

Application News

No. G291A

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、燃焼時に硫黄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 に搭載されている炎光光度検出器 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 μ L
Injection Temperature	: 200 $^{\circ}$ C
Column	: SH-PolarWax (0.53 mm I.D. x 30 m, d.f. = 2.0 μ m) ^{*1}
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	: 炎光光度検出器 FPD-2030 (S)
Detector Temperature	: 230 $^{\circ}$ C
Detector Gas	: H ₂ : 40 mL/min, Air: 60 mL/min

*1 P/N : 227-36258-01

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 μ 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。

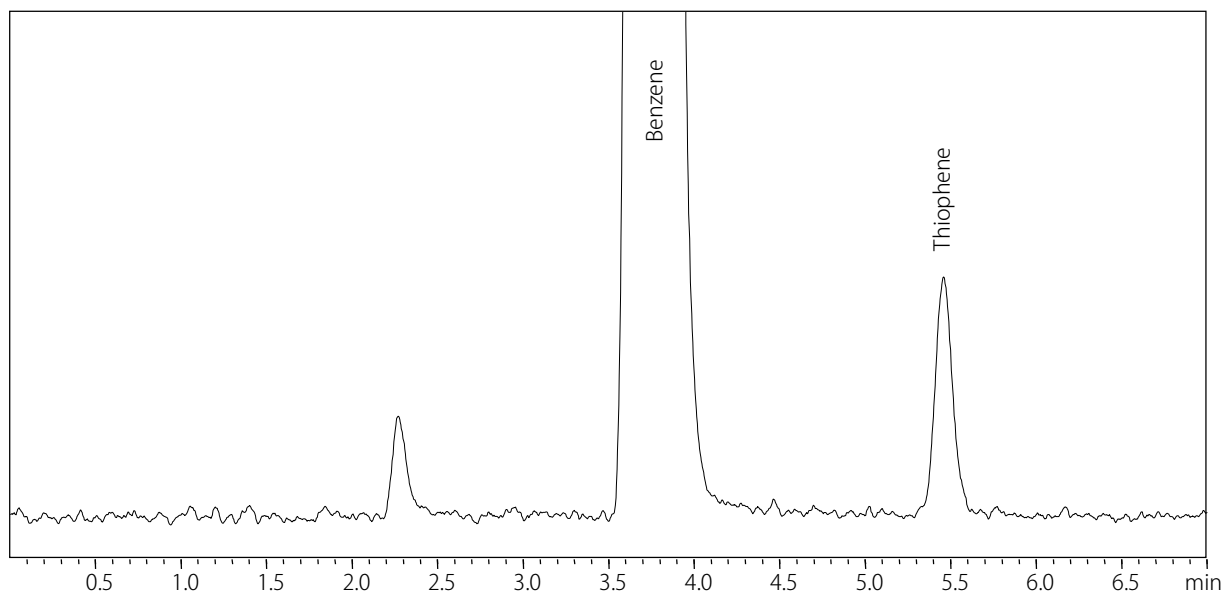
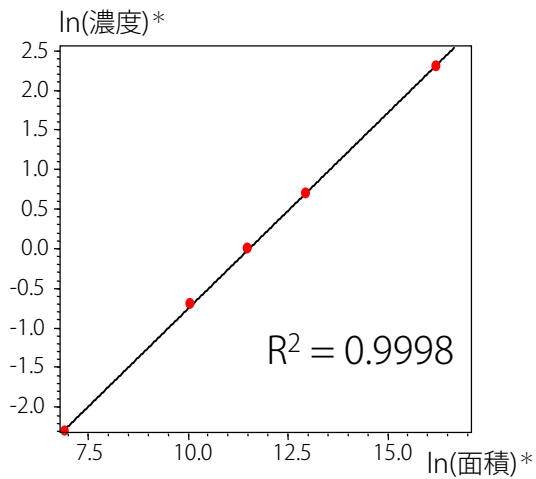


図 1 0.1 ppm ベンゼン中チオフェンのクロマトグラム



* 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

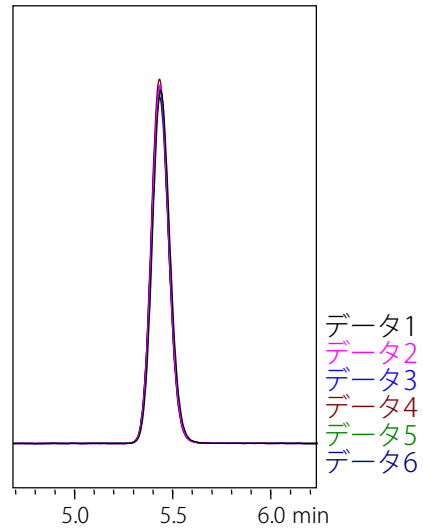


図3 1 ppm ベンゼン中チオフェンの繰り返し分析クロマトグラム (6回連続分析重ね合わせ)

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。