

【はじめに】 欧州RoHS指令において、EU加盟国内において、臭素化難燃剤のうちポリブロモジフェニル類(PBBs)とポリ臭素化ポリ臭素化ビフェニル類(PBDEs※¹)が指定値を超えて含まれる電子・電気機器の上市が規制されています。

この分析法としては下表の手法があり、IAMS法とHPLC-UV法が臭素化難燃剤の分析法(informative)として採用されています [IEC 62321-6/Ed. 1:2015]。ここではIAMS法での分析例について示します。

	分析方法	評価基準値※ ³
[一次スクリーニング]	蛍光X線分析	>300µg/g Brの検出
[二次スクリーニング]	IAMS法 、HPLC-UV法	> 500ug/g PBBs/PBDEsの検出
[詳細(定量)分析]	溶媒抽出-GC/MS法	> 1,000ug/g PBBs/PBDEsの検出

※1: デカブロモジフェニルエーテル(DecaBDE)は規制対象外

※2: 対象樹脂は耐衝撃性ポリスチレン、ABS樹脂とポリカーボネートのポリマーブレンド、ABS樹脂

※3: 規制値は>1,000ug/g PBBs/PBDEsである。スクリーニング分析では評価基準値を超えるとグレー判定として、より上位の分析方法での確認分析が必要となる。

【測定】

装置: IA-Lab (キヤノンアネルバ(株)製, QMS型)

方法: 測定試料の約0.5~1.5mgをSUS試料カップに分取・精秤し、直接導入プローブにより昇温測定を行う。

DIP昇温: 30°C→[128°C/min]→170°C→[64°C/min]→300°C(4.5min hold)

イオン源温度: 220°C, IS-HT温度: 240°C

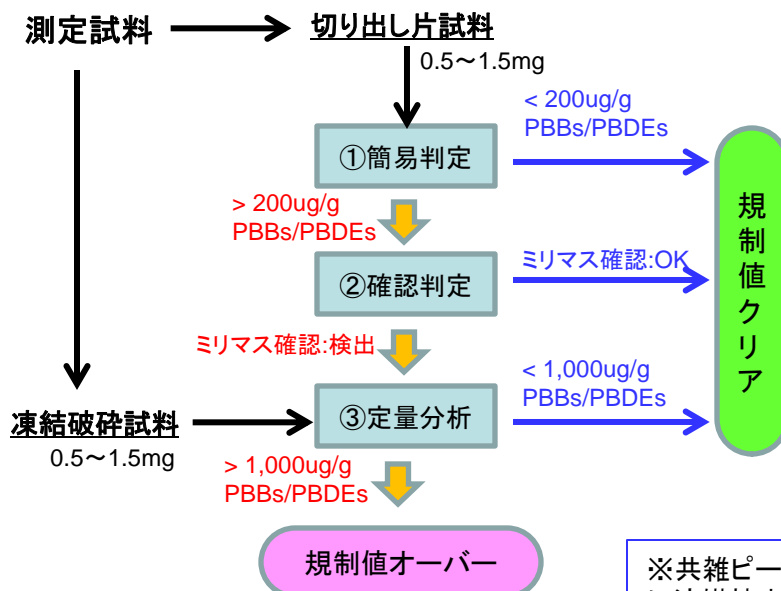
測定モード: (簡易判定) SCAN, (m/z) 50-1,000, 分解能: 1, サイクルタイム: 2,500msec

(確認判定) Profile, 確認する臭素化難燃剤のm/z±8mass

(定量分析) SIM, 4~10臭素PBBs/PBDEs

内部標準ガス: オクタフルオロペンタノール [m/z 239]

キャリアガス: 6N 窒素



※共雑ピークの影響を受ける場合には、最終判定に溶媒抽出-GC/MS法を使用する。

【簡易・確認判定】図1は樹脂製品3種類について簡易判定を行った結果である。IAMS法では擬分子イオンピーク中心のスペクトルデータが得られるため、容易にPBBs/PBDEsの有無をチェックできる。図1では試料(a)及び(c)でPBDEsと推測されるピークが検出され、そのうち、m/z 651はHexa-BDEsが疑われるピークであった。これらについては確認判定によりHexa-PBDEsの可能性を確認した(図2)。

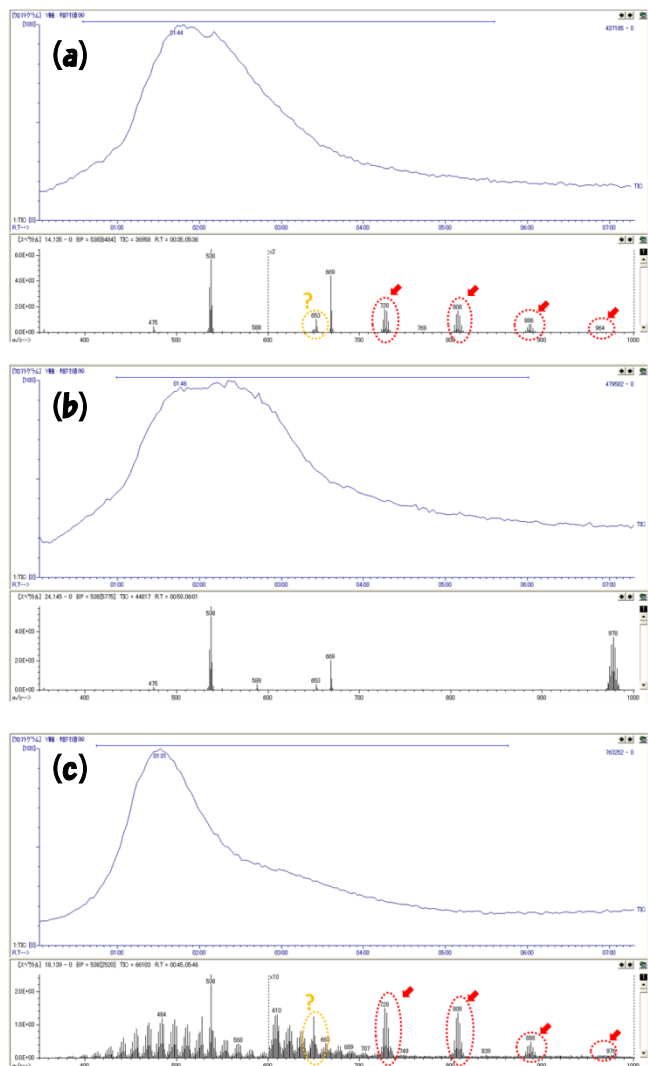


図1 簡易判定結果

表1 定量分析結果

Sample [A]	n=1	n=2	n=3	n=4	AVE	RSD(%)
DecaBDE	131	134	129	119	128	5.1%
NonaBDEs	438	444	461	370	428	9.3%
OctaBDEs	2,506	2,262	2,306	1,994	2,267	9.3%
HeptaBDEs	2,254	2,112	2,085	2,005	2,114	4.9%
HexaBDEs	333	307	299	307	312	4.8%
PentaBDEs	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.		
TetraBDEs	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.		
Total BDEs	5,662	5,259	5,280	4,795	5,249	6.8%

Sample [C]	n=1	n=2	n=3	n=4	AVE	RSD(%)
DecaBDE	12	17	14	13	14	15.4%
NonaBDEs	47	62	49	39	49	19.4%
OctaBDEs	354	403	301	264	331	18.4%
HeptaBDEs	387	492	353	316	387	19.6%
HexaBDEs	155	183	139	112	147	20.2%
PentaBDEs	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.		
TetraBDEs	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.		
Total BDEs	955	1,157	856	744	928	18.9%

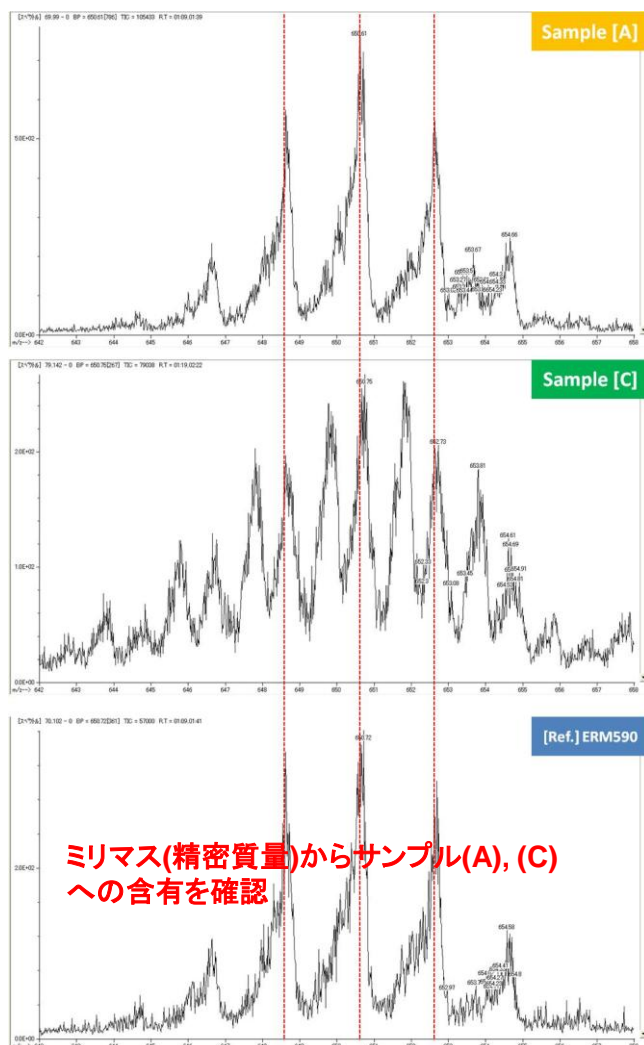


図2 確認判定結果

【定量分析】表1は定性・簡易判定でPBDEsの含有が確認された2試料について定量分析を行った結果である。試料(a)からは明確に基準値を超える濃度のPBDEsが検出され、試料(c)からは規制値付近(やや下回る)の濃度ですが、評価基準からはグレー判定となるレベルのPBDEsが検出されているため、より上位の分析法である溶媒抽出-GC/MS法での確認分析が必要となります。