

加熱脱着装置  
JTD-505Ⅲ

## 加熱脱着-GC/MS分析法による フタル酸エステル類の分析

**Keyword:**

加熱脱着装置、高分子添加剤、フタル酸エステル類

### 緒言

RoHS指令による「4種のフタル酸エステル類」の定量分析方法について、IEC62321-8 で半定量法（熱抽出法）、定量法（溶媒抽出法）が記載されている。一般的には正確な定量分析を行うには、溶媒抽出法が優れているが、抽出作業だけでも数時間を要する。

半定量法については、熱分解装置を用いた熱抽出法で 200 °C ~ 340 °C まで試料を昇温加熱するためポリマーの熱分解生成物の一部が GC/MS 内に残留し、分析精度を悪くしている原因となっている。

当社では、この問題を解決する目的で、加熱脱着-GC/MS分析法でポリマー中のフタル酸エステル類の分析実験を行い、精度よく定量できることが分かったので報告する。

### 実験

試料として、市販のフタル酸エステル類含有の PE、PVC、PP を用いた。試料量は 0.5 mg とした。加熱脱着装置 JTD-505Ⅲ と GC/MS の主な設定は下記の通りとした。

JTD-505Ⅲの主な設定		GC/MSの主な設定	
試料加熱温度	280 °C	キャピラリーカラム	DB-1, 15 m×0.25 mm, 0.1 μm
試料加熱時間	15 分	オープン温度	80 °C (1 min) > 20 °C/min > 320 °C (2 min)
試料トラップ温度	-60 °C	インターフェース温度	320 °C

以上の設定により、1 分析の所要時間は合計 30 分（熱抽出：15 分、GC/MS 分析：15 分）となる。

### 結果

#### 1. PE (ポリエチレン) 標準試料の分析

試料：PE (DIBP, DBP, BBP, DEHP, DOP, DINP, DIDP 各 1,000 ppm 含有)

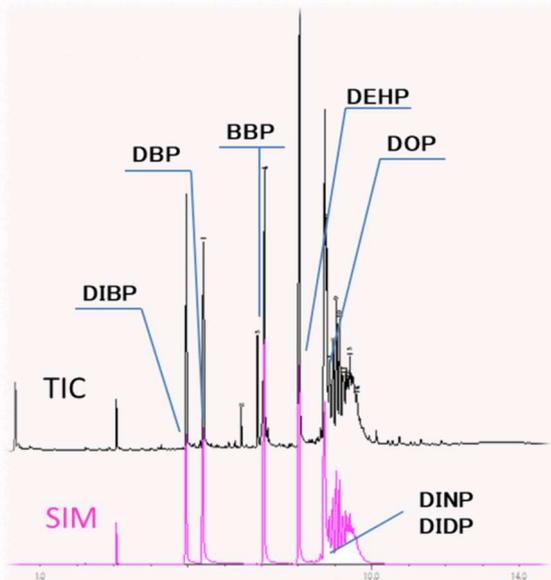


Fig. 1 の TIC の発生ガスクロマトグラムからは、PE 由来の低分子化合物が一部観察されているが、フタル酸エステル類ピークが大多数であることから、PE は熱分解を起こしていないことが分かる。Fig. 1 の SIM は、フタル酸エステル類 各 1,000 ppm と同じく各 100 ppm 含有の試料を n = 3 で繰り返し再現性 (CV値) を求めたところ、いずれも 5 % 未満であった。

Fig. 1 PE試料から得られた発生ガスクロマトグラム

## 2. PVC (ポリ塩化ビニル) 標準試料の分析

試料 : PVC (DIBP, DBP, BBP, DEHP, DOP 各 1,000 ppm 含有)

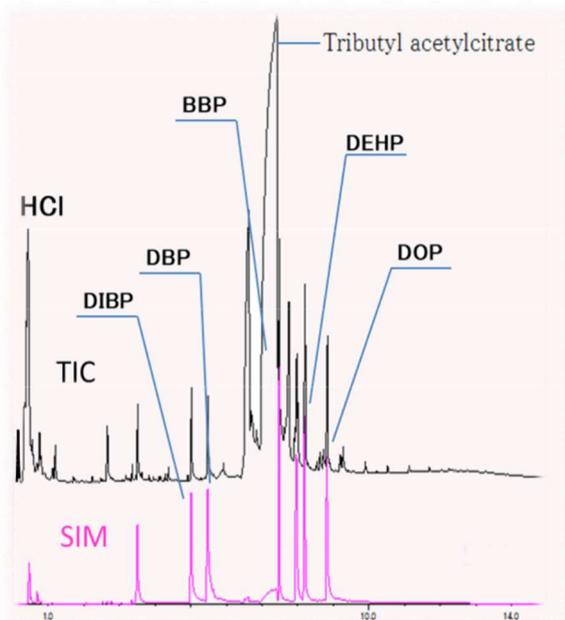


Fig. 2 PVC 試料から得られた発生ガスクロマトグラム

Fig. 2 の TIC の発生ガスクロマトグラムからは、PVC が熱分解され塩酸や芳香族化合物が観察されている。

Fig. 2 の SIM からフタル酸エステル類のピークが検出され、それらのピークの繰り返し再現性 (CV 値) を  $n=3$  で求めたところ、DIBP(4.9%), DBP(6.5%), BBP(12.6%), DEHP(4.9%) 及び DOP(3.9%) であった。

BBP の CV 値が高くなっているのは、Tributyl acetylacrylate ピークと重なったためと思われる。

## 3. PP (ポリプロピレン) 標準試料の分析

試料 : PP (DBP, BBP, DEHP 各 1,000 ppm 含有)

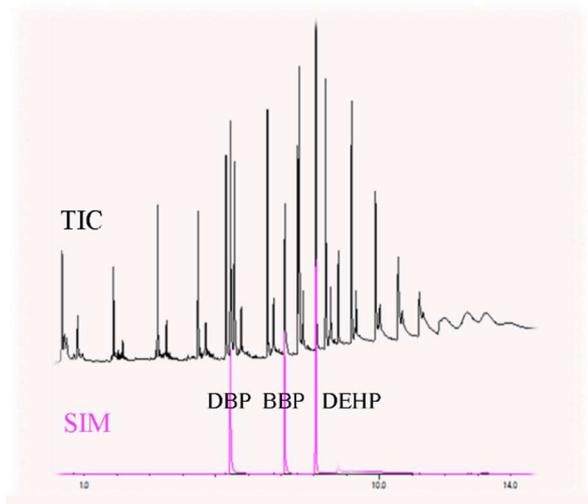


Fig. 3 PP 試料から得られた発生ガスクロマトグラム

Fig. 3 の TIC の発生ガスクロマトグラムからは、PP が一部熱分解され脂肪族化合物が観察される。

Fig. 3 の SIM からフタル酸エステル類のピークが検出され、それらのピークの繰り返し再現性 (CV 値) を  $n=3$  で求めたところ、DBP(2.7%), DBP(4.8%), 及び DEHP(2.2%) であった。

## 結論・考察

半定量法の熱抽出法では、試料を 200 °C ~ 340 °C まで昇温加熱するためポリマーの熱分解生成物の一部が GC/MS 内に残留し、分析精度を悪くしている原因となっている。

加熱脱着-GC/MS 分析法では、ポリマーを全て熱分解させない温度として 280 °C を選び、15 分間の加熱を行うことでフタル酸エステル類の定量分析を再現性良く行うことができた。

本法による 1 分析の所要時間は、熱抽出 15 分、GC/MS 分析 15 分で合計 30 分であった。

本法の詳細につきましては、当社までお問い合わせください。