

## ケルダール分解の問題解決

- 酸分解専用のケルダール分解システム導入
- 専用システムで、2g×20検体対応可能
- 専用システムで、1g×40検体対応可能
- 酸分解は、ステップに分け、酸の種類を変えながら、コンビネーション分解を行う
- 酸の種類を変えていくことによりICPIに最適化
- 酸の種類を変えて、沈殿の問題を解決
- 揮発性Hgには、リリースリジェントを使う

## 開放系と密閉系をどのように使い分けるのか？



## いままでの問題点の解決

- 両者の利点を組み合わせる。
- 目的に応じて、分解法を使い分ける。
- 自動システムを有効利用する。



ケルダール分解装置の導入  
電子レンジ分解容器、マイクロ波分解装置の併用

## DigiPREP HT 100, 250

### ケルダール分解システム

- Graphite Block, Corian, Kydex, SS Base
  - 完全耐酸性、高温対応設計
- Teflon Manifold
  - 冷却管はテフロン製でイージーメンテナンス
- Up & Down Operation
  - 加熱と保留がアップダウン操作で簡単です
- Ambient - 450 °C プラスチックや樹脂分解に！
  - ケルダール分解のアプリに完全対応
- Temperature Uniformity +/- 2 °C
  - Samples treated equally - better data
- Tube Rack = Oven
  - Promotes refluxing - complete digestion
- 100mL Type : 010-520-002
- 250mL Type : 010-520-022
- 金属分析だけでなく、一般ケルダール分解にも！



010-500-120 010-500-125

## 揮発酸ミスト トラップシステム

- 分解ユニットと接続
  - 酸を中和回収
  - ケルダール
  - ヒートブロック
  - マイクロ波分解装置
- 樹脂製素材で構成
  - 耐酸性
- 三層構造
  - 1層 NaOH
  - 2層 冷却
  - 3層 Air



Universal Fume Scrubber  
010-520-060

## DigiPREP HT + Universal Scrubber



## ケルダールシステム 省スペースでの設置例



## ケルダール分解システムによるプラスチックの分解例 EN1122改良メソッドによるCd, Pb, Cr, Hg分析例

DigiPREP HT250 自動ケルダール分解システムを使用します。  
Pb, Hg, Cd, Cr に適用できます。すべて回収率90%以上

- 主要需要：WEEE and RoHS Electronic Industry
- 使用する酸： $H_2SO_4$ ,  $HNO_3$ ,  $H_2O_2$
- Step A 硫酸分解ステップ
  - 炭化とプラスチック樹脂の破壊
- Step B 過酸化水素水ステップ
  - 過剰硫酸の除去
  - 処理時間短縮
- Step C 硝酸
  - 完全有機物分解、溶解化

## 試料調製

### 実サンプル⇒

- ① サンプル0.5gをガラス管に入れる。
- ②  $H_2SO_4$ を10ml計量し、ガラス管に攪拌しながらゆっくり添加する。( \* 1)

### ブランク⇒

- ③ ガラス管に10ml  $H_2SO_4$ を入れる。

### スパイクサンプル⇒

- ④ ガラス管に10ml  $H_2SO_4$ を入れる。
- ⑤ 測定項目のSTDを添加する。(例 1000ppm Hg 1ml、1000ppm Cr 1ml)

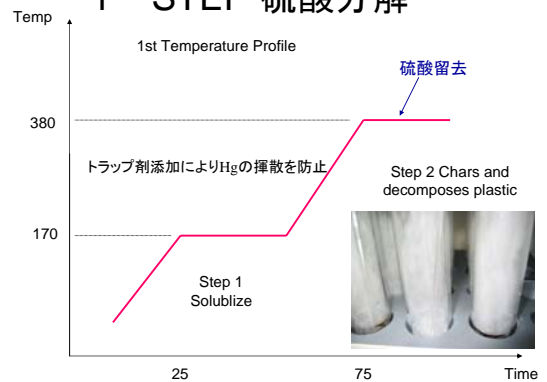
### 模擬試料(注2)⇒

- ⑥ CRM0.5gをガラス管に入れる。
- ⑦  $H_2SO_4$ を10ml計量し、ガラス管に攪拌しながらゆっくり添加する。( \* 注1)

- \* 1) ガラス管の上面、底面を顔に向けてないように
- \* 2) 同じマトリックスで回収率を確認するため

ケルダール分解システムによるプラスチックの分解例

## 1st STEP 硫酸分解



$H_2SO_4$ プログラム中のサンプル状態  
(サンプルは標準プラスチック、写真の温度は170°C)



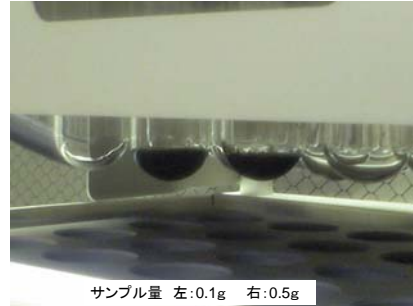
## 硫酸還流分解最終ステップ 380度



### H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>プログラム中の還流部分 (温度は380°C)



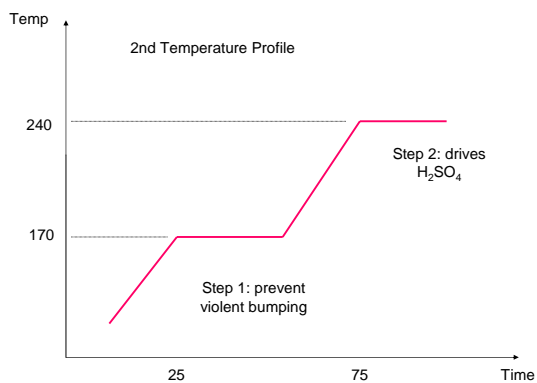
### H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>プログラム後のサンプル状態 サンプル量 左:0.1g 右:0.5g



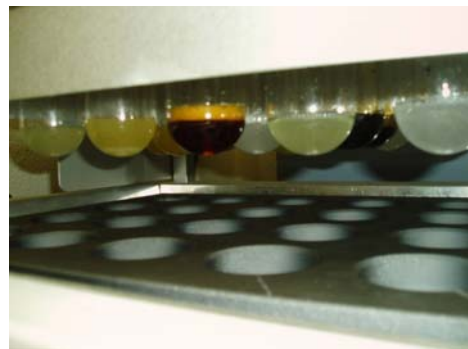
### 硫酸の量が足りないとき



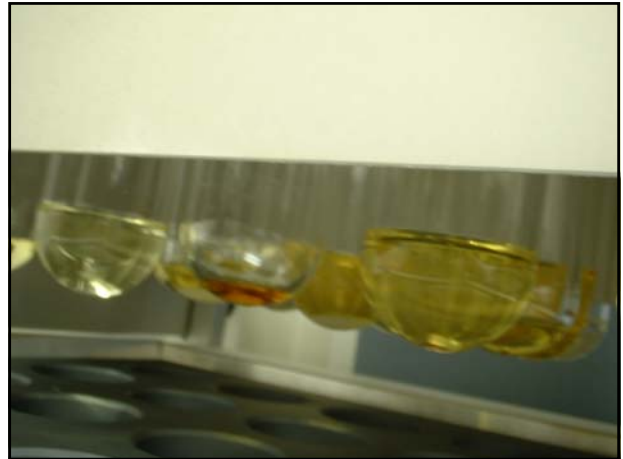
### 2<sup>nd</sup> STEP 過酸化水素分解と硫酸留去



### 過酸化水素処理その1



## 過酸化水素処理その2



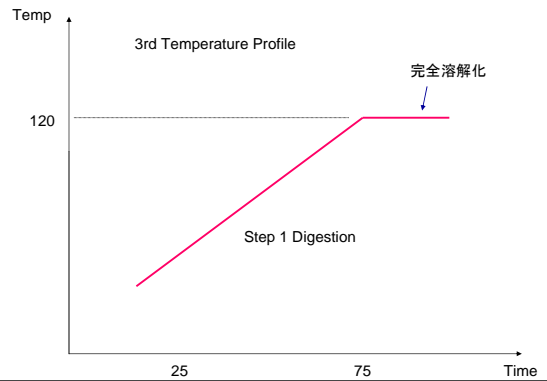
## H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>添加後のサンプル状態



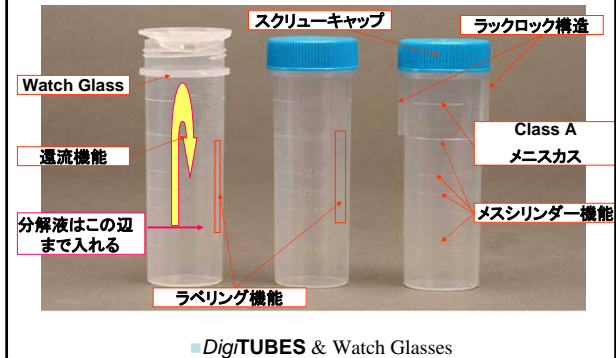
サンプル量 左:0.1g 右:0.5g

ケルダール分解システムによるプラスチックの分解例

## 3rd STEP 硝酸分解と完全溶解化



## デジチューブの紹介



ケルダール分解システムによるプラスチックの分解例

Table 1. 添加回収試験結果

|            | Element (mg/kg) |            |       |       |
|------------|-----------------|------------|-------|-------|
|            | Cd              | Cr (Total) | Pb    | Hg    |
| % Recovery | 97.37           | 98.45      | 99.69 | 93.23 |

Table 2. CRM EC 680 の分析結果

|                 | Element (mg/kg) |               |              |             |
|-----------------|-----------------|---------------|--------------|-------------|
|                 | Cd              | Cr (Total)    | Pb           | Hg          |
| Certified Value | 140+/-2.5       | 114.6+/-2.6   | 107.6+/-2.8  | 25.3+/-1    |
| HT Digestion    | 139.98+/-1.17   | 113.05+/-2.09 | 108.3+/-3.23 | 24.6+/-2.52 |

Table 3. CRM EC 681の分析結果

|                 | Element (mg/kg) |              |              |             |
|-----------------|-----------------|--------------|--------------|-------------|
|                 | Cd              | Cr (Total)   | Pb           | Hg          |
| Certified Value | 21.7+/-0.7      | 17.7+/-0.6   | 13.8+/-0.7   | 4.50+/-0.15 |
| HT Digestion    | 21.03+/-1.52    | 17.73+/-1.62 | 14.20+/-0.98 | 4.43+/-0.78 |

## WEE RoHs プラスチック分析まとめ

- ICP発光分光分析装置により試料中の元素濃度を高い精度と正確性で測定できます。
- マイクロ波分解への移行が可能な試料は、スルーブットの高い分析が可能です。また、硝酸・過酸化水素のみで分解できる試料は、Pbの定量も容易となります。
- スケールアップする場合は、ケルダール分解システムが有効です。gオーダーの分解可能

## 酸分解後に求められる事項

1. 分解溶液の濃縮
2. 酸濃度を下げる操作＝希釈操作
3. 脱塩操作 (Na, K, Ca, Mg)
4. 共存元素から、目的元素を選択する

固相抽出  
テクニック

## 固形試料への適応 酸分解手法と固相抽出

<酸分解> + <固相抽出> → FAAS, FLAAS, ICP-AES, ICP-MS

有機物の分解 塩類除去

Methodology Proposed

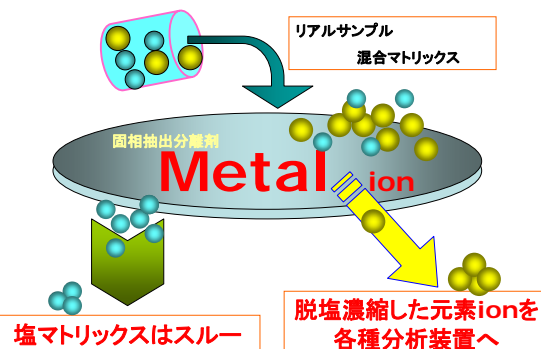
<マイクロウェーブ分解> + <固相抽出法>

有機物の分解

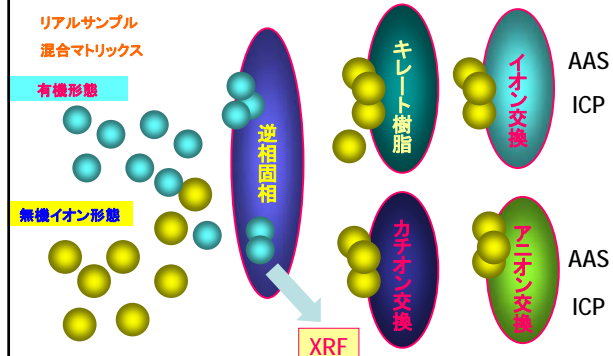
塩類除去

- AAS, FLAA, ICP-AES, ICP/MS
- Direct Analysis with X-ray Fluorometry (XRF)
- Combination with On-site Elemental Analyzer

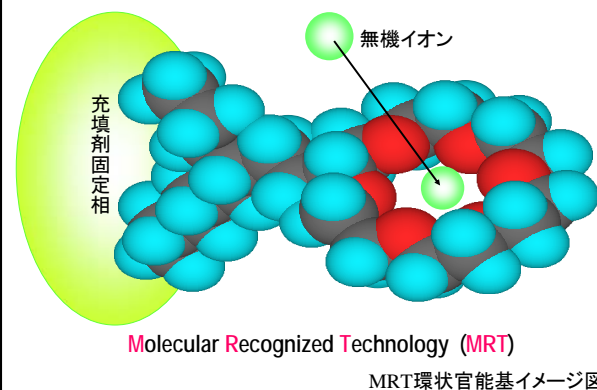
## 固相抽出による脱塩・濃縮処理



## 固相抽出による有機物分離・形態分離



## MRT AnaLig<sup>®</sup>による選択的分離



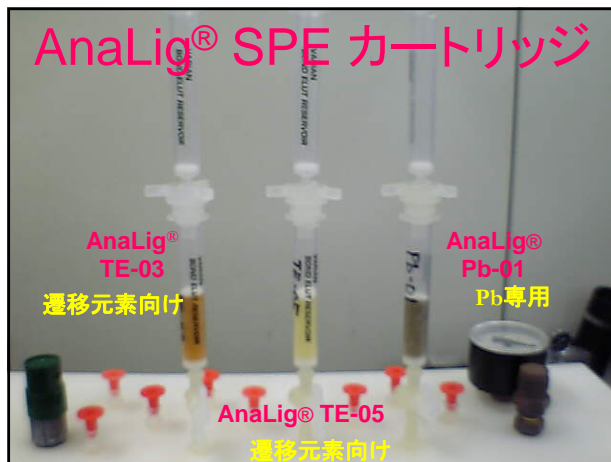
目的に応じて自由なフォーマットを



固相フォーマットへ



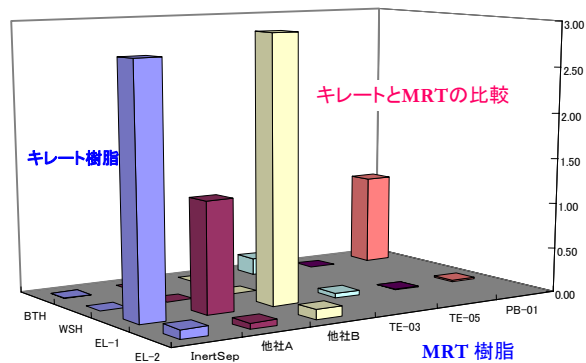
AnaLig® SPE カートリッジ



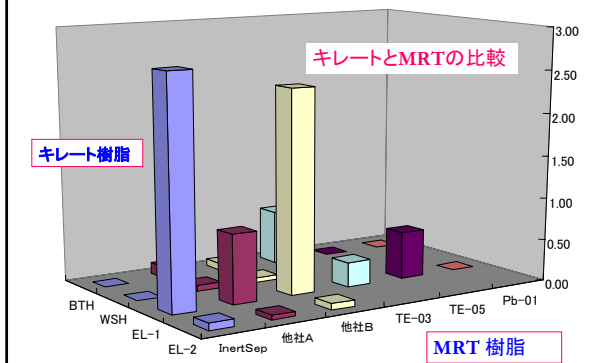
固相マニホールド



Cu の保持挙動 キレートとMRT

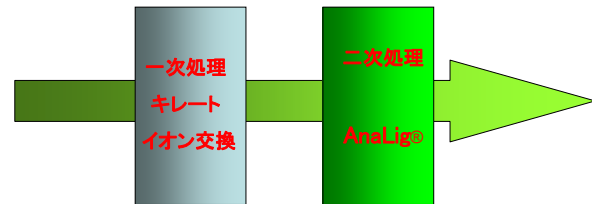


## Pb の保持挙動 キレートとMRT



## MRT AnaLig®の利用で

タンデム固相抽出：高度な精製



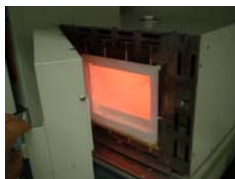
全段で汚れをカット：AnaLig®を長期間利用

## まとめ

それでも、どうしてもだめなときは？

最後は、アルカリ融解

他社白金るつぽと まっふる炉



GL販売グラファイトるつぽ使用例



無機分析製品情報は、Webサイトにアップしています

GLS Webサイトの紹介

<http://www.gls.co.jp/product/catalog-28/02/index.html>