

【はじめに】 GC分離を行わないソフトイオン化質量分析法では、ガス化した分子量の異なる様々な物性の化合物を一度に検出することが可能となります。このため、未知試料測定の際に、その試料中にどのような添加剤が存在しているかを簡易的に調べ、必要に応じて、その後の目的物質に応じた詳細分析に移行することができます。

ここでは、ソフトイオン化法の一つである IAMS法と、測定成分のガス化手法として減圧下での熱抽出を可能とするIA-Lab装置を用いて、樹脂中添加剤のスクリーニング分析を行った例を紹介します。

【測定】 H社製のインシュロック(2グレード)を凍結破碎処理した試料について以下の条件で測定を行った。

装置: IA-Lab (キヤノンアネルバ(株)製, QMS型)

方法: 凍結破碎した粉末試料の約 1mg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→[64°C/min]→280°C(3min hold)

イオン源温度: 210°C

イオン化室温度: 240°C

SCANモード: (m/z) 10-1000, 分解能: 1, サイクルタイム: 2,500msec

質量補正係数: デカブロモジフェニルエーテル (DeBDE9 ([M+Li] m/z 966.18406)を基準に質量補正係数を割り当て

内部標準ガス: オクタフルオロペンタノール [m/z 239]

内部標準物質: DeBDE [m/z 966]

Sample	基材	用途分類
A	PA66	屋内用・難燃
B	PA66	屋内用・標準

【結果】 図1はインシュロック試料からの熱抽出発生ガス成分の平均マススペクトルである。ソフトイオン化法では発生ガス組成に応じた特徴的なマススペクトルを得ることが可能である。図中に記載の化合物は個々のマスペークについて、別途構築中の樹脂用添加剤ライブラリデータとの照合結果を示している。

屋内・難燃用の Sample Aでは、難燃性を付与するためにメラミン系添加剤の一つであるメラミンイソシアヌレート(m/z 133, 136)、酸化防止剤として2,6-ジ-*t*-ブチルフェノール(m/z 213)、安定剤としてステアリン酸系の添加剤(m/z 263, 291)が添加されていることが伺える。また、微量成分として、可塑剤や酸化防止剤由来と思われるピークが認められた。

一方、屋内・標準の Sample Bでは検出できる添加剤はほとんどなく、脂肪酸アミド系の滑剤(主成分:エチレンビスステアリン酸アミド)由来と思われるピークが確認できた。

【データライブラリ】 現在、IA-Lab用のデータライブラリとして、樹脂用添加剤のデータ収集を進めており、H23.12現在で可塑剤・酸化防止剤・紫外線吸収剤などを中心に200数十種類のデータを整えている。(収録データは適宜追加中)

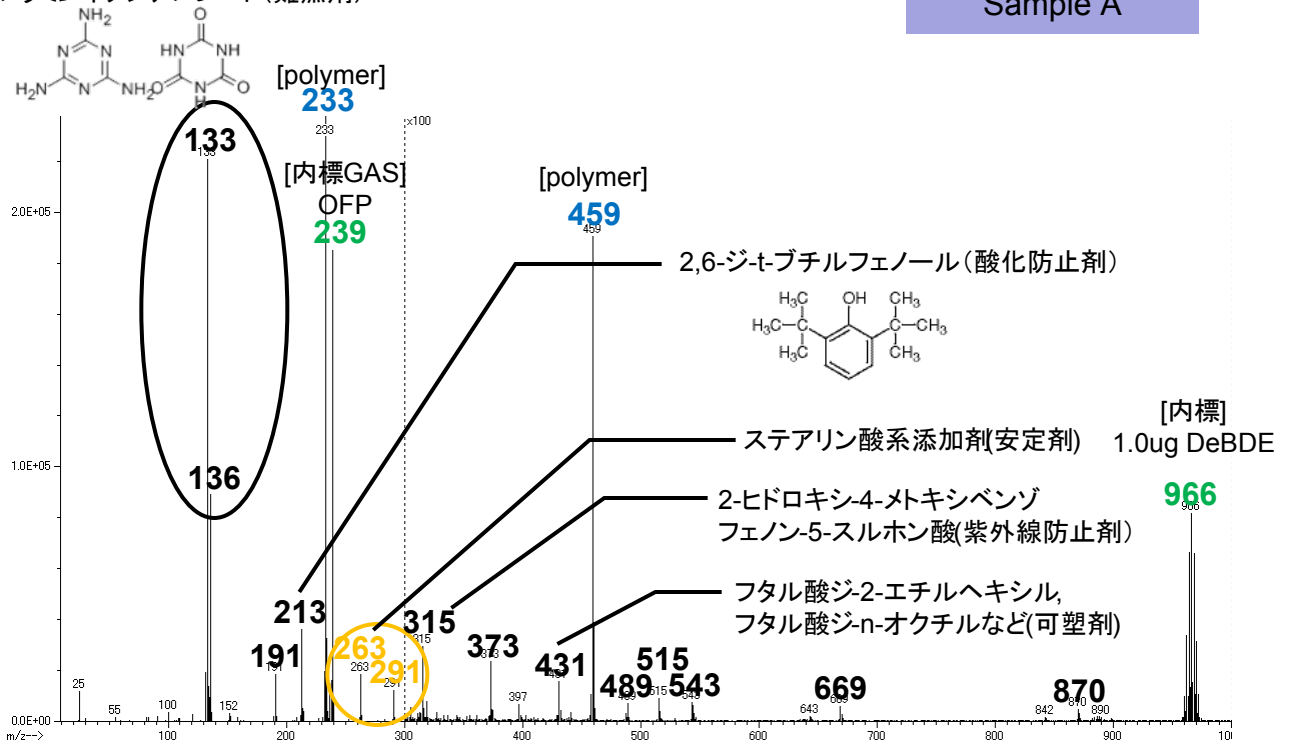
【想定用途】 本分析法は樹脂製品の品質管理として、以下のようなものを想定しています。

- ①管理規制物質(PBB, PBDEs, フタル酸エステル類など)の含有チェック
- ②ロット間の品質チェック(添加剤の仕様変更がないか?)
- ③他社製品間での使用添加剤の比較 など

【備考】 本分析法は樹脂製品中の添加剤の定性分析を行うもので、多数の添加剤を一度に評価することを主眼に置いた条件設定をしているため、定量的な評価はできませんが、概ねm/z 300程度以上の化合物に対して、数100ppm以上の化合物が検出できるような条件設定としています。

メラミンイソシアヌレート(難燃剤)

Sample A



Sample B

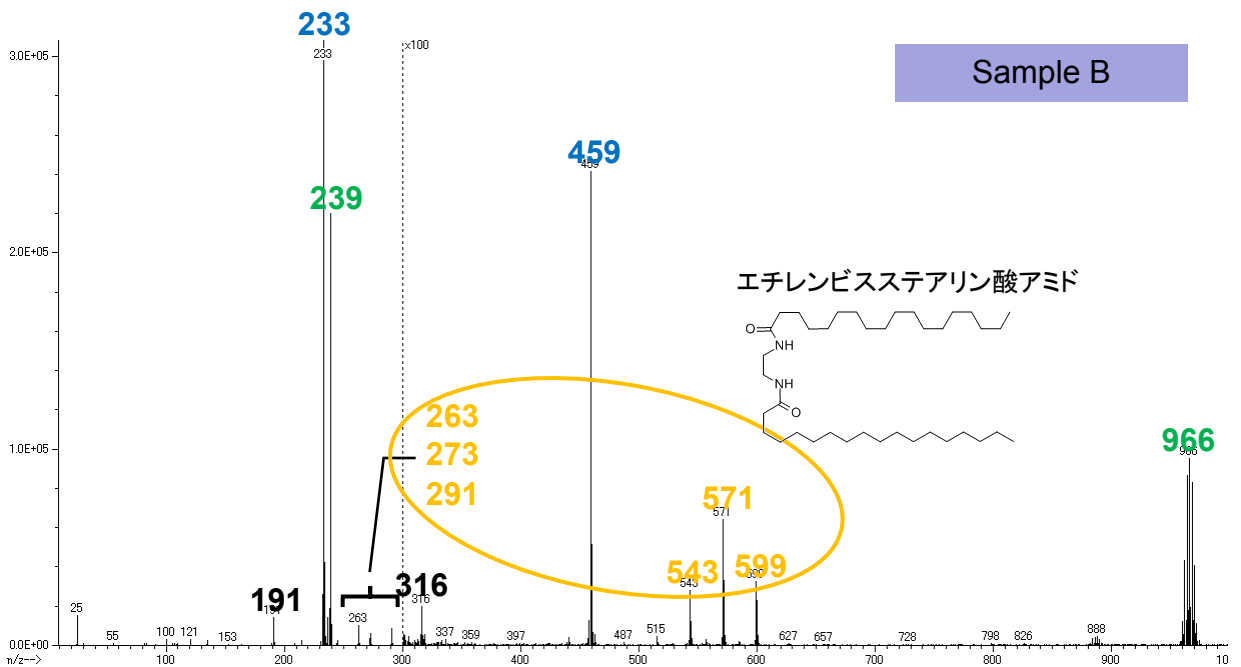


図1 IAMS測定結果

(上段)Sample A (屋内用・難燃)

(下段)Sample B (屋内用・標準)