

# Application News

## No. G291

ガスクロマトグラフィー

### Nexis GC-2030 を用いたベンゼン中のチオフェン分析

チオフェンなどの硫黄成分は、燃焼時に硫酸化物を発生させる原因となり、また触媒の被毒成分として知られており、微量であっても影響を及ぼすことから、石油の品質管理などで高感度分析が要求されています。チオフェンは石油精製工程においてベンゼンと共に溶出するため、ベンゼン中の不純物チオフェンを分析する規格が JIS や ASTM にて定められています\*1。

新型ガスクロマトグラフ Nexis GC-2030 に搭載されている蛍光光度検出器 FPD-2030 はノズル形状の最適化とデュアルフォーカスシステムの更なる進化により、世界最高レベルの感度を実現しました\*2。石油製品中の硫黄分析などにおいて、高感度で安定した測定を提供します。

本稿では、FPD-2030 を搭載した新型ガスクロマトグラフ Nexis GC-2030 による、ベンゼン中チオフェンの分析例をご紹介します。

E. Kobayashi, Y. Nagao

\*1 JIS は比色法、ASTM は GC 法を採用しています。

\*2 2017 年 5 月現在。

#### 装置構成と分析条件

本分析の装置構成と分析条件について、表 1 に示します。

| 表 1 GC 分析条件            |   |
|------------------------|---|
| Model                  | : Nexis GC-2030 / AOC-20i                                 |
| Injection Mode         | : 全量注入 (WBI)  |
| Injection Volume       | : 1 $\mu$ L   |
| Injection Temperature  | : 200 $^{\circ}$ C  |
| Column                 | : SH-Stabiliwax (0.53 mm I.D. x 30 m, d.f. = 2.0 $\mu$ m) |
| Column Temperature     | : 75 $^{\circ}$ C (7 min) Total 7 min                     |
| Purge Gas              | : 3 mL/min (He)   |
| Carrier Gas            | : He (99.999 %)   |
| Carrier Gas Controller | : 全流量 10 mL/min(He)                                       |
| Detector               | : 蛍光光度検出器 FPD-2030 (S)                                    |
| Detector Temperature   | : 230 $^{\circ}$ C  |
| Detector Gas           | : H <sub>2</sub> : 40 mL/min, Air: 60 mL/min              |

#### 分析結果

チオフェンをベンゼンで希釈しチオフェン濃度が 0.1~10 ppm となるように、試料を調製しました。0.1 ppm チオフェン溶液を 1  $\mu$ L 注入し、得られたクロマトグラムを図 1 に示しました。このとき、SN 比=16 であり、0.1 ppmn のベンゼン中チオフェンが検出可能であると分かりました。また、0.1~10 ppm の範囲で検量線を作成した結果を図 2 に示しました。0.1~10 ppm の範囲で良好な直線性が得られました。参考として、図 3 に 1 ppm のチオフェン溶液を 6 回連続分析し、重ね合わせたクロマトグラムと、表 2 に面積値と % RSD を示しました。

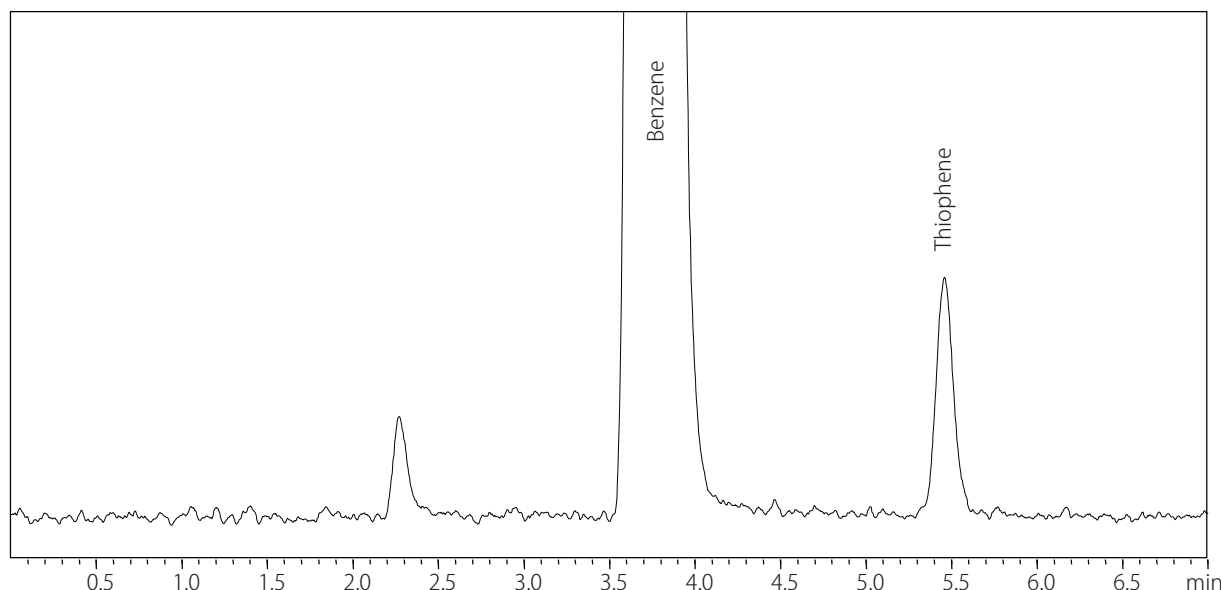
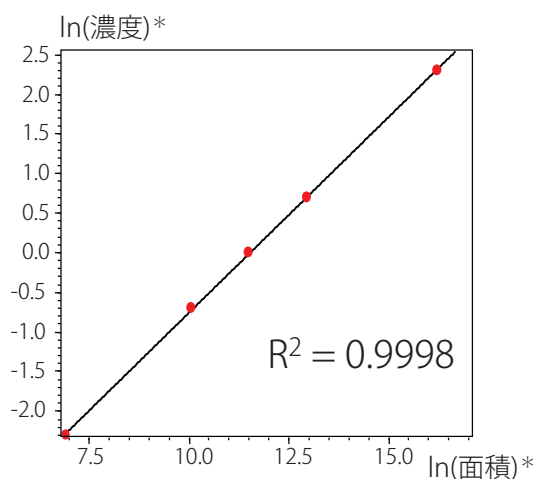


図 1 0.1 ppm ベンゼン中チオフェンのクロマトグラム



\* FPDによる硫黄分析では出力が硫黄濃度の2乗に比例するため、濃度と面積の自然対数をプロットしています

図2 ベンゼン中チオフェンの検量線

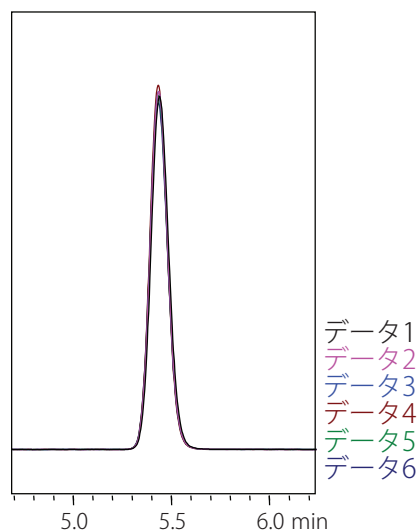


図3 1 ppm ベンゼン中チオフェンの繰り返し分析クロマトグラム (6回連続分析重ね合わせ)

表2 1 ppm チオフェン面積値 ( $\mu V \times sec$ ) の再現性

|       | 1     | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     | Ave.  | RSD% |
|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|------|
| チオフェン | 97646 | 98126 | 97901 | 99524 | 97693 | 96797 | 97948 | 0.91 |

注) 再現性の値は参考値であり、保証値ではありません。