

電子レンジ用反応分解容器 使用例 [2]

試料: 動物試料(乾燥小牛肝臓 NBS-SRM 1577 Bovine Liver)

4 個同時分解

1. 粉末試料 100mg を PFA 内部小容器(以下、DV-7)に量り取る。
2. 濃硝酸 2.0ml、60%過塩素酸 0.3ml、6M 塩酸 0.15ml を加える。
3. DV-7 の蓋を閉め容器を回転させ、混酸中に粉末試料を完全に分散させる。
4. DV-7 の蓋を若干緩め、PTFE 製試料容器(以下、PT-25)内に設置し、周囲に蒸留水 1.5ml を張る。※1
5. 4.をポリプロピレン製外筒(以下、PP-25)に装填し、ピンレンチとバイスにより締め付け密封する。
6. 5.を 50ml 以上の水を入れた 100ml ビーカーと共に電子レンジに入れる。※2
7. 出力 200W 相当で 3 分間マイクロウェーブを照射する。※3
8. 水を入れたビーカーのみを取り出し、再び 200W 相当で 3 分間照射する。
9. 電子レンジより取り出し、5 分間程放冷する。
10. 9.をピンレンチとバイスによりゆっくり開封する。※4
11. DV-7 を取り出し開封する。
12. ホットプレート上で赤外線ランプを併用して、内容物を蒸発乾固する。※5
13. 0.1M 過塩素酸 4ml を加え、内容物を加温溶解する。
14. DV-7 の総重量を量り、試料溶液の重量を算出する。
15. 試料中の目的金属の含有量に応じて試料溶液を再希釈する。
16. 各種分析方法により測定する。

※1 PFA 内部小容器は完全密閉容器ではありません。蓋をきつく閉めますと、内外の圧力差により変形する恐れがあります。あくまで PTFE 容器の汚染防止、迅速な検体の交換等の目的にご使用下さい。(蓋はやや緩め、又は取り外してご使用下さい。)

※2 電子レンジは照射出力を選択出来る機種をお使い下さい。(高出力一定でタイマーにより強弱を調整する機種も有り、加熱し過ぎる恐れがあります。)

※3 照射、冷却時間は試料及び溶媒の種類、量により変わります。前例が無く、予測が難しい実験の場合には、通常より少量の条件にて行い安全を心掛けてください。

※4 ドラフトチャンバー等換気の良い場所で行い、必ず保護眼鏡、保護手袋を着用して作業を行って下さい。

※5 エバポレーションチャンバーを含む「蒸発乾固システム」