

## GPC/GC-ECD による臭素系難燃剤の分析

### Analysis of Brominated Flame Retardants by GPC/GC-ECD

2006年7月にEU（欧州連合）で施行予定のRoHS（Restriction on Hazardous Substances）指令では電機・電子部品に含まれる特定危険物質として鉛、水銀、カドミウム、六価クロムと臭素系難燃剤の一部（ポリプロモビフェニール、

ポリプロモジフェニルエーテル）が規制対象となります。ここではGPC/GC-ECDを用いたプラスチック中臭素系難燃剤の分析例をご紹介します。

N.Kobayashi

#### GPC/GC-ECD

##### GPC/GC-ECD

GPC/GCではGPCでポリマーと添加剤を予め分離した後、添加剤のみをオンラインで分取し、PTVを装着したGCに導入して添加剤の分析を行うことが可能です。また、GCの検出器としてECDを用いれば臭素系難燃剤のようにハロゲンを含む添加剤を選択的に高感度で検出できます。

#### ポリスチレン(PS)の分析

##### Analysis of Polystyrene

Fig. 1 にポリスチレンペレットにデカプロモジフェニルエーテル（Deca-BDE）と日本国内で使用量の多いテトラプロモビスフェノールA（Tetra-BBA）を5wt%相当添加し、分析したクロマトグラムを示します。分析条件はTable 1 に示しました。なお、クロマトグラム上で検出されているNona-BDEはDeca-BDEに不純物として含まれているものです。

Table 1 分析条件  
Analytical Conditions

[GPC]	
Instrument	: LC-10A system
Column	: Shim-pack GPC-80M (300mm × 8.0mm I.D.)
Mobile Phase	: THF
Flow Rate	: 1.0mL/min.
Column Temp.	: 40°C
Detector	: SPD-10A (254nm)
Effluent Split Ratio	: 2/11
[GC]	
Instrument	: GC-17A AFw + ECD-17 + PTV
Column	: Ultra ALLOY-1(HT) (30m × 0.25mm I.D. df:0.1μm)
Column Temp.	: 55°C(5min.)-20°C/min.-340°C(14min.)
Carrier Gas	: He 85kPa Flow Rate : 1mL/min. (55°C)
Split Ratio	: 1/100
PTV Packing Material	: Chromosorb W (AW, DMCS)
PTV Temp	: 64°C(1min.)-30°C/min.-95°C(1min.) -250°C/min.-340°C(29min.)
Detector	: ECD
Detector Temp.	: 340°C
Make up Gas	: N <sub>2</sub> 75kPa

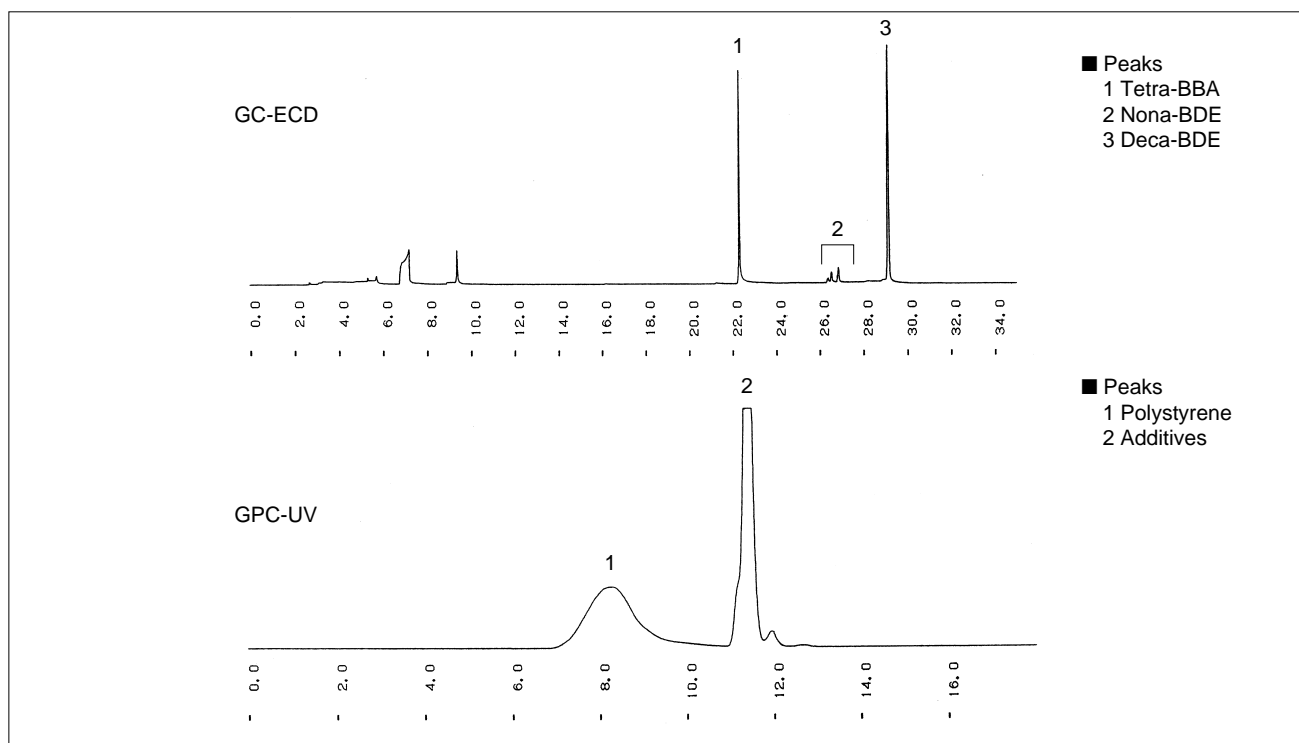


Fig.1 Deca-BDEとTetra-BBAを添加（各5wt%相当）したポリスチレンの分析  
Analysis of Polystyrene which added Deca-BDE and Tetra-BBA (5 wt % each)

## ABSの分析

### Analysis of ABS

Fig.2にABSペレットのクロマトグラムを示します。試料はTHFに溶解（5mg/mL）させた後、0.45  $\mu$ mの非水系メンブレンフィルターにてろ過し5  $\mu$ L注入しました。

この試料では難燃剤としてDeca-BDE以外にもHexa-BDE, Hepta-BDE, Octa-BDE, Nona-BDEが含まれていました（GC/MSにて確認）。

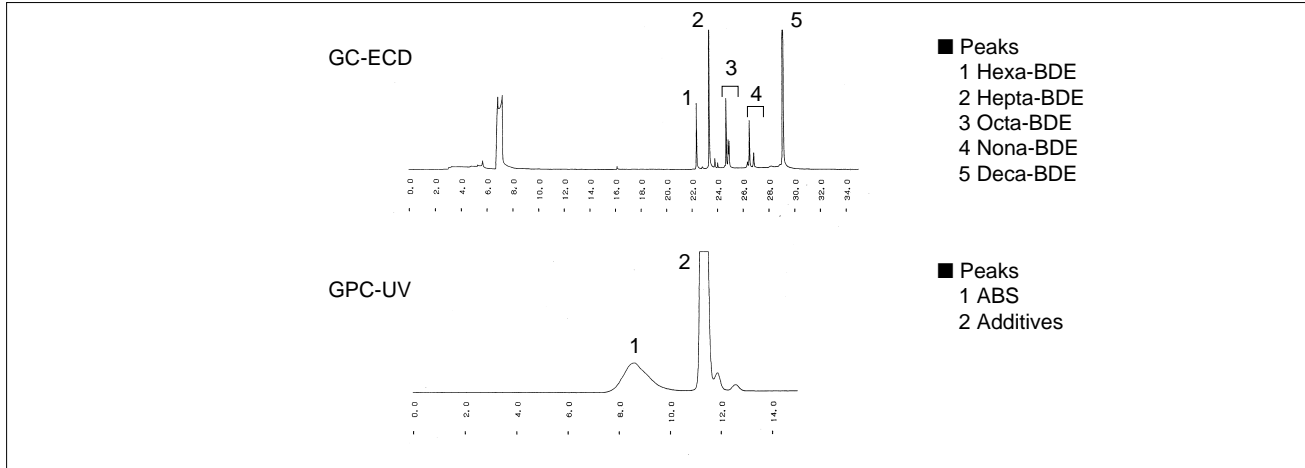


Fig.2 ABSの分析  
Analysis of ABS

## ポリプロピレン (PP) の分析

### Analysis of Polypropylene

ポリプロピレン (PP) はGPCで通常移動相として使用するTHFやクロロホルム等に溶解しないため、*o*-ジクロロベンゼンにて加熱溶解させます。Fig.3にPP試料の前処理の一例を示しました。試料に*o*-ジクロロベンゼンを加え、150  $^{\circ}$ Cにて1~2時間加熱溶解させます。その後、室温にて静置するとPPが析出し(上層)*p*-ジクロロベンゼン(下層)と分離します。添加剤を含む下層を採取して適宜THFにて希釈し、0.45  $\mu$ mの非水系メンブレンフィルターにてろ過して注入します。Fig.4にポリプロピレンのクロマトグラムを示します。この試料では難燃剤としてDeca-BDEとその不純物と思われるNona-BDEが含まれていました。

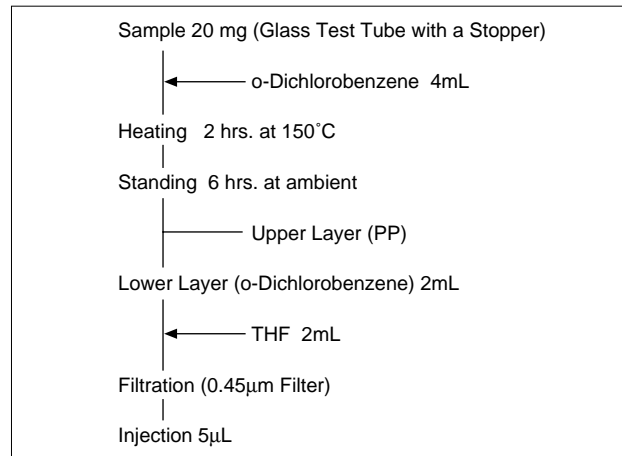


Fig.3 ポリプロピレン試料の前処理例  
Preparation of Polypropylene Sample

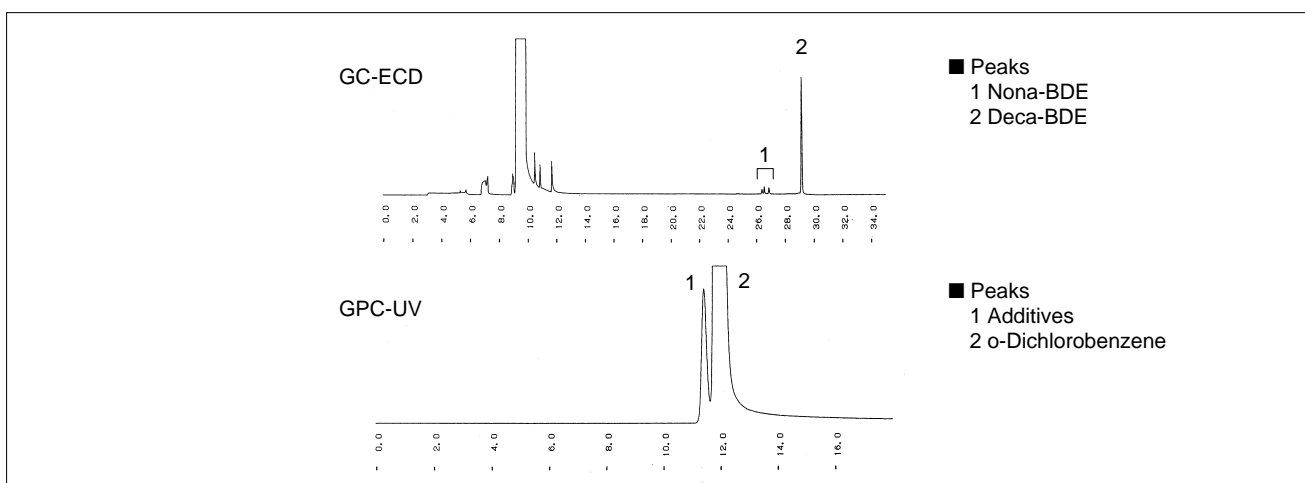


Fig.4 ポリプロピレンの分析  
Analysis of Polypropylene