

フタル酸エステル類規制への対応 [続編]

国際化推進室・広域首都圏輸出製品技術支援センター (MTEP)では、製品輸出をお考えのお客さまのご要望に応じて、さまざまな国際規格・海外規格の情報提供や相談対応を行っています。

TIRI NEWS 2018年8月号では、フタル酸エステル類規制への対応として、ラマン分光装置を用いた簡易測定法とフタル酸ビス(2-エチルヘキシル) (DEHP)の移行実験を紹介しました。DEHPを約30%含有したPVCマット上にフタル酸エステル類を含有していないPVC消しゴムを室温中、自重のみで接触させた結果、ラマン分光分析では85日間の接触で有意な移行を確認することはできませんでした。今回は、簡易測定法の検証とフタル酸エステル類の移行量に影響する因子の考察を行いました。

簡易測定法の検証

ラマン分光装置の検出下限を確認するため、マトリックス樹脂がPVCであるSPEX CertiPrep社製のフタル酸エステル標準試料(SVO-STC-93-5:フタル酸エステル類トータル濃度0.4%、CRM-PVC001:フタル酸エステル類トータル濃度7.8%)を用いて検証を行いました。

今回はベンゼン環の吸収を示す1,600 cm⁻¹と1,580 cm⁻¹のピークに注目してフタル酸エステル類の検出を行いました。この二つのピークは、フタル酸エステル類に特徴的なピークですが、規制対象のフタル酸エステルかそうでないかまでは判別できません。そのため、規

制対象外のフタル酸エステル類のみを含有したサンプルであってもNG判定としてしまいます。

図1のラマンスペクトルより、ラマン分光分析で検出できるフタル酸エステル類のトータル濃度下限は1%程度であると推測されます。

2018年8月号にて行った実験では、ラマン分光分析でDEHPの有意な移行を確認することはできなかったため、同じサンプルについて公定法である熱脱着GC-MSを用いたスクリーニング分析も行いました。PVC消しゴムの表面のうち、PVCマットに接触していた部分からサンプリングしたところ、0.2%程度のDEHPの存在が確認されました。

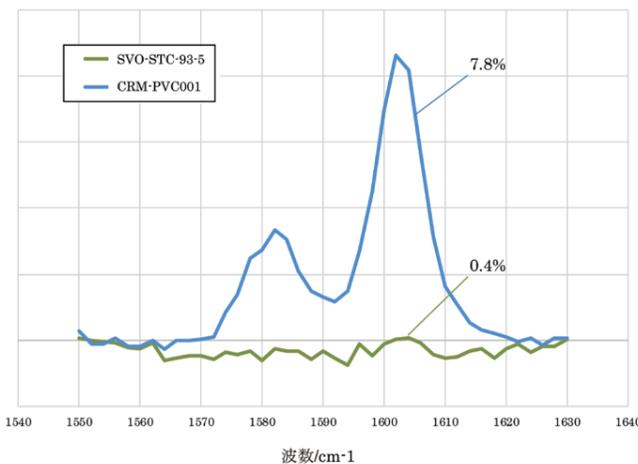
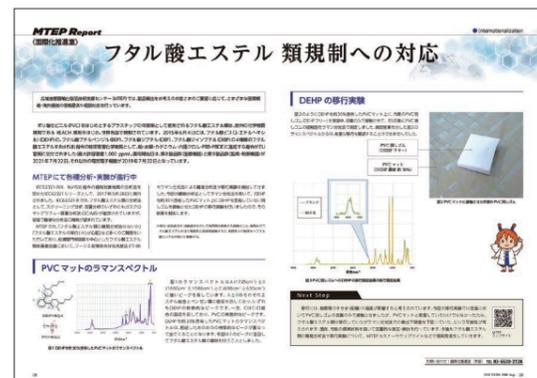


図1 フタル酸エステル標準試料のラマンスペクトル



TIRI News 2018年8月号誌面
<https://www.iri-tokyo.jp/site/tiri-news/tirinews-1808.html>

フタル酸エステル類の移行量に影響する因子の考察

一般に、フタル酸エステル類の移行量は温度・接触時間との間に相関があることがわかっていますが、今回の移行実験では室温においてPVC消しゴムの自重のみで接触させており、PVCマットと密着しているわけではなかったため、移行元と移行先との接触面積も移行量に影響する因子と考えられます。

プラスチックに含まれる可塑剤の移行量を定量する公定法として、ISO 177:2016「Plastics -

Determination of migration of plasticizers」があります。これは、フタル酸エステル類を含有した試験片を吸着シートではさみ、おもり(圧力)と温度をかけて、フタル酸エステル類を含有した試験片重量の経時変化から移行量を求める方法です(図2)。詳細は、規格原文をご確認ください。ここでは、温度・圧力・移行先の材料・接触時間が移行量に影響する因子になっています。

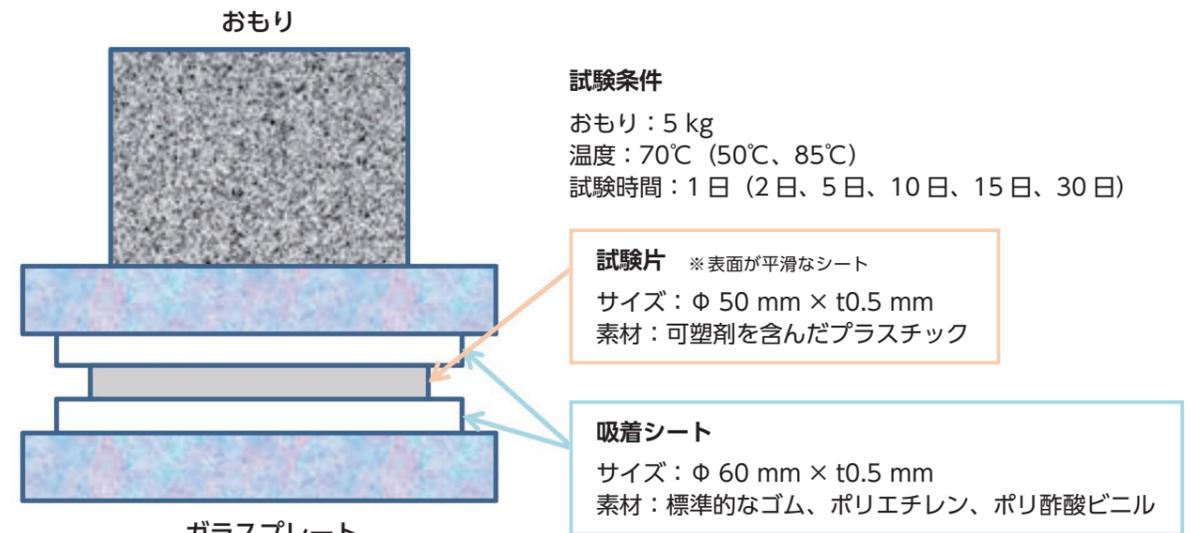


図2 プラスチックに含まれる可塑剤の移行量の定量法

数時間・数日の接触では移行の可能性は低く 85日間の接触で0.2%のDEHPの移行を確認

今回の移行実験では、85日間の接触で0.2%程度のDEHPの移行を、公定法である熱脱着GC-MSで確認できました。このことから、数時間、数日程度の接触ではフタル酸エステル類移行の可能性は低いといえます。ただし、温度・接触面積・圧力・移行先の材料などの条件によっては移行が起こりやすくなります。

ラマン分析装置を用いた簡易測定法では、RoHS(II)指令、REACH規則が求める規制値(0.1%)の検出は難しいことも確認できました。フタル酸エステル類を数%~数十%含有した試料の測定では有用ですが、規制対象かどうか

にかかわらずすべてのフタル酸エステルがまとめて検出されるため、注意が必要です。

別の資材からの移行は非意図的な混入であるため、一部の在庫品のフタル酸エステル類含有量の測定結果をもって全在庫品を保証することは現実的ではありません。明らかにフタル酸エステル類を含有している在庫品の検査や川下企業による受入検査、材料変更の品質管理などにおいては、公定法による分析をするまでもなく、簡易測定法を含めた日常管理のしくみで保証していくことも一つの手法と考えます。

お問い合わせ: 国際化推進室 (MTEP) 〈本部〉 TEL 03-5530-2126