

1回反射ATR法による臭素系難燃剤のスクリーニング分析(その1)

- RoHS指令 -

Screening Analysis of Brominated Flame Retardants with ATR Accessory No.1

-RoHS Directive-

電気電子部品の各種プラスチックには数%以上の臭素系難燃剤が含まれています。この臭素系難燃剤については2006年7月に発動される欧州指令（RoHS指令）によ

て2種類が禁止物質に指定されます。そこで今回は、FTIRの付属品である1回反射ATR法を用いた臭素系難燃剤のスクリーニング分析についてご紹介します。

S.Murakami

RoHS指令

RoHS directive

RoHS指令とは2006年7月にEU加盟国によって法施行される、電気電子部品などに含まれる特定危険物質の使用制限のことで、指定される物質はPb, Hg, Cd, Cr⁶⁺、ポリプロモビフェニル (PBB), ポリプロモジフェニルエーテル (PBDE) の6種類です。この採択予定のRoHS指令によって、電気電子機器製造者はヨーロッパ市場に投入する製品中の上記の6種類の物質濃度を考慮しなければなりません（現状では濃度はまだ決まっておりませんが、臭素系難燃剤については1000ppmになると言われています）。

試料

Sample

規制の対象である臭素系難燃剤は2種類ありますが、今回はPBDEの10置換体（デカブロモジフェニルエーテル：DBDPE）を用いて分析を行ないました。Fig.2にDBDPEの構造を示します。

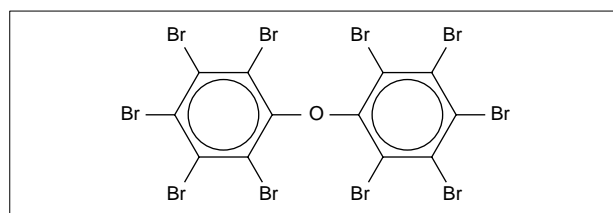


Fig.2 デカブロモジフェニルエーテル (DBDPE) の構造
Structure of decabromodiphenylether

測定方法

Measurement method

測定にはFTIRの付属品である1回反射ATR付属装置（DuraSampIR-IIシステムI）を用いました（Fig.1参照）。測定の際には目的となるプラスチック片をプリズムに直接押し当てて分析します。分析条件はTable1に示します。

測定に用いた試料は5wt%のDBDPE含有ポリスチレンです。通常のプラスチックの場合、ppmオーダーの難燃剤が含まれていても難燃効果は得られません。5~10wt%程度の難燃剤が含まれて初めて難燃効果が得られるため、今回の試料は5wt%に調製しました。

またもう1種類の難燃剤であるPBBについては、日本国内での使用がありませんので、今回は省略します。

Table 1 分析条件
Analytical conditions

Resolution	: 4.0cm ⁻¹
Accumulation	: 20
Detector	: DLATGS

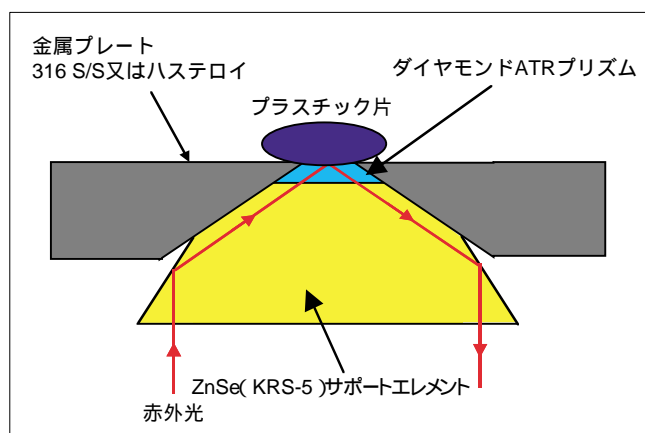


Fig.1 1回反射ATR付属装置（DuraSampIR-II）の外観
Overview of DuraSampIR-II

電化製品に使用されているプラスチックのスペクトル

Spectra of plastic in electronic products

Fig.3にはポリスチレン, DBDPE, そして5wt%DBDPE含有ポリスチレン (PS) のスペクトルを示しました。

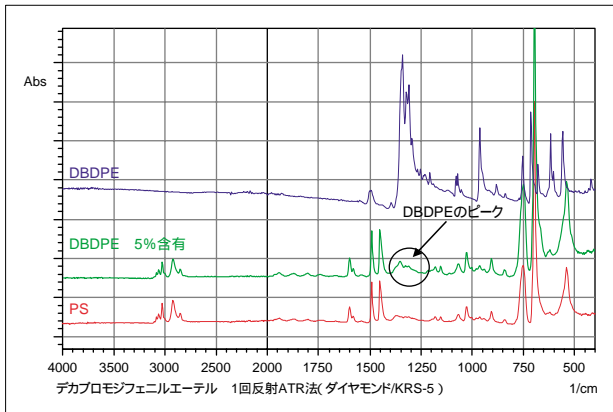


Fig.3 5wt%のDBDPE含有ポリスチレンのスペクトル
Spectra of polystyrene doped with 5wt% DBDPE

5wt%のDBDPEを含んだ場合, 1350 cm^{-1} 付近のDBDPEのピークがPSのピークに重なって出現していることが分かります。

マクロプログラムによる判定方法

Judgement in macro program

測定したスペクトルに対して, マクロプログラムによって臭素系難燃剤の有無を判定した結果をFig.4に示しました。測定に用いた試料はテレビ部品です。このプログラムによって, 測定した試料はDBDPE含有PSと判定されました。このプログラムを用いることによって, 測定判定印刷までの一連の操作を自動化することが可能となります。

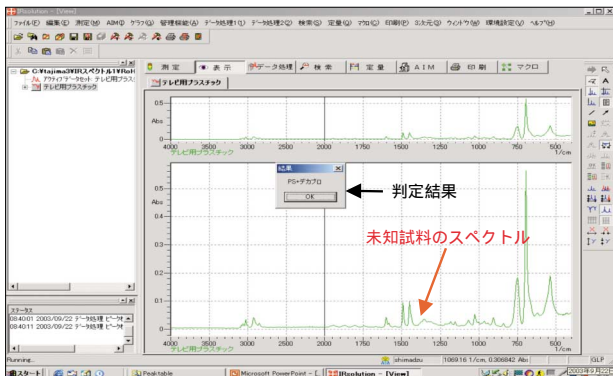


Fig.4 マクロプログラムによる判定結果例
Example of judgement in macro program

低濃度 (ppmオーダー) における臭素系難燃剤分析

Analysis of brominated flame retardants in case of concentration in ppm order

今回ご紹介したように, FTIRを用いることによって%オーダーの臭素系難燃剤の分析は可能になります。しかしながらppmオーダーの分析についてはFTIRではなく, ガスクロマトグラフ質量分析装置 (GC/MS) を使用して分析可能となります。Fig.5には0.1wt%DBDPE含有ポリスチレン (PS) のマススペクトルを示しました。

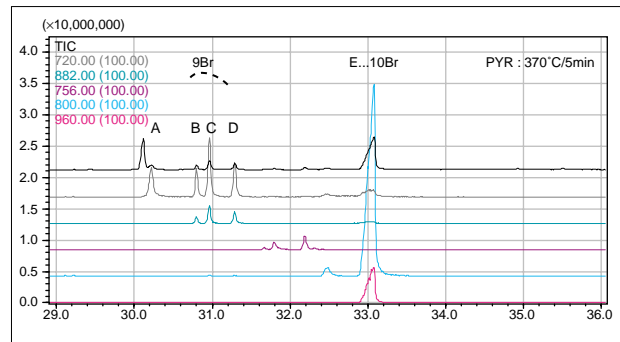


Fig.5 0.1wt%DBDPE含有ポリスチレン (PS) のマススペクトル
Mass spectra of polystyrene doped with 0.1wt% DBDPE

Fig.5を見ると, 1000ppmのDBDPEも感度良く検出されていることが分かります (図中のピークE)。但しこの手法では熱抽出を行なっているため, 難燃剤の一部が分解して9置換体になって検出されています (図中のピークB, C, D)。

このようにFTIRとGCMSを使用することによって, 電気電子部品中の臭素系難燃剤分析が可能となります。スクリーニングの観点からはFTIRの方が適していますが, 精密分析の観点からは溶媒抽出GC/MSが適していると思われれます。GC/MSによる詳細な分析については『発生ガス分析法による臭素化難燃剤の分析』(アプリケーションニュースNo.M222) を参照下さい。