

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2)

- RoHS指令 -

Screening Analysis of Brominated Flame Retardants with ATR Accessory No.2

-RoHS Directive-

『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』では、ポリスチレン中の%オーダーのデカブロモジフェニルエーテル(DBDPE、もしくはデカ-BDE)の有無判定が可能であることをご紹介しま

したが、今回はプラスチック中に添加剤が混入されている場合や、オクタブロモジフェニルエーテル(オクタ-BDE)の場合のスペクトルや判定結果についてご紹介します。

S.Murakami

添加剤の影響

Influence of additives

一般的に、プラスチック中に添加されるものとしては炭酸カルシウム(CaCO₃)があります。これを添加することによってコストを下げる効果があるため、このようなプラスチックは頻繁に見かけます。そこで今回はポリスチレン中に添加剤としてCaCO₃を40wt%添加した試料を作製し、臭素系難燃剤の有無の判定が可能かどうか確認してみました。Fig.1にはCaCO₃を40wt%添加したポリスチレンのスペクトルを示しました。

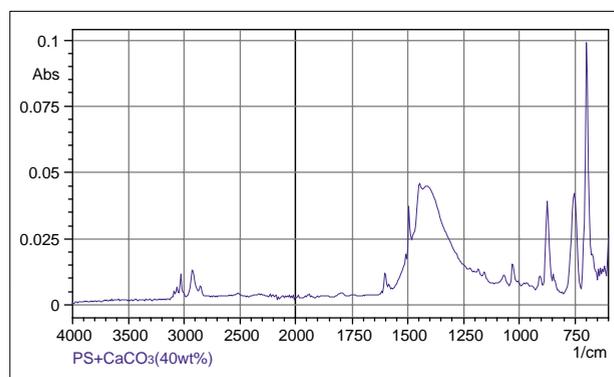


Fig.1 CaCO₃を40wt%添加したポリスチレンのスペクトル
Spectrum of polystyrene blended with 40wt% CaCO₃ as an additive

Fig.1を見ると、1400cm⁻¹付近にCaCO₃の非常に大きいピークが存在していることが分かります。この試料に臭素系難燃剤として5wt%のデカ-BDEを混ぜた試料も作製し、同様にスペクトルを測定しました。得られたスペクトルとFig.1の重ね書きをFig.2に示しました。赤線がデカ-BDE含有、青線が非含有(Fig.1)のスペクトルです。また挿入図は1750~1050cm⁻¹の波数範囲の拡大図です。

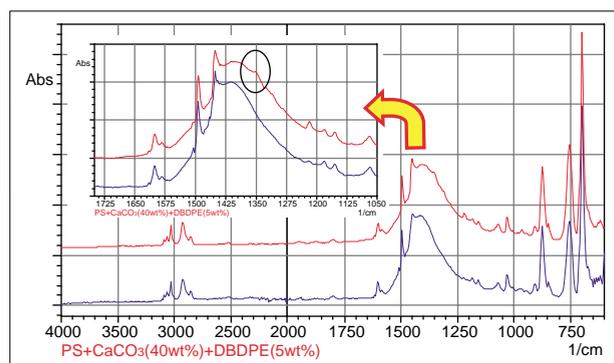


Fig.2 デカ-BDE含有PS/CaCO₃のスペクトル
Spectra of PS/CaCO₃ doped or undoped with deca-BDE

Fig.2の挿入図を見ると、デカ-BDE含有のスペクトル(赤線)には1350cm⁻¹付近に微小ではありますがピークが確認できることが分かります。このスペクトルを臭素系難燃剤判別ソフトを用いて判定した結果をFig.3に示します(Fig.3では、デカ-BDEをPBDEという名称にしています。この表記はお客様でご自由に変えることが可能です)。

このように、添加剤が含有されていても臭素系難燃剤の有無の判定が可能であることが分かりました。またこの臭素系難燃剤判別ソフトを用いることによって、上記のような非常に微小なピークの場合にでも判別が可能であることが同時に分かりました。

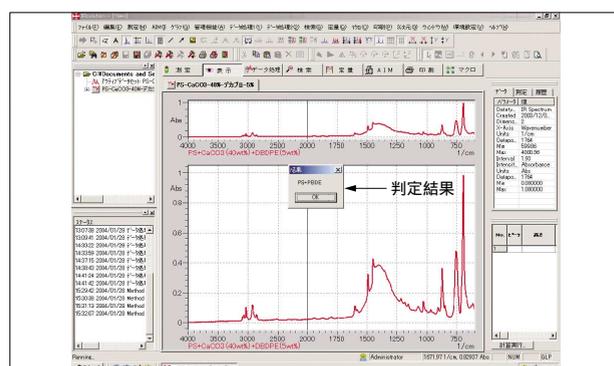


Fig.3 デカ-BDE含有PS/CaCO₃の判定結果
Judgement in macro program of PS/CaCO₃ doped with deca-BDE

オクタブロモジフェニルエーテル含有ABSの場合

In the case of ABS doped with octabromodiphenylether

『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-』では臭素系難燃剤としてデカブロモジフェニルエーテル(デカ-BDE)含有のポリスチレンをご紹介しましたが、今回はその他のPBDE(ポリジブロモジフェニルエーテル)としてオクタ-BDEを含有したABSについてご紹介します。まずオクタ-BDEについて少し触れておきます。

一般に市販されているオクタ-BDEはペンタ、ヘキサ、ヘプタ、ノナ、そしてデカ-BDEとの混合物となっており、その平均混合比はTable 1の通りです。

またオクタ-BDEは以前はABSもしくはPSの難燃剤として使用されることが多かったのですが、2000年を最後に需要がゼロになっています。しかしながらRoHSで規制がかかる以上、このような試料の確認が必要です。そこでオクタ-BDE含有試料の測定を行ないました。まず試料の確認のため、ガスクロマトグラフ質量分析装置(GCMS-QP2010)を用いて測定したマススペクトルをFig.4に示します。

Fig.4を見ると、ヘプタ-BDEの含有量が最も多く、またTable 1の成分比と類似していることから、この試料にはオクタ-BDEが含有されていることがわかります。そこでFTIRによってこの試料のスペクトルを測定し、得られたスペクトルをFig.5に示しました。併せてFig.5にデカ-BDE含有ABSおよびABSのみのスペクトルも示しました。

Fig.5を見ると、オクタ-BDEの場合にもデカ-BDEとほぼ同様の位置に難燃剤に起因したピークが現れていることがわかります。そこで判別ソフトを用いて判定を行ないました。判定結果をFig.6に示します。

Fig.6を見ると分かるように、オクタ-BDE含有試料においても臭素系難燃剤判別ソフトが使用可能ということがわかりました。但しこのソフトではオクタ-BDEとデカ-BDEの区別はできませんので、区別したい場合にはガスクロマトグラフ質量分析装置をご使用ください。

Table 1 オクタ-BDEの成分比
Component ratio of octabromodiphenylether

ペンタ-BDE	0.5% 以下
ヘキサ-BDE	12% 以下
ヘプタ-BDE	45% 以下
オクタ-BDE	33% 以下
ノナ-BDE	10% 以下
デカ-BDE	0.7% 以下

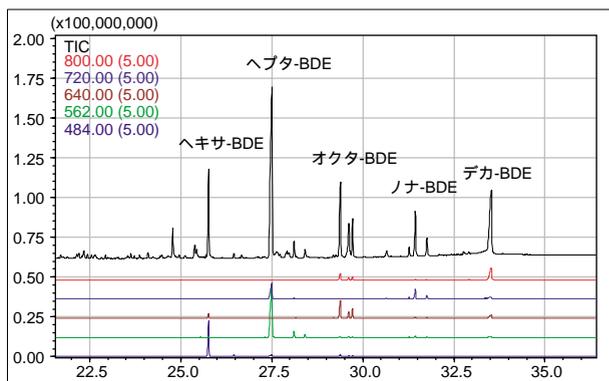


Fig.4 オクタ-BDE含有ABSのマススペクトル
Mass spectra of ABS doped with octa-BDE

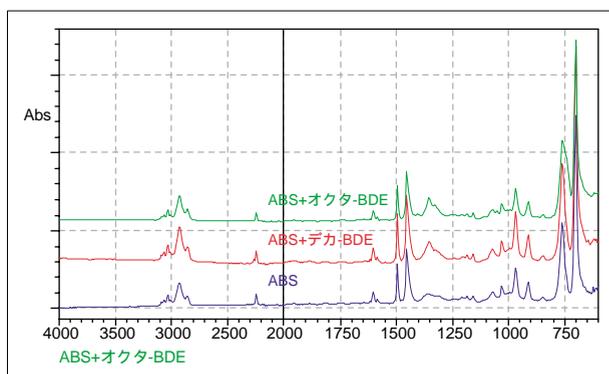


Fig.5 オクタおよびデカ-BDE含有ABSのスペクトル
Spectra of ABS doped with octa- and deca-BDE

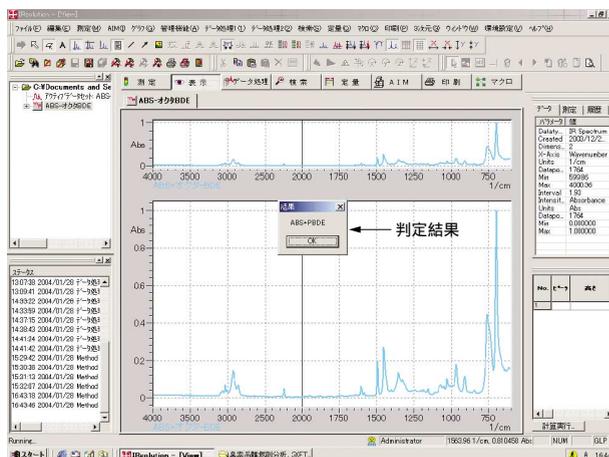


Fig.6 オクタ-BDE含有ABSの判定結果
Judgement in macro program of ABS doped with octa-BDE