

# 件名：化学製品中の特定微量金属成分測定法の標準化＜目次＞

	ページ
1．適用範囲	3
2．定量方法の区分	3
3．還流冷却/酸分解 - 還元気化原子吸光法(AA法)	3
3.1 要旨	3
3.2 試薬	3
3.3 装置及び器具	4
3.4 試料はかり取り量	4
3.5 操作	4
3.5.1 サンプルング	4
3.5.2 試料溶液の調整	4
3.5.3 測定	4
3.6 空試験	5
3.7 検量線の作成	5
3.8 計算	5
4．開放系酸分解 - 高周波プラズマ発光分光分析法(ICP-AES法)	5
4.1 要旨	5
4.2 試薬	5
4.3 装置及び器具	5
4.4 試料はかり取り量	6
4.5 操作	6
4.5.1 サンプルング	6
4.5.2 試料溶液の調整	6
4.5.3 測定	6
4.6 空試験	7
4.7 検量線の作成	7
4.8 計算	7
5．密閉系酸分解 - 高周波プラズマ質量分析法(ICP-MS法)	7
5.1 要旨	7
5.2 試薬	8
5.3 装置及び器具	8
5.4 試料はかり取り量	9
5.5 操作	9
5.5.1 サンプルング	9
5.5.2 試料溶液の調整	9
5.5.3 測定	9

5.6	空試験	12
5.7	検量線の作成	12
5.8	計算	12
6	密閉系酸分解 - 高周波プラズマ発光分光分析法(ICP-AES法)	12
6.1	要旨	12
6.2	試薬	13
6.3	装置及び器具	13
6.4	試料はかり取り量	13
6.5	操作	13
6.5.1	サンプリング	13
6.5.2	試料溶液の調整	14
6.5.3	測定	15
6.6	空試験	15
6.7	検量線の作成	15
6.8	計算	16
7	密閉系酸分解 - 電気加熱方式原子吸光法(ET-AAS法)	16
7.1	要旨	16
7.2	試薬	16
7.3	装置及び器具	17
7.4	試料はかり取り量	17
7.5	操作	17
7.5.1	サンプリング	17
7.5.2	試料溶液の調整	17
7.5.3	測定	19
7.6	空試験	19
7.7	検量線の作成	19
7.8	計算	20
化学製品中の特定微量金属成分測定法の標準化 解説		
1	本法の解説	21
1.1	各分析法における測定元素	21
1.2	各分析法における検量線例	22
2	本法による有機化学製品の分析結果事例	30
2.1	分析試料一覧	30
2.2	各分析法による分析結果事例	32
2.2.1	各分析方法による標準試料分析結果	32
2.2.2	各分析方法による標準添加回収試験および試料分析結果	32
解説別紙 1 ~ 5		34

## 件名：化学製品中の特定微量金属成分測定法の標準化

### 1．適用範囲

本法は、固体および液体状の有機化学製品中のカドミウム(以下、Cd)、クロム(以下、Cr)、水銀(以下、Hg)および鉛(以下、Pb)の定量方法について規定する。

本法での有機化学製品とは、プラスチック、ゴム、油脂・油剤、塗料、接着剤等有機物を主成分とした工業製品である。

ここで、けい素が多量に含有されている有機化学製品(シリコンゴム等)は、試料溶液の調製において、ふっ化水素酸の使用が必要なので、密閉系酸分解法を適用する。

但し、ふっ素が多量に含有されている有機化学製品(ふっ素樹脂等)は、酸による分解が不可能であり、本法では適用外とする。

### 2．定量方法の区分

#### (1) 還流冷却/酸分解-還元気化原子吸光法(AA法)

この方法は、Hg含有量  $10\mu\text{g/g}$  以上の試料に適用する。

#### (2) 開放系酸分解 - 高周波プラズマ発光分光分析法(ICP-AES法)

この方法は、Cd含有量  $5\mu\text{g/g}$  以上、Cr含有量  $10\mu\text{g/g}$  以上の試料に適用する。

#### (3) 密閉系酸分解 - 高周波プラズマ質量分析法(ICP-MS法)

この方法は、Cd含有量  $5\mu\text{g/g}$  以上、Cr含有量  $10\mu\text{g/g}$  以上、Hg  $10\mu\text{g/g}$  以上、Pb  $10\mu\text{g/g}$  以上の試料に適用する。

#### (4) 密閉系酸分解 - 高周波プラズマ発光分光分析法(ICP-AES法)

この方法は、Cd含有量  $5\mu\text{g/g}$  以上、Cr含有量  $10\mu\text{g/g}$  以上、Pb  $10\mu\text{g/g}$  以上の試料に適用する。

#### (5) 密閉系酸分解 - 電気加熱方式原子吸光法(ET-AAS法)

この方法は、Pb含有量  $10\mu\text{g/g}$  以上の試料に適用する。

### 3．還流冷却/酸分解 - 還元気化原子吸光法(AA法)

#### 3.1 要旨

試料を硝酸、硫酸及び過マンガン酸カリウムで分解する。尿素を加えて残存亜硝酸を分解後、塩化ヒドロキシルアンモニウムを加えて過剰の過マンガン酸カリウムを還元する。塩化すず( )を加えHgを還元し、この溶液に通気して発生するHg蒸気による原子吸光を測定しHgを定量する。

#### 3.2 試薬 試薬は次による。

試薬は必要に応じ、有害金属分析用又は精密分析用を用いる。

##### (1) 硫酸(1+1)

- (2) 硝酸
- (3) 過マンガン酸カリウム溶液 (50 g / l)
- (4) 尿素溶液 (200 g / l)
- (5) 塩化すず ( ) 溶液 (100 g / l)
- (6) 塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液 (200 g / l)
- (7) Hg 標準溶液 (100 又は 1000  $\mu$  g / ml) 原子吸光分析用または相当品

### 3.3 装置及び器具 装置及び器具は次による。

- (1) ガラス器具 (メスフラスコ, ガラス濾器)
- (2) 共通擦り合せ還流冷却器付き三角フラスコ (以下, 分解フラスコ)
- (3) 還流冷却器: 硬質ガラス製のもので長さ 450mm, 外径 35mm 又は相当品
- (4) 還元容器: 300ml 三角フラスコ 又は相当品
- (5) 還元気化原子吸光光度計: 平沼産業製 HG - 200 型 又は相当品

### 3.4 試料はかり取り量

試料はかり取り量は 0.1g とし 1mg の桁まで正確にはかる。

### 3.5 操作

#### 3.5.1 サンプルング

固体試料の場合は, エタノールで洗浄したカッター - またはハサミ等を用いて可能な限り小片とし, 分析用試料とする。液体試料はそのまま分析用試料とする。

#### 3.5.2 試料溶液の調製 試料溶液の調製は次の手順によって行う。

- (1) 分解フラスコに試料をはかり取る。
- (2) 硫酸 (1+1) 20ml を加え, 更に硝酸 40ml を加え, 軽く振り動かす。
- (3) 分解フラスコに還流冷却器を取り付ける。突沸を避けながら 8 時間穏やかに加熱する。加熱中は, 溶液の温度を約 150 に保つように注意する。
- (4) 加熱を止め, 室温まで冷却した後, 過マンガン酸カリウム溶液を 5ml 添加する。
- (5) 再び, 約 150 まで加温し, 過マンガン酸カリウムの呈色が約 10 分間残るまでこの操作を繰り返す。
- (6) 尿素溶液を 10ml 添加し, 約 20 分間煮沸し残存亜硝酸を分解する。
- (7) 室温まで冷却した後, 全量 200ml メスフラスコに移し (必要があればガラス濾器で濾過し), 水を標線まで加え, 試料原液とする。

#### 3.5.3 測定

- (1) 3.5.2 で得た試料原液の一部を還元容器に分取する。
- (2) この還元容器に塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液を数滴加え, 過マンガン酸カリウムの呈色を消失させる。

- (3) 更に、塩化すず( )溶液 5m l を一度に加え試料溶液とし、直ちに測定装置に連結する。  
(4) 通気して発生するHg を、波長 253.7 nm で吸光度を測定する。

### 3.6 空試験

試料を用いなくて、試料と同様の操作を試料と並行して行なう。

### 3.7 検量線の作成 検量線の作成は、次の手順によって行う。

Hg 標準溶液 (100 又は 1000  $\mu$ g / ml) を段階的に希釈し、検量線用 Hg 標準溶液を調整する。その際、測定液中のマトリックスを同一化するため、先の空試験溶液の一部を当量使用する。検量線用 Hg 標準溶液を 3.3.5.3 により測定し、検量線用 Hg 標準溶液中の Hg 量 ( $\mu$ g) と Hg の吸光度の関係式を作成する。検量線の作成は試料溶液測定時に行う。

### 3.8 計算

3.5.3 で求めた Hg の吸光度と 3.7 で作成した検量線から、試料溶液中の Hg 量 ( $\mu$ g) を求め、試料中の Hg 含有量を次の式によって算出する。

$$\text{Hg 含有量} (\mu\text{g} / \text{g}) = \frac{(A - B) \times 200}{m \times V}$$

A : 試料溶液中の Hg 量 ( $\mu$ g)

B : 空試験溶液中の Hg 量 ( $\mu$ g)

m : 試料はかり取り量 (g)

V : 分取量 (ml)

## 4. 開放系酸分解 - 高周波プラズマ発光分光分析法 (ICP-AES 法)

### 4.1 要旨

試料を硫酸、硝酸及び過酸化水素で分解した後、溶液を誘導結合プラズマに噴霧し、Cd 及び Cr による発光強度を測定して Cd 及び Cr を定量する。

### 4.2 試薬 試薬は次による。

- (1) 硫酸  
(2) 硝酸  
(3) 過酸化水素  
(4) Cd 標準溶液 (100 又は 1000  $\mu$ g / ml) 原子吸光分析用または相当品  
(5) Cr 標準溶液 (100 又は 1000  $\mu$ g / ml) 原子吸光分析用または相当品

### 4.3 装置及び器具 装置及び器具は次による。

- (1) 100ml ケルダールフラスコ (以下、フラスコ)  
(2) ケルダール窒素分解装置  
(3) 目盛付き 50ml ポリスチレン製遠沈管 (以下、50ml 遠沈管)

(4) 高周波プラズマ発光分光分析装置(以下, ICP-AES)

日本ジャーレル・アッシュ製 I R I S A d v a n t a g e 型 又は相当品

#### 4.4 試料はかり取り量

試料はかり取り量は0.5gとし1mgの桁まで正確にはかる。

#### 4.5 操作

##### 4.5.1 サンプルング

固体試料の場合は, エタノールで洗浄したカッター - またはハサミ等を用いて可能な限り小片とし, 分析用試料とする。液体試料はそのまま, 分析用試料とする。

##### 4.5.2 試料溶液の調製 試料溶液の調製は次の手順によって行う。

(1) あらかじめフラスコ及び硫酸5m lの質量をはかり, 合計質量を記録する。

(2) フラスコに試料をはかり取る。

(3) フラスコに硫酸5m lと硝酸0.5~1m lを加え, 試料が炭化され硫酸ヒュームが生じるまで加熱する。

(4) 加熱を止め, 硝酸を徐々に少量(0.5m l程度)加える。

(5) 再度, 硫酸ヒュームが生じるまで加熱する。

(6) 手順(4),(5)を, 分解溶液が薄黄色になるまで繰り返す。

(7) 硫酸ヒュームが生じるまで加熱した後, 加熱を止め数分間冷却する。

(8) 過酸化水素を徐々に数m l加える。

(9) 再度, 硫酸ヒュームが生じるまで加熱する。

(10) 充分冷却した後, フラスコの質量をはかり, 記録する。

(11) (1)と(10)の質量差から, 加熱及び分解により消費された硫酸をフラスコに追加する。

(12) 約20m lの超純水をゆっくり加え攪拌した後, 室温まで冷却する。

(13) 分解溶液を50m l遠沈管に超純水で洗い込み, 50m lに定容し試料溶液とする。

##### 4.5.3 測定

ICP-AESを測定できる状態にし, 4.5.2で得た試料溶液を, 試料導入部を通して誘導結合プラズマ中に噴霧し, Cd及びCrによる発光強度を測定する。測定波長を設定するには表1を参考にし, 複数の波長で同時測定を行うことにより, スペクトル干渉による妨害が無い波長を選択すると良い。また, 試料溶液の主成分によってはバックグラウンドが変化し, 分析線の発光強度に影響を与えるのでバックグラウンド補正を行う。

表1 測定波長の一例

元素名	波長 (nm)
Cd	214.438, 226.502, 228.802
Cr	205.552, 206.149, 267.716

#### 4.6 空試験

試料を用いなくて、試料と同じ操作を試料と並行して行う。

#### 4.7 検量線の作成

検量線の作成は、次の手順によって行う。

Cd及びCr標準溶液(100又は1000µg/ml)を段階的に希釈し、試料溶液と同じ試薬濃度となるように、硫酸を加え、既知濃度の検量線用混合標準溶液を調製する。検量線用混合標準溶液を4.5.3により測定し、目的元素濃度(µg/ml)と目的元素の発光強度の関係線を作成する。検量線の作成は試料溶液測定時に行う。

#### 4.8 計算

4.5.3で求めた目的元素の発光強度と4.7で作成した検量線から、試料溶液中の目的元素濃度(µg/ml)を求め、試料中の目的元素含有量を次の式によって算出する。

$$\text{目的元素含有量}(\mu\text{g/g}) = \frac{(A - B) \times 50}{m}$$

A: 試料溶液中の目的元素濃度(µg/ml)

B: 空試験溶液中の目的元素濃度(µg/ml)

m: 試料はかり取り量(g)

### 5. 密閉系酸分解 - 高周波プラズマ質量分析法(ICP-MS法)

#### 5.1 要旨

試料を適切な試薬でマイクロウェーブ分解(分解A、BまたはC)した後、溶液を誘導結合プラズマに噴霧し、Cd、Cr、Pb及び内標準物質のm/z(質量/電荷数)におけるイオン電流を測定し、内標準物質のイオン電流との比から、Cd、Cr及びPbを定量する。Hgについては、試料を適切な試薬でマイクロウェーブ分解(分解AまたはB)した後、過マンガン酸カリウム及び硫酸を加えた後<sup>(1)</sup>、溶液を誘導結合プラズマに噴霧し、Hgのm/z(質量/電荷数)におけるイオン電流を測定してHgを定量する。

分解A: 硝酸を用いてマイクロウェーブ分解を実施し、溶液化する。

分解B: 混酸(硝酸+ふっ化水素酸)を用いてマイクロウェーブ分解した後、ほう酸を加え<sup>(2)</sup>ふっ化水素酸をマスキングし、溶液化する。(分解Aで分解困難な試料に適用する。)

分解C: 混酸(硝酸+ふっ化水素酸)を用いてマイクロウェーブ分解し、分解溶液を蒸発乾固する。析出した残留有機物に、混酸(硝酸+過塩素酸)を加え更に

マイクロウェーブ分解し、分解溶液を蒸発乾固する。引き続き、硝酸を用いてマイクロウェーブ分解を実施し、溶液化する。(分解A及びBで分解困難な試料に適用する。但し、Hgは揮散ロスする為、適用外とする。)

注(1) 検量線用Hg標準溶液は、容器への吸着を防止するために過マンガン酸カリウムおよび硫酸を加える必要があり、試料溶液にも測定時の試薬マトリックスを合わせる為に加える。ここで、マイクロウェーブで処理した溶液中のHgは吸着が認められないので、検量線用Hg溶液も同様にマイクロウェーブで処理すれば過マンガン酸カリウムおよび硫酸を加える必要はない。

注(2) 耐ふっ化水素酸試料導入装置を使用する場合は、ほう酸の添加は省略可能である。

## 5.2 試薬 試薬は次による。

(1) 硝酸

(2) ふっ化水素酸

(3) 過塩素酸

(4) 硫酸

(5) ほう酸

(6) 過マンガン酸カリウム

(7) Cd標準溶液(100又は1000 $\mu$ g/ml) 原子吸光分析用または相当品

(8) Cr標準溶液(100又は1000 $\mu$ g/ml) 原子吸光分析用または相当品

(9) Hg標準溶液(100又は1000 $\mu$ g/ml) 原子吸光分析用または相当品

(10) Pb標準溶液(100又は1000 $\mu$ g/ml) 原子吸光分析用または相当品

(11) イットリウム標準溶液(1000 $\mu$ g/ml) 原子吸光分析用または相当品

(12) 添加溶液A 過マンガン酸カリウム0.15gを水に溶解し、1000mlの全量フラスコに水を用いて移し入れ硫酸3mlを加えた後、水で1000mlとする。

使用の都度、調製する。

(13) 混酸A(硝酸9,ふっ化水素酸1)

(14) 混酸B(硝酸4,過塩素酸1)

## 5.3 装置及び器具 装置及び器具は次による。

(1) マイクロウェーブ分解装置 マイルストーン製 ETHOS D型または相当品

(2) 100mlマイクロウェーブ分解容器(以下、分解容器)

(3) 目盛付き50mlポリスチレン製遠沈管(以下、50ml遠沈管)

(4) 15mlポリスチレン製遠沈管(以下、15ml遠沈管)

(5) 高周波プラズマ質量分析装置(以下、ICP-MS)

横河電機製 Agilent 7500a/i型または相当品

## 5.4 試料はかり取り量

試料はかり取り量は0.1gとし1mgの桁まで正確にはかる。

## 5.5 操作

### 5.5.1 サンプルング

固体試料の場合は、エタノールで洗浄したカッタ - またはハサミ等を用いて可能な限り小片とし、分析用試料とする。液体試料はそのまま、分析用試料とする。

### 5.5.2 試料溶液の調製 試料溶液の調製は次の手順によって行う。

#### (1) 分解A

- 1) 分解容器に試料をはかり取る。
- 2) 硝酸5mlを加え、蓋をして分解容器をマイクロウェーブ分解装置にセットする。
- 3) 予め設定した分解プログラム<sup>(3)</sup>で試料をマイクロウェーブ分解する。
- 4) 冷却後、内標準物質としてイットリウムを10 $\mu$ g加え<sup>(4)</sup>、50ml遠沈管に超純水で洗いこみ、25mlに定容し、試料原液とする。
- 5) 15ml遠沈管に試料原液0.5mlと超純水9.5mlを加え<sup>(5)</sup>、Cd、Cr及びPb用の試料溶液とする。
- 6) 15ml遠沈管に試料原液0.5ml、添加溶液A0.5mlおよび超純水9.0mlを加え<sup>(5)</sup>、Hg用の試料溶液とする。

注<sup>(3)</sup> 使用するマイクロウェーブ分解装置に適した分解プログラムを用いる。

分解プログラム(例)を表2に示す。

表2 分解プログラム(例)

Step	Time (min)	Power (W)
1	2	250
2	3	0
3	5	250
4	5	400
5	5	500
6	20	400

注<sup>(4)</sup> イットリウム標準溶液を段階的に希釈しイットリウムとして10 $\mu$ gとなるように添加する。イットリウム添加量は、装置感度や試料原液の希釈倍率にもよるので、一定量であれば10 $\mu$ gでなくとも良い。

注<sup>(5)</sup> ここで、試料原液の希釈倍率を20倍としているが、装置感度や、目的成分濃度に応じて、希釈倍率を変更すること。

(2) 分解B<sup>(6)</sup>

- 1) 分解容器に試料をはかり取る。
- 2) 混酸A5m lを加え、蓋をして分解容器をマイクロウェーブ分解装置にセットする。
- 3) 予め設定した分解プログラム<sup>(3)</sup>で試料をマイクロウェーブ分解する。
- 4) 冷却後、内標準物質としてイットリウムを10 $\mu$  g加え<sup>(4)</sup>、ほう酸0.25 gを加えた50m l遠沈管に超純水で洗いこみ、25m lに定容し、試料原液とする。
- 5) 15m l遠沈管に試料原液0.5m lと超純水9.5m lを加え<sup>(5)</sup>、Cd、Cr及びPb用の試料溶液とする。
- 6) 15m l遠沈管に試料原液0.5m l、添加溶液A0.5m lおよび超純水9.0m lを加え<sup>(5)</sup>、Hg用の試料溶液とする。

注<sup>(3)</sup> 使用するマイクロウェーブ分解装置に適した分解プログラムを用いる。

分解プログラム(例)を表2に示す。

注<sup>(4)</sup> イットリウム標準溶液を段階的に希釈しイットリウムとして10 $\mu$  gとなるように添加する。イットリウム添加量は、装置感度や試料原液の希釈倍率にもよるので、一定量であれば10 $\mu$  gでなくとも良い。

注<sup>(5)</sup> ここで、試料原液の希釈倍率を20倍としているが、装置感度や、目的成分濃度に応じて、希釈倍率を変更すること。

注<sup>(6)</sup> 分解Aで分解不足の試料または、けい素が含有されている試料について適用する。

(3) 分解C<sup>(7)</sup>

- 1) 分解容器に試料をはかり取る。
- 2) 混酸A5m lを加え、蓋をして分解容器をマイクロウェーブ分解装置にセットする。
- 3) 予め設定した分解プログラム<sup>(3)</sup>で試料をマイクロウェーブ分解する。
- 4) 冷却後、分解容器の蓋を開けて加熱し、蒸発乾固する。
- 5) 混酸B5m lを加え、蓋をして分解容器をマイクロウェーブ分解装置にセットする。
- 6) 予め設定した分解プログラム<sup>(3)</sup>で試料をマイクロウェーブ分解する。
- 7) 冷却後、分解容器の蓋を開けて加熱し、蒸発乾固する<sup>(8)</sup>。
- 8) 硝酸5m lを加え、蓋をして分解容器をマイクロウェーブ分解装置にセットする。
- 9) 予め設定した分解プログラム<sup>(3)</sup>で試料をマイクロウェーブ分解する。
- 10) 冷却後、内標準物質としてイットリウムを10 $\mu$  g加え<sup>(4)</sup>、50m l遠沈管に超純水で洗いこみ、25m lに定容し、試料原液とする。
- 11) 15m l遠沈管に試料原液0.5m lと超純水9.5m lを加え<sup>(5)</sup>、Cd、Cr及びPbの試料溶液とする。

注<sup>(3)</sup> 使用するマイクロウェーブ分解装置に適した分解プログラムを用いる。

分解プログラム(例)を表2に示す。

注<sup>(4)</sup> イットリウム標準溶液を段階的に希釈しイットリウムとして10 $\mu$  gとなるように添加

する。イットリウム添加量は、装置感度や試料原液の希釈倍率にもよるので、一定量であれば10 $\mu$ gでなくとも良い。

注(5) ここで、試料原液の希釈倍率を20倍としているが、装置感度や、目的成分濃度に応じて、希釈倍率を変更すること。

注(7) 分解Aおよび分解Bで分解不足の試料について適用する。但し、Hgは揮散ロスする為、適用外とする。

注(8) 残存有機物が多い場合は、爆発の危険があるので硝酸を数ml追加すること。

### 5.5.3 測定

ICP-MSを定量できる状態にし、3.5.5(2)で得た試料溶液を、試料導入部を通して誘導結合プラズマ中に噴霧して目的元素とイットリウムのm/z(9)における指示値(10)を読み取り、目的元素の指示値とイットリウムの指示値の比を求める(11)。

注(9) 質量数を設定するには、表3を参考にすると良い。安定同位体がある場合、複数の同位体の質量/電荷数を用いて測定を行うことによってスペクトル干渉による妨害を推定することができる。特に、塩化ビニル樹脂等、塩素を多量に含む試料は、ClO(質量数53)を生成し、Cr(質量数53)に対し、正の誤差を与えるので、これが無視できない場合は、塩素に対する質量数53の影響を調べて補正すると良い。また、試料中にモリブデンが含有している場合、MoOを生成し、Cdのほとんどの質量数に正の妨害を与えるので、注意が必要である。

表3 測定質量数の一例

元素名	質量数	備考
Cd	111,112,113,114	
Cr	52,53	
Hg	199,200,201,202	
Pb	206,207,208	
塩素	35,37	ClO生成によりクロムに妨害
モリブデン	95	MoO生成により、カドミウムに妨害

注(10) 目的元素の質量/電荷数におけるイオン電流又は比例値

注(11) 妨害物質の影響が無視できる場合は、内標準物質の測定を省略して目的元素の指示値を求め、検量線法によって定量しても良い。

## 5.6 空試験

試料を用いなくて、試料と同じ操作を試料と並行して行う。

## 5.7 検量線の作成<sup>(12)</sup> 検量線の作成は、次の手順によって行う。

注<sup>(12)</sup> 試料を加えずに、Cd、Cr、Pb及びHgを既知量添加し、5.5.3 試料溶液の調製1)及び2)と同じ操作を実施し、検量線用混合標準溶液を調製すれば、Cd、Cr、Pb及びHgの同時分析も可能である。

### (1) Cd、Cr及びPb

Cd、Cr及びPb標準溶液(100又は1000 µg/ml)を段階的に希釈し、試料溶液と同じ試薬濃度となるように、硝酸、イットリウム、ふっ化水素酸、ほう酸を加え、検量線用混合標準溶液を調製する。検量線用混合標準溶液を5.5.3により測定し、目的元素濃度(ng/ml)に対する目的元素の指示値とイットリウムの指示値との比の関係線を作成する。検量線の作成は試料溶液測定時に行う。

### (2) Hg

Hg標準溶液(100又は1000 µg/ml)を段階的に希釈し、試料溶液と同じ試薬濃度となるように、硝酸、添加液Aを加え、既知濃度の検量線用Hg標準溶液を調製する。検量線用Hg標準溶液を5.5.3により測定し、Hg濃度(ng/ml)に対するHgの指示値との関係線を作成する。検量線の作成は試料溶液測定時に行う。

## 5.8 計算

5.5.3で求めた目的元素の指示値とイットリウムの指示値の比(または目的元素の指示値)と、5.7で作成した検量線から、試料溶液中の目的元素濃度(ng/ml)を求め、試料中の目的元素含有率を次の式によって算出する。

$$\text{目的元素含有量}(\mu\text{g/g}) = \frac{(A - B) \times 25 \times C}{m \times 1000}$$

A: 試料溶液中の目的元素濃度(ng/ml)

B: 空試験溶液中の目的元素濃度(ng/ml)

C: 試料原液希釈倍率

m: 試料はかり取り量(g)

## 6. 密閉系酸分解 - 高周波プラズマ発光分光分析法(ICP-AES法)

### 6.1 要旨

試料を適切な試薬でマイクロウェーブ分解(分解A、B又はC)した後、溶液を誘導結合プラズマに噴霧し、Cd、Cr及びPbによる発光強度を測定してCd、Cr及びPbを定量する。

分解A：硝酸を用いてマイクロウェーブ分解を実施し，溶液化する。

分解B：混酸（硝酸+ふっ化水素酸）を用いてマイクロウェーブ分解した後，ほう酸を加え（<sup>2</sup>）ふっ化水素酸をマスキングし，溶液化する。（分解Aで分解困難な試料に適用する。）

分解C：混酸（硝酸+ふっ化水素酸）を用いてマイクロウェーブ分解し，分解溶液を蒸発乾固する。析出した残留有機物に，混酸（硝酸+過塩素酸）を加え更にマイクロウェーブ分解し，分解溶液を蒸発乾固する。引き続き，硝酸を用いてマイクロウェーブ分解を実施し，溶液化する。（分解A及びBで分解困難な試料に適用する。）

注（<sup>2</sup>） 耐ふっ化水素酸試料導入装置を使用する場合は，ほう酸の添加は省略可能である。

## 6.2 試薬 試薬は次による。

- (1) 硝酸
- (2) ふっ化水素酸
- (3) 過塩素酸
- (4) ほう酸
- (5) Cd標準溶液（100又は1000μg/ml） 原子吸光分析用または相当品
- (6) Cr標準溶液（100又は1000μg/ml） 原子吸光分析用または相当品
- (7) Pb標準溶液（100又は1000μg/ml） 原子吸光分析用または相当品
- (8) イットリウム標準溶液（1000μg/ml） 原子吸光分析用または相当品
- (9) 混酸A（硝酸9，ふっ化水素酸1）
- (10) 混酸B（硝酸4，過塩素酸1）

## 6.3 装置及び器具 装置及び器具は次による。

- (1) マイクロウェーブ分解装置 マイルストーン製 ETHOS D型または相当品
- (2) 100ml マイクロウェーブ分解容器（以下，分解容器）
- (3) 目盛付き 50ml ポリスチレン製遠沈管（以下，50ml 遠沈管）
- (4) 高周波プラズマ発光分光分析装置（以下，ICP-AES）  
日本ジャーレル・アッシュ製 IRIS Advantage 又は相当品

## 6.4 試料はかり取り量

試料はかり取り量は0.1gとし1mgの桁まで正確にはかる。

## 6.5 操作

### 6.5.1 サンプリング

固体試料の場合は，エタノールで洗浄したカッターまたはハサミ等を用いて可能な限り小片とし，分析用試料とする。液体試料はそのまま，分析用試料とする。

6.5.2 試料溶液の調製 試料溶液の調製は次の手順によって行う。

(1) 分解A

- 1) 分解容器に試料をはかり取る。
- 2) 硝酸 5m l を加え、蓋をして分解容器をマイクロウェーブ分解装置にセットする。
- 3) 予め設定した分解プログラム<sup>(3)</sup>で試料をマイクロウェーブ分解する。
- 4) 冷却後、内標準物質としてイットリウムを 10 $\mu$  g 加え<sup>(4)</sup>、50m l 遠沈管に超純水で洗いこみ、25m l に定容し、試料溶液とする。

注<sup>(3)</sup> 使用するマイクロウェーブ分解装置に適した分解プログラムを用いる。

注<sup>(4)</sup> イットリウム標準溶液を段階的に希釈しイットリウムとして 10 $\mu$  g となるように添加する。イットリウム添加量は、装置感度や試料原液の希釈倍率にもよるので、一定量であれば 10 $\mu$  g でなくとも良い。但し、ICP-MSでの測定を実施しない場合は省略してもよい。

(2) 分解B<sup>(6)</sup>

- 1) 分解容器に試料をはかり取る。
- 2) 混酸 A 5m l を加え、蓋をして分解容器をマイクロウェーブ分解装置にセットする。
- 3) 予め設定した分解プログラム<sup>(3)</sup>で試料をマイクロウェーブ分解する。
- 4) 冷却後、内標準物質としてイットリウムを 10 $\mu$  g 加え<sup>(4)</sup>、ほう酸 0.25 g を加えた 50m l 遠沈管に超純水で洗いこみ、25m l に定容し、試料溶液とする。

注<sup>(3)</sup> 使用するマイクロウェーブ分解装置に適した分解プログラムを用いる。

注<sup>(4)</sup> イットリウム標準溶液を段階的に希釈しイットリウムとして 10 $\mu$  g となるように添加する。イットリウム添加量は、装置感度や試料原液の希釈倍率にもよるので、一定量であれば 10 $\mu$  g でなくとも良い。但し、ICP-MSでの測定を実施しない場合は省略してもよい。

注<sup>(6)</sup> 分解Aで分解不足の試料または、けい素が含有されている試料について適用する。

(3) 分解C<sup>(7)</sup>

- 1) 分解容器に試料をはかり取る。
- 2) 混酸 A 5m l を加え、蓋をして分解容器をマイクロウェーブ分解装置にセットする。
- 3) 予め設定した分解プログラム<sup>(3)</sup>で試料をマイクロウェーブ分解する。
- 4) 冷却後、分解容器の蓋を開けて加熱し、蒸発乾固する。
- 5) 混酸 B 5m l を加え、蓋をして分解容器をマイクロウェーブ分解装置にセットする。
- 6) 予め設定した分解プログラム<sup>(3)</sup>で試料をマイクロウェーブ分解する。
- 7) 冷却後、分解容器の蓋を開けて加熱し、蒸発乾固する<sup>(8)</sup>。
- 8) 硝酸 5m l を加え、蓋をして分解容器をマイクロウェーブ分解装置にセットする。
- 9) 予め設定した分解プログラム<sup>(3)</sup>で試料をマイクロウェーブ分解する。

10) 冷却後、内標準物質としてイットリウムを 10 $\mu$ g 加え(4), 50ml 遠沈管に超純水で洗いこみ, 25ml に定容し, 試料溶液とする。

注(3) 使用するマイクロウェーブ分解装置に適した分解プログラムを用いる。

注(4) イットリウム標準溶液を段階的に希釈しイットリウムとして 10 $\mu$ g となるように添加する。イットリウム添加量は, 装置感度や試料原液の希釈倍率にもよるので, 一定量であれば 10 $\mu$ g でなくとも良い。但し, ICP-MSでの測定を実施しない場合は省略してもよい。

注(7) 分解Aおよび分解Bで分解不足の試料について適用する。

注(8) 残存有機物が多い場合は, 爆発の危険があるので硝酸を数ml 追加すること。

### 6.5.3 測定

ICP-AESを定量できる状態にし, 6.5.2で得た試料溶液を試料導入部を通して誘導結合プラズマ中に噴霧し, Cd, Cr及びPbによる発光強度を測定する。測定波長を設定するには表4を参考にし, 複数の波長で同時測定を行うことにより, スペクトル干渉による妨害が無い波長を選択すると良い, また, 試料溶液の主成分によってはバックグラウンドが変化し, 分析線の発光強度に影響を与えるのでバックグラウンド補正を行う。

表4 測定波長の一例

元素名	波長 (nm)
Cd	214.438, 226.502, 228.802
Cr	205.552, 206.149, 267.716
Pb	182.203, 216.999, 220.353

### 6.6 空試験

試料を用いないで, 試料と同じ操作を試料と並行して行う。

### 6.7 検量線の作成 検量線の作成は, 次の手順によって行う。

Cd, Cr及びPb標準溶液(100又は1000 $\mu$ g/ml)を段階的に希釈し, 試料溶液と同じ試薬濃度となるように, 硝酸, 過酸化水素酸, ほう酸を加え, 検量線用混合標準溶液を調製する。検量線用混合標準溶液を6.5.3により測定し, 目的元素濃度( $\mu$ g/ml)に対する目的元素の発光強度の関係線を作成する。検量線の作成は試料溶液測定時に行う。

### 6.8 計算

6.5.3で求めた目的元素の発光強度と6.7で作成した検量線から, 試料溶液中の目的元素濃度( $\mu$ g/ml)を求め, 試料中の目的元素含有率を次の式によって算出する。

$$\text{目的元素含有量} (\mu\text{g} / \text{g}) = \frac{(A - B) \times 25}{m}$$

A : 試料溶液中の目的元素濃度 ( $\mu\text{g} / \text{ml}$ )

B : 空試験溶液中の目的元素濃度 ( $\mu\text{g} / \text{ml}$ )

m : 試料はかり取り量 (g)

## 7. 密閉系酸分解 - 電気加熱方式原子吸光法(ET-AAS法)

### 7.1 要旨

試料を適切な試薬でマイクロウェーブ分解(分解A, B又はC)した後, 溶液を電気加熱炉で原子化し, Pbによる原子吸光を測定してPbを定量する。必要があれば標準添加法を適用する。

分解A : 硝酸を用いてマイクロウェーブ分解を実施し, 溶液化する。

分解B : 混酸(硝酸+ふっ化水素酸)を用いてマイクロウェーブ分解した後, ほう酸を加え<sup>(2)</sup>ふっ化水素酸をマスキングし, 溶液化する。(分解Aで分解困難な試料に適用する。)

分解C : 混酸(硝酸+ふっ化水素酸)を用いてマイクロウェーブ分解し, 分解溶液を蒸発乾固する。析出した残留有機物に, 混酸(硝酸+過塩素酸)を加え更にマイクロウェーブ分解し, 分解溶液を蒸発乾固する。引き続き, 硝酸を用いてマイクロウェーブ分解を実施し, 溶液化する。(分解A及びBで分解困難な試料に適用する。)

注<sup>(2)</sup> 耐ふっ化水素酸試料導入装置を使用する場合は, ほう酸の添加は省略可能である。

### 7.2 試薬 試薬は次による。

(1) 硝酸

(2) ふっ化水素酸

(3) 過塩素酸

(4) ほう酸

(5) Pb標準溶液(100又は1000 $\mu\text{g} / \text{ml}$ ) 原子吸光分析用または相当品

(6) イットリウム標準溶液(1000 $\mu\text{g} / \text{ml}$ ) 原子吸光分析用または相当品

(7) 混酸A(硝酸9, ふっ化水素酸1)

(8) 混酸B(硝酸4, 過塩素酸1)

(9) マトリックスモディファイヤー<sup>(13)</sup> 例)パラジウムと硝酸マグネシウムの混合液

注<sup>(13)</sup> 試料溶液の測定において灰化段階でのPb揮散防止効果や, 試料溶液中の共存物質による妨害抑制効果があるものを使用すれば良い。ここでは, パラジウム濃度(100 $\mu\text{g} / \text{ml}$ ), マグネシウム濃度(100 $\mu\text{g} / \text{ml}$ )の混合溶液を調製し, マトリックスモ

ディファイヤーとした。

### 7.3 装置及び器具 装置及び器具は次による。

- (1) マイクロウエーブ分解装置 マイルストーン製 ETHOS D型または相当品
- (2) 100m l マイクロウエーブ分解容器 (以下, 分解容器)
- (3) 目盛り付き 50m l ポリスチレン製遠沈管 (以下, 50m l 遠沈管)
- (4) 15m l ポリスチレン製遠沈管 (以下, 15m l 遠沈管)
- (5) 電気加熱原子吸光分析装置 (以下, ET - AAS)  
日立製 Z - 8200型 (ゼ - マン補正方式, 自動注入装置装置付) 又は相当品
- (6) 発熱体 パイロコーティングした黒鉛製のもの
- (7) 鉛中空陰極ランプ

### 7.4 試料はかり取り量

試料はかり取り量は0.1gとし1mgの桁まで正確にはかる。

### 7.5 操作

#### 7.5.1 サンプルング

固体試料の場合は, エタノールで洗浄したカッター - またはハサミ等を用いて可能な限り小片とし, 分析用試料とする。液体試料はそのまま, 分析用試料とする。

#### 7.5.2 試料溶液の調製 試料溶液の調製は次の手順によって行う。

##### (1) 分解A

- 1) 分解容器に試料をはかり取る。
- 2) 硝酸5m lを加え, 蓋をして分解容器をマイクロウエーブ分解装置にセットする。
- 3) 予め設定した分解プログラム<sup>(3)</sup>で試料をマイクロウエーブ分解する。
- 4) 冷却後, 内標準物質としてイットリウムを10µg加え<sup>(4)</sup>, 50m l 遠沈管に超純水で洗いこみ, 25m lに定容し, 試料原液とする。
- 5) 15m l 遠沈管に試料原液1.0m lと超純水9.0m lを加え<sup>(14)</sup>試料溶液とする。

注<sup>(3)</sup> 使用するマイクロウエーブ分解装置に適した分解プログラムを用いる。

注<sup>(4)</sup> イットリウム標準溶液を段階的に希釈しイットリウムとして10µgとなるように添加する。イットリウム添加量は, 装置感度や試料原液の希釈倍率にもよるので, 一定量であれば10µgでなくとも良い。但し, ICP - MSでの測定を実施しない場合は省略してもよい。

注<sup>(14)</sup> ここで, 試料原液の希釈倍率を10倍としているが, 装置感度や, 試料濃度に応じて, 希釈倍率を変更すること。

(2) 分解B (6)

- 1) 分解容器に試料をはかり取る。
- 2) 混酸A5m lを加え、蓋をして分解容器をマイクロウェーブ分解装置にセットする。
- 3) 予め設定した分解プログラム(3)で試料をマイクロウェーブ分解する。
- 4) 冷却後、内標準物質としてイットリウムを10 $\mu$  g加え(4)、ほう酸0.25 gを加えた50m l遠沈管に超純水で洗いこみ、25m lに定容し、試料原液とする。
- 5) 15m l遠沈管に試料原液1.0m lと超純水9.0m lを加え(14)試料溶液とする。

注(3) 使用するマイクロウェーブ分解装置に適した分解プログラムを用いる。

注(4) イットリウム標準溶液を段階的に希釈しイットリウムとして10 $\mu$  gとなるように添加する。イットリウム添加量は、装置感度や試料原液の希釈倍率にもよるので、一定量であれば10 $\mu$  gでなくとも良い。但し、ICP-MSでの測定を実施しない場合は省略してもよい。

注(6) 分解Aで分解不足の試料または、けい素が含有されている試料について適用する。

注(14) ここで、試料原液の希釈倍率を10倍としているが、装置感度や、試料濃度に応じて、希釈倍率を変更すること。

(3) 分解C (7)

- 1) 分解容器に試料をはかり取る。
- 2) 混酸A5m lを加え、蓋をして分解容器をマイクロウェーブ分解装置にセットする。
- 3) 予め設定した分解プログラム(3)で試料をマイクロウェーブ分解する。
- 4) 冷却後、分解容器の蓋を開けて加熱し、蒸発乾固する。
- 5) 混酸B5m lを加え、蓋をして分解容器をマイクロウェーブ分解装置にセットする。
- 6) 予め設定した分解プログラム(3)で試料をマイクロウェーブ分解する。
- 7) 冷却後、分解容器の蓋を開けて加熱し、蒸発乾固する(8)。
- 8) 硝酸5m lを加え、蓋をして分解容器をマイクロウェーブ分解装置にセットする。
- 9) 予め設定した分解プログラム(3)で試料をマイクロウェーブ分解する。
- 10) 冷却後、内標準物質としてイットリウムを10 $\mu$  g加え(4)、50m l遠沈管に超純水で洗いこみ、25m lに定容し、試料原液とする。
- 11) 15m l遠沈管に試料原液1.0m lと超純水9.0m lを加え(14)試料溶液とする。

注(3) 使用するマイクロウェーブ分解装置に適した分解プログラムを用いる。

注(4) イットリウム標準溶液を段階的に希釈しイットリウムとして10 $\mu$  gとなるように添加する。イットリウム添加量は、装置感度や試料原液の希釈倍率にもよるので、一定量であれば10 $\mu$  gでなくとも良い。但し、ICP-MSでの測定を実施しない場合は省略してもよい。

注(7) 分解Aおよび分解Bで分解不足の試料について適用する。

注(8) 残存有機物が多い場合は、爆発の危険があるので硝酸を数m l追加すること。

注(14) ここで、試料原液の希釈倍率を10倍としているが、装置感度や、試料濃度に応じて、希釈倍率を変更すること。

### 7.5.3 測定

ET-AASを定量できる状態にし、7.5.2で得た試料溶液の一定量(例えば、20 $\mu$ l)及び、マトリックスモディファイヤーの一定量(例えば、10 $\mu$ l)を発熱体に自動注入して乾燥した後、灰化し、次に原子化して(15)Pbの吸光度波長283.3nmで測定する。必要があれば標準添加法(16)を適用する。

注(15) 乾燥、灰化、原子化の条件は装置によって異なり、試料の注入量及び共存する塩類の濃度によっても異なることがあるので、条件設定には注意が必要である。参考までに今回用いた条件を表5に示す。

表5 電気炉加熱条件(例)

	温度 ( )	時間 ( s )		Ar 流量 (ml/min)
		Ramp	Hold	
乾燥	80 ~ 140	40	0	200
灰化	400 ~ 800	30	20	200
原子化	2000	0	10	30
空焼き	2200	0	4	200

注(16) 7.5.2の試料原液にPb標準溶液(100又は1000 $\mu$ g/ml)を段階的に希釈し、既知濃度のPbを添加し、標準添加試料溶液を調製して7.5.3により測定する。ここでPb添加量は、試料溶液の濃度と近似していることが望ましい。

### 7.6 空試験

試料を用いないで、試料と同じ操作を試料と並行して行う。

### 7.7 検量線の作成 検量線の作成は、次の手順によって行う。

Pb標準溶液(100又は1000 $\mu$ g/ml)を段階的に希釈し、試料溶液と同じ試薬濃度となるように、硝酸、ふっ化水素酸、ほう酸を加え、検量線用Pb標準溶液を調製する。検量線用Pb標準溶液を7.5.3により測定し、Pb濃度(ng/ml)に対するPbの吸光度の関係線を作成する。検量線の作成は試料溶液測定時に行う。必要があれば標準添加法による検量線を作成する。

## 7.8 計算

7.5.3で求めた目的元素の吸光度と7.7で作成した検量線から、試料溶液中のPb濃度（ng/ml）を求め、試料中の目的元素含有率を次の式によって算出する。標準添加法を適用した場合は、添加濃度（横軸）と吸光度（縦軸）との関係式を作成し検量線とし、横軸の切片から試料溶液中のPb濃度を求める。

$$\text{目的元素含有量} (\mu\text{g/g}) = \frac{(A - B) \times 25 \times C}{m \times 1000}$$

A：試料溶液中の目的元素濃度（ng/ml）

B：空試験溶液中の目的元素濃度（ng/ml）

C：試料原液希釈倍率

m：試料はかり取り量（g）

## 1. 本法の解説

### 1.1 各分析法における測定元素

解説表 1 に各分析方法における測定元素の一覧を示す。

解説表 1 各分析方法における測定元一覧

前処理方法	還流冷却/酸分解	開放系酸分解	密閉系酸分解		
測定装置 測定元素	還元気化 原子吸光法	高周波プラズマ 発光分光分析法	高周波プラズマ 質量分析法	高周波プラズマ 発光分光分析法	電気加熱方式 原子吸光法
C d	-				-
P b	-	x		( )	
C r	-				-
H g		-		-	-

: 測定可能, x : 測定不可, - : 測定対象外

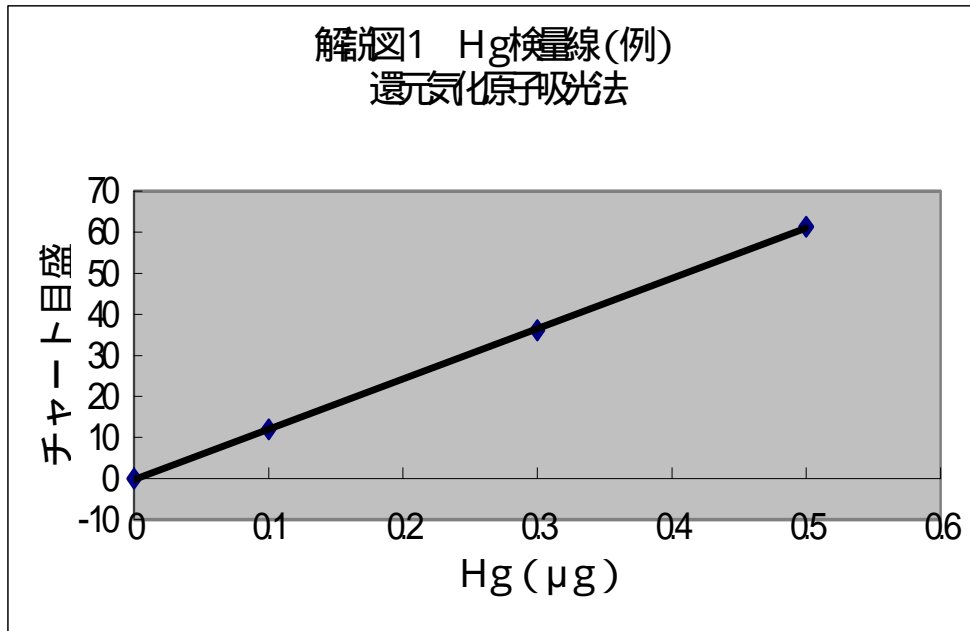
解説表 1 において、開放系酸分解 - 高周波プラズマ発光分光分析法で P b が測定不可となっているが、これは開放系酸分解では硫酸を使用しており、試料中の P b が難溶解性の硫酸鉛を生成することによるものである。密閉系酸分解 - 高周波プラズマ発光分光分析法で P b が ( ) となっているのは、高周波プラズマ発光分光分析法での P b 装置感度が、C d および C r に比較して悪いことから、測定溶液中の共存物による妨害を受けやすく、試料中に無機物等の妨害共存物が多量に存在する場合は測定困難な場合が予想されるためである。このような場合にも対応できるように、密閉系酸分解 - 電気加熱方式原子吸光法で P b が測定可能であることも確認した。

本法では、3. 還流冷却/酸分解 - 還元気化原子吸光法で H g, 4. 開放系酸分解 - 高周波プラズマ発光分光分析法で C d 及び C r, 5. 密閉系酸分解 - 高周波プラズマ質量分析法で C d, C r, H g 及び P b, 6. 密閉系酸分解 - 高周波プラズマ発光分光分析法で C d, C r 及び P b, 7. 密閉系酸分解 - 電気加熱方式原子吸光法で P b の分析方法について記載している。

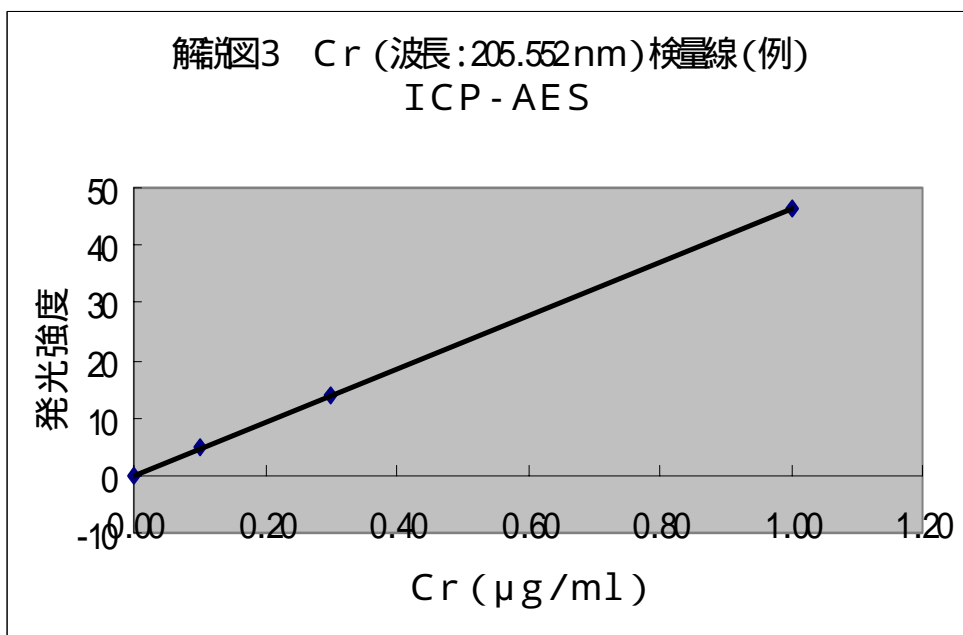
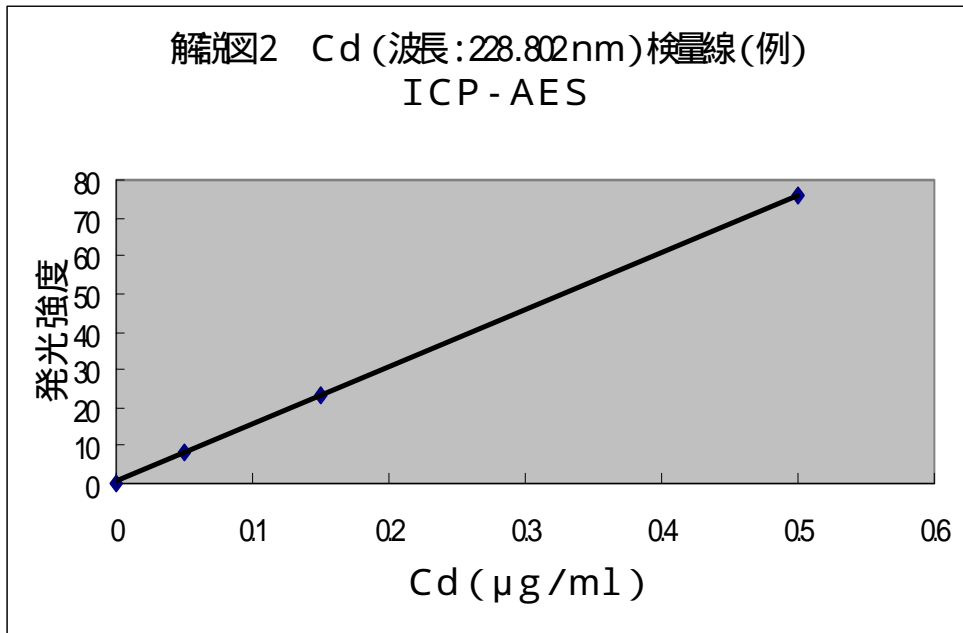
ここで、密閉系酸分解は、試料溶液の調製が途中まで共通であり、複数の分析装置（高周波プラズマ質量分析法、高周波プラズマ発光分光分析法、電気加熱方式原子吸光法）での測定に対応できる前処理方法としている。

## 1.2 各分析法における検量線例

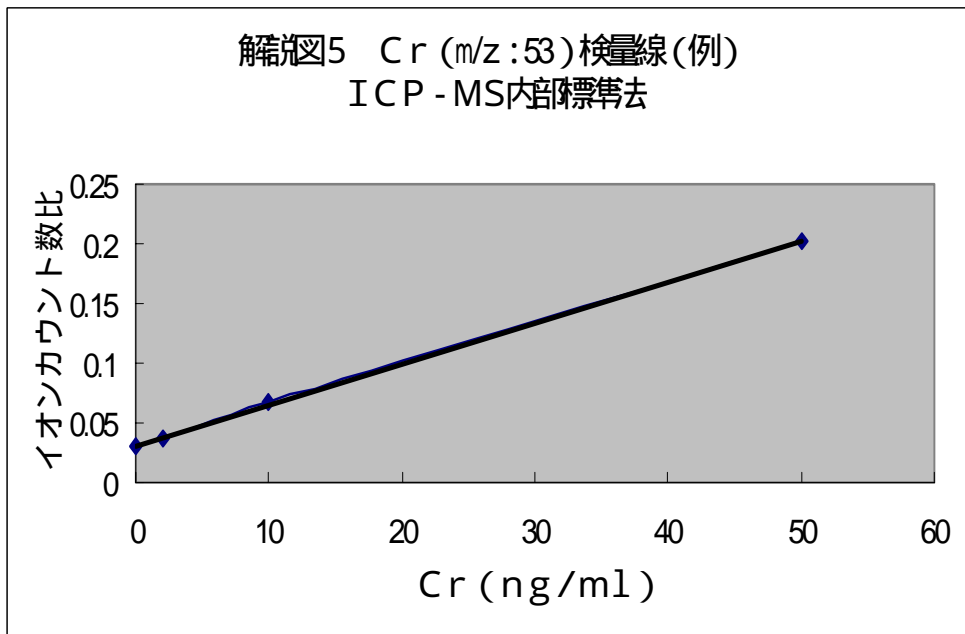
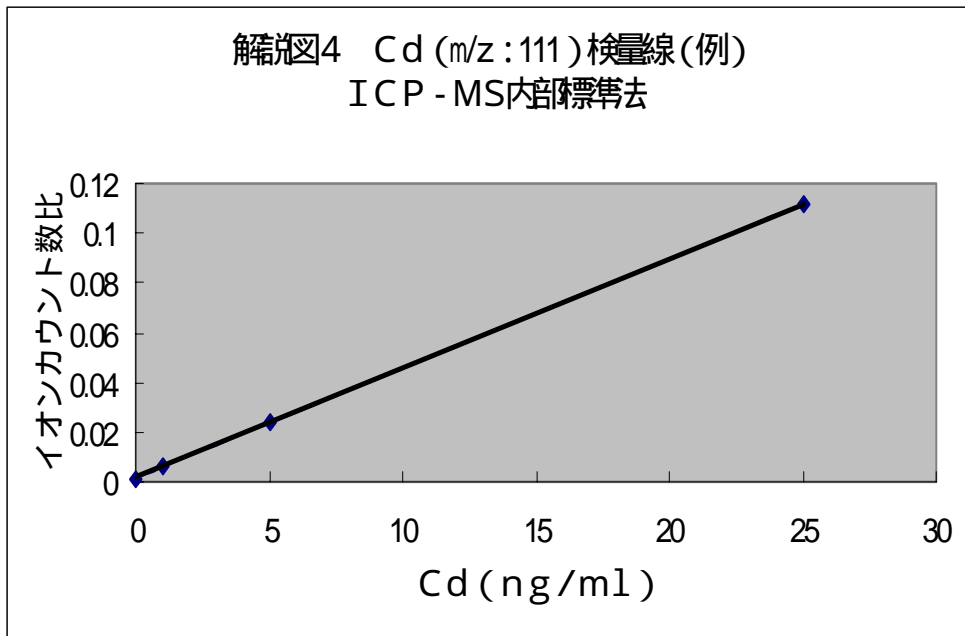
解説図1に、本法3．還流冷却/酸分解 - 還元気化原子吸光法による検量線例を示す。



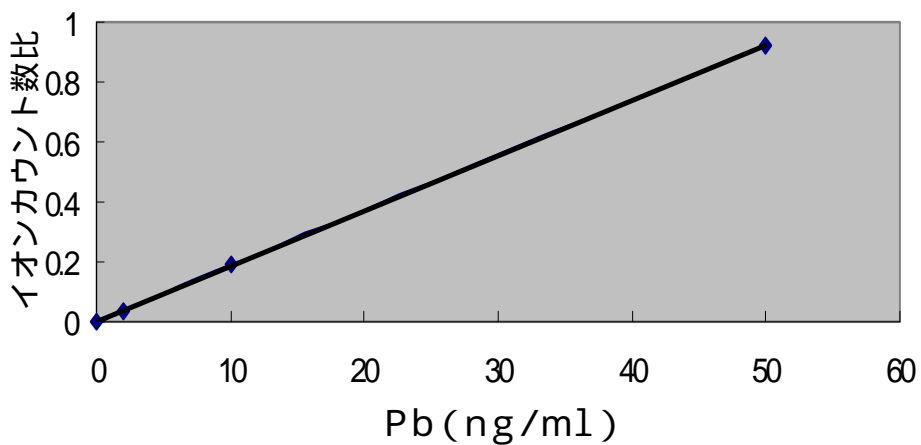
解説図2～3に、本法4．開放系酸分解 - 高周波プラズマ発光分光分析法による検量線例を示す。



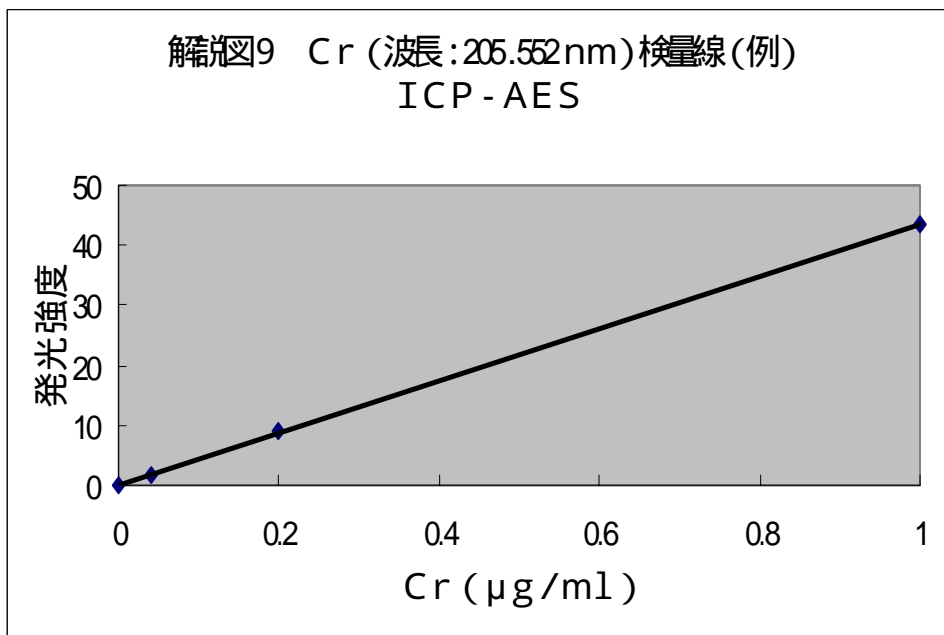
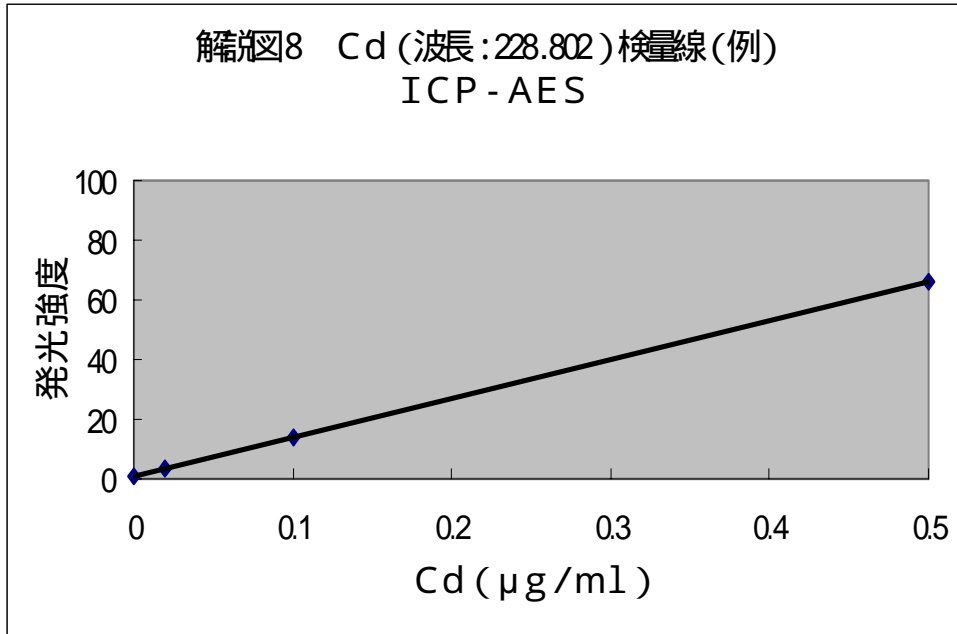
解説図4～7に、本法5・密閉系酸分解 - 高周波プラズマ質量分析法による検量線例を示す。



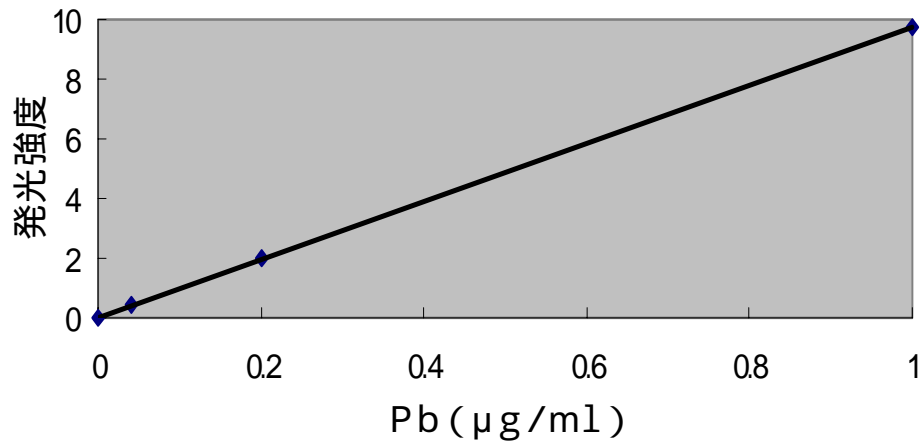
解説図7 Pb (m/z :208) 検量線(例)  
ICP-MS内部標準除去



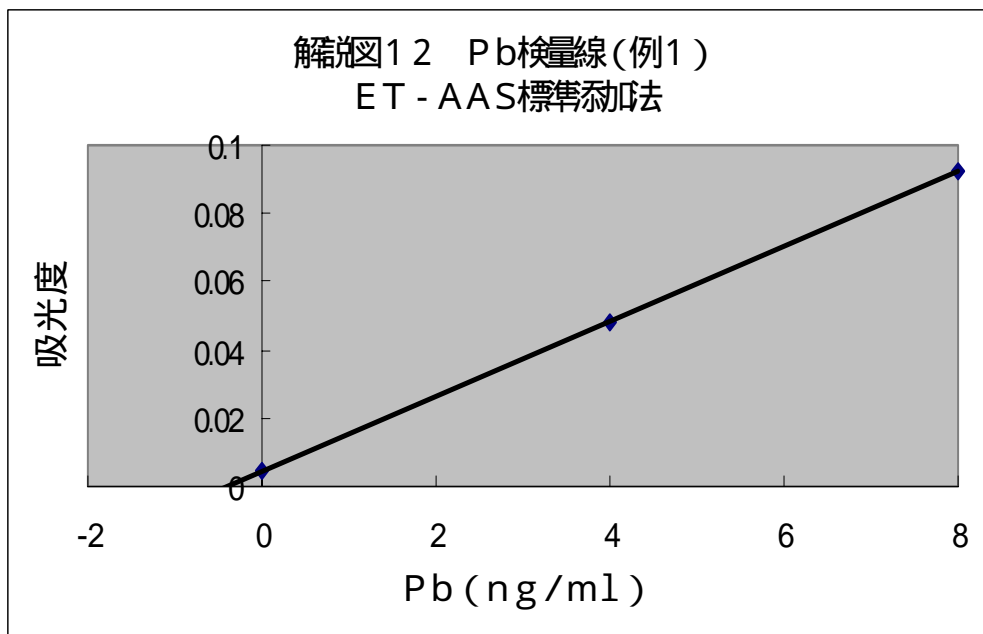
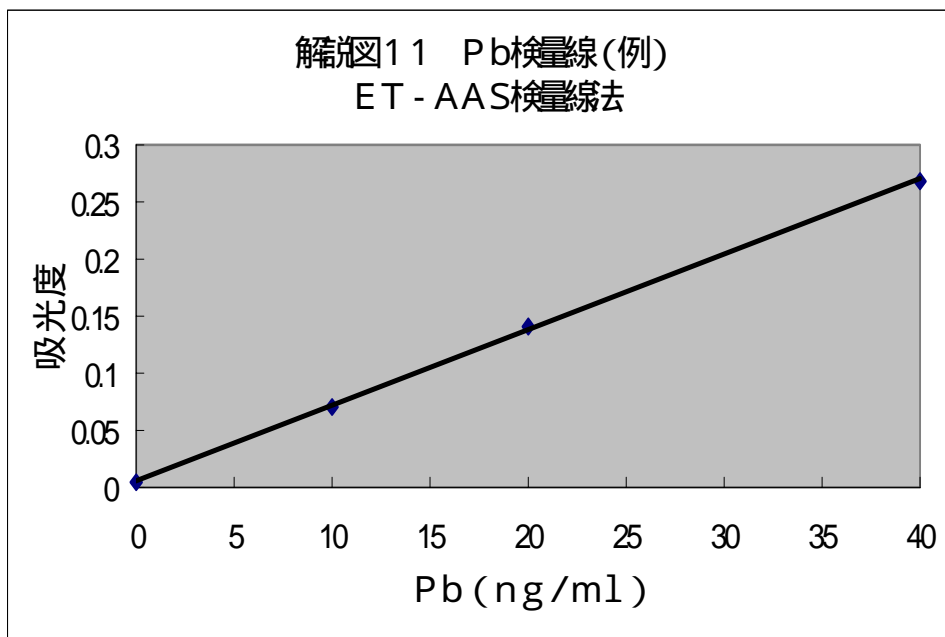
解説図8～10に、本法6．密閉系酸分解 - 高周波プラズマ発光分光分析法による検量線例を示す。



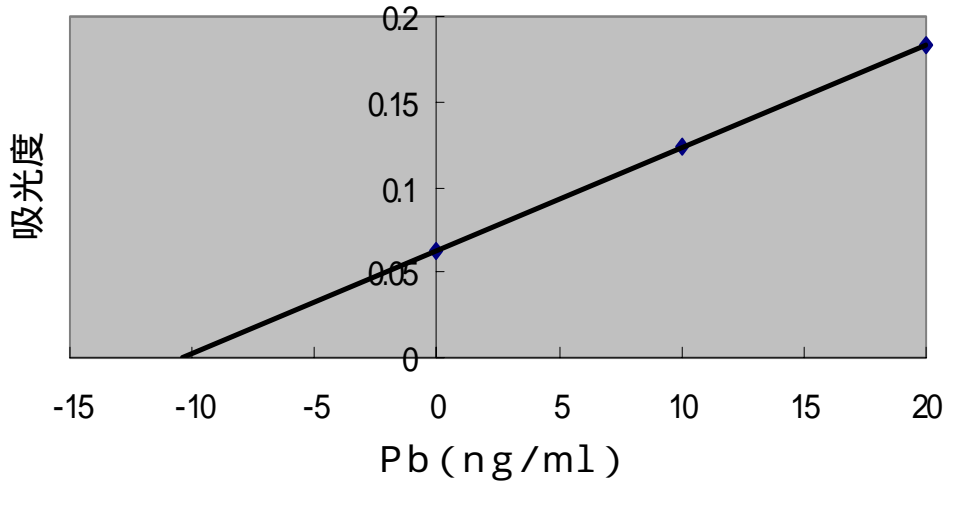
解説図10 Pb (波長:220.353nm)検量線(例)  
ICP-AES



解説図 1 1 ~ 1 3 に 本法 7 .密閉系酸分解 - 電気加熱方式原子吸光法による検量線例を示す。



解説図13 Pb検量線(例2)  
ET-AAS標準添加法



## 2．本法による有機化学製品の分析結果事例

### 2．1 分析試料一覧

本法作成にあたり，本法による分析方法で試験した試料を，解説表2に示す。分析試料は，有機化学製品全般から代表的なものを選定した。ここで，有機化学製品（シリコンゴム等）の標準試料が入手困難であった為，有機化学製品ではないが，けい素が多量に含有されている堆積物標準試料を分析試料に追加した。

解説表 2 分析対象試料一覧

大分類	小分類	名称	備考
プラスチック	ポリエチレン	BCR-680	ポリフェン標準試料 * 1
		プラスチック丸棒	ポリフェン * 2
	塩化ビニル	プラスチック丸棒	PVC塩ビ(グレ-) * 2
	エポキシ樹脂	ボンド主剤	エポキシ樹脂(100%)
	ポリアミド	プラスチック丸棒	6ナイロン
	ポリカーボネイト	プラスチック丸棒	ポリカボネイト
	ABS樹脂	プラスチック丸棒	ABS * 2
	ポリスチレン	スチロールス	PS
ゴム	クロロプレンゴム	合成ゴムシート(黒)	クロロレンゴム * 2
	スチレンブタジエンゴム	パッキン	スレンブタジエンゴム
	ニトリルゴム	手袋	ニトリルゴム
	シリコンゴム	シリコンシート	シリコンゴム * 2
油脂・油剤	炭化水素系オイル	CONOSTAN S-21	オイル標準試料 * 1
	潤滑油	ブレーキオイル	非鉱油系 * 2
	グリース	万能グリース	第4石油類
	界面活性剤	超音波洗浄器用洗浄剤	高級アルコール系非イオン界面活性剤・腐食防止剤
塗料	アルキド樹脂塗料粉末	CRM-623	アルキド樹脂塗料粉末 EN71-Part 用標準試料 * 1
	アクリル樹脂塗料	速乾ニス	合成樹脂(アクリル)・有機溶剤 * 2
	ポリウレタン樹脂塗料	ウルタニス	合成樹脂(ウルタン)・有機溶剤
接着剤	熱硬化性樹脂系 (フェノール樹脂等)	強力接着剤	フェノール樹脂(20%)ニトリルゴム(20%) アセトン(60%)
	熱可塑性樹脂系 (酢酸ビニル樹脂等)	木工用ボンド	酢酸ビニル樹脂(55%)水(45%) * 2
	エラストマー系 (クロロプレンゴム系等)	合成ゴム系・溶剤系接着剤	クロロレンゴム(30%)有機溶剤(70%)
追加	堆積物	IMEP-14技能検定試料	Trace Elements in Sediment * 1

\* 1 : 標準試料

\* 2 : 標準添加試験対象試料

## 2.2 各分析法による分析結果事例

### 2.2.1 各分析法による標準試料分析結果

解説別紙1に、標準試料の認証値に対する、本法での各種分析方法による分析値の結果を示す。解説別紙1の通り、標準試料の認証値に対する各分析法での分析値は、およそ90～110%の回収率となっており良好な結果が得られた。(アルキド樹脂粉末のHg分析値<sup>(17)</sup>、アルキド樹脂粉末の密閉系酸分解AでのICP-MS及びICP-AESにおけるCr分析値<sup>(18)</sup>、堆積物の密閉系酸分解A及びBでのICP-AESにおけるPb分析値<sup>(19)</sup>を除く)

注<sup>(17)</sup> アルキド樹脂粉末のCd、Cr及びPbは参考含有量と分析値がほぼ一致したが、Hgの分析値は参考含有量に対し約10倍高い分析値を示した。これは、アルキド樹脂粉末が溶出試験(EN71-Part3)用の標準試料である為、含有量は参考値であることに由来すると判断する。

注<sup>(18)</sup> アルキド樹脂塗料粉末の密閉系酸分解AでのCr回収率が70%と低い値となっているが、これはアルキド樹脂塗料粉末試料が密閉系酸分解Aでは分解が不十分であることが原因であり、密閉系酸分解Bを採用することによりCr回収率はおよそ100%となり良好な結果となる。

注<sup>(19)</sup> 堆積物の密閉系酸分解A及びBでのICP-AESにおけるPbの測定は、共存物質の妨害により測定不能であったが、ET-AASで測定することにより、Pb回収率およそ90～110%と良好な結果が得られた。これは、追加試料である堆積物が有機化学製品でない為、無機系の妨害物質が多量に含まれており、これがICP-AES測定で補正困難な分光干渉を起こすためと考えられる。

### 2.2.2 各分析方法による標準添加回収試験および試料分析結果

#### (1) 還流冷却/酸分解 - 還元気化原子吸光法

解説別紙2に、還流冷却/酸分解 - 還元気化原子吸光法による本法での分析結果を示す。解説別紙2の通り、標準添加試験対象試料のHg添加回収率は良好な結果であり、各試料の分析結果は、全て10µg/g未満であった。

#### (2) 開放系酸分解 - 高周波プラズマ発光分光分析法

解説別紙3に、開放系酸分解 - 高周波プラズマ発光分光分析法による本法での分析結果を示す。解説別紙3の通り、標準添加試験対象試料のCd及びPb添加回収率は良好な結果であり、各試料の分析結果は全てCd5µg/g未満、Cr10µg/g未満であった。

#### (3) 密閉系酸分解 - 高周波プラズマ質量分析法

解説別紙4に、密閉系酸分解 - 高周波プラズマ質量分析法による本法での分析結果を示す。解説別紙4の通り、標準添加試験対象試料のCd、Cr、Hg及びPb添加回収率は良好な結果<sup>(20)</sup>であり、各試料の分析結果は塩化ビニルのPb以外は、全てCd5µg/g

未満，C r 10 $\mu$  g / g 未満，H g 10 $\mu$  g / g 未満，P b 10 $\mu$  g / g 未満であった。

注( <sup>20</sup> ) 塩化ビニルは試料中にP bが多量に含有されており，添加回収率の評価は未実施。

( 4 ) 密閉系酸分解 - 高周波プラズマ発光分光分析法及び電気加熱方式原子吸光法

解説別紙5に 密閉系酸分解 - 高周波プラズマ発光分光分析法及び電気加熱方式原子吸光法による分析結果を示す。解説別紙5の通り，標準添加試験対象試料のC d，C r及びP b添加回収率は良好な結果( <sup>20</sup> )であり，各試料の分析結果は塩化ビニルのP b以外は，全てC d 5 $\mu$  g / g 未満，C r 10 $\mu$  g / g 未満，H g 10 $\mu$  g / g 未満，P b 10 $\mu$  g / g 未満であった( <sup>21</sup> )。

注( <sup>20</sup> ) 塩化ビニルは試料中にP bが多量に含有されており，添加回収率の評価は未実施。

注( <sup>21</sup> ) 電気加熱方式原子吸光法はP bのみの分析結果。

以上

ここに解説別紙 10ページが入ります。



















この中小企業基準認証研究開発事業は、経済産業省からの委託で実施したものの  
成果である。