

繊維製品中の防炎加工剤 (A P O) について

Analysis of Tris(1-aziridinyl)-Phosphine Oxide(APO) in Textile Finishes

大谷 倫子 立野 英嗣 小山 義夫
水木 徹生 富所 謙吉

Tomoko Ohtani Hidetsugu Tateno Yoshio Koyama
Tetsusei Mizuki and Kenkichi Tomidokoro

I はじめに

易燃性繊維製品の防炎加工は、繊維の化学加工の中でも重要な位置を占めるものである。米国では、子供用寝衣・寝具は難燃化を義務づけられているが、我が国でも、一般家庭用の繊維製品の難燃化を義務づける必要性が言われている。

一方、防炎剤の多くが、有機リン化合物やハロゲン化炭化水素であることから、それらの化合物の安全性への懸念も高まっている。

昨年10月、¹⁾ "有害物質を含有する家庭用品に関する法律"が改正され、防虫加工剤であるディルドリンと防炎加工剤であるAPOがあらたに規制された。²⁾

我々は、公定法に基づき、APOの分析法に若干の検討を加えるとともに、市販品について、実態調査を行ったので、その結果を報告する。

II 実験及び結果

1 操作

試料 1.0 g を 100 mL のフラスコに量り採り、メタノール 50 mL を加え、還流冷却器をつけ、70 °C の水浴中で 30 分間抽出する。次に、この液を G 2 ガラス濾過器を用いて濾過し、濾液のメタノールをロータリ・エバポレーターを用いて除去し、残留物をメタノール 2 mL に溶かしこれを検液とする。この検液 5 µL をガスクロマトグラフに注入

し、標準液のリテンションタイムと比較して同定する。

2 ガスクロマトグラフ条件

装置：日立 073

炎光光度型検出器 (FPD, 526 nm フィルター)

カラム：長さ 1 m, 内径 3 mm, ガラス
充填剤：1 % PEG 20 M / Gas Chrom Q (80 ~ 100 メッシュ)

カラム温度：170 °C 注入口温度：200 °C

感度：Range 10³, Attinator 64

キャリアーガス流速：N₂ 80 mL/min.

水素ガス流速：約 80 mL/min.

酸素ガス流速：約 20 mL/min.

3 公定法では、150 °C ~ 220 °C の昇温であるが APO のみを問題にする場合、恒温でも問題はないので、170 °C で操作した。

検出限界は 0.2 ppm であったが、定性でもあり、防炎加工剤として使用される場合には、多量に使われるため、1 ppm のものを使って実験を行った。

APO 1 ppm 溶液のガスクロマトグラムを図 1 に示す。

4 実験操作における回収実験

APO 1 ppm 溶液を添加し、上記操作法で得られた検液の波高より回収率を求めたところ、70 ~ 80 % であった。

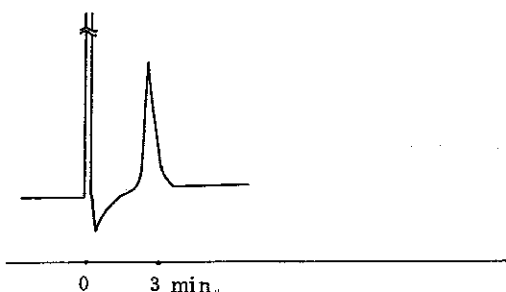


図1 APO 1 ppm 溶液のガスクロマトグラム

5. 標準液の経時変化について

APO 1 ppm溶液について経時変化を調べたが、調製後1ヶ月位のものについては、冷暗所に保存すれば変化はみられなかった。

6. 市販品26点について分析を行ったが、いずれもAPOは検出されなかった。なお、参考の為、消炎加工を施したカーテン2点（いずれも綿100%の製品ではない）についても分析を行ったところ、1点で、APOの標準液と同じリテンションタイムを持つピークが認められた為、試料をIN-HC₂で煮沸し、円形濾紙上にスポットし、6N-HC₂/20%ブタノール液を展開溶媒とし、モリブデン酸アンモニウムで発色させる方法⁴⁾で確認試験を行ったところ、リン酸イオンは認められず、APO以外のものであると思われる。

III 考察及び結語

1. 市販品を分析した結果、いずれもAPOは検出されなかった。

カーテンについては、メタノールで抽出した場合、色がかなり落ちるので、クリーン・アップの操作を加えることにより、妨害を除けることも考えられる。

2. 操作上の回収率は70~80%であったが、標準液を添加しただけなので、実際の試料の場合とは異なってくるであろう。

3. APO 1 ppm溶液について経時変化を調べたが、冷暗所に保存すれば、調製後1ヶ月位までは安定であった。

4. 試験溶液について、検液を翌日まで冷暗所に保存したものと、メタノール留去後1日放置して翌日メタノール2mlを加えて溶したものを比較したところ、メタノール留去後1日放置したものは、他方の約1/6であった。

止むを得ず、その日のうちにガスクロマトグラフにかけられないものは、検液を調製後冷暗所に保存し、翌日測定を行うのがよいと思われる。

5. 参考の為に、THPC (tetrakis (hydroxymethyl) phosphonium Chloride) についても検討を行ったが、APOの分析用のカラム (FPD) 15% QF-1, 15% OV-1, 2% DEGS + 0.5% H₃PO₄ (これらはECD) で分析を試みたがいずれの場合も良い結果が得られなかった。

今後、THPCをはじめ、種々の消炎加工剤についても検討を続けてゆきたいと思う。

IV 参考文献

- 1) 岡部龍平：繊維科学, 10, (1972)
- 2) 厚生省：家庭用品安全対策行政担当係長会議資料 (1977)
- 3) 厚生省：厚生省令第40号 (1977年)
- 4) Thomas D. Miles and Armando C. Delasanta : Analytical Chemistry, 31, 12, (1959)