

熱脱着(TD)-GC/MSを用いたリサイクルポリマー中の 臭素系難燃剤の分析 (1) 定性分析

[背景] 近年の環境問題への対策の一環として、ポリマーのリサイクルが盛んに行われている。臭素系難燃剤であるポリ臭化ジフェニルエーテルやポリ臭化ビフェニルはRoHS指令(2011/65/EU)の規制対象であるが、リサイクル前後でその混入量をモニタリングすることは重要である。そこで本報では、TD-GC/MSによりリサイクル品の発泡プラスチック建材(図1)を分析し、臭素系難燃剤の有無を検討した。

[方法] 分析には、マルチショット・パイロライザー(EGA/PY-3030D)をGC注入口に直結した熱分解-GC/MSシステムを用いた。試料をカッターを用いて薄片に切り出した後、試料カップに入れて熱脱着した。揮発性成分をマイクロジェット・クライオトラップにて冷却捕集し、その後、捕集成分をGC/MSにより分離分析した。

[結果] 得られたTDクロマトグラムの全体図と50倍拡大図を図2に示す。スチレンオリゴマーのピークが主として観測された。また、汎用の臭素系難燃剤であるテトラブロモビスフェノールA(TBBPA)を始めとする、含臭素化合物6種が検出された。以上より、TD-GC/MSにより、試料に含まれる臭素系難燃剤を検出し、さらに、TDの昇温中に生成した、あるいは臭素系難燃剤がリサイクルの過程で分解・反応して生成したと推測される種々の含臭素化合物を確認した。(試料に含まれるTBBPAの定量については、テクニカルノートPYA1-096に示した。)



図1 試料の外観

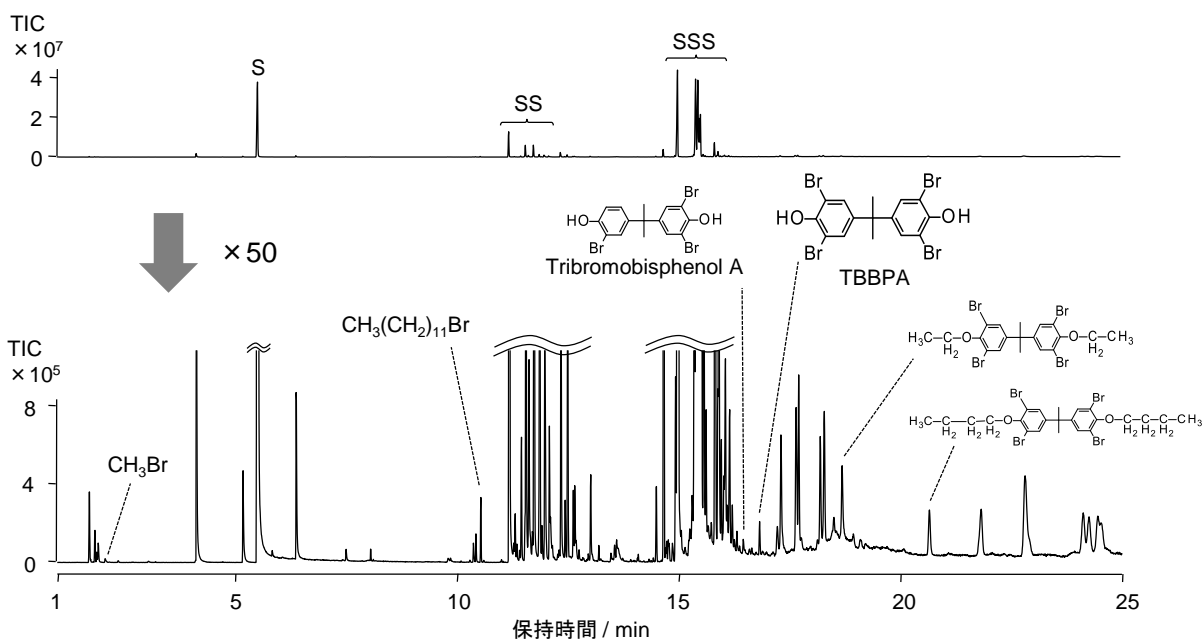


図2 試料のTDクロマトグラム

熱分解炉温度: 177 - 350°C (2 min保持, 70 °C/min), 分離カラム: UA+5 (5%ジフェニル95%ジメチルポリシロキサン, $L=30$ m, i.d.=0.25 mm, $df=0.25$ μ m), カラム流量: 1 mL/min(He), スプリット比: 1/20, GCオープン: 40(2 min) - 320°C(10 min保持, 20 °C/min), 試料量: 約1 mg, 熱脱着成分をマイクロジェット・クライオトラップにより冷却捕集。S, SS, SSSはそれぞれスチレンの単量体、二量体、三量体を表す。

参考: 塩野ら, 第23回高分子分析討論会(2018), IV-16

Keywords: リサイクルポリマー, 熱脱着-GC/MS, ポリスチレン, 臭素系難燃剤

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, マイクロジェット・クライオトラップ, ベントフリーGC/MSアダプター, UA+5, エコカップLF

応用分野: 高分子分析全般, 品質管理

関連テクニカルノート: PYA1-096, PYA1-052

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/>