

AA, ICP を用いたプラスチック中 Cd の分析

Determination of Cd in plastic by AA and ICP

はじめに

Introduction

原子吸光分析およびICP発光分析は、今日、様々な公定法に採用されており、金属分析の世界では最も広く用いられている測定法と言えるでしょう。これらの分析法はいずれも測定に光を用いることから、2つを合わせて原子スペクトル分析と呼ばれています。

それぞれの分析法の主だった特長として、

原子吸光分析

- ①操作が簡便である。

試料前処理

Sample pretreatment

一般的に固体試料を溶液化するための前処理法として、

①希釈

試料を純水や適当な溶媒を用いて溶解する方法で、希釈のみで均一に溶解される試料に有用です。

②乾式灰化

試料を電気炉内で400～550℃に加熱し、灰化する方法で、多数の試料を短時間に処理できる、灰化後の溶解に使用する試薬が少量ですむ、などの利点がありますが、一方、HgやAs、Seなどの低沸点元素においては揮散が生じやすく注意が必要です。

③湿式分解

試料に酸を添加し、加熱分解しますが、加熱は低温（～300℃）で行われるため、揮散しやすい元素に対して有効です。一方、有機物が多く含まれる試料では分解に長時間を要します。また、雰囲気や試薬からの汚染に注意が必要です。

④高压分解

試料と酸をフッ素樹脂製の密閉容器に入れ、高压下で百数十℃に加熱します。底質、土壌、粉塵などの環境試料をはじめ生体試料や食品に有効です。

⑤マイクロウェーブ+圧力容器による分解

密閉系で分解するため、低沸点元素の揮散や雰囲気からの汚染が小さく、また、分解時間が速いため、測定元素の濃度が微量、試料量が少ない場合に有効です。

以上の方法が主に用いられていますが、次に、Cdの前処理に関する公定法の中で、代表的なものを紹介します。

日本薬局方

：医薬品容器（プラスチック）、輸液用ゴム栓

- 1) 試料2g + 硫酸2mL 加熱
- 2) 450～500℃ 灰化

- ②ランニングコストが安価である。

ICP発光分析

- ①ダイナミックレンジが広い。

- ②定性分析が可能である。

等が挙げられます。

今回、この2つの分析法を用いて、プラスチック中のCdの測定を行いましたので紹介します。

M. Takasaka S. Hashimoto T. Taniguchi

- 3) 塩酸2～4mLで溶解

- 4) 必要であればろ過、定容

衛生試験法

：生活用品試験（ゴム製品、玩具）

- 1) 試料1g + 硫酸0.5mL 加熱

- 2) 450～500℃ 灰化

- 3) 0.5N硝酸10mLを加え3時間放置

- 4) 必要であればろ過、定容

食品衛生検査指針（食品衛生法）

：合成樹脂、ゴム製品（容器包装、おもちゃ）

- 1) 試料1g + 硫酸10滴 加熱

- 2) 450℃ 灰化

- 3) 0.1N硝酸で溶解

- 4) 必要であればろ過、定容

：容器包装用合成樹脂

- 1) 試料2g + 硫酸少々 加熱

- 2) 450℃ 灰化

- 3) 塩酸1mL + 硝酸0.2mLで溶解

- 4) 必要であればろ過、定容

欧州規格EN1122（ケルダールフラスコ湿式分解）

：プラスチック製品

- 1) 試料0.5g + 硫酸10mL + 硝酸1～2mL 加熱

- 2) 白煙発生、硝酸1～2mL 再加熱（1～2繰返す）

- 3) 白煙後、過酸化水素水5mL

- 4) 定容

米国EPA3031

：オイル、廃油、タール、ワックス、塗装剤

硫酸・硝酸による湿式分解

米国EPA3052

：フライアッシュ、オイル、底質、汚泥、土壌

マイクロウェーブ分解（全分解）

測定

Measurement

今回、ポリエチレン標準物質BCR680, 681を乾式灰化およびケルダール分解したのについてそれぞれ測定を行いました。

乾式灰化では、小さく削り取った試料0.2gを石英のつぼに秤り取り、試料が浸るくらい硫酸を加え、ホットプレート上で加熱します。次に、つぼを電気炉に入れ、450で灰化します。その後、つぼを電気炉から取り出し、硝酸を加え、ホットプレート上で(約150)灰を加熱溶解し、蒸留水で20mLに定容したものを試験溶液とします。

ケルダールフラスコ湿式分解では、小さく削り取った試料0.2gをフラスコに秤り取り、硫酸と硝酸、過酸化水素を加え、マントルヒーター上(約300)で加熱します。内容物が黒く炭化し、SO₃の白煙が発生します。硝酸、

過酸化水素を加え、さらに加熱(約350)を続けます。内容物が淡黄色になるまで、この作業を繰り返します。その後、フラスコを放冷し、蒸留水で20mLに定容します。

Fig.1にICP発光分析によるCdのプロファイル例を示します。今回、原子吸光分析では、フレイム法を用いていますが、測定に使用したCdの検量線をFig.2に示しました。

Table 1は処理法、測定法の違いによるデータの比較を行ったものです。今回のサンプルについては、いずれの手法においても、ほぼ認証値と一致した結果が得られていることが分かります。試料を100倍希釈し測定する場合のサンプルあたりの定量下限は、フレイム原子吸光分析では0.5mg/kg、ICP発光分析では0.1mg/kgとなります。

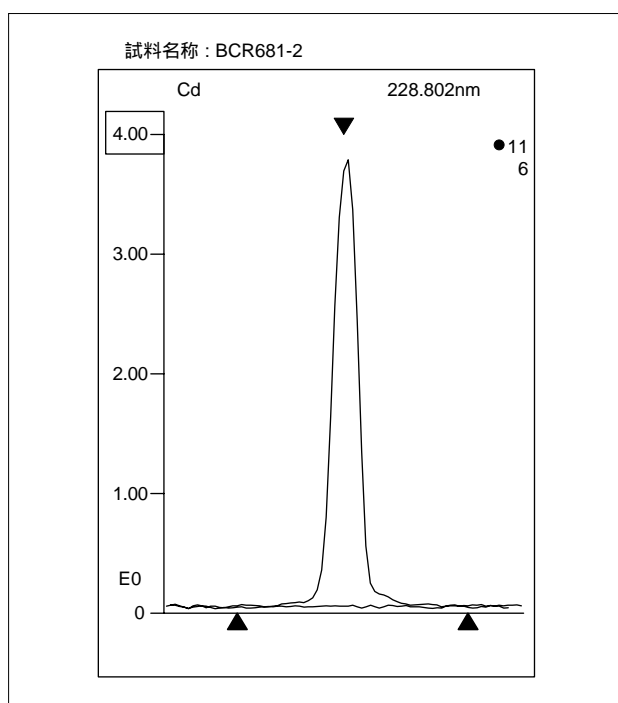


Fig.1 ICP発光分析によるCdのプロファイル
Profile of Cd on ICP

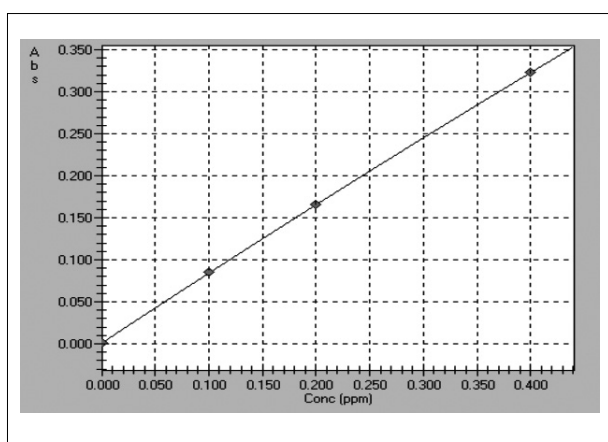


Fig.2 原子吸光分析によるCdの検量線
Calibration curve of Cd on AA

Table 1 測定結果
Measurement result

| | 乾式灰化 | | ケルダール分解 | | 認証値 |
|--------|------|------|---------|------|---------|
| | AA | ICP | AA | ICP | (mg/kg) |
| BCR680 | 140 | 141 | 142 | 140 | 140.8 |
| BCR681 | 20.0 | 21.0 | 22.0 | 21.4 | 21.7 |

まとめ

Conclusion

固体試料を溶液化する方法には様々なものがありますが、前処理法を選択する基準として、以下のものが考えられます。

- ①前処理時に測定元素の揮散や汚染を受けにくいのか？
- ②使用する試薬による汚染や測定時の妨害は無いのか？

- ③操作が簡便で多検体を迅速に処理できるのか？
- ④分析者によるばらつきが小さいか？

これらは、一般的にトレーサビリティのとれた標準物質や添加回収試験、操作ブランクの測定を行うことで確認することが可能です。

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

●東京 ☎(03)3219-1691
●京都 ☎(075)813-1691

いろいろな分析アプリケーションニュース類は
<http://www.an.shimadzu.co.jp/support/support.htm>
でご覧いただけます。

会員情報提供サービス「Shim-Solution Club」にご登録下さい。
<http://solutions.shimadzu.co.jp/>
いろいろな情報提供サービスが受けられます。

3100-10215-17A-1K
2002.10