

Application News

No. J108

ICP 発光分光分析
Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry

プラスチック中有害元素の精密分析： ICPE-9800 シリーズ

Precision Analysis of Harmful Elements in Plastic by ICPE-9800 Series

はじめに

Introduction

RoHS/ELV などの環境規制を受けて、材料や部品に使用されるプラスチック中の有害元素 (Cd, Pb など) の測定が求められています。ICP 発光分光分析装置 (ICP-AES) を用いると、これらの有害元素を正確、かつ迅速に分析することができます。一方で、ICP-AES で分析を行う際には、試料の溶液化を行う必要があり、適切な前処理方法の選定が重要となります。

今回、ポリエチレン標準物質を、乾式灰化法、湿式分解法、マイクロ波試料分解法の 3 種類の前処理方法を用いて溶液化し、島津マルチタイプ ICP 発光分光分析装置 ICPE-9800 シリーズで分析しました。ICPE-9800 シリーズは、最新の CCD 検出器とガス消費量を抑える装置設計により、正確な分析をハイスループット・低コストで行うことができます。

S. Hashimoto

試料

Sample

BCR680, 681 (ポリエチレン標準物質)

試料の前処理

Sample Preparation

以下の 3 つの方法で試料の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します。試料が浸る程度の硫酸を加え、SO₃ 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 °C 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。

(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します。硫酸、硝酸、過酸化水素を加えて、マンテルヒーター上 (約 300 °C) で加熱分解します。内容物が黒く炭化し、SO₃ 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 °C) 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。フラスコを放冷後、分解液を 20 mL に定容します。

(参考：BS EN1122 Method A : 2001)

(3) マイクロ波試料分解法

試料 0.2 g を分解容器に秤取りします。硝酸、過酸化水素を加えて密閉します。マイクロ波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、少量のふっ酸を使用します。

(参考：US EPA SW-846 Method3052)。

装置と測定条件

Instrument and Analytical Conditions

測定には、島津マルチタイプ ICP 発光分光分析装置 ICPE-9800 シリーズを用いました。測定条件を Table 1 に示します。ICPE-9800 シリーズは、CCD 検出器を採用し、元素・波長数に関わらず 1 試料約 2 分半 (n=3) で測定できます。また、プラズマガス流量を抑えるミニトーチ、待機時のガス・電力消費を抑える Eco モード、パージガス不要の真空分光器の採用によりガスの消費量を減らし、従来の ICP-AES に比べ、ランニングコストを大幅に低減できます。

Table 1 測定条件
Analytical Conditions

| | |
|-----------|----------------------|
| 装置 | : ICPE-9800 シリーズ |
| 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 |
| キャリアーガス流量 | : 0.7 L/min |
| 試料導入 | : ネブライザー10 |
| チャンバー | : サイクロンチャンバー |
| プラズマトーチ | : ミニトーチ |
| 観測方向 | : 軸 (AX) |
| 測定時間 | : 2分30秒/試料 (リンス時間込み) |

分析

Analysis

検量線法で Cd, Pb, Cr, Hg, As の定量分析を行いました。

[参考資料]

- 1) BS EN1122 Method A: 2001 (Plastics. Determination of cadmium. Wet decomposition method)
- 2) US EPA SW-846 Method3052 (Microwave Assisted Acid Digestion of Siliceous and Organically Based Matrices)

■分析結果

Analytical Result

Table 2 に分析結果を示します。Fig. 1 にスペクトル線プロファイルを示します。検出限界は、RoHSの最大許容値よりも充分低く、高感度に分析できることがわかります。

前処理方法の比較：

乾式灰化法ではCd、Pbについて、湿式分解法（ケルダール法）ではCd、Cr、Hg、Asについて、また、マイクロウェーブ試料分解法では、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ました。乾式灰化法におけるHg、Asは高温加熱による蒸発のため、湿式分解法における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。

■まとめ

Conclusion

マイクロ波試料分解法で前処理を行うことで、規制対象のすべての有害金属を正確に定量できます。その他の方法も、測定元素に合わせて選択することで正確な分析を行うことができます。このように、プラスチック中の有害元素は、測定元素に適した前処理方法を選択し、ICPE-9800シリーズを用いることで、正確、迅速に、かつ低コストで分析を行うことができます。

Table 2 ポリエチレン樹脂の分析結果 (単位: mg/kg)
Analytical Results of Polyethylene

| 元素名 | RoHS 最大許容値 | 試料名 検出限界 (3σ) | BCR680 | | | | BCR681 | | | |
|-----|---------------|---------------------|--------|------|------|-------|--------|------|------|------|
| | | | 前処理 | | | 認証値 | 前処理 | | | 認証値 |
| | | | 乾式法 | 湿式法 | MW法 | | 乾式法 | 湿式法 | MW法 | |
| Cd | 100 | 0.02 | 140 | 140 | 141 | 140.8 | 21.1 | 21.3 | 21.6 | 21.7 |
| Pb | 1000 | 0.2 | 106 | < | 107 | 107.6 | 13.2 | < | 13.7 | 13.8 |
| Cr | 1000* | 0.03 | 106 | 112 | 115 | 114.6 | 16.1 | 17.3 | 17.9 | 17.7 |
| Hg | 1000 | 0.2 | < | 24.2 | 25.3 | 25.3 | < | 4.3 | 4.4 | 4.5 |
| As | - | 0.5 | 27 | 30 | 31 | 30.9 | 3 | 4 | 4 | 3.93 |

検出限界：試料 0.2 g/20 mL 希釈で前処理を行なった際の検出限界

<：検出限界未満

*：Cr⁶⁺の最大許容値

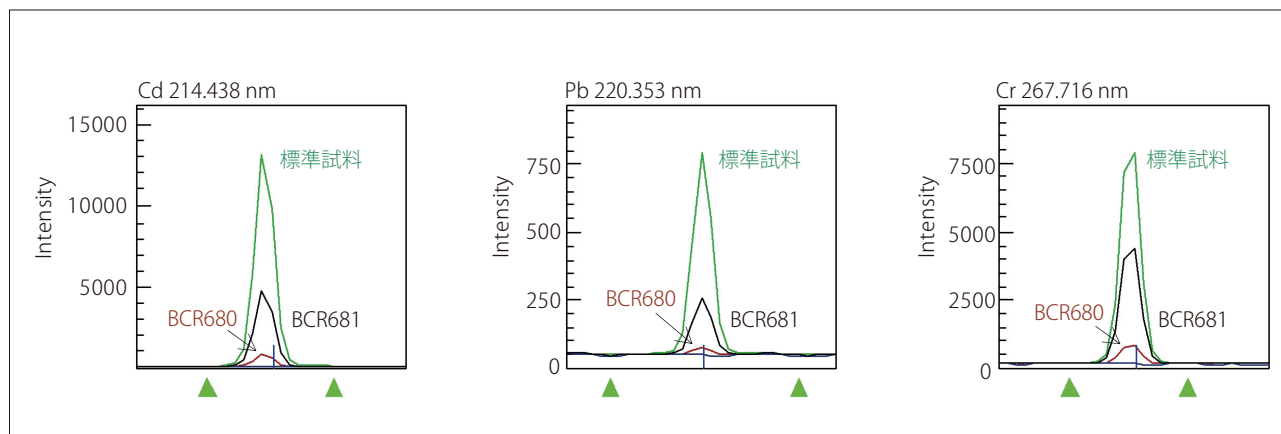


Fig. 1 ポリエチレン樹脂のスペクトル線プロファイル
Spectral Profiles of Polyethylene

株式会社 島津製作所

分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2014年8月

島津コールセンター ☎ 0120-131691
(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。