SHIMADZU APPLICATION NEWS
島津アプリケーションニュース
LAAN-A-XR042A
●X線分析
X-RAY ANALYSIS
No.X242A

オイル中の硫黄およびその他の元素の定量分析

EDXRF Analysis of Sulfur and other elements in Oil

大気汚染や酸性雨の原因となる燃料油中の硫黄成分の濃度は，各国で法律によって規制されていますが，近年，環境問題への関心の高まりとともに厳しくなりつつあります。

ここでは，簡単な操作で分析が可能な蛍光X線分析装置EDX-720を用いて，硫黄の検出下限値および定量下限値を求めました。

エネルギー分散型蛍光X線分析装置は，Na（原子番号11）～U（原子番号92）の多元素一斉分析が可能です。

次に応用例として，市販のオイル標準試料［Conostan S-21］中の元素を一斉分析し，各元素の検出下限値を求めました。

S. Watanabe　T. Nakao

■標準試料
Standard

MBH社製オイル標準試料

硫黄分　0，10，25，50，100，200，300 ppm

■前処理
Sample Preparation

試料約6 mLを厚さ5 μmのポリプロピレンフィルムを張った試料容器に入れて分析しました。

試料の写真をFig.1に示します。

Fig. 1　オイル標準試料
Oil Standard Sample

■検量線
Calibration Curve

He雰囲気下と大気雰囲気下による硫黄の検量線をFig. 2に示します。分析線は，SKα線を用いました。

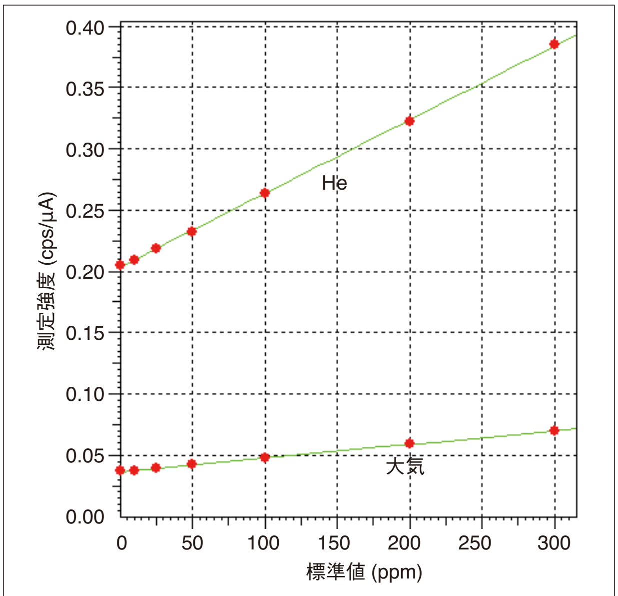

Fig. 2　硫黄の検量線［He，大気］
Calibration Curve of S

■検量線・検出下限値・定量下限値
Calibration Curve, Lower Limits of Detection and Lower Limits of Quantification

Fig.2の検量線から計算した硫黄の検出下限値と定量下限値をTable 1に示します。

Table 1　硫黄の検出下限値と定量下限値
Lower Limits of Detection and Lower Limits of Quantification for S

測定雰囲気	He	大気
スペクトル	SKα	SKα
検出下限（3 σ）	5.9 ppm	13.0 ppm
定量下限（10 σ）	19.9 ppm	43.6 ppm

■定性プロファイル
Results of Qualitative-Quantitative Analysis

200 ppmの定性プロファイルをFig.3に示します。分析条件をTable 2に示します。

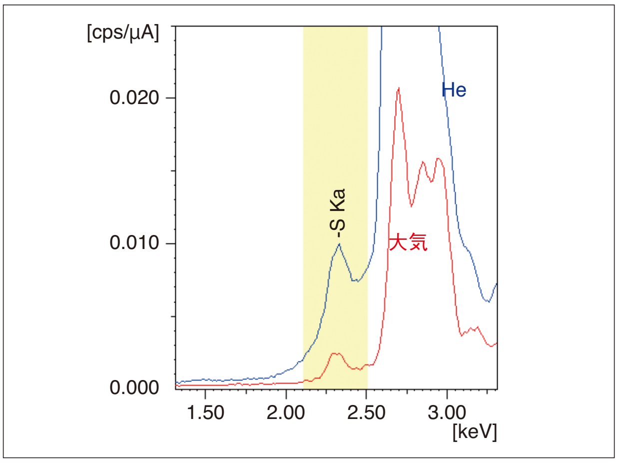

Fig. 3　硫黄のプロファイル［大気，He］
Profile of S (200ppm)

Table 2　分析条件
Analytical Conditions

Instrument	: EDX-720
X-ray Tube	: Rh target
Filter	: Without
Voltage-Current	: 15 kV- (Auto) μA
Atmosphere	: He, Air
Measurement Diameter	: 10 mmϕ
Measurement Time	: 300 sec
Dead time	: Max 40 %

Conostan S-21の定量分析

標準試料［Conostan S-21］の定性分析を行い，検出下限値を計算しました。

■試料
Sample

Conostan S-21 100 ppm

■元素
Elements

Al，Si，P，Ca，Ti，V，Cr，Mn，Fe，Ni，Cu，Zn，Mo，Ag，Cd，Sn，Pb

■前処理
Sample Preparation

試料約6 mLを厚さ5 µmのポリプロピレンフィルムを張った試料容器に入れて分析しました。

試料の写真をFig. 4に示します。

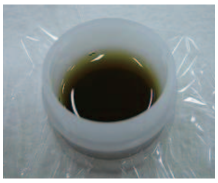

Fig. 4　Conostan S-21 100ppm

■定性プロファイル
Qualitative Profile

Conostan S-21の定性分析結果をFig. 5に示します。

Table 3　検出下限値
Lower Limits of Detection

元素	分析線	検出下限値 (ppm)	1次フィルタ	雰囲気
$_{13}$Al	Kα	31.0	―	He
$_{14}$Si	Kα	19.0	―	He
$_{15}$P	Kα	12.8	―	He
$_{20}$Ca	Kα	2.9	#1	He
$_{22}$Ti	Kα	1.9	#1	大気
$_{23}$V	Kα	2.1	#1	大気
$_{24}$Cr	Kα	2.0	#1	大気
$_{25}$Mn	Kα	3.3	#2	大気
$_{26}$Fe	Kα	2.4	#2	大気
$_{28}$Ni	Kα	2.2	#3	大気
$_{29}$Cu	Kα	1.6	#3	大気
$_{30}$Zn	Kα	1.3	#3	大気
$_{42}$Mo	Kα	1.9	#3	大気
$_{47}$Ag	Kα	1.8	#4	大気
$_{48}$Cd	Kα	2.3	#4	大気
$_{50}$Sn	Kα	3.6	#4	大気
$_{82}$Pb	Lα	1.2	#3	大気

*検出下限L.L.D.の計算式

$$L.L.D = 3 \times \frac{C}{Inet} \times \sqrt{Iback}$$

C：標準値 (ppm)
Inet：Net強度 (Counts)
Iback：バックグラウンド強度 (Counts)

■検出下限値
Lower Limits of Detection

定性分析した結果から計算される各元素の検出下限値をTable 3に示します。この結果より，重元素では大気中でppmレベルが検出できることがわかります。

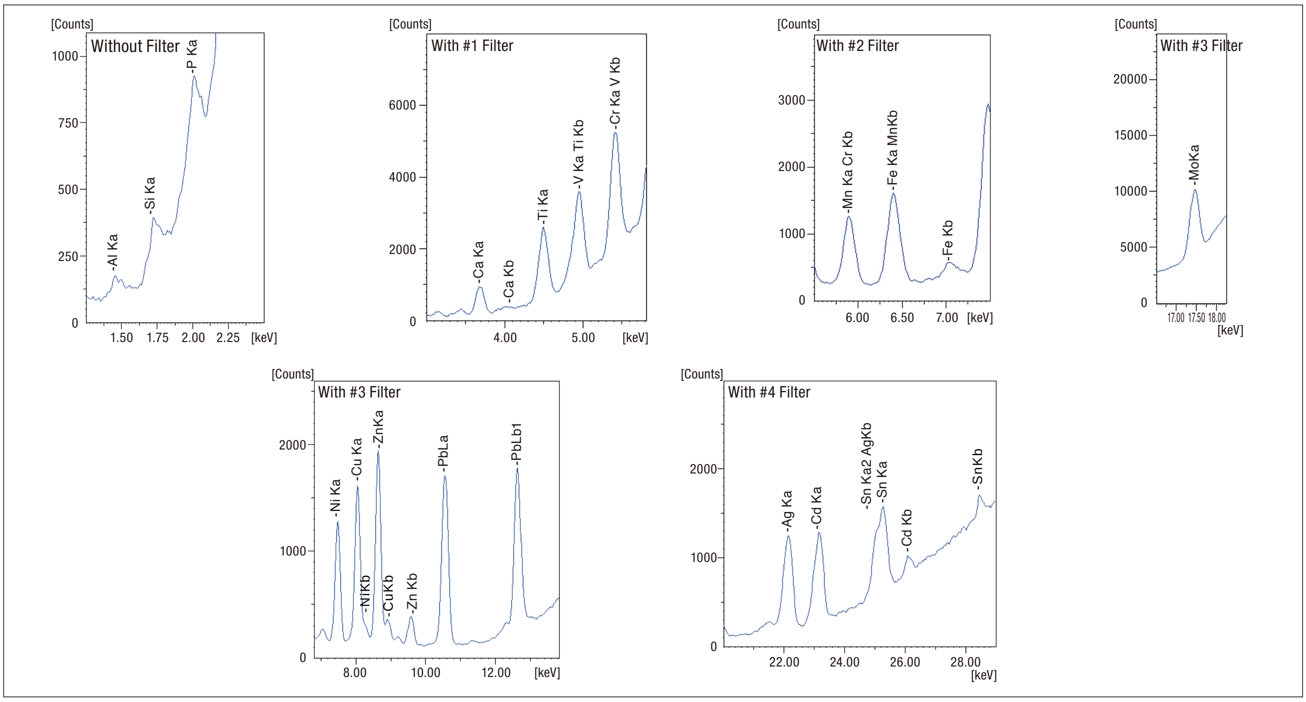

Fig. 5　Conostan S-21 の定性分析結果
Qualitative Analysis of Standard Oil, Conostan S-21

Table 4　分析条件（定性分析）
Analytical Conditions

Instrument：EDX-720
X-ray Tube：Rh target
Filter：Without [Al, Si, P], Filter#1 [Ca, Ti, V, Cr], Filter#2 [Mn, Fe] Filter#3 [Mo, Ni, Cu, Zn, Pb], Filter#4 [Ag, Cd, Sn]
Dead time：Max 40 %
Voltage-Current：Al, Si, P, Ca, Ti, V, Cr : 15kV-(Auto) µA
Mn, Fe, Mo, Ni, Cu, Zn, Pb, Ag, Cd, Sn : 50kV-(Auto) µA
Atmosphere：He, Air
Measurement Diameter：10 mmϕ
Measurement Time：Each 300 sec

初 版 発 行：2011年4月
A改訂版発行：2013年2月

島津製作所 分析計測事業部 応用技術部

島津コールセンター
0120-131691
TEL:075-813-1691

3100-04101-570-IK
2011.4