

高速フタル酸エステル分析システムの開発

Part 1 ガードカラム付きUltra ALLOY分離カラム; UA-PBDE (GU) の開発

【背景と目的】 フタル酸エステルはポリ塩化ビニル(PVC)樹脂等の可塑剤として広く使用されている。しかし、人体への悪影響が懸念されている7種のフタル酸エステル類は、国際電気標準会議において電気電子機器中の含有量が1000 ppm以下であることが制定されている(IEC62321-8)¹⁾。その分析法として採用されている熱脱着(TD)-GC/MSでは、1検体の分析に約30分を要し、更なる分析の迅速化が望まれる。また、オートショット・サンプラーを用いるPVCなどの塩素系ポリマー試料の数百検体/月のような多試料連続分析では、250°C以上の加熱により生ずる高温の塩化水素により分離カラムが次第に劣化するため、その対策が望まれる。そこで本報では、長さ3 mの金属キャピラリーカラムの先端にガードカラムを接続したカラムを新たに開発し、その耐久性と定量分析の再現性について検討した²⁾。分析システム全体の迅速化についてはテクニカルノートPYA1-097で報告する。

【方法】 熱脱着成分の分離には、Ultra ALLOY金属キャピラリーカラム(UA-PBDE(GU)、固定相:ジメチルポリシロキサン、長さ3 m、内径0.25 mm、膜厚0.05 μm、フロンティア・ラボ社製)を用いた。この分離カラムの入口側に、劣化対策としてガードカラム(長さ1 m、内径0.53 mm、内面不活性化Ultra ALLOYチューブ)を銀ロウ付けした。また、分離カラムが通常より短いことでカラム入口が陰圧になることを避けるため、ベントフリーGC/MSアダプター(同社製)を抵抗管も兼ねて使用した。分離カラムの劣化試験では、7種のフタル酸エステル類をそれぞれ1000 ppm混入した微粉末PVC約0.5 mgを用いて、TD-GC/MSで500回の連続分析を行った。

【結果】 図1にガードカラム付きUA-PBDE(GU)カラムを用いてフタル酸エステル含有PVC試料を連続分析した際のTICクロマトグラムを示す。この図に示すようにTD-GC/MS分析を数分以内に行うことができ、且つ500検体という多試料分析においてもクロマトグラム形状に変化はなく、このカラムが高い耐久性を持つことがわかった。図2に示すように、選択イオンモニタリング(*m/z* 279)によるDEHPの検量線と各濃度の分析値の再現性ともに良好な結果が得られた。他のフタル酸エステルでも、DEHPと同様に良好な直線性を示し、分析値の再現性においても5%以下と良好であった。以上の結果により、ガードカラム付きUA-PBDE(GU)カラムは耐久性に優れた実用的なカラムであることがわかった。

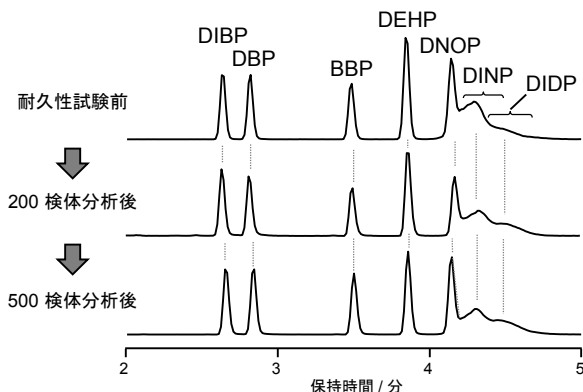


図1 ガードカラム付きPBDE (GU)カラムを用いたフタル酸エステル類各1000 ppm含有PVC試料0.5 mgの連続多検体分析におけるクロマトグラム

フタル酸ジイソブチル(DIBP)、フタル酸ジブチル(DBP)、フタル酸ブチルベンジル(BBP)、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)、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), スプリット比: 1/50, GCオープン: 80°C - 280°C (50 °C/分, 1 分保持), カラム流量: 1.5 mL/分, MSスキャン範囲: *m/z* 50 - 350

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

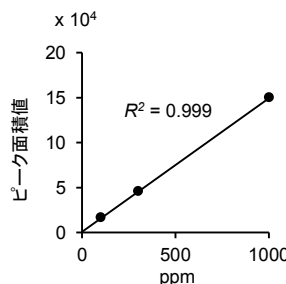


図2 DEHPの100 - 1000 ppmにおける検量線とその再現性

Keywords : ガードカラム, 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](#), [PYA1-097](#)

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/>