

シート No. **AQF2100 PT-036** 樹脂・ゴム

燃焼イオンクロマトグラフィーによる ポリ塩化ビニル中の塩素分析

1/2

測定 の 概 要

有機化合物中のハロゲン元素を定量する際、試料の分解方法として、酸素フラスコ燃焼法や酸素ボンベ燃焼分解法があります。これらは手動での分解作業を要し、操作に熟達しないと再現性良く測定することが困難です。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)は、試料中の数十%オーダーの全塩素濃度を迅速、かつ正確に自動測定することが可能な分析方法です。ここでは、ポリ塩化ビニル中の塩素濃度を測定した例を示します。

装 置 構 成

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

試 料

試料名 : ポリ塩化ビニル (PVC)

分 析 方 法

燃焼-イオンクロマトグラフィー

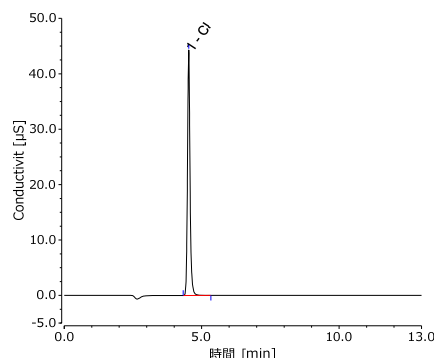
試料をアルゴン(Ar)/水蒸気(H₂O)キャリアーガス中で熱分解後、酸素(O₂)ガス中で燃焼します。試料中の塩素は塩化水素及び塩素ガスとなります。これらの成分を吸収液に捕集し、塩化物イオンにします。この吸収液をイオンクロマトグラフに自動注入し分析しました。

フローチャート 【試料秤量】⇒【燃焼】⇒【燃焼ガス捕集】⇒【IC】

測 定 結 果

試料名	No.	試料量 (mg)	Cl 濃度 (%)
PVC	1	1.52	55.4
	2	1.51	56.5
	3	1.53	55.0
	平均値		55.6
	RSD (%)		1.4

クロマトグラム



装置構成および分析条件

- ・自動試料燃焼装置 AQF-2100H
 - 試料ポート セラミックポート
 - 反応管 二重石英管 + 1.0 g 石英綿
- 試料分解用電気炉 HF-210
 - 分解温度 (Inlet) 900 °C
 - 分解温度 (Outlet) 1,000 °C
 - Ar 流量 200 mL/min.
 - O₂ 流量 400 mL/min.
- 液体-固体用オートサンプルチェンジャー
ASC-270LS
燃焼プログラム

	1st	2nd	End	Cool
位置 (mm)	130	160		
時間 (sec.)	90	90	90	60
速度 (mm/sec.)	20	0.12	20	40
- 燃焼ガス吸収ユニット GA-211
 - 吸収管サイズ 20 mL
 - 吸収液量 20 mL
 - 吸収液組成 0.01% 過酸化水素水
 - 測定モード 定容法
(定容量: 29.6 mL)
 - 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 (0.2 mL/min.)
- 外部液導入機 ES-211
- ・サーモフィッシャーサイエンティフィック社製
イオンクロマトグラフ Dionex™ Integriion™
 - カラム
 - ガードカラム Dionex™ IonPac™ AG22 (4 × 50 mm)
 - 分離カラム Dionex™ IonPac™ AS22 (4 × 250 mm)
 - 溶離液 4.5 mM Na₂CO₃, 1.4 mM NaHCO₃
 - 流量 1.2 mL/min.
 - カラム温度 30 °C
 - サプレッサー
アニオン電解再生サプレッサー
Dionex™ ADRS™ 600 (4 mm)
電解電流 31 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 13 min.
 - 検量線
Cl: 10, 20, 30, 40, 50 µg/mL
- ・ソフトウェア
 - NSX-2100 version 20.0.1
 - サーモフィッシャーサイエンティフィック社製
Dionex™ Chromeleon™ クロマトグラフィーデータ
システム (CDS), version 7.3

- 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。また高濃度の測定を測定する際には、1~2mg の試料を正確に計量できる精度の天秤を用いることが重要です。
- 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。