

ICP-AESによるプラスチック中臭素の分析

Analysis of Br in Plastic by ICP-AES

資源エネルギーの循環利用をめざす現代社会において、多量に発生するプラスチック廃棄物の素材資源またはエネルギー資源としての再利用が重要な一環であることは言うまでもありません。一方、プラスチックには臭素系難燃剤が含まれる場合があります、環境規制の観点から廃棄物中の臭素の含有量を把握することは、再利用における適正な処理の促進のためにも重要になってきます。

プラスチック中の臭素の分析に関して、2009年に日本工業規格 (JIS) に「K 7392 廃プラスチックー全臭素分析試験

方法」が制定されました。この規格では、燃焼法によりプラスチック中の臭素をガス化し、吸収液に吸収させ、その液をイオンクロマトグラフで測定する方法が採られています。

一方、液体試料中の臭素は、真空紫外領域の短波長が測定可能なタイプのICP発光分析でも測定できます。今回、燃焼法による前処理方法で得られた吸収液をICP発光分光装置で測定しましたので、ご紹介します。

T. Taniguchi

■試料前処理方法

Sample Preparation

前述のJIS K7392 (2009) では 酸化燃焼試験装置を用いてプラスチック試料を燃焼酸化し、生成する臭化水素 (HBr) を吸収液に捕集します。

吸収液は、炭酸水素ナトリウム0.0252 g、炭酸ナトリウム (無水) 0.2862 gおよび30 %過酸化水素水溶液3.33 gを純水で溶解し、1000 mLとしたものです。

今回の試料前処理は、概略臭素濃度0.01~1 %の試料を対象とし、試料処理量50 mg、吸収液量50 mLとしました。

この燃焼法で得られた臭素捕集液は、そのままICP-AESの試料液として使うことができます。

■測定装置

Equipment

臭素は154.065 nmに高感度の測定波長が存在します。島津ICPS-8000シリーズは、真空分光器を採用しており、真空紫外190 nm以下の真空紫外波長に対応していますが、通常の測定波長は160 nm~です。ICPS-8100CLでは、光学系の改良により134 nm~の測定を実現し、臭素、塩素 (134.724 nm) といったハロゲン元素の測定を可能にしました。

今回、このICPS-8100CLを分析装置として用いました。

Table 1 ICPS-8100CLの分光器の主な仕様
Specification of Spectrometer (ICPS-8100CL)

| | 第一分光器 | 第二分光器 |
|------|---------------|---------------|
| 焦点距離 | 1 m | 1 m |
| 回折格子 | 4960本/mm | 4320/1800本/mm |
| 波長範囲 | 134 nm~372 nm | 250nm~850nm |

■検量線溶液の調整

Standard Solution for Calibration Curve

検量線試料溶液は、試料処理と同組成の吸収液に、臭素の標準として臭化カリウム (KBr) 水溶液を添加して作成しました。今回は臭素濃度0~4 mg/Lの範囲で作成しました。プラスチック中で0~0.4 %に相当します。

■測定条件

Analytical Conditions

| | |
|-----------|---------------|
| 装置 | : ICPS-8100CL |
| 高周波出力 | : 1.2 kW |
| プラズマガス流量 | : 14 L/min |
| 補助ガス流量 | : 1.2 L/min |
| キャリアーガス流量 | : 0.7 L/min |
| 試料導入 | : 同軸ネブライザ |
| チャンバー | : サイクロンチャンバー |
| プラズマトーチ | : トーチ |
| 観測方法 | : 横方向 |
| 観測高さ | : 11 mm |

■分析例

Analysis

プラスチック試料として、EU (欧州連合) のIRMM (標準物質計測研究所) が認証した標準物質「BCR680」および「BCR681」を用いました。「BCR680」「BCR681」は微量元素分析用のポリエチレン樹脂標準物質です。金属のほかに、臭化物 (Br) が含まれており、認証値が提示されています。

BCR試料の分析結果をTable 2に示します。認証値と良く一致した結果が得られました。

Br 154.065 nmのスペクトル線プロファイルを図. 1に、検量線を図. 2に示します。

Table 2 BCR 試料の分析結果
Results of BCR Samples

| | BCR680 | | BCR681 | |
|----|--------|--------|--------|------|
| | 分析値 | 認証値 | 分析値 | 認証値 |
| Br | 810 | 808±19 | 99 | 98±5 |

単位:mg/kg

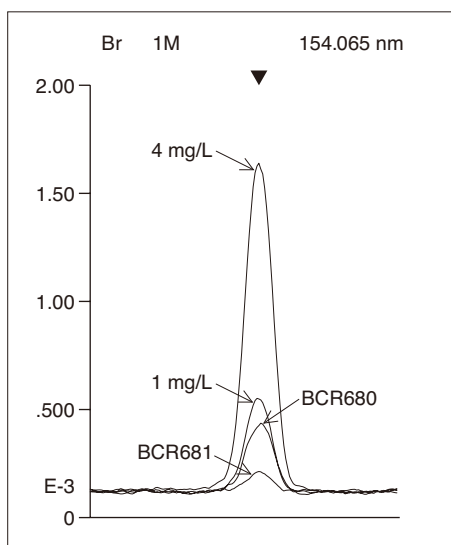


Fig. 1 Br154.065 nmのスペクトル線プロファイル
Spectral Profile of Br (154.065 nm)

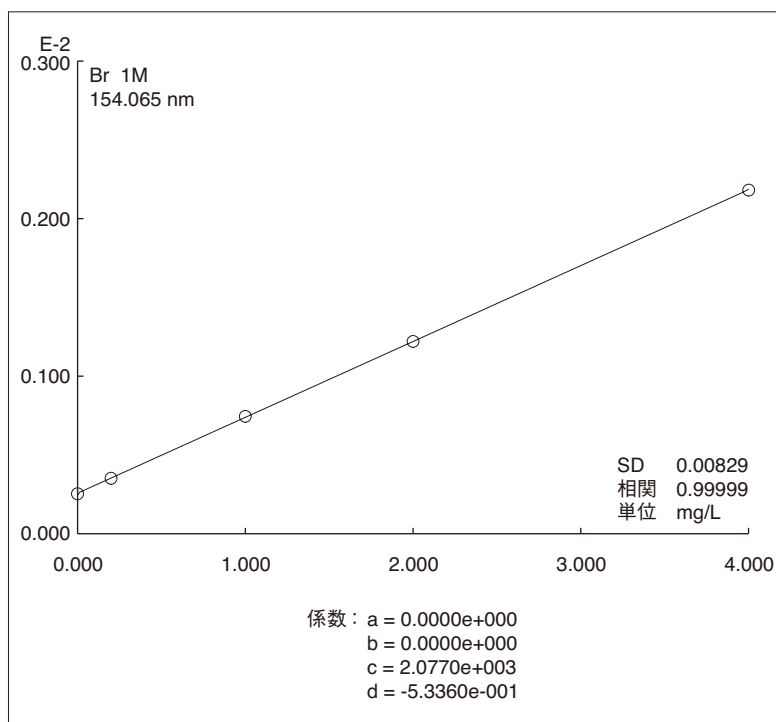


Fig. 2 Brの検量線
Calibration Curve of Br

参考文献:

JIS K 7392:2009 「廃プラスチックー全臭素分析試験方法」

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

初版発行：2011年4月
A改訂版発行：2011年8月

島津コールセンター

☎0120-131691
TEL: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。改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。