

熱脱着-GC法による臭素系難燃剤の定量分析における諸条件の検討

[背景] 電機電子機器に含まれる特定有害物質の使用制限指令 (RoHS指令) の対象となる臭素系難燃剤の熱脱着

(TD)-GC法による定量分析に際しては、様々な測定パラメーターを最適化する必要がある。図1にTD-GCシステムを構成する試料導入部を示す。本報では試料導入部の重要な因子の一つである、Py-GCインターフェース (ITF) とGC注入口の最適温度の検討を行なった。

[方法] TD-GCシステムは、検出器にFIDを備えたGCのスプリット/スプリットレス注入口に加熱炉型熱分解装置 (PY-2020iD) を直結して用いた。測定試料には、ポリスチレン (PS) の10 µg/µLのTHF溶液にPSに対し約5%の濃度でDeBDEを添加した標準試料を用い、その5µLを試料カップに採取し、溶媒を乾燥させた後に測定に供した。熱脱着温度はEGA測定の結果より100→350°C (20 °C/min) とした。

[結果] Py-GC ITFとGC注入口温度を250~400°Cの各温度に設定し、TD-GC法によりPS中のDeBDEを測定した際に得られたピーク強度を図2に示す。300~370°Cでは、DeBDEのピーク強度はほぼ一定になったが、300°C以下と400°Cにおいては、ピーク強度の減少が認められた。300°C以下の温度ではDeBDEの流路内への吸着、400°CではDeBDEの熱分解がそれぞれ原因と考えられる。また、各温度におけるピーク強度の再現性について調べた結果を図3に示すが、300~370°Cでは約2%程度の良好なRSD値が得られたのに対し、ピーク強度の場合と同様の原因により300°C以下と400°Cでは再現性の低下が認められた。この結果より、Py-GC ITFとGC注入口の温度は、DeBDEの吸着を防ぎ熱分解が生じない320°C程度を最適温度とした。

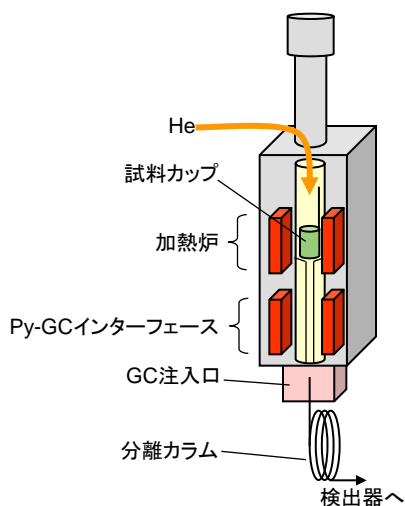


図1 Py-GCシステムの試料導入部の構成

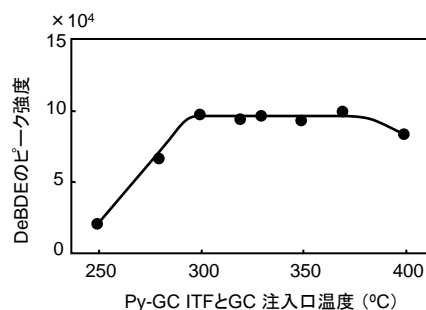


図2 Py-GC ITFとGC注入口温度のDeBDEのピーク面積への影響
加熱炉温度: 100 → 350°C (20 °C/min), 試料量: 50 µg (4.8% DeBDE含有)
分離カラム: UA-PBDE (ジメチルポリシロキサン, 長さ 15 m, 内径 0.25 mm, 膜厚 0.05 µm)
カラム流量: 1 ml/min, スプリット比: 1/50, 検出器: FID (360°C)

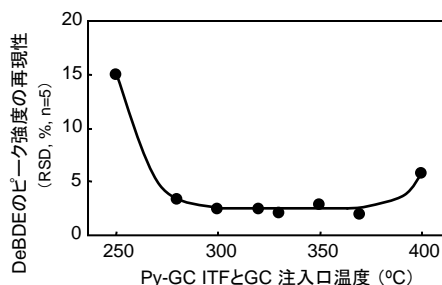


図3 Py-GC ITFとGC注入口温度のDeBDEのピーク面積の再現性への影響
分析条件は図2と同じ

A. Hosaka, C. Watanabe, S. Tsuge, *Anal. Sci.*, 2005, 21, 1145 より抜粋

Keywords: 臭素系難燃剤, RoHS指令, 熱脱着, デカブロモジフェニルエーテル

使用製品: 多機能パイロライザー, オートショット・サンプラー, Vent-free GC/MS アダプター, UA-PBDE

応用分野: 電機・電子工業, 環境分析, 高分子分析全般

関連テクニカルノート: PYA1-052, UAT-006

お問い合わせは、FAXまたはウェブサイトの問い合わせフォームをご利用ください。

研究開発・製造 **フロンティア・ラボ株式会社**
Tel: 024-935-5100 Fax: 024-935-5102
http://www.frontier-lab.com/