

## マイクロ波試料分解装置を用いた定量分析について

### 1. はじめに

プラスチックの無機成分、金属の合金成分等を定量する方法は、蛍光 X 線分析のように固体試料そのものを用いて測定する手法と、試料を何らかの溶解操作により水溶液とし、原子吸光分析、ICP 発光分光分析等により定量する方法（いわゆる湿式分析）に大別されます。

湿式分析における溶液化は、酸分解、アルカリ融解などの方法が一般的ですが、多くの時間と労力がかかることが多く、湿式分析の難点となっています。酸分解については、マイクロ波試料分解装置が市販されるようになり、普及しつつあります。

### 2. マイクロ波試料分解装置を用いた湿式分析

マイクロ波試料分解装置ではテフロン製密閉容器を用いるため、加熱時に高圧となり、通常の開放系の酸分解では分解できない試料の分解を迅速に行うことができます。また、密閉系であるため、酸分解中に揮散する恐れのある水銀などの元素の分析に特に有効です。日本分析化学会規格「有機材料中のカドミウム、鉛、クロム、水銀及び臭素の化学分析法 JSAC-D1001:2010」でも水銀の湿式分析法としてマイクロ波加熱方式を含む密閉系酸分解法が採用されています。

### 3. 分析事例：ゴム系補修剤中の水銀の分析

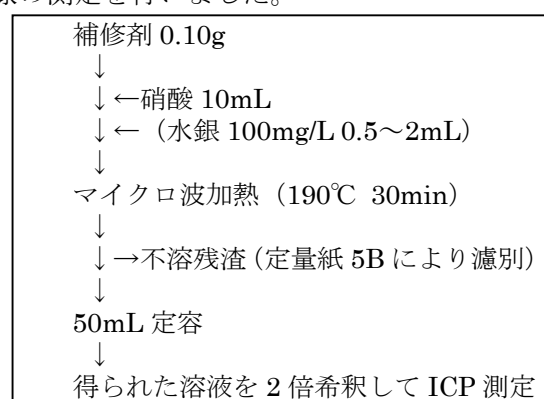
ここでは、昨年度、JKA 補助事業により導入したマイクロ波試料分解装置（**図 1**）を用いたゴム系補修剤中の水銀の分析を紹介します。



**図 1** マイクロ波試料分解装置  
(株)アナリテックイェナジャパン社製 TOPwave)

分析手順を**図 2**に示します。マイクロ波分解において用いる酸の種類や加熱温度及び時間は

試料ごとに異なるため、未知試料については適切な分解条件を探索する必要があります。今回の試料については、硝酸のみで有機成分を分解することができ、ケイ素及びチタンを主成分とする物質が溶け残りしました。蛍光 X 線定性分析によりこの不溶物中には水銀が存在しないことが確認できたのでこれらを濾別し、得られた溶液を ICP 発光分析装置により定量しました。なお、溶解操作中の水銀の揮散の有無を調べるために既知量の水銀を添加した試料も調製し、同様の測定を行いました。



**図 2** 分析手順

試料溶液の ICP 測定結果を表 1 に示します。No1、2 より、試料由来の水銀濃度は 3.4mg/L であり、試料中の水銀含有率は 0.34% でした。また、No3～6 において、添加した水銀濃度はほぼ回収されており、分解中に水銀の揮散がなく、定量に有効であることが確認されました。

**表 1** 試料溶液の ICP 測定結果

No	水銀濃度 測定値(a) (mg/L)	水銀添加 濃度 (mg/L)	添加回収 濃度(a-3.4) (mg/L)
1	3.4	—	—
2	3.4	—	—
3	3.8	0.5	0.4
4	4.6	1.0	1.2
5	4.7	1.5	1.3
6	5.2	2.0	1.8

### 4. おわりに

当センターでは、金属材料の定性/定量分析のほか、セラミックス、水溶液等の分析も行っています。また、製品開発、工程管理等における分析方法についてもお気軽にご相談ください。



産業技術センター 化学材料室 杉本賢一 (0566-24-1841)  
研究テーマ：金属材料その他無機材料の定性/定量分析  
担当分野：無機材料