

GC-MS Application Datasheet No.47

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(1) ～PBBsおよびPBDEsの分析例～

近年、RoHS指令対象化合物であるPBBsと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。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、臭素系難燃剤であるPBBsとPBDEsの分析結果を紹介します。

分析条件

測定試料は臭素系難燃剤含有ポリエチレン(ERM®-EC590)および臭素系難燃剤含有ポリプロピレン(ERM®-EC591)を用いました。各樹脂を0.5mg削り取り、測定を行いました。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]		[MS]	
気化室温度	:320 °C	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)
ページ流量	:3.0 mL/min	Scan質量範囲	: <i>m/z</i> 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 <i>u</i> /秒
		SIMモニタリング <i>m/z</i>	:Fig. 2参照
		SIM イベント時間	:0.3秒
		SIM マイクロスキャン幅	:0.5 <i>u</i>

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

Fig. 1 SIM測定プログラム

分析結果

Fig. 2に臭素系難燃剤含有ポリエチレン(ERM®-EC590)のトータルイオンカレントクロマトグラムとSIMマスクロマトグラムを、Fig. 3に臭素系難燃剤含有ポリプロピレン(ERM®-EC591)のトータルイオンカレントクロマトグラムとSIMマスクロマトグラムをそれぞれ示します。

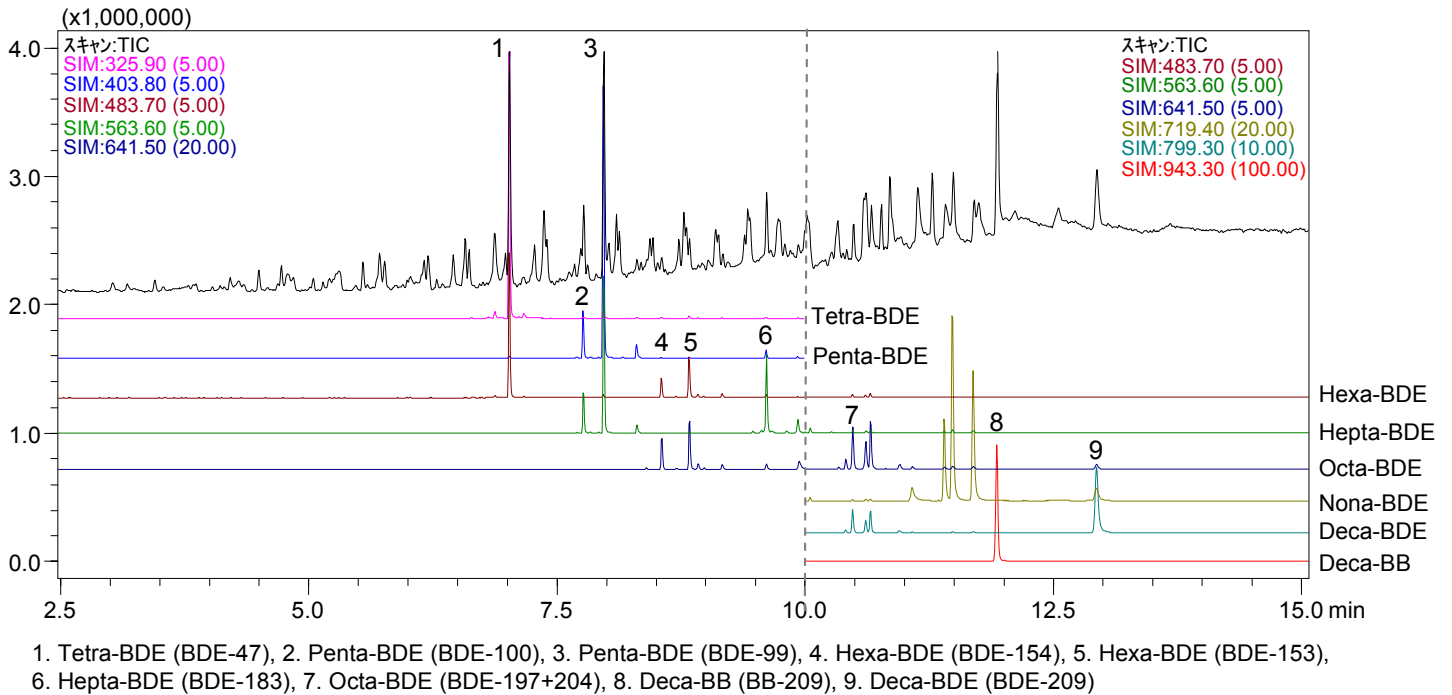


Fig. 2 臭素系難燃剤含有ポリエチレン(ERM®-EC590)のトータルイオンカレントクロマトグラム

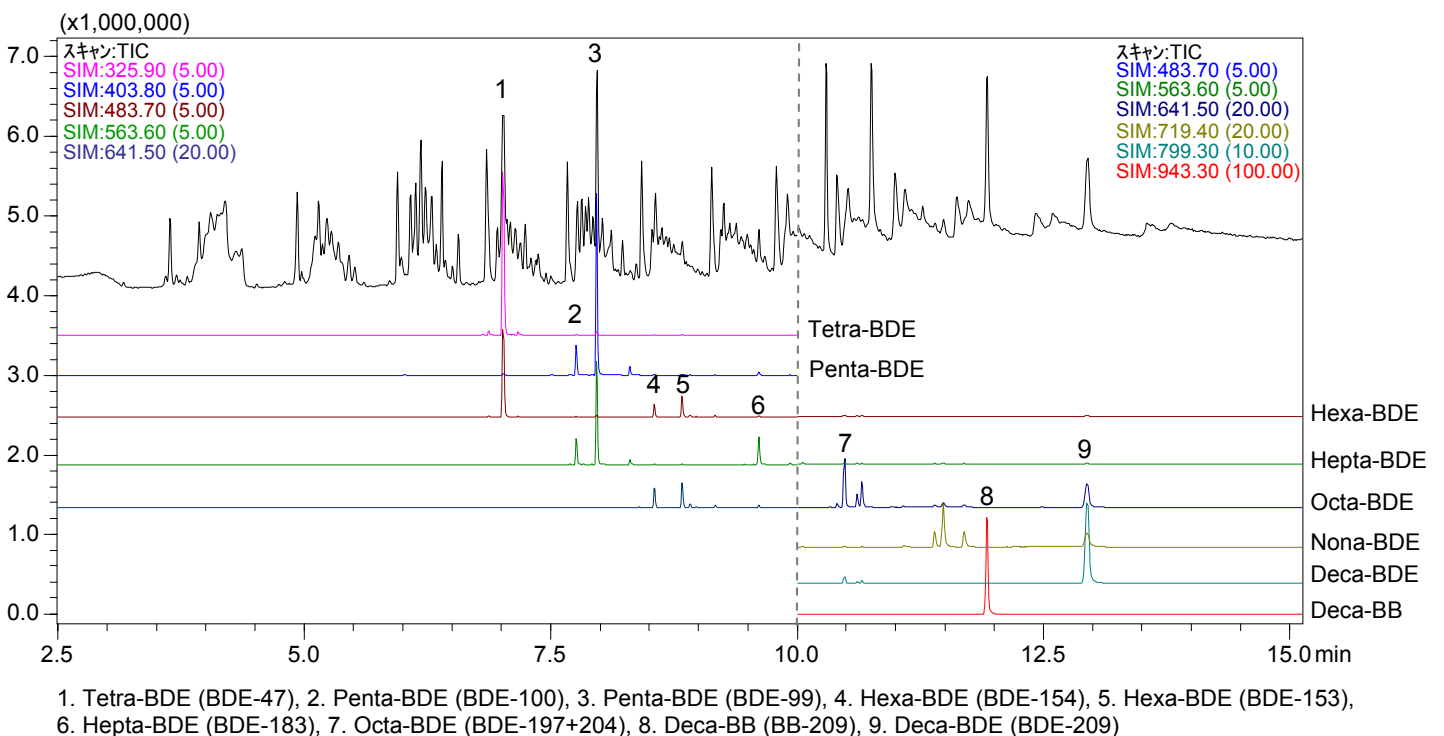


Fig. 3 臭素系難燃剤含有ポリプロピレン(ERM®-EC591)のトータルイオンカレントクロマトグラム

このデータ集は弊社が得た情報および内容のままにご提供するものであり、作成にあたり万全を期していますが、その正確性および特定の目的における有用性について保証するものではありません。弊社は、このデータ集の使用により直接的または間接的に生じたいかなる損害に対しても責任を負えないものであり、その使用により生じた結果および現象については使用者の責任とします。また、このデータ集の内容は将来予告なしに変更することがあります。
Copyright © 2012 Shimadzu Corporation. All right reserved.