

GC/MS による臭素系難燃剤の分析

Analysis of Brominated Flame Retardants by GC/MS

2006年7月にEU（欧州連合）にて施行予定の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；PBBs，ポリプロモジフェニルエーテル；PBDEs）が規制対象となります。ここではGC/MS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。

S.Ohnishi

スキャンモードでのクロマトグラム，マススペクトル

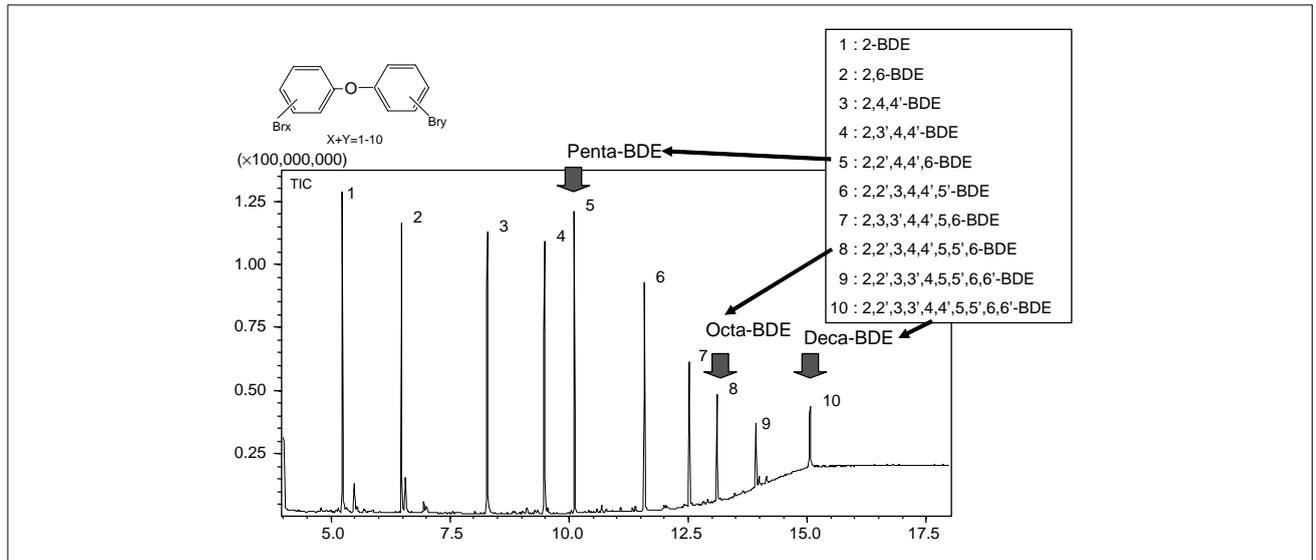
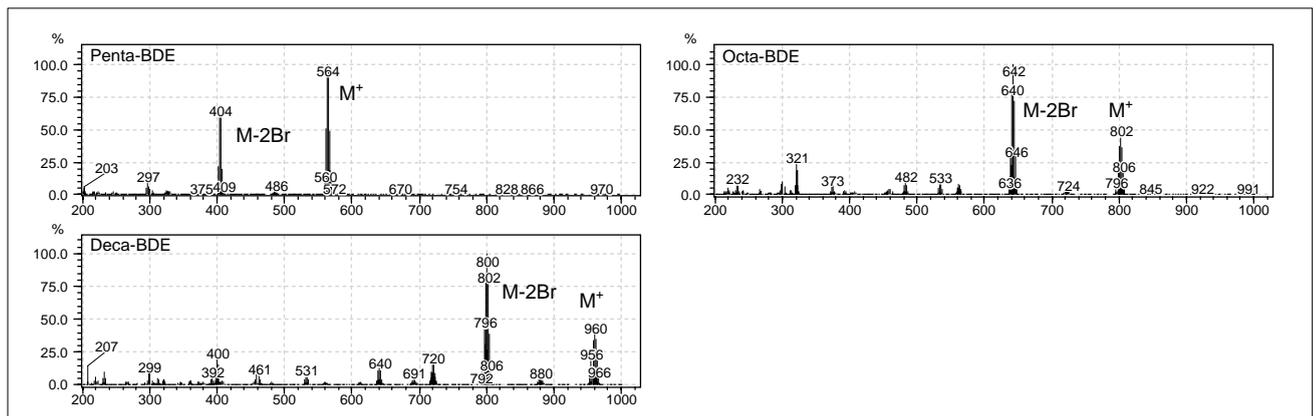
Analysis in EI Scan Mode

Fig.1にPBDEsのTICクロマトグラムを示します。また，Fig.2に規制対象となるPenta-, Octa-, Deca-BDEのマススペクトルを示します。この化合物の特徴として，M-2Brに強いフラグメントピークを有します。

 Table 1 分析条件
Analytical Conditions

GCMS-QP2010

-GC-	
Column	: UA1(HT) 15m × 0.25mm I.D. df=0.1μm
Col.Temp.	: 80°C(2min)-20°C/min-360°C(2min)
Inj. Temp.	: 300°C
He	: 150kPa(1.5min)/Splitless
	: 49.4cm/sec, Constant Linear Velocity Mode
Inj. Volume	: 1μL
-MS-	
I.F.Temp.	: 350°C
I.S.Temp.	: 250°C
Scan Range	: m/z 50-1000/0.6sec
PBDEs	: 5ppm in iso-Octane


 Fig.1 標準試料のTIC(5ng)
TIC of Standard Sample (5ng)

 Fig.2 PBDEsのマススペクトル
Mass Spectra of PBDEs

ポリスチレン(PS)中のPBDEsの分析(1)

Analysis of PBDEs in Polystyrene Sample (1)

Deca-BDE 5%含有のポリスチレン樹脂をTHFにて溶解し、分析した例をFig.3に示します。Nona-BDEはDeca-BDEの不純物として含まれているものです。

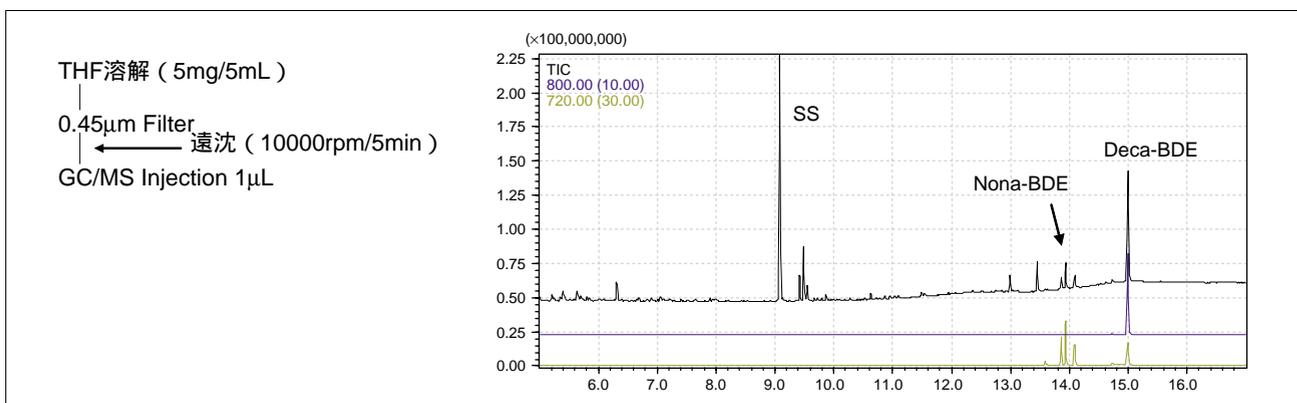


Fig.3 ポリスチレン抽出のマスクロマトグラム
Mass chromatograms of PS Extract

ポリスチレン(PS)中のPBDEsの分析(2)

Analysis of PBDEs in Polystyrene Sample (2)

Fig.4はFTIRにおいて同定できなかったPBDEを分析した例です。SCANモードでは検出されていませんが、SIMモードにて明確に検出されています。

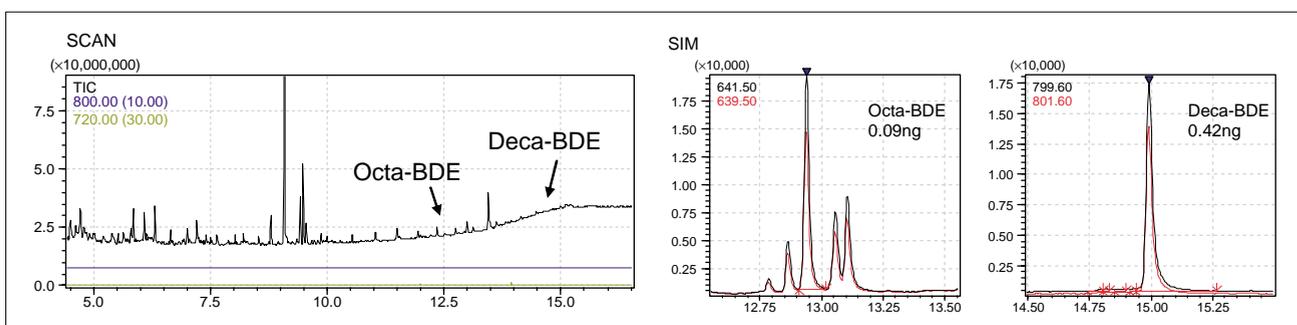


Fig.4 ポリスチレン抽出のMCとSIM
Mass Chromatogram and SIM Chromatograms of PS Extract

Deca-BDEの検量線

Calibration curve of Deca-BDE

Deca-BDEの799.3 (M-2Br) イオンでのSIMデータ (Fig.5) と検量線 (Fig.6) を示します。

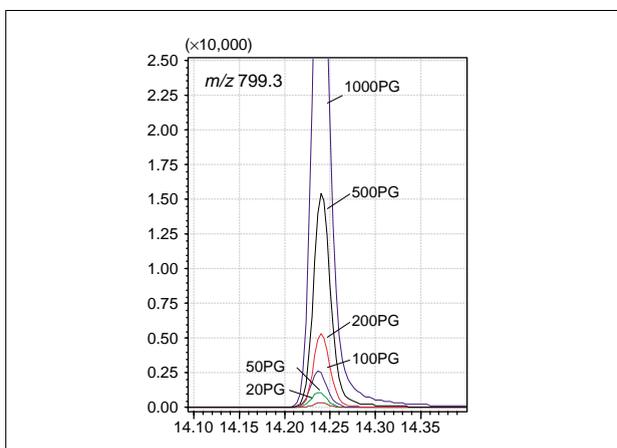


Fig.5 Deca-BDEのSIMクロマトグラム
SIM Chromatograms of Deca-BDE

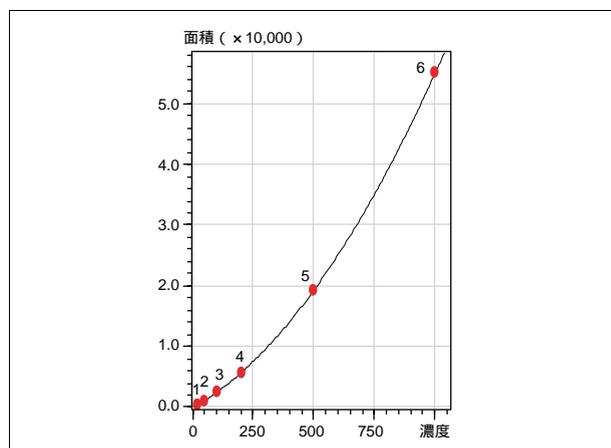


Fig.6 Deca-BDE検量線(20pg-1000pg)
Calibration Curve of Deca-BDE

初版発行：2004年10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。