

## 家電樹脂中のトリブロモフェノール(TBP)及び テトラブロモビスフェノール A(TBBPA)の測定

### 【概要】

家電製品や OA 機器など身の回りの多くの製品に使用されている合成樹脂には難燃剤が含まれています。難燃剤には環境汚染物質として関心を集めている有機ハロゲン系化合物が多く、中でも図 1 に示す通り、テトラブロモビスフェノール A(TBBPA)が大きな割合を占めています。

TBBPA は RoHS 指令では使用制限されていませんが、燃焼によって臭素系ダイオキシン類が発生するなど環境問題として関心が高まっている物質です。しかし、その分析方法については確定したものが無く、従来はエチル誘導体化 GC/MS 法で測定が行われていました。

ここでは、従来法に比べ操作が簡便で、迅速な定量が可能なトリメチルシリル(TMS)誘導体化 GC/MS 法を用いた家電樹脂中の TBP 及び TBBPA の迅速な定量分析法を紹介いたします。

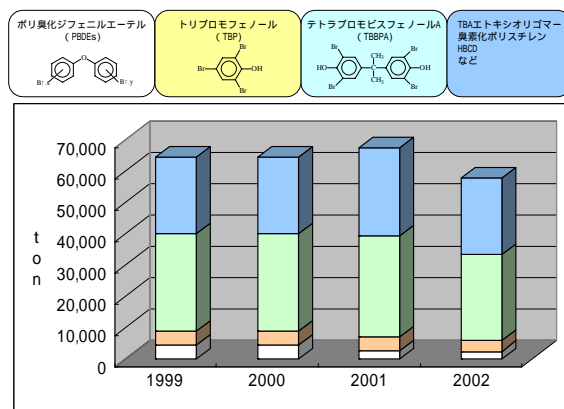


図 1 日本の臭素化難燃剤の需要

### 【前処理】

TBBPA 等の反応型難燃剤は ABS 樹脂などに幅広く用いられています。樹脂中の難燃剤の抽出で一般的に行われている、極性溶媒を用いたポリマー溶解抽出法では、抽出効率が悪く用いることは出来ません。

そこで、抽出効率を向上させるために凍結粉碎を行い粒径 200mesh 程度に調製します。凍結粉碎した樹脂の一定量を分取し、有機溶媒で抽出します。次いで、TMS 誘導体化試薬を用いて遊離の-OH 基を修飾し、GC/MS 測定試料液とします。なお、樹脂中に添加されている臭素系難燃剤は%オーダー添加されている為、前処理段階でのコンタミネーションに十分注意する必要があります。

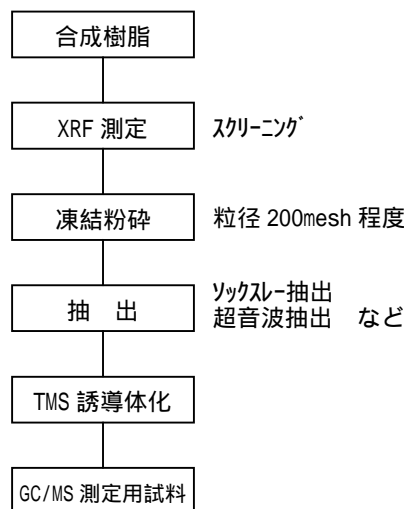


図 2 前処理フロー

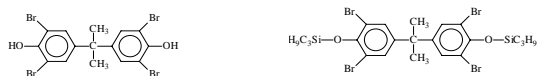


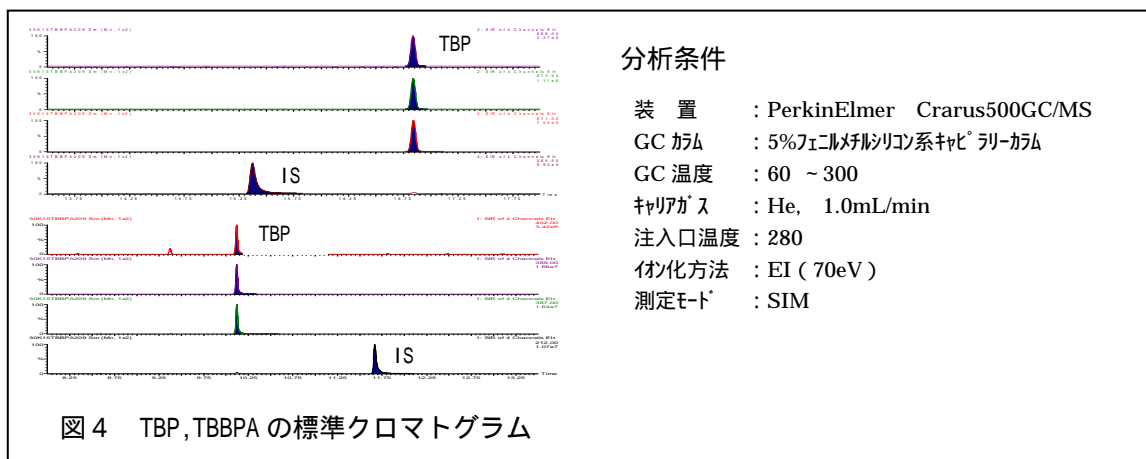
図 3 TBBPA の誘導体化反応

### 【装置】

装置は GC/MS (Clarus500GC/MS PerkinElmer 社製) を使用します。TBP 及び TBBPA の TMS 誘導体はエチル誘導体体と比べ高感度では有りますが、安定性はありません。その為、誘導体化後すぐに GC/MS 測定する必要があります。

【 分析条件 】

GC/MS 測定用溶液の測定は下記に示す条件で GC/MS で測定します。



分析条件

装置 : PerkinElmer Crarus500GC/MS  
 GC カラム : 5%フェニルメチルシリコン系キャピラリーカラム  
 GC 温度 : 60 ~ 300  
 キャリアガス : He, 1.0mL/min  
 注入口温度 : 280  
 イオン化方法 : EI (70eV)  
 測定モード : SIM

図4 TBP, TBBPA の標準クロマトグラム

図5 に TBP 及び TBBPA の検量線を示します。TMS 化法はエチル化法と違い検量線が2次曲線になりますが、質量範囲が0.01 ~ 1ng で相関があります。

【実試料の測定例】

図6 に TBBPA/ABS 樹脂のクロマトグラムを示し、表1 に測定結果を示します。

TBBPA は PBDEs と違い、反応型難燃剤として使用されている為、樹脂中に%オーダー添加されている場合で有っても、フリーの TBBPA は数 100ppm 程度しか検出されません。

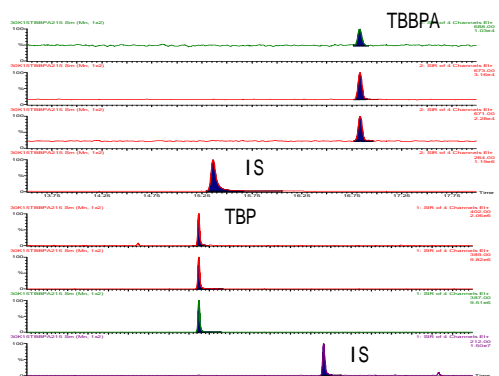


図6 実試料のクロマトグラム

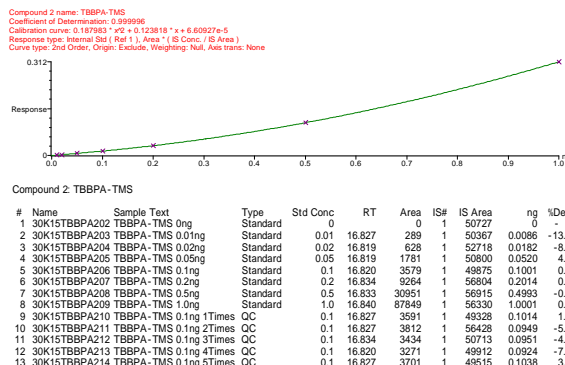


図5 TBBPA の検量線

表1 樹脂中の難燃剤測定結果

	PBDEs / PS 樹脂	TBBPA/ABS 樹脂
Br (%)	3.2	4.5
PBDEs (ppm)	168000	-
TBBPA (ppm)	-	420

RoHS/ELV 分析の  
お問い合わせ先:



日本環境株式会社

環境計量証明事業所  
[www.n-kanky.com](http://www.n-kanky.com)

中央研究所 〒236-0003 神奈川県横浜市金沢区幸浦 2-1-13 TEL.045-780-3831 FAX.045-780-3849

<環境計量カンパニー>

東京事業所 〒134-0091 東京都江戸川区船堀 5-11-19 TEL.03-5676-8711 FAX.03-5676-8710

横浜事業所 〒236-0003 神奈川県横浜市金沢区幸浦 2-1-13 TEL.045-780-3848 FAX.045-780-3859

千葉支店 〒272-0014 千葉県市川市田尻 3-4-1 TEL.047-370-2561 FAX.047-370-3050

埼玉支店 〒336-0964 埼玉県さいたま市緑区東大門 2-2-14 TEL.048-812-6222 FAX.048-878-7563

大阪支店 〒533-0013 大阪市東淀川区豊里 1-7-23 TEL.06-6990-7571 FAX.06-6990-7572

<環境調査カンパニー>

〒230-0051 神奈川県横浜市鶴見区鶴見中央 3-12-31 TEL.045-501-8929 FAX.045-504-2506

本社 〒101-0045 東京都千代田区神田鍛冶町 3-3 TEL.03-5207-6701 FAX.03-5296-0075