

イオンクロマトグラフィーによる 燃料エタノール中塩化物イオン，硫酸イオンの分析

Determination of Chloride and Sulfate in Fuel Ethanol by Ion Chromatography

近年、代替燃料として燃料用エタノールに大きな注目が集まっています。自動車用燃料としてはガソリンと混合して用いられています。

燃料エタノール中に塩化物イオンや硫酸イオンが存在すると、エンジン中で残渣を形成しエンジンの機能低下を引き起こすことが知られています。

「ASTM D4806-08a」(米国材料試験協会規格)では、燃料エタノールに関する規格が定められており、

「ASTM D7319-07」では、イオンクロマトグラフィーによる燃料エタノール中塩化物イオンおよび硫酸イオンの分析法が収載されています。

ここでは、この分析法を参考としたサプレッサ方式イオンクロマトグラフ “Prominence HIC-SP” による分析例についてご紹介します。

T.Hoshi

標準試料の分析

Analysis of Standard Solution

「ASTM D4806-08a」はガソリンと混合し自動車燃料として使用される燃料エタノールについての規格で、燃料エタノール中に含まれる塩化物イオン濃度を40 mg/kg (32 mg/L) 以下、硫酸イオン濃度を4 mg/kg以下と定められています。

「ASTM D7319-07」収載のイオンクロマトグラフィーによる分析法では、燃料エタノールをサプレッサ方式

イオンクロマトグラフに直接注入して分析を行いますが、標準溶液は超純水に塩化ナトリウムと硫酸ナトリウムをそれぞれ溶解させて調製します。

Fig.1に、塩化物イオンおよび硫酸イオン標準液(各10 mg/L)のクロマトグラムを示します。また、Table 1に今回の分析条件を示します。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Instrument	: Prominence HIC-SP
Column	: Shim-pack IC-SA2 (250 mm L. × 4.6 mm I.D.)
Guard Column	: Shim-pack IC-SA2(G) (10 mm L. × 4.6 mm I.D.)
Mobile Phase	: 12 mmol / L Sodium hydrogencarbonate 0.6 mmol / L Sodium carbonate
Flow Rate	: 1.0 mL / min
Column Temp.	: 30 °C
Injection Vol.	: 20 μL
Detection	: CDD-10A _{SP} (Suppressor)

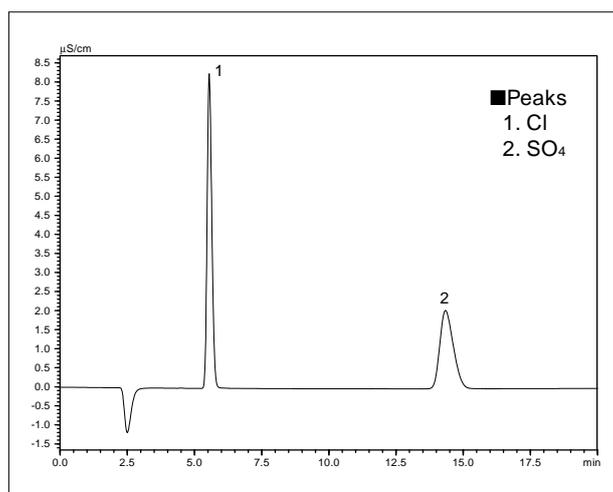


Fig.1 塩化物イオン 硫酸イオン標準液のクロマトグラム(各10 mg / L)
Chromatogram of a Standard Mixture of Chloride and Sulfate
(10 mg / L each)

直線性

Linearity

Fig.2に、塩化物イオン、硫酸イオン各0.1 mg/L ~ 20 mg/Lの範囲での検量線を示します。塩化物イオン、硫酸イオンともに、寄与率 (R^2) 0.999以上となり、良好な直線性が得られました。

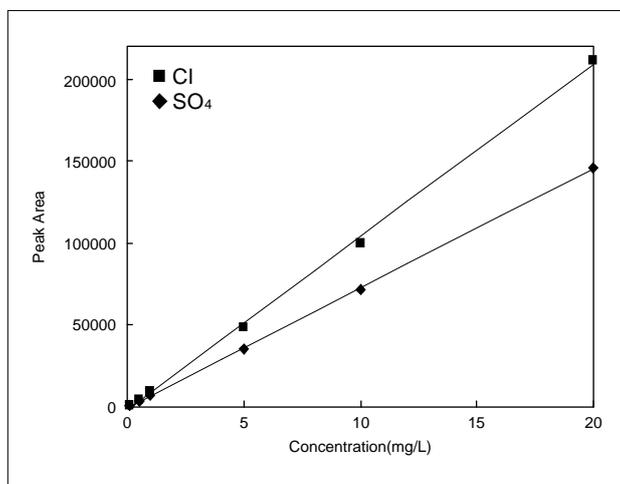


Fig.2 検量線
Calibration Curve

前処理

Sample Preparation

「ASTM7319-07」では、燃料エタノールについて以下の2項目の分析が定められています。

燃料エタノールを前処理なしで直接注入し硫酸イオンと塩化物イオンを分析する。

酸化剤存在下、硫酸イオンに酸化される硫黄化合物の総量を分析する。

上記 についての前処理方法をFig.3に示します。

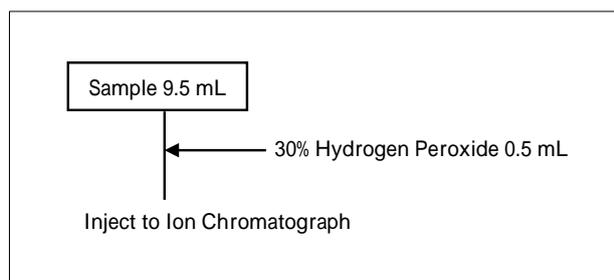


Fig.3 前処理
Sample Preparation

エタノール中塩化物イオンおよび硫酸イオンの分析

Analysis of Chloride and Sulfate in Ethanol

Fig.4に、市販エタノールに塩化物イオンおよび硫酸イオン標準液を添加して調製した試料の分析例を示します。

(上記分析項目)

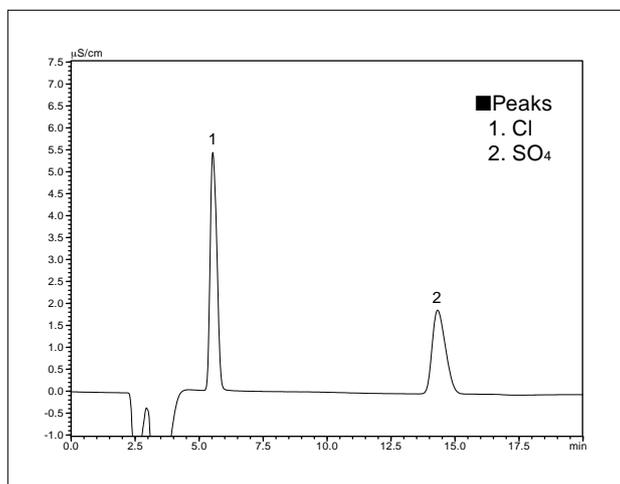


Fig.4 エタノールのクロマトグラム(各10 mg/L添加)
Chromatogram of Ethanol Sample
(Spiked at 10 mg / L each)

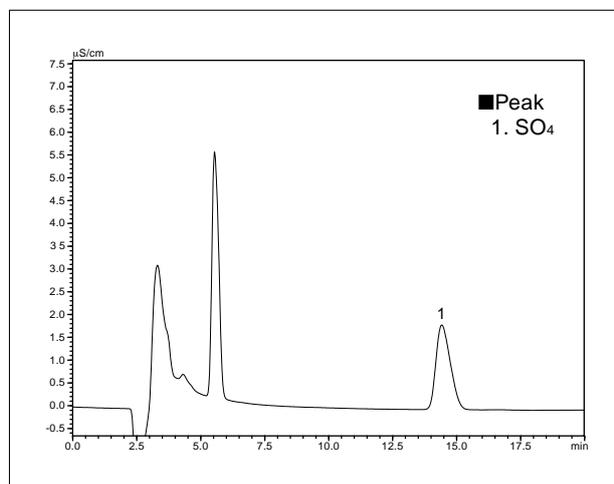


Fig.5 過酸化水素処理エタノールのクロマトグラム(各10 mg/L添加)
Chromatogram of Ethanol Sample After Oxidation
by Hydrogen Peroxide (Spiked at 10 mg / L each)

【参考文献】

- 1) ASTM D 4806-08a : Standard Specification for 4806 Denatured Fuel Ethanol for Blending with Gasolines for Use as Automotive Spark-Ignition Engine Fuel
- 2) ASTM D 7319-07 : Standard Test Method for Determination of Total and Potential Sulfate and Inorganic Chloride in Fuel Ethanol by Direct Injection Suppressed Ion Chromatography

初版発行：2009年3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。