

発生ガス分析(EGA)-MS法によるポリブチレンテレフタレート樹脂中に含まれる赤リン難燃剤の定量分析

[背景] プラスチック製品に添加された赤リン難燃剤の定量分析において、樹脂からの赤リンの分離回収が困難であることから、前処理を行わずに樹脂と赤リンを同時に熱分解して分析する熱分解GC/MS法¹⁾およびEGA-MS法²⁾が報告されている。熱分解により赤リンはリン4量体(P₄)となり、分子イオンピーク(*m/z* 124)が強いMSスペクトルを示す(図1)。このため樹脂試料のパイログラムおよびサーモグラムからP₄ピークを容易に判別でき、ピーク面積値から赤リンの定量分析が可能である。本報では試料の昇温加熱を行うEGA-MS法を用い、ポリブチレンテレフタレート(PBT)に添加された赤リン難燃剤を定量分析した事例について紹介する。

[方法] 分析システムはマルチショット・パイロライザー(EGA/PY-3030D)をGC注入口に直結して使用した。試料は赤リン難燃剤を5.6 wt%含有するPBT樹脂を粒径50-100 μm程度に粉砕したものを試料カップ内にはかり取り、EGA-MS測定を行った。赤リン難燃剤の定量値は、*m/z* 124を抽出して得たEGAサーモグラム上のピーク面積値を用い、赤リン難燃剤標品を試料と同一条件下で測定し作成した検量線から算出した。

[結果] 赤リン難燃剤含有PBTのEGAサーモグラムを図2に示す。285-550°Cの範囲に主ピークが観測され、この平均MSスペクトルにはPBT由来のフラグメントイオンに加えてP₄の分子イオン*m/z* 124が観測された。このイオンをEGAサーモグラムより抽出したところ360-510°Cの範囲にピークが観測され、このピーク面積値と検量線から求めた試料中の赤リン難燃剤の定量値は5.9 wt%(*n*=5)であり、仕込率5.6 wt%および熱分解GC/MS法により得られた定量値 6.1 wt%に近い値が得られた。また、試料量あたりのEGAサーモグラム上のピーク面積値(*m/z* 124)の再現性はRSD=1.9%(*n*=5)と良好であった。以上の結果から、EGA-MS法により樹脂中に添加された赤リンの定量が可能であることが分かった。

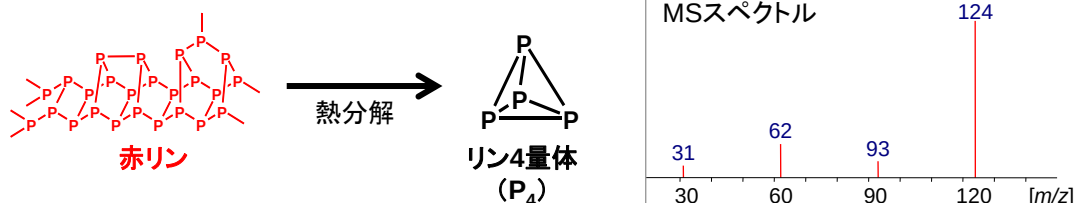


図1 赤リンの熱分解生成物とMSスペクトル

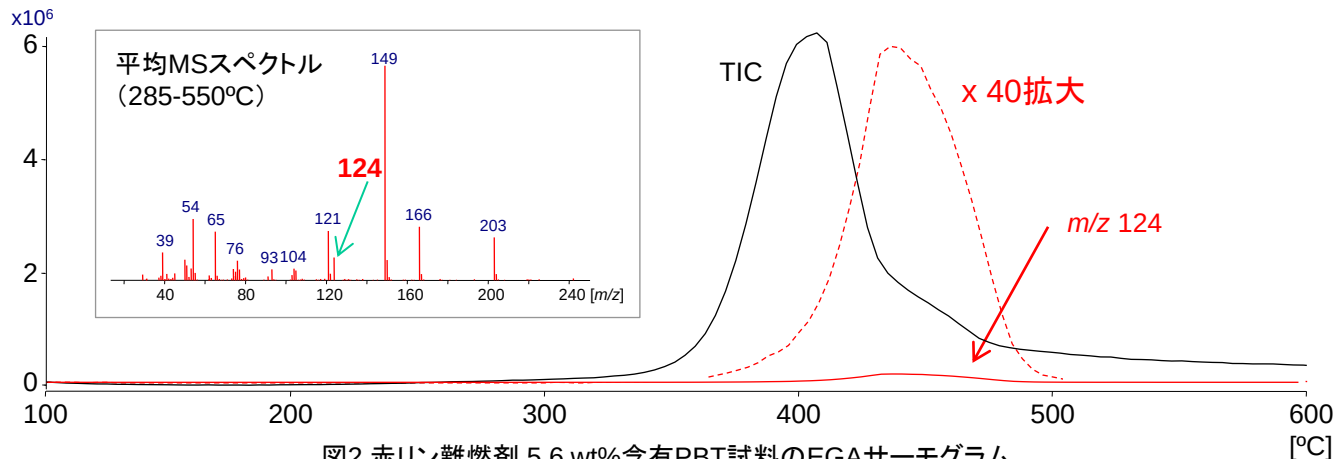


図2 赤リン難燃剤 5.6 wt%含有PBT試料のEGAサーモグラム

熱分解炉温度: 100-600°C (20 °C/min), GCオープン温度: 300°C

EGA チューブ: 不活性化金属チューブ, L=2.5 m, i.d.=0.15 mm, カラム流量: 1 mL/min He, スプリット比: 1/50, 試料量: 0.2 mg

1) M. Iida, K. Miyatake, A. Kimura, *Anal. Sci.* 2008, 24, 539-542; 2) 第20回高分子分析討論会講演要旨集、石村ら、講演番号II-17, 2015

Keywords : EGA-MS、難燃剤、赤リン、定量分析

使用製品 : 多機能パイロライザー, F-Search

応用分野 : 検査、品質管理

関連テクニカルノート :

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/>