

水素ガス中の硫黄分析

- 1/2

対応機種 : TS-5000V

測定概要

近年、石化燃料に代わる次世代エネルギーとして水素が注目されています。水素ガス中に含まれる硫黄化合物は燃料電池の触媒を被毒するため、その含有量を適切に管理する必要があります。

今回、微量硫黄分析装置に自動ガスインジェクターおよび吸脱着ユニットを組合わせたシステムを用いて、水素ガス中の極微量硫黄測定を実施しました。

測定原理

燃烧酸化-紫外蛍光法(トラップ&リリース)：

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注入します。試料を注入する直前にTRU-500の切替えバルブがCOLUMNに切替わり、縦型炉から供給されるガスがトラップカラムを通過する状態になります。試料を注入し、試料が縦型炉に導入されると、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(O₂)ガスによる燃烧酸化により、大部分が二酸化硫黄(SO₂)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、内管にO₂ガスを流し完全に燃烧させます。燃烧後の試料ガスは水分を除去した後、TRU-500内に導入され、SO₂はトラップ温度に保たれたトラップカラムに吸着されます。試料ガス中のSO₂吸着が完了すると、トラップカラムがリリース温度まで上昇し、SO₂はトラップカラムから脱着し、硫黄検出器に導入されます。

この吸着・脱着の方法により、SO₂の濃縮をおこなうことができるため、極微量の硫黄測定が可能となります。

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SO₂に照射すると、励起状態(SO₂^{*})となります。さらに、SO₂^{*}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

縦型炉〔VF-500〕、硫黄検出器〔SD-500〕、自動ガスインジェクター〔GI-520〕、吸脱着ユニット〔TRU-500〕

試料

水素ガス

測定結果

自動ガスインジェクターおよび吸脱着ユニットを用いて、水素ガスを n = 5 で測定しました。再現性のよい結果が得られました。

サンプル	試料量 (mL)	硫黄濃度 (mg/kg)		相対標準偏差 (%)
		測定値	平均値	
水素ガス	100	1.17	1.14	1.9
		1.12		
		1.13		
		1.15		
		1.13		

シート No.

TS-5000V-PE-065 水素ガス中の硫黄分析

2/2

分析操作

- ① サンプルバッグに水素ガスを充てんしました。
- ② サンプルバッグを GI-520 に接続しました。
- ③ サンプルガスによる配管内パージをおこないました。
- ④ マルチインジェクション機能を用いて、25 mL のシリンジビュレットで 100 mL の水素ガスを導入しました。

測定条件

電気炉温度	Inlet	900 °C
	Outlet	1000 °C
吸脱着ユニット 温度	トラップ温度	200 °C
	リリース温度	800 °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 (VF-500)	50 mL/min
	キャリアーガス (GI-520)	60 mL/min
	助燃ガス	500 mL/min
	乾燥ガス	500 mL/min
その他	測定時間	約 20 分
	試料量	100 mL (25 mL × 4)
検量線	検量線用溶液	DBS (≥ 98.5 %) / ヘキサン
	試料量	10 µL
	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。