

1 窒素定量法：燃焼法(改良デュマ法)〈G1-11-191〉

燃焼法(改良デュマ法)は、試料を燃焼し、試料に含まれる元素から生成したガスを測定することにより、試料中の被検元素の構成比率又は量を求める方法である。本測定では、酸素気流下、試料を高温で分解したのち、燃焼することによって得られた窒素酸化物(NO_x)を窒素(N_2)に還元し、窒素を定量する。

1. 装置

通例、燃焼部、還元部、分離部、検出部からなる。

1.1. 燃焼部

ヘリウム又はアルゴンをキャリアーガスとし、酸素の存在下、試料を通常 800°C 以上の燃焼炉などで完全燃焼させる。

1.2. 還元部

生成した窒素酸化物(NO_x)を還元銅等により還元し、窒素(N_2)を得る。

1.3. 分離部

得られた窒素(N_2)を適切に分離し、検出器に導入する。分離方法には水のみ吸収管で除去した後、分離カラムを用いて窒素(N_2)と二酸化炭素を分離するガスクロマトグラフ法、あるいは水と二酸化炭素を吸収管で除去し、窒素(N_2)のみとする吸脱着法等、様々な方式がある。

1.4. 検出部

熱伝導度検出方式(TCD)等、様々な方式がある。

1.5. その他

二酸化炭素をキャリアーガスとして用い、燃焼時に生成する二酸化炭素を除去することなく窒素の定量分析が可能な装置もある。

2. 操作法

装置の操作法に従って、標準物質(ニコチン酸、EDTA等)を用いて元素量と検出器の応答の関係を校正する。装置が開放型の場合には、測定環境における気圧補正等を行った後に校正を行う。標準物質には、原則として被検元素(窒素)の構成比率又は量が明確であるものを用いる。

次に、装置の操作法に従って、対象試料を分析し、検出器の応答から試料中の窒素量を算出する。

36

37