

Application
Data Sheet

No.66

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

熱分解-GC-MSを用いた同一分析条件による
臭素系難燃剤とフタル酸エステル類の分析 (3)
- HBCDDの分析例 -

Analysis of Brominated Flame Retardants and Phthalate Esters Under the Same Conditions Using a Pyrolysis GC-MS System (3) - HBCDD -

近年、RoHS指令対象化合物であるPBBs、PBDEsの他にフタル酸エステル類や規制対象外の臭素化難燃剤(テトラブロモビスフェノールA、ヘキサブロモシクロドデカン、ビス(ペンタブロモフェニル)エタンなど)に関しても分析の要望が増えつつあります。特にヘキサブロモシクロドデカン(HBCDD)はREACHの認可物質リストに設定されており、RoHS指令(2011/65/EU)でも将来的に対象化合物に設定される可能性があります。本アプリケーションデータシートではマルチショットパイロライザーEGA/PY-3030DとGCMS-QP2010 Ultraを用いた同一分析条件による臭素系難燃剤とフタル酸エステル類の分析のうち、HBCDDの分析結果を紹介します。

分析条件

ヘキサブロモシクロドデカンはトルエンで溶解して100 µg/mLの標準溶液を作成しました。ポリスチレンはジクロロメタン:キシレン(9:1)混合溶液で溶解し、25 mg/mLのポリスチレン溶液を作成しました。測定試料はエコカップLFにポリスチレン溶液を20µL (0.5 mg)とヘキサブロモシクロドデカン標準溶液を5 µL (0.5 µg)添加後、乾固しました。測定モードはScanとSIMを同時に測定できるFASSTを使用しました。Table 1に分析条件を、Fig. 1にSIM測定プログラムを示します。

Table 1 分析条件

熱分解装置	:マルチショットパイロライザー EGA/PY-3030D		
GC-MS	:GCMS-QP2010 Ultra		
カラム	:Ultra ALLOY-PBDE [長さ 15 m, 0.25 mm I.D., df = 0.05 µm]		
[Pyrolyzer]			
熱分解炉温度	:200 °C→(20 °C/分)→300 °C→(5 °C/分)→340 °C(1分)		
インターフェース温度	:Manual (300 °C)		
[GC]			
気化室温度	:320 °C	[MS]	インターフェース温度 :320 °C
カラムオープン温度	:80 °C→(20°C/分)→300 °C(5分)	イオン源温度	:230 °C
注入モード	:スプリット	溶媒溶出時間	:0.5分
キャリアガス	:He	チューニングモード	:通常
制御モード	:線速度一定 (52.1cm/秒)	測定モード	:FASST (Scan/SIM同時測定)
パージ流量	:3.0 mL/min	Scan質量範囲	:m/z 50-1000
スプリット比	:50	Scanイベント時間	:0.15秒
		Scanスピード	:10,000 u/秒
		SIMモニタリングm/z	:Fig. 1 参照
		SIM イベント時間	:0.3秒
		SIM マイクロスキャン幅	:0.5 u

1分	グループ1 (m/z チャンネル数: 21)	10分	グループ2 (m/z チャンネル数: 11)	16分
	Tetra-BDE (m/z 325.9, 483.7)		Hexa-BDE (m/z 483.7, 641.5)	
	Penta-BDE (m/z 403.8, 563.6)		Hepta-BDE (m/z 563.6, 721.4)	
	Hexa-BDE (m/z 483.7, 641.5)		Octa-BDE (m/z 641.5, 801.3)	
	Hepta-BDE (m/z 563.6, 721.4)		Nona-BDE (m/z 719.4, 721.4)	
	Tetrabromobisphenol A [TBBPA] (m/z 528.7, 543.7)		Deca-BDE (m/z 799.3, 801.3)	
	Hexabromocyclododecane [HBCDD] (m/z 319.1, 560.6)		Deca-BB (m/z 941.3, 943.3)	
	Diisobutyl phthalate [DIBP] (m/z 149.0, 205.1, 223.1)		Bis(pentabromophenyl)ethane [BPBPE]	
	Di-n-butyl phthalate [DIBP] (m/z 149.0, 205.1, 223.1)		(m/z 484.5, 969.2)	
	Benzylbutyl phthalate [BBP] (m/z 91.0, 149.0, 206.1)			
	Bis(2-ethylhexyl) phthalate [DEHP] (m/z 149.0, 167.0, 279.1)			
	Di-n-octyl phthalate [DOP] (m/z 149.0, 261.1, 279.1)			
	Di-isononyl phthalate [DINP] (m/z 149.0, 167.0, 293.1)			
	Di-isodecyl phthalate [DIDP] (m/z 149.0, 167.0, 307.1)			

Fig. 1 SIM測定プログラム

分析結果

Fig. 2に構造式を、Fig. 3にHBCDDのマススペクトルを示します。また、Fig. 4にポリスチレン 0.5 mgに0.5 μ g (1000ppm相当)のHBCDDを添加したトータルイオンカレントクロマトグラムを示します。PBBS、PBDEsやフタル酸エステルと同一分析条件でHBCDDをモニタリングすることが可能です。また、Scan/SIM同時測定(FASST)を用いることにより、Scanのマススペクトルを用いた化合物の確認とSIMで微量定量を行うことができます。

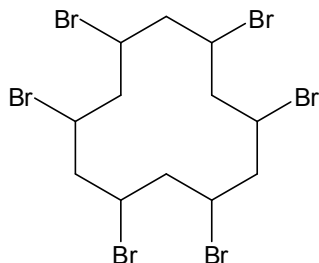


Fig. 2 HBCDDの構造式

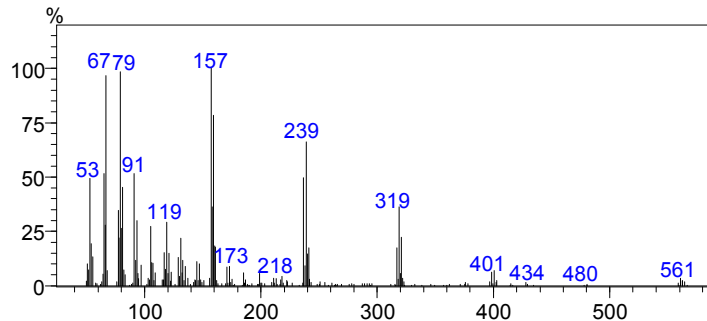


Fig. 3 HBCDDのマススペクトル

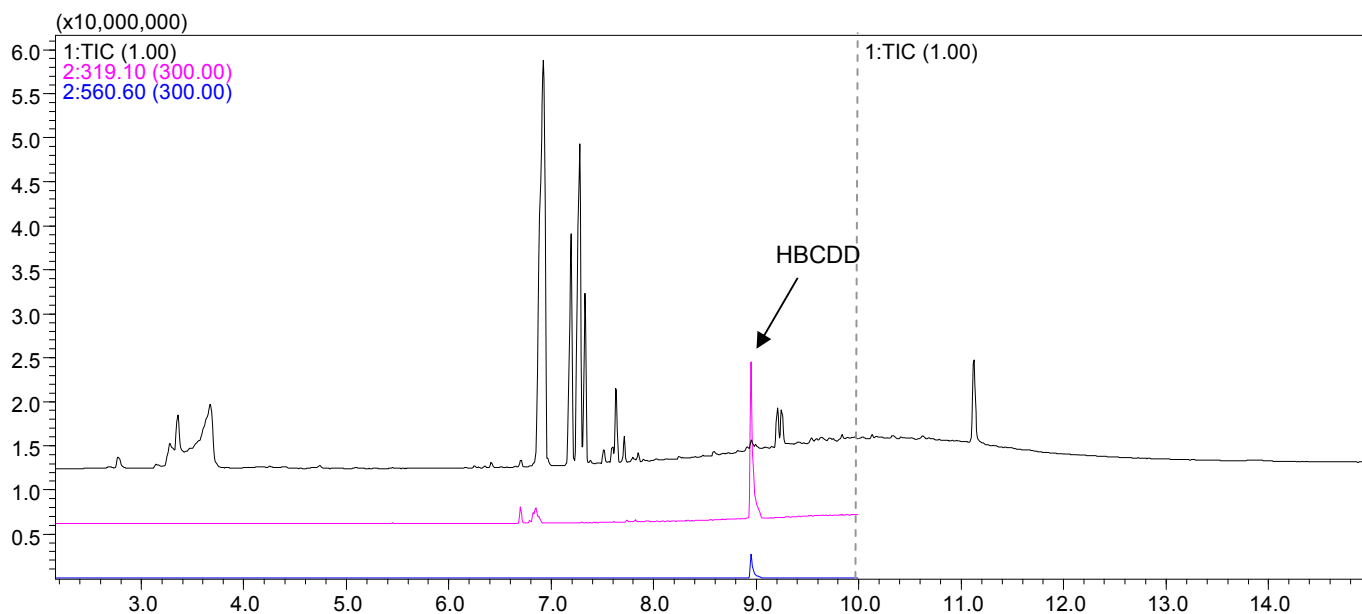


Fig. 4 ポリスチレンにHBCDDを添加したトータルイオンカレントクロマトグラム