

【はじめに】 主として塩化ビニル樹脂等の可塑剤として使用されてきたフタル酸エステル類の一部には内分泌かく乱作用などが疑われる化合物があり、以下のような規制がある。本アプリケーションシートでは IA-Labによるフタル酸エステル類の簡易定量法について紹介する。

	規制	対象	化合物名	備考
EU	REACH	1ton以上の化学物質 (成形品毎)	DEHP,BBP,DBP	SVHC認可候補 (2009.1.14)
	RoHS		DEHP,BBP,DBP	評価対象物質 (2008.12.3)
	欧州委員会(EC) 玩具規制	市場に流通する全ての 玩具・育児用品	DEHP,BBP,DBP	
	同上	口に入れる可能性のある 玩具・育児用品	DNOP,DINP,DIDP	
日本	食品衛生法	PVCを主成分とする玩具	DEHP,DINP	※EUと同調。DEHP,DINP,DBP, BBP,DIDP,DNOPが規制見込

DBP; フタル酸ジブチル, BBP; フタル酸ブチルベンジル, DEHP; フタル酸ジ-2-エチルヘキシル, DNOP; フタル酸ジ-n-オクチル, DINP; フタル酸ジイソノニル, DIDP; フタル酸ジイソデシル

【測定】

装置: IA-Lab (キヤノンアネルバ(株)製, QMS型)

方法: 凍結破碎した粉末試料の約 0.3~0.5mgをSUS試料カップに分取・精秤し、
直接導入プローブにより昇温測定を行う。

DIP昇温: 30°C(0.5min hold)→[64°C/min]→250°C(4.5min hold)

イオン源温度: 220°C, IS-HT温度: 220°C

SCANモード: (m/z) 20-700, 分解能: 1, サイクルタイム: 1,800msec

質量補正係数: フタル酸ジイソデシル (DIDP) ([M+Li] m/z 453.35564)を基準に質量補正係数を割り当て

内部標準ガス: オクタフルオロペンタノール [m/z 239]

キャリアガス: 乾燥空気 (80Pa)

測定試料: 5種フタル酸エステル類含有 PVC樹脂

(DBP,BBP,DEHP,DINP,DIDPの各860mg/kg, 理論含有量)

【結果】 図1はフタル酸含有 PVC樹脂の典型的なマスクロマトグラムとマススペクトルである。IAMS法ではGC等の分離操作無しに、減圧下で熱抽出した発生ガス成分を m/z毎に検出できる。

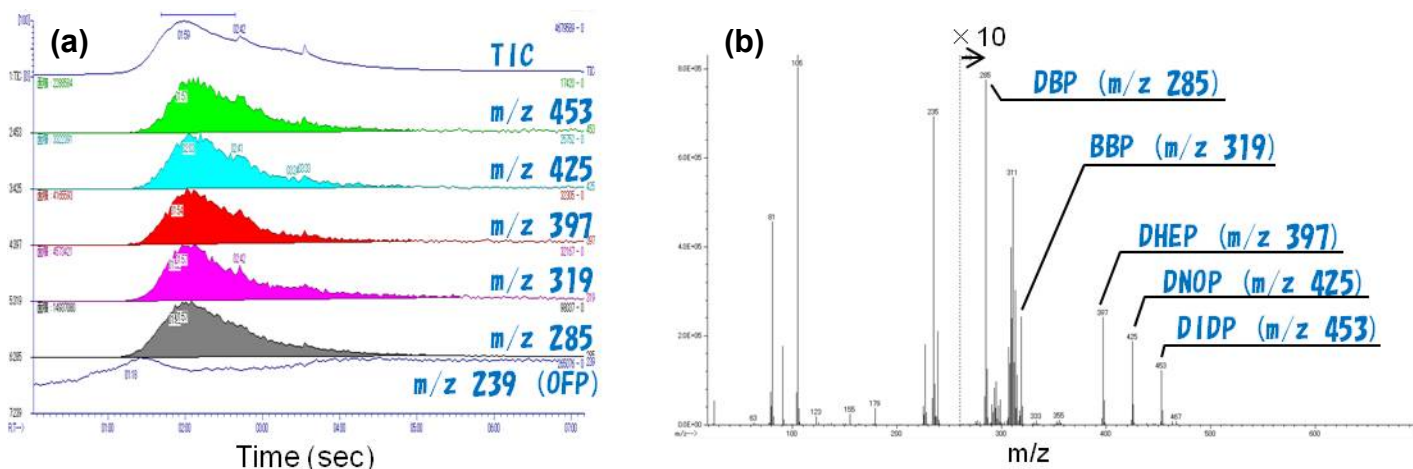


図1フタル酸エステル類含有PVC樹脂のマスクロマトグラム(a)とマススペクトル(b)

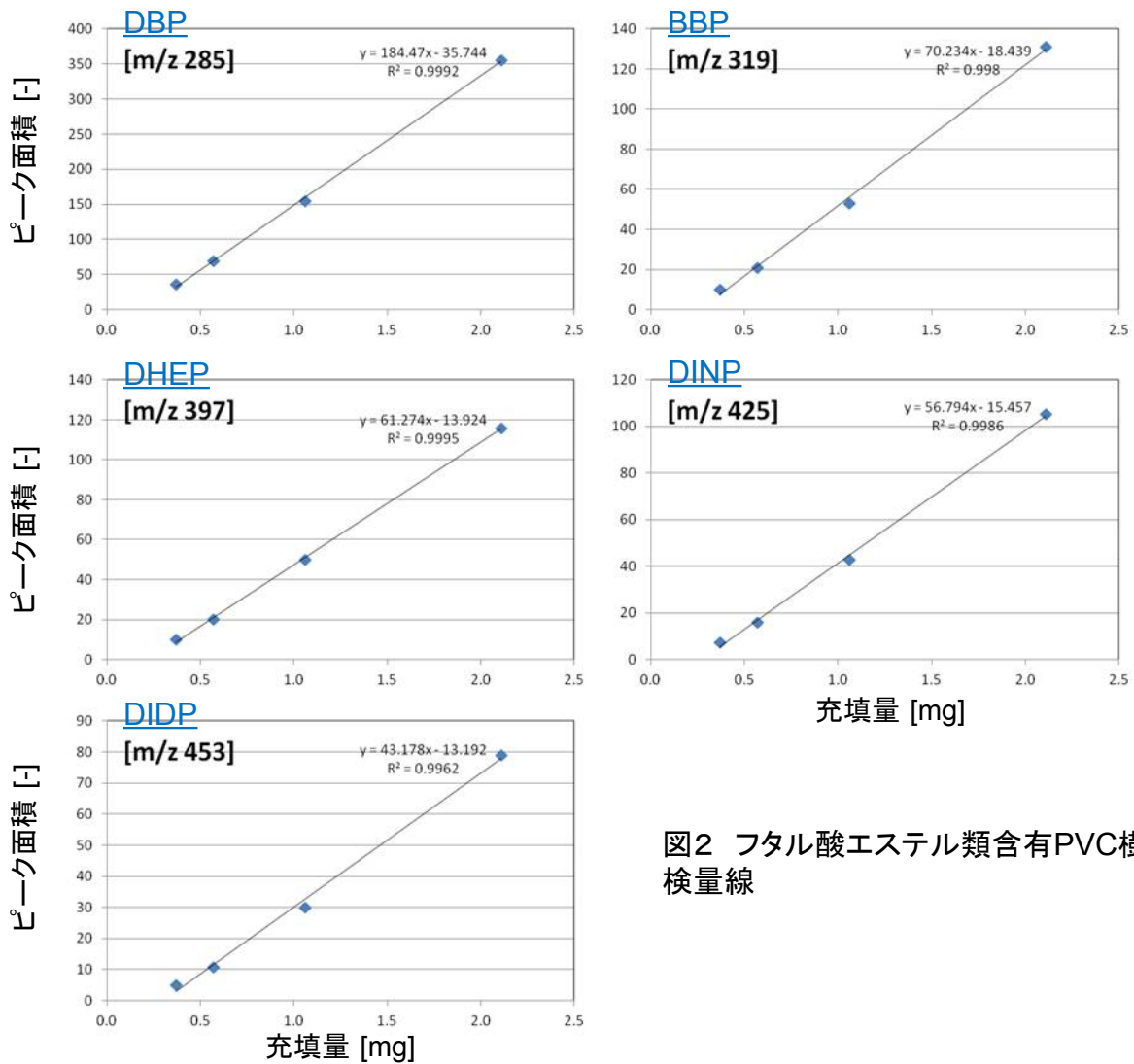


図2 フタル酸エステル類含有PVC樹脂の検量線

表1 フタル酸エステル類含有 PVC樹脂の繰返し(n=7)測定におけるピーク面積値のデータ再現性

	Sample [mg]	m/z 285 [-]	m/z 319 [-]	m/z 397 [-]	m/z 425 [-]	m/z 453 [-]
1	0.49	49.551	16.419	15.871	14.067	10.759
2	0.50	57.337	19.776	20.163	17.503	13.654
3	0.58	56.936	19.013	19.435	16.616	12.865
4	0.46	56.699	19.547	19.106	16.761	12.862
5	0.60	55.648	19.144	18.749	16.404	13.015
6	0.61	58.428	20.148	20.740	17.625	14.061
7	0.59	58.818	19.447	18.496	17.087	13.564
	AV.	56.202	19.070	18.937	16.581	12.969
	σ	3.120	1.229	1.563	1.196	1.074
	R.S.D	5.6%	6.4%	8.3%	7.2%	8.3%

図2はフタル酸エステル類含有樹脂を約0.3~2.1mgの範囲で変化させたときのシグナル応答であり、良好な直線応答性を示した。

また、表1はほぼ同重量の試料を繰返し測定した際の再現性を示している。初回測定において、相対的に小さな値が出ることが多いが(マトリクス効果の影響と推測される)、n=7の測定でR.S.D<10%の良好な再現性を示した。

各フタル酸エステル類の検出下限値は概ね100µg/g程度であり(データは示さない)、玩具等の樹脂製品中のフタル酸エステル類の規制値(1,000µg/g)に対して十分な感度を有している。

IAMS法ではGC等の分離操作無しにm/z毎に発生ガス成分を検出できるため(同一m/zの成分や、同位体分布が重なる成分はその合計量として検出される)、簡易分析に好適であった。