

【ノート】

【令和元年度 先端技術等調査研究事業(FS)】

## 工業製品等からの発生ガス分析に関する調査

遠藤 崇正, 阿部 一彦, 今野 政憲  
材料開発・分析技術部

県内企業からのガス分析のニーズに十分対応できていない現状を踏まえ、これまで当初に寄せられた技術相談内容をもとに、工業製品等からのアウトガス分析法について検討した。

寄せられた相談の内容は樹脂製品から発生するガスの定性分析に関するものが多く、当所においてはSPME(Solid Phase Micro Extraction)法によるアウトガスの定性分析が可能であることを確認した。

キーワード: GC-MS, 発生ガス, アウトガス, SPME(Solid Phase Micro Extraction)法

### 1 緒言

電子部品、樹脂製品等から発生するガス成分(アウトガス)は電子機器の動作不良等の様々な問題を引き起こす原因となることから、近年アウトガス分析の重要性が増している<sup>1), 2)</sup>。当所にはアウトガス分析に関する様々な相談が多く寄せられているが、設備の仕様による制限から、必ずしも相談者の要望を満足できていない。そこで、本調査ではガスクロマトグラフィマススペクトロメータ(以下GC-MS)を用いたアウトガス分析方法について調査を実施し、現状において当所で対応可能な分析範囲を明確化し、今後のガス分析支援体制構築のための指針を示すことを目指した。

### 2 ガス分析に関するニーズ調査

#### 2.1 調査対象

事前調査として、県内企業からのガス分析に関するニーズ調査を行った。調査対象は2000～2019年の間に当所のデータベースに記録されている技術相談の中で「ガス分析」、および「ガスクロマトグラフィ」に関連する相談45件とした。なお、食品に関するガス分析相談については除外した。

#### 2.2 調査結果

抽出した45件のうち、アウトガス分析に関する相談は38件であった。各分析項目の内訳を図1に示す。分析項目毎の各件数は定性分析が27件、定量分析が

11件であり、その他データ解析に関する相談や分析手法に関する問い合わせ等があった。ガスの発生元となる部材等の内訳は樹脂材料(接着剤、ゴム、プラスチック)が57%と最も多く、作業現場からの発生ガスが14%、無機系材料、その他(セラミックス、金属等)が29%であった。これらの結果から樹脂製品から発生するアウトガス分析、また定性分析に関する分析相談が多いということが明らかとなった。また先に述べた分析ニーズだけでなく、データ解析や分析方法の提案等の一連の分析プロセスにおける部分的な技術支援ニーズも一定数あることがわかった。

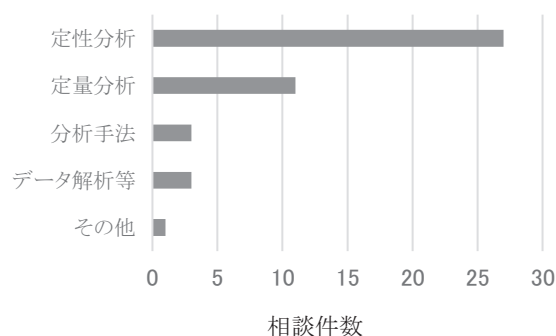


図1 ガス分析に関する相談内容

### 3 アウトガス分析方法に関する調査

一般的に用いられるアウトガス分析方法について調査を行った。その結果を表1に示す。

GC-MSを用いた一般的なアウトガス分析方法は(1)加熱脱着(TD)法、(2)ヘッドスペース(HS)法、(3)熱分解法の3つが主流となっている。

表 1 アウトガス分析方法

	加熱脱着(TD)法	ヘッドスペース(HS)法	熱分解法
定性	◎	◎	○
定量	○ 検量線作成により可能	△ 但し定性分析が一般的	○ 検量線作成により可能
所内での実施	× 装置が必要	○ SPME法により可能	× 装置が必要
主な分析用途	VOC分析 (低～高沸点成分まで対応)	VOC分析 (主に低沸点成分)	高分子材料分析 フタル酸エステル分析

このうち当所で実施できるアウトガス分析は固相マイクロ抽出(SPME)法によるもので表1におけるHS法に含まれる。この方法の利点は簡便に定性分析が行えることであるが、一方でSPMEファイバーに吸着しない物質の分析、高温で発生するガス成分の分析や定量分析は様々な制約の問題から実施が困難である。更にHS法は絶対検量線法、標準添加法により定量分析が可能だが、導入するHSガスの量を一定にしなければならぬことや、カラムに試料を導入する過程においてガス成分の吸着や凝縮等の対策を講じる必要があるため、一般的には定性分析や比較分析の用途で用いられることが多い<sup>2)</sup>。

加熱脱着(TD)法は試料管を加熱することにより発散したガス成分をキャリアガスでパージして分析カラムに導入する方法であるが、高沸点成分まで対象に分析することができ、定量性の観点からも他分析方法に比べ優れている。

熱分解法は樹脂材料の分析に適した方法で、室温～800℃程度のより広範囲の温度域で発生するガスや熱分解ガスの成分分析を行うことが可能である。その他、材料中の添加剤分析やフタル酸エステル分析の簡易スクリーニング等の幅広い用途に利用できる<sup>3)</sup>。

以上をふまえると、現状の当所に対応可能なアウトガス分析は低温条件下で発生するガスで、かつSPMEファイバーに吸着するガス成分の定性分析である。この分析方法は簡便にガス成分の定性分析を行うことができるが、高温条件下でのアウトガス分析や、定量分析を行うためには対応する前処理装置を導入する必要がある。

特に当所に寄せられるガス分析の技術相談の多くは樹脂材料から生じるアウトガス分析であることから、今後は熱分解法の分析に対応できるようにすることが望まれる。これにより、SPME法では難しかった高温域で生じるアウトガス分析にも対応可能になると考えられる。また総じてアウトガス分析を行う際には各分析法の特徴を理解し、目的に合わせて分析方法を使い分けていくことが重要である。

#### 4 結言

県内企業から寄せられたアウトガス分析関連の相談の多くは樹脂材料から発生するガスの定性分析で、当所においては、一部の物質を除きSPME法によりアウトガスの定性分析を実施できる。

今後はアウトガス分析支援体制をより充実させるため、ガス捕集器や吸着剤等のサンプリングツールを揃え、分析対象を広げていくことが必要である。また、SPME法では対応が難しい高温域で生じるアウトガス分析も対応できるように熱分解法を実施できる支援体制を整備していくことが望まれる。

#### 参考文献

- 1) 對崎岩夫, 宮本達也, 今野政憲. 揮発性有機物の定量分析技術の高度化, 平成21年度宮城県産業技術総合センター研究報告, p.1-4
- 2) 青木良憲 企画編集. 有機汚染物質/アウトガスの発生メカニズムとトラブル対策事例集. 技術情報協会, 2008, p.73-83
- 3) 穂坂明彦, 中村貞夫. “キャリアガスに窒素を用いた熱抽出-GC/MSによるフタル酸エステルの分析”. アジレント・テクノロジー株式会社, <https://www.chem-agilent.com/appnote/pdf/GC-MS-201903HO-001.pdf>