

シート No. **AQF2100 PT-050** 樹脂・ゴム

# 燃焼イオンクロマトグラフィーによる ポリオレフィン中の塩素、硫黄分析

1/2

## 測定 の 概 要

AQF-2100H 高周波炉システムは、自動試料燃焼装置 AQF-2100H に高周波誘導加熱炉を接続した燃焼システムです。1000 °Cでの有機物の燃焼や 1500 °Cでの無機物の分解も 1 台の装置で分析可能です。本システムは、昇降温時間が格段に速いため短時間で高温における分析ができ、また加熱温度を任意に変化させた実験が可能です。ここでは AQF-2100H 高周波炉システム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(C-IC)により、ポリマー中の塩素(Cl)および硫黄(S)の濃度を測定した例を紹介します。

## 装 置 構 成

対応機種 : AQF-2100H 高周波炉システム

検出方法 : イオンクロマトグラフ

## 試 料

- 試料名: 市販ポリエチレン、市販ポリプロピレン

## 分 析 方 法

- 燃焼イオンクロマトグラフィー

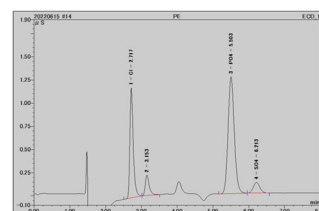
サンプルポートにペレット状試料を秤量します。サンプルポートは石英二重管構造の反応管の中で移動し、アルゴン(Ar)キャリアーガス中で熱分解後、酸素(O<sub>2</sub>)ガス中で燃焼します。試料中のハロゲンはハロゲン化水素及びハロゲンガスとなり、硫黄は硫酸化物(SO<sub>x</sub>)となります。これらの成分を吸収液に捕集し、ハロゲン化物イオンまたは硫酸イオンにします。この吸収液をイオンクロマトグラフに自動注入し分析しました。

フローチャート 【試料秤量】⇒【燃焼】⇒【燃焼ガス捕集】⇒【IC】

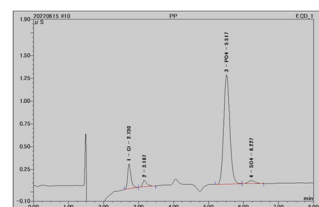
## 測 定 結 果

試料名	試料量 (mg)	測定値 (µg/g)	
		Cl	S
ポリエチレン	43.77	56.6	4.11
	40.91	56.5	3.99
	43.82	57.6	4.12
	Ave	56.9	4.07
	RSD(%)	1.1	1.8
ポリプロピレン	45.05	12.5	-
	46.19	12.7	-
	47.05	12.3	-
	Ave	12.5	-
	RSD(%)	1.9	-

ポリエチレン



ポリプロピレン



## AQF2100 PT-050 樹脂・ゴム

2/2

## 装置構成および分析条件

- 自動試料燃焼装置 AQF-2100H 高周波炉システム
  - 試料ポート セラミックポート
  - 反応管 石英二重管 + 0.07 g 石英綿

- 高周波誘導加熱炉 IH-210
  - 加熱温度 1000 °C

- 電気炉 HF-210
  - Inlet 温度 1000 °C
  - Outlet 温度 1000 °C
  - Ar 流量 200 mL/min.
  - O<sub>2</sub> 流量 400 mL/min.

- サンプルチェンジャー  
ASC-240

- 燃焼プログラム

	1st	2nd	End	3rd	Cool
位置 (mm)	140	210	230	180	100
時間 (sec.)	30	0	90	60	60
速度 (mm/sec.)	10	0.1	2	2	10

- 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: 10.5 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 1 (0.05 mL/min.)

- 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™ ICS-1500

- カラム
  - ガードカラム Dionex™ IonPac™ AG22-Fast(4 × 30 mm)
  - 分離カラム Dionex™ IonPac™ AS22-Fast(4 × 150 mm)
  - 溶離液 4.5mM 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  
ケミカルサプレッサー  
Dionex™ AMMS™ 300 (4 mm)

- 電気伝導度検出器
  - セル温度 35 °C
  - IC 測定時間 8 min.

- 検量線  
外部絶対検量線  
Cl、S : 0.005、0.01、0.05、0.1 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 6.8

- 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。