

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 (2) TBBPAの定量分析

【背景】 ポリマーのリサイクル過程の中で、RoHS指令の規制対象である臭素系難燃剤の混入量をモニタリングすることは重要である。先にリサイクル品の発泡プラスチック建材をTD-GC/MSにより分析した結果、臭素系難燃剤テトラブロモビスフェノールA (TBBPA、図1) が検出されたことを報告した(テクニカルノート: PYA1-095)。本報ではその定量分析をTD-GC/MSにより行った。

【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。定量分析は標準添加法で行った。試料約25 mgをジクロロメタン/キシレン(90/10)混合溶媒1 mLに溶解し、この溶液を試料カップに20 μ L採取して溶媒キャスト法で約0.5 mgの薄膜とした。標準試料には、TBBPA約0.01 mgをメタノール1 mLに溶解し、この溶液を10 または20 μ L採取して試料の薄膜に添加した。溶媒を揮散させた後、TD-GC/MSにより分析した。

【結果】 図2にスキャンモードで得られた試料のTDクロマトグラムを示す。主としてスチレンオリゴマーのピークが観測されたが、保持時間18.8分にTBBPAのピークが確認された。しかしながらピーク強度が小さいため、定量にあたってはSIMモードで測定し、図3のTDクロマトグラムを得た。図3におけるTBBPAのピーク面積から検量線を作成し、88 ppmという定量値を得た。また、相対標準偏差は2.4%($n=3$)と良好であった。以上、TD-GC/MSによりリサイクル品の発泡プラスチック建材に含まれるTBBPAを定量できた。

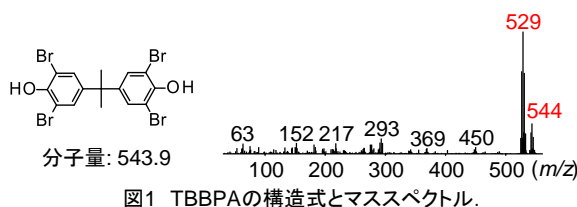


図1 TBBPAの構造式とマススペクトル。

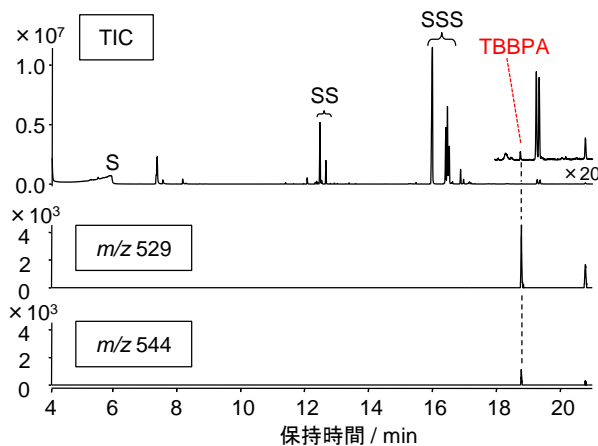


図2 スキャンモードで得られた試料のTDクロマトグラム。

熱分解炉温度: 200-300(20 $^{\circ}$ C/min)-340 $^{\circ}$ C(1 min保持, 5 $^{\circ}$ 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 mm,
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 $^{\circ}$ C(10 min保持, 20 $^{\circ}$ C/min), 試料量: 約0.5 mg
スキャン範囲: m/z 29-600, スキャン速度: 5 scans/s. 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。

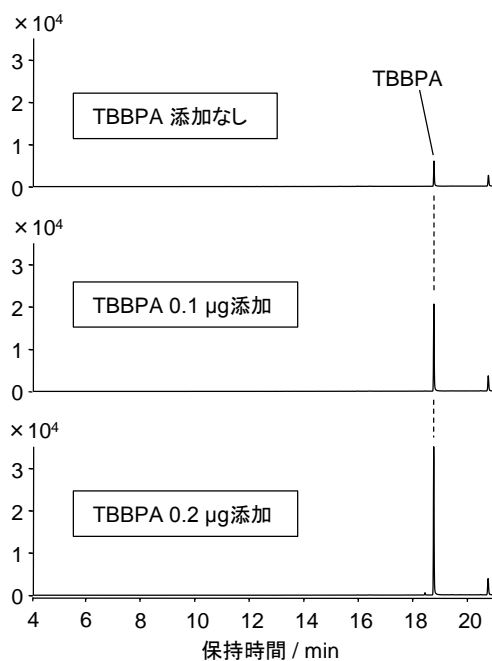


図3 SIMモードで得られた試料のTDクロマトグラム。

SIMイオン: m/z 529.0, 544.0, データ取り込み時間: 各150 msec
その他の条件は図2と同様。

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, 標準添加法

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, 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: PYA1-095, PYA1-052, PYA1-073

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/>