

## 高質量四重極型 GC/MS による臭素系難燃剤の測定

### 【概要】

家電製品中のプラスチックやゴムにはその耐熱性を向上させる目的で、ポリ臭化ジフェニルエーテル等の臭素系難燃剤が添加されることが多くあります。しかし、近年それら難燃剤の人体や環境へのリスクが問題視され、2003年1月の欧州指令（RoHS指令）によってポリ臭化ビフェニル（PBBs）とポリ臭化ジフェニルエーテル（PBDEs）の使用が期限付き（2006年7月）で使用制限されました。PBBs、PBDEsはポリスチレンやABSなど樹脂の難燃剤として用いられていることが多く、その分析方法については確定したものが無いのが現状です。特に高臭素のPBBs、PBDEsは分子量が大きく、汎用四重極型GC/MSでは測定質量範囲を超えてしまうため、従来、二重収束型GC/MSで測定が行われていました。

ここでは高質量四重極型GC/MSを用いて家電樹脂中の臭素系難燃剤の迅速な定量分析方法を紹介いたします。

### 【前処理】

PBBs、PBDEs等の臭素系難燃剤は難燃性を得るために、樹脂中に%オーダー添加されています。前処理でのクロスコンタミを防ぐために、非破壊検査方法である蛍光X線分析計で臭素含有量のスクリーニングを行います。試料は凍結粉碎後の樹脂を分取し、溶媒で抽出した後、必要に応じて多層シリカゲルカラム等でクリーンアップを行います。

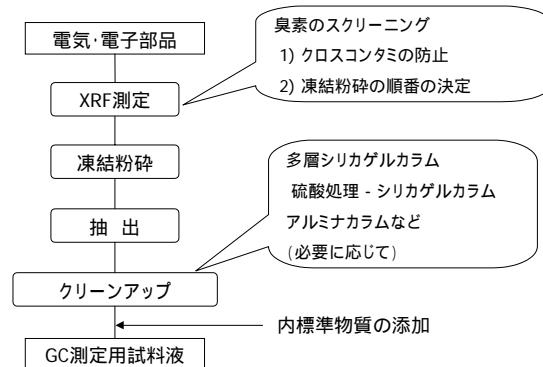


図1 前処理フロー

### 【装置】

装置はGC/MS（Clarus500MS PerkinElmer社製）を使用します。臭素化難燃剤であるDecaBDEは分子量が950と高く、四重極型GC/MSで質量軸校正に用いられているPFTBAでは、測定質量数の上限を超えてしまい、質量軸校正ができません。そのためTPFHSTのアセトン溶液をGCの注入口から一定量を注入し、得られたマススペクトルを使って質量軸校正を行います。



写真1 高質量四重極型GC/MS (Clarus500MS)

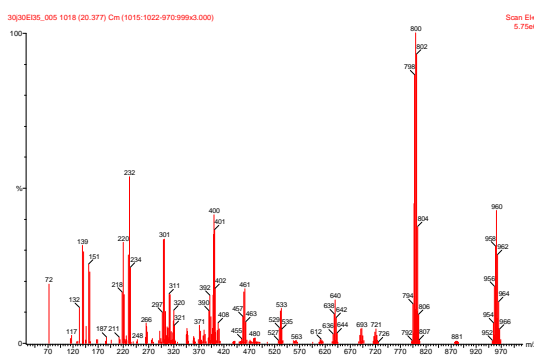


図2 質量軸校正後のDecaBDEのマススペクトル

更に、高臭素化物で生じる精密質量と整数質量のズレを補正するために、測定対象物質であるDecaBDEを用いて質量軸の補正を行います。この操作を行うことにより、臭素系難燃剤の測定イオンが整数質量（C=12, H=1, O=16, Br=79）で扱えるようになります。図2に質量軸校正後のDecaBDEのマススペクトルを示します。臭素を含むフラグメントイオンが整数質量で理論値と同じであることがわかります。

