

マイクロ波分解法によるファインセラミック材料の前処理方法

マイルストーンゼネラル株式会社

マイクロ波分解法におけるアプリケーションは、主に分解容器の性能によって決まり、従来の分解容器では長時間高温に耐えることができず、ファインセラミックスや高融点金属といった試料は分解が困難であった。

難分解性試料専用ローターNOVA-10は、冷却効果の高い二重シールド構造で形成され、高温で長時間を要するアプリケーションに対応できるようになり、短時間での完全な分解が可能になった。

1. 試料及び使用装置

本実験では、分解試料として(独)産業技術総合研究所 認証標準物質 ファインセラミック用炭化けい素微粉末(β形)NMIJ CRM 8002-a(β形)を用いた。試料分解には、MILESTONE 社マイクロ波試料前処理装置 ETHOS 1(図 1)及び難分解性試料専用ローターNOVA-10(図 2)を用いた。



図 1. ETHOS 1



図 2. NOVA-10

2. 実験方法

分解試料をTFM分解容器に0.3g採取し、試薬は硝酸(60%)4ml、硫酸(96%)5ml、フッ化水素酸(49.5%)3mlを添加した。マイクロ波分解プログラムは、表1に従って行った。分解プログラム終了後、十分に分解容器を冷却し開放した。分解後の溶液を白金皿に移しホットプレート上にて硫酸白煙処理を行い蒸発乾固させた。室温まで放冷した後、塩酸(1+1)5mlと純水20mlを加え加熱溶解した。これを50mlにメスアップしICP-MSにて測定を行った。なお、

測定に関しては(独)産業技術総合研究所 計測標準研究部門 無機分析科 無機標準研究室様にご協力をいただいた。

表 1. マイクロ波分解プログラム

STEP	Time (hh:mm:ss)	Power (W)*	Temp1 (°C)
1	00:15:00	1500	180
2	00:15:00	1500	270
3	02:00:00	1500	270

*実際のマイクロ波出力はPIDコントロールによる自動制御

3. 実験結果

	NMIJ CRM 8002-a(β形)	
	認証値	分析値
Al	180±4	189±19
Cu	11.2±0.6	11.5±2.6
Fe	128±8	130±7.4
Mn	1.40±0.08	1.60±0.34
Mo	109±3	109±14
La	0.37±0.01	(0.37±0.098)
Ni	4.53±0.45	(4.43±0.80)
Ti	45.6±0.42	47.4±3.0
Y	0.57±0.03	0.58±0.070

MG マイルストーン ゼネラル株式会社

〒213-0012 神奈川県川崎市高津区坂戸 3-2-1 KSP

TEL:044-850-3811(代表) / FAX:044-819-3036 / E-mail:info@milestone-general.com