

## 溶媒抽出-GC-MS法によるフタル酸エステル類分析

関連製品: 質量分析計(MS)

### 概要

樹脂の可塑剤として使用されるフタル酸エステル類は、内分泌攪乱物質としての人体への影響が懸念されていることから、その使用については様々な規制により制限されている。2019年7月22日に施行される改正RoHS指令(RoHS 2.0)では4物質(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)が対象となっており、測定法としてはIEC-62321-8により精密分析として溶媒抽出-GC-MS法が、スクリーニング測定としてPy-/TDGC-MS法が規定されている。今回はJMS-Q1500GCを用い、溶媒抽出-GC-MS法について検討を行ったので結果を報告する。

### 実験

サンプルにはフタル酸フリーのPVC樹脂片を用いた。まず樹脂片を308mg秤量し、テトラヒドロフラン10mLに浸して60分間超音波抽出した。その後アセトニトリル20mLを加えて30分静置により樹脂分を分離して抽出液を採取した。さらにこの抽出液にフタル酸エステル類4物質およびサロゲート物質DEHP-d4が濃度0.5ppm(=mg/L)(樹脂中濃度では50ppmに相当)、内部標準物質Anthracene-d10が1ppm(樹脂中濃度では100ppmに相当)となるように添加した。検量線は濃度0、0.5、1、2.5、5、10 ppm(樹脂中濃度ではおよそ0、50、100、250、500、1000ppmに相当)で作成し、上記0.5ppm添加PVC抽出液の定量値を算出した。GC/MSの測定条件の詳細をTable1に示す。

Table 1. GC/MS measurement conditions

GC		MS: JMS-Q1500GC	
Injection volume	1μL	Ion source temp.	250°C
Column	ZB-1HT 15m length, 0.25mmi.d. 0.1μm film thickness (Phenomenex Inc)	Interface temp.	300°C
Gas flow	He 1.5mL/min, constant flow	Ionization	EI, 70eV
Injection mode	Split 1/10	Measurement mode Scan $m/z$ 50~600 with SIM DIBP: $m/z$ 149,205,223 DBP: $m/z$ 149,205,223 BBP: $m/z$ 91,149,206 DEHP: $m/z$ 149,149,167 DEHP-d4: $m/z$ 153,171 Anthracene-d10: $m/z$ 94,160,188 ※Under line : Quantitative ion	
Inlet Temp.	300°C		
Oven temp.	80°C→20°C/min→300°C(1min)		

### 結果

0.5ppm添加PVC抽出液の抽出イオンクロマトグラムを以下に示す。S/N(rms)は最も低いDBPでも400以上と良好であった。

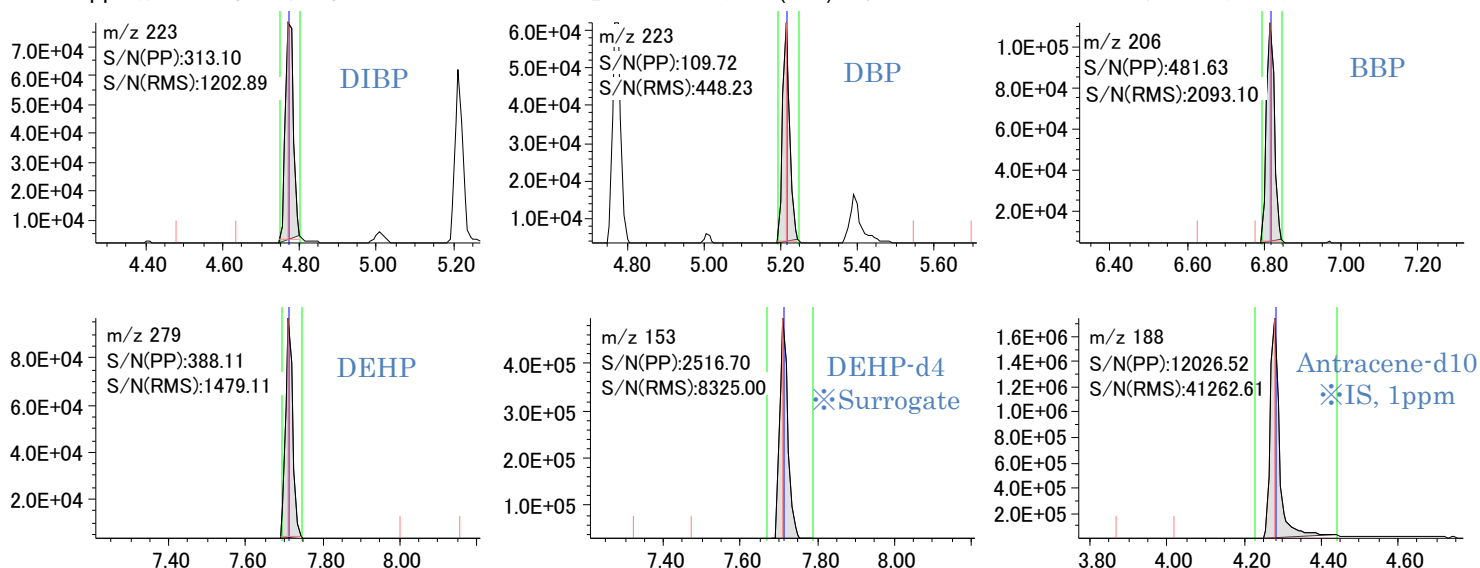


Figure1. Chromatograms of 0.5ppm Phthalates in PVC extract

濃度0、0.5、1、2.5、5、10 ppmで作成した検量線を以下に示す。各物質とも良好な直線性が得られた。

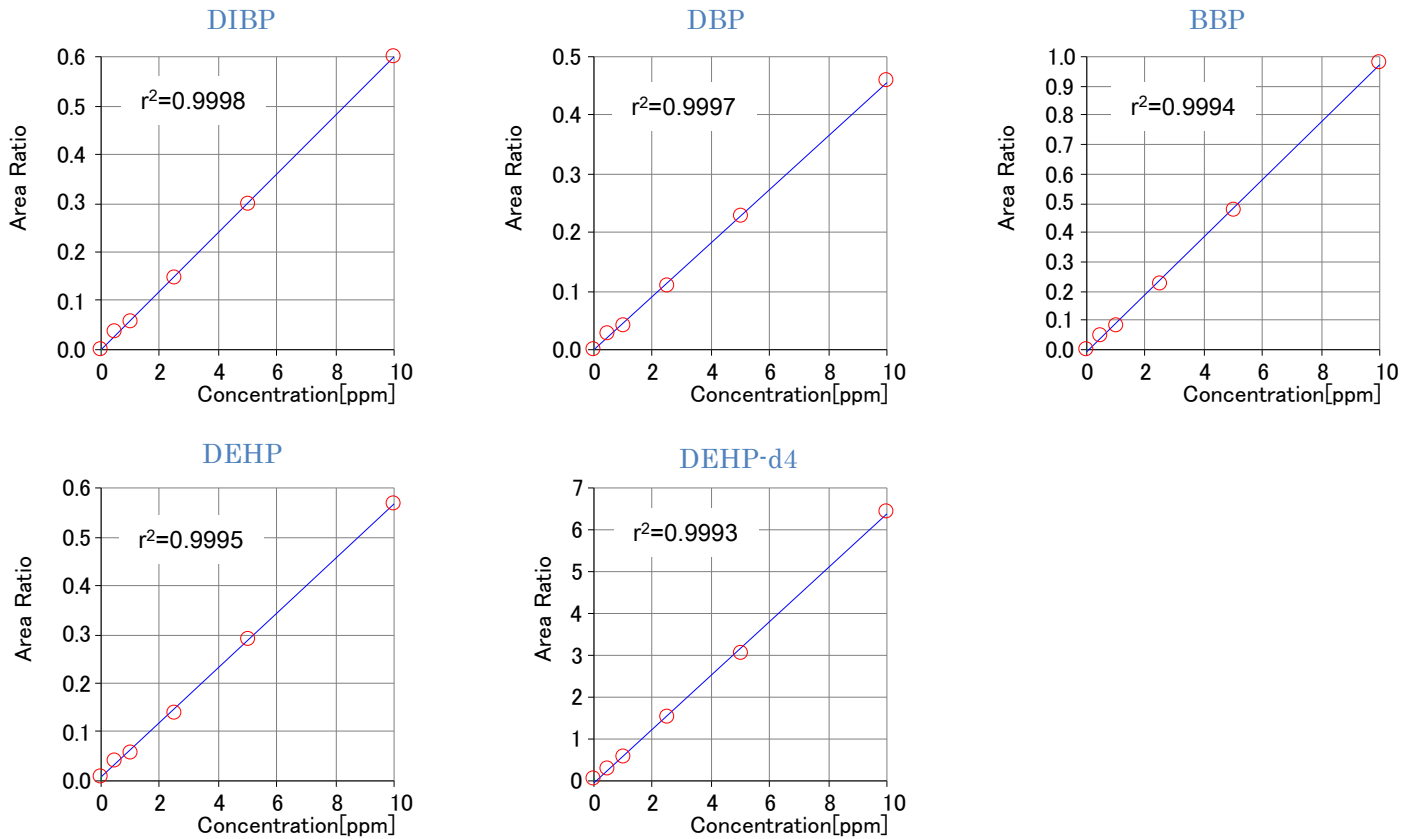


Figure2. Calibration curve

0.5ppm添加PVC抽出液のn=5回繰り返し測定における定量値をTable2に示す。各物質とも良好な再現性が得られた。  
※1つの抽出液を複数回インジェクションした結果であり、溶媒抽出を5回繰り返したものではない。

Table 2. Repetition of quantitative value (ppm)

	1	2	3	4	5	Average	Standard deviation	CV%
DIBP	0.52	0.52	0.54	0.52	0.52	0.52	0.009	1.7%
DBP	0.52	0.52	0.53	0.51	0.52	0.52	0.008	1.5%
BBP	0.52	0.51	0.52	0.52	0.52	0.52	0.004	0.7%
DEHP	0.49	0.49	0.50	0.49	0.49	0.49	0.003	0.7%
DEHP-d4	0.47	0.47	0.48	0.47	0.47	0.47	0.003	0.6%

Copyright © 2019 JEOL Ltd.

このカタログに掲載した商品は、外国為替及び外国貿易法の安全輸管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出するとき、または日本国外に持ち出すときは当社までお問い合わせ下さい。