

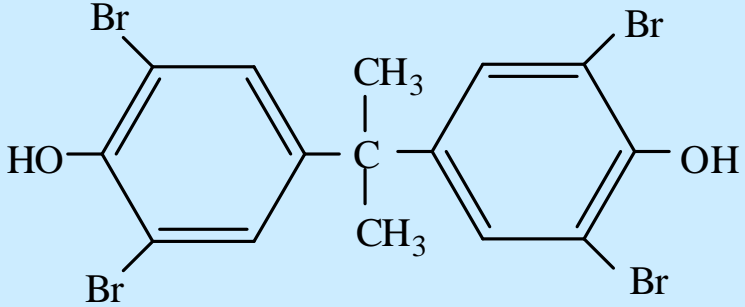
ABS樹脂中有機系難燃剤分析における マイクロ波抽出法の評価

(独)産業技術総合研究所 計測標準研究部門

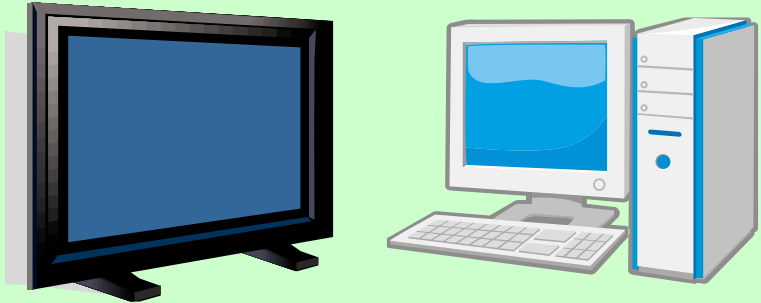
○大竹 貴光, 伊藤 信靖, 大畑 昌輝, 羽成 修康

【はじめに】

難燃剤：火災による人的・
経済的損失を防止



有機系：塩素系、臭素系、りん系



電気電子機器廃棄物
(E-waste, WEEE)

↓

多種の有害物質などを含有

有害物質(本発表の対象は難燃剤)の適正な管理

E-waste中の挙動の把握

精確な難燃剤分析が重要!

ABS樹脂中の難燃剤分析

超音波抽出 (UE) → 簡便で使いやすい
 効果が不均等？精度？抽出時間に影響？



マイクロ波抽出 Microwave-Assisted Extraction (MAE)

- ・均等な加温が可能
- ・短時間で抽出可能 (e.g., 10分)
- ・溶媒使用量が少ない (e.g., 10 mL)
- ・バッチ処理 (e.g., 13試料)が可能
- ・自動化が可能

MAE装置
 MARSX
 (CEM Corporation)

ABS樹脂中の有機系難燃剤分析への
 MAE適用例はない

【目的】

難燃剤を既知量混練した粉末ABS樹脂試料を用い、MAEの条件検討を行って有用性を評価

①MAEの条件の違いによる分析結果の比較

→ 溶媒、温度、時間の検討

②MAEと他の抽出法による分析結果の比較

→ UEとの定量値の比較

方法間で結果に
差がある？

nativeはちゃんと
抽出されている？

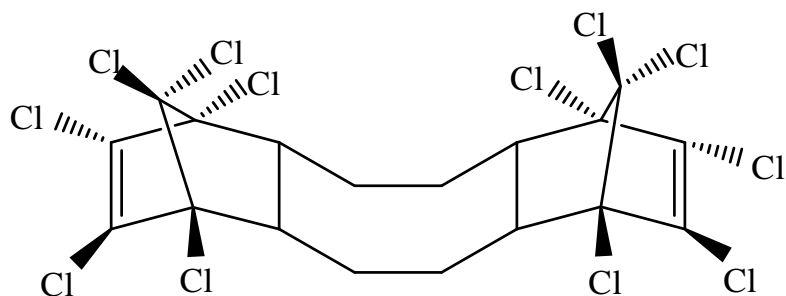
【方法】

試料: 有機系難燃剤を混練→ディスク→凍結粉碎したABS樹脂粉末

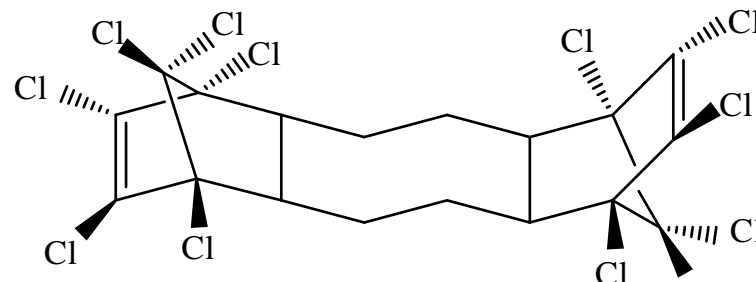
対象の難燃剤:

需要量 (2004): DP: 500 t, TBBPA: 35,000 t, リン酸エステル: 24,000 t

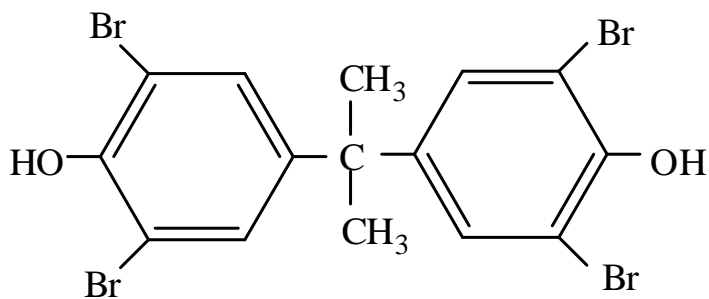
(難燃材料研究会: <http://www17.ocn.ne.jp/~frtech/HIROBA/data2html.html>より)



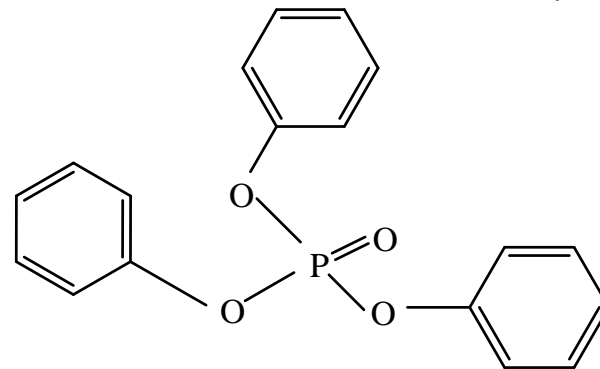
syn-Dechlorane Plus (DP)



anti-Dechlorane Plus (DP)



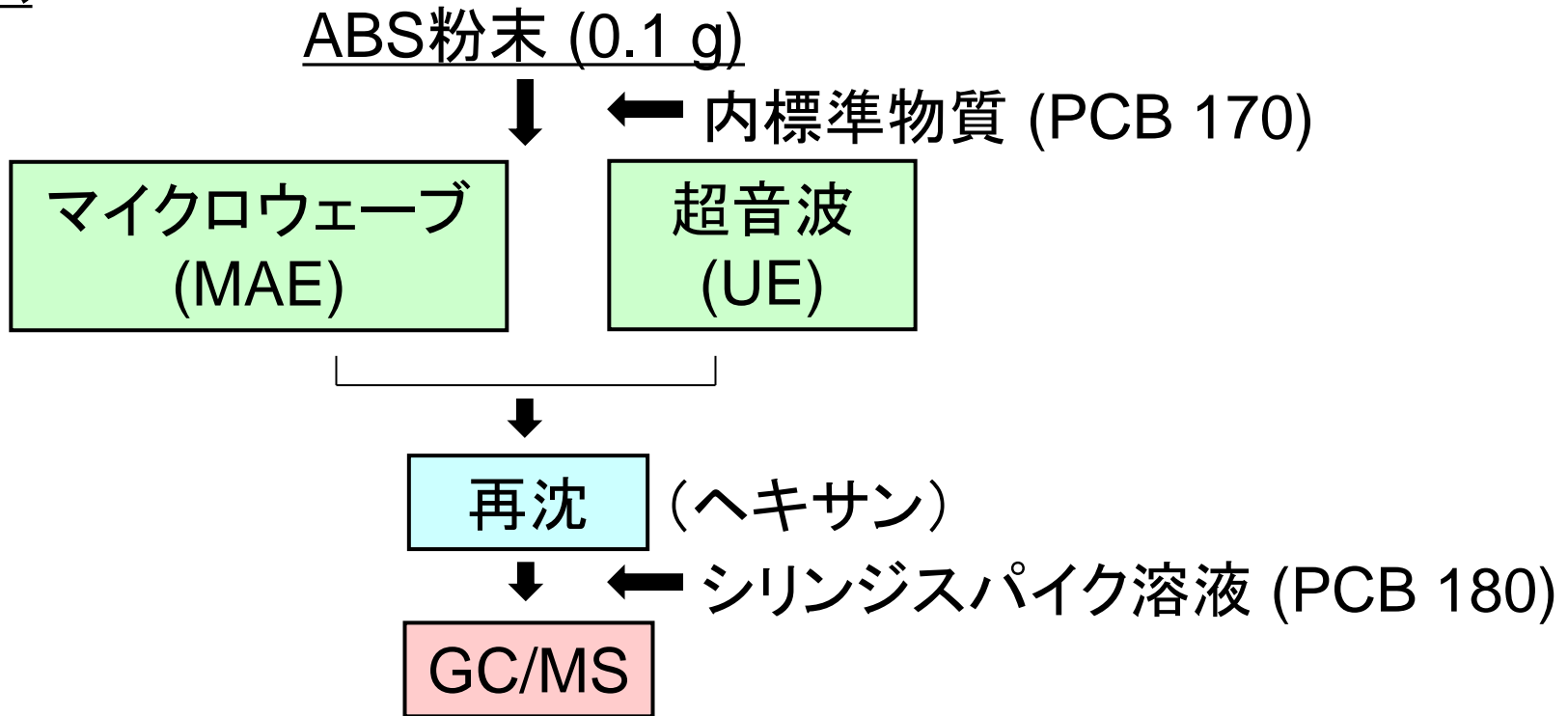
Tetrabromobisphenol A (TBBPA)



Triphenyl Phosphate (TPP)

調製目標濃度: DP: 500 mg/kg; TBBPAおよびTPP: 1000 mg/kg

分析方法



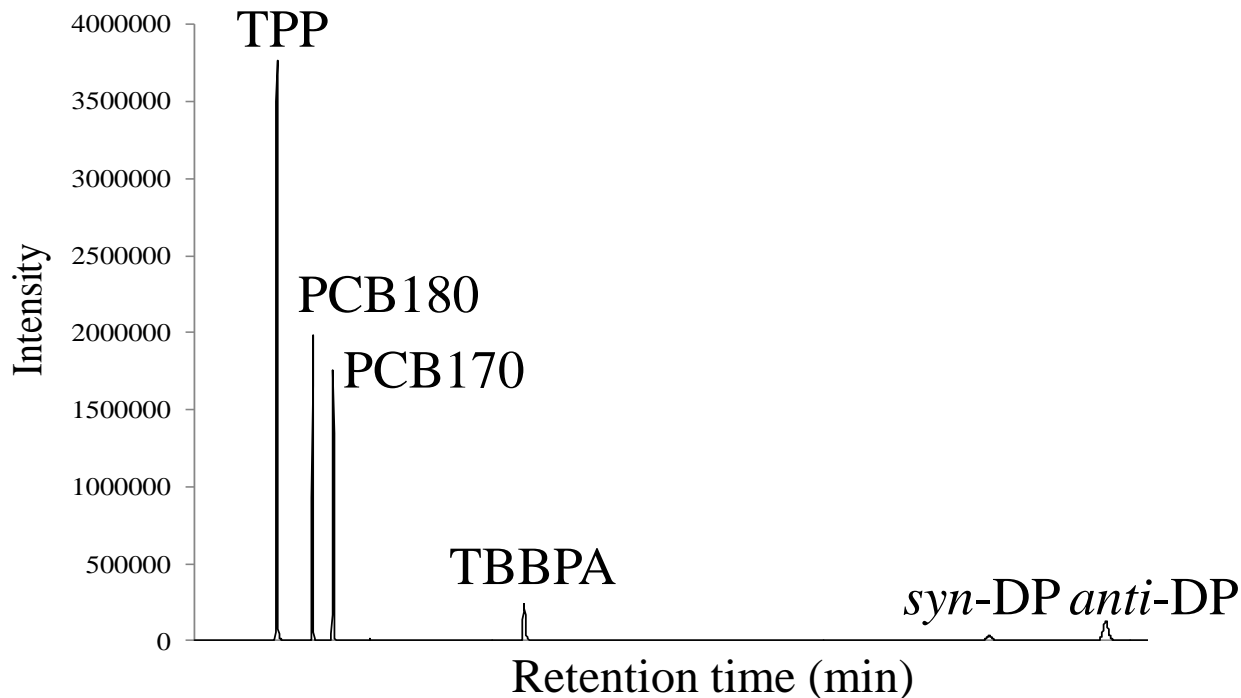
抽出(回収)条件

・MAE: 溶媒 → テトラヒドロフラン (THF)
トルエン (Tol) (10 mL)
温度 → 60 °C, 90 °C, 120 °C
時間 → 10分, 20分

・UE: 溶媒 → THF, Tol (10 mL)
時間 → 10分, 40分, 60分
〔本研究では、THF・60分が最適条件であった〕

測定条件

- ・GC/MS: Agilent 6890/5973N
- ・カラム: DB-5MS (30 m × 0.25 mm ID, 0.25 μm)
- ・注入モード: オンカラム ・注入量: 1 μL ・イオン化法: EI
- ・PCB 170を内標準物質とした内標準法により、マトリックスマッチング法を用いて測定



【まとめ】

- ABS樹脂中難燃剤3種を抽出(回収)する際、UEと同様に、MAEの有用性が確認された。
- 本研究においては、UEに比べて、MAEはより短時間で効率良く、対象の難燃剤を抽出(回収)できた。

今後は、マトリックス及び難燃剤の対象を増やし、MAEの検討を行う予定である。

【謝辞】

本研究は、環境省の環境研究総合推進費 (3K 133009) における研究の成果である。