

## ICPE-9000によるプラスチック中の有害金属分析

## Determination of Hazardous Elements in Plastic by ICPE-9000

ICP発光分光分析装置は溶液試料中の元素を高感度に分析することができます。プラスチック試料のような固形試料は、乾式灰化法、湿式分解法、マイクロウェーブ分解法などの前処理方法を用い溶液化を行います。分析元素に適した前処理方法を選択する必要があります。

今回、プラスチック試料を各前処理方法により溶液化し、島津マルチタイプICP発光分光分析装置ICPE-9000で分析しました。鉛(Pb)、カドミウム(Cd)などの有害金属を低濃度まで精度良く分析できます。

M.Hikawa

## 試料

Sample

BCR680, 681 (ポリエチレン標準物質)

## 試料前処理

Sample Preparation

以下の3つの方法で溶液化を行いました。

## (1) 乾式灰化法

試料0.2 gを石英製のつばに秤取ります。試料が浸る程度の硫酸を加え、SO<sub>3</sub>の白煙が薄くなるまでホットプレート上で加熱した後、電気炉に入れ450で灰化します。灰化後、残分に塩酸(1+2)5 mLを加え、水浴上で蒸発乾固させます。1 mol/L硝酸10 mLを加えホットプレートで加熱溶解します。放冷後、分解液を20 mLに定容します。(参考: 食品衛生検査指針理化学編2005 厚生労働省監修)

## (2) 湿式分解法

試料0.2 gをケルダールフラスコに秤取ります。硫酸、硝酸、過酸化水素を加えて、マンテルヒーター上(約300)で加熱分解します。内容物が黒く炭化し、SO<sub>3</sub>の白煙が発生します。内容物が黒く炭化した後、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。フラスコを放冷し、20 mLに定容します。(参考: BS EN1122 Method A: 2001)

## (3) マイクロウェーブ分解法

試料0.2 gを分解容器に秤取ります。硝酸、過酸化水素を加えて密閉します。マイクロウェーブ試料前処理装置により分解を行います。分解容器を放冷後、分解液を20 mLに定容します。

添加剤など、共存成分が多量に含まれる試料の場合、少量のふっ化水素酸を使用します。

(参考: US EPA SW-846 Method3052)

## 分析条件

Analytical conditions

装置	: ICPE-9000
高周波出力	: 1.2 (kW)
プラズマガス流量	: 10 (L/min)
補助ガス流量	: 0.6 (L/min)
キャリアガス流量	: 0.7 (L/min)
試料導入	: 同軸ネプライザ
チェンバ	: サイクロンチェンバ
プラズマトーチ	: ミネトーチ
観測方法	: 軸方向

## 測定結果

Result

Table 1に定量結果を示します。

乾式灰化法では鉛(Pb)、カドミウム(Cd)について、湿式分解法ではカドミウム(Cd)、総クロム(Cr)、水銀(Hg)について、また、マイクロウェーブ分解法では、全ての元素について、認証値と一致した良好な結果が得られています。

Fig.1にスペクトル線プロファイルを、また、Fig.2に検量線を示します。

## 考察

Conclusions

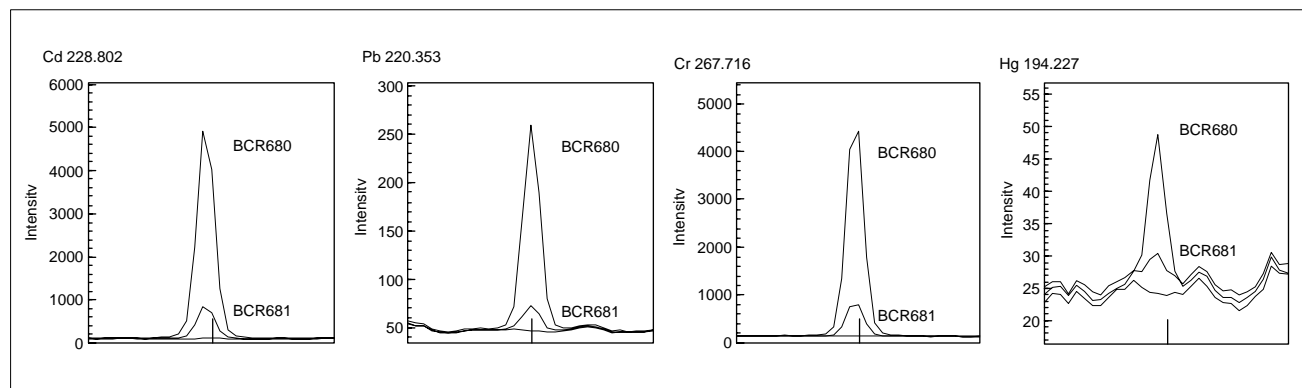
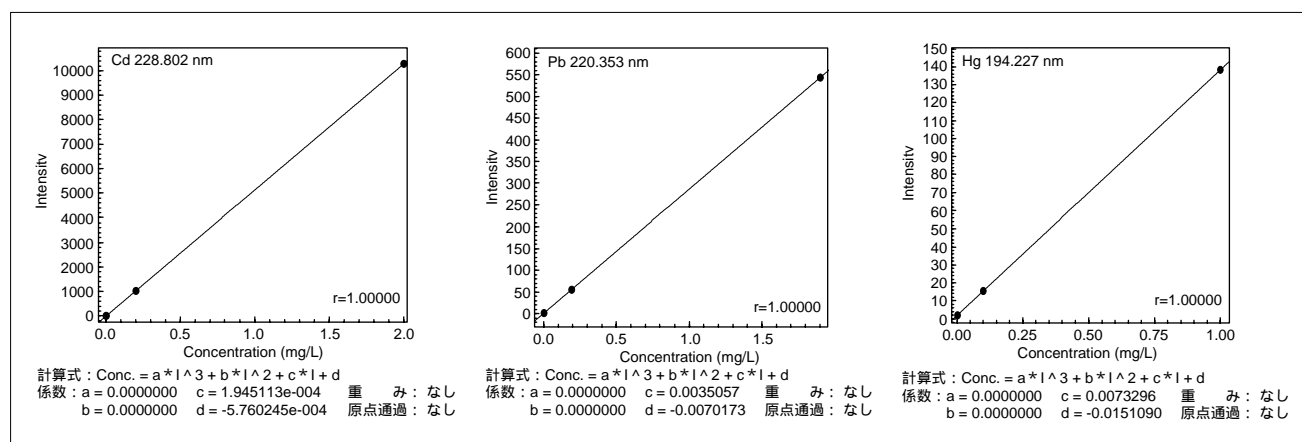
ICP発光分光分析装置により、微量成分を精度良く分析できています。ただし、乾式灰化法によるHgは高温下での加熱による蒸発、湿式分解法によるPbは分解に使用している硫酸との反応により硫酸鉛の沈殿が生じるため、低値になっていると考えられます。

このように、試料前処理方法は測定元素に適した方法を選択する必要があります。

Table 1 ポリエチレン樹脂の定量結果  
Results of Polyethylene Resin

単位：mg/kg

試料 前処理 元素	BCR680				BCR681			
	乾式灰化法	湿式分解法	マイクロウェーブ 分解法	認証値	乾式灰化法	湿式分解法	マイクロウェーブ 分解法	認証値
Cd	141	140	140	140.8	21.0	21.4	21.7	21.7
Pb	105	<0.2	108	107.6	13.1	<0.2	13.5	13.8
Cr	105	112	112	114.6	16.2	17.2	17.5	17.7
Hg	<0.2	24.0	25.6	25.3	<0.2	4.3	4.6	4.5
As	28	31	30	30.9	4	4	4	3.93

Fig.1 プロファイル  
Spectral ProfilesFig.2 検量線  
Calibration Curves

**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

初版発行：2007年12月  
 A 改訂版発行：2008年 4月

☎0120-131691(携帯電話不可)  
 ●携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は右に示す島津WEBで閲覧できます。

会員制情報提供サービス「Shim-Solutions 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。

3100-12702-660-IK  
 2007.12