

熱脱着GC/MSによる粘着テープ中の臭素系難燃剤の簡易定量分析

【背景】 電気絶縁用のポリエステル粘着テープ中に含まれる臭素系難燃剤の定量分析の前処理として、一般的にはソックスレー抽出法がよく用いられているが、操作が煩雑で時間を要するため、より簡便な手法として、熱脱着(TD)-GC/MS法が報告されている^{1), 2)}。ここでは、TD-GC/MS法を使用して粘着テープ中の臭素系難燃剤の定性定量分析を試みた。

【方法】 熱脱着温度条件を発生ガス分析(EGA)法により決定し、その後TD-GC/MS測定を行った。試料は2種類のポリエステル粘着テープ(Permacel社製のP286とECRW507A)を、0.5 mm径のハリスマイクロパンチャーで約70 µgを切り採り、試料カップに入れて測定に供した。含有されるDeBDEの定量値は、DeBDEの標準試料による検量線を用いて、同一条件下でTD-GC/MS測定したピーク面積との比較によって算出した。

【結果】 ポリエステル粘着テープ(P286)のEGA-MS測定(PYT-004参照)により得たサーモグラムを図1(a)に示す。DeBDEの特徴的なイオンであるm/z:799のマスフラグメントグラムから、DeBDEの揮発は約200°Cから始まり、320°C付近で最大値を示して、約350°Cで終了することが観測された。一方、基材ポリマーの熱分解は200°C付近を開始温度とし、450°C付近を終了とするピークとして観測された。この結果を勘案し、DeBDEを十分に熱脱着し、かつ素材ポリマーの熱分解の関与をできるだけ抑える条件として、200から380°Cを熱脱着の昇温範囲とした。この条件で試料をTD-GC/MS測定して得られたクロマトグラムを図2(a)に示す。13分付近にDeBDEのピークが観測され、粘着テープ中のDeBDE含有量は7.9% (n=3, RSD=2.4%)と推定された。次にECRW507Aの粘着テープについて、EGA-MS測定したサーモグラムを図1(b)に示す。m/z:799のマスフラグメントグラムでは、シグナルが観測されなかったが、テープP286と同様の熱脱着条件でTD-GC/MS測定したクロマトグラムを図2(b)に示す。13分付近にはDeBDEのピークは検出されなかったが、その代替品と推測される臭素系難燃剤である1,2-ビス(ペンタプロモフェニル)エタン(BPBPE)のピークが14分付近に観測された。以上のことから、TD-GC/MSを用いるこの方法が、粘着テープ中の臭素系難燃剤を、簡便に定性・定量分析するのに有効であることが分かった。

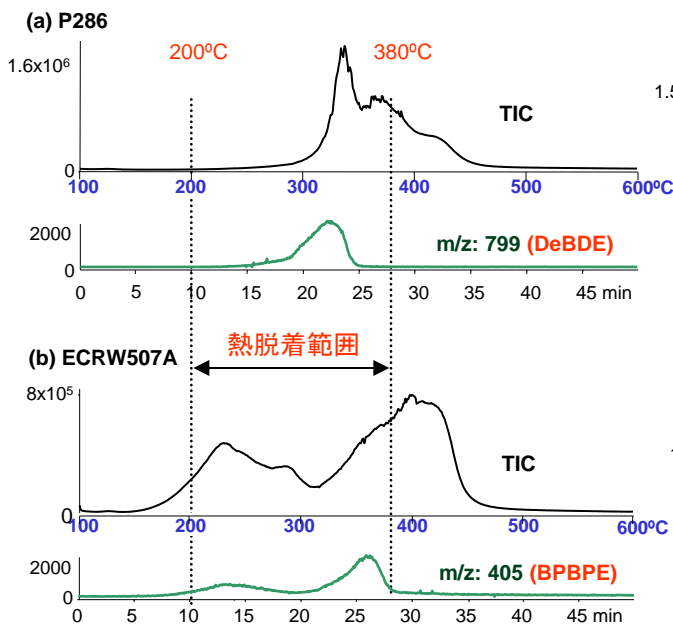


図1: (a)テープP286および(b)テープECRW507AのEGAサーモグラム
加熱炉温度:100→600°C (10°C/min), GC oven: 300°C

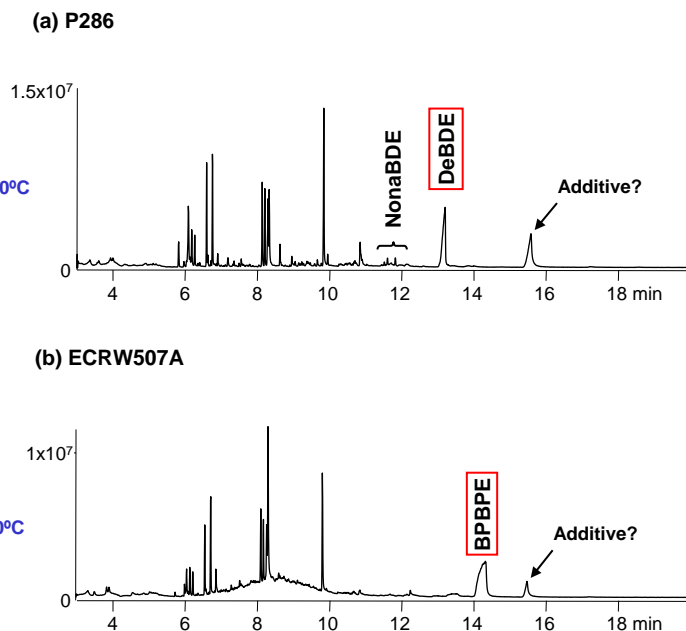


図2: TD-GC/MSによるクロマトグラム (a)テープP286、(b)テープECRW507A
加熱炉温度: 200→380°C (5°C/min), GC oven: 80→300°C (20°C/min, 6 min hold)
分離カラム: Ultra ALLOY-PBDE, L=15 m, id.=0.25 mm, df=0.05 µm

1) A. Hosaka, et al., *Anal. Sci.*, 2005, 21, 1145; 2) T. Yuzawa, et al., *Anal. Sci.*, 2008, 24, 953

Ref.: 湯沢ほか 2008年 第13回 高分子分析討論会

Keywords: 臭素系難燃剤、DeBDE、BPBPE、熱脱着、粘着テープ

使用製品: 多機能パイロライザー、マイクロパンチャー、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, PYA1-072, 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/>