

ポリ塩化ビニル製おもちゃにおける6種類のフタル酸エステル試験法（案）

1. 装置

ガスクロマトグラフ・質量分析計又は水素炎イオン化検出器付きガスクロマトグラフを用いる。

2. 試薬・試液

①フタル酸エステル標準品

フタル酸ジブチル $C_6H_4[COO(CH_2)_3CH_3]_2$ 本品はフタル酸ジブチル 97%以上を含む。

フタル酸ブチルベンジル $C_6H_4(COOCH_2C_6H_5)COO(CH_2)_3CH_3$ 本品はフタル酸ブチルベンジル 95%以上を含む。

フタル酸ビス(2-エチルヘキシル) $C_6H_4[COOCH_2CH(C_2H_5)(CH_2)_3CH_3]_2$ 本品はフタル酸ビス(2-エチルヘキシル) 97%以上を含む。

フタル酸ジ-n-オクチル $C_6H_4(COOCH(CH_2)_6CH_3)_2$ 本品はフタル酸ジ-n-オクチル 97%以上を含む。

フタル酸ジイソノニル $C_6H_4(COOC_9H_{19})_2$ 本品はフタル酸ジイソノニル 96%以上を含む。

フタル酸ジイソデシル $C_6H_4(COOC_{10}H_{21})_2$ 本品はフタル酸ジイソデシル 97%以上を含む。

②フタル酸エステル標準溶液 各フタル酸エステル標準品 10.0mg をそれぞれアセトンで溶解し 100ml とする（濃度 $100 \mu\text{g/ml}$ ）。これらの溶液各 1ml を混合し、空試験溶液を加えて 100ml とする（濃度 各 $1 \mu\text{g/ml}$ ）。

3. 試験溶液の調製

1) 抽出法

試料を細切又は粉碎し、その 1.0 g を正確に量り、50 ml の共栓付三角フラスコに入れる。アセトン及びヘキサンの混液(3 : 7) 30 ml を加えて振り混ぜ、密栓をして約 40°C で一晩放置する。冷後、ろ紙を用いてろ過し、ろ液及びアセトンによる洗液を 50 ml のメスフラスコに入れ、さらにアセトンを加えて 50 ml とする。この液 5ml を採りアセトンを加えて 100 ml としたものを試験溶液とする。また、試料を入れないで同様な操作を行ったものを空試験溶液とする。

2) 溶解法

試料を細切してその 1.0 g を正確に量り、100 ml の三角フラスコに入れる。テトラヒドロフラン 15 ml を加え、振り混ぜながら試料を溶解する。溶解しない場合には加温する。溶解後、攪拌しながらメタノール 70 ml を滴下しポリマーを析出させる。この液をろ過し、ろ液およびメタノールによる洗液を 100 ml のメスフラスコに

入れ、メタノールを加えて 100 ml とする。この液 10 ml を採りメタノールを加えて 100 ml としたものを試験溶液とする。また、試料を入れないで同様な操作を行ったものを空試験溶液とする。

4. 操作法

(1) 定性試験

試験溶液及びフタル酸エステル標準溶液をそれぞれ $1\mu\text{l}$ ずつ用いて次の操作条件で試験を行い、試験溶液のクロマトグラムのピークの検出時間とフタル酸エステル標準溶液のクロマトグラム中のフタル酸ジブチル、フタル酸ブチルベンジル、フタル酸ビス(2-エチルヘキシル)、フタル酸ジ-n-オクチル、フタル酸ジイソノニル及びフタル酸ジイソデシルの各ピークの検出時間を比較する。

(2) 定量試験

試験溶液のクロマトグラムのピークの検出時間とフタル酸標準溶液のクロマトグラムのいずれかのピークの検出時間が一致するときは、次の試験を行う。

ガスクロマトグラフ・質量分析計の場合は、当該化合物の定量用イオンを用いて試験溶液とフタル酸エステル標準溶液のイオンクロマトグラムを作成する。試験溶液中のピーク面積を測定するとき、標準溶液中の当該化合物のピーク面積より大きくてはならない。

水素炎イオン化検出器付きガスクロマトグラフの場合は、試験溶液中のピーク面積を測定するとき、標準溶液中の当該化合物のピーク面積より大きくてはならない。ただし、標準溶液中の当該化合物のピーク面積より大きい場合には、ガスクロマトグラフ・質量分析計により、再度試験を行う。

これに適合するとき、試料中の当該フタル酸エステル量は 0.1%以下となる。

操作条件

カラム 内径 0.25mm、長さ 30m のケイ酸ガラス製の細管に、ガスクロマトグラフ用の 5%フェニルシリコン含有メチルシリコンを $0.25\mu\text{m}$ の厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 100°C から毎分 20°C で昇温し、 320°C に到達後 10 分間保持する。

試験溶液注入口温度 250°C

検出器 280°C で操作し、質量分析計の場合は質量数 149、279、293、307 のイオンを検出する。定量用イオンとして、フタル酸ジ-n-オクチルは質量数 279、フタル酸ジイソノニルは質量数 293、フタル酸ジイソデシルは質量数 307、それ以外は質量数 149 を用いる。

キャリアーガス ヘリウム又は窒素を用いる。フタル酸ビス(2-エチルヘキシル)が約 10 分で流出する流速に調節する。