

シート No. **AQF2100 IM 048** 無機

燃焼イオンクロマトグラフィーによる 金属フッ化物中のフッ素分析

1/2

対応機種 : AQF-2100H システム
 検出方法 : イオンクロマトグラフィー
 関連規格 :

はじめに

試料を安全に燃焼する自動試料燃焼装置 AQF-2100H とイオンクロマトグラフ(IC)を組み合わせた燃焼-イオンクロマトグラフィー(CIC)により、フッ素、塩素、臭素、ヨウ素、硫黄の濃度を迅速、かつ正確に測定することができます。

分析方法

- 燃焼-イオンクロマトグラフィー

試料をアルゴン(Ar)キャリアーガス中で熱分解後、酸素(O₂)ガス中で燃焼します。試料中のハロゲンはハロゲン化水素及びハロゲンガスとなり、硫黄は SO_x となります。これらの成分を吸収液に捕集し、ハロゲン化物イオンまたは硫酸イオンにします。この吸収液をイオンクロマトグラフに自動注入し分析しました。

フローチャート

【試料秤量】⇒【燃焼】⇒【燃焼ガス捕集】⇒【IC】

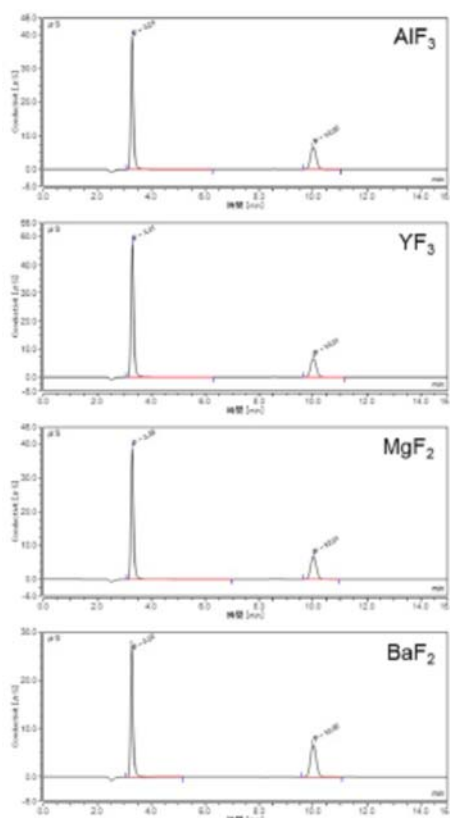
試料名

- 金属フッ化物
 フッ化アルミニウム(AIF₃)、フッ化イットリウム(YF₃)、
 フッ化マグネシウム(MgF₂)、フッ化バリウム(BaF₂)

分析結果

Name	Rep.	Size (mg)	WO ₃ (mg)	F (%)
AlF ₃	1	1.24	-	56.9
	2	1.30	-	56.9
	Average			56.9
	Theoretical value			67.9
	Recovery			83.8%
YF ₃	1	2.35	-	37.3
	2	2.19	-	37.9
	Average			37.6
	Theoretical value			39.1
	Recovery			96.3%
MgF ₂	1	1.18	32.8	59.9
	2	1.17	34.9	58.6
	Average			59.3
	Theoretical value			61.0
	Recovery			97.2%
BaF ₂	1	2.19	35.0	21.0
	2	2.20	32.4	21.2
	Average			21.1
	Theoretical value			21.7
	Recovery			97.2%

- クロマトグラム



※本シートはご参考として提供するものであり、分析値を保証するものではありません。
 分析環境などによる外的要因や試料の性状により、最適条件が変わることがあります。

AQF2100 IM 043 燃焼イオンクロマトグラフィーによる金属フッ化物中のフッ素分析

2/2

装置構成および分析条件

- 日東精工アナリテック製 自動試料燃焼装置 AQF-2100H

試料採取量	約 1~2 mg
添加剤	酸化タングステン(VI) (WO ₃)
試料ポート	セラミックポート
反応管	二重石英管

MgF₂ および BaF₂ 中の Mg と Ba はアルカリ土類金属であり、反応管を失透させます。失透を防ぐために酸化タングステンを使用しました。

- 試料分解用電気炉 HF-210

分解温度 (Inlet)	1,000 °C
分解温度 (Outlet)	1,100 °C
Ar 流量	200 mL/min
O ₂ 流量	400 mL/min

- 固体試料サンプルチェンジャー ASC-240S
燃焼プログラム

		1st	2nd	3rd	End	Cool
位置	(mm)	110	150	180		
時間	(s)	30	30	30	600	60
速度	(mm/s)	20	10	10	20	40

- 燃焼ガス吸収ユニット GA-210

吸収管タイプ	20
吸収液量	29.8 mL
吸収液組成	P-25 mg/L
測定モード	定容法
液面センサー位置	High
サンプルループ	20 µL
加湿用 Ar 流量	100 mL/min
送水目盛	4
- 外部液導入機 ES-210

- サーモフィッシャーサイエンティフィック(株)製 Dionex™ イオンクロマトグラフ Integriion RFIC
 - ガードカラム Dionex™ IonPac™ AG22
 - 分離カラム Dionex™ IonPac™ AS22

溶離液	4.5 mM Na ₂ CO ₃ , 1.4 mM NaHCO ₃
流量	1.2 mL/min
カラム温度	30 °C
 - サプレッサー Dionex™ AERS™ 500 アニオン電解再生サプレッサー, 4 mm

電解電流	41 mA
モード	リサイクルモード
 - 電気伝導度検出器

セル温度	35 °C
IC 測定時間	15 min / 30 min

ソフトウェア

- 日東精工アナリテック製 NSX-2100 version 10.0.1.0
- サーモフィッシャーサイエンティフィック(株)製 Dionex™ Chromeleon™ クロマトグラフィーデータシステム (CDS), version 7.2

- 本シートはご参考として提供するものであり、分析値を保証するものではありません。分析環境などによる外的要因や試料の性状により、最適条件が変わることがあります。
- 測定値は、燃焼装置・イオンクロマトグラフのメンテナンスや維持状態により変化します。特に、試料中濃度 1 ppm 以下のサンプル測定は、ブランクコントロールおよびクロマトグラム波形処理が極めて重要です。
- 薬品類の取り扱いについて：薬品のラベル表示や安全データシートを確認し、取り扱いには充分ご注意ください。