

# Application News

## No. G307

ガスクロマトグラフィー

### Nexis™ SCD-2030 を用いた、ASTM D7011 に準拠したベンゼン中微量チオフェンの分析

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なることから石油の品質管理などで高感度の分析が要求されています。ガスクロマトグラフィーを用いた分析例として、アプリケーションニュース No. G291 では、炎光光度検出器 (FPD) を用いた分析をご紹介しました。

ASTM D7011 では、ガスクロマトグラフィーの検出器として、化学発光硫黄検出器 (SCD) を用いて、ベンゼン中における 0.03 mg/kg 程度の、GC-FPD 法よりも微量のチオフェンを分析する方法が紹介されています。

新型化学発光硫黄検出システム Nexis SCD-2030 (図 1) は世界最高レベルの感度と安定性を示す、硫黄化合物種の選択的高感度検出システムです。本稿では Nexis SCD-2030 を用いて、ASTM D7011 に準拠したベンゼン中チオフェンの高感度分析例をご紹介します。

Y. Nagao



図 1 Nexis™ SCD-2030

#### 装置構成および分析条件

表 1 に装置構成および分析条件を示します。GC 分析条件は ASTM D7011 に準拠しました。

表 1 装置構成および分析条件

Main Unit	: Nexis GC-2030/AOC-20i plus
Column	: SH-Rtx™-WAX (30 m×0.32 mm I.D., df=1 μm)
Detector	: SCD-2030
Injection Volume	: 1 μL
Injection Mode	: Split
Split Ratio	: 1:5
Injection Unit Temp.	: 125 °C
Carrier Gas	: He
Carrier Gas Control	: Constant Column Flow Mode (2.00 mL/min)
Column Temp.	: 40 °C (2 min)-10 °C/min-100 °C (1 min)
Interface Temp.	: 200 °C
Furnace Temp.	: 850 °C
Detector Gas	: H <sub>2</sub> 100 mL/min, N <sub>2</sub> 10 mL/min, O <sub>2</sub> 12 mL/min, O <sub>3</sub> 25 mL/min

#### 微量チオフェンの分析

チオフェンをチオフェンフリーベンゼンで希釈し、濃度 10~1000 ppb(v/v)\*1 の標準溶液を調製しました。

図 2 に、チオフェン 10 ppb、50 ppb およびチオフェンフリーベンゼン、高純度ベンゼンにおいて、チオフェン溶出位置を拡大し、比較したクロマトグラムを示しました。図 2 で示した通り、高純度ベンゼンには数 ppb のチオフェンが含まれることがあり、数十 ppb 程度の微量チオフェンを分析する際には、チオフェンフリーのベンゼンが必要です。

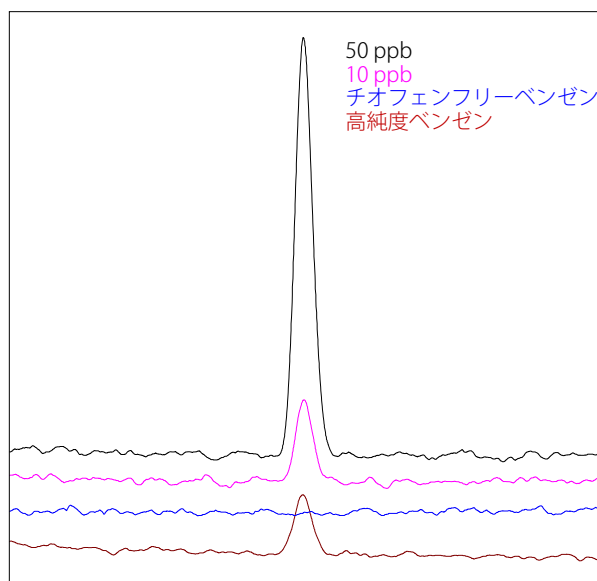


図 2 微量チオフェンと各種ベンゼンにおけるチオフェン溶出位置の比較 (高純度ベンゼンのみ別日の測定、比較のため RT を合わせました)

\*1 1000 ppb(v/v)≒1.2 mg/kg

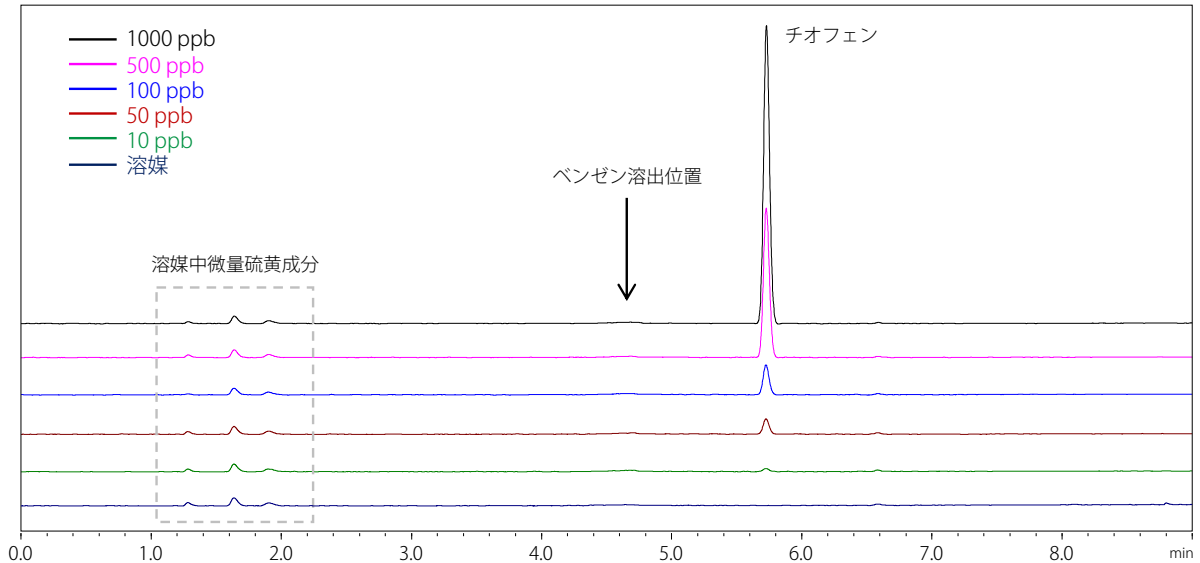


図3 チオフェン標準溶液（10～1000 ppb）および溶媒（チオフェンフリーベンゼン）のクロマトグラム比較

## ■ 標準試料の分析

標準溶液を分析した結果を図3に示しました。ここではクロマトグラム比較のため、ベースラインをシフトしています。なお、本分析で使用したチオフェンフリーベンゼンには、保持時間1～2 minに溶出する微量硫黄成分が含まれていました。

表2にn=6で分析した際の保持時間、面積値の再現性(RSD%)とS/Nの平均値をまとめました。10 ppbのチオフェンでS/N=5.37の感度が確認されました。ここで、定量下限をS/N=10とすると、本分析の定量下限は約18 ppbと計算できます。このことから、本分析システムは、ASTM D7011に記述された0.03 mg/kg(≒25 ppb(v/v))よりも低濃度のチオフェンまで定量できる感度をもつことが分かりました。

図4にこれらの標準試料から得られた検量線を示しました。R<sup>2</sup>値は0.9999以上であり、良好な直線性が得られました。アプリケーションニュースNo.G291で紹介したGC-FPDでは、その検出原理上、硫黄化合物の濃度—面積の両対数を用いて直線の検量線を作成します。一方、SCDでは硫黄化合物の濃度—面積の実数値で直線の検量線を作成することができます。

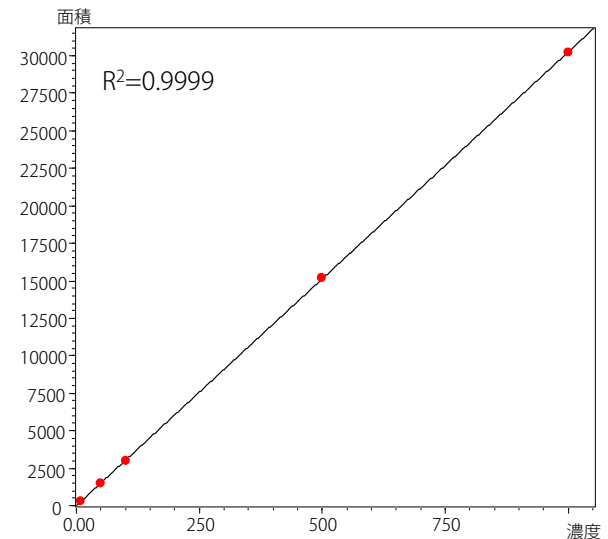


図4 チオフェンの検量線（10-1000 ppb）

表2 n=6における保持時間および面積値の再現性およびS/Nの平均値

濃度 (ppb)	保持時間 RSD (%)	面積値 RSD (%)	S/N 平均値
10	0.027	9.47	5.37
50	0.006	0.58	30.0
100	0.015	0.39	57.9
500	0.011	0.57	280
1000	0.013	0.51	544

## ■ まとめ

新型化学発光硫黄検出システム Nexis SCD-2030 を用いて、ASTM D7011 に準拠したベンゼン中微量チオフェンの分析を行いました。

Nexis SCD-2030 は世界最高レベルの感度と安定性を持っており、本分析においても良好な感度と再現性、直線性を示しました。本システムを用いることによって、ASTM D7011の分析を実現できることが確認できました。

Nexis は、株式会社 島津製作所の日本およびその他の国における商標です。  
Rtx は、Restek Corporation の米国およびその他の国における商標または登録商標です。

**株式会社 島津製作所** 分析計測事業部  
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2019年5月  
島津コールセンター ☎0120-131691  
(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。