

シート No. **AQF2100 PE-049** エネルギー

燃焼イオンクロマトグラフィーによる 燃料油中の塩素、硫黄分析

1/2

測定概要

AQF-2100H 高周波炉システムは、自動試料燃焼装置 AQF-2100H に高周波誘導加熱炉を接続した燃焼システムです。1000 °Cでの有機物の燃焼や 1500 °Cでの無機物の分解も 1 台の装置で分析が可能です。本システムは、昇降温時間が格段に速いため短時間で高温における分析ができ、また加熱温度を任意に変化させた実験が可能です。ここでは AQF-2100H 高周波炉システムとイオンクロマトグラフ(IC)を組み合わせた燃焼イオンクロマトグラフィー(C-IC)により、可燃性液体中の塩素(Cl)および硫黄(S)の濃度を測定した例を紹介します。

装置構成

対応機種 : AQF-2100H 高周波炉システム

検出方法 : イオンクロマトグラフ

試料

試料名 : 灯油、ディーゼル油

分析方法

燃焼イオンクロマトグラフィー

液体試料 50 μL をマイクロシリンジを用いてサンプルポートへ注入します。サンプルポートは石英二重管構造の反応管の中で移動し、アルゴン(Ar)キャリアーガス中で熱分解後、酸素(O_2)ガス中で燃焼します。試料中のハロゲンハロゲン化水素及びハロゲンガスとなり、硫黄は硫酸化物(SO_x)となります。これらの成分を吸収液に捕集し、ハロゲン化物イオンまたは硫酸イオンにします。この吸収液をイオンクロマトグラフに自動注入し分析しました。

フローチャート

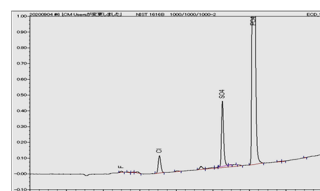
【試料秤量】⇒【燃焼】⇒【燃焼ガス捕集】⇒【IC】

測定結果

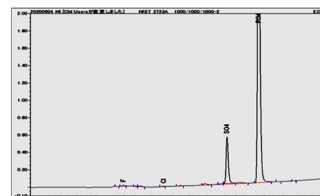
*)各試料は SDS 記載の密度(@15°C)を用いて単位換算しました。

試料名	注入量 (μL)	換算試料量*) (mg)	Cl 測定値 ($\mu\text{g/g}$)	S 測定値 ($\mu\text{g/g}$)
灯油	50	41.4	7.1	8.9
	50	41.4	6.8	8.6
		Ave	7.0	8.7
		RSD(%)	2.9	2.3
ディーゼル油	50	40.9	-	11.1
	50	40.9	-	11.0
		Ave	-	11.0
		RSD(%)	-	0.3

灯油



ディーゼル油



装置構成および分析条件

自動試料燃焼装置 AQF-2100H 高周波炉システム
試料ポート セラミックポート+20 mg 石英綿
反応管 石英二重管 + 0.07 g 石英綿

- 高周波誘導加熱炉 IH-210
加熱温度 1000 °C
- 電気炉 HF-210
Inlet 温度 1000 °C
Outlet 温度 1000 °C
Ar 流量 200 mL/min.
O₂ 流量 400 mL/min.

- 自動試料導入装置 ABC-210

- 燃焼プログラム

	1st	2nd	End	3rd	Cool
位置 (mm)	50	170	210	160	80
時間 (sec.)	30	0	90	60	60
速度 (mm/sec.)	10	0.12	2	2	20

- 燃焼ガス吸収ユニット GA-211
吸収管サイズ 10 mL
吸収液量 5 mL
吸収液組成 0.01% 過酸化水素水
測定モード 定容法 (定容量: 10.5 mL)
液面センサー位置 Low
サンプルループ 100 μL
加湿用 Ar 流量 100 mL/min.
送水目盛 2 (0.1 mL/min.)

- サーモフィッシャーサイエンティフィック社製
イオンクロマトグラフ Dionex™ ICS-2000

- カラム
ガードカラム Dionex™ IonPac™ AG20(4 × 50 mm)
分離カラム Dionex™ IonPac™ AS20 (4 × 250 mm)
溶離液 KOH (5-60 mM) グラジエント

Time (min)	0	3	13	15	15.001	24
KOH (mM)	5	5	30	60	5	5

- 流量 1.0 mL/min.
カラム温度 30 °C

- サプレッサー
Dionex™ ASRS™ Ultra II (4 mm)
電解電流 149 mA
モード External

- 電気伝導度検出器
セル温度 35 °C
IC 測定時間 24 min.

- 検量線
燃焼検量線: S、Cl
0, 1, .5, 10, 20 μg/mL トルエン溶液
溶質: S: ジベンゾチオフェン
Cl: 2,4,6-トリクロロフェノール

ソフトウェア

- NSX-2100 version 10.1.0
- サーモフィッシャーサイエンティフィック社製
Dionex™ Chromeleon™ クロマトグラフィードータ
システム (CDS), version 6.8

- 本シートはご参考として提供するものであり、分析値を保証するものではありません。分析環境などによる外的要因や試料の性状により、最適条件が変わることがあります。
- 測定値は、燃焼装置・イオンクロマトグラフのメンテナンスや維持状態により変化します。特に、試料中濃度 1 ppm 以下のサンプル測定は、ブランクコントロールおよびクロマトグラム波形処理が極めて重要です。
- 薬品類の取り扱いについて: 薬品のラベル表示や安全データシートを確認し、取り扱いには充分ご注意ください。