

シート No. **AQF2100 IM-054** 無機

# 燃焼イオンクロマトグラフィーによる 鉱物中の硫黄分析

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、鉱物中の硫黄を高温下、助燃剤の添加なしで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ィー

## 試 料

試料名 : マンガン鉱石、オーストラリア褐鉄鉱、インド赤鉄鉱

## 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て、試料をアルゴン(Ar)/酸素(O<sub>2</sub>)混合キャリアーガス中、1100 °C~1500 °Cまで加熱し、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<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

1100 °C~1500 °Cに加熱したときの各試料の硫黄分析値を図 1 に示します。この結果より、各試料で硫黄分析値がほぼ一定となる温度が異なることがわかりました。これは鉱物の組成によるものと推定されます。

そこで、インド赤鉄鉱の硫黄分析値がほぼ一定となった 1500 °Cで加熱したときの各試料の分析結果を表 1 に示します。代表例としてマンガン鉱石の燃焼イオンクロマトグラムを図 2 に示しました。

表 1 各試料中の硫黄分析値

サンプル	燃焼温度 (°C)	試料量 (mg)	助燃剤	S 分析値 (µg/g)	Ave. (µg/g)	RSD (%)
マンガン鉱石	1500	22.00	なし	84.2	84.4	0.2
		21.19		84.5		
オーストラリア褐鉄鉱	1500	22.32	なし	100.9	101.2	0.5
		21.20		101.6		
インド赤鉄鉱	1500	20.62	なし	88.0	90	2.3
		21.95		91.0		

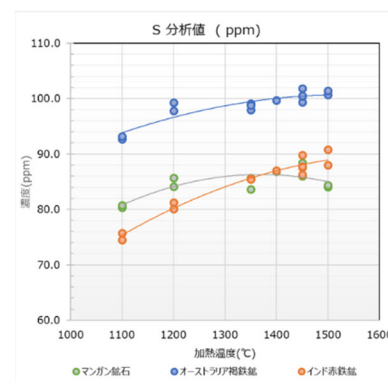


図 1 加熱温度に対する硫黄分析値

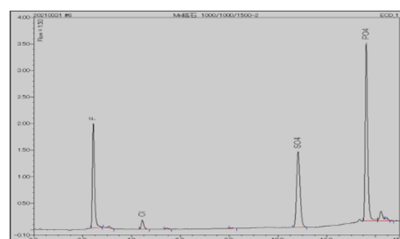


図 2 マンガン鉱石の燃焼イオンクロマトグラム

装置構成および分析条件

自動試料燃焼装置 AQF-2100H 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-240

- 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 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 2 (0.1 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™ 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  
Dionex™ ASRS ULTRA II (4 mm)  
電解電流 186 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  
S : 0.05、0.1、0.5 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  
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。