

FT-IR による塩ビ中のフタル酸エステルの高感度検出法の検討

FT-IR Studies on High Sensitive Detection of Phthalate Esters in PVC

富士通研¹, FQL², 富士通³ ○野口 道子¹, 尾崎 光男¹, 山岸 康男², 臼井 康博³Fujitsu Lab.¹, Fujitsu Quality Lab.², ○Michiko Noguchi¹, Mitsuo Ozaki¹, Yasuo Yamagishi²,
Fujitsu³, Yasuhiro Usui³

E-mail: mnoguchi@jp.fujitsu.com

塩ビ(PVC)の可塑剤として使用されるフタル酸ジ 2-エチルヘキシル(DEHP)は、内分泌攪乱作用が懸念され、おもちゃ等への含有が規制されている(規制値 0.1 wt%)。スクリーニング分析法として、フーリエ変換型赤外分光分析(FT-IR)-全反射(ATR)法で 1,2-置換ベンゼン環由来のピーク(1600、1580 cm^{-1})を確認する方法*が提案されているが、検出下限は十 wt%オーダ以上となる。

PVC 中のフタル酸エステルの含有を FT-IR で高感度に検出するため、試料の前処理として蒸気捕集法を開発した。これは、試料を加熱して、選択的にフタル酸エステルを蒸発させ、これ金属板上に濃縮して捕集し、顕微 FT-IR 反射法で測定する方法である。この方法により、共存成分の影響を軽減し、試料中の DEHP 1 wt%未満含有の判断が可能となった。今回、加熱条件による、蒸発成分の種類と量の関係等、可塑剤の熱挙動について調査した結果を報告する。

熱重量測定(TG)を行い、各種可塑剤の蒸発終了温度を調べた。DEHP を主成分とする可塑剤の TG 測定結果を図 1 に、TG/DTA 測定結果から調べた各種可塑剤の蒸発終了温度を図 2 に示す。DEHP 系可塑剤は約 200 $^{\circ}\text{C}$ から急激な蒸発が始まり 240 $^{\circ}\text{C}$ 程度で終了すること、リン酸系を除くと分子量が大きいほど蒸発終了温度も高い傾向があることが分かった。したがって、分子量に近い可塑剤成分は妨害になる可能性が高いことが推定できる。つぎに最適な加熱温度を調べるため、可塑剤主成分がアジピン酸エステルで DEHP を 0.6 wt%含む PVC 試料を、温度を変えて加熱し、SUS 板表面に捕集した蒸気の顕微 FT-IR 反射スペクトルおよび質量分析スペクトルを調べた。その結果、220 $^{\circ}\text{C}$ では DEHP 捕集量が微量で 1600 cm^{-1} 付近の赤外吸収ピークを確認できなかった。また、加熱温度が高いほど DEHP 捕集量が増加したが、DEHP を選択的に捕集するためには、加熱温度は 250 $^{\circ}\text{C}$ 程度が適していることが分かった。

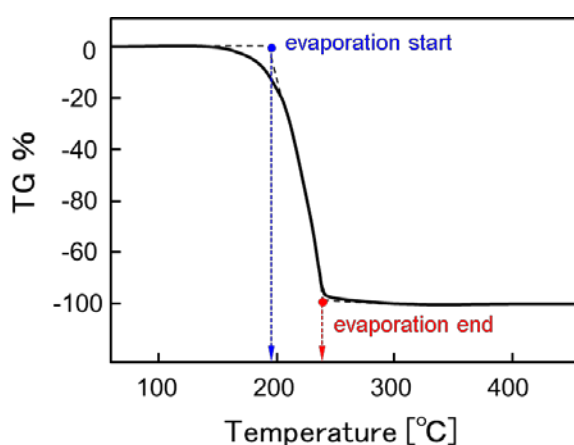


Fig.1 TG data of DEHP plasticizer

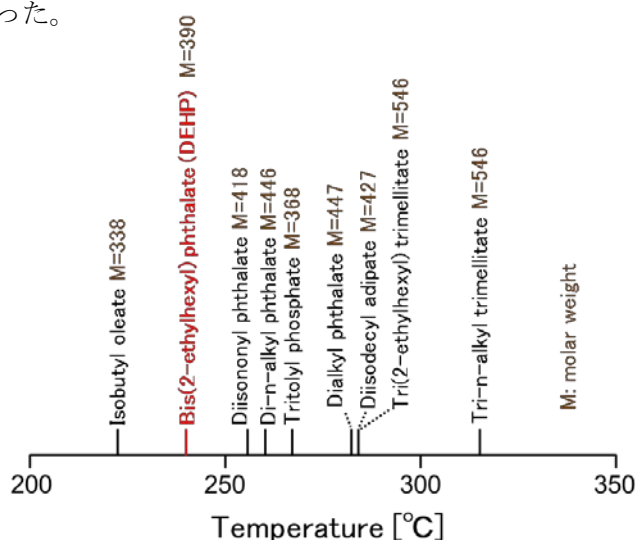


Fig. 2 Evaporation temperature of plasticizers

* Thermoscientific, Application Note: TS09003.