

シート No. **AQF2100 IM-052** 無機

燃焼イオンクロマトグラフィーによる ふっ化物オパールガラス中のふっ素分析——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、1350 °Cの高温下、助燃剤の添加なしでふっ化物オパールガラス中のふっ素を分析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 : ふっ化物オパールガラス

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(O₂)混合キャリアーガス中、1350 °Cで加熱し、助燃剤の添加なしで分析しました。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、硫黄は硫酸化物(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。

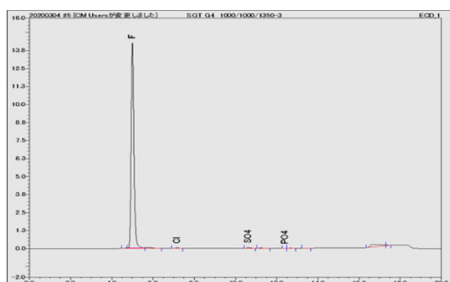
フローチャート

【試料秤量】⇒【燃焼】⇒【燃焼ガス捕集】⇒【IC】

測 定 結 果

サンプル	燃焼温度 (°C)	試料量 (mg)	助燃剤	F 測定値 (%)	Ave(%)	RSD(%)
ふっ化物オパールガラス	1350	1.97	なし	4.88	4.93	1.3
		1.74		4.97		

・クロマトグラム



AQF2100 IM-052 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 1350 °C
- 電気炉 HF-210
Inlet 温度 1000 °C
Outlet 温度 1000 °C
Ar 流量 200 mL/min.
O₂ 流量 400 mL/min.
- 自動試料導入装置 ABC-210
- 燃焼プログラム

	1st	2nd	3rd	End	4th	5th	Cool
位置 (mm)	100	160	200	210	170	140	80
時間 (sec.)	10	30	30	300	90	30	60
速度 (mm/sec.)	10	0.3	1	2	0.3	0.12	2

- 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 0.1% 過酸化水素水
測定モード 定容法
(定容量: 28.7 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 3 (0.15 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-2000
- カラム
ガードカラム Dionex™ IonPac™ AG20 (4 × 50 mm)
分離カラム Dionex™ IonPac™ AS20 (4 × 250 mm)
溶離液 KOH (5-60 mM) グラジエント

Time (min)	0	3	13	15	15.001	24
KOH (mM)	5	5	30	60	5	5

 流量 1.0 mL/min.
カラム温度 30 °C
- サプレッサー
Dionex™ ASRS™ Ultra II (4 mm)
電解電流 149 mA
モード External

- 電気伝導度検出器
セル温度 35 °C
IC 測定時間 24 min.

- 検量線
外部絶対検量線
F : 0.1、0.5、1、2、5、10 µg/mL

ソフトウェア

- NSX-2100 version 10.1.0
- 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。