

発生ガス分析法による臭素系難燃剤の分析（その2）

Brominated Flame Retardant Analysis using Evolved Gas Analysis Method(Part 2)

RoHS規制における臭素系難燃剤について前回のアプリケーションニュース（No.M222）では熱抽出での定性分析を中心に、またNo.M231ではGC/MSにおける検出感度等を

ご紹介いたしました。今回は熱抽出-GC/MS法における定量についてご紹介します。

S. Ohnishi

標準試料

Standard Samples

Decabromodiphenyl Ether (C₆Br₅)₂O (一級) 和光純薬工業株式会社

Decabromodiphenyl Ether含有ABS 株式会社分析センター

熱抽出と液打GC/MS比較

Comparison of Evolved Gas Analysis Method and Liquid Sample Injection Method

熱抽出法は試料の分解等が懸念されます。Deca-BDEにてGC/MS注入法との比較を行いました。その結果、GC/MS導入法ではDeca-BDEが95%であったのに対し熱抽出法では91%となりました。これは、熱抽出法での気化がGC/MSに比べて長時間になるのが原因と推定されます。

分析条件

Analytical conditions

GCMS-QP2010+PY-2020iD

- PY-2020iD -

PYR : 100°C(2min)-40°C/min-330°C(3min)

ITF : 350°C(Manual)

- GC/MS -

Column : UA-1(HT) 15m × 0.25mm I.D.
df=0.1μm (Frontier Lab)

Column Temp : 100°C-40°C/min-350°C(5min)

Carrier Gas : He 20kPa Split 1 : 10

Ionsource Temp : 250°C Interface Temp : 320°C

Scan Range : m/z 200-1000

Scan Interval : 0.5sec

分析に要する時間は1試料あたり抽出に10.75min, 分析に11.25min, 合計22minになります。

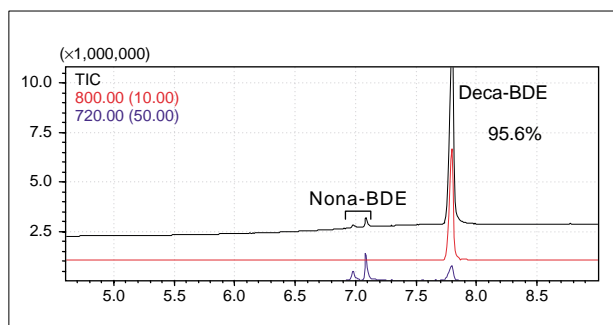


Fig.1a GC/MS

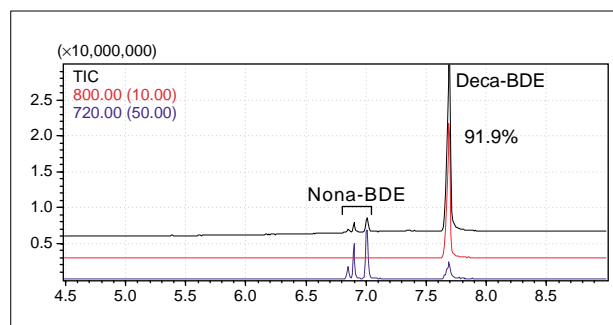


Fig.1b EGA-GC/MS

繰返し分析精度 (Table 1)

Repeatability

Deca-BDE含有のABS樹脂を秤量し再現性を検討しました。繰返しCV値が4.9%と良好な値でした。

Table 1 Deca-BDE:200ppm (ABS:Deca-BDE=100:1) THF溶液
Deca-BDE m/z:800

成分名	面積 1	面積 2	面積 3	面積 4	面積 5	CV値(%)
Deca-BDE	620859	646167	621306	613910	563356	4.957

マトリクスの影響 (Fig.2)

Influence of Matrix

目的物の濃度が低くなってくるとより多くの試料量(樹脂)から抽出する状態になります。このような状態においても(100:1, 1000:1)においてもの同等感度が得られています。

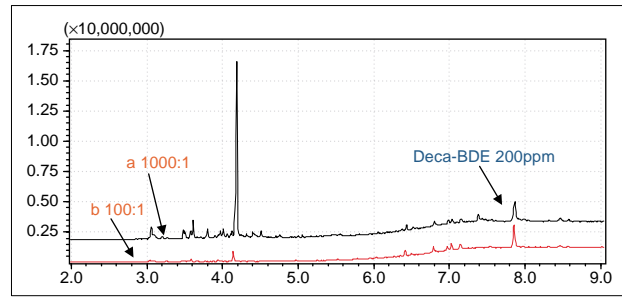


Fig.2 a 樹脂:Deca-BDE=1000:1
b 樹脂:Deca-BDE=100:1

検量線

Calibration Curve

Deca-BDE含有のABS樹脂にて50ngから500ngまでの検量線を示します。

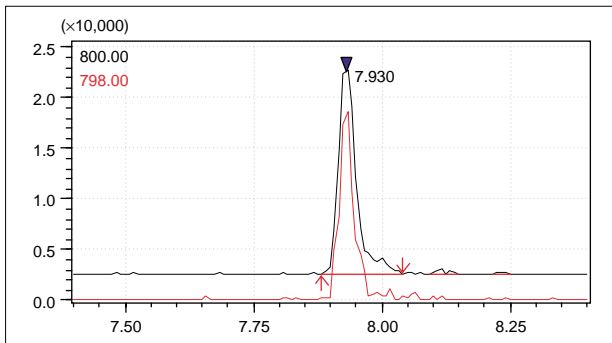


Fig.3 50ng Deca-BDE

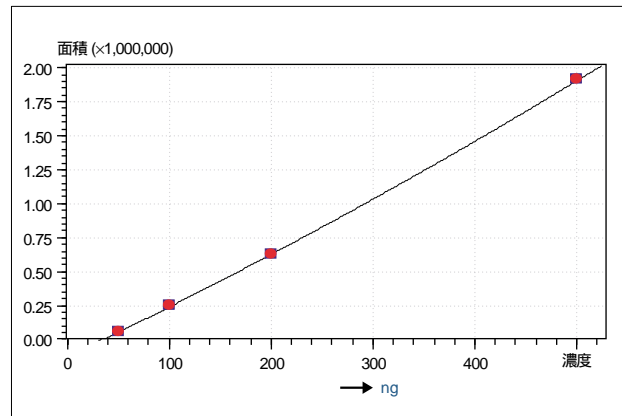


Fig.4 Calibration Curve

実サンプルの分析例

Real Sample Analysis

ナイロン-6, 6に含まれているDeca-BDEを定量。サンプルをHFIPに溶解し, Tolueneで希釈して含まれているDeca-BDEを測定した結果をFig.5に示します。またABS

も同様に測定した結果をFig.6に示します。その結果, Hexa-BDEからDeca-BDEまでが検出されました。

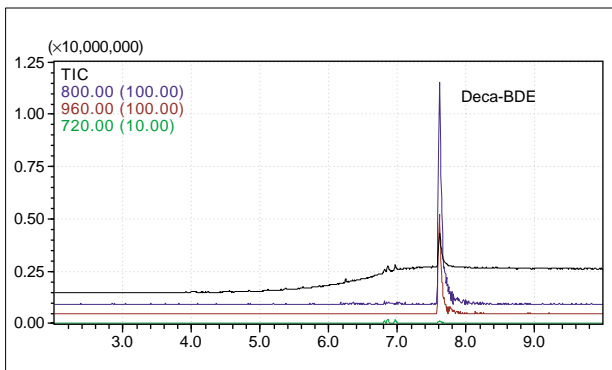


Fig.5 ナイロン6 β中のDeca-BDE
Deca-BDE in Nylon6,6

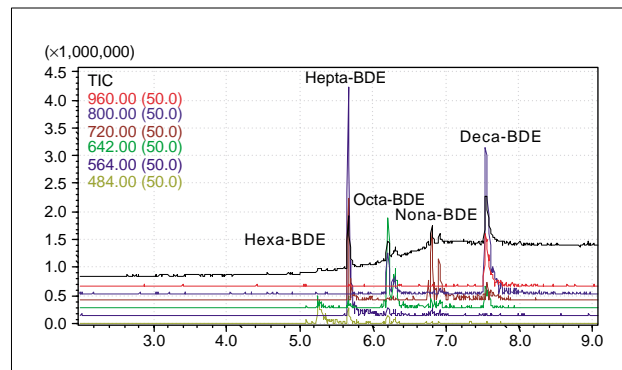


Fig.6 ABS中のDeca-BDE
Deca-BDE in ABS

まとめ

Conclusion

熱抽出-GC/MS法での定量は熱抽出の条件等を検討することにより可能であることが判明しました。

初版発行: 2005年9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。