

燃焼-イオンクロマトグラフ法による プラスチック中臭化物の分析

Analysis of Bromide in Plastics by Combustion – Ion Chromatography

現代社会において多量に発生するプラスチック廃棄物中には、臭素系難燃剤なども含まれており、資源としてリサイクルを行うためには、全臭素量を把握することが重要になります。

臭化物を含むハロゲンイオンの分析には、イオンクロマトグラフが一般に用いられますが、その試料の形

態は“液体”である場合がほとんどです。

ここでは、プラスチックを高温で燃焼させ、発生した燃焼ガスを吸収液に吸収させるための燃焼装置と島津イオンクロマトグラフ“Prominence HIC-SP”とを組み合わせ、塩化物および臭化物の含有量測定に応用した例をご紹介します。

A. Ieuji

試料前処理（燃焼）

Sample Preparation (Combustion)

原油および石油製品中の硫黄分析試験方法として、燃焼管式空気法と呼ばれる処理手法がJIS K 2541-3(2003)に記載されています。この試験法では、Fig.1に示すように、高温加熱した石英管内に清浄空気を通気し、試料を燃焼させた時に発生するガスを過酸化水素を添加した吸収液で吸収させることで、硫黄を硫酸イオンとして捕集しています。

プラスチックなどの樹脂製品に対して同様の燃焼処理を行なった場合、ふっ化物、塩化物、臭化物などのハロゲンを捕集することができ、この吸収液をイオンクロマトグラフで分析することにより、プラスチック中のハロゲン等の含有量を求めることができます。

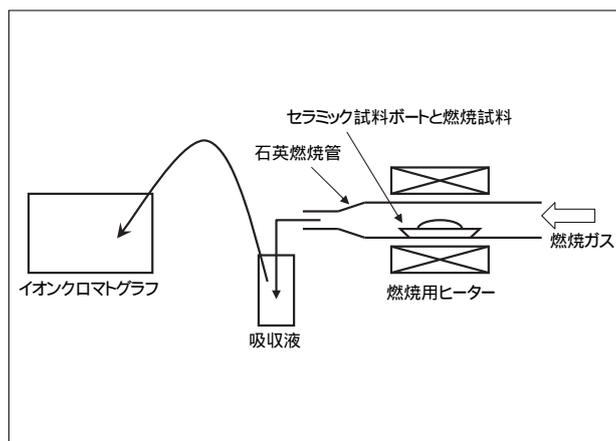


Fig.1 石英管式燃焼装置(模式図)
Combustion Device – Quartz Tube Type

試料調製

Sample Preparation

プラスチック樹脂の燃焼試料としては、EU（欧州連合）のIRMM（標準物質計測研究所）が認証した重金属分析用の“BCR680”および、市販のポリエチレン樹脂を用いました。“BCR680”はICP-MSなどの認証試験で用いられる標準試料で、本来の使用目的である重金属のほかに、塩化物（Cl）、臭化物（Br）、硫黄（S）が含まれているポリエチレン樹脂製のペレットです。

“BCR680” 50 mgおよびポリエチレン樹脂100 mgを、それぞれ燃焼し、発生した燃焼ガスを超純水に吸収させ、イオンクロマトグラフ用試料溶液としました。燃焼条件の詳細をTable 1に示します。燃焼は清浄空气中、超純水（1%過酸化水素を含む）を吸収液とし、950で燃焼処理を行ないました。

Table 1 燃焼条件
Combustion Conditions

Sample	: 50 ~ 100 mg
Combustion Furnace	: 950 °C
Flow Rate	: Air 1.0 ~ 2.0 L/min
Absorption Liquid	: pure H ₂ O (added small amount of H ₂ O ₂)
Absorption Volume	: 40 mL
Equipment	: Combustion SQ-1 (Yanako) Absorption HSU-35 (Yanako)

吸収液の分析

Analysis of Absorption Solution

Table 2には、Prominence HIC-SPを用いた燃焼ガス吸収液の分析条件を示します。

Fig.2には“BCR680”の燃焼ガス吸収液，Fig.3には燃焼操作のみを行なった操作ブランク，Fig.4にはポリエチレン樹脂の燃焼ガス吸収液のクロマトグラムをそれぞれ示します。

Table 2 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack IC-SA2 (250 mm L. × 4.0 mm I.D.)
Mobile Phase	: 12 mmol/L Sodium bicarbonate 0.6 mmol/L Sodium carbonate
Flow Rate	: 1.0 mL/min
Column Temp	: 30°C
Detection	: CDD-10 Asp (Suppressor)
Injection Volume	: 50 µL

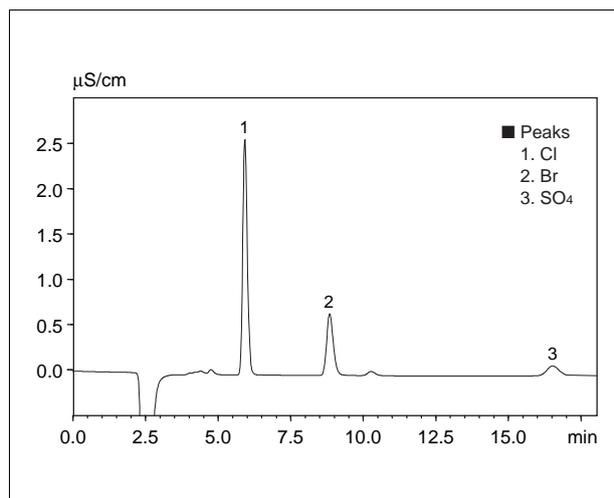


Fig.2 “BCR680”のクロマトグラム
Chromatogram of “BCR680”

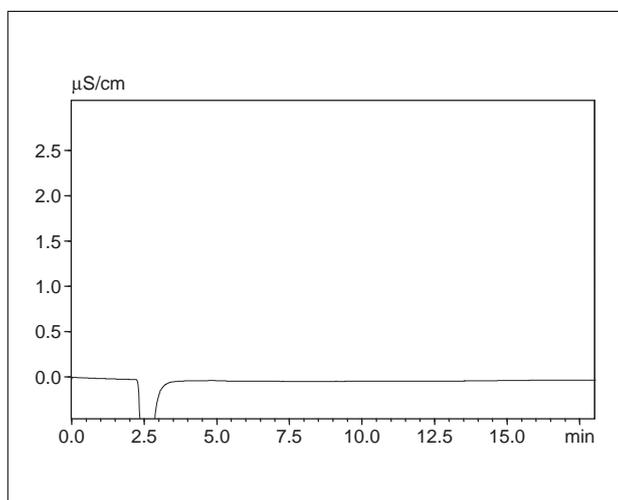


Fig.3 操作ブランクのクロマトグラム
Chromatogram of Operational Blank

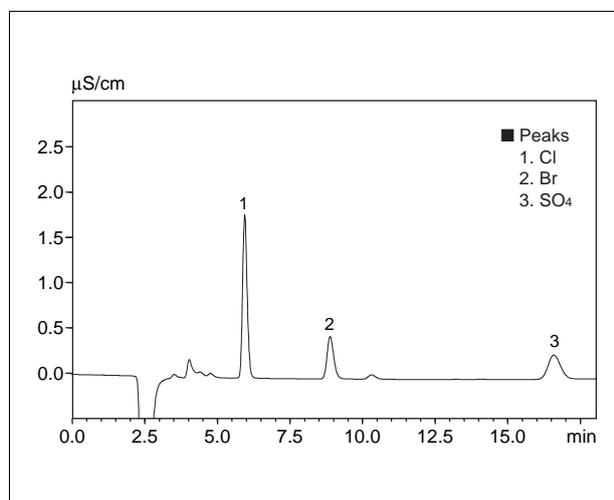


Fig.4 ポリエチレン樹脂のクロマトグラム
Chromatogram of Polyethylene

“BCR680”および樹脂試料の燃焼前処理吸収液は 株式会社ナックテクノサービス様よりご提供いただきました。

[参考文献]

JIS K 2541-3(2003)「原油及び石油製品-硫黄分析試験方法 第3部：燃焼管式空気法」

初版発行：2008年10月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。