

## 発生ガス分析法による臭素系難燃剤の分析

### Analysis of Brominated Flame Retardants by Evolved Gas Analysis Method

最近、欧州連合（EU）では廃電気電子リサイクル指令（WEEE:Waste Electrical and Electronic Equipment）や特定有害物質の使用制限指令（RoHS:Restriction on Hazardous Substances）といった法整備が進められています。環境汚染を未然に防ぎ、資源の有効活用を目的としたものです。

RoHS規制は2006年7月までにEU加盟国が法制化する電

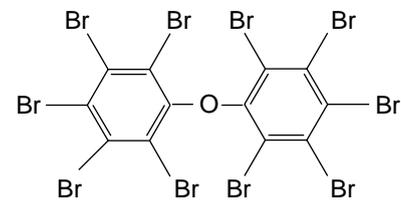
子機器などに含有される特定有害物質を規制する危険物質指令案で、含有禁止物質は鉛（Pb）、水銀（Hg）、カドミウム（Cd）、六価クロム（Cr<sup>6+</sup>）、ポリ臭化ビフェニル類（PBBs）、ポリ臭化ジフェニルエテル類（PBDEs）の6種類です。ここでは、EGA-MS、熱脱着-GC/MSなどを用いたPBDEsの分析例をご紹介します。

S.Ohnishi

### 試料

Samples

ポリスチレン樹脂（PS）にDecabromodiphenylether（10BrDE）を配合。重量比5，0.5，0.1%に調製



C<sub>12</sub> Br<sub>10</sub>O MW:949.178

### PBDEsのEGA曲線

EGA curve of PBDEs

Fig.1は0.5%10BrDEを含むポリスチレン樹脂を発生ガス分析法にて測定した結果です。

Peak-A，-Bが検出されておりFig.2にこれらのマススペ

クトルを示します。Peak-Aのマススペクトルより臭素化合物，-Bはポリスチレン樹脂をであることが判かります。

Table 1 分析条件  
Analytical conditions

Model : GCMS-QP2010	
: PY-2020D(FRONTIER LAB)	
EGA-MS (Fig.1)	EGA-GC/MS (Fig.3)
Carrier Gas : He 60kPa at 350°C 60mL/min	Carrier Gas : He 60kPa at 45°C 60mL/min
Injection method : Split 1:50 (Total Flow)	Injection method : Split 1:50 (Total Flow)
PYR.Temp : 50°C-20°C/min-600°C	PYR.Temp : 370°C/5min
Column : UADTM-2.5N (FRONTIER LAB)	Column : UA1-HT(FRONTIER LAB)
2.5m×0.15mmI.D.	30m×0.25mmI.D. df= 0.1µm
Column Temp : 350°C	Column Temp : 45°C(2min)-10°C/min-350°C(30min)
Injection Temp. : 380°C	Injection Temp. : 380°C
MS	MS
Interface Temp. : 300°C	Interface Temp. : 300°C
Ionsource Temp. : 250°C	Ionsource Temp. : 250°C
Scan Range : m/z35-1000	Scan Range : m/z35-1000
Scan Interval : 1.0sec	Scan Interval : 0.5sec

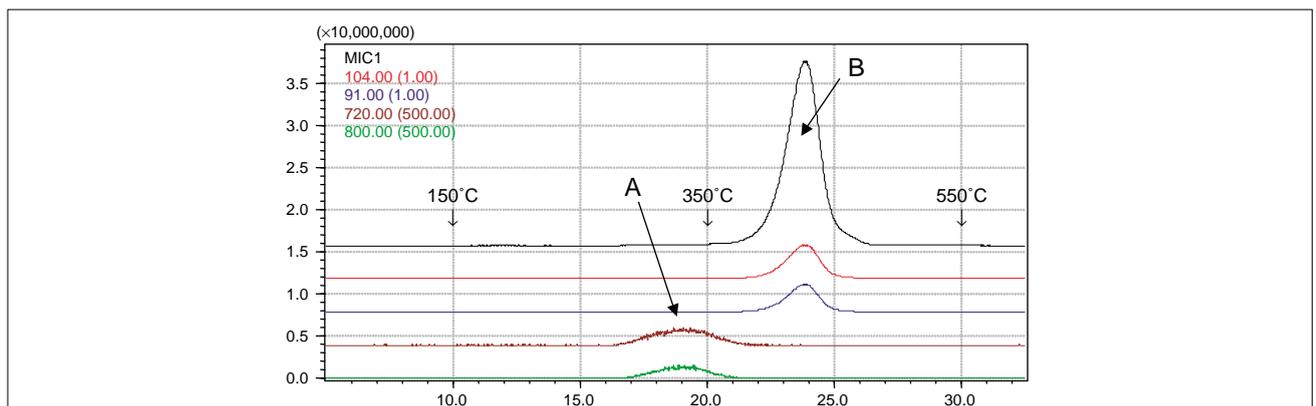


Fig.1 EGA分析  
EGA Analysis

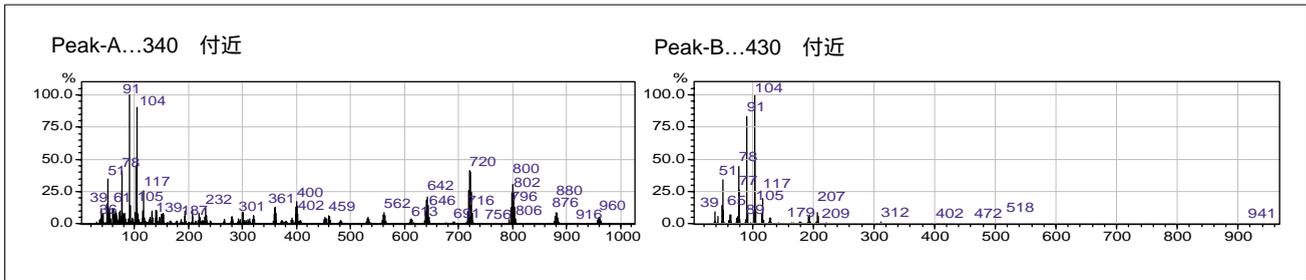


Fig.2 EGAマススペクトル  
EGA Mass Spectra

## 熱脱着法によるGC/MS分析

GC/MS Analysis using Thermal Desorption Method

Fig.3はEGA分析と同等試料を370 /5minにて熱脱着法によるGC/MS分析を行ったデータです。マススペクトルおよびマスクロマトグラムを示します。

Peak-Cは9BrDE, Peak-Dは同10BrDEを示しています。この手法を用いると0.1%10BrDEも分析が可能であることが判明しました。

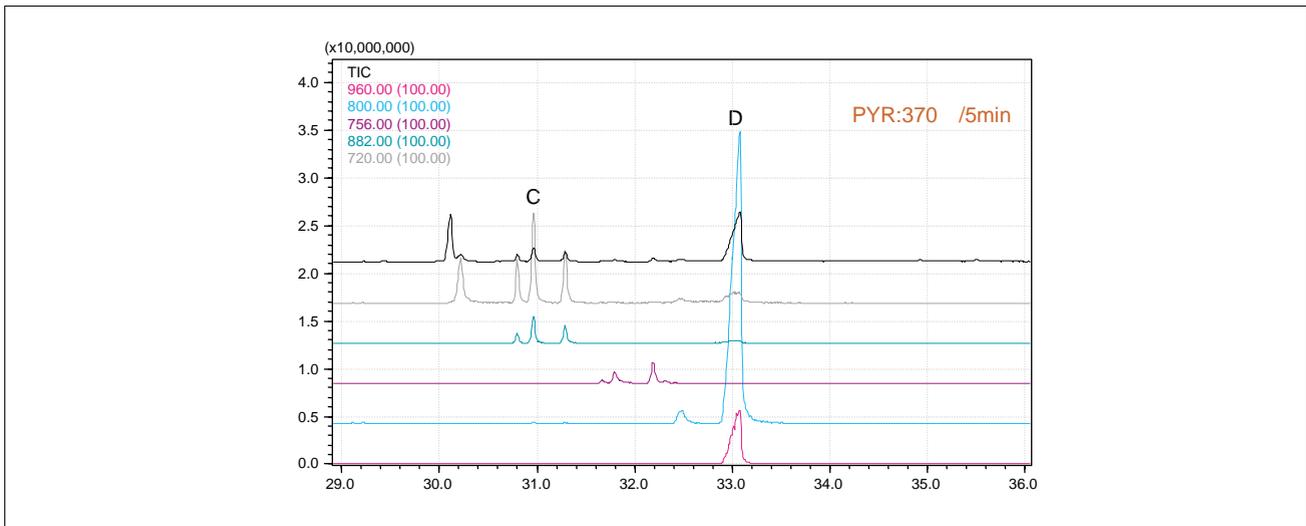


Fig.3 EGA-GC/MS分析  
EGA-GC/MS Analysis

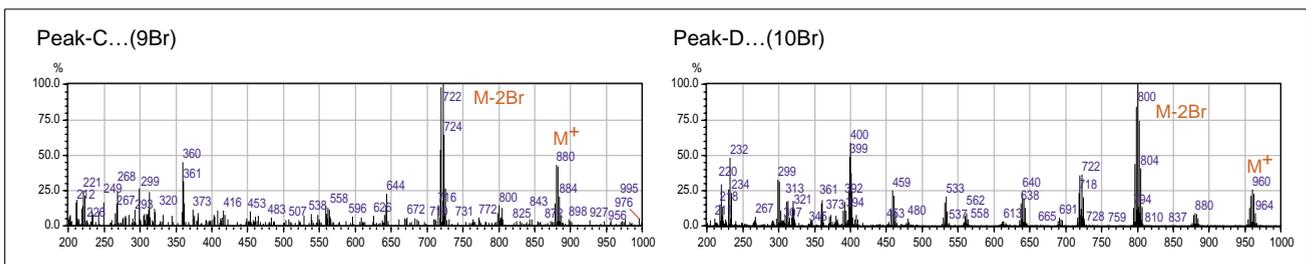


Fig.4 EGA-GC/MSマススペクトル  
EGA-GC/MS Mass Spectra

## 結論

Conclusion

ポリマー中の臭素系難燃剤の分析は溶媒抽出-GC/MSが主ですがEGA-MS, 熱脱着-GC/MS法を用いて, 試料を

直接分析することにより簡易同定, 分析時間の短縮が可能となります。

参考文献: 環境化学 Vol.13, No.3, pp.683-694, 2003

**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

●東京 ☎(03)3219-1691  
●京都 ☎(075)813-1691

いろいろな分析アプリケーションニュース類は  
<http://www.an.shimadzu.co.jp/support/support.htm>  
でご覧いただけます。

会員情報提供サービス「Shim-Solutions Club」にご登録下さい。  
<http://solutions.shimadzu.co.jp/>  
いろいろな情報提供サービスが受けられます。

3100-12307-17A-IK  
2003.12