

シート No.

NSX5000-PE-036 エネルギー

冷却サンプリングによる低沸点有機溶媒（イソペンタン）中の硫黄分析
1/2

測定概要

沸点が室温に近い有機溶媒は、サンプリング時に揮発するため、再現良く測定するためにはバイアルやシリンジの冷却が必要になります。弊社の微量硫黄分析装置 TS-5000V を用いて冷却しながらサンプリングする方法として手動測定と自動測定の 2 通りの方法があります。今回、沸点が約 30℃ であるイソペンタン（2-メチルブタン）中の硫黄濃度を手動と自動で測定し、分析結果を比較しました。

測定原理

燃焼酸化-紫外蛍光法:

アルゴン (Ar) ガスをキャリアーガスとし、高温に保たれた反応管内管へ試料を一定速度で注入します。試料中の硫黄化合物は、熱分解と反応管外管に供給されている酸素 (O_2) ガスによる燃焼酸化により、大部分が二酸化硫黄 (SO_2) となります。試料注入後、反応管内管と外管のガスを切替え、内管を酸素 (O_2) ガスで完全に燃焼させます。生成された燃焼ガス中の水分を除去した後、硫黄検出器へと導入します。硫黄検出器内では、セル内でキセノンランプから生じる紫外線 (190~230 nm) を SO_2 に照射すると、励起状態 (SO_2^*) となります。さらに、 SO_2^* はエネルギー (蛍光) を放出し、基底状態に戻ります。この蛍光 (300~400 nm) を光電子増倍管 (PMT) で受光すると、受光強度の積算値 (面積値) が得られます。予め作成した面積値と絶対量の関係 (検量線) から、試料中の硫黄量を求めます。

装置構成

微量硫黄分析装置 TS-5000V 共通: 縦型炉 [VF-500]、硫黄検出器 [SD-500]

手動測定システム: コンスタントレイトインジェクター [CRI-500V]

自動測定システム: 液体用オートサンプラー [ASC-550L]

液体サンプル温度コントローラー [STC-500L]

試料

イソペンタンにジブチルジスルフィド (DBDS) を添加し、約 1 $\mu\text{g}/\text{mL-S}$ のメイクアップ試料を調製しました。

測定結果

手動測定と自動測定 2 つの方法で DBDS/イソペンタン溶液 1 $\mu\text{g}/\text{mL-S}$ を $n = 5$ で測定し、濃度と再現性を比較しました。濃度は、手動と自動で良い一致が見られ、再現性は自動測定の方が良い結果が得られました。

システム	硫黄濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)		相対標準偏差 (%)
	測定値	平均値	
手動測定 CRI-500V	0.86	0.93	5.5
	0.99		
	0.96		
	0.95		
	0.91		
自動測定 ASC-550L STC-500L	0.93	0.90	1.8
	0.91		
	0.90		
	0.89		
	0.89		

シート No.

NSX5000-PE-036

冷却サンプリングによる低沸点有機溶媒（イソペンタン）中の硫黄分析

2/2

分析操作

- 手動測定: ① 測定直前まで試料の入ったバイアルとシリンジを保冷剤で冷却
② 冷却したシリンジを用いて試料をサンプリング
③ サンプリングしたシリンジを CRI-500V にすばやくセットし、試料を注入
④ 測定終了後にシリンジを取外し、洗浄

- 自動測定: ① ASC-550L に試料の入ったバイアルとシリンジをセット
② STC-500L にて、バイアルラックとシリンジホルダーを 15 °C に設定
③ ASC-550L で「サンプリング→注入→洗浄」の動作を自動で実施

測定条件

電気炉温度	Inlet	900 °C
	Outlet	1000 °C
使用ガス	キャリアーガス	アルゴン (≥ 99.995 %)
	助燃ガス	酸素 (≥ 99.7 %)
	乾燥ガス	アルゴン (≥ 99.995 %)
ガス流量	キャリアーガス	100 mL/min
	助燃ガス	500 mL/min
	乾燥ガス	500 mL/min
STC-500L 設定温度	バイアルラック	15 °C
	シリンジホルダー	15 °C
その他	測定時間	約 5 分
	試料量	90 µL
検量線	検量線用溶液	DBDS (≥ 99.5 %) / トルエン
	濃度	0, 0.5, 1, 2 µg/mL

※ 設置環境などによる外的要因や試料の性状を考慮し、最適条件でご使用ください。

その他

- 測定に使用する薬品は、ラベル表示や安全データシートを必ず確認し、充分注意して取扱ってください。
- 試薬の取扱い時には、保護めがねや手袋などの保護具を着用してください。
- 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。