

燃焼-イオンクロマトグラフシステムによる ポリフェニレンスルフィド樹脂中ハロゲンの分析

Analysis of Harogen in Polyphenylene Sulfide Resin by Combustion-Ion Chromatograph System

近年、半導体関連分野や合成樹脂分野において、日本国内でもハロゲンフリーに関係するJISや各種業界規格が作成され、研究開発、品質管理の現場においても、材料中のハロゲン分析が行われるようになっていきます。

樹脂中のハロゲン分析においては、石英管内で試料を燃焼分解させ、発生したハロゲンを含む燃焼ガスを吸収液で

捕集し、イオンクロマトグラフで分析する燃焼-イオンクロマトグラフシステムが有効です。

ここでは、市販ポリフェニレンスルフィド (PPS) 樹脂中ハロゲンの燃焼-イオンクロマトグラフシステムによる分析例をご紹介します。

A. Ieuji

■燃焼-イオンクロマトグラフシステム Combustion Ion Chromatograph System

試料の燃焼と分析は、石英管内部で試料を燃焼分解させる石英管式燃焼装置 (Fig. 1) とイオンクロマトグラフを接続した燃焼-イオンクロマトグラフシステムにより行いました。

試料は石英管に清浄空気またはAr/O₂混合ガスを通しながらヒーターにより約1000℃に加熱し、完全燃焼させました。発生したガスを吸収液で捕集し、この吸収液をイオンクロマトグラフで自動分析しました。本システムを用いることにより、コンタミネーションを低減することができます。

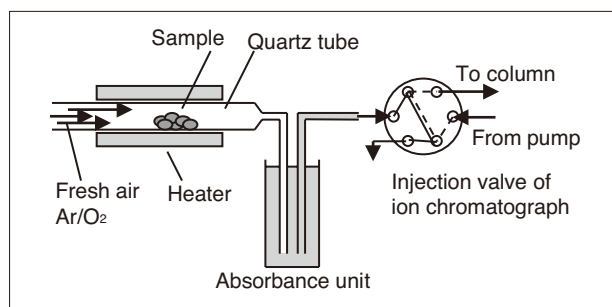


Fig. 1 石英管式燃焼装置 (模式図)
Combustion Device-Quartz Tube Type

■標準試料の分析 Analysis of Standard Sample

Fig. 2に、燃焼-イオンクロマトグラフ分析で使用した標準試料 (C₁₂H₈O₂NFCIBrS, Nac-st1*) の構造式とハロゲン含有率を示します。

Fig. 3に、この標準試料を次頁Table 2の燃焼条件で燃焼させ、発生した燃焼ガスを捕集した吸収液を分析した結果を示します。イオンクロマトグラフの分析条件は、Table 1に示します。

*N-(2'-bromo-4'-fluorophenyl)-4-chlorobenzenesulfonamide
(東京都立産業技術研究センター製)

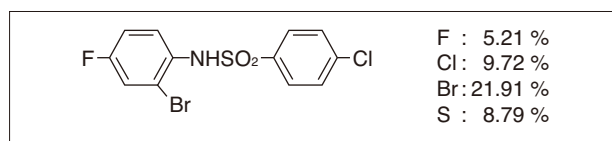


Fig. 2 標準試料(Nac-st1)の構造
Structure of Standard Sample(Nac-st1)

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack IC-SA2 (250 mm L. × 4.0 mm I.D.)
Mobile Phase	: 12 mmol/L Sodium bicarbonate 0.6 mmol/L Sodium carbonate
Flow Rate	: 1.0 mL/min
Column Temp.	: 30 °C
Detection	: CDD-10A _{SP} (Suppressor)
Injection Volume	: 50 μL

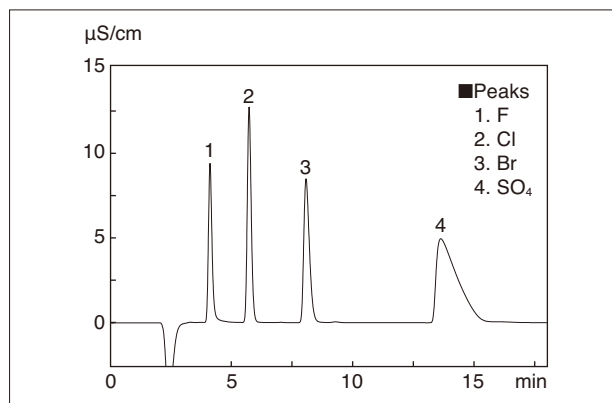


Fig. 3 標準試料(Nac-st1)のクロマトグラム
Chromatogram of Standard Sample(Nac-st1)

■ポリフェニレンスルフィド樹脂の分析

Analysis of Polyphenylene Sulfide Resin

ポリフェニレンスルフィド (PPS) (Fig. 4) は、ベンゼン環をSで架橋したエンジニアリングプラスチックの一種で、200 °Cの温度で連続使用可能なことから多方面で利用されています。PPSには分子構造上ハロゲンが存在しませんが、合成原料に由来するハロゲンが最終製品に残存することが考えられます。

また、PPSを使用した市販の製品には製品改質上、各種添加剤が加えられるため、同じPPSを主原料にしながらもハロゲン含有量に違いが生じます。

市販PPS製品AおよびPPS製品Bの各数十mgを各々Table 2, Table 3に示す燃焼条件で燃焼させました*。

Fig. 5, Fig. 6に、製品Aおよび製品Bからの発生ガス吸収液を分析した際のクロマトグラムを示します。また、得られたPPS製品AおよびPPS製品Bのハロゲン含有量をTable 4にまとめました。

Table 2 燃焼条件1 (PPS製品A)
Combustion Conditions 1 (for PPS Product A)

Combustion Furnace	: 950~1000 °C
Flow Gas	: Air
Absorption Liquid	: Pure H ₂ O
Equipment (Yanaco)	
Combustion	: SQ-5
Absorption	: HSU-35

Table 3 燃焼条件2 (PPS製品B)
Combustion Conditions 2 (for PPS Product B)

Combustion Furnace	: 900~1000 °C
Flow Gas	: Ar/O ₂
Absorption Liquid	: Pure H ₂ O (I.S. : Internal Standard : PO ₄)
Equipment (Mitsubishi Chemical Analytech)	
Combustion	: AQF-2100H
Absorption	: GA-210

Table 4 ハロゲン含有量
Content of Halogens

	PPS Product A	PPS Product B
F	1024	126
Cl	1173	792

Unit: mg/kg

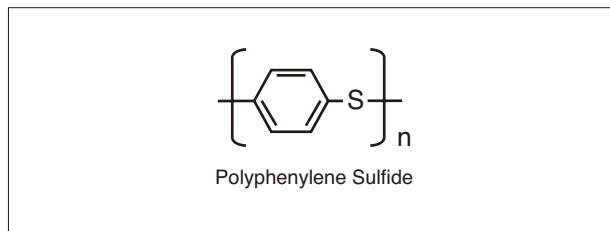


Fig. 4 ポリフェニレンスルフィドの構造式
Structure of Polyphenylene Sulfide

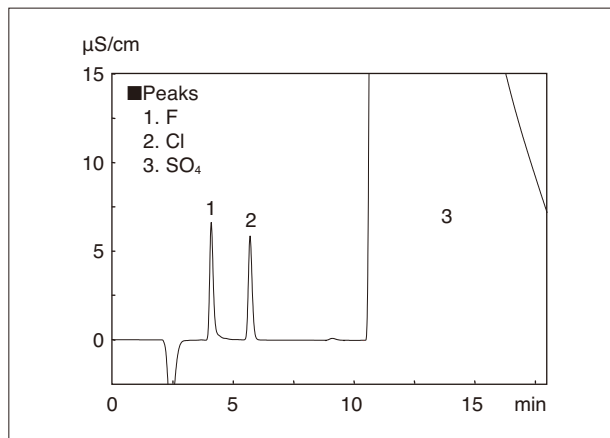


Fig. 5 PPS製品Aのクロマトグラム
Chromatogram of PPS Product A

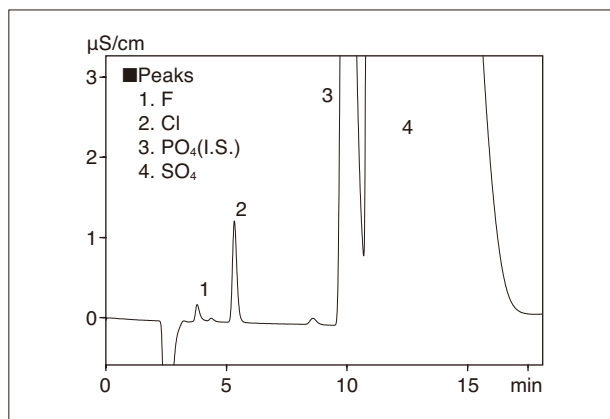


Fig. 6 PPS製品Bのクロマトグラム
Chromatogram of PPS Product B

*PPS製品の燃焼には、株式会社ヤナコ機器開発研究所様ならびに株式会社三菱化学アナリテック様にご協力いただきました。

初版発行：2011年1月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎0120-131691 (携帯電話不可)
●携帯電話専用番号 (075) 813-1691

*本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。