

試料導入装置との組み合わせによる 化成品・工業材料分析の試み

2007年 Agilent GC/MSDセミナー

アジレント・テクノロジー株式会社

Our measure is your success.



本日の内容

Our measure is your success.

1. VOC、RoHS指令、グリーン調達

- 厚生労働省 室内濃度指針値
- RoHS指令
- グリーン調達: 企業などが自社が使う資材や原料を、部品メーカーなどのサプライヤから調達するとき、環境負荷の低いものから優先的に選択すること。
電気・電子メーカー: ジョイント・インダストリー・ガイドライン (JIG)

2. 分析法およびアプリケーション — 前処理の簡便、迅速化

- SVOC (半揮発性化合物)・・・サーモエキストラクター (TE)
吸着剤捕集加熱脱着GC/MS
- RoHS指令 & グリーン調達規制化合物・・・熱抽出
パイロライザGC/MS
加熱脱着GC/MS

3. まとめ

厚生労働省の室内濃度指針値と測定法

Our measure is your success.

ホルムアルデヒド	100 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (0.08ppm)	固相吸着-溶媒抽出 —HPLC法
アセトアルデヒド	48 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (0.03ppm)	
トルエン	260 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (0.07ppm)	固相吸着-溶媒抽出 固相吸着-加熱脱着 容器採取 ——GC/MS法
キシレン	870 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (0.20ppm)	
p-ジクロロベンゼン	240 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (0.04ppm)	
エチルベンゼン	3800 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (0.88ppm)	
スチレン	220 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (0.05ppm)	
テトラデカン	330 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (0.041ppm)	
フタル酸ジ-n-ブチル	220 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (0.02ppm)	固相吸着-溶媒抽出 固相吸着-加熱脱着 ——GC/MS法
フタル酸ジ-2-エチルヘキシル (DEHP)	120 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (0.0076ppm)	
クロルピリホス	1 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (0.07ppm) 0.1 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (0.007ppm) <small>※※小児の場合</small>	固相吸着-溶媒抽出 <small>※※※破過に注意</small> ——GC/MS法
ダイアジノン	0.29 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (0.02ppb)	
フェノブカルブ	33 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (3.8ppb)	
ノナナール	41 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (0.007ppm)	暫定
TVOC	400 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	
C8~C16脂肪族飽和炭化水素		検討継続
C8~C12脂肪族飽和アルデヒド		

厚生労働省のガイドラインが基準

- 建材 JIS A1901(小形チャンバー法)など
- 住宅内に設置する家具、家電製品など
- 事務機器(複写機、プリンタ、複合機) JIS X6936
- 電子情報技術産業協会(JEITA)「パソコンに関するVOCガイドライン」
- 自動車工業会(JAMA) JAMA Report No.98

- 電気・電子機器に対する特定有害物質の使用制限に関するEUの指令
Restriction of Hazardous Substance
in electrical and electronic equipment
- 生産から廃棄・処分に至る製品のライフサイクルにおいて、人の健康や環境に与える負荷を最小限に抑えることが目的
- 2006年7月1日から施行
- **EU市場に対象機器を上市する製造者は、製品中に以下の規制対象物質を含まないことの保証が必要となる**
 - ✓ Cd:100ppm, Pb:1000ppm, Hg:1000ppm, Cr(VI):1000ppm
 - ✓ **ポリ臭化ジフェニルエーテル(PBDEs)**
ただし、DecaBDEは除外(2005/717/EC)
その他のPBDEsの合計: 1000ppm
 - ✓ **ポリ臭化ビフェニル(PBBs) Total PBBs:1000ppm**
- 規制の発効後、4年毎にその妥当性を見直す
(規制化合物の追加・削除、分析法など)

ジョイント・インダストリー・ガイドライン

Our measure is your success.

電気・電子機器 (EEE) 業界・・・製品の含有化学物質に関する詳細な情報を開示
(法令及び市場からの要求)

メーカー・・・含有化学物質情報開示質問書(グリーン調達調査書またはサプライ・チェーン質問書)を作成。

サプライヤ・・・販売する製品及び部品の含有化学物質に関する情報開示が求められる

メーカーにより要求される情報や書式がまちまちである

EICTA(欧州情報通信技術製造者協会)

JGPSSI(グリーン調達調査共通化協議会／日本)

EIA(米国電子工業会)

JEDEC(米国合同電子デバイス委員会)

質問書を統一するため、
本ガイドラインを作成

ジョイント・インダストリー・ガイドライン

Our measure is your success.

目的:

サプライヤが開示しなければならない材料及び化学物質を規定
含有化学物質の情報開示プロセスに、一貫性と効率性をもたらす

適用範囲:

メーカーの製品への組み込み用として、納入される製品及び部品に適用
包装材料(ダンボールやプラスチックトレイなど)には適用されない

ジョイント・インダストリー・ガイドライン

Our measure is your success.

材料と化学物質

レベルA:

使用を禁止または制限する法令によって閾値レベルが定められている
意図的に添加した場合には、含有レベルに関わらず報告する必要がある

レベルB:

環境、健康、または安全面に重大な影響がある
有害廃棄物管理を要求される可能性がある
使用済み製品処理に悪影響を及ぼす可能性がある

ジョイント・インダストリー・ガイドライン

Our measure is your success.

レベルA:

材料／化学物質群	閾値レベル
アスベスト類	意図的添加
一部のアゾ染料・顔料	意図的添加(適用については76/769/EEC指令を参照)
カドミウム／カドミウム化合物	75ppm または意図的添加
六価クロム／六価クロム化合物	1000ppmまたは意図的添加
鉛／鉛化合物	1000ppmまたは意図的添加、300ppm(塩化ビニルケーブルのみ)
水銀／水銀化合物	1000ppmまたは意図的添加
オゾン層破壊物質	クラス I : 意図的添加、クラス II、HCFCs: 1000ppm
ポリ臭化ビフェニル類(PBB類)	1000ppmまたは意図的添加
ポリ臭化ジフェニルエーテル類(PBDE類)	1000ppmまたは意図的添加
ポリ塩化ビフェニル類(PCB類)	意図的添加
ポリ塩化ナフタレン(塩素原子数が3以上)	意図的添加
放射性物質	意図的添加
一部の短鎖型塩化パラフィン	意図的添加
トリブチルスズ(TBT)、トリフェニルスズ(TPT)	意図的添加
酸化トリブチルスズ(TBTO)	意図的添加

閾値レベル:

法律によって禁止または制限を目的とする新たな閾値が設定された場合、それに従って改定される

ジョイント・インダストリー・ガイドライン

Our measure is your success.

レベルB:

材料／化学物質群	閾値レベル
アンチモン／アンチモン化合物	1000ppm
ヒ素／ヒ素化合物	1000ppm
ベリリウム／ベリリウム化合物	1000ppm
ビスマス／ビスマス化合物	1000ppm
臭素系難燃剤(PBB類またはPBDE類を除く)	1000ppm
ニッケル(外部利用のみ)	1000ppm
一部のフタル酸エステル類	1000ppm
セレン／セレン化合物	1000ppm
ポリ塩化ビニル(PVC)	1000ppm



Agilent Technologies

分析法およびアプリケーション —より簡便で迅速なアプローチ

Our measure is your success.

1. 吸着剤捕集加熱脱着GC/MS・・・TE

自動車内装材料から放散するSVOCの簡易分析法

2. (溶媒抽出)→液体注入

PBDEs

3. パイロライザGC/MS・・・熱抽出

高分子材料中臭素系難燃剤

4. 加熱脱着GC/MS・・・熱抽出

高分子材料中PBDEs

PBBs、フタル酸エステル



高分子材料中揮発性化合物の分析

Our measure is your success.

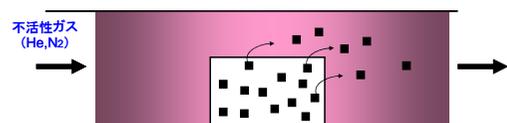


➤ スタティックヘッドスペース



➤ 熱抽出法

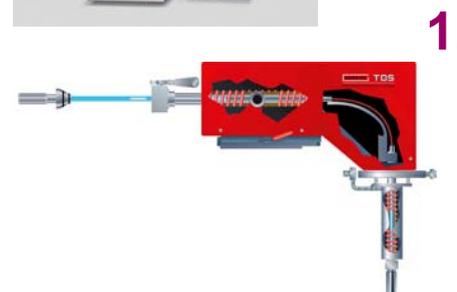
吸着剤捕集—加熱脱着



パイロライザ

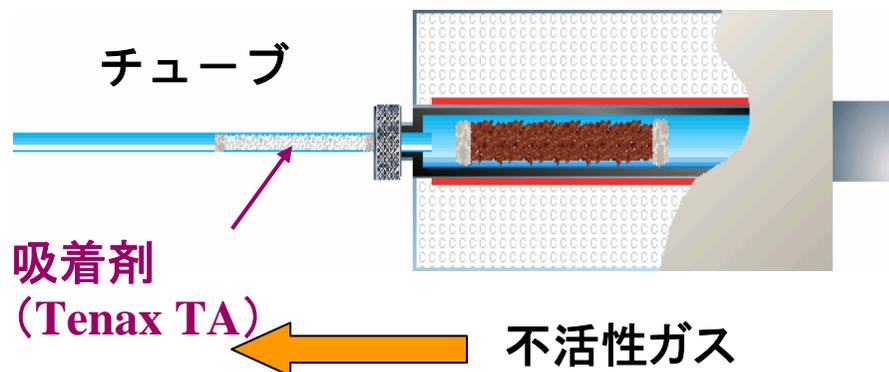
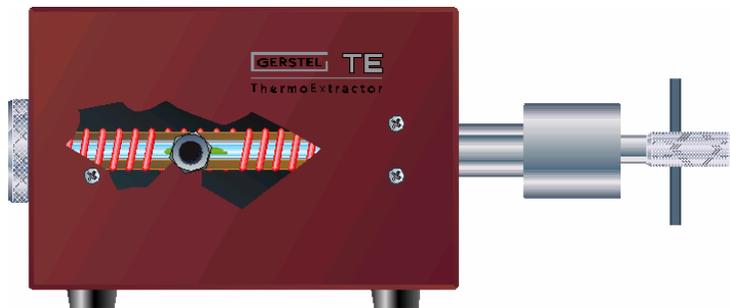


加熱脱着装置



サーモエクストラクター (TE)

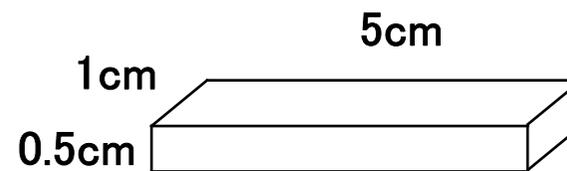
Our measure is your success.



TEガラスチューブ (内径 14mm)



TDSガラスチューブ (内径 4mm)



* テトラバッグ、チャンバー法では、SVOCの分析は難しい

加熱脫着裝置(TDS)-GC/MS

Our measure is your success.



加熱脱着-GC/MS測定条件

Our measure is your success.

装置: Gerstel TDSA + Agilent 6890GC/5973MSD

カラム: Agilent Ultra 2, 50m,0.32mm,0.52 μ m

加熱脱着温度: 20°C-60°C/min-280°C (5min) @50ml/min

split比: 10:1

cryo温度: -130°C

GC Oven温度: 40°C(3min)-10°C/min-280°C(10min)

column流量: 1.3ml/min, constant flow mode

scan mode: m/z 29-550

加熱脱着装置TDSの特長

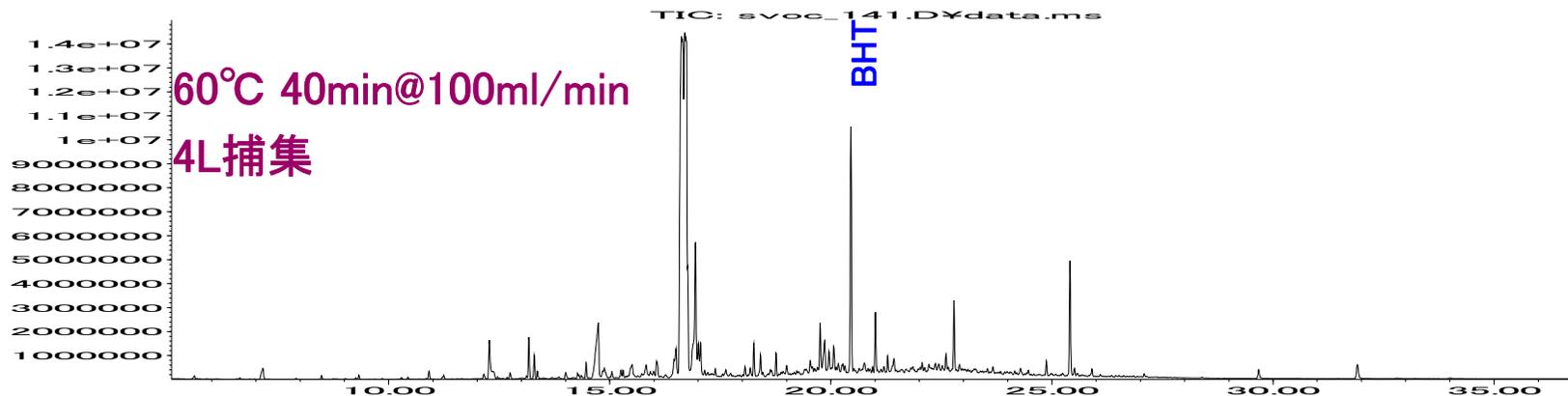
Our measure is your success.



フロアマット 5cm × 1cm 約750mg TE

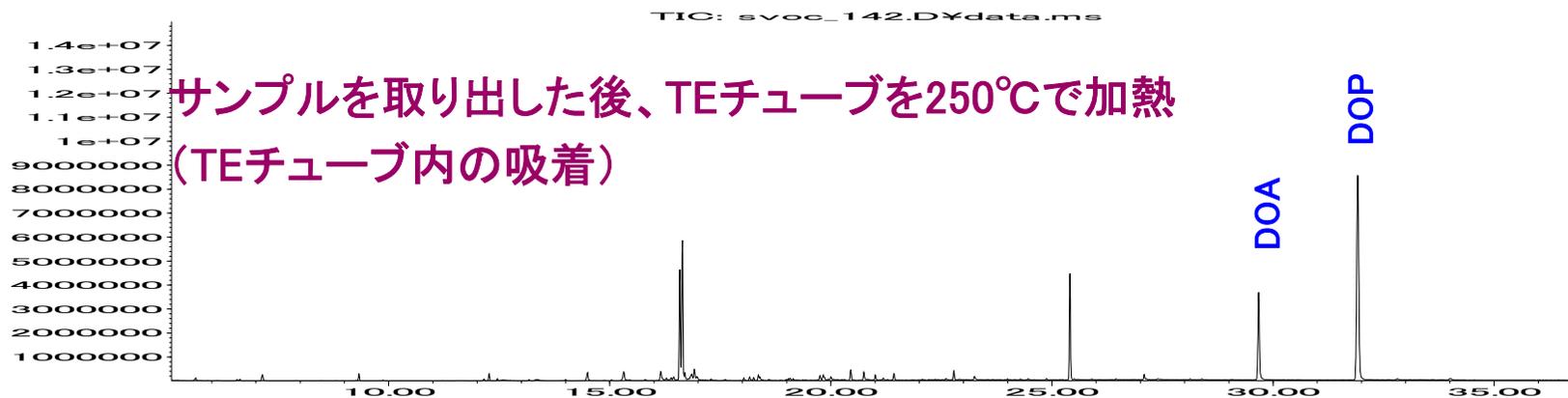
Our measure is your success.

アバダンス



60°C 40min@100ml/min
4L捕集

時間-->
アバダンス



サンプルを取り出した後、TEチューブを250°Cで加熱
(TEチューブ内の吸着)

時間-->

フロアマット 定量値 (n=3) 5cm×1cm 約750mg TE

Our measure is your success.

1. 60°C 4L捕集

#	化合物	定量値 (μg/g)	RSD(%)
1)	2-ethylhexanol	0.114	8.0
2)	D6		
3)	BHT	0.331	8.2
4)	C16	0.029	8.5
5)	DEP		
6)	TBP		
7)	DBA		
8)	TCEP		
9)	DBP	0.019	1.6
10)	C20		
11)	DOA	0.017	10.8
12)	TPP		
13)	DOP	0.026	4.5

2. TEチューブ内吸着

#	化合物	定量値 (μg/g)	RSD(%)
1)	2-ethylhexanol	0.003	11.4
2)	D6		
3)	BHT	0.014	2.9
4)	C16	0.002	5.9
5)	DEP		
6)	TBP		
7)	DBA		
8)	TCEP		
9)	DBP	0.007	13.3
10)	C20		
11)	DOA	0.173	9.0
12)	TPP		
13)	DOP	0.496	5.6

* 60°Cで放散したSVOC成分は、チューブ内面へ吸着した成分も合わせることで、測定することが可能であった

参考資料:「室内空気及び各種材料中のVOC分析について」, クリーンテクノロジー, 第17巻第3号(2007)

分析法およびアプリケーション —より簡便で迅速なアプローチ

Our measure is your success.

1. 吸着剤捕集加熱脱着GC/MS・・・TE

自動車内装材料から放散するSVOCの簡易分析法

2. (溶媒抽出)→液体注入

PBDEs

3. パイロライザGC/MS・・・熱抽出

高分子材料中臭素系難燃剤

4. 加熱脱着GC/MS・・・熱抽出

高分子材料中PBDEs

PBBs、フタル酸エステル

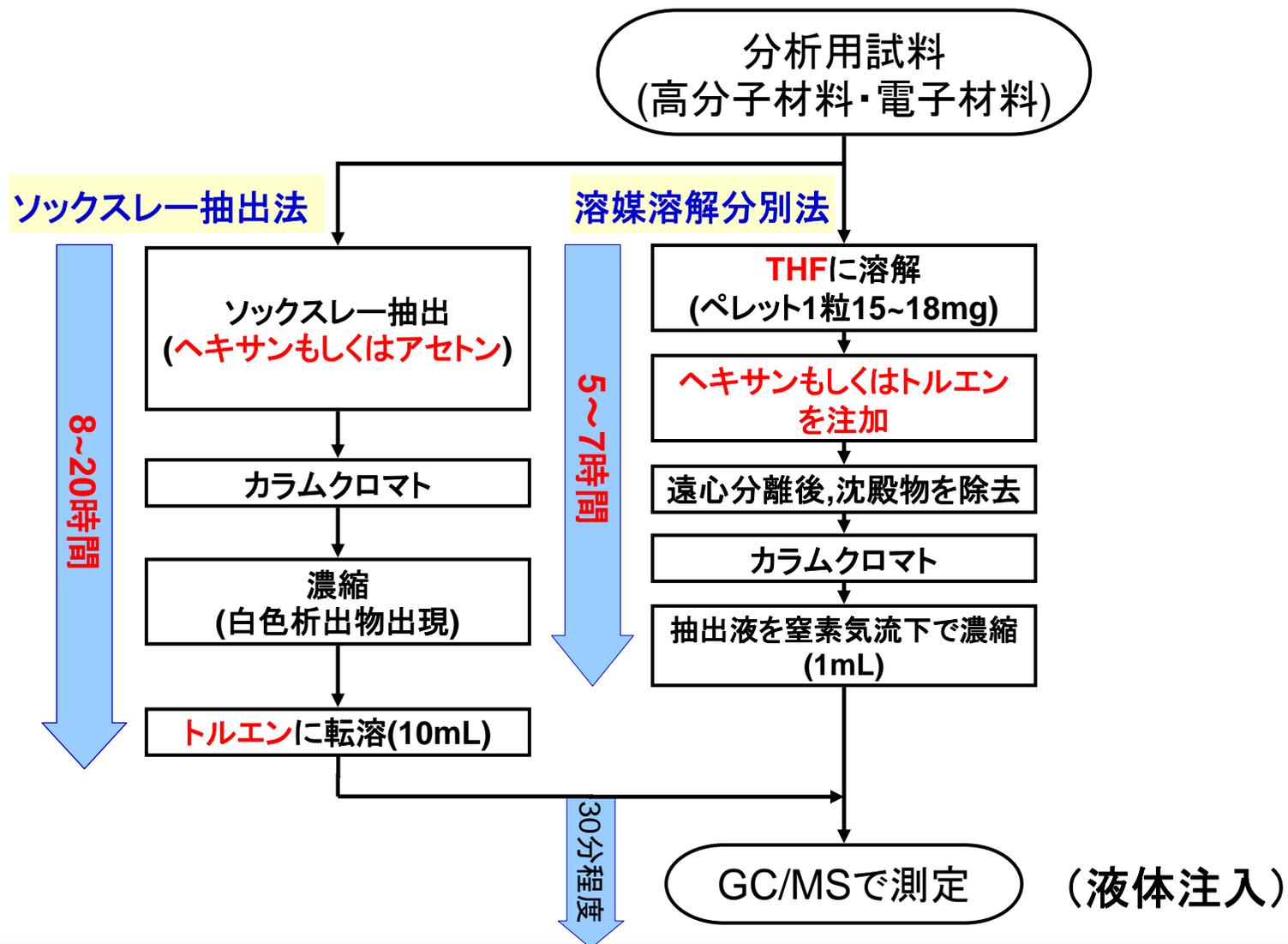


IEC(国際電気標準会議)／ISO(国際標準化機構)

- 高分子材料や電子材料に含まれるPBDEs,PBBsについて採用を検討された分析法
 - ✓ XRF(蛍光X線分析)によるスクリーニングの簡易分析法(Brをモニター)
 - ✓ GC/MSによる精密分析法(GCにて分離し、定量する)・・・検討中
- GC/MSの前処理法は、溶媒抽出法をメインに、具体的な方法が検討されている
- 溶媒抽出法として、溶媒溶解再沈法、ソックスレー抽出法などが検討されているが、高マトリクスとして存在するポリマー／オリゴマーなどをカラムクロマトなどの前処理操作で除去する必要がある

溶媒抽出法の例

Our measure is your success.



液体注入 PBDEs GC/MS測定条件

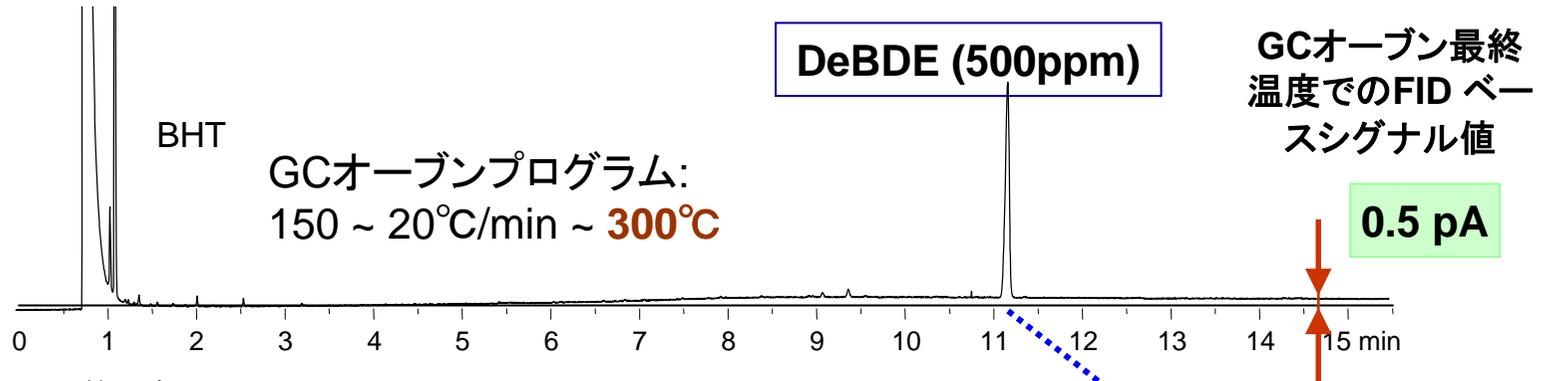
Our measure is your success.

カラム :	UltraALLOY-PBDE 15m x 250 μ m x 0.05 μ m
GCオーブンプログラム :	100°C(2 min) – 20°C/min – 340°C(0 min)
注入モード :	pulsed splitless with EPC
注入口温度 :	320°C
パルス圧・時間 :	15 psi, 1 min
キャリアガス :	He 1.5 mL/min, 7.07 psi @100°C 定流量モード
MSトランスファーライン温度 :	320°C
イオン源温度 :	300°C (EIモード)
四重極温度 :	150°C
スキャン範囲 :	m/z = 29 – 1000, 3.01 scan/sec
注入量 :	2 μ L

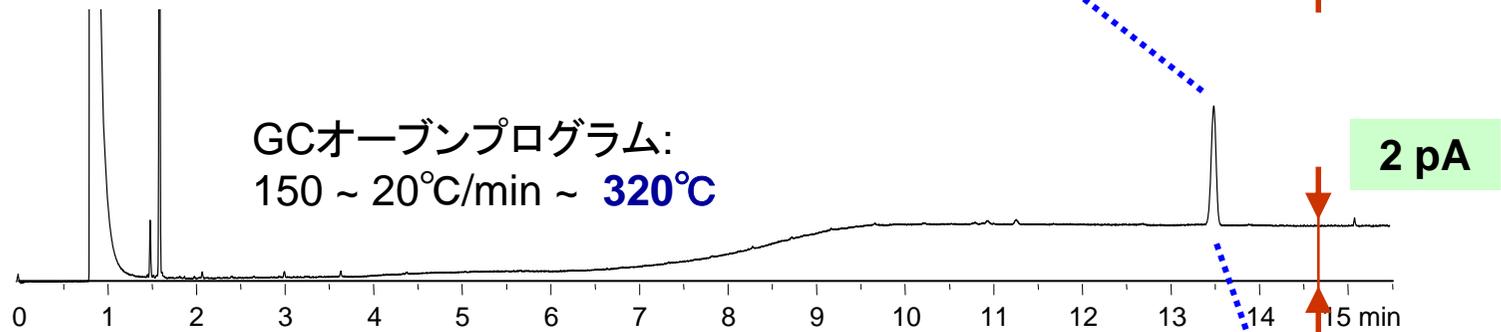
膜厚の異なるカラムでのクロマトグラムの比較

Our measure is your success.

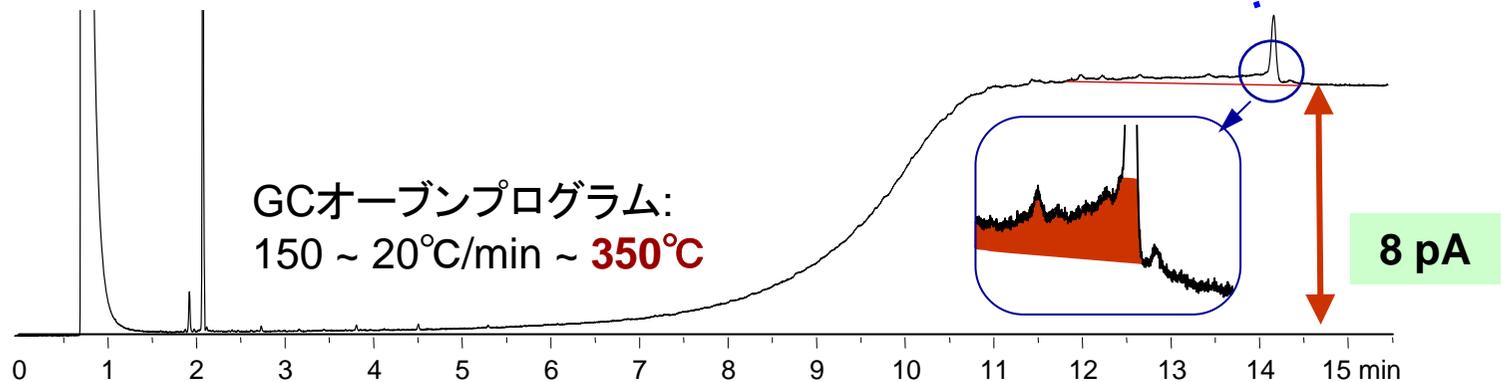
df: 0.05 μm



df: 0.1 μm



df: 0.25 μm



15 m(0.25 mm), Inj:300C Det(FID):340C,
Sample: 1 μL , He 1ml/min, Split ratio: 1/50



Agilent Technologies

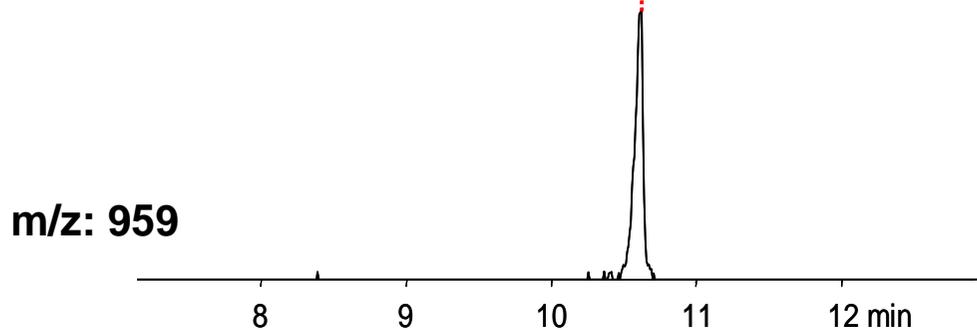
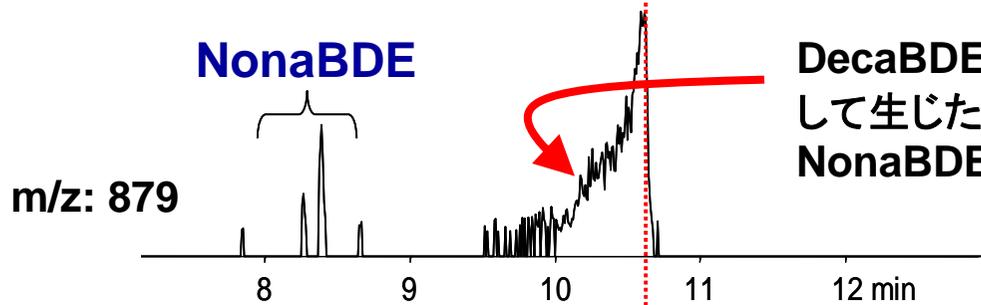
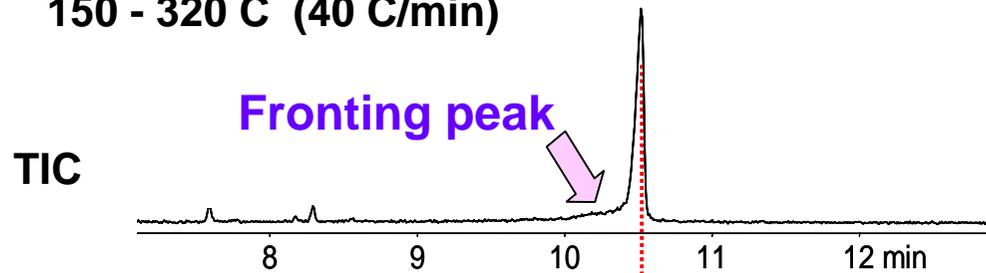
※ 出典: フロンティア・ラボ社13th China Pyrolysis meeting, Nov/1/2005

DecaBDEのカラム液相内での熱分解

Our measure is your success.

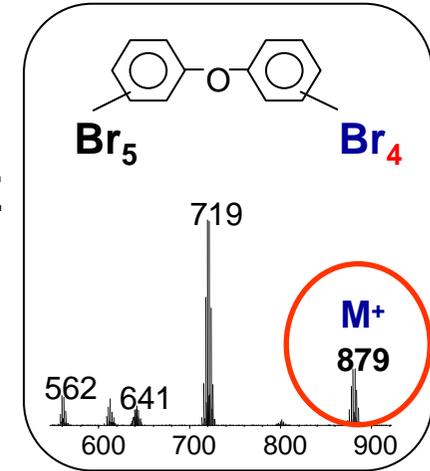
PDMS, 15 m (0.25 mm id) 0.1 μm, Inj: 300 C, Det(MS)
 Sample: 1 μL, He 1 ml/min, Split ratio: 1/50

GCオーブンプログラム:
 150 - 320 C (40 C/min)

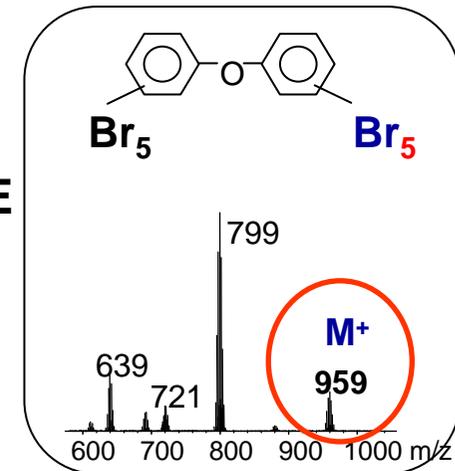


DecaBDEが熱分解
 して生じた
 NonaBDEのイオン

NonaBDE

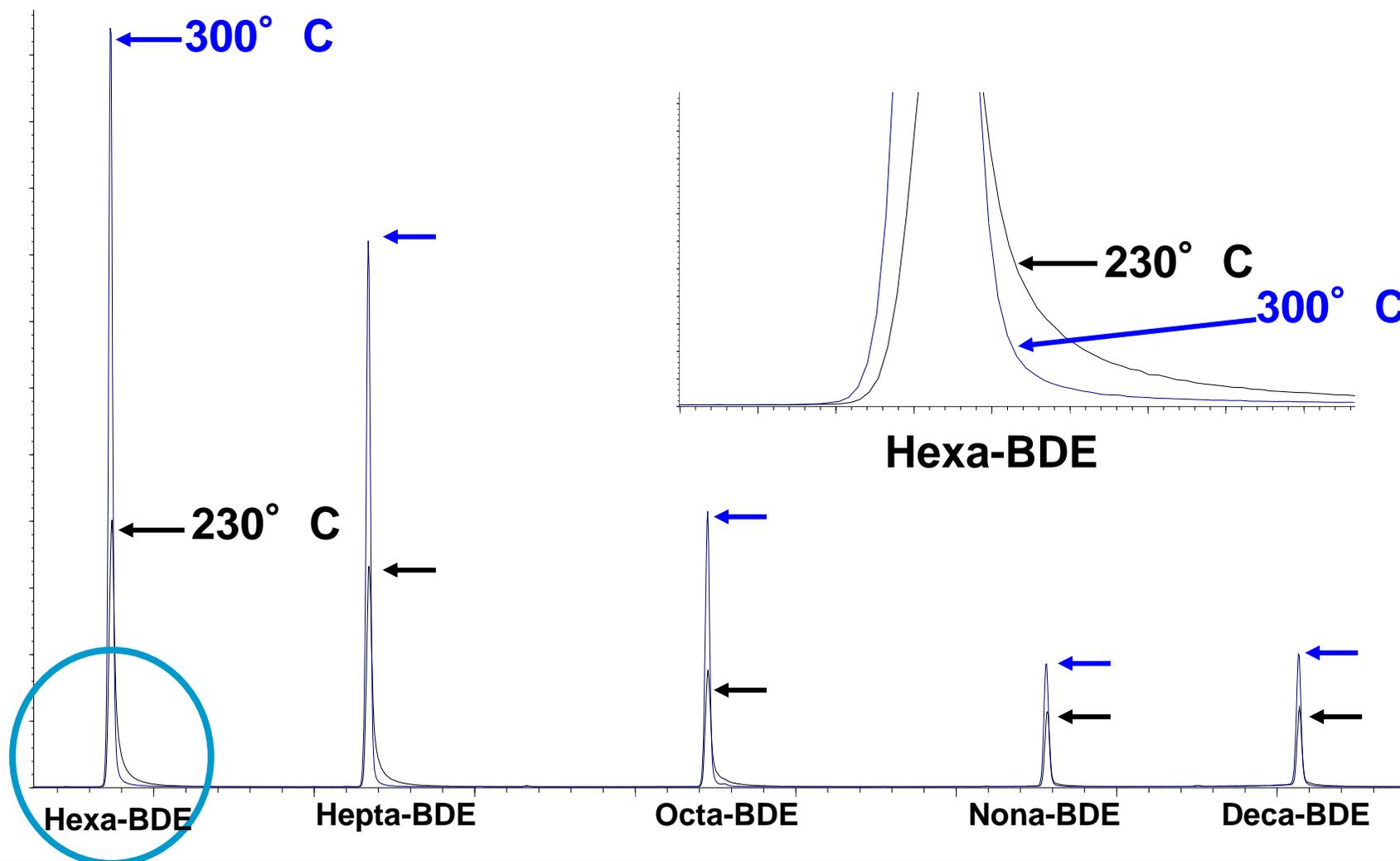


DecaBDE



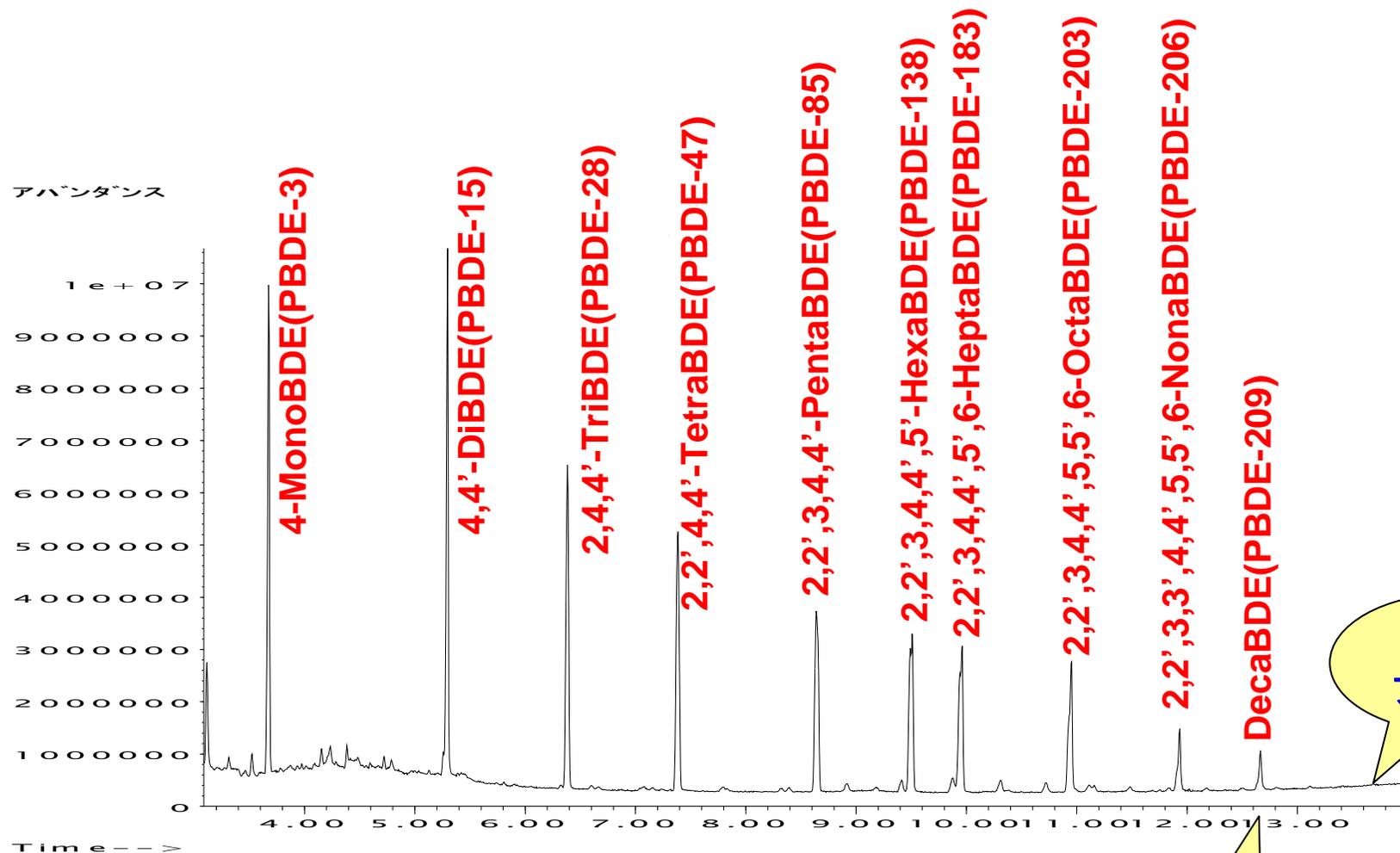
イオン源の温度によるピーク形状の違い 230°C vs 300°C

Our measure is your success.



液体注入 PBDEs標準溶液 5ppm ($\mu\text{g/mL}$)

Our measure is your success.



低い
ブリード

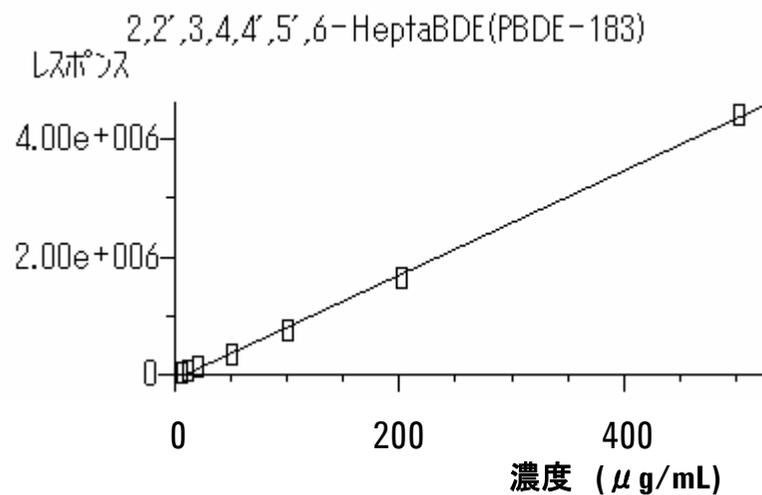
320°C以下
で溶出



Agilent Technologies

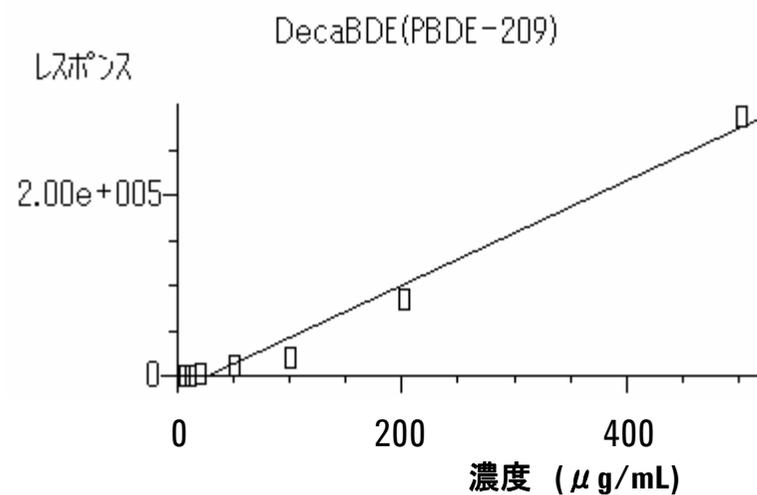
液体注入 PBDEs標準溶液 検量線

Our measure is your success.



**2,2',3,4,4',5',6-HeptaBDE
(PBDE-183)**

$$r^2 = 0.999$$



**DecaBDE
(PBDE-209)**

$$r^2 = 0.981$$

液体注入 PBDEs標準溶液 再現性(n=6)

Our measure is your success.

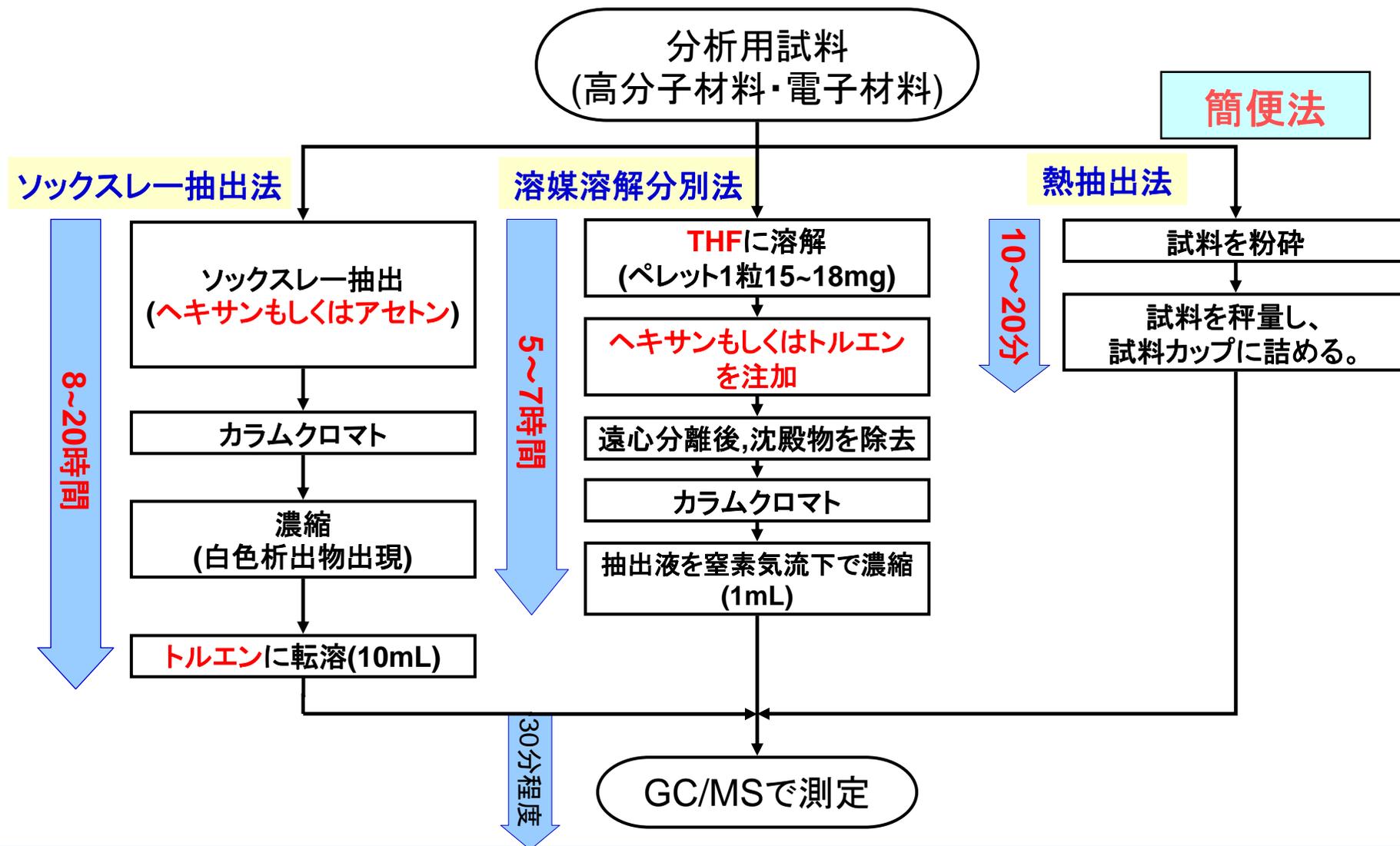
溶液濃度 500 μ g/mL

No.	PBDE -3 (Mono)	PBDE -17 (Di)	PBDE -28 (Tri)	PBDE -47 (Tetra)	PBDE -85 (Penta)	PBDE -138 (Hexa)	PBDE -183 (Hepta)	PBDE -203 (Octa)	PBDE -206 (Nona)	PBDE -209 (Deca)
1	22559293	22620597	13805466	12042403	8165658	6645479	4345278	2761471	755640	366444
2	22537245	22530487	13776694	11671912	8178051	6731390	4239477	2829226	816891	357988
3	22305215	22311745	13454544	11725542	7905032	6414359	4314440	2706486	727687	313242
4	22963972	22836241	13750875	12179510	8281966	6879599	4427907	2909634	781273	369655
5	22828936	22657393	13882765	12237547	8388091	7030739	4649285	2951769	727698	313293
6	22635909	22427110	13639014	11892209	8219463	6830561	4503278	2820771	765445	347641
平均	22638428	22563929	13718226	11958187	8189710	6755355	4413277	2829893	762439	344710
標準 偏差	232297	184139	151638	234328	161559	212534	147386	90782	34028	25522
RSD(%)	1.0	0.8	1.1	2.0	2.0	3.2	3.3	3.2	4.5	7.4

分析に要する時間の比較

Our measure is your success.

— 溶媒抽出法と熱抽出法の例 —



分析法およびアプリケーション —より簡便で迅速なアプローチ

Our measure is your success.

1. 吸着剤捕集加熱脱着GC/MS・・・TE

自動車内装材料から放散するSVOCの簡易分析法

2. (溶媒抽出)→液体注入

PBDEs

3. パイロライザGC/MS・・・熱抽出

高分子材料中臭素系難燃剤

4. 加熱脱着GC/MS・・・熱抽出

高分子材料中PBDEs

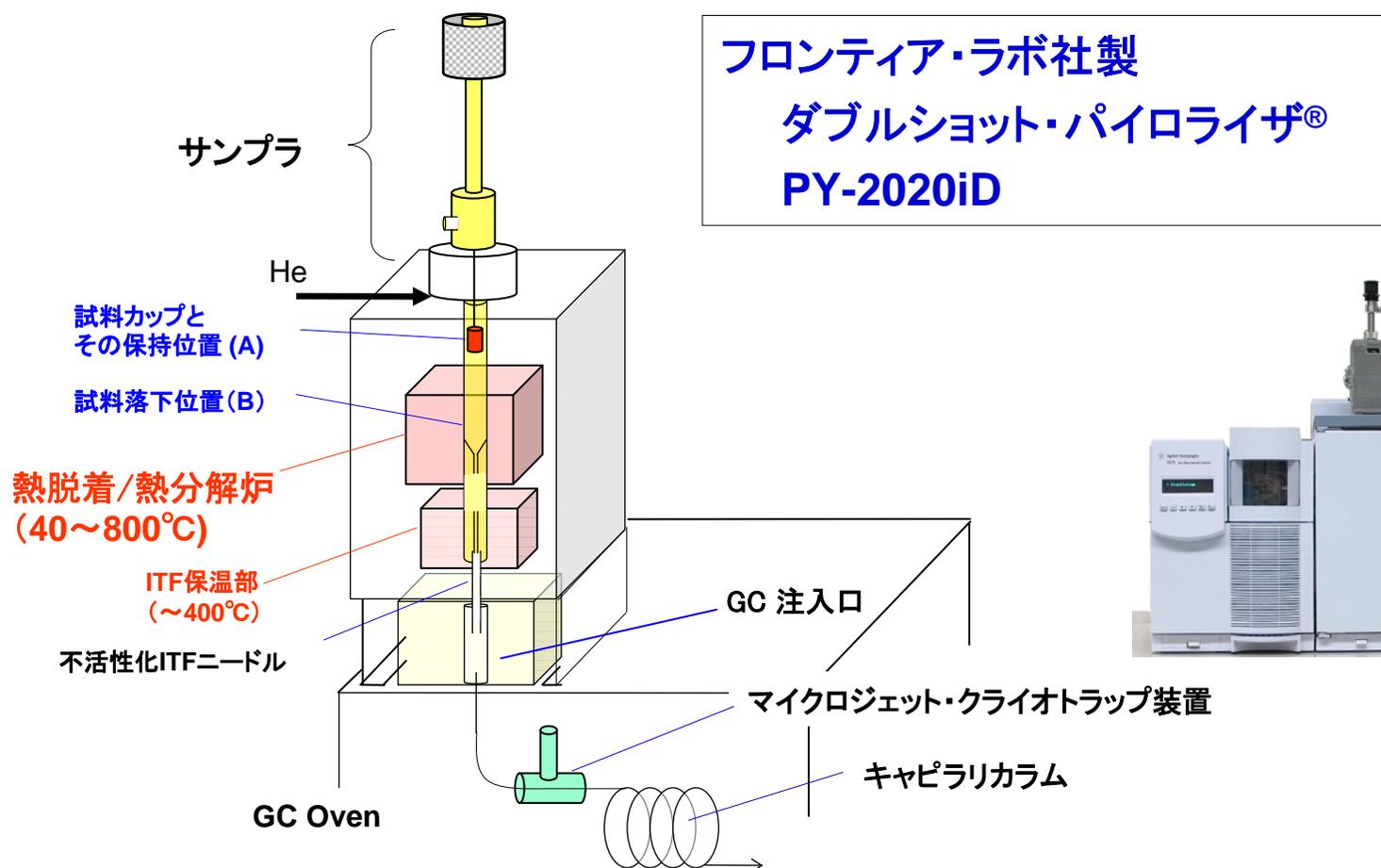
PBBs、フタル酸エステル



より簡単な前処理法へのアプローチ

Our measure is your success.

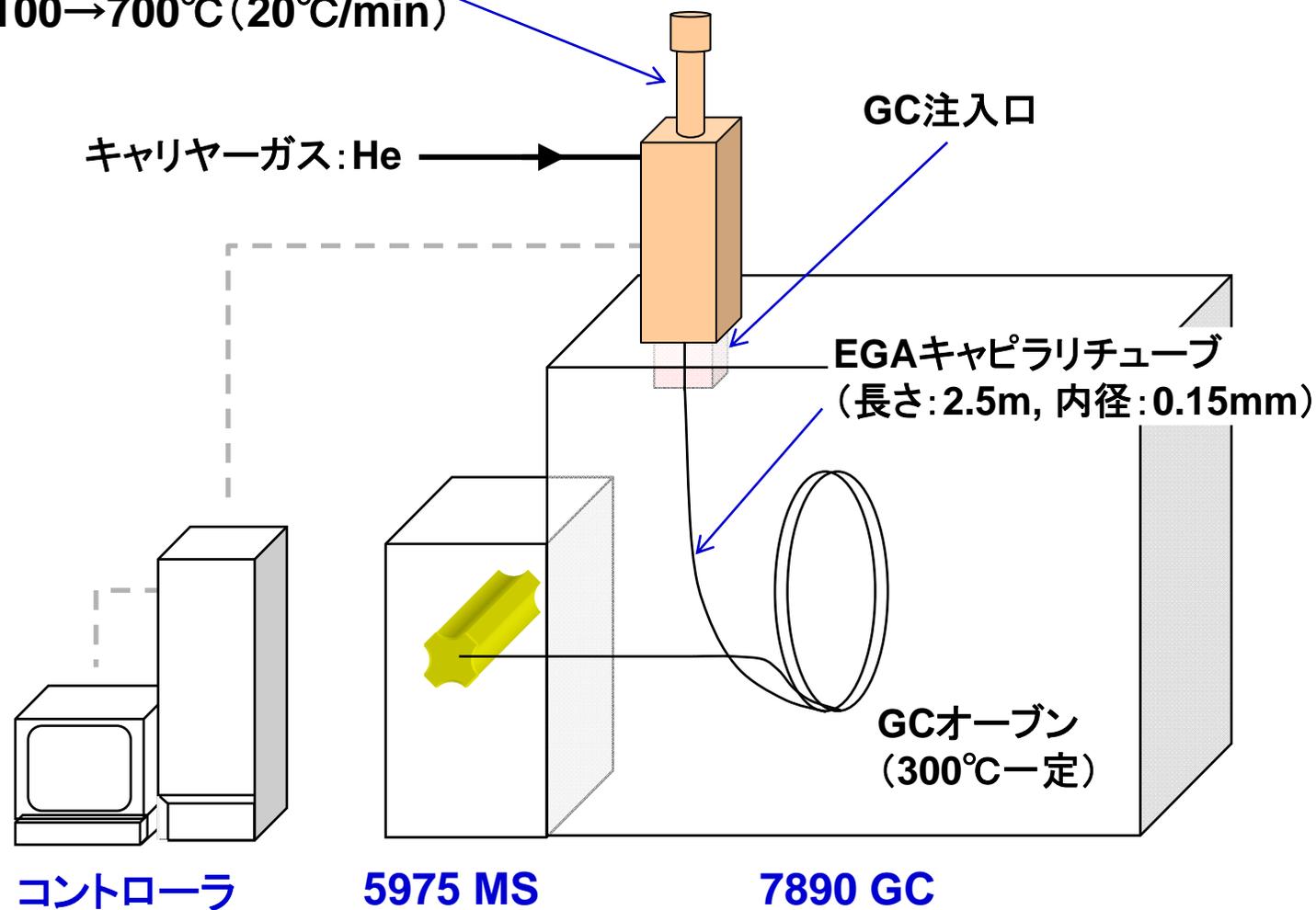
パイロライザ(Py)-GC/MSによる高分子材料中のPBDEsの分析



発生ガス分析 (Evolved Gas Analysis, EGA) 法 Our measure is your success. の構成

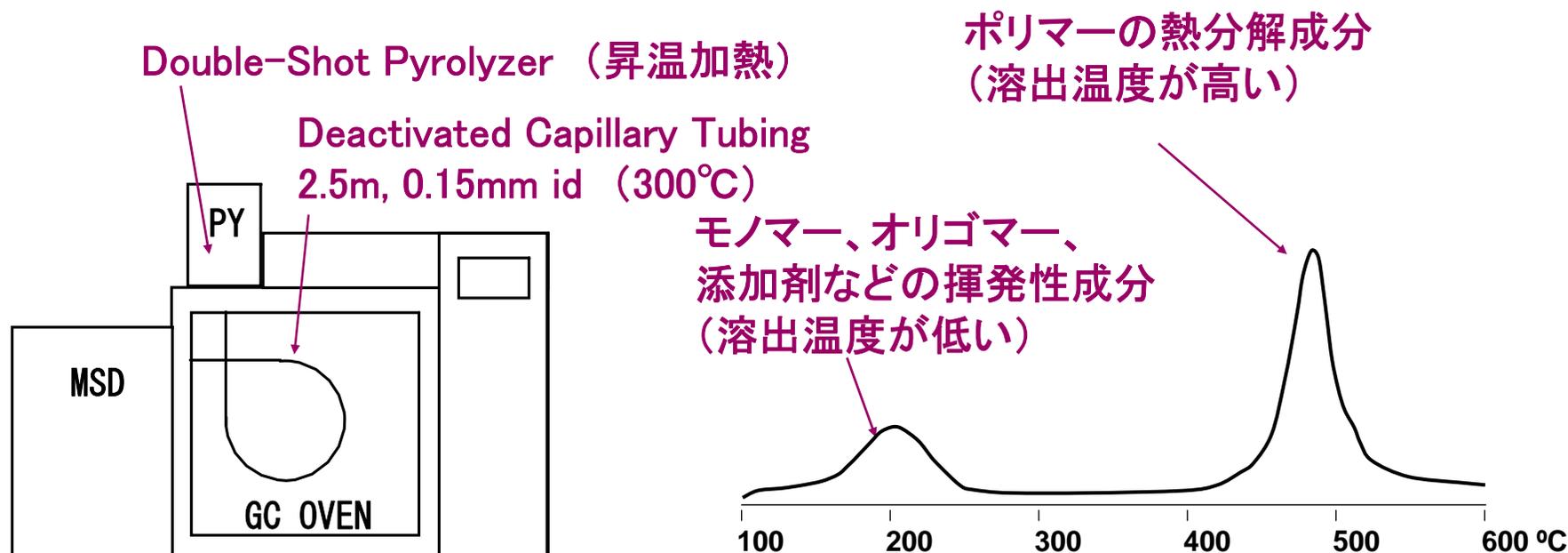
ダブルショット・パイロライザ®

100→700°C (20°C/min)



発生ガス分析法の構成とデータ

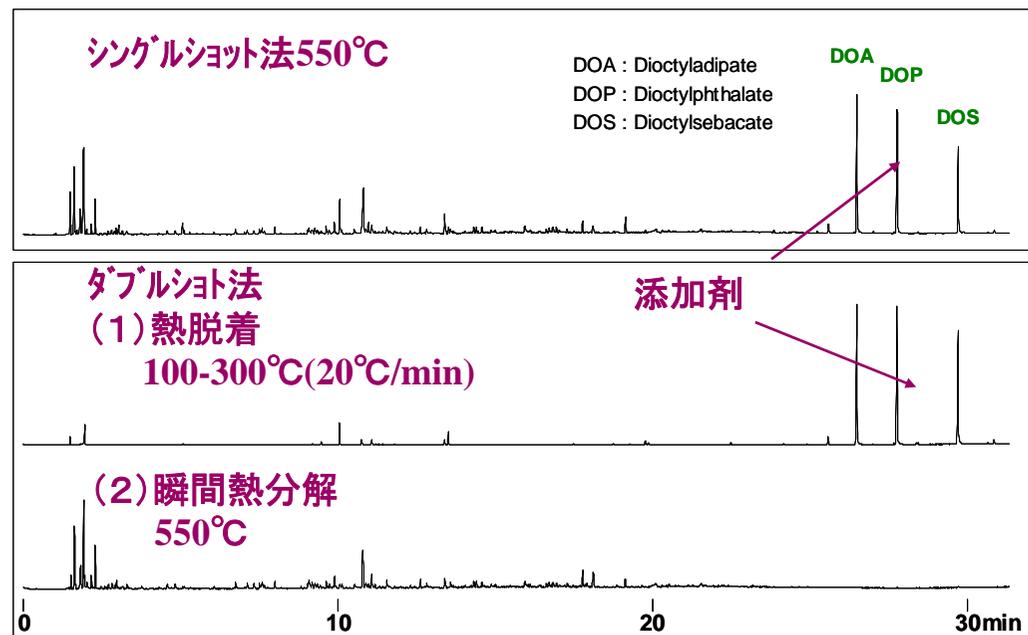
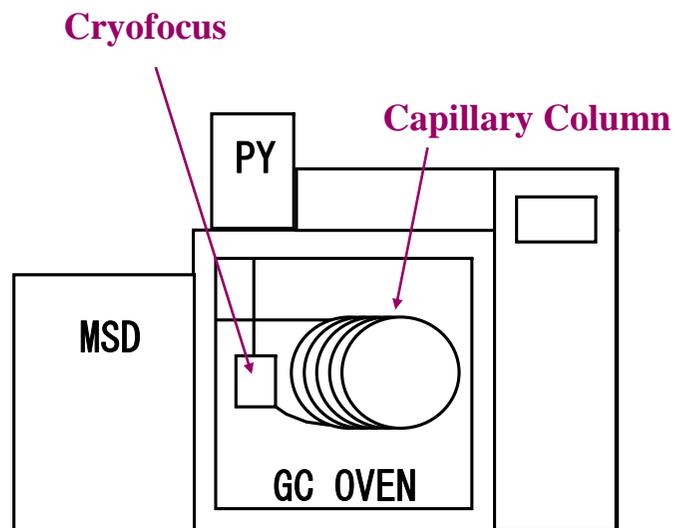
Our measure is your success.



- ・試料を連続的に昇温加熱して発生するガスを直接検出器で測定する簡易熱分析法
- ・試料中の揮発性成分の情報
- ・ポリマーの熱分解開始温度・終了温度
- ・揮発性成分と基質ポリマーの個別測定条件

ダブルショット法の構成とデータ

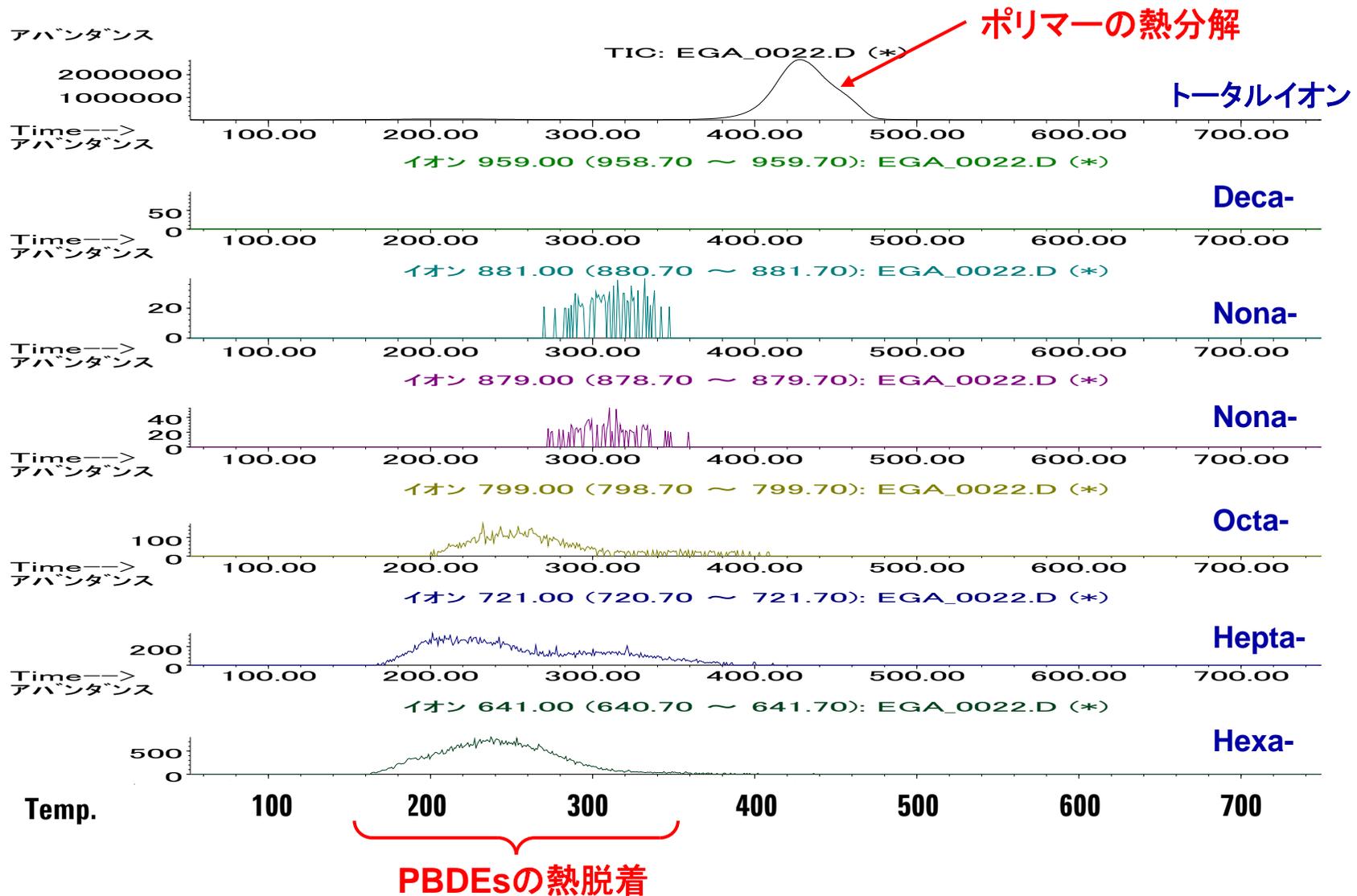
Our measure is your success.



- ・最初に試料中の揮発性成分をプログラム昇温加熱により選択的に熱脱着分析し、続いて基質ポリマーをシングルショット法で瞬間熱分解させる両方の手法を組み合わせた分析法
- ・添加剤などの揮発性成分と基質ポリマーを個別に分析することにより、解析が容易

PBDEs 10成分添加ポリスチレンのEGA曲線

Our measure is your success.

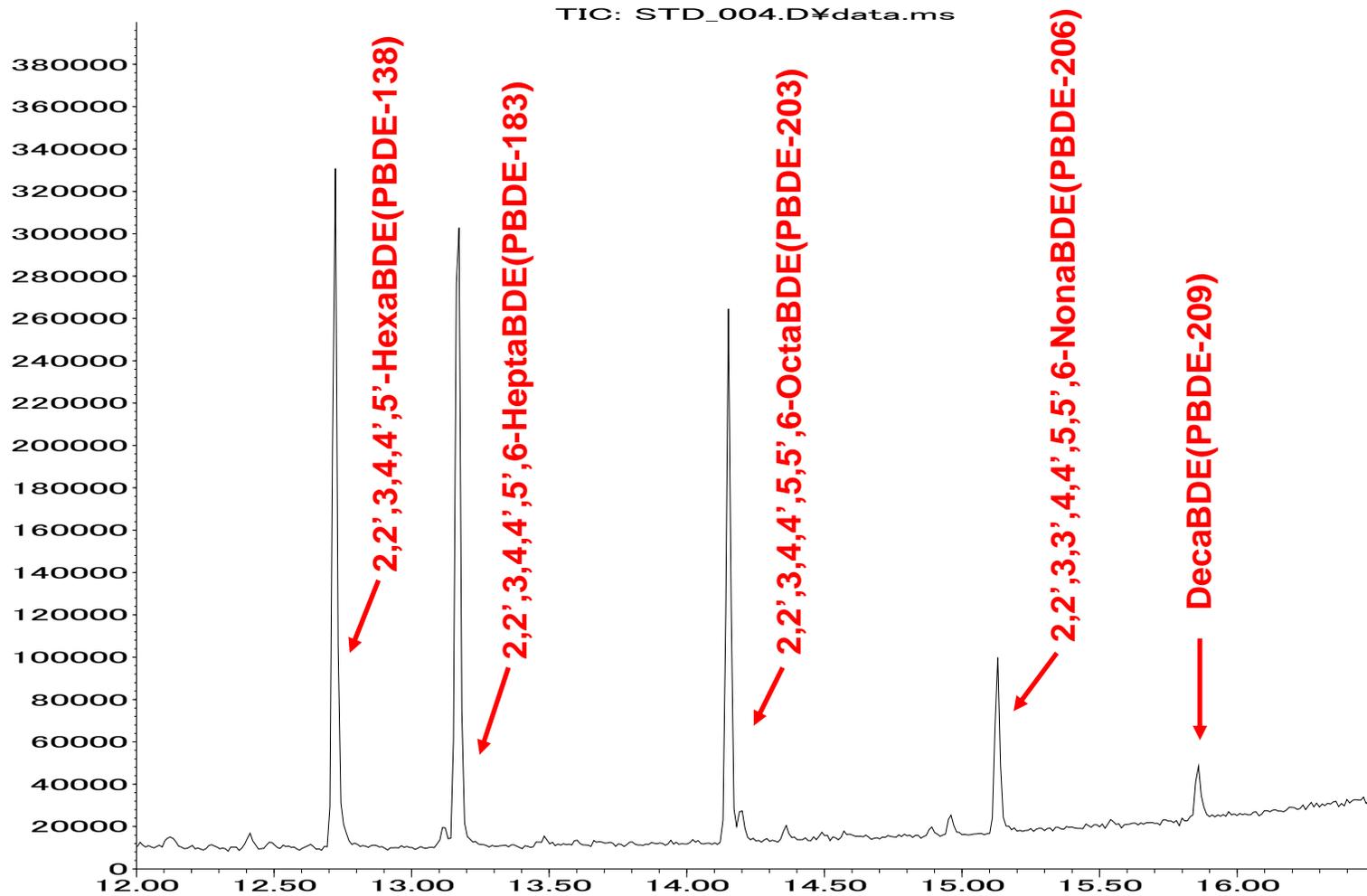


Py-GC/MS

PBDEs標準溶液 100ng, 熱抽出温度: 380°C

Our measure is your success.

アバダンス

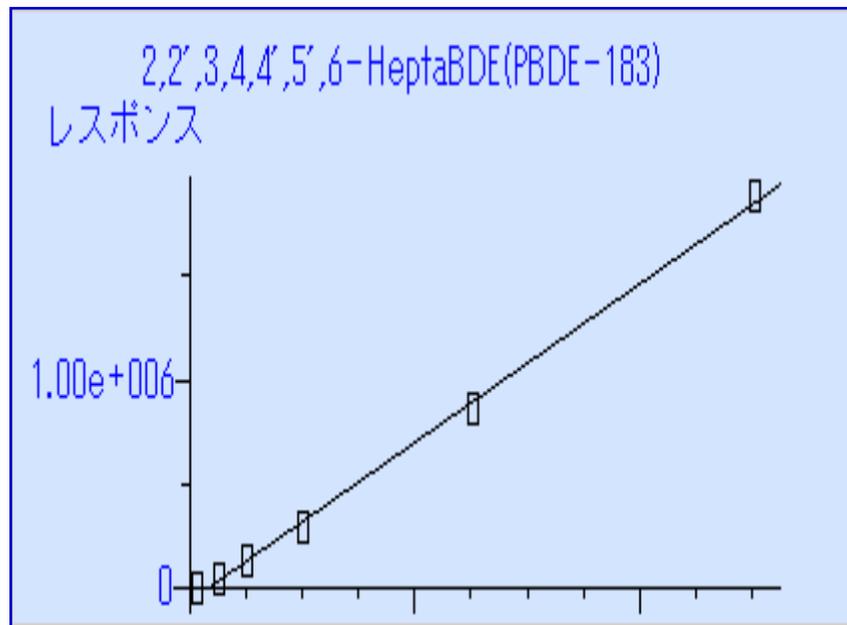


時間-->

Py-GC/MS

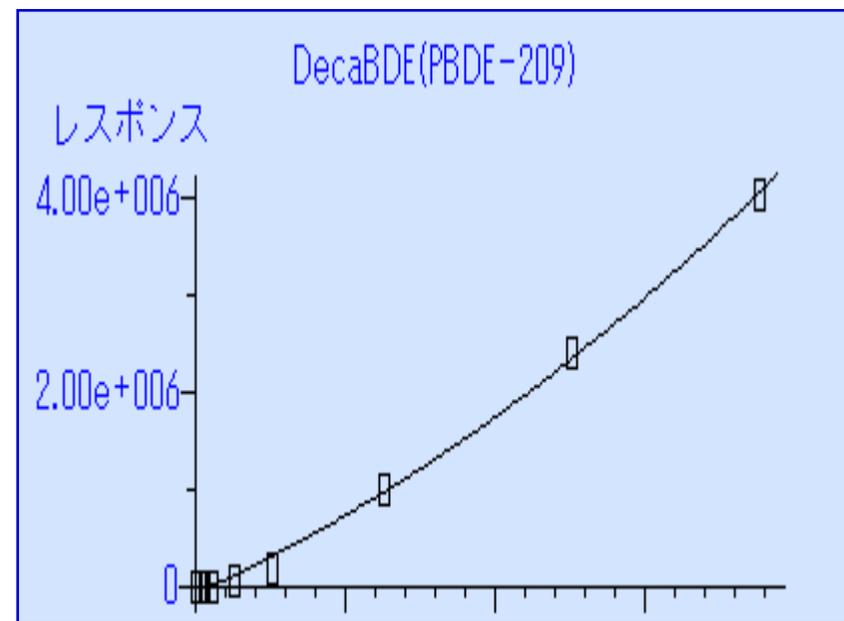
Our measure is your success.

PBDEs標準溶液 検量線, 熱抽出温度: 380°C



$r^2 : 0.998$

5 – 500 ng



$r^2 : 0.998$

5 - 3750 ng

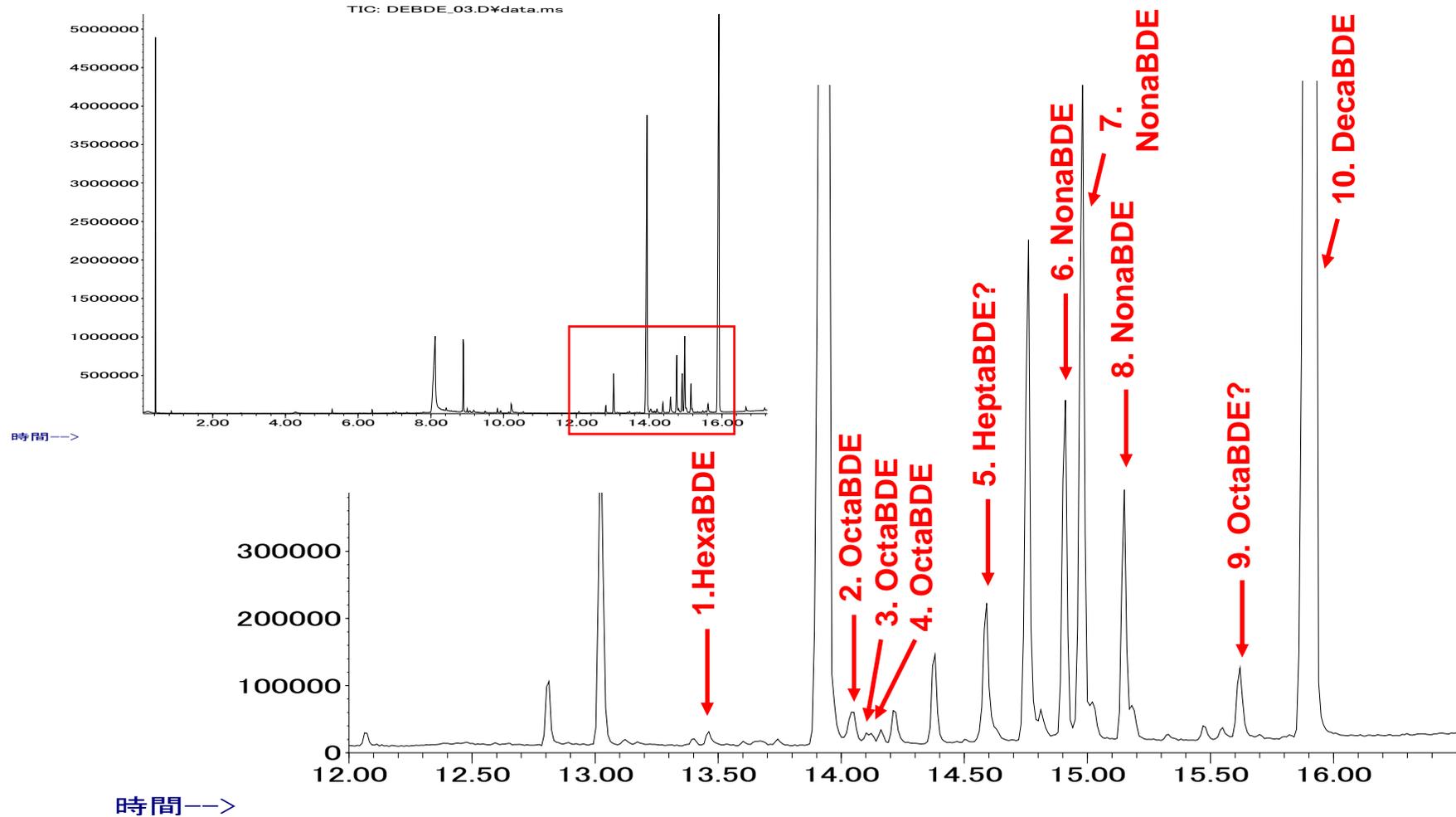
Py-GC/MS

ポリブチレンテレフタレート試料中のPBDEs分析

熱抽出温度: 380°C, 試料量: 50 μg

Our measure is your success.

アバダンス

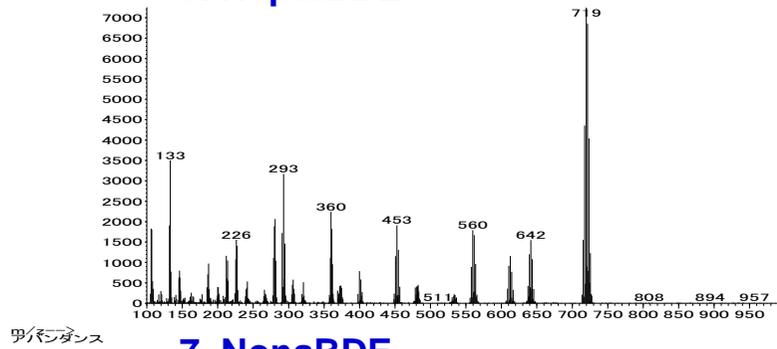


Agilent Technologies

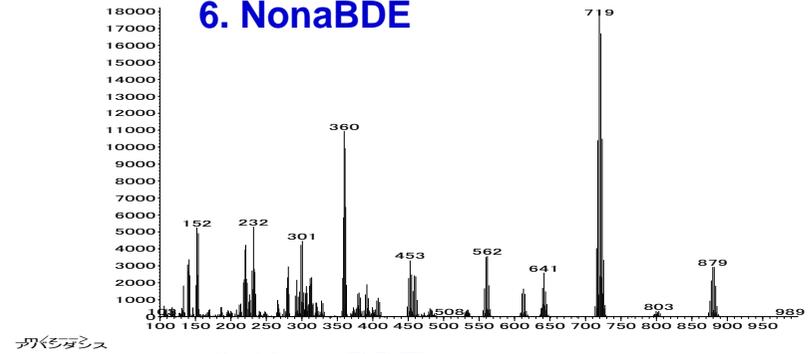
Py-GC/MS

PBDEs マススペクトル

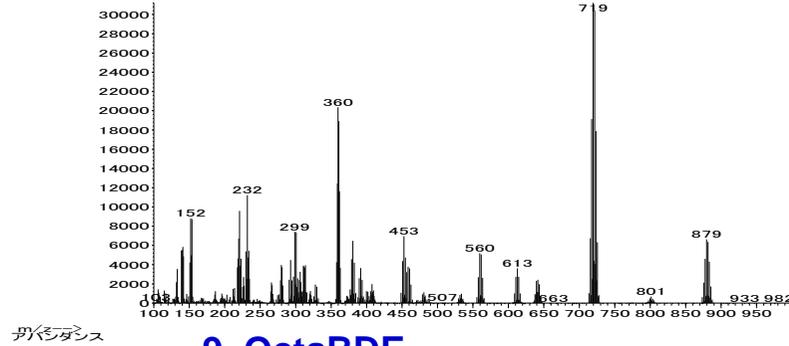
5. HeptaBDE



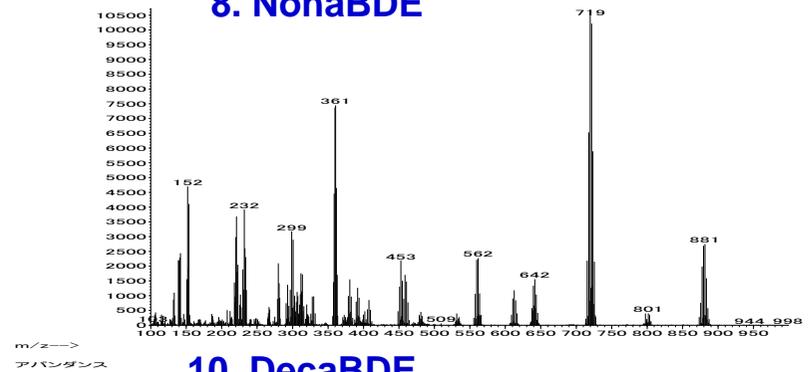
6. NonaBDE



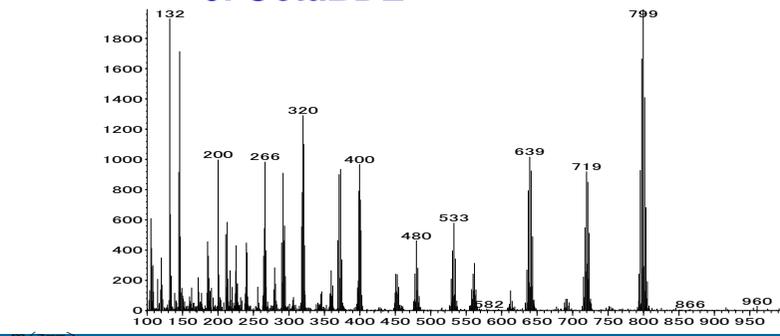
7. NonaBDE



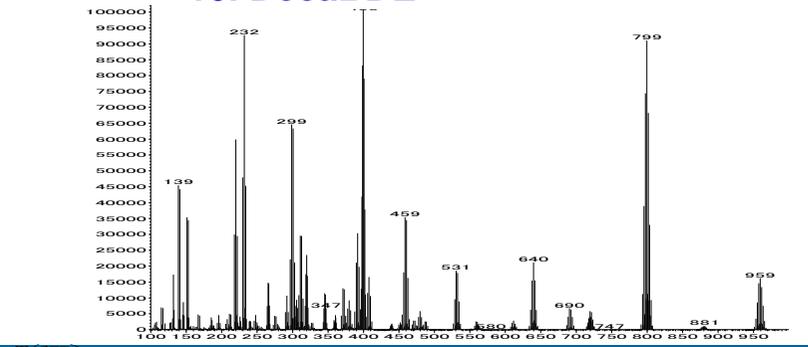
8. NonaBDE



9. OctaBDE



10. DecaBDE



Agilent Technologies

Py-GC/MS

ポリブチレンテレフタレート試料中のPBDEs分析

熱抽出温度: 380°C, 試料量: 50 µg

Our measure is your success.

再現性 (n=4)

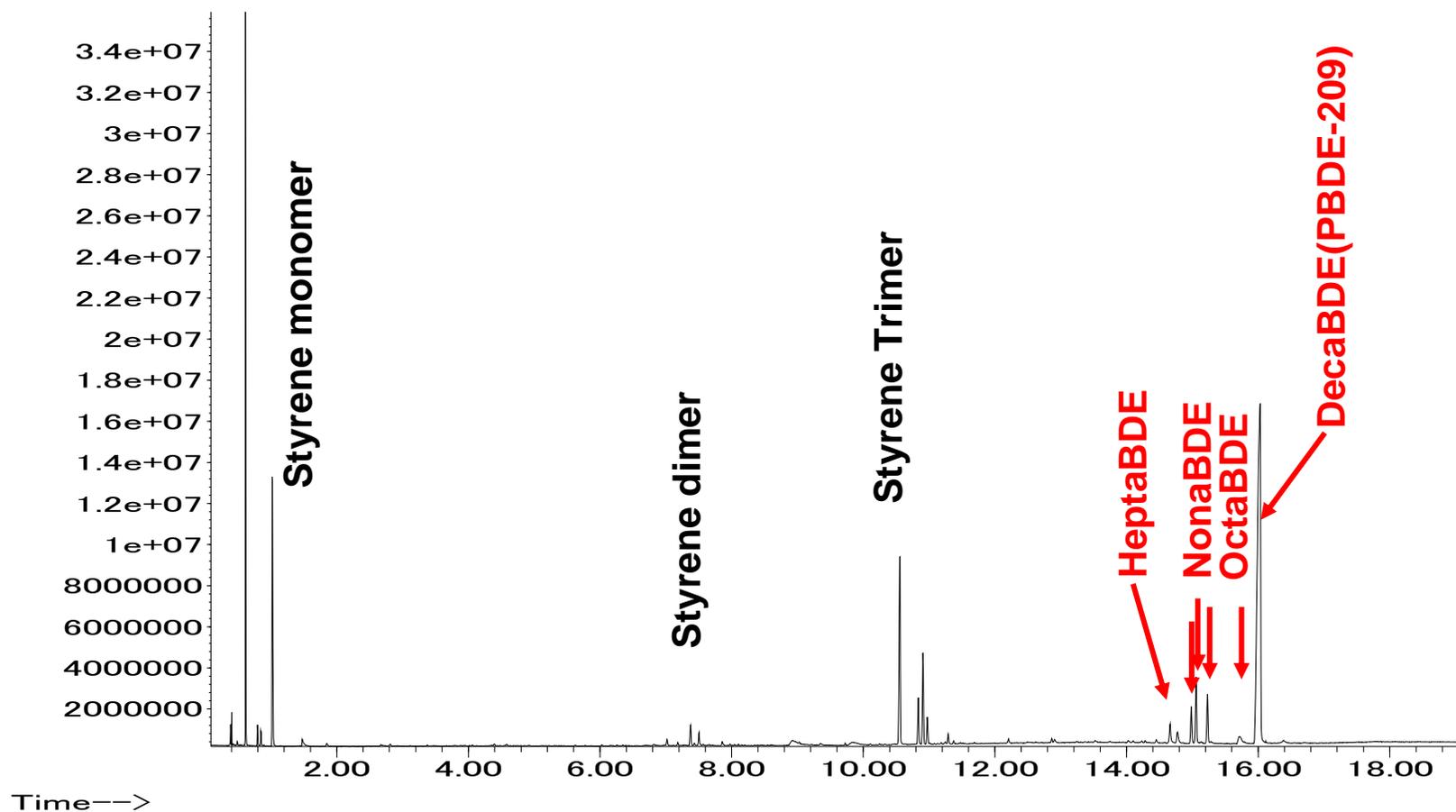
	_03.D (ng)	_04.D (ng)	_05.D (ng)	_06.D (ng)	平均 (ng)	標準偏差 (ng)	RSD (%)	Br 含量 (ng)	Br 濃度 (ppm)
Octa-BDE (PBDE-203)	24.1	26.6	25.0	25.2	25.2	1.1	4.2	20	400
Octa-BDE-1	23.9	26.6	24.9	25.3	25.2	1.1	4.5	20	400
Octa-BDE-2	26.4	28.2	27.3	27.1	27.2	0.7	2.7	22	440
Hepta-BDE-1	28.7	33.6	32.8	31.3	31.6	2.1	6.8	24	480
Nona-BDE-1	423.0	455.0	426.6	419.5	431.0	16.2	3.8	352	7040
Nona-BDE-2	630.1	685.3	661.1	650.6	656.8	23.0	3.5	537	10740
Nona-BDE-3	320.5	341.7	351.7	341.5	338.9	13.1	3.9	277	5540
Octa-BDE-3	30.4	34.8	27.7	28.5	30.4	3.2	10.4	24	480
Deca-BDE	3635.0	3516.1	3453.4	3406.9	3502.9	98.8	2.8	2919	58380
Total Br								4195	83900



Py-GC/MS 廃棄TVバックプレート(ポリスチレン)

Our measure is your success.

アバンドンス

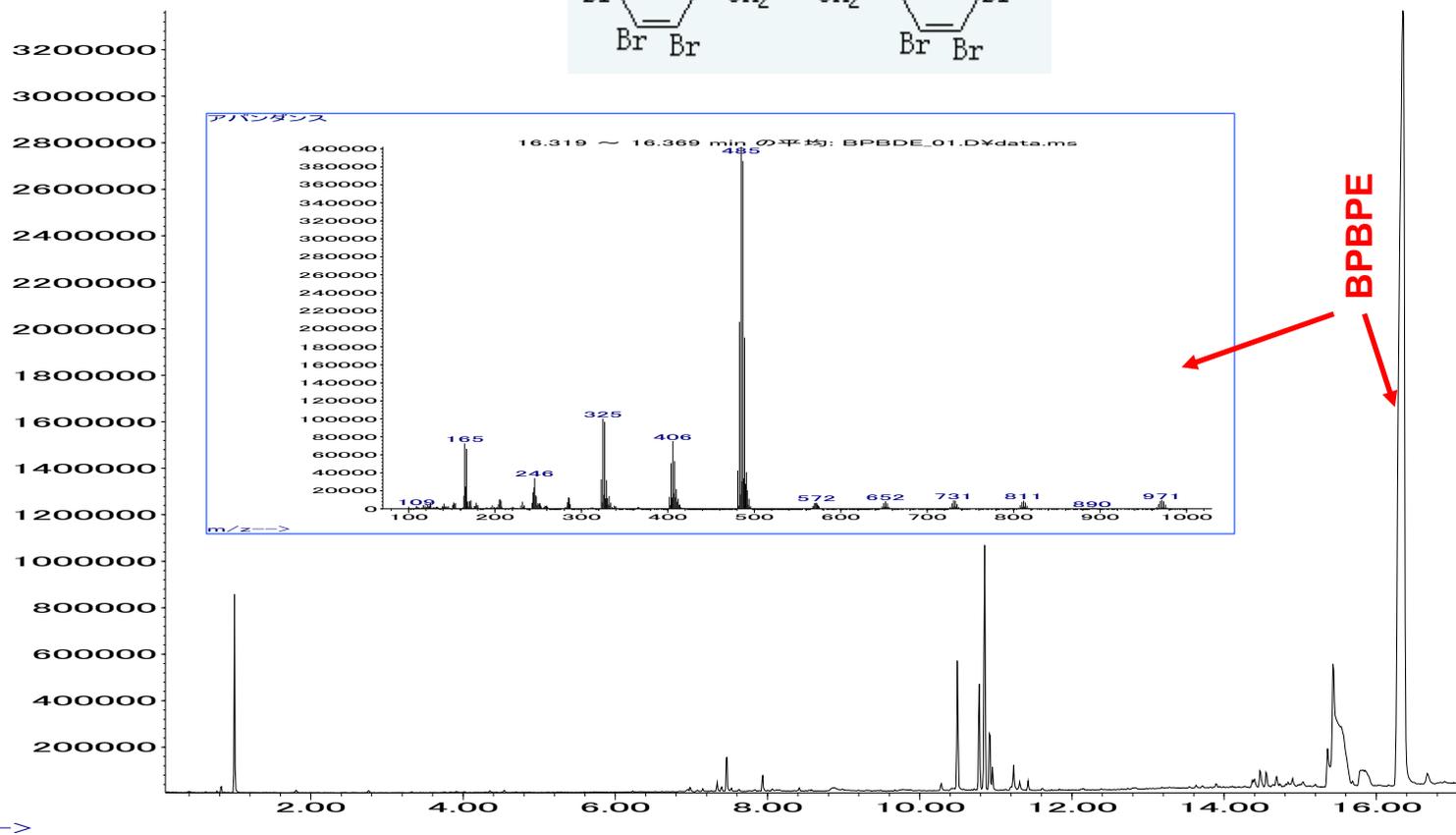
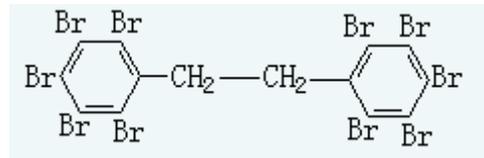


Py-GC/MS

ポリスチレン樹脂中の
ビス(ペンタブロモフェニル)エタン(BPBPE)分析
熱抽出温度: 380°C, 試料量: 50 μg

Our measure is your success.

アバダンス



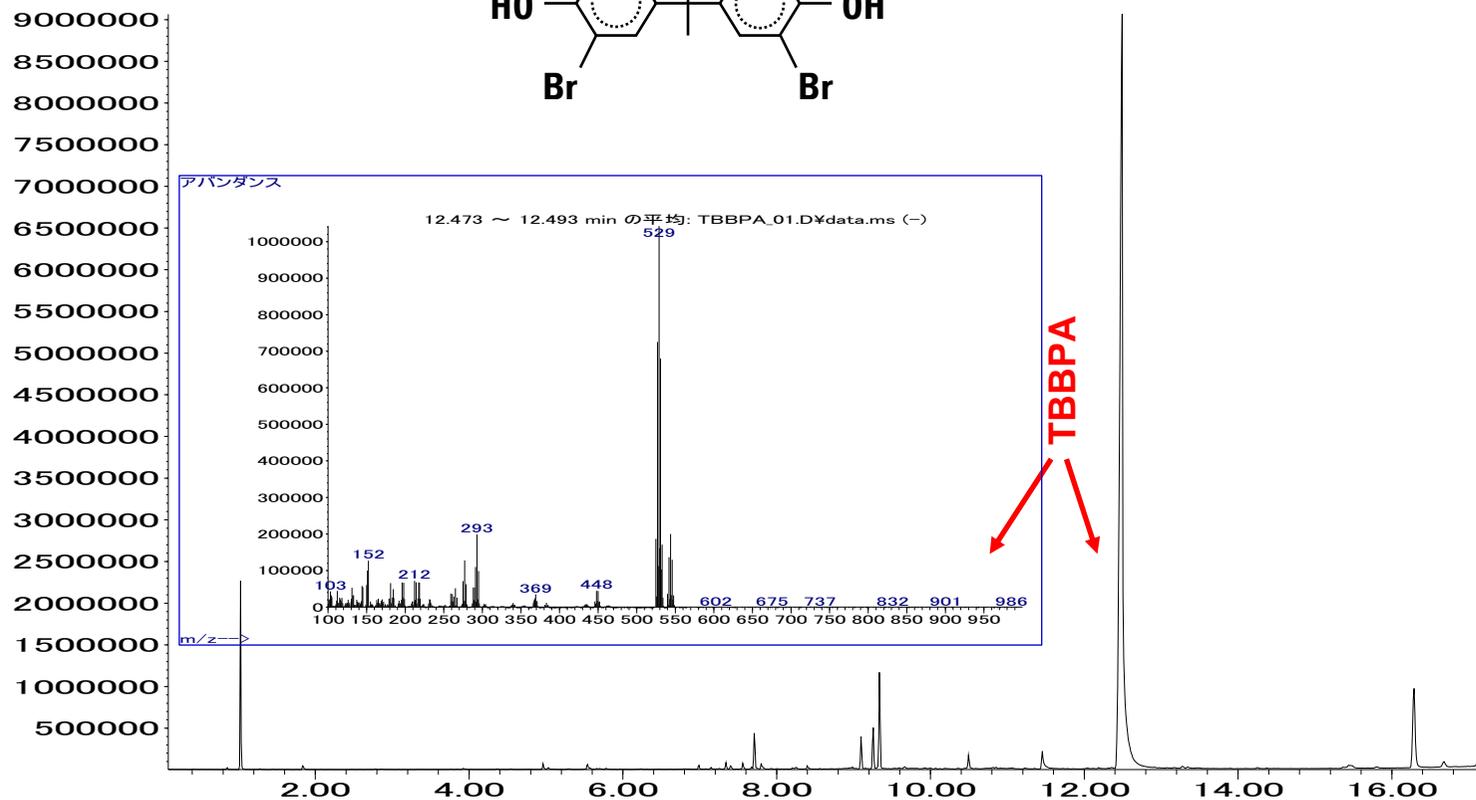
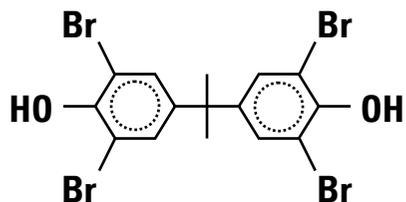
時間-->

Py-GC/MS

アクリロニトリルブタジエンスチレン樹脂中の
テトラブロモビスフェノールA (TBBPA) 分析
熱抽出温度: 380°C, 試料量: 50 μg

Our measure is your success.

アバundance



時間-->

分析法およびアプリケーション —より簡便で迅速なアプローチ

Our measure is your success.

1. 吸着剤捕集加熱脱着GC/MS・・・TE

自動車内装材料から放散するSVOCの簡易分析法

2. (溶媒抽出)→液体注入

PBDEs

3. パイロライザGC/MS・・・熱抽出

高分子材料中臭素系難燃剤

4. 加熱脱着GC/MS・・・熱抽出

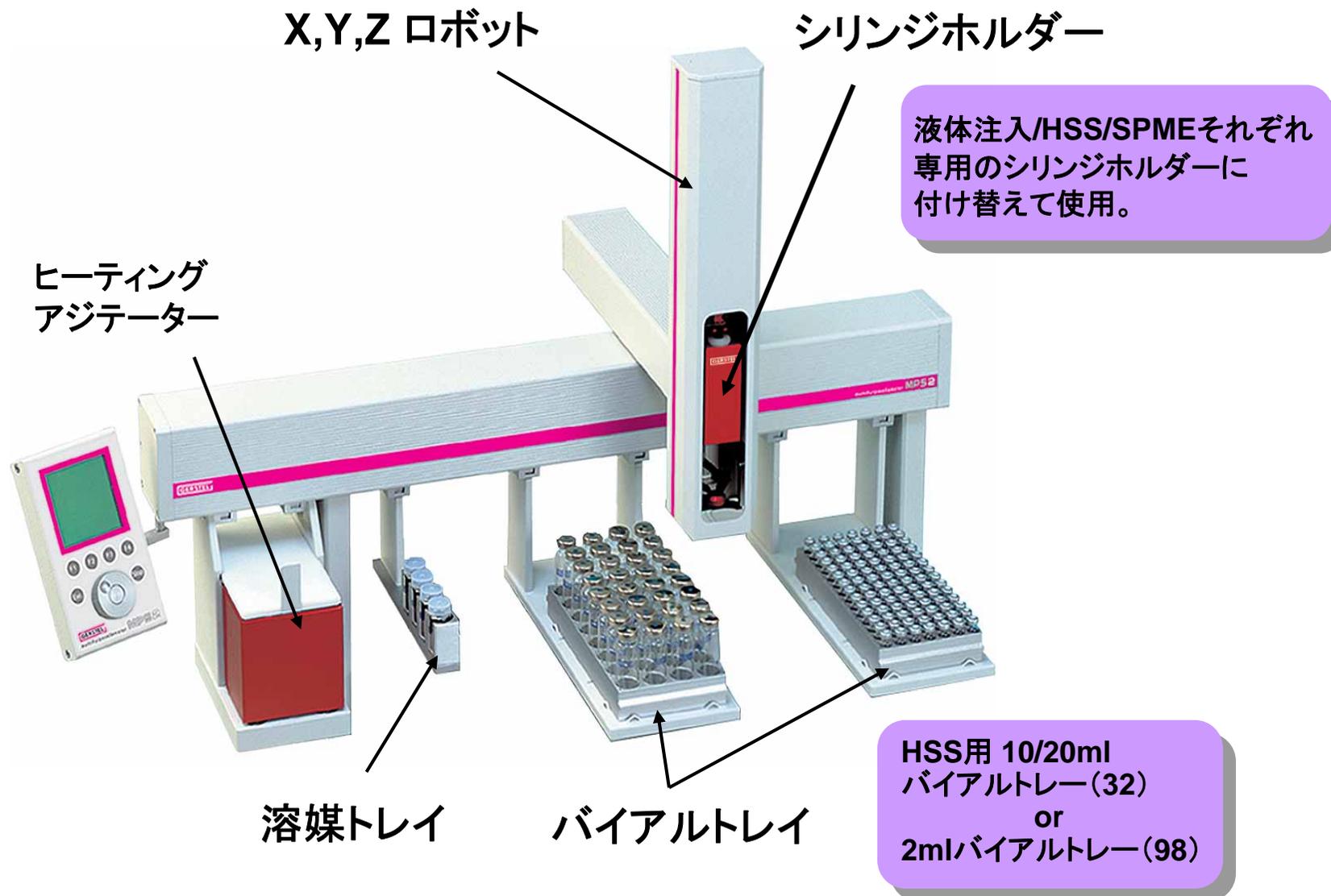
高分子材料中PBDEs

PBBs、フタル酸エステル



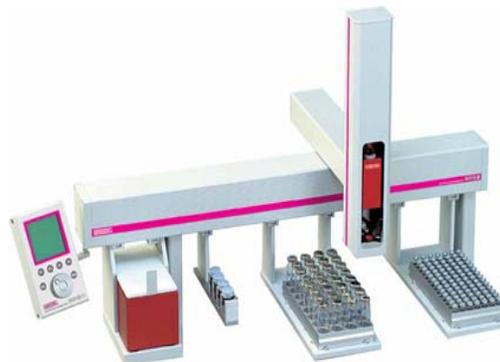
GERSTEL 多機能オートサンブラ (MPS2)

Our measure is your success.



GERSTEL MPS2 各機能

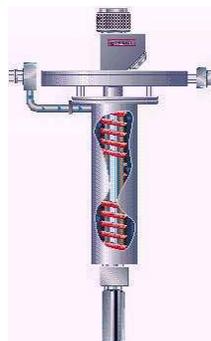
Our measure is your success.



1. 大量注入 (LVI)



+



CIS4

液体注入用
シリンジホルダー

2. ヘッドスペース 3. 固相マイクロ抽出 (SPME)



HSS用
シリンジホルダー

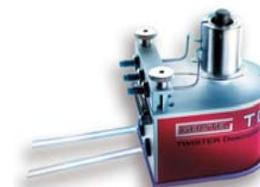


SPME用
シリンジホルダー

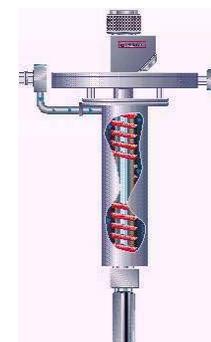


Twister用
ホルダー

+



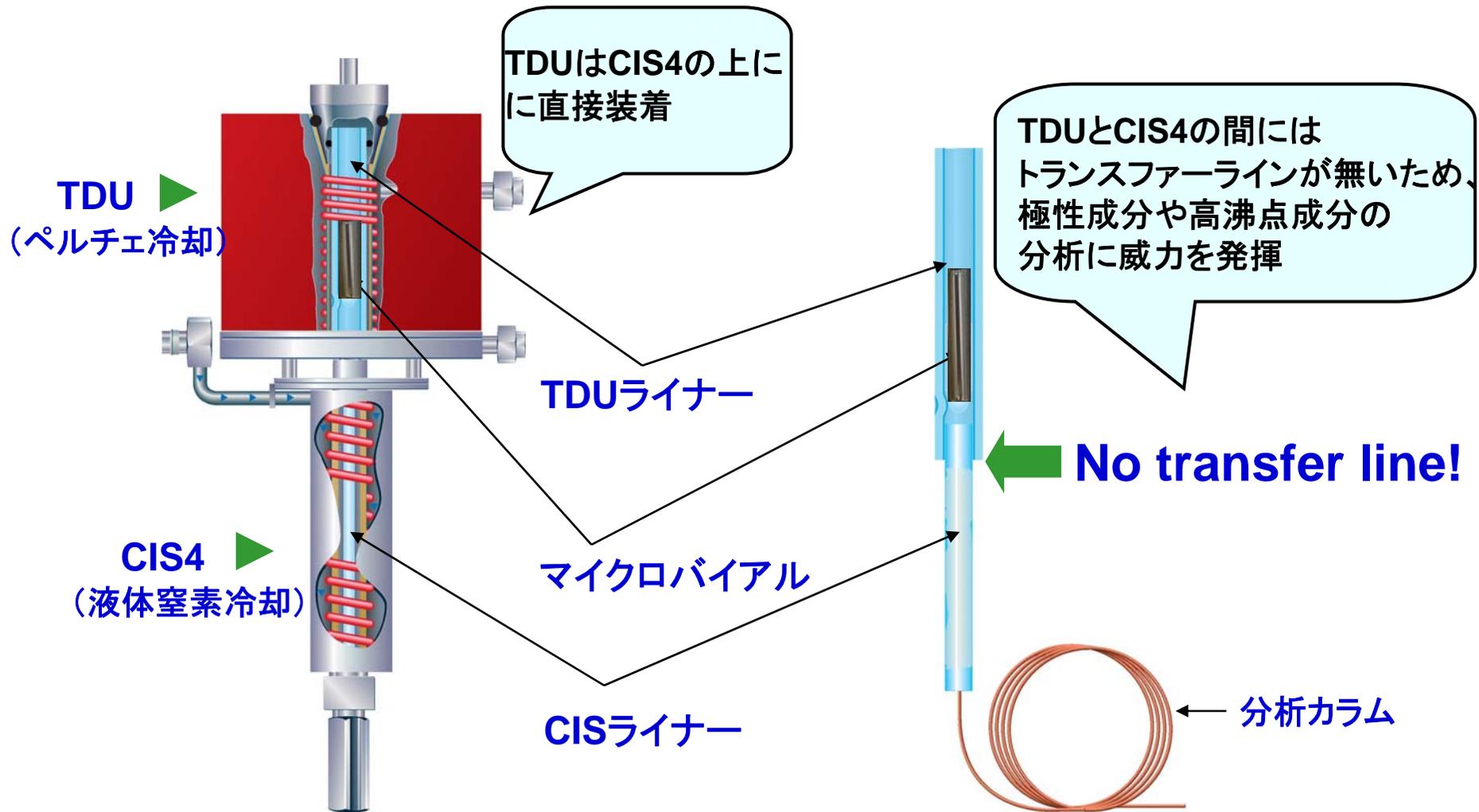
TDU



CIS4

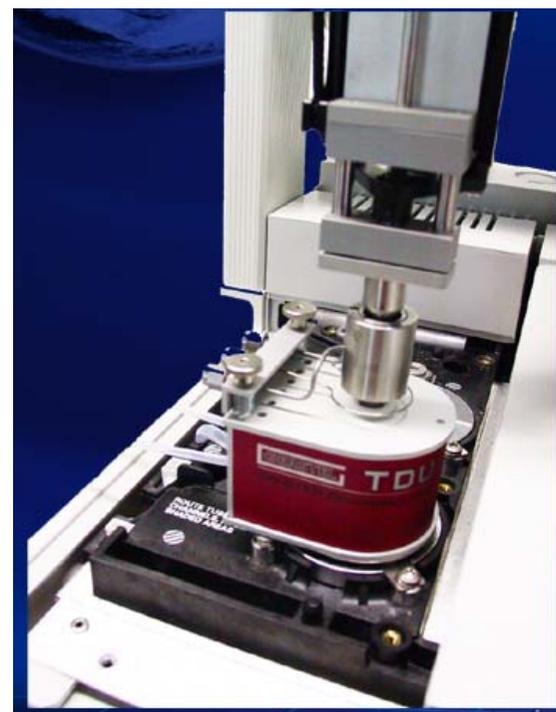
GERSTEL TDU

Our measure is your success.



GERSTEL MPS2

- 試料をマイクロバイアルに入れ専用トレイにセットする
- ホルダーが指定のマイクロバイアルをライナーごとピックアップアップする
- MPS2のアームがライナーをTDUまで運ぶ
- ライナーをTDUへ挿入する
- 分析終了後、ホルダーがライナーを専用トレイへ戻す



Our measure is your success.



Agilent Technologies

TDU-GC/MS

測定条件

Our measure is your success.

装置: Gerstel 多機能オートサンプラMPS2+加熱脱着装置TDU

Agilent GC/MS 6890/5975

フロンティアラボ UA-PBDE(長さ15m、内径0.25mm、膜厚0.05 μ m)キャピラリカラム

TDU: 80°C-20°C/分-350°C(1分) (ヘリウム流量 50ml/分)

CIS: -50°C-12°C/秒-350°C(スプリット比 30:1)

GC Oven: 80°C(2分)-10°C/分-320°C(1分)

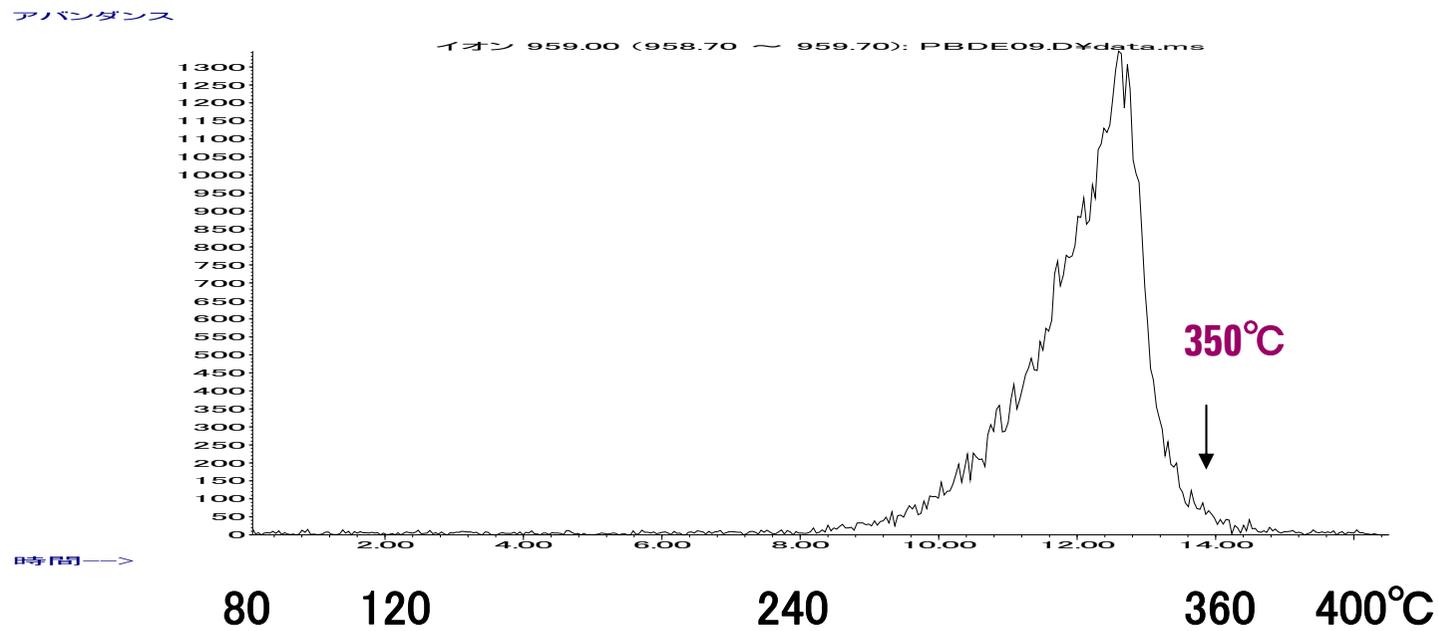
カラム流量: 1.5ml/分

MS: イオン源温度 300°C、SIM/Scan同時取り込みモード

TDU-GC/MS

DecaDBEの80~400°CのEGA曲線(m/z 959)

Our measure is your success.

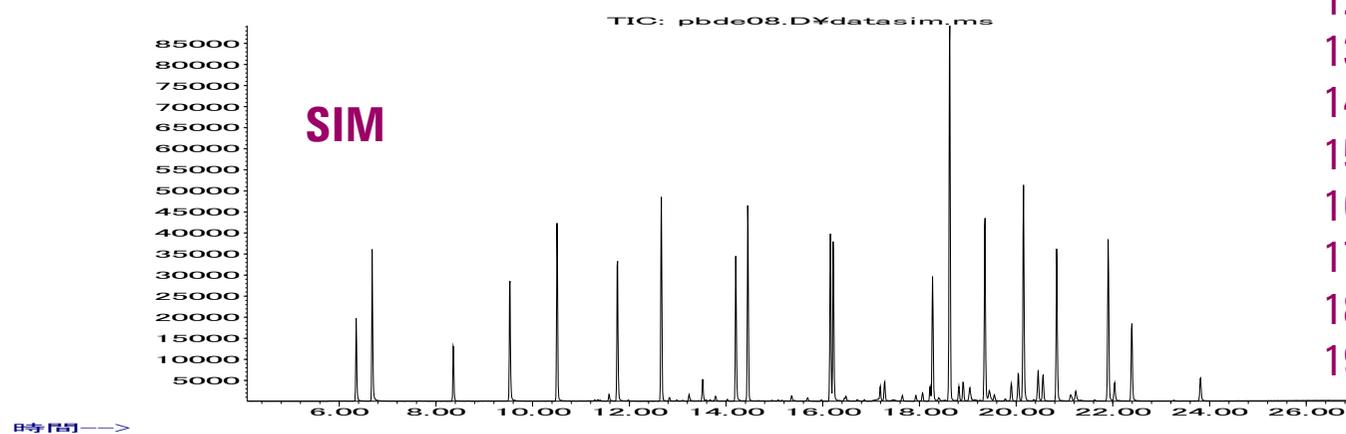
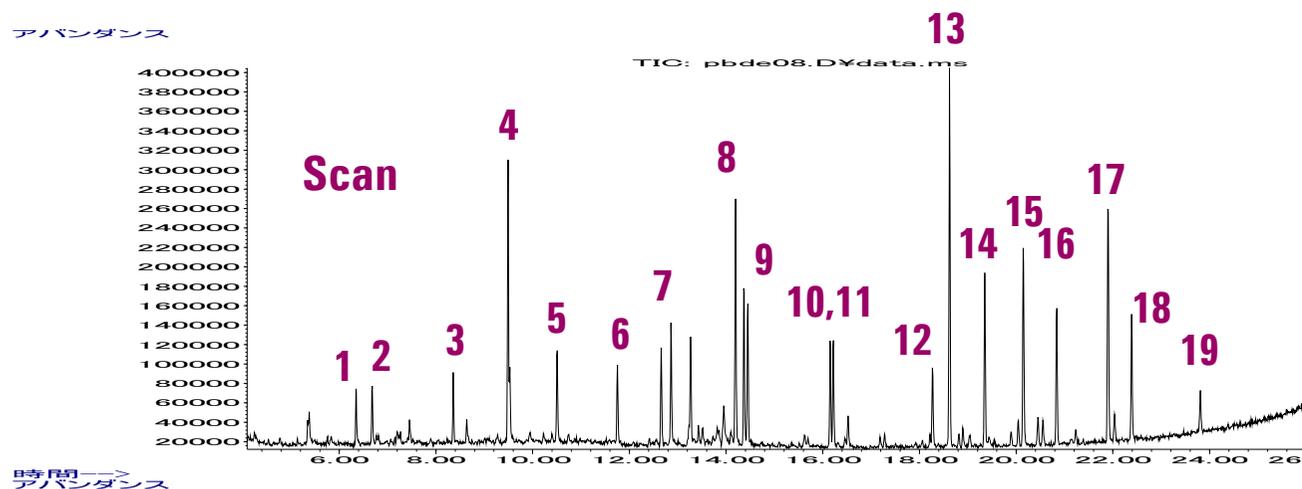


TDU-GC/MS

PBDEs標準溶液(60ng)

SIM/Scan同時取り込み

Our measure is your success.



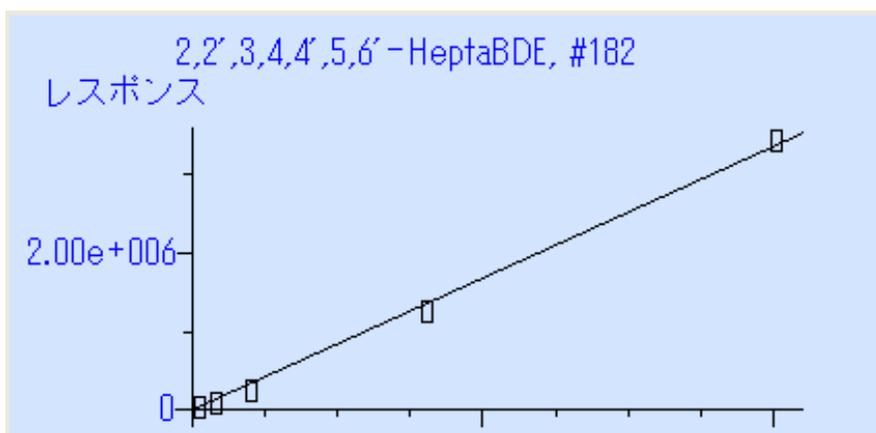
1. 2-BDE
2. 4-BDE
3. 2,6-DiBDE
4. 4,4'-DiBDE
5. 2,4,6-TriBDE
6. 2,3,4-TriBDE
7. 2,2',5,6'-TetraBDE
8. 2,2',3,3'-TetraBDE
9. 2,2',4,5',6-PentaBDE
10. 2,3,3',4,4'-PentaBDE
11. 2,2',4,4',6,6'-HexaBDE
12. 2,2',3,3',4,4'-HexaBDE
13. 2,2',3,4,4',5,6'-HeptaBDE
14. 2,3,3',4,4',5,6-HeptaBDE
15. 2,2',3,4,4',5,6,6'-OctaBDE
16. 2,3,3',4,4',5,5',6-OctaBDE
17. 2,2',3,3',4,5,5',6,6'-NonaBDE
18. 2,2',3,3',4,4',5,5',6-NonaBDE
19. DecaBDE



Agilent Technologies

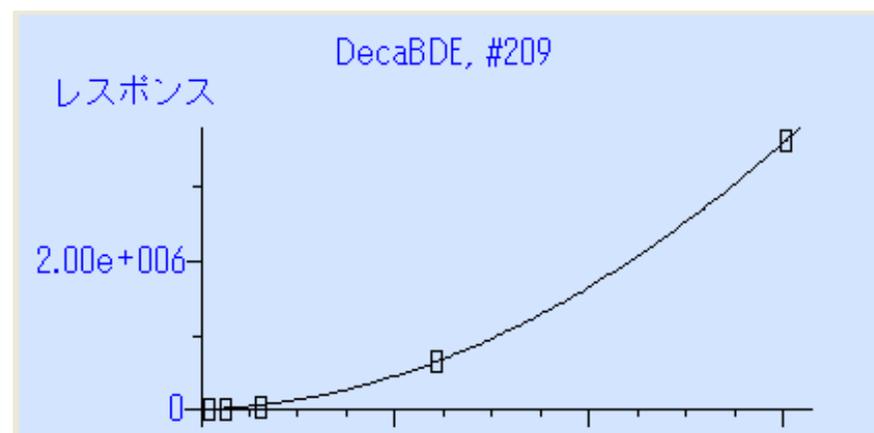
TDU-GC/MS PBDEs標準溶液 SIM/Scan同時取り込み

Our measure is your success.



$r^2: 0.999$

4, 16, 40, 160, 400 ng



$r^2: 1.000$

6, 24, 60, 240, 600 ng

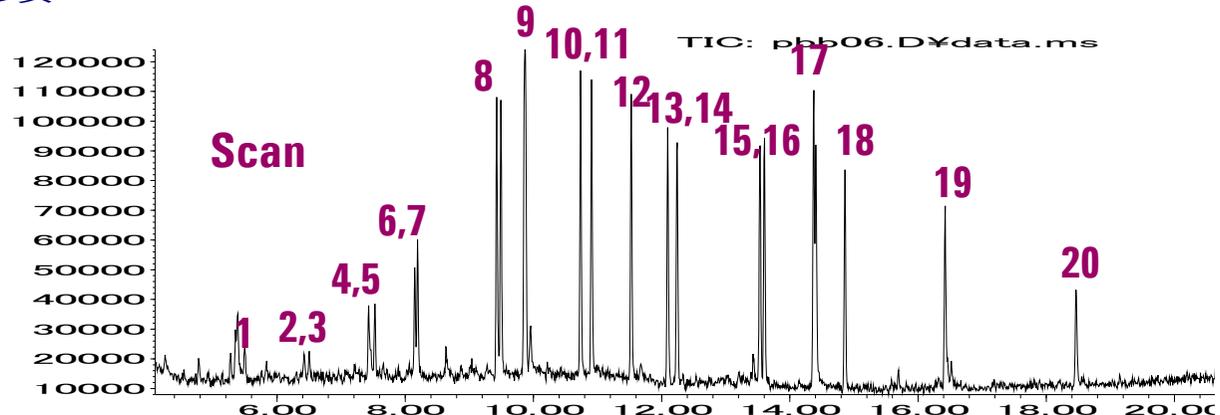
TDU-GC/MS

PBBs標準溶液(5ng)

SIM/Scan同時取り込み

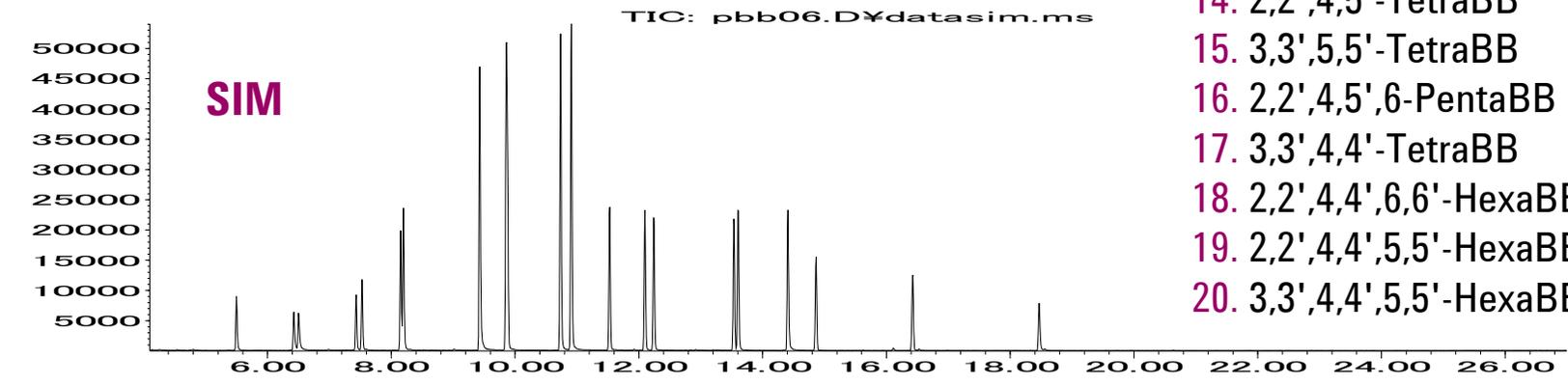
Our measure is your success.

アバダンス



時間-->

アバダンス



時間-->

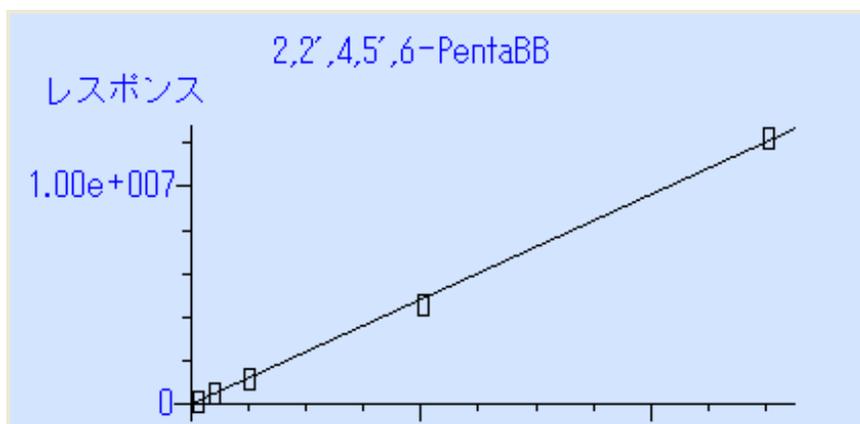
1. 2-BB
2. 3-BB
3. 4-BB
4. 2,6-DiBB
5. 2,2'-DiBB
6. 2,4-DiBB
7. 2,5-DiBB
8. 4,4'-DiBB
9. 2,2',5-TriBB & 2,4,6-TriBB
10. 2,3',5-TriBB
11. 2,4',5-TriBB
12. 2,2',5,6'-TetraBB
13. 2,2',5,5'-TetraBB
14. 2,2',4,5'-TetraBB
15. 3,3',5,5'-TetraBB
16. 2,2',4,5',6-PentaBB
17. 3,3',4,4'-TetraBB
18. 2,2',4,4',6,6'-HexaBB
19. 2,2',4,4',5,5'-HexaBB
20. 3,3',4,4',5,5'-HexaBB

TDU-GC/MS

PBBs標準溶液

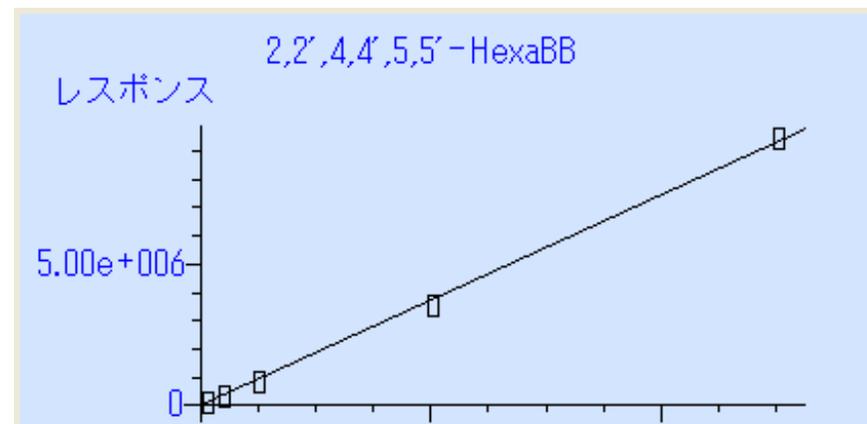
SIM/Scan同時取り込み

Our measure is your success.



$r^2: 0.999$

5, 20, 50, 200, 500 ng



$r^2: 0.999$

5, 20, 50, 200, 500 ng

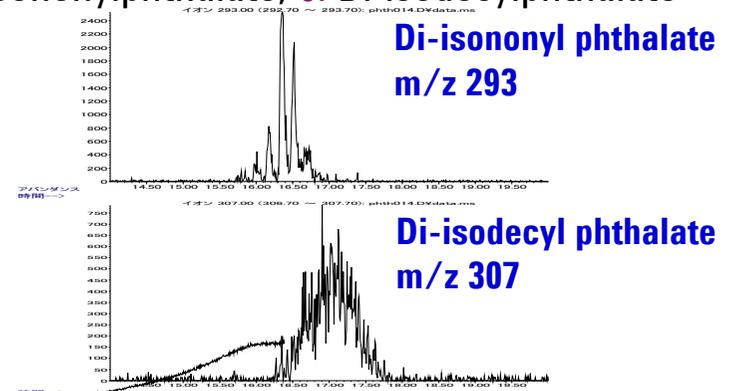
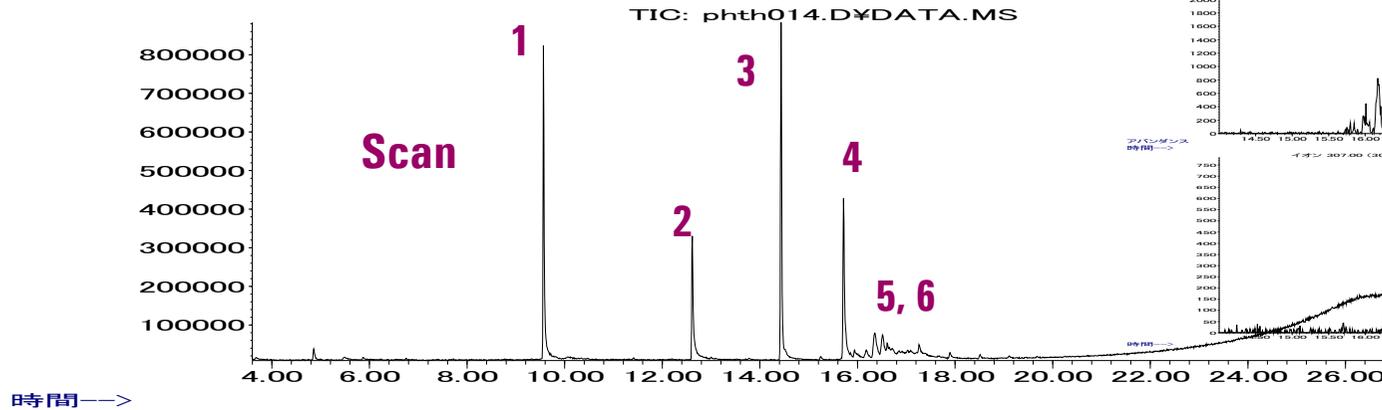
TDU-GC/MS

フタル酸エステル標準溶液 (50ng) SIM/Scan同時取り込み

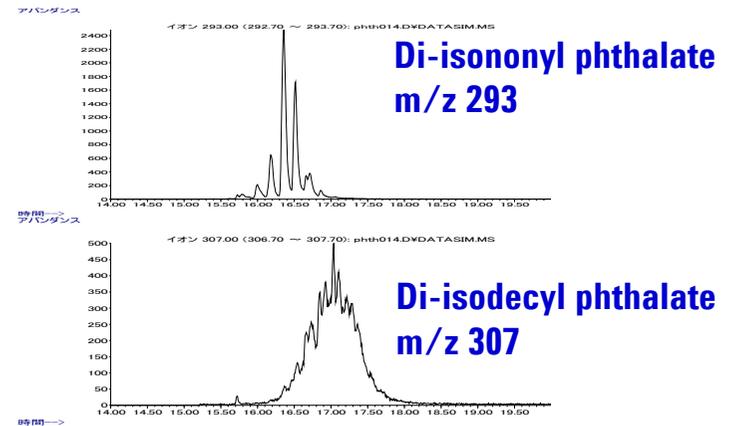
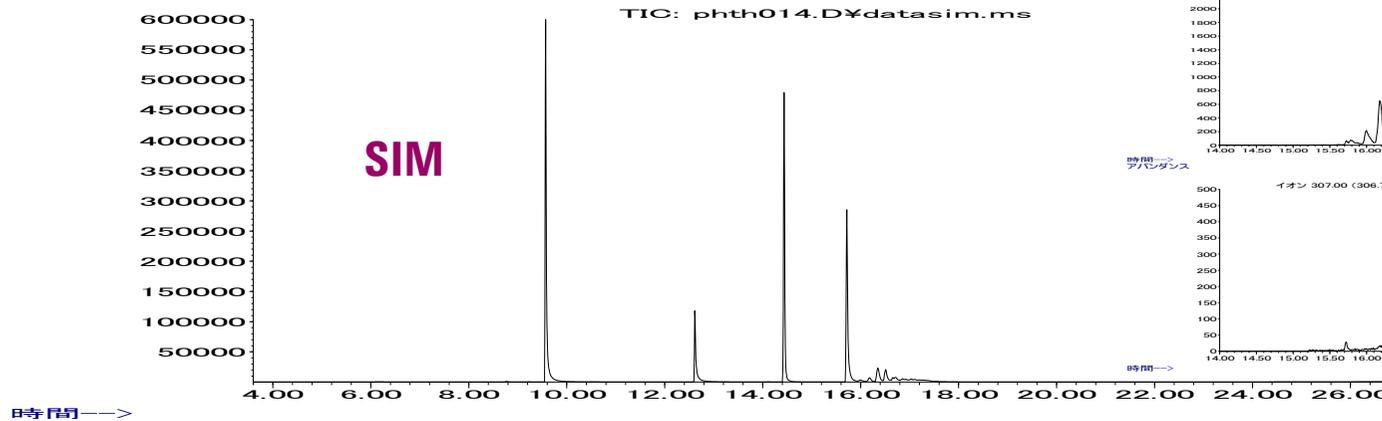
Our measure is your success.

1. Di-butylphthalate, 2. Benzylbutylphthalate
3. Di-2-ethylhexylphthalate, 4. Di-n-octylphthalate
5. Di-isononylphthalate, 6. Di-isodecylphthalate

アバダンス



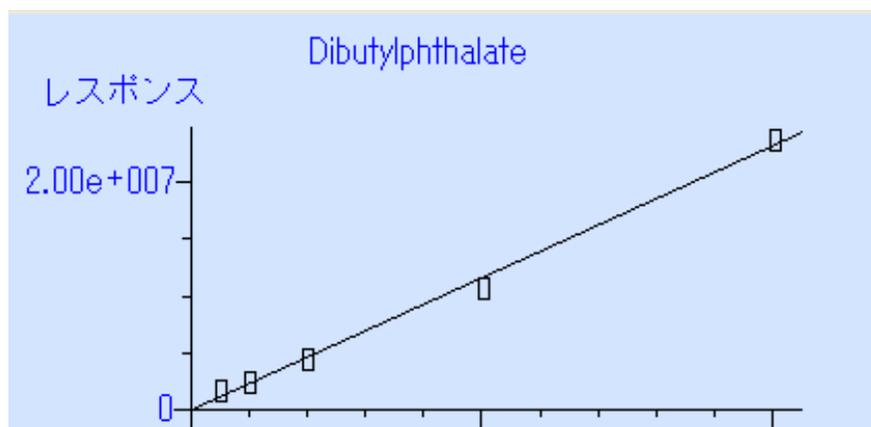
アバダンス



TDU-GC/MS

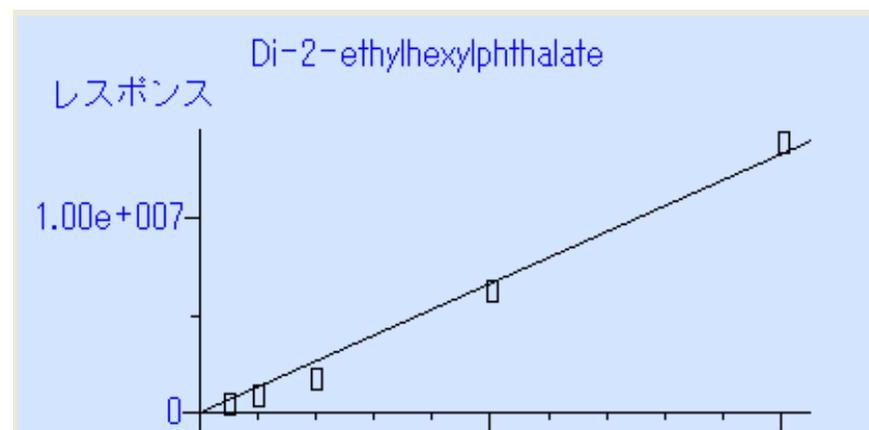
フタル酸エステル標準溶液 SIM/Scan同時取り込み

Our measure is your success.



$r^2: 0.996$

5, 10, 20, 50, 100 ng



$r^2: 0.996$

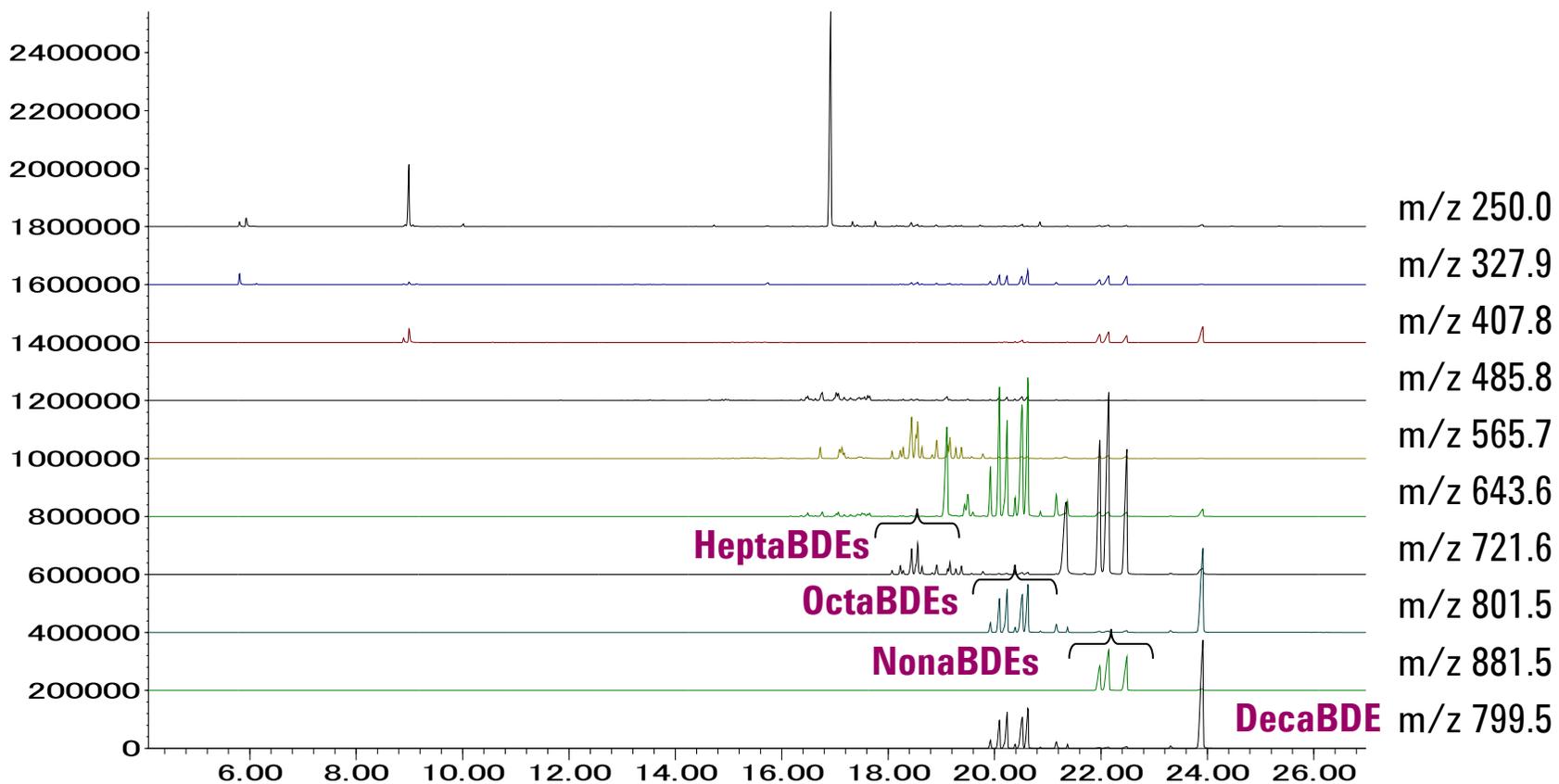
5, 10, 20, 50, 100 ng

TDU-GC/MS

黒色チューブ 30 μ g
SIM/Scan同時取り込み

Our measure is your success.

アバundance



時間-->

TDU-GC/MS

黒色チューブ 30 μ g, 半定量結果

Our measure is your success.

化合物	R.T.	QION	レスポンス	濃度	単位	Dev(Min)

ターゲット化合物						Qvalue
38] 2,2',3,4,4',5,6'-Hepta...	18.640	722	469697	56.20	ng	86
48] 2,3,3',4,4',5,6'-HeptaB...	19.382	722	545057m	120.80	ng	
49] 2,2',3,4,4',5,6,6'-Octa...	20.238	802	3435294	610.97	ng	76
58] 2,3,3',4,4',5,5',6-Oct...	20.867	802	85172	40.83	ng	98
59] 2,2',3,3',4,5,5',6,6'-...	21.981	882	2888316	914.15	ng	97
61] 2,2',3,3',4,4',5,5',6-...	22.486	882	3561646	1073.32	ng	97
62] DecaBDE, #209	23.916	800	13148186	1165.97	ng	99

半定量化合物 - この機器ではキャリブレーションしません						
39] HeptaBDE 1	18.076	722	224904	27	ng	
40] HeptaBDE 2	18.233	722	530832	64	ng	
41] HeptaBDE 3	18.446	722	1924255	230	ng	
42] HeptaBDE 4	18.553	722	2527056m	302	ng	
43] HeptaBDE 5	18.641	722	492760	59	ng	
44] HeptaBDE 6	18.830	722	101203	12	ng	
45] HeptaBDE 7	18.916	722	648750	78	ng	
46] HeptaBDE 8	19.276	722	331670	40	ng	
47] HeptaBDE 9	19.382	722	523591m	63	ng	
50] OctaBDE 1	19.925	802	665357	175	ng	
51] OctaBDE 2	20.094	802	2724840	520	ng	
52] OctaBDE 3	20.238	802	3435817	611	ng	
53] OctaBDE 4	20.390	802	315055	91	ng	
54] OctaBDE 5	20.522	802	4076761	686	ng	
55] OctaBDE 6	20.632	802	4282767	710	ng	
56] OctaBDE 7	21.165	802	676677	178	ng	
57] OctaBDE 8	21.370	802	272870m	80	ng	
60] NonaBDE 1	22.146	882	5300347	1347	ng	

参考資料:

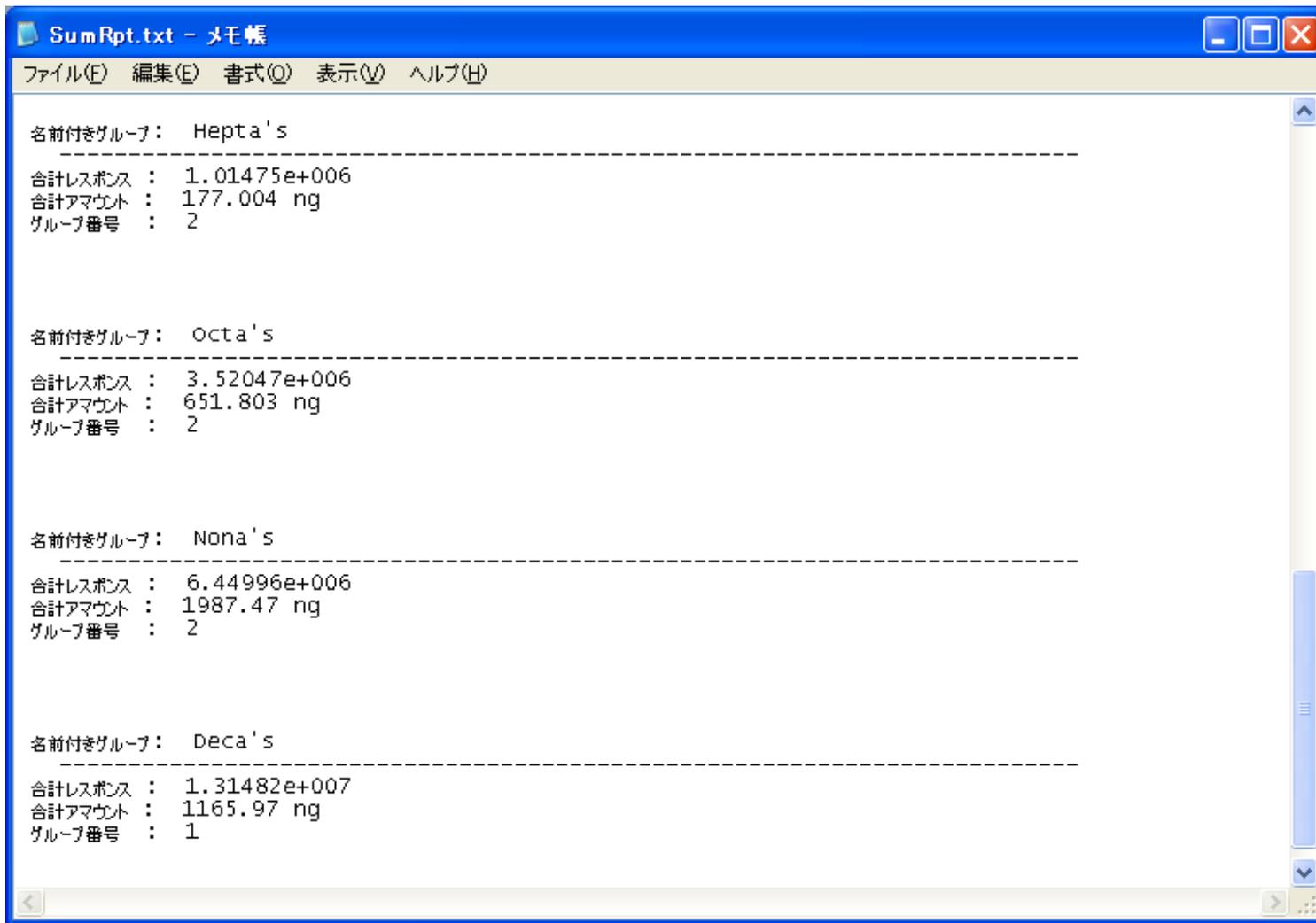
「SemiQuant: 化合物の半定量分析に関する新しいGC/MS ソフトウェアアプローチ」, Agilent技術概要, 5989-4997JAJP

「半定量機能(SemiQuant)の紹介」, Agilentアプリケーションニュース, MS-200705-005

TDU-GC/MS

黒色チューブ 30 μ g, 半定量結果(続き)

Our measure is your success.



```
SumRpt.txt - メモ帳
ファイル(F) 編集(E) 書式(O) 表示(V) ヘルプ(H)

名前付きグループ: Hepta's
-----
合計レスポンス : 1.01475e+006
合計アマウント : 177.004 ng
グループ番号 : 2

名前付きグループ: Octa's
-----
合計レスポンス : 3.52047e+006
合計アマウント : 651.803 ng
グループ番号 : 2

名前付きグループ: Nona's
-----
合計レスポンス : 6.44996e+006
合計アマウント : 1987.47 ng
グループ番号 : 2

名前付きグループ: Deca's
-----
合計レスポンス : 1.31482e+007
合計アマウント : 1165.97 ng
グループ番号 : 1
```

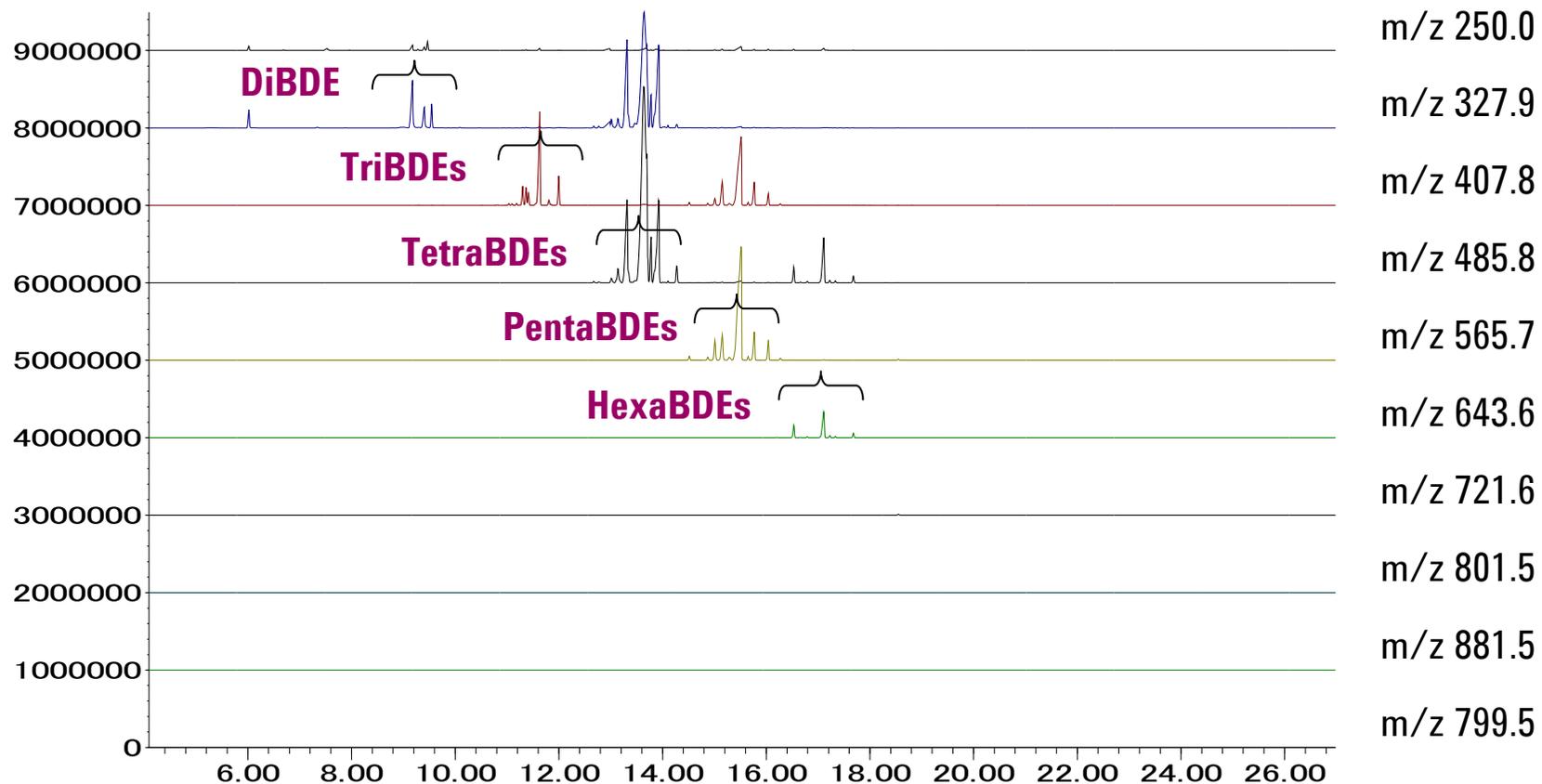
TDU-GC/MS

廃棄基板 52 μ g

SIM/Scan同時取り込み

Our measure is your success.

アバンドンス



時間-->

TDU-GC/MS

廃棄基板 52 μ g, 半定量結果

Our measure is your success.

Sum Rpt.txt - メモ帳

ファイル(F) 編集(E) 書式(O) 表示(V) ヘルプ(H)

化合物	R.T.	QION	レスポンス	濃度	単位	Dev(Min)	

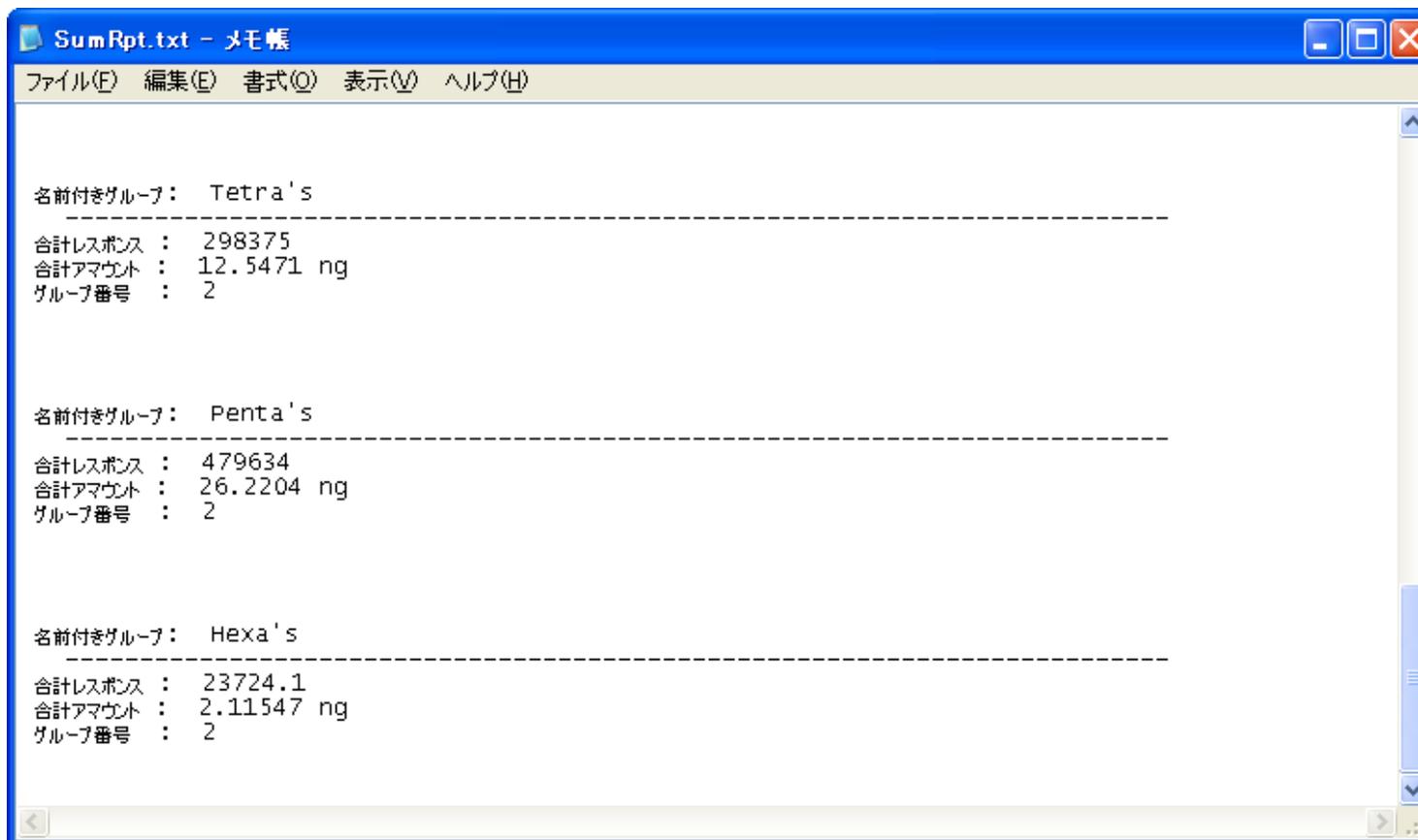
ターゲット化合物						Qvalue	
1] 2-BDE, #1	6.360	250	12658m	0.40	ng		
2] 4-BDE, #3	6.690	250	152108m	2.65	ng		
3] 2,6-DiBDE, #10	8.387	328	1381	0.06	ng		88
4] 4,4'-DiBDE, #15	9.547	328	4673827	96.26	ng		100
5] 2,4,6-TriBDE, #30	10.519	408	2338	0.16	ng	#	59
6] 2,3,4-TriBDE, #21	0.000		0	N.D.	d		
7] 2,2',5,6'-TetraBDE, #53	12.678	486	298375	12.55	ng		95
16] 2,2',3,3'-TetraBDE, #40	0.000		0	N.D.	d		
17] 2,2',4,5',6-PentaBDE, ...	0.000		0	N.D.	d		
27] 2,3,3',4,4'-PentaBDE, ...	16.273	566	479634	26.22	ng		95
28] 2,2',4,4',6,6'-HexaBDE...	0.000		0	N.D.	d		
37] 2,2',3,3',4,4'-HexaBDE...	18.300	644	23724	2.12	ng		93

半定量化合物 - この機器ではキャリブレーションしません							
8] TetraBDE 1	12.772	486	282647	12	ng	#	
9] TetraBDE 2	13.016	486	1278440	54	ng		
10] TetraBDE 3	13.144	486	4517769	190	ng		
11] TetraBDE 4	13.317	486	31628899	1330	ng		
12] TetraBDE 5	13.644	486	172108046	7237	ng		
13] TetraBDE 6	13.780	486	9507055	400	ng		
14] TetraBDE 7	13.929	486	34781990	1463	ng		
15] TetraBDE 8	14.107	486	349284	15	ng		
18] PentaBDE 1	14.520	566	903421	49	ng		
19] PentaBDE 2	14.876	566	787987	43	ng		
20] PentaBDE 3	15.012	566	5129442	280	ng		
21] PentaBDE 4	15.154	566	7926658	433	ng		
22] PentaBDE 5	15.290	566	1193811	65	ng		
23] PentaBDE 6	15.151	566	7923773m	433	ng		
24] PentaBDE 7	15.655	566	697459	38	ng		
25] PentaBDE 8	15.772	566	7424035	406	ng		
26] PentaBDE 9	16.042	566	4572147	250	ng		
29] HexaBDE 1	16.210	644	79204	7	ng		
30] HexaBDE 2	16.535	644	2870170	256	ng		
31] HexaBDE 3	16.667	644	85742	8	ng		
32] HexaBDE 4	16.794	644	181808	16	ng		
33] HexaBDE 5	17.110	644	9099705	811	ng		
34] HexaBDE 6	17.228	644	464361	41	ng		
35] HexaBDE 7	17.336	644	278636	25	ng		
36] HexaBDE 8	17.686	644	993853	89	ng		

TDU-GC/MS

廃棄基板 52 μ g, 半定量結果(続き)

Our measure is your success.



```
SumRpt.txt - メモ帳
ファイル(F) 編集(E) 書式(O) 表示(V) ヘルプ(H)

名前付きグループ: Tetra's
-----
合計レスポンス : 298375
合計アマウント : 12.5471 ng
グループ番号 : 2

名前付きグループ: Penta's
-----
合計レスポンス : 479634
合計アマウント : 26.2204 ng
グループ番号 : 2

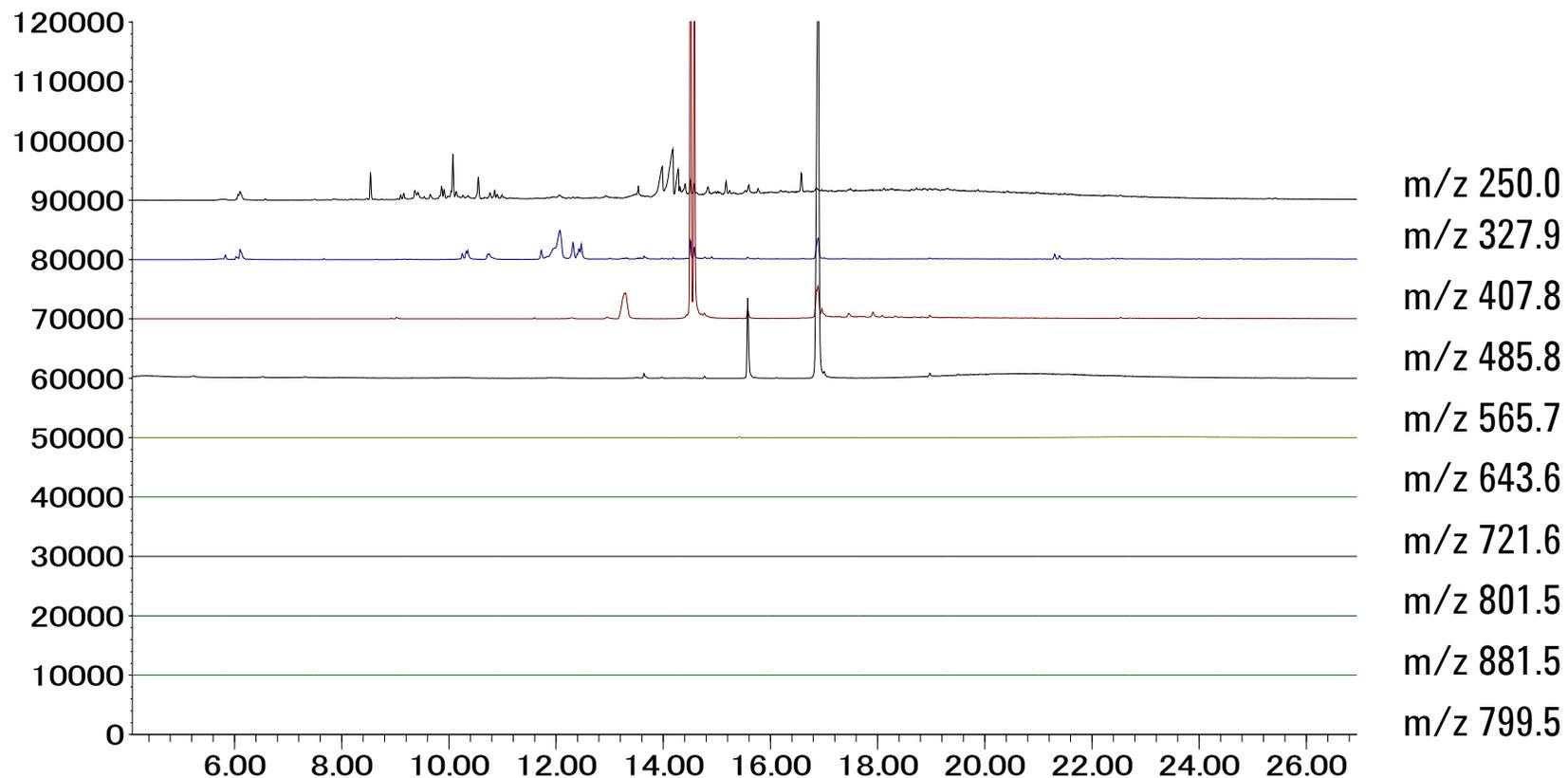
名前付きグループ: Hexa's
-----
合計レスポンス : 23724.1
合計アマウント : 2.11547 ng
グループ番号 : 2
```

TDU-GC/MS

黒色ペレット 300 μ g SIM/Scan同時取り込み

Our measure is your success.

アバundance



時間-->

1. VOC(厚生労働省 室内濃度指針値)分析には、サーモエクストラクターを用いる簡便法が有用
2. 熱抽出法は、高分子材料中添加剤の簡便、迅速な前処理として、期待できる
 - …粉砕後、分析装置にセットするだけ、溶媒使用量の低減
 - ダブルショットパイロライザ…発生ガス分析(EGA)法が可能のため、メソッド開発が容易
 - TDU…ルーチン分析に適合
 - 多機能オートサンプラとの組み合わせのため、他の用途(液体注入、ヘッドスペース、SPME)でも容易に使用できる
3. Agilent GC/MSケミステーションは、異性体の半定量において、設定を簡略化し、計算の自動化を行う