

熱脱着GC/MS法によるポリスチレン中の臭素系難燃剤の簡易定量分析：認証標準物質による検討

[背景] 電気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/MS法による定量分析に際しては、ポリマーの影響を考慮した条件設定が必要である。本報では、TD-GC/MS法による簡易定量分析の妥当性を検討するために、認証標準物質を用いて臭素系難燃剤の定量分析を行った。

[方法] 測定試料には、デカブロモジフェニルエーテル (DeBDE) を含有したポリスチレン (PS) の認証標準物質 (DeBDE: 317 ppm、産業技術総合研究所) および DeBDE を 200~1000 ppm 含有した PS を用いた。PS の 25 µg/µL のキシレン/ジクロロメタン (10/90) 溶液 20 µL 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。

[結果] 認証標準物質の EGA-MS 測定によるサーモグラムおよび DeBDE に特徴的な m/z 799 の選択的イオンクロマトグラム (SIM) を図 1 に示す。DeBDE は 400°C 付近まで溶出していることが分かるが、PS の熱分解生成物によるシステム汚染を極力抑制し、長期的な連続分析を可能とするために、試料の昇温上限温度を、折衷的に 340°C とする熱脱着条件とした。この熱脱着条件で認証標準物質の TD-GC/MS 測定をして得られたクロマトグラムを図 2 に示す。DeBDE の定量は、TIC ピーク面積を用いて行った。DeBDE の濃度 200~1000 ppm の範囲の検量線をもとに認証標準物質の定量分析を行ったところ、標準物質 (DeBDE: 317 ppm) に対して、347 ppm (相対標準偏差 6.1%、n=5) という良好な定量値を得た。

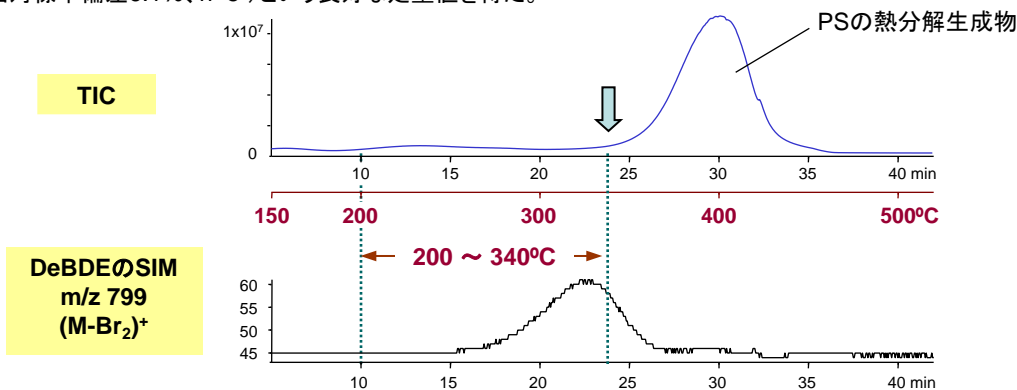


図1. DeBDE含有PS認証物質のEGAサーモグラムとDeBDEのSIM

加熱炉温度: 100-600(10°C/min), GCオープン温度: 300°C, キャリヤーガス流量: 1 ml/min, He, スプリット比: 1/20, 試料量: 500 µg

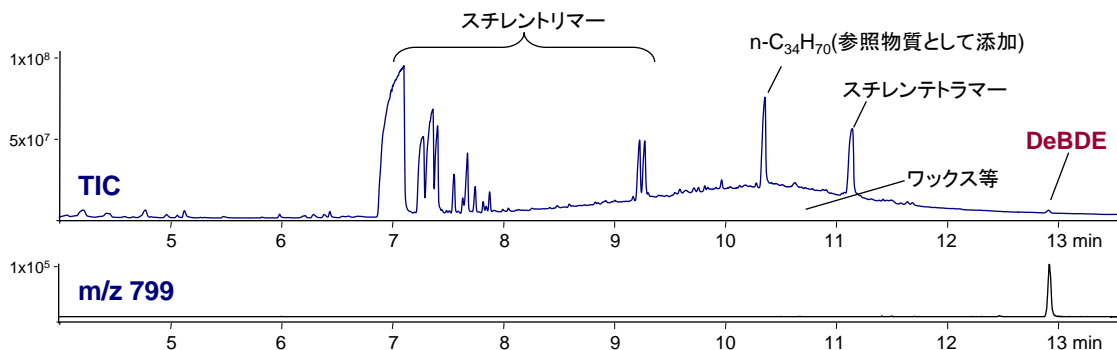


図2. TD-GC/MS法により得られた認証物質のクロマトグラム

熱脱着温度: 200-300(40°C/min)-340°C(5°C/min, 1 min), GCオープン温度: 80 - 300°C (20°C/min), 分離カラム: Ultra ALLOY-PBDE (ジメチルポリシロキサン, L=15 m, i.d.=0.25 mm, df=0.05 µm), カラム流量: 1 ml/min, He, スプリット比: 1/20, 試料量: 500 µg

論文: T. Yuzawa, et al., Anal. Sci., 24 (2008) 953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, 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 : PYA1-051, 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/>