

【技術資料】酸素フラスコ燃焼法 - イオンクロマトグラフィーによるハロゲン・硫黄の分析

概要

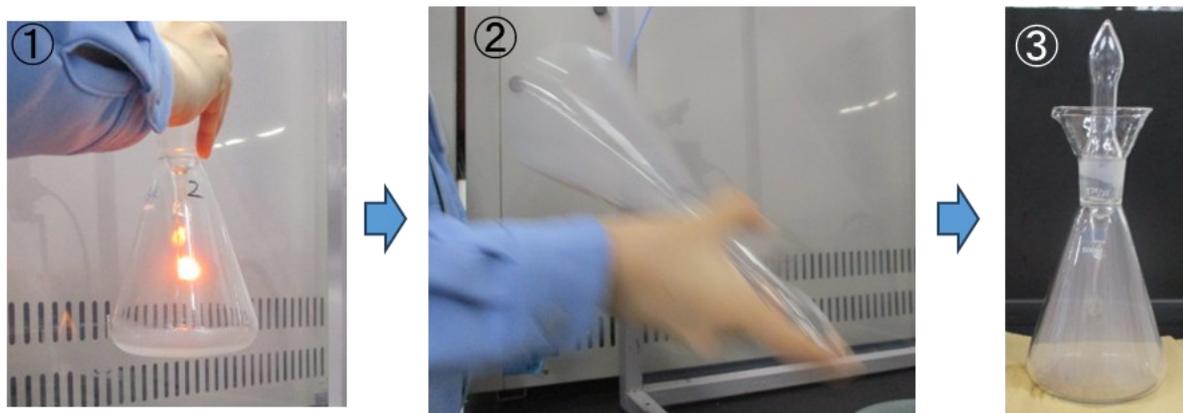
試料中に含まれる元素の組成及びその含有量を把握することは、品質管理や材料解析において重要です。酸素フラスコ燃焼法-イオンクロマトグラフィー(IC)は、試料中に含まれるハロゲン及び硫黄量(%オーダー)を簡単に測定可能な分析手法です。本技術資料では、同法によるハロゲン及び硫黄の分析例について紹介します。

分析方法

1) 酸素フラスコ燃焼法について

酸素フラスコ燃焼法は、固体・液体試料を密閉容器(フラスコ)内で燃焼分解し、発生したガスを吸収液に定量的に吸収させる手法です。吸収液をIC測定することで、試料中に含まれるハロゲン(F, Cl, Br, I)や硫黄の定性及び定量が可能です。以下に手順を示します。

- ① 酸素を満たしたフラスコ内で試料を完全燃焼
- ②③ 発生したガスを吸収液に吸収



【図1】酸素フラスコ燃焼法

2) 標準試薬及び市販樹脂製品の酸素フラスコ燃焼法-IC測定

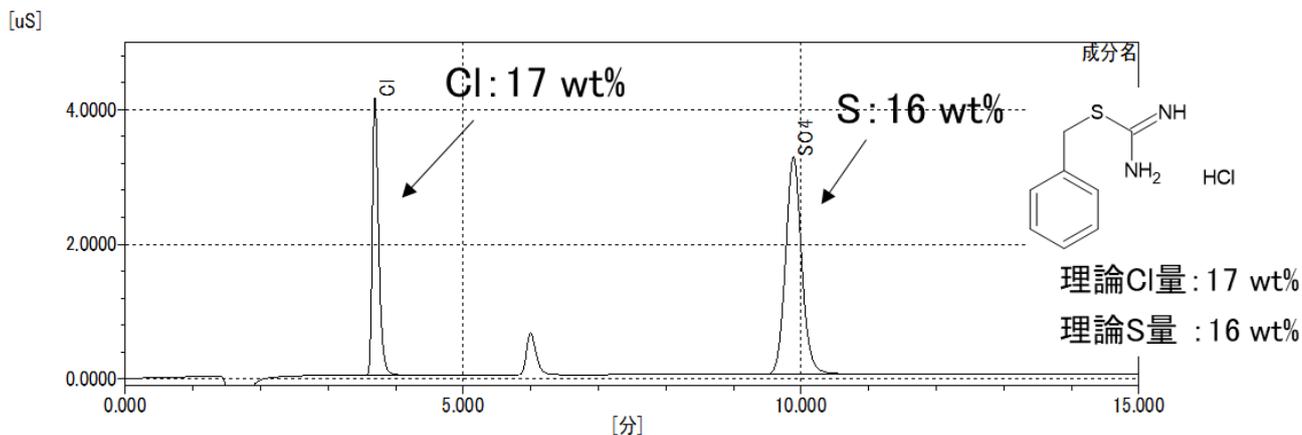
下記試料について酸素フラスコ燃焼法で燃焼分解を行い、吸収液のIC測定を行いました。

- ・標準試薬：S-ベンジルチウロニウムクロリド
- ・市販樹脂製品：シールテープ / PTFE(ポリテトラフルオロエチレン)製

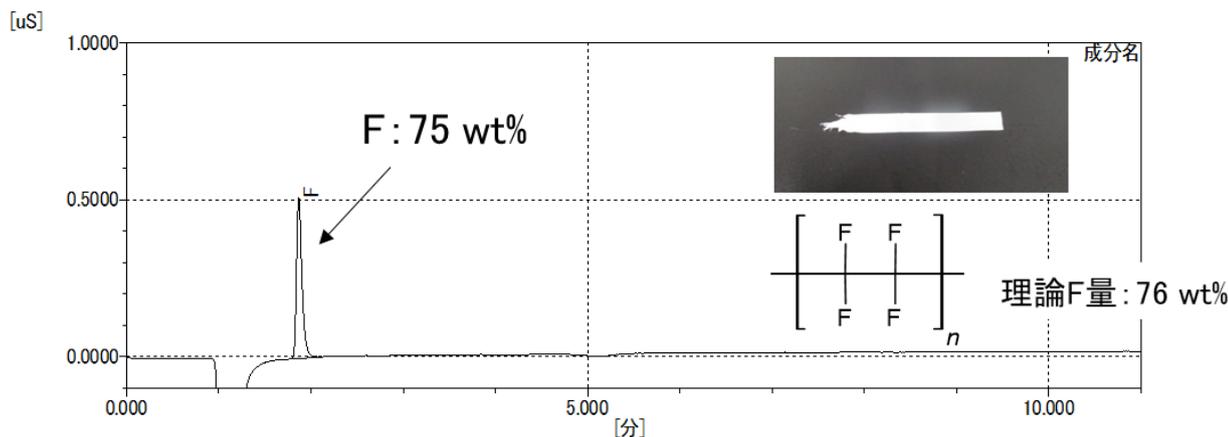
結果

各試料における燃焼吸収液のイオンクロマトグラムを図 2、図 3 に示します。

- ・ S-ベンジルチウロニウムクロリドを分析した結果、理論 Cl、S 量とほぼ同等の定量結果が得られました。
S は IC 上では SO_4^{2-} の形態で検出しますが、定量値を S に換算して記載しています。
- ・ シールテープ (PTFE 製) の分析では、理論 F 量とほぼ同等の定量結果が得られました。



【図 2】 S-ベンジルチウロニウムクロリド 燃焼吸収液のイオンクロマトグラム



【図 3】 シールテープ 燃焼吸収液のイオンクロマトグラム

まとめ

酸素フラスコ燃焼法-IC により、試料に含まれるハロゲン、硫黄の定性及び定量が可能です。本法はハロゲン、硫黄含有量が 0.1wt%以上の試料に適しており、ppm オーダーの微量分析は燃焼管燃焼法-IC (技術資料 No. T1513) が有効です。

適用分野 : 高分子、ポリマー、プラスチック、エラストマー、ゴム、有機材料

キーワード : 燃焼 IC、CIC、元素分析、微量ハロゲン