

マイクロ波加熱分解処理による化学分析前処理の効率化

湯川泰之^{*1)}、木下健司^{*1)}

1. はじめに

RoHS 指令等の環境負荷物質に対する規制により、電気電子部品に使用される樹脂、塗料などについて Cd、Pb などの有害元素濃度の測定が求められている。樹脂などの固体中試料中の有害元素を原子吸光分析法や ICP 発光分析法により定量する場合には、試料を適切な前処理方法を用いて溶液化する必要がある。従来用いられてきた湿式酸分解法による前処理は分解に長時間を要するなどの問題点がある。本研究では短時間で分解処理が可能な方法として近年普及が進んでいるマイクロ波加熱分解法を用いて市販の樹脂材料に対する分解条件を検討し、従来の湿式酸分解法と分解時間の比較を行った。試料には重金属として Cd、Cr、Pb を含む認証標準物質 (NMIJ CRM-8103a ABS 樹脂) のほか、ポリエチレンなど 4 種類の市販樹脂にこれらの元素を添加したものをを用いた。

2. 実験方法

樹脂試料 0.2g を 100ml のテフロン製分解容器に秤取し、分解試薬を添加した後、マイクロ波加熱分解装置 (パーキンエルマー製 Multiwave3000) を用いてマイクロ波加熱分解処理を行った。また、ホットプレートを用いた湿式酸分解を行い、Cd、Cr および Pb の回収率 (添加量に対する分析値の割合) および分解時間をマイクロ波加熱分解法と比較した。分解溶液を全量フラスコに定容し、各元素の濃度はフレイム原子吸光分析装置 (日立 Z-5010) を用いて定量した。

3. 結果・考察

マイクロ波加熱分解法による各種樹脂試料に対する分解結果を表 1 に示す。いずれも表中に示した分解試薬の組み合わせと加熱時間にて分解処理することができた。また、分解に要する時間はマイクロ波加熱分解法では湿式酸分解法の約 2/3 ~ 1/10 であった。Cd、Cr および Pb の回収率については、いずれも 92 ~ 104% の範囲であり、マイクロ波加熱分解法と湿式酸分解法による差はみられなかった。

表 1 樹脂に対する分解試薬の組み合わせと分解結果 (マイクロ波加熱分解法)

分解試薬	ABS		PE		PET		PA		MMA	
	20分	40分	20分	40分	20分	40分	20分	40分	20分	40分
60%硝酸 6ml	×	×			×	×			×	×
60%硝酸 10ml	×	×	-	-			-	-		
60%硝酸 6ml - 30%過酸化水素 1ml	×	×	-	-	-	-	-	-		
60%硝酸 8ml - 30%過酸化水素 1ml	×	×	-	-	-	-	-	-		
60%硝酸 6ml - 35%塩酸0.2ml	×		-	-	-	-	-	-		
60%硝酸 8ml - 35%塩酸0.2ml			-	-	-	-	-	-		

分解結果： 分解、 ほぼ分解、 ×不完全分解

(ABS:アクリロニトリルブタジエンスチレン、PE:低密度ポリエチレン、PET:ポリエチレンテレフタレート、PA:ポリアミド、MMA:メチルメタクリレート)

4. まとめ

樹脂試料に対する有害元素定量のための前処理法としてマイクロ波加熱分解法の分解条件を検討した。マイクロ波加熱分解法を用いることにより、従来の湿式酸分解法に比べて前処理時間を大幅に短縮することができた。

^{*1)} 城南支所