

# 臭素系難燃剤の熱脱着GC/MS分析における分析条件の最適化

EGA/PY-3030Dを用いた場合のPY/GCインターフェースとGC注入口温度の検討

**【背景】** 熱分解装置を用いた熱脱着GC/MS法による臭素系難燃剤(PBDE)の分析においては、諸分析条件について詳細な検討により最適化した分析法を報告した<sup>1) 2)</sup>。しかし、この分析法は、前身機であるダブルショット・パイロライザー(PY-2020iD)を用いたものであり、熱分解装置とGC注入口の接続部の構造が大幅に改良されたマルチショット・パイロライザー(EGA/PY-3030D)では、熱分解装置とGC注入口のインターフェース(PY/GC-ITF)およびGC注入口の温度については、より低い温度で分析が可能と考えられる。これらの温度を下げることは、分析対象成分の流路内での熱分解やGC注入口用セプタムの劣化などを軽減する効果が期待されることから、本報では、これらの温度の影響について報告する。

**【方法】** 測定試料は、317 ppmのデカブロモジフェニルエーテル(DeBDE)を含有するポリスチレン認証標準物質(産総研)を用い、PY-2020iDで開発した従来法(PY ITF温度: 340°C、GC注入口温度: 320°C)と、それぞれを300°Cとした新法により測定を行い、DeBDEのピーク面積値および繰り返し測定の再現性を比較した。

**【結果】** 熱脱着GC/MS法により得られたクロマトグラムを図1に示す。DeBDEの特徴的なイオンの一つであるm/z 799のマスキロマトグラム上にDeBDEのピークが明瞭に観測される。各法で8回の繰り返し測定を行って得られたDeBDEのピーク面積値を表1に示すが、何れの方法においてもほぼ同じ面積値が得られ、相対標準偏差(RSD%)も5%以下の良好な値が得られている。この結果から、EGA/PY-3030Dを用いる場合には、PY ITF温度およびGC注入口温度は従来法よりも低い、300°Cで十分であることが分かる。

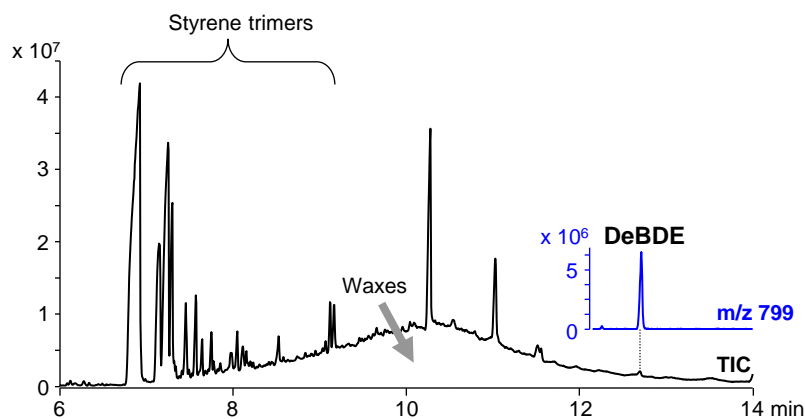


表1 各分析法によるDeBDEのピーク面積値と再現性の比較

n	従来法 <sup>1)</sup>	新法 <sup>2)</sup>
1	105222	105295
2	103226	110675
3	107656	104612
4	101563	106757
5	101622	112106
6	108631	105124
7	110670	119439
8	114883	112451
平均	<b>109557</b>	<b>106684</b>
RSD(%)	<b>4.68</b>	<b>4.39</b>

<sup>1)</sup> 従来法 : PY ITF 340°C, GC注入口 320°C  
<sup>2)</sup> 新法 : PY ITF 300°C, GC注入口 300°C

図1 熱脱着GC/MS法によるポリスチレン認証標準物質のクロマトグラム

加熱炉温度: 200-300 ( 20°C/min ) - 340°C ( 5°C/min, 1 min hold )  
 GCオープン温度: 80 - 300°C ( 20°C/min, 3 min hold )  
 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  
 キャリヤーガス流量: 1 ml/min, スプリット比: 1/20, 試料量: 500 μg

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

**Keywords:** 臭素系難燃剤、デカブロモジフェニルエーテル、RoHS指令、熱脱着GC/MS、PY/GC-ITF温度、GC注入口温度

**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:** PYA1-071、PYA1-072

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/>