

ガラス製試料カップとステンレス製試料カップの性能比較

Part 1 ポリスチレン中のデカブロモジフェニルエーテル(DeBDE)の熱脱着分析

[背景] 従来、マルチショット・パイロライザー(EGA/PY-3030D)を使用したGC/MS分析では、ステンレス製試料カップ(エコカップ)が使用されてきた¹⁾。しかし、ステンレス製試料カップでは内部を目視確認したい場合、それは困難であった。そこで、カップ内の溶液試料の注入量や分析後の残渣を容易に確認でき、ステンレス製より低価格なガラス製試料カップ(エコカップG)を開発した。本報では、熱脱着分析におけるエコカップGとエコカップの性能を比較した。試料には金属触媒作用によって分解しやすい臭素系難燃剤である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を用いた。

[方法] マルチショット・パイロライザーをGC/MSの注入口に直結したシステムを用いた。試料には317 ppmのDeBDEを含むポリスチレン(PS、産総研認証標準物質)のジクロロメタン:キシレン(9:1)溶液(25 µg/µL)を調製し、その20 µLを試料カップに採取し、溶媒を乾燥除去した後測定した。EGA-MS分析では、GCの注入口とMSを不活性化金属キャピラリー管(L=2.5 m, i.d.=0.15 mm)で直結した。熱脱着分析(TD-GC/MS)では分離カラムにUA-PBDE(L=15 m, i.d.=0.25 mm, d.f.=0.05 µm)を使用した。

[結果] DeBDEを含有するポリスチレンをEGA-MS分析して得られたEGAサーモグラム(TIC)と、DeBDEの特徴的なイオンであるm/z 799のマスキロマトグラムをFig. 1に示す。エコカップGとエコカップでほぼ同様なサーモグラムのプロフィールが得られた。さらに、TD-GC/MS分析の結果をFig. 2に示す。12分付近にDeBDEのピークが検出されたが、DeBDEから脱臭素した分解生成物は観測されなかった。また、ピーク面積の相対標準偏差RSD(n=3)は、エコカップGとエコカップでそれぞれ3.8および5.1%であり(Table 1)、いずれも良好な再現性が得られ、エコカップGはエコカップと同様にDeBDEの定量分析ができることが分かった。

DeBDE (317 ppm) 含有PS

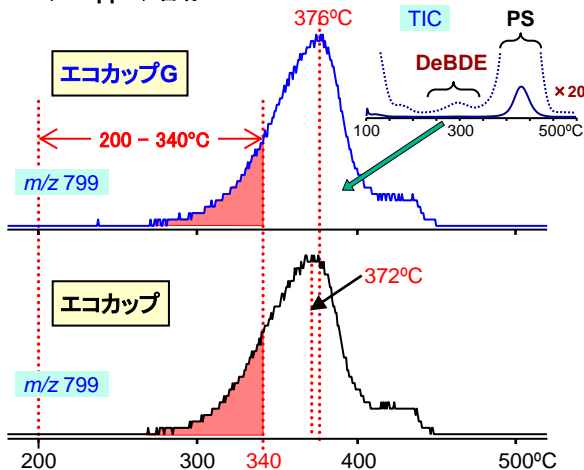


Fig. 1 DeBDE (317 ppm) 含有PSのEGAサーモグラム

Table 1 m/z 799の絶対ピーク面積とその再現性 RSD(% , n = 3)

	絶対面積	RSD (%)
エコカップG	4,992	3.8
エコカップ	5,517	5.1

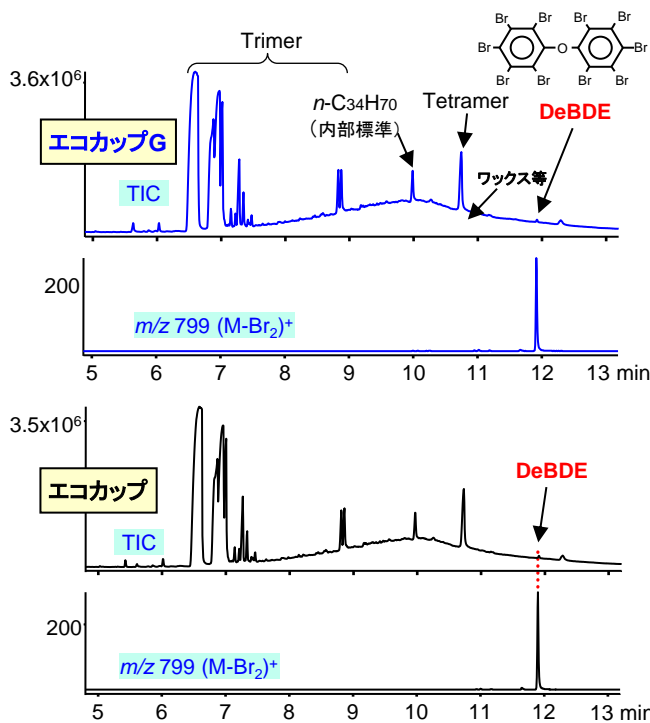


Fig. 2 DeBDE含有PSの熱脱着クロマトグラム

分離カラム: UA-PBDE (L=15 m, i.d.=0.25 mm, d.f.=0.05 µm)
TD: 200 - 340°C (20 °C/min), GC: 80 - 320°C (20 °C/min)

1) T. Yuzawa, et al., Anal. Sci., 24 (2008) 953-955 * 第17回高分子分析討論会にて発表, 石川ら 2012年

Keywords: ガラス製試料カップ, 透明, デカブロモジフェニルエーテル, DeBDE, ポリスチレン, 熱脱着分析

使用製品: 多機能パイロライザー, UA-DeBDE, Vent-free GC/MS アダプター, エコカップG

応用分野: 一般高分子分析, 熱脱着分析

関連テクニカルノート: PYA1-071, PYA1-072, PYA1-073, PYA1-075, PYA1-076, PYA1-084

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/