

クロムの簡易・迅速価数判別法に関する研究

河村 眞也*¹ 中西 貞博*² 関 浩子*³ 田中 康司*⁴

1 はじめに

近年の環境意識の高まりの中、有害物質を含まない製品が望まれています。また、RoHS指令等のようにEUにおける有害物質の使用規制も行われています。六価クロムもRoHS指令の規制対象物質の1つです。この六価クロムは現在ジフェニルカルバジド法という方法によって分析されていますが、本法は非常に煩雑で手間のかかる方法であり、六価クロムと三価クロムをまずは簡易・迅速・非破壊に判別する方法が望まれています。そこで、めっき等表面処理された試料において、六価クロム、三価クロムの有無を判別する方法を検討しました。

2 実験方法

2.1 試料

今回、六価クロム、三価クロムを含む試料として、亜鉛めっき上にクロメート皮膜を作製したものをを用いました。クロメート皮膜の中でもよく使用されている有色(虹色)クロメート処理した試料について検討しました。六価クロム及び三価クロムの種々の濃度の試料を作製しました。

2.2 測定方法

2.2.1 フーリエ変換赤外分光光度計による測定

フーリエ変換赤外分光光度計を用いて、高感度反射法により、試料の赤外分光スペクトルを測定しました。

2.2.2 ジフェニルカルバジド法による測定

ジフェニルカルバジド法による六価クロムの測定については、JISH8625に準拠して行いました。ただし、試料の沸騰水浸漬時間を独立行政法人産業技術総合研究所推奨の30分間、抽出全量を100mlとしました。

3 結果及び考察

3.1 赤外スペクトル

六価の酸化クロム(三酸化クロム、標準物質)の赤外スペクトルはTHE SADTLER STANDARD SPECTRA¹⁾より、図1に示すように930cm⁻¹に吸収があります。また、三価の酸化クロム(標準物質)の赤外スペクトルはTHE SADTLER STANDARD SPECTRA¹⁾より、図2に示すように580cm⁻¹に吸収があります。六価クロメート処理した試料のスペクトルを図3(透過率)に示します。930cm⁻¹に六価クロムの吸収があります。この930cm⁻¹の吸光度ピークにおけるピーク面積を算出しました。

三価化成処理した試料のスペクトルを図4(透過率)に示します。このように580cm⁻¹に三価クロムの吸収があります。

したがって、六価クロムと三価クロムの判別が可能であると思われました。

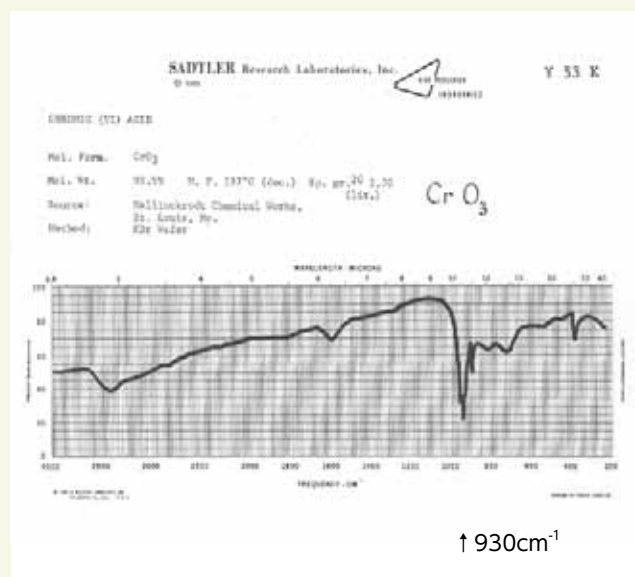


図1 三酸化クロムの赤外スペクトル(透過率)

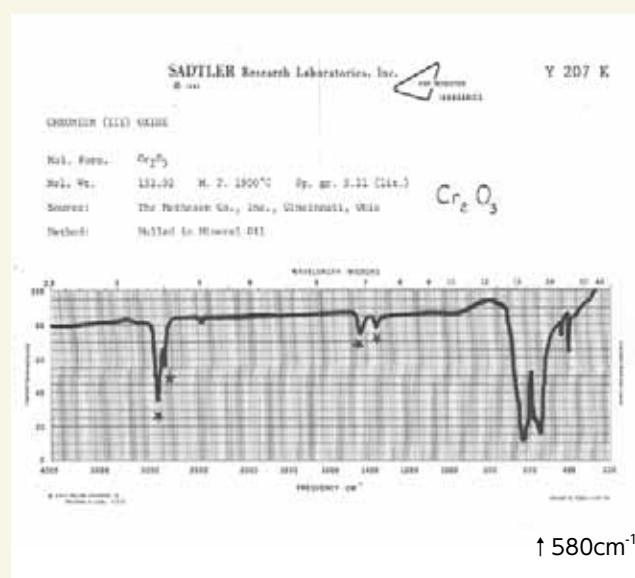


図2 酸化クロムの赤外スペクトル(透過率)

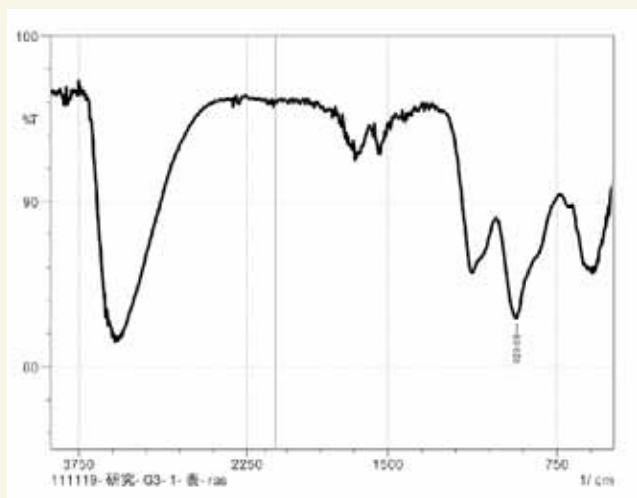


図3 六価クロメート処理試料の赤外スペクトル(透過率)

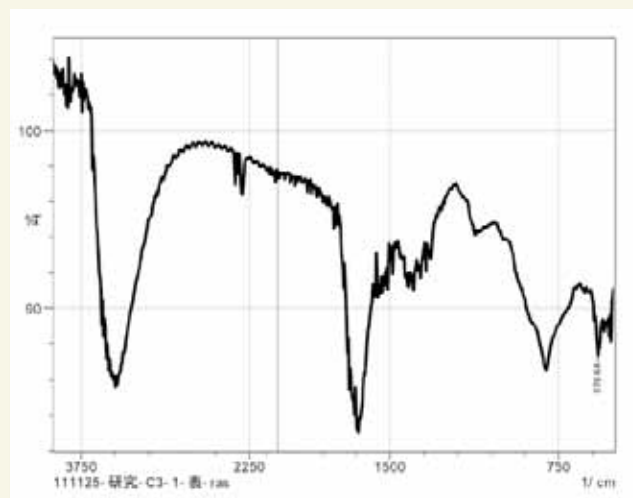


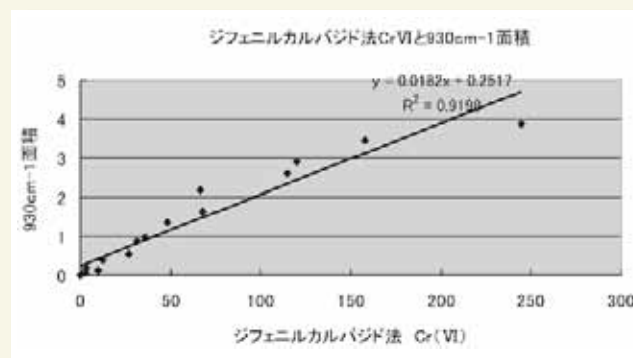
図4 三価化成処理試料の赤外スペクトル(透過率)

3.2 ジフェニルカルバジド法と赤外スペクトル

種々の濃度の六価クロメート処理試料についてジフェニルカルバジド法で測定した抽出液100ml中の六価クロム量と赤外スペクトル930cm⁻¹における吸光度ピーク面積の関係を図5に示しました。

この図に示しますように、六価クロム量と赤外スペクトル930cm⁻¹での吸光度面積との間に相関係数0.9以上の正の相関が認められました。

以上のように、有色クロメート処理試料については、フーリエ変換赤外分光光度法高感度反射法で六価クロムと三価クロムの判別が可能であると思われ、六価クロム濃度と赤外スペクトル930cm⁻¹での吸光度ピーク面積と正の相関があることが認められました。したがって、フーリエ変換赤外分光光度法高感度反射法を用いることによって、前処理不要で、試料にダメージを与えることもなく、大気中で、簡易に測定でき、測定時間も数分と短時間で測定可能ですので、有色クロメート処理試料の品質管理等に利用することが可能であると思われました。

図5 ジフェニルカルバジド法による溶出液中のCr(VI)量と赤外スペクトル930cm⁻¹吸光度ピーク面積

4 まとめ

六価クロムは現在ジフェニルカルバジド法という煩雑で手間のかかる方法で分析されています。そこで、六価クロムと三価クロムの簡易・迅速判別法について検討し、次のような結果を得ました。

- 1) 有色クロメート処理皮膜については、フーリエ変換赤外分光光度法高感度反射法で六価クロムと三価クロムの判別が可能であると思われました。
- 2) 有色クロメート処理皮膜については、六価クロム濃度と赤外スペクトル930cm⁻¹での吸光度ピーク面積との間に正の相関があることが認められました。

【参考文献】

1) THE SADTLER STANDARD SPECTRA, SADTLER RESEARCH LABORATORIES

*1 基盤技術課(現 計量検定所) *2 応用技術課 *3 基盤技術課
*4 基盤技術課(現 文化環境部 循環型社会推進課)

お問い合わせ先

京都府中小企業技術センター 基盤技術課 化学・環境担当 TEL:075-315-8633 FAX:075-315-9497 E-mail:kiban@mtc.pref.kyoto.lg.jp