

PY-GC/MS法によるフタル酸エステル類の迅速分析

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日に施行された改正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-GC/MS法がIEC-62321-8により規定されている。今回はJMS-Q1500GCを用いたPY-GC/MS法で、PYとGC ovenの温度条件を変更し迅速分析を試みた。その結果、1測定当たりのサイクルタイム14.75分を実現したので報告する。



Figure1. Cycle time details

実験

測定試料は、フタル酸エステル類分析用認証標準物質PVC(産業技術総合研究所 NMIJ CRM 8152-a, 約0.1%)を用いた。この試料0.50mgをPY-GC/MSで測定し、フタル酸エステル類4物質のピーク分離および5回連続測定における面積値の繰り返し精度を確認した。Table1にPY-GC/MSの測定条件を示す。

Table 1. PY-GC/MS measurement conditions

PY		MS : JMS-Q1500GC	
Sample weight	0.50mg	Ion source temp.	250°C
Furnace Temp.	150°C→200°C/min→320°C(0.5min)	Interface temp.	300°C
GC		Ionization	EI, 70eV
Column	ZB-1HT 15m length, 0.25mm i.d. 0.1µm film thickness (Phenomenex Inc.)	Measurement mode	Scan m/z 50 ~ 600 with SIM DIBP: m/z 149, 205, <u>223</u> DBP: m/z 149, 205, <u>223</u> BBP: m/z 91, 149, <u>206</u> DEHP: m/z 149, 167, <u>279</u>
Gas flow	He 1.0mL/min, constant flow		※Under line : Quantitative ion
Injection mode	Split 1/50		
Inlet Temp.	300°C		
Oven temp.	80°C→50°C/min→200°C →25°C/min→350°C		

測定結果

TICクロマトグラムをFigure2に示す。フタル酸エステル類4物質は、問題なく分離できた。

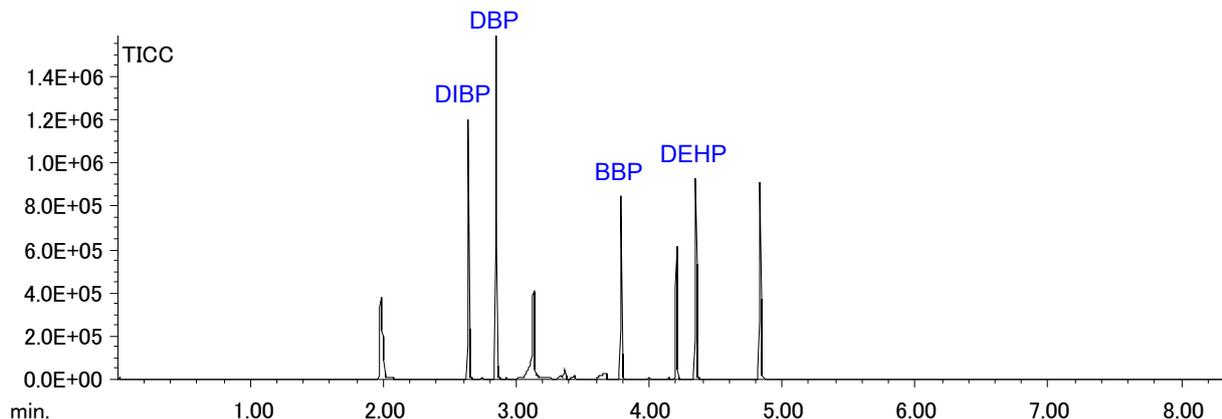


Figure2. TIC Chromatogram

次に、フタル酸エステル類4物質の定量イオンにおける抽出イオンクロマトグラム(EIC)をFigure3に示す。良好な検出感度が得られた。

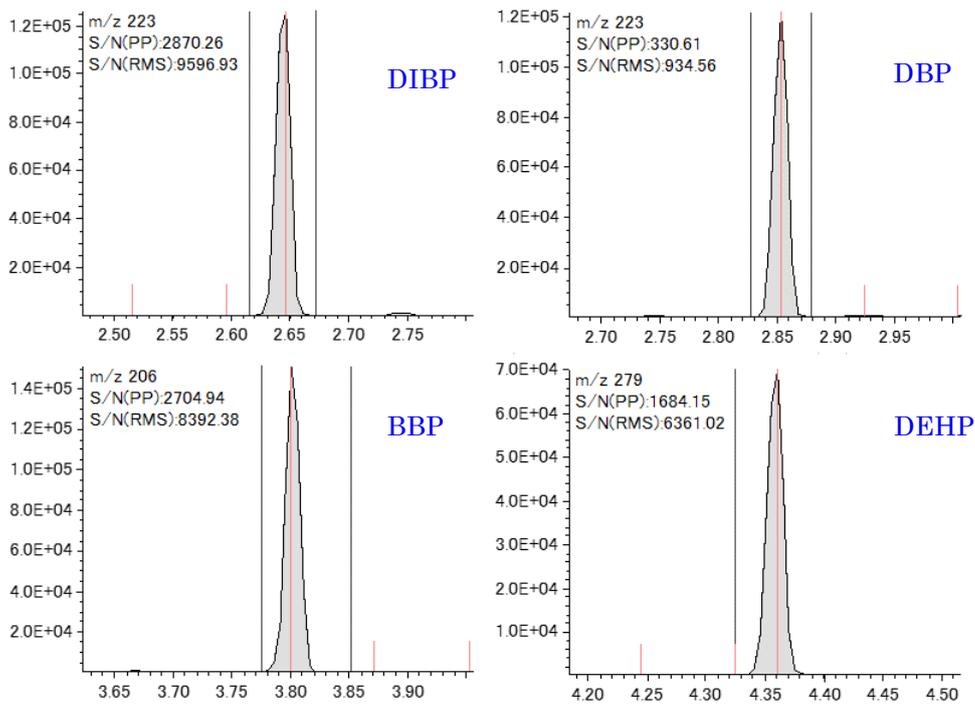


Figure3. Extracted Ion Chromatograms of phthalates in PVC

最後に、連続試行回数n=5における各測定試料の面積値をTable2に示す。各物質とも変動係数10%以下と良好な結果が得られた。

Table 2. Repeatability of area value

	#1	#2	#3	#4	#5	Average	Standard deviation	CV%
DIBP	178051	168249	158209	157911	167761	166036	8359	5.0%
DBP	166170	150082	152769	142665	148792	152096	8695	5.7%
BBP	210573	212346	205639	205776	243147	215496	15735	7.3%
DEHP	110307	108873	97884	93277	102132	102495	7212	7.0%

結論

PY-GC/MS法で改正RoHS指令の規制対象となっている4種類のフタル酸エステル類の迅速分析を試みた結果、良好な検出感度と繰り返し精度に基づいたサイクルタイム14.75分のデータを得ることができた。

