

シート No. **AQF2100 IM-051** 無機

# 燃焼イオンクロマトグラフィーによる 無機ふっ素化合物の分解挙動の解析

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、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、無機ふっ素化合物試料の分解挙動を調査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 : ふっ化マグネシウム、ふっ化カルシウム

## 分 析 方 法

- 燃焼イオンクロマトグラフィー  
反応管にムライト単管を用い、試料をアルゴン(Ar)/酸素(O<sub>2</sub>)混合キャリアーガス中、助燃剤の添加なしで 1100 °C~1500 °Cまで加熱して分析しました。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】

## 測 定 結 果

結果を図 1 に示します。この図は、横軸に加熱温度、縦軸には高周波炉システムを用いて助燃剤添加なしで分析し得られたふっ素測定値  $F_A$  と、酸化タンゲステンを添加し 1100 °C で測定したふっ素測定値  $F_B$  との比をとり作成しました。

ふっ化マグネシウムは、1100 °C 以上の温度でほぼ一定のふっ素分析値が得られたのに対し、ふっ化カルシウムは 1200 °C 以上でほぼ一定のふっ素分析値が得られました。ハロゲン化合物は、高温下で熱加水分解を行うことでハロゲンの定量が可能なことは知られており、今回の結果から難分解性のふっ化カルシウムは 1200 °C 以上の加熱をすれば、助燃剤なしでふっ素を分析できることがわかりました。

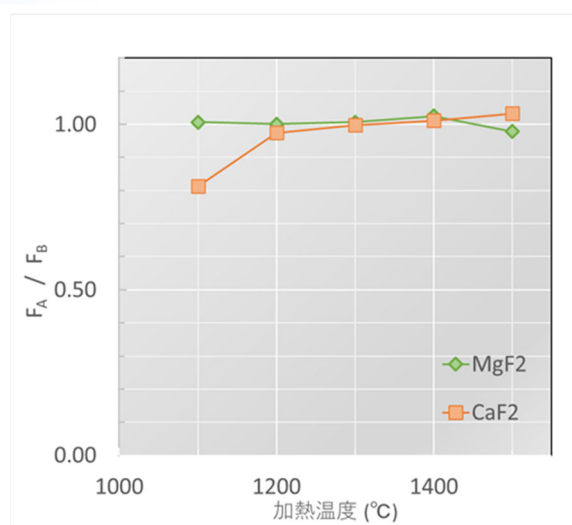
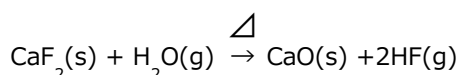


図 1 加熱温度に対するふっ素測定値

**AQF2100 IM-051 無機**

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 ムライト単管 + 0.07 g 石英綿
- 高周波誘導加熱炉 IH-210
  - 加熱温度 1100 ~ 1500 °C
- 電気炉 HF-210
  - Inlet 温度 1000 °C
  - Outlet 温度 1000 °C
  - ガス流量 Ar/O<sub>2</sub> 混合ガス
  - 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-240S
- 燃焼プログラム

	1st	2nd	3rd	End	4th	5th	Cool
位置 (mm)	120	180	220	230	190	160	100
時間 (sec.)	10	30	30	90	90	30	60
速度 (mm/sec.)	10	0.3	1	2	0.3	0.12	10

- 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: 29.0 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 2 (0.1 mL/min.) @1200~1500 °C  
1 (0.05 mL/min.) @1100 °C

- 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™ ICS-2000

- カラム
  - ガードカラム Dionex™ IonPac™ AG18-Fast(4 × 30 mm)
  - 分離カラム Dionex™ IonPac™ AS18-Fast(4 × 150 mm)

溶離液 KOH (5-50 mM) グラジエント

Time (min)	0	10	12	15	15.01	20
KOH (mM)	5	25	50	50	5	5

流量 1.5 mL/min.  
カラム温度 40 °C

- サプレッサー
  - 電解再生サプレッサー  
Dionex™ AERS™ 500 (4 mm)
  - 電解電流 140 mA
  - モード External

- 電気伝導度検出器
  - セル温度 35 °C
  - IC 測定時間 20 min.

- 検量線
  - 外部絶対検量線  
F : 1、5、10、20、50 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。