

フェノール樹脂中に含まれる赤リンの定量分析

[背景] 電気電子製品に用いられる樹脂部品には、赤リンの含有率について基準値が設けられている場合がある。この赤リンの定量分析には、赤リンの熱分解時に生じるリン4量体を利用する熱分解-GC/MS法¹⁾および発生ガス分析(EGA)-MS法²⁾が有効である。本報では、コイル用ポビン(材質:フェノール樹脂)に含有される赤リンについて、EGA-MS法により定量分析した事例を紹介する。

[方法] 試料を粒径50-100 μm程度に凍結粉碎し、分析に用いた。また、検量線作成には市販試薬の赤リン(純度98.0%)を使用した。EGA-MS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、注入口と四重極MSを不活性化金属チューブで接続して構成した。赤リンの定量値は、リン4量体のイオン(m/z 124)を抽出したEGAサーモグラムの400-500°C間のピーク面積値を用い、赤リンを同一条件下で測定して作成した検量線($r = 0.999$)から求めた。

[結果] ポビン試料(1.15 mg)のEGAサーモグラムをFig. 1に示す。平均マススペクトルにおいて m/z 124のピークが確認された。得られたサーモグラムから m/z 124を抽出し、400-500°C間のピーク面積値と検量線から求めた本試料中の赤リンの定量値はフェノール樹脂由来の寄与を無視できると仮定した場合、0.26 wt% ($n = 3$)であり、再現性はRSD = 5.7%であった。この値は熱分解-GC/MS法¹⁾により得られた定量値0.23 wt%(RSD = 5.6%, $n = 3$)とよく一致した。以上より、EGA-MS法により赤リンの定量分析を再現性良く行うことができた。

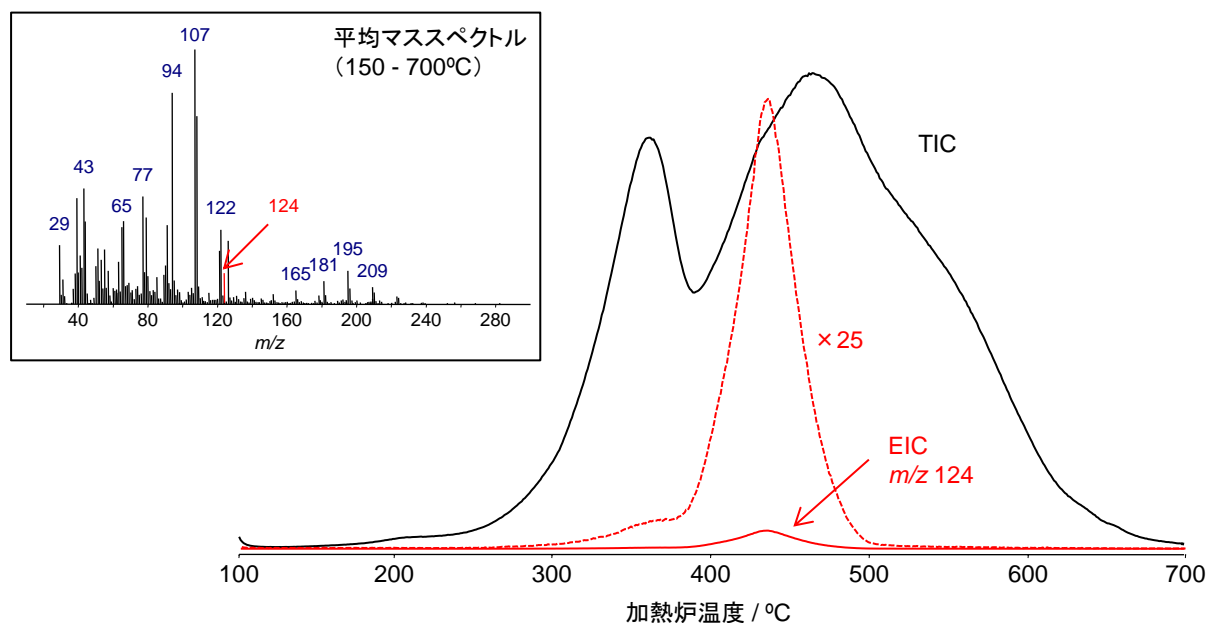


Fig. 1 ポビン試料のEGAサーモグラムおよび平均マススペクトル

熱分解炉温度: 100 - 700°C (20 °C/min), スプリット比: 1/100, GCオープン: 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, MSスキャン範囲: 29 - 600 m/z , 試料量: 1.15 mg

1) M. Iida, K. Miyatake, A. Kimura, *Anal. Sci.* 2008, 24, 539-542, 2) テクニカルノート PYA3-018

Keywords: 赤リン, 難燃剤, フェノール樹脂, EGA-MS

使用製品: マルチショット・パイロライザー, UADTM-2.5N, ベントフリーGC/MSアダプター

応用分野: 品質管理, 受入検査

関連テクニカルノート: [PYA3-018](#)

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/>