

# 玩具中の 重金属分析

玩具は安全でなければなりません。これは玩具中のヒ素、鉛、カドミウム、およびアンチモンの様な物質の最大許容値を定めたEU指令88/378/EEGに明確に記載されており、含有量は子供に害があると推定されるレベル以下でなければいけません。

最近では、玩具から基準値を上回る重金属が検出された事例がメディアを賑わせているため、消費者の安全への関心も高まっています。そのため、玩具メーカーにとっては、信頼性のある品質管理によって製品の無害を立証する事が重要な課題となっています。

## 粉碎から分析まで

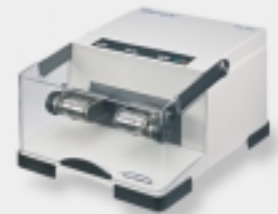
原子吸光分光分析法(AAS)は、プラスチック中の重金属の検出に非常に適しています。手法は簡単で、コストもかからず、高い分析精度を示します。AASでは溶融物質のみが分析できます。従って、試料を事前に前処理（粉碎/分解）しておかなければいけません。試料の前処理には、分析自体と比べると多くの時間がかかります。更に、この前処理が不適切であると、後で行う分析に大きく影響を与えます。例えば、ハサミや家庭用ミキサーなどを用いて試料が作成された場合、コンタミにより分析結果の信頼性が揺らぎかねません。

EU指令では厳正な試料の前処理から最終分析結果まで、作業手順を明確に記載しています。この手法の精度を管理するためには、標準試料を手に入れてから分析しなければいけません。



パワーカッティングミル  
SM2000

- 対象試料：軟質、中硬質、タフ、弾力性、繊維質
- 投入寸法：<60 × 80mm
- 粉碎粒度：0.25~20mm



ミキサーミル  
MM400

- 対象試料：硬質、中硬質、脆い、弾力性、繊維質
- 投入寸法：< 8mm
- 粉碎粒度：~5µm





SM 2000

### サンプルの予備粉碎と微粉碎



ここでは、人形を例にとって説明します。試料の特性によって粉碎方法が異なるため、まず、人形を「体」、「髪」および「衣服」に分解します。

最初に、パワーカuttingミルSM2000で「体」を3~4mm程度に予備粉碎します。螺旋状の回転刃とパワフルなモータによって、不均一な混合試料も簡単に予備粉碎できます。次に、予備粉碎された試料を、高い分割精度を誇る回転式縮分機サンプルディバイダPT100で縮分し、代表試料を用意します。

さらに、その代表試料を超遠心粉碎機ZM200で微粉碎すると、一層の均一化ができます。ドライアイスと一緒に試料を粉碎すれば、試料が脆化されて粉碎されやすくなると同時に、粉碎時の摩擦熱による揮発

### マイクロ波分解



© CEM GmbH

試料の粉碎・均一化が終わったら、分析する前にマイクロ波分解を使って液状化します。その目的は、試料の成分を損なうことなく、試料の含有成分を溶液のなかで完全に分解することです。

有機物質を無機化する一方、無機物質は完全に溶解させる必要があります。

まず、粉碎された試料（約500 mg）を分解容器に秤量し、10mlの硝酸を加えます。

分解プロセスはソフトウェアで制御されてスタートします。全ての試料の温度変化は、連続的に測定され、反応の進行に基づき、設定された分解プロファイルに適合されます。

僅か30分程度で試料は分解され、原子吸光分光分析装置へのメスアップの準備が整います。

微量元素の分析に際しては、次の要件を満たさなければいけません。

■ 分解が簡単にできること：複雑な装置や過大な労力を用いない事。

■ 安全であること：マイクロウェーブは全ての安全機能を有している事

■ 分解プロセスは、完全な分析手順に最適に調整されなければなりません。：分解酸はマトリックスエクステンションを引き起こさない事。

■ 個々の分解条件は再現性を保証するために、記録と管理がされている事

濃縮された無機酸を使ってホットプレート上で長時間沸騰させる方法は、効率的ではありません。

マイクロ波分解法は、溶液の直接加熱、沸点を上まわる加熱温度、および分解後の急冷ができるので、大幅な時間短縮が可能になります。



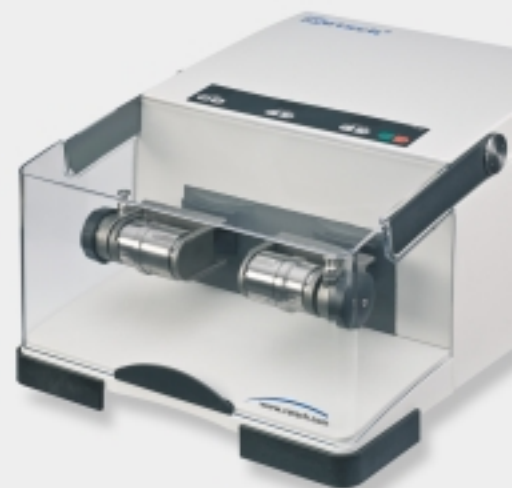
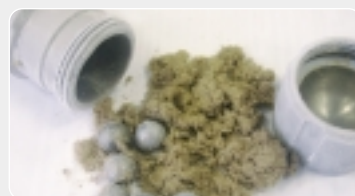
© CEM GmbH

性物質の損失も抑制されます。200 μm以下の試料作成も可能です。

髪や衣服などの繊維質の試料は、卓上型ボールミル、ミキサーミルMM400で粉碎すると効率的です。

作業は非常に簡単で、ネジ式の粉碎ジャー(容器)に試料とボールを充填し、それを液体窒素に数分間漬してからミキサーミルに装着します。僅か1~2分間で、20m程度の試料を同時に2検体処理できます。

パワーカッティングミルSM2000と超遠心粉碎機ZM200には、重金属コンタミ防止キットをご用意しています。



MM 400

## 分析

試料を低レベルの検出が可能なグラファイトチューブAAS法を使って分析します。5~50マイクロリッターの試料溶液をグラファイト炉に入れ、試料が原子化されるまで徐々に昇温します。固定ランプとモータ制御されたミラーを持つ最新のスペクトロメーターが、迅速に複数元素の定量分析を全自動で行います。

人形中に、有毒な重金属 ヒ素 (As)、カドミウム (Cd)、鉛 (Pb)、およびアンチモン (Sb) が含まれていないか分析しました。

成分	衣服	髪	体
	mg/kg	mg/kg	mg/kg
ヒ素	-	-	-
カドミウム	-	-	31 ± 1
鉛	-	-	-
アンチモン	32 ± 3	-	-

カドミウムが人形の体から、アンチモンは人形の衣服から、それぞれ検出されましたが、玩具の奨励制限値 (Cd : 75mg/kg ; Sb : 60 mg/kg) を下まわっています。しかしながら、衣服中のアンチモンは、環境適合素材の自主基準Oekotex100の許容範囲 (30mg/kg) からみると、問題のある数値になっています。

分析の精度を検証するために、標準試料を使っても同じ様に分析しました。カドミウムの含有量が異なる5種類のプラスチック試料は、ドイツ自動車工業会 (VDA) から入手しました。

試料	認証値	分析値
	mg/kg	mg/kg
1	114.6 ± 2.1	114.0 ± 1.0
2	40.9 ± 1.2	40.5 ± 0.6
3	75.9 ± 2.1	75.7 ± 1.0
4	197.9 ± 4.8	196.8 ± 1.3
5	407 ± 12	403 ± 6



© Varian Inc

認証値に非常に近い分析値 (3個の個別のマイクロウェーブ分解検体の平均値) が得られたことから、この手法は玩具中の重金属の分析に非常に適していると言えます。再現性の高い正確な分析値を得られる一連のプロセスを、僅か数時間で行えます。