Agilent 355 化学発光硫黄検出器による留出燃料中の硫黄化合物の分析

技術概要

緒言

本資料では、Agilent 355 化学発光硫黄検出器 (SCD) を用いた市販ジェット燃料の硫黄分析について説明します。Agilent 355　SCD の感度、選択性、線形反応性と、Chrompack CP Sil 5 CB キャピラリカラムを組み合わせることで、低濃度硫黄分析に理想的な検出システムを構築できることを示します。

留出燃料は一般的に、ジェット燃料、ディーゼル燃料、灯油の 3 種類に分けられます。通常、ジェット燃料は低硫黄または脱硫灯油、分解調合剤、水素化分解調合剤などから混合されます。ジェット燃料は基本的にナフサと灯油の 2 種類です。

ナフサジェット燃料は主に軍事用に製造され、ガソリンやディーゼルの両方の範囲まで及ぶ広い沸点範囲の原料から構成されています。下図のように、軍事用 JP-4 には、ASTM タイプ B 燃料と同様に、凝固点 (最高 –60 °F ～ –70 °F)、比重 (45 ～ 70 API)、リード蒸気圧 (2.0 psi ～ 3.0 psi)、芳香族含有量 (最高 20 ～ 25%) の制限があります。[1] 沸点範囲が 150 ～ 550 °F と広いため、灯油、ナフサ、低オクタン価ガソリンの混合が柔軟にできます。市販ジェット燃料は、350 ～ 550 °F のより狭い沸点範囲に制限され、通常、JP-5 として販売されます。

ASTM D 910 で規定されている硫黄要件では、市販ジェット燃料の全硫黄濃度は 500 ppm 未満に制限されなければならないと明記されています。[2] 軍事用燃料では、硫黄燃焼生成物によるエンジン部品の腐食性摩耗を防止し、粘性物質の形成を促進する条件を避けるために、一般により低濃度のものを用いますが、保存期間は短くなります。

図 1 のデータは、干渉のない炭化水素マトリクス中での硫黄の微量分析における 355 SCD の感度を示しています。355 SCD の等モル反応性により、個別の成分と硫黄総含有量の両方を定量するため、外部標準メソッドまたは内部標準メソッドのいずれかを柔軟に使い分けることができます。

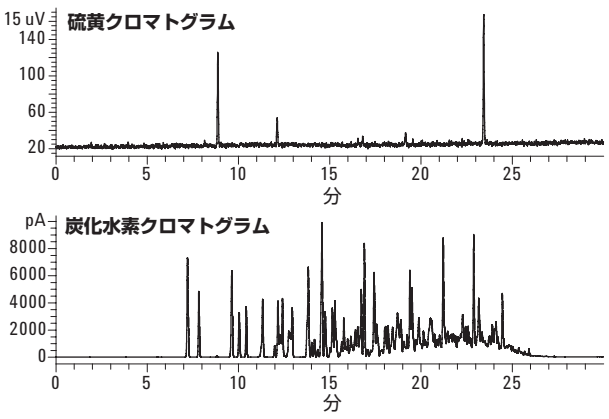


図 1.　　JP-4 の同時 FID/SCD クロマトグラム

Agilent Technologies

図 2 は、各ピークを定量するために、内部標準として、メチルエチルサルファイド(EMS 10.6 分) を用い、さらに硫黄総含有量も表示しています。EMS は、2.8 ppm の硫黄としてサンプルにスパイクされました。個々の成分分析は分析対象成分面積と内部標準面積との比較により行われ、硫黄総含有量は未知化合物面積の総面積の合計から算出されました。分析された JP-4 サンプルは、硫黄総含有量が 8.3 ppm であることが分かりました。8.8 および 12.2 分のピークは、それぞれ 3.34 ppm の二硫化炭素と 2.3 ppm のチオフェンであることが確認されました。

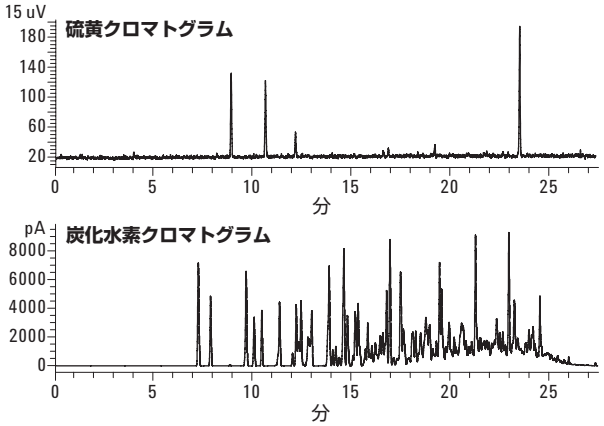


図 2.　内部標準を用いた JP-4 FID/SCD クロマトグラム (スプリット比 1:10)

サンプルは前処理をせず、またカラムスプリッタを用いずに、炭化水素および硫黄クロマトグラムを同時収集するため、水素炎イオン化検出器 (FID) アダプタと直列に Agilent 355 SCD を搭載した Agilent 6890 ガスクロマトグラフで、すべてのデータを収集しました。このコンフィグレーションにより、検出器ポートを分けずに、サンプルの炭化水素および硫黄含有量の両方を同時にモニタリングすることができます。FID アダプタにより、FID 燃焼後の溶出物のおよそ 10% を サンプリングするため、結果として SCD では 1:10 のスプリット比になります。図 2 では、スプリット比 1:10 の 355 SCD がスプリット比 1:10 GC に連結されているので結果として全体に対して 355 SCD は 1:100 のスプリット比になります。そのため、二硫化炭素ピークにおいて、355 SCD に到達した硫黄の量は 88 ppb で、355 SCD の非常に優れた感度が実感できます。使用したカラムは Chrompack CP-Sil 5 CB で、Chrompack International から提供していただきました。[3]データは Agilent ChemStation バージョン 4.02 で収集・分析しました。両方の分析の標準条件を表 1 に要約しました。

表 1.　クロマトグラフ条件

注入温度	250 °C
注入量	1 µL
初期温度	40 °C
初期時間	2 分
速度	10 °C/分
最終温度	250 °C
最終時間	2 分
スプリット比	1:10
フローモード	定流量
カラム流量	2 mL/min
カラムの種類	Chrompack CP-Sil 5 CB
長さ	30 m
内径	0.32 mm
膜厚	5 m

参考文献

1. James H. Gary and Glenn E. Handwerk, “Petroleum Refining Technology and Economics,” Marcel Dekker Inc., New York, New York, 1984; Chapter 2.
2. Annual Book of ASTM Standards, Vol 05.01, ASTM D 910-90, Standard Specifications for Aviation Gasolines.
3. Chrompack International Herculesweg 8, P.O. Box 8033, 4330 EA Middleburg, The Netherlands.

詳細情報

アジレント製品とサービスの詳細については、アジレントのウェブサイト www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

アジレントは、本資料に誤りが発見された場合、また、本資料の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。また、本資料掲載の機器類は薬事法に基づく登録を行っておりません。

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本資料を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

© Agilent Technologies, Inc. 2007

Printed in Japan
June 8, 2007
5989-6790JAJP

Agilent Technologies