

## 報 文

イオンクロマトグラフィーによる有機化合物中のフッ素，塩素，  
臭素及び硫黄の同時多元素分析長 島 潜<sup>®</sup>， 窪山 和男， 小野 菊繁\*

(1984 年 10 月 27 日受理)

イオンクロマトグラフィー (IC) と酸素フラスコ燃焼法とを組み合わせる有機化合物中のフッ素，塩素，臭素及び硫黄の微量定量を行った。燃焼の際，フッ素分析では石英製フラスコを用いて水を吸収液とし，他の 3 元素ではバイレックス製フラスコを用いて，少量の過酸化水素水を添加した水に吸収した。燃焼分解後，一定濃度の炭酸ナトリウム-炭酸水素ナトリウム溶液を加えて溶離液と同一組成にした後，その一部を IC に注入した。有機化合物中の個々の元素及びそれらの同時定量の結果は許容誤差 ( $\pm 0.3\%$ ) 以内であり，元素分析法として十分満足できるものであった。特に本法は多元素の同時分析に極めて有用な手段であることが分かった。

## 1 緒 言

有機化合物中のハロゲン及び硫黄の微量定量法としては，装置及び操作の簡単な酸素フラスコ燃焼法が広く利用され，公定法<sup>1)</sup>にも採用されている。著者らも同法により分解した後，フッ素はアリザリンコンプレキソン法<sup>2)</sup>により，塩素，臭素及びヨウ素はジフェニルカルバゾン<sup>3)</sup>を指示薬とする水銀滴定法<sup>4)</sup>により，又硫黄はバリウム塩による沈殿滴定法<sup>4)5)</sup>により分析を行ってきた。

これら従来の方法では異種ハロゲンの同時分析，リン及びフッ素含有試料中の硫黄の定量等においては極めて困難な問題があるのにもかかわらず，近年それらの試料は一般的に増加の傾向にある。従って，多元素の同時分析並びに効率的な測定法の開発は日常分析を行ううえで極めて重要な課題である。一方，イオンクロマトグラフィー (以下 IC と略記)<sup>6)7)</sup> はイオン交換樹脂カラムとバックグラウンド除去装置及び電気伝導度検出器とを組み合わせるイオン性物質を分析する方法であり，多種イオンを同時に高感度で分離定量できることから，最近では有機元素分析の分野でも注目されている<sup>8)~12)</sup>。著者らも，先に IC による有機化合物中のナトリウム及びカリウムの微量定量法を報告した<sup>13)</sup>。

しかし，これまでの報告が個々の元素分析に関するものであり，ことにヘテロ原子 3 個以上を含む化合物の同時分析へ適用した例はほとんど見られない。その理由としては，試料の分解過程で酸化又は還元する必要があり，元素によって吸収液の組成が異なること<sup>14)</sup>，又フッ素の分析に見られるようにフラスコの材質による影響など，幾つかの問題点があった。

今回，酸素フラスコ燃焼法と IC 装置とを組み合わせ，有機化合物中のフッ素，塩素，臭素及び硫黄の個々の元素分析法と併せて，前述 4 元素までの同時定量法について検討を加えた。その結果，統一的かつ簡便な同時多元素分析法が確立できたので報告する。

## 2 実 験

## 2.1 装 置

イオンクロマトグラフ：横河北辰電機製イオンクロマトアナライザ IC 100 型並びに低交換容量の陰イオン交換樹脂を充てんした同社製のプレカラム及び分離カラムを用いた。

積分計：Hewlett-Packard 社製 3380A 型

電子天秤：Mettler 社製 ME-22 型

酸素燃焼フラスコ：白金バスケット付き，500 ml 容バイレックス製を使用した。ただし，フッ素分析では同容量の石英製フラスコを用いた。

\* 三共株式会社分析代謝研究所：140 東京都品川区広町 1-2-58

## 2.2 試薬類

20 mM 炭酸ナトリウム-20 mM 炭酸水素ナトリウム混合溶液：特級品（岩井化学製）を用いて調製し、メンブランフィルター（東洋濾紙，TM-3）で汙過した。又溶離液には同様に汉過した蒸留水で5倍（各4 mM）にうすめて使用した。

1% 過酸化水素水：三菱瓦斯化学製特級品（31%）を用いて調製した。

50 mM ドデシルベンゼンスルホン酸溶液：関東化学製特級品より調製した。

フッ素、塩素、臭素及び硫酸イオンの標準液：各ナトリウム塩の特級品（岩井化学製）を減圧下 100 °C で4時間乾燥した後各イオンについて 1000 µg/ml 溶液を調製し、各濃度にうすめて使用した。

汉紙：東洋濾紙 No. 7

酸素：高純度酸素ボンベ

他の試薬も市販特級品を使用した。又、分析試料には元素分析用標準品（キシダ化学製）及び自製試料を用いた。

## 2.3 定量操作

有機試料 1~8 mg を無灰汉紙に包み、酸素を満たした燃焼フラスコ中で常法により燃焼及び吸収を行った。なお、吸収液にはフッ素分析では蒸留水 20 ml を、他の3元素については蒸留水 20 ml に 1% 過酸化水素水 100 µl を添加した。放置後、溶離液と試料溶液との組成を同じにするため 20 mM 炭酸ナトリウム-20 mM 炭酸水素ナトリウム混合溶液 5 ml を加えた後 Table 1 に示す条件により IC 測定を行った。分離された各イオンのピーク面積とあらかじめ既知濃度の標準液より作成された検量線から試料中の各元素の含量を求めた。

Table 1 Operating conditions for ion chromatography

|                  |                                                                                                                                 |
|------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Column           | : Low capacity anion exchange resin<br>50 mm×4.6 mm i.d. anion pre-column (PAX 1)<br>250 mm×4.6 mm i.d. anion separator (SAX 1) |
| Eluent           | : 4 mM Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> /4 mM NaHCO <sub>3</sub> , 2.0 ml/min                                                    |
| Suppressor       | : Cation exchange membrane tubing                                                                                               |
| Scavenger        | : 50 mM dodecylbenzene sulfonic acid, 2.0 ml/min                                                                                |
| Injection volume | : 100 µl                                                                                                                        |
| Detection        | : Conductivity (at 40 °C)                                                                                                       |
| Determination    | : Peak area method                                                                                                              |

## 3 結果及び考察

### 3.1 試料液組成のクロマトグラムに及ぼす影響

IC 法の難点は水溶液試料を注入すると、溶離液との濃度差によるウォーターディップを生じ、特に速やかに溶出されるフッ化物イオンではその影響を受けることである。又、フラスコ燃焼法に一般に用いられているアル

カリ性の吸収液では、燃焼の際に生じた二酸化炭素が吸収され、塩化物イオンと分離しにくいと定量に影響を及ぼすことが考えられる<sup>9)</sup>。

そこで、各イオン種を含む標準溶液 (F<sup>-</sup>, Cl<sup>-</sup>, Br<sup>-</sup> 及び SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> をそれぞれ 10, 10, 30 及び 40 µg/ml 含有) 中の水酸化ナトリウム及び炭酸水素ナトリウムの濃度を変えて各イオンのクロマトグラムに及ぼす影響を調べ、結果を Fig. 1 に示した。Fig. 1 A), B) より保持時間の短いフッ化物イオンではアルカリの濃度を増すとピーク高さは著しく低下した。これに対して、保持時間の長い臭化物及び硫酸イオンではアルカリ濃度による影響は認められなかった。一方、塩化物イオンの場合、水酸化ナトリウム溶液ではその影響はわずかであるのに対し、炭酸水素ナトリウム溶液ではその濃度に従ってピーク高さ及び面積は共に増大し、過剰の炭酸イオンにより影響を受けることが明らかにされた。従って、本法ではウォーターディップの解消及び二酸化炭素の吸収を抑制するため、フラスコ燃焼法の吸収液には水を用い、焼却後に吸収液の組成を調整して溶離液と同一組成にした後注入することとした。同法により得られたクロマトグラムを Fig. 2 に示す。

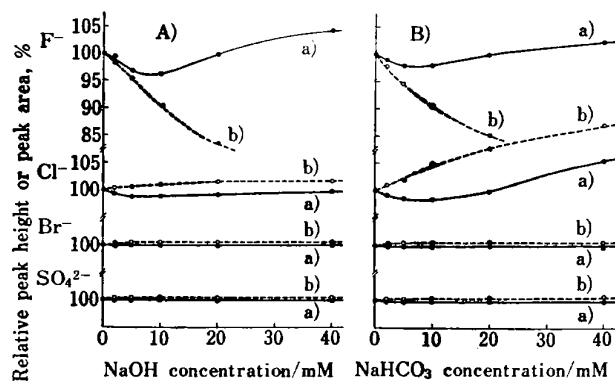


Fig. 1 Effect of concentration of sodium hydroxide A) and sodium hydrogencarbonate B) in sample solution on the peak area and peak height

a) : Peak area, b) : Peak height; Concentration of ions (µg/ml) : F<sup>-</sup> (10), Cl<sup>-</sup> (10), Br<sup>-</sup> (30), and SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> (40)

### 3.2 IC による各イオン種の分析精度

フッ化物及び塩化物イオンでは 2, 5, 10, 15 及び 20 µg/ml, 臭化物イオン 6, 15, 30, 45 及び 60 µg/ml, 又硫酸イオンでは 8, 20, 40, 60 及び 80 µg/ml を含む標準液を調製し、検量線の直線性（最小自乗法）並びに繰り返し注入による再現性（相対標準偏差）を調べ、結果を Table 2 に示した。各イオン共に相関係数 (r) は

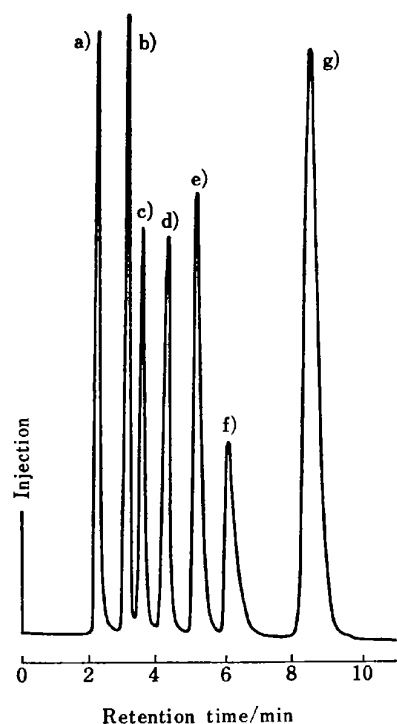


Fig. 2 Typical ion chromatogram of standard mixture

Chromatographic conditions as in Table 1; Concentration of ions ( $\mu\text{g/ml}$ ): a)  $\text{F}^-$  (10), b)  $\text{Cl}^-$  (10), c)  $\text{NO}_2^-$  (15), d)  $\text{PO}_4^{3-}$  (30), e)  $\text{Br}^-$  (30), f)  $\text{NO}_3^-$  (15), and g)  $\text{SO}_4^{2-}$  (40)

Table 2 Precision of ion chromatography based on peak area measurements

| Anion              | Concentration/<br>( $\mu\text{g/ml}$ ) | Linearity ( $y=ax+b$ )† |      |          | Reproducibility      |                             |
|--------------------|----------------------------------------|-------------------------|------|----------|----------------------|-----------------------------|
|                    |                                        | a                       | b    | $r(n=5)$ | ( $\mu\text{g/ml}$ ) | R. S. D., %††<br>( $n=11$ ) |
| $\text{F}^-$       | 2~20                                   | 39.0                    | +1.2 | 0.9998   | 10                   | 0.28                        |
| $\text{Cl}^-$      | 2~20                                   | 41.3                    | -1.0 | 0.9998   | 10                   | 0.48                        |
| $\text{Br}^-$      | 6~60                                   | 18.2                    | -2.3 | 0.9994   | 30                   | 0.55                        |
| $\text{SO}_4^{2-}$ | 8~80                                   | 21.4                    | -1.3 | 0.9997   | 40                   | 0.23                        |

† Regression line— $x$ : Ion concentration ( $\mu\text{g/ml}$ ),  $y$ : Peak area (integrator counts); †† Relative standard deviation

0.999 以上の良好な直線性を示し, 又一定濃度溶液の 11 回の測定による相対標準偏差 (R.S.D., %) は 0.23~0.55 % と満足できる値を示した。

### 3.3 フッ素の定量法の検討

フッ素分析の際, パイレックス製フラスコ中で焼却するとその成分と反応し種々のフッ化物を生じ, このうちテトラフルオロホウ酸イオンは水溶液中でフッ化物イオンを全く解離しないため, 定量値はそれだけ低くなるといわれている<sup>1)</sup>。しかし, その検出及び生成量については不明な点が多い。

そこでパイレックス製及び石英製フラスコを用いて, 高フッ素含有化合物であるダイフロン ( $\text{F}$ : 76.00 %) を分析した。結果を Table 3 に, 又テトラフルオロホウ酸イオン検出のためプレカラム (PAX 1) のみにより分離したクロマトグラムを Fig. 3 に示す。パイレックス製フラスコでは理論値に対して約 4 % 低めの値を示し, 又約 2 % のテトラフルオロホウ酸イオン (フッ素として) が検出された。これに対して, 石英製フラスコではテトラフルオロホウ酸イオンは全く認められず, 分析結果も許容誤差 ( $\pm 0.3$  %) 以内の良好な値を示した。従って, フッ素の分析には石英フラスコを用いることとした。

### 3.4 塩素及び硫黄の定量法の検討

硫黄化合物は焼却後水に吸収され, 溶存酸素などによ

Table 3 Comparison of quartz and Pyrex oxygen flasks in fluorine determination

| Sample                  | Flask† |                        | Found,<br>%†† | Av. Dev.,<br>% | S. D.,<br>% |
|-------------------------|--------|------------------------|---------------|----------------|-------------|
| Difron<br>(F : 76.00 %) | Quartz | F                      | 75.93         | −0.07          | 0.38        |
|                         |        | BF <sub>4</sub>        | n. d.         |                |             |
|                         | Pyrex  | F                      | 72.16         | −3.84          | 0.43        |
|                         |        | BF <sub>4</sub> (as F) | 2.14          |                | 0.39        |
|                         |        | Total                  | 74.30         | −1.70          |             |

† 500 ml oxygen flask used; †† Average of three determinations, sample size: 1.0~1.2 mg

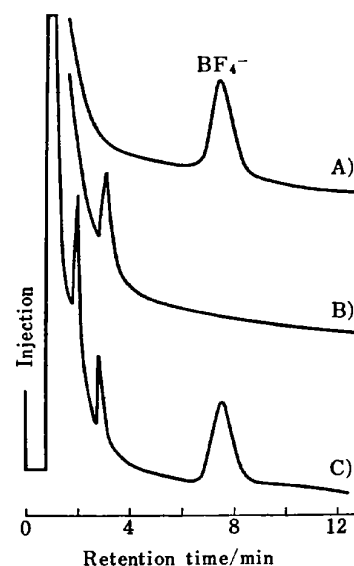


Fig. 3 Ion chromatograms of organic fluorine compound after oxygen flask combustion

Analytical column: PAX 1 (50 mm $\times$ 4.6 mm i. d.); Other conditions as in Table 1; A) Standard solution,  $\text{BF}_4^-$  (2.0  $\mu\text{g/ml}$ ); B) By using quartz flask, difron 1.13 mg; C) By using pyrex flask, difron 1.23 mg

り酸化されて硫酸イオンとなるが、一部は亜硫酸イオンとして共存するので一般に過酸化水素の添加により酸化を完全に行っている。しかし、IC では試料液中の過酸化水素濃度が高いとフッ化物及び塩化物イオンのピークに近接してディップピークが現れるので、必要最小限の添加が望まれる。硫黄及び塩素含有化合物を用いて吸収液中の過酸化水素の濃度による影響を調べた結果を Table 4 に示す。

Table 4 Effect of hydrogen peroxide concentration on the determination of sulfur and chlorine in organic compounds

| Sample                                          | 1 % H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> added/ $\mu$ l | Found†, % | Av. Dev., % | S. D., % |
|-------------------------------------------------|--------------------------------------------------|-----------|-------------|----------|
| Sulfathiazole<br>(S: 25.11 %)                   | none                                             | 13.85     | -11.26      | 1.45     |
|                                                 | 10                                               | 18.82     | - 6.29      | 0.91     |
|                                                 | 20                                               | 19.90     | - 5.21      | 1.37     |
|                                                 | 50                                               | 25.21     | + 0.11      | 0.27     |
|                                                 | 100                                              | 25.15     | + 0.04      | 0.10     |
|                                                 | 200                                              | 25.14     | + 0.03      | 0.06     |
| <i>m</i> -Dinitrochlorobenzene<br>(Cl: 17.50 %) | none                                             | 17.51     | + 0.01      | 0.08     |
|                                                 | 100                                              | 17.58     | + 0.08      | 0.18     |

† Average of three determinations, sample size: 2.8~3.1 mg

水のみを吸収液とした場合、スルファチアゾールでは硫黄の理論値 25.1 % に対して分析値は 13.9 % と著しく低い値を示し、クロマトグラム上においても臭化物と硝酸イオンとの間に亜硫酸イオンのピークが観察された。一方、1 % 過酸化水素水 50  $\mu$ l 以上の添加により分析値は理論値によく一致することから、その 100  $\mu$ l を添加することとした。この程度の添加量であれば塩素の定量にほとんど妨害とならないので、硫黄と併せて塩素の同時分析が可能となった。

### 3.5 臭素の定量法の検討

臭素化合物は焼却及び吸収により臭化物イオン、遊離臭素及びより酸化の進んだ臭素酸イオンの生成が考えられる。特に臭素酸イオンについては低温灰化法<sup>14)</sup>及びフラスコ燃焼法<sup>15)</sup>においてもその生成が示唆されている。又、吸収液には遊離臭素の還元のためにヒドラジンの添加が推奨されている<sup>11)</sup>。硫黄分析に酸化剤として用いた過酸化水素は酸化と還元の一作用をもっているため、遊離臭素の還元にも有効であるならば吸収液の統一と簡易化を図ることが期待できる。そこで数種の臭素化合物を用いて過酸化水素の添加による影響を調べ、それらの結果を Table 5 に示した。又、測定時に臭素酸イオンの検出も併せて行ったのでクロマトグラムを Fig. 4 に示した。

Table 5 Effect of hydrogen peroxide addition on the determination of bromine in organic compounds

| Sample                                                             | 1 % H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> added/ $\mu$ l | Calcd., % | Found†, % | Av. Dev., % | S. D., % |
|--------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------|-----------|-----------|-------------|----------|
| C <sub>13</sub> H <sub>9</sub> ONClBr                              | none                                             | 25.73     | 25.59     | - 0.14      | 0.23     |
|                                                                    | 100                                              |           | 25.68     | - 0.05      | 0.12     |
| C <sub>19</sub> H <sub>10</sub> O <sub>5</sub> SBr <sub>4</sub> †† | none                                             | 47.71     | 46.22     | - 1.49      | 1.41     |
|                                                                    | 100                                              |           | 47.74     | + 0.03      | 0.11     |
| C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> Br <sub>6</sub> †††                  | none                                             | 85.99     | 57.35     | -28.64      | 1.86     |
|                                                                    | 100                                              |           | 85.85     | - 0.14      | 0.19     |

† Average of three determinations, sample size: 2.0~3.2 mg;

†† Bromophenol blue; ††† Hexabromocyclohexane

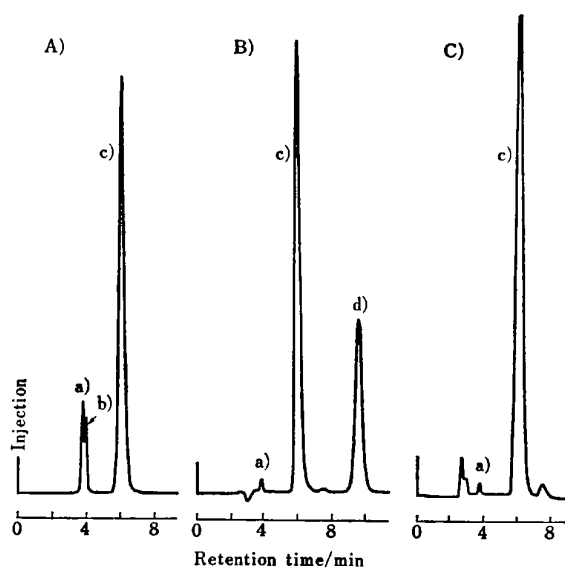


Fig. 4 Ion chromatograms of organic bromine compounds after oxygen flask combustion

Chromatographic conditions as in Table 1; A) Standard mixture ( $\mu$ g/ml): Cl<sup>-</sup> (2.0), BrO<sub>3</sub><sup>-</sup> (10), and Br<sup>-</sup> (50); B) Bromophenol blue: 3.07 mg; C) Hexabromocyclohexane: 2.15 mg; Peaks: a) Cl<sup>-</sup>, b) BrO<sub>3</sub><sup>-</sup>, c) Br<sup>-</sup>, and d) SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>

水のみを吸収液とした場合、ヘキサブロモシクロヘキサンでは -29 % と極めて低い分析値を示したが、過酸化水素の添加により理論値によく一致した。他の 2 化合物では無添加においても比較的良好な値を示しているが、これは同時に生成した亜硝酸又は亜硫酸イオンが遊離臭素の還元に寄与しているものと考えられる。又、臭素酸イオンについてはクロマトグラムからも明らかのように、本条件下での生成は認められず、分析上極めて好ましい結果となった。

### 3.6 有機化合物中の同時多元素分析

有機化合物中に塩素及び硫黄を含む試料は比較的多く、IC により同時測定した例も数例見られる<sup>12)</sup>。そこ

Table 6 Simultaneous determination of halogens and sulfur in organic compounds

| Sample                                                                                                              | Sample wt./mg | n |    | Calcd., % | Found, % | Av. Dev., % | S. D., % |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------|---|----|-----------|----------|-------------|----------|
| Homosulfamine                                                                                                       | 2.3~3.2       | 5 | Cl | 15.92     | 15.91    | -0.01       | 0.17     |
|                                                                                                                     |               |   | S  | 14.40     | 14.45    | +0.05       | 0.06     |
| Bromophenol Blue                                                                                                    | 2.6~3.2       | 5 | Br | 47.71     | 47.73    | +0.02       | 0.09     |
|                                                                                                                     |               |   | S  | 4.79      | 4.81     | +0.02       | 0.04     |
| Dichlorofluamide<br>(C <sub>9</sub> H <sub>11</sub> O <sub>2</sub> N <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> S <sub>2</sub> F) | 2.2~3.0       | 5 | F  | 5.70      | 5.76     | +0.06       | 0.07     |
|                                                                                                                     |               |   | Cl | 21.28     | 21.37    | +0.09       | 0.19     |
|                                                                                                                     |               |   | S  | 19.24     | 19.24    | 0           | 0.13     |
| C <sub>13</sub> H <sub>9</sub> ONFBr                                                                                | 2.5~3.2       | 5 | F  | 6.46      | 6.51     | +0.05       | 0.10     |
|                                                                                                                     |               |   | Br | 27.16     | 27.15    | -0.01       | 0.12     |
| C <sub>13</sub> H <sub>9</sub> ONClBr                                                                               | 2.6~3.2       | 5 | Cl | 11.42     | 11.48    | +0.06       | 0.12     |
|                                                                                                                     |               |   | Br | 25.73     | 25.71    | -0.02       | 0.09     |

で本報では, 数種のハロゲン及び硫黄を含むより複雑な試料にも適用し, 得られた結果を Table 6 に示した.

分析値はいずれも元素分析の許容誤差以内であり, 又標準偏差も 0.2% 以内の満足できるものであった. これらの結果から, 本法は従来法と同等の精度及び所要時間で分析が可能であり, 特に従来困難であった多元素の同時定量には極めて有用な手段であることが分かった.

終わりに, 本研究に対して有益な御助言をいただいた当研究所中村皖一並びに高萩英邦両博士に感謝します.

(1978 年 10 月, 日本分析化学会)  
(第 27 年会において一部発表)

## 文 献

- 1) 日本公定書協会編: “第 10 改正日本薬局方解説書”, B-97 (1981), (廣川書店).
- 2) 小野江敏浩, 島田 潜: 三共(株)研究所年報, **17**, 82 (1965).
- 3) 小野菊繁, 島田 潜, 山室マサ: 三共(株)研究所年報, **18**, 51 (1966).
- 4) 島田 潜, 小野菊繁, 河田克朗: 三共(株)研究所年報, **21**, 40 (1969).
- 5) 島田 潜, 窪山和男, 小野菊繁, 河田克朗: 三共(株)研究所年報, **31**, 73 (1979).
- 6) H. Small, T. S. Stevens, W. C. Bauman: *Anal. Chem.*, **47**, 1801 (1975).
- 7) Y. Hanaoka, T. Murayama, S. Muramoto, T. Matsuura, A. Nanba: *J. Chromatogr.*, **239**, 537 (1982).
- 8) J. F. Colaruotolo, R. S. Eddy: *Anal. Chem.*, **49**, 884 (1977).
- 9) F. Smith, Jr., A. McMurtrie, H. Galbraith: *Microchem. J.*, **22**, 45 (1977).
- 10) K. L. Evans, C. B. Moore: *Anal. Chem.*, **52**, 1908 (1980).
- 11) H. Saitoh, K. Oikawa: *Bunseki Kagaku*, **31**, E375 (1982).
- 12) 菅 正巳, 大西功一, 新谷元章: 薬誌, **104**, 763 (1984).
- 13) 長島 潜, 窪山和男, 小野菊繁: 三共(株)研究所年報, **35**, 59 (1983).
- 14) 穂積啓一郎, 北村桂介, 西川孝子: 日本分析化学会第 32 年会講演要旨集, p. 883 (1983).

- 15) 米森重明, 能代 誠: 旭硝子研究所報告, **31**, 17 (1981).

☆

**Simultaneous multi-elementary analysis of fluorine, chlorine, bromine, and sulfur in organic compounds by ion chromatography.** Hisomu NAGASHIMA, Kazuo KUBOYAMA, and Kikushige ONO (Analytical and Metabolic Research Laboratories, Sankyo Co., Ltd., 1-2-58, Hiro-machi, Shinagawa-ku, Tokyo, 140)

A method for microdetermination of fluorine, chlorine, bromine and sulfur in organic compounds by using a oxygen combustion flask and ion chromatography (IC) was studied. One to 8 mg organic samples were decomposed in the presence of oxygen in a 500 ml quartz flask for fluorine analysis, and a pyrex flask for chlorine, bromine, and sulfur analysis. The combustion products were absorbed in 20 ml of distilled water for fluorine and 20 ml of water containing 100  $\mu$ l of 1% hydrogen peroxide solution for other elements. After standing, 5 ml of 20 mM Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>/20 mM NaHCO<sub>3</sub> solution was added into absorbed solution. This solution was injected into a chromatograph (Yokogawa Hokushin Electric Works, model IC 100) equipped with anion analytical column (PAX 1 and SAX 1), cation exchange membrane suppressor and conductivity monitor, and a 4 mM Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>/4 mM NaHCO<sub>3</sub> solution was used as a mobile phase. Calibration curves in peak area constructed from the sodium salts of four anions (F<sup>-</sup>, Cl<sup>-</sup>, Br<sup>-</sup>, and SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>) were linear over a wide range and presented good reproducibility. Single or simultaneous determinations of fluorine, chlorine, bromine, and sulfur in organic compounds resulted within an error of  $\pm 0.3\%$ , which is comparable with those attainable in conventional elementary microanalysis. This method when applied to simultaneous multi-elementary analysis is considered powerful.

(Received October 27, 1984)

## Keyword phrases

simultaneous multi-elementary analysis of fluorine, chlorine, bromine, and sulfur in organic compounds; ion chromatography; oxygen flask combustion; organic elementary microanalysis.