

---

# 環境法令(REACH規則)対策セミナー

## REACH規則対応化学分析の概要

---

2010年12月4日  
OKIエンジニアリング

## 1. 分析方法と有効性の課題とスクリーニング分析の必要性

**REACH規則において、高懸念物質(SVHC)の含有量は、サプライチェーンの構築による情報収集が基本**



**サプライチェーンの構築が不完全だと、川上企業から有害物質情報が得られず、川下企業で情報が停滞**



**停滞した情報を補完するためには、化学分析が必要**

**REACH規則において、化学分析対象となる高懸念物質(SVHC)は、初期15物質であったものが、現在38物質に増加**

## 1. 分析方法と有効性の課題とスクリーニング分析の必要性

**REACH規則において、高懸念物質(SVHC)の含有量は、サプライチェーンの構築による情報伝達が基本**

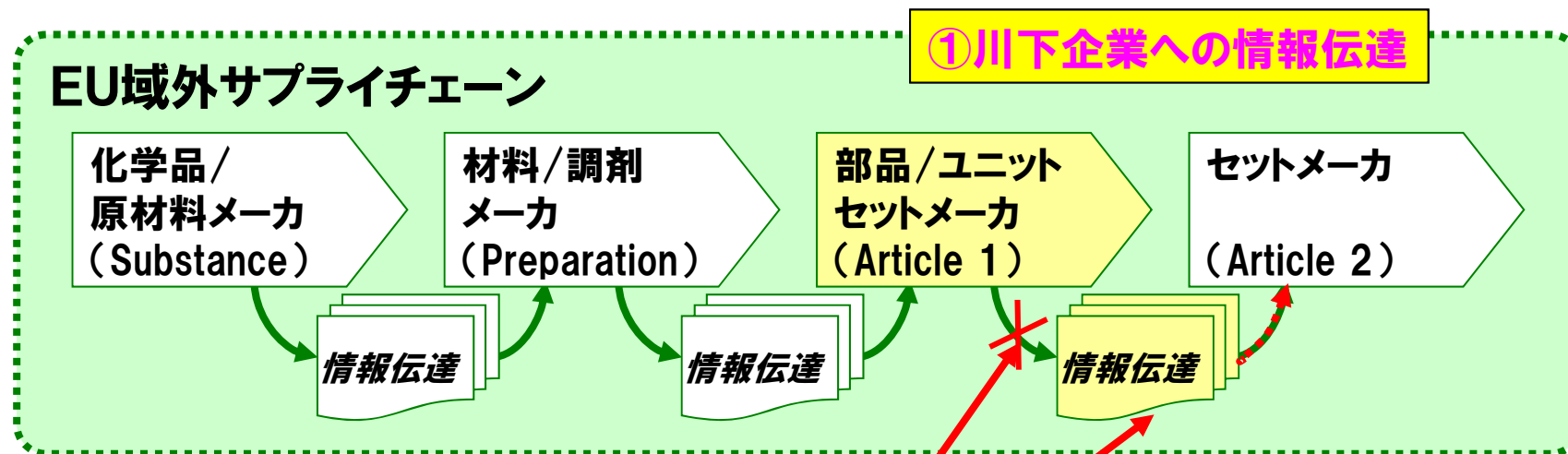
**100%完全なサプライチェーンを得ることは困難**



- 1. サプライチェーンの切断による情報の停滞**
- 2. 取得データの信憑性の有無**

**チェーンの接続・信憑性の確保には、化学分析が必要となる**

# 1. 分析方法と有効性の課題とスクリーニング分析の必要性



海外調達などでサプライチェーンが切斷しやすい

含・不含の報告があるもデータの信憑性は？

# 1. 分析方法と有効性の課題とスクリーニング分析の必要性

## ◎ 問題点

切断したチェーンの接続・データ信憑性の確保には、化学分析が必要

しかしREACH規則における高懸念物質(SVHC)は38物質で1試料あたりの分析費用も高額となってしまう。

安価な方法  
蛍光X線分析



測定元素範囲  
Na(Al)–U



高価な方法  
GC/MS分析



CHOで構成された有機化合物には不適

## 2. 新分析方法の概要

### REACH規則高懸念物質(SVHC)

高懸念物質(SVHC)		
アントラセン	フタル酸ブチルベンジル (BBP)	高温コールタール、ピッチ
4,4'-ジアミノジフェニルメタン	ヒ酸トリエチル	トリス(2-クロロエチル) = ホスファート
フタル酸ジブチル (DBP)	2,4-ジニトロトルエン	ジルコニアアルミノシリケート、 耐火性セラミック繊維
二塩化コバルト	アルミノシリケート、耐火性セラミック繊維	アクリルアミド
五酸化二ヒ素	アントラセンオイル	トリクロロエチレン
三酸化二ヒ素	アントラセン油 (アントラセン低含有)	ホウ酸
ニクロム酸二ナトリウム	アントラセン油 (アントラセンペースト)	無水四ホウ酸ナトリウム水和物等
2,4,6-トリニトロ-5-t-ブチル-1,3-キシレン	アントラセン油	四ホウ酸二ナトリウム
フタル酸ビス(2-エチルヘキシル) (DEHP)	アントラセンオイル (アントラセンペースト、軽留分)	クロム酸ナトリウム
ヘキサブromシクロデカン (HBCDD)	フタル酸ジイソブチル	クロム酸カリウム
塩素化パラフィン (短鎖)	クロム酸鉛 (II)	ニクロム酸アンモニウム、重クロム酸アンモニウム
ビス(トリブチルスズオキシド) (TBTO)	ピグメントレッド104	ニクロム酸カリウム、重クロム酸カリウム
ヒ酸水素鉛	ピグメントイエロー34	---

## 2. 新分析方法の概要

### 1. ガスクロマトグラフ質量分析(GC/MS)

- ・ガス化可能な有機化合物の定性定量が可能
- ・工数が多くかかり(前処理2時間以上、分析30分/試料以上)、前処理には熟練者の作業が必要



- ・工数がかからない(前処理・分析時間が短い)
- ・熟練者を必要としない
- ・有機化合物の定性・定量が可能



・イオン付着型質量分析装置(IA/MS)を採用

## 2. 新分析方法の概要

・キヤノンアネルバ製  
 イオン付着型質量分析装置  
 IA-Lab(アイエーラボ)



検出限界	液体・固体試料:0.1 $\mu$ g(樹脂中PBDE 50ppm相当) ガス(揮発性)試料:10ppb(アセトン)
スループット	識別10検体/hr 定量4検体/hr
質量分析計	四重極型(QMS) 質量走査範囲 2~1000amu
ダイレクトプローブ	試料装填数:5検体 温度 ~500 $^{\circ}$ C
真空ポンプ	TMP:200L/S+ 200L/S(スプリットフロー型)・RP
イオン源	IA(イオン付着)・EI(電子衝撃)

## 2. 新分析方法の概要

### ・イオン付着型質量分析装置(IA/MS)

IA/MSは試料を真空加熱し遊離したガス成分を質量分析計に導入し分析する装置である

IA/MSのコアになる部分は、一般的な質量分析計となっているが、通常の質量分析計でとはイオン化の方法が異なるため**フラグメンテーション**(分子の枝分離)を起こさず、その物質の分子量のスペクトルだけを保持したまま質量分析計で記録されるのが最大の特徴である



### 安価な提供が可能！

・試料に含有する分子量情報を得られることにより、CHOだけで構成された有機化合物も定性・定量分析が可能である。

・前処理は1mg程度の試料分取だけ。分析時間は加熱・放冷含めて30分程度

## 2. 新分析方法の概要

・IA／MSの分析部は四重極質量分析計で、一般的なGC／MSと同様のものを使用しているが、イオン化の方法が異なる。

GC／MSのイオン化 → 電子衝撃型(EI)

IA／MSのイオン化 → イオン付着型(IA)



例:フタル酸ジ-2-エチルヘキシル

・電子衝撃(EI)

分子量390のピークは小さく、その他の枝ピークが多く検出する

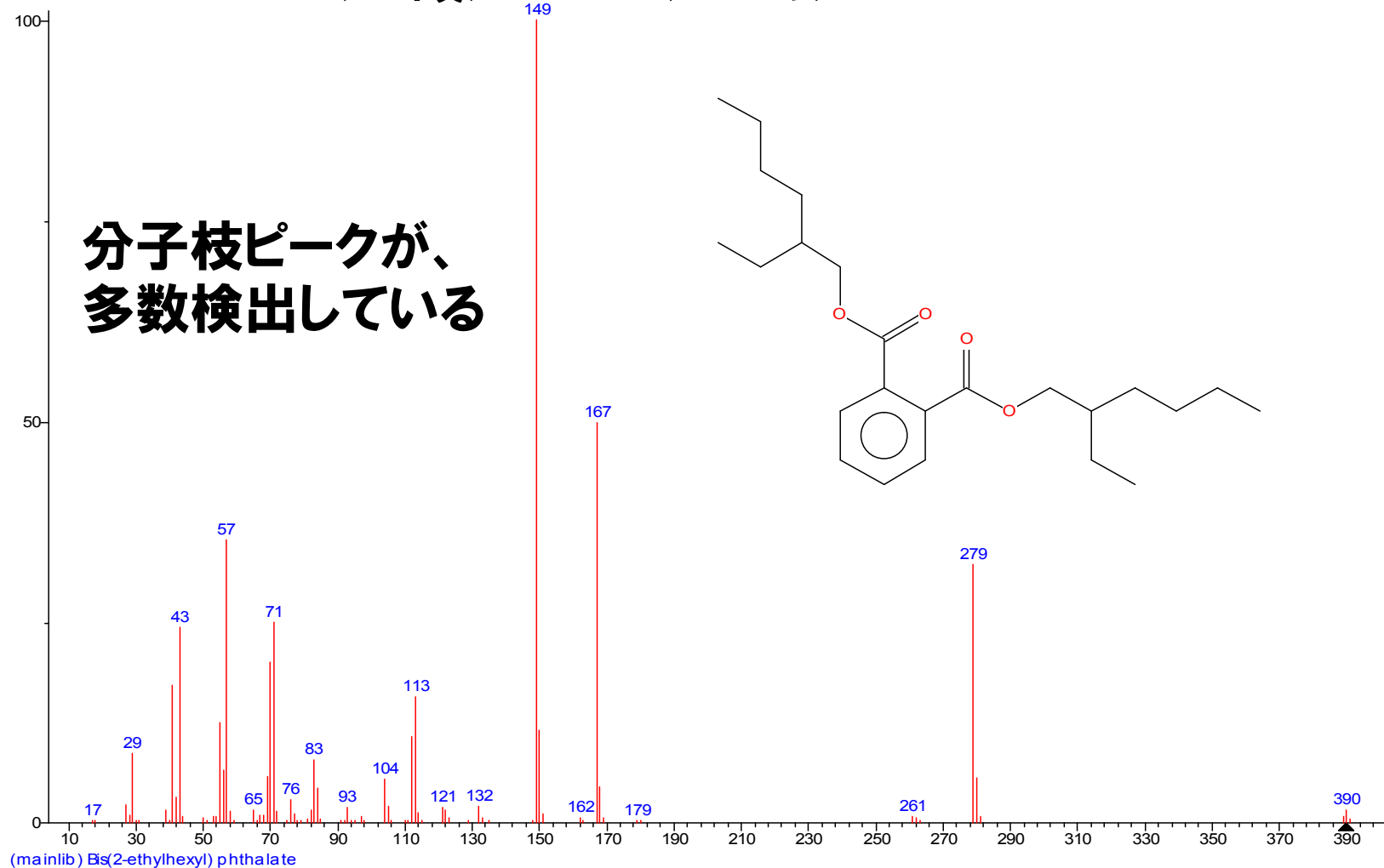
・イオン付着(IA)

フタル酸ジ-2-エチルヘキシルの分子量+Li(7)のフラグメントピークだけが検出する。・・・Liイオン源の場合

## 2. 新分析方法の概要

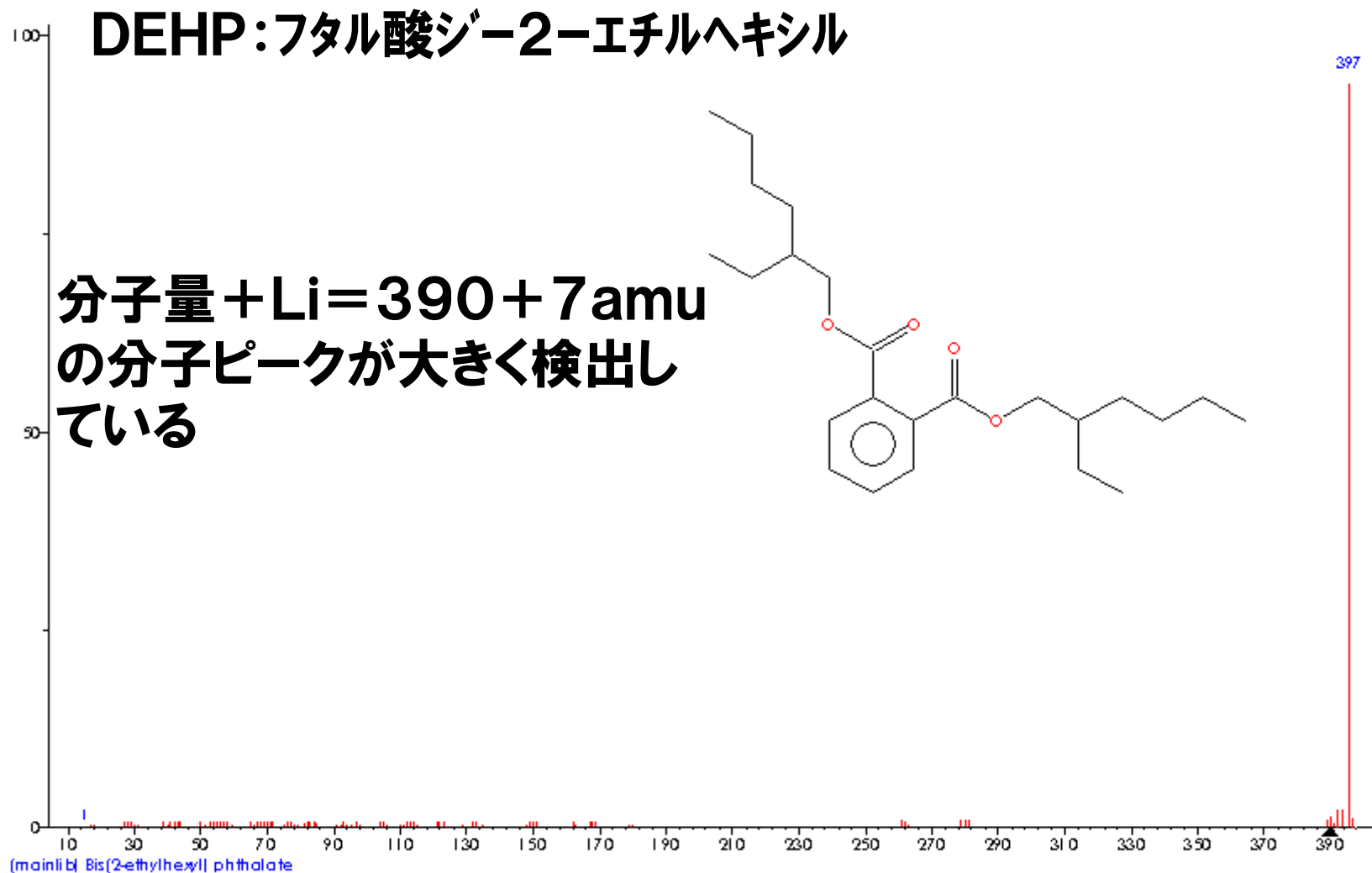
### DEHP:フタル酸ジ-2-エチルヘキシル

分子枝ピークが、  
多数検出している



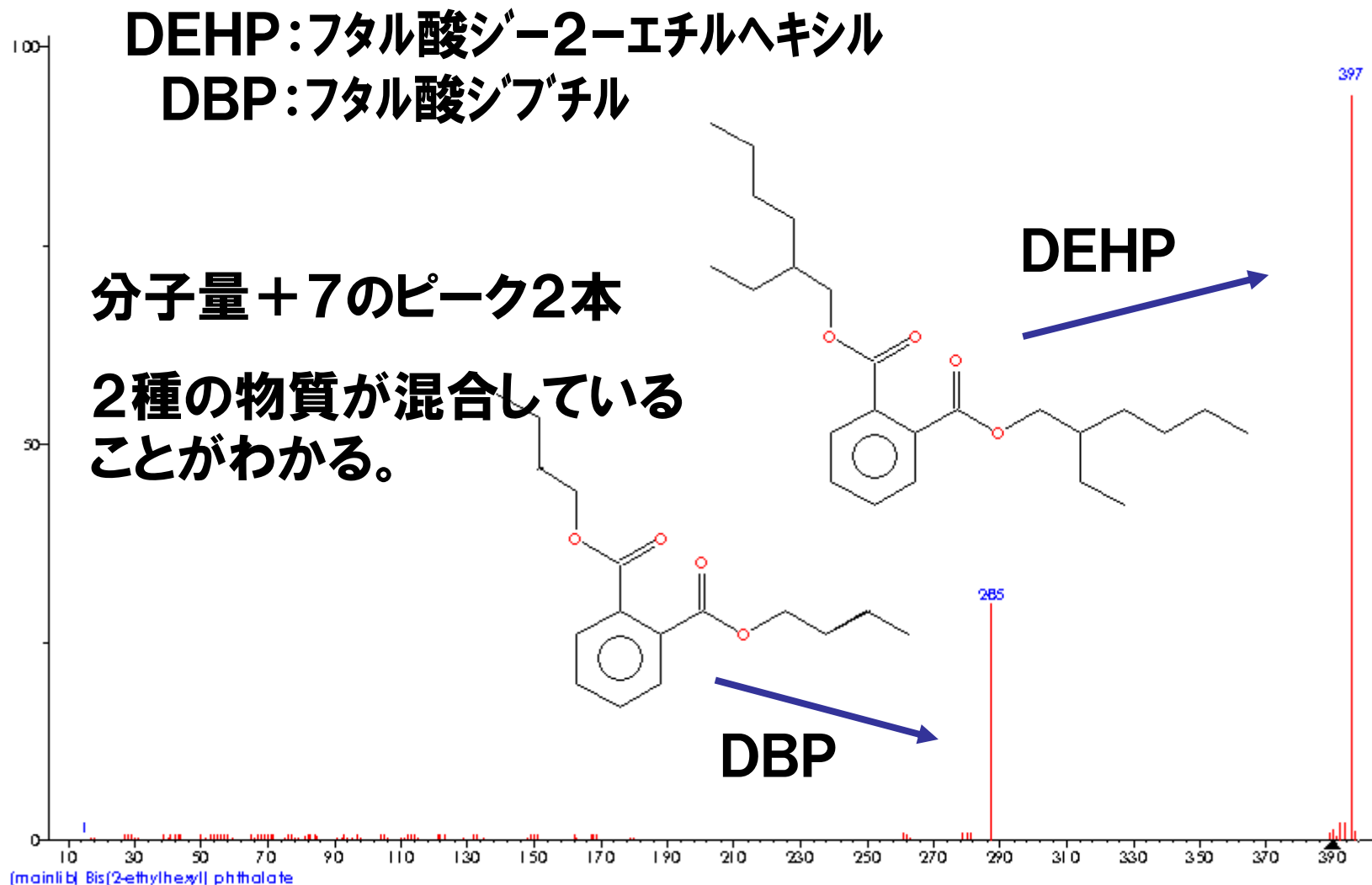
### DEHPのEIのマスペクトル

## 2. 新分析方法の概要



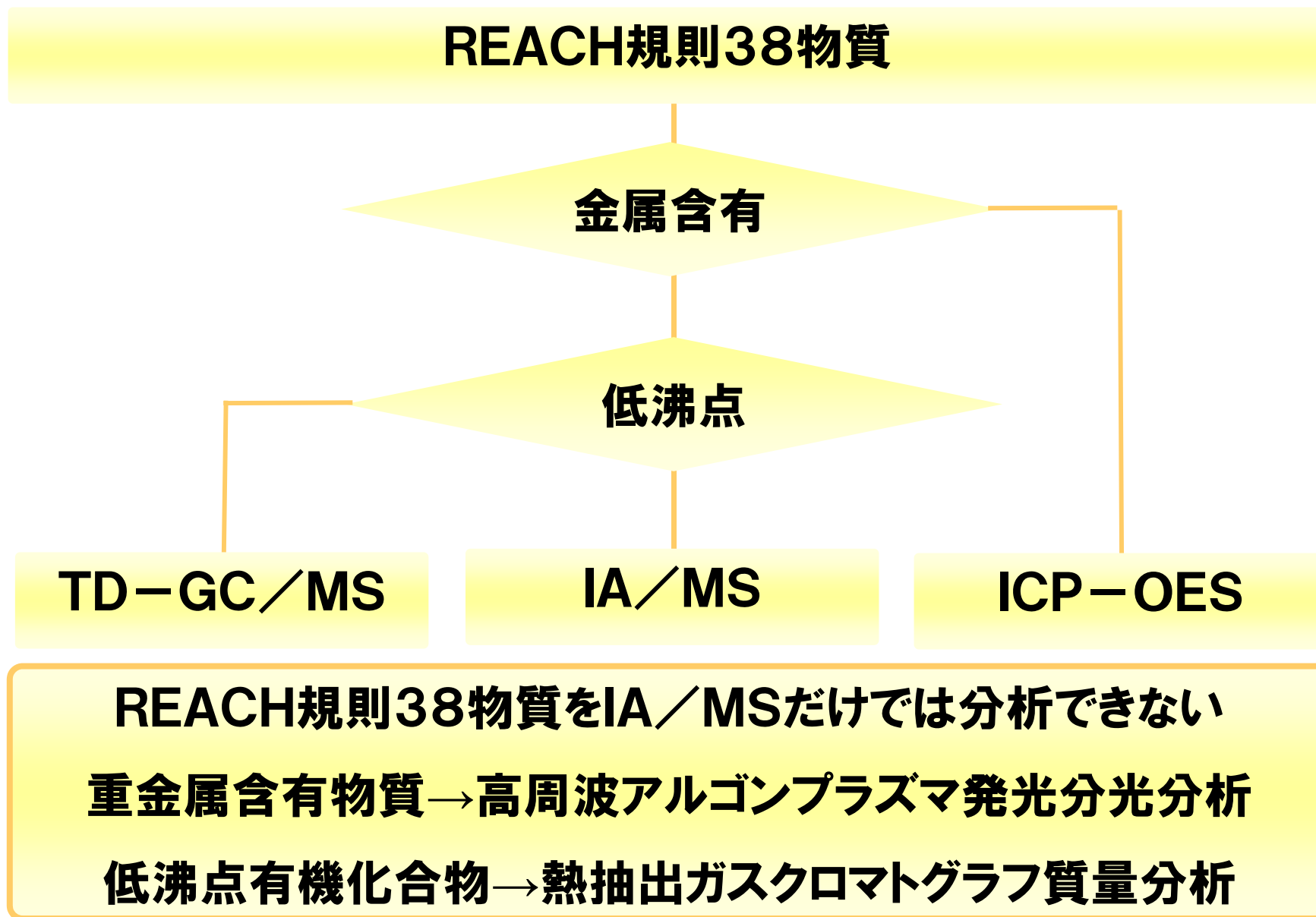
### DEHPのIAのマスペクトル(Liイオン源)

## 2. 新分析方法の概要



**DEHPとDBP混合物のIAのマスペクトル(Liイオン源)**

### 3. 最適な分析方法の提言



## 2. 新分析方法の概要

### REACH規則高懸念物質(SVHC)

高懸念物質(SVHC) 青字:ICP-OES 赤字 IA/MS 緑字 TD-GC/MS		
アントラセン	フタル酸ブチルベンジル (BBP)	高温コールタール、ピッチ
4,4'-ジアミノジフェニルメタン	ヒ酸トリエチル	トリス(2-クロロエチル) = ホスファート
フタル酸ジブチル (DBP)	2,4-ジニトロトルエン	ジルコニアアルミノシリケート、 耐火性セラミック繊維
二塩化コバルト	アルミノシリケート、耐火性セラミック繊維	アクリルアミド
五酸化二ヒ素	アントラセンオイル	トリクロロエチレン
三酸化二ヒ素	アントラセン油 (アントラセン低含有)	ホウ酸
ニクロム酸二ナトリウム	アントラセン油 (アントラセンペースト)	無水四ホウ酸ナトリウム水和物等
2,4,6-トリニトロ-5-t-ブチル-1,3-キシレン	アントラセン油	四ホウ酸二ナトリウム
フタル酸ビス(2-エチルヘキシル) (DEHP)	アントラセンオイル (アントラセンペースト、軽留分)	クロム酸ナトリウム
ヘキサブロモシクロデカン (HBCDD)	フタル酸ジイソブチル	クロム酸カリウム
塩素化パラフィン (短鎖)	クロム酸鉛 (II)	ニクロム酸アンモニウム、重クロム酸アンモニウム
ビス(トリブチルスズ)オキサイド (TBTO)	ピグメントレッド104	ニクロム酸カリウム、重クロム酸カリウム
ヒ酸水素鉛	ピグメントイエロー34	---

### 3. 最適な分析方法の提言

#### TD-GC/MS = 熱抽出ガスクロマトグラフ質量分析

加熱したときに発生するガスをGC/MSに直接導入する装置で前処理は数mg量り取り、専用のガラス管に入れるだけで簡便、解析はやや困難である。対象はトリクロロエチレンやジニトロトルエンなど

#### ICP-OES = 高周波アルゴンプラズマ発光分光分析法

##### 水溶液中の金属元素を分析する装置

水溶液をアルゴンプラズマの中に導入し、金属元素を励起させる。励起した金属元素は標準状態に戻るときに発光するが、その発光波長は金属元素により、異なっている。目的の元素の波長における強度から、金属元素濃度を定量する。

塩化コバルト・五酸化二ヒ素など重金属に適用

### 3. 最適な分析方法の提言

**IA／MS＝イオン付着型質量分析装置**

**TD－GC／MS＝熱抽出ガスクロマトグラフ質量分析**

**ICP－OES＝アルゴンプラズマ発光分光分析装置**

**3手法を物質によって使い分け**

**SVHC38物質1試料あたり80,000円**

**という低価格を実現した。**



*Open up your dreams*