。

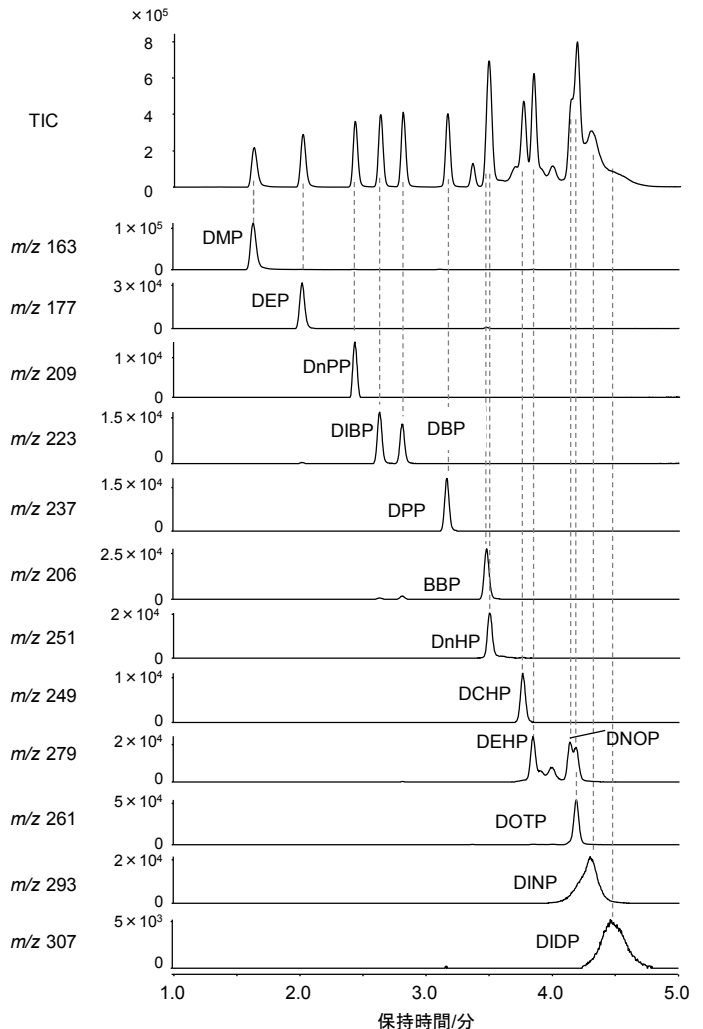


図1 フタル酸エステル類各1000 ppm含有PVC試料のクロマトグラムとEIC

フタル酸ジメチル (DMP)、フタル酸ジエチル (DEP)、フタル酸ジイソブチル (DIBP)、フタル酸ジブチル (DBP)、フタル酸ベンジル (BBP)、フタル酸ジシクロヘキシル (DCHP) フタル酸ジ-2-エチルヘキシル (DEHP)、フタル酸ジ-n-オクチル (DNOP)、テレフタル酸ジ-2-エチルヘキシル (DOTP)、フタル酸ジイソノニル (DINP)、フタル酸ジイソデシル (DIDP)

TD温度: 150°C - 320°C (200 °C/分, 0.5分保持)、GCオープン: 80°C - 280°C (50 °C/分, 1分保持)、スプリット比: 1/50、カラム流量: 1.5 mL/分、MSスキャン範囲: m/z 50 - 350、試料量: 約0.5 mg

1) IEC62321-8, Determination of certain substance in electrotechnical products-Part8: Phthalates in polymers by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS), gas chromatography-mass spectrometry using a pyrolyzer/thermal desorption accessory (Py/TD-GC-MS)

2) 塩野ら, 第23回高分子分析討論会 (2018), II-10

3) テクニカルノート UAT-007

**Keywords :** UA-PBDE (GU)カラム, フタル酸エステル, 熱脱着 (TD)-GC/MS, 高速分析, 品質管理

**使用製品 :** マルチショット・パイロライザー, UA-PBDE (GU), ベントフリーGC/MSアダプター, オートショット・サンプラー

**応用分野 :** 高分子分析, 不良品解析, 品質管理

**関連テクニカルノート :** [PYA1-092](#), [PYA1-094](#), [UAT-007](#)

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/>