

シート No. **AQF2100 EA-039** 環境

# 燃焼イオンクロマトグラフィーによる ポリエチレン中の塩素、臭素、硫黄分析 (1)

1/2

## 測定 の 概 要

ポリエチレン材料には利用目的に応じてハロゲン化合物が添加されており、廃棄・リサイクルにおいてその含有量を知ることはとても重要です。また RoHS 指令により、臭素系難燃剤が規制物質となっており、材料中の全臭素を定量するスクリーニング分析規格の1つに燃焼-イオンクロマトグラフ法が採用されています。

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 ppm オーダーから数十%オーダーの塩素、臭素、硫黄の濃度を迅速、かつ正確に測定することができます。ここではポリエチレン標準試料について、塩素、臭素、硫黄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  
 関連規格 : ASTM D7359、IEC62321、

## 試 料

試料名 : 低密度ポリエチレン

## 分 析 方 法

### • 燃焼-イオンクロマトグラフィー

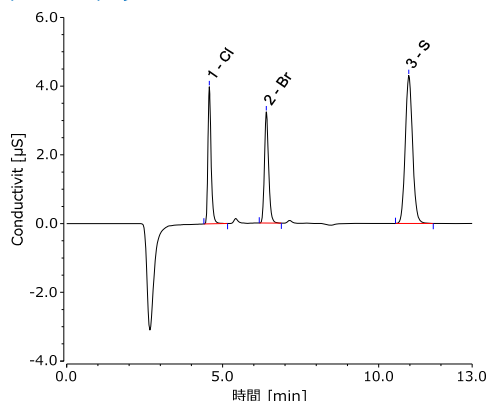
試料をアルゴン(Ar)/水蒸気(H<sub>2</sub>O)キャリアーガス中で熱分解後、酸素(O<sub>2</sub>)ガス中で燃焼します。試料中のハロゲンはハロゲン化水素(HX)及びハロゲンガス(X<sub>2</sub>)となり、硫黄は硫黄酸化物(SO<sub>x</sub>)となります。これらの成分を吸収液に捕集し、ハロゲン化物イオンまたは硫酸イオンにします。この吸収液をイオンクロマトグラフに自動注入し分析しました。

フローチャート 【試料秤量】⇒【燃焼】⇒【燃焼ガス捕集】⇒【IC】

## 分 析 結 果

No.	試料量 (mg)	濃度 (mg/kg)		
		Cl	Br	S
1	104.20	76	188	86
2	104.90	71	166	76
3	106.46	73	177	80
4	101.40	74	183	81
5	106.80	72	173	77
6	101.08	78	196	87
平均値		74	180	81
RSD (%)		3.6	6.1	5.8

## 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.
  - O<sub>2</sub> 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 10 mL
  - 吸収液量 5 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: 10.4 mL)
  - 液面センサー位置 Low
  - サンプルループ 100 µL
  - 加湿用 Ar 流量 100 mL/min.
  - 送水目盛 2 (0.1 mL/min.)
- 外部液導入機 ES-211
- サーマ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 Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, 1.4 mM NaHCO<sub>3</sub>
    - 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, Br, S: 0.05, 0.1, 0.5, 1, 2 µg/mL
- ソフトウェア
  - NSX-2100 version 20.0.1
  - サーマ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ドータ  
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。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。