

## 微量試料の湿式分解法

本研究室では 50～100mg の粉碎試料に対し、1.25 mL の濃硫酸を加え、ヒーティングブロックで 250℃程度に加熱し、過酸化水素水を適宜加えることにより湿式分解を行い、25mL にメスアップし、分析に供することが通例である。微量試料の場合はスケールダウンを行うことで対応可能であるが、微量の濃硫酸を添加することは困難である。そのため、希硫酸を添加し、水を蒸発させた後、分解操作に入る。

**操作の流れ**（一例であり、試料の性質、量、測定元素により硫酸の濃度、メスアップ量は変更すること）

試薬：1.8 N 硫酸、過酸化水素水

操作：微量試料の場合、コンタミによる影響が大きくなるため、できるだけ使用前に分解に用いる試験管は硝酸で洗浄しておく。10 mg 以下の試料を 25 mL 容試験管に加え、1.8 N 硫酸を 3 mL 加える。ヒーティングブロックで 120℃以下で加熱し、水分を蒸発させる。蒸発後、ピペットマンなどで過酸化水素水を極少量添加し、ヒーティングブロックの温度を徐々に最大まで上げる。時々試験管をヒーティングブロックから出し、放冷した後、過酸化水素水を入れる作業を分解液が無色透明になるまで繰り返す。分解が終了したら、MilliQ 水を 2.85 mL 加え、試料液とする（厳密な定容ではないので、ぴったり 3mL にはならないことは容赦してください）。