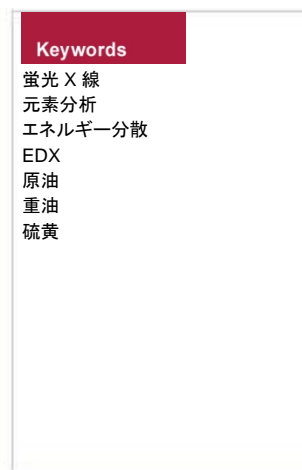


## NEX QC による 原油・重油中の硫黄(S)の分析



### はじめに

硫黄(S)は原油中に多く含まれており、石油製品にも硫黄は残留します。これらを大気中で燃焼などすることで、硫黄が環境汚染を引き起こすため、原油や重油、軽油、ガソリン、灯油などの石油製品に対して世界中で硫黄の許容量が規制されています。硫黄含有率が品質や価格の指標となるため、簡単かつ正確に硫黄を分析することは非常に重要視されています。今回は、簡単に原油や石油製品中の硫黄分析ができるエネルギー分散型蛍光 X 線分析装置 NEX QC(ネクス・キューシー)による分析例を紹介します。エネルギー分散型蛍光 X 線分析装置による原油及び石油製品中の硫黄分析については「JIS K 2541-4 :2003 原油及び石油製品—硫黄分試験方法 第 4 部：放射線式励起法」にも記載されている確立された手法です。

### 試料および試料調製

試料はサンプル瓶の中で振り混ぜた後、Chemplex 社製試料容器 (Cat.No.CH2131) に試料を 5 g 充填し、測定しました。試料フィルムは Chemplex 社製 厚さ 6 μm のポリエステルフィルム (Cat.No.CH250) を使用しました。

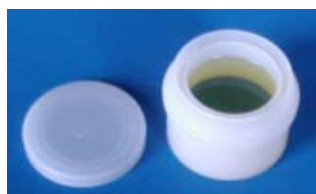


図 1 ポリエチレン製試料容器

### 装置および測定条件

NEX QC の仕様と測定条件を表 1 に示します。ヘリウムガスは使用せず、測定は大気雰囲気で行いました。

表 1 NEX QC の仕様と測定条件

装置	NEX QC
X 線管	4W Ag ターゲット
検出器	Si-PIN
測定時間	100 秒
測定雰囲気	大気

装置本体にはコンピュータとサーマルプリンタを内蔵しており、測定とデータの出力を一台でおこなえます。操作はタッチパネル方式で非常に簡単です。自動試料交換機(オプション)により効率よく試料を測定することができます。



図 2 自動試料交換機

## 分析結果

### (1) 硫黄含有率 (0.1~1.0 mass%)の分析

原油の認証標準物質 (ANALYTICAL SERVICES, INC. 製) により検量線を作成し、標準物質の中から抜粋した硫黄含有率 0.1 mass%、及び 0.5 mass% の 10 回繰り返し測定により得られた再現性確認結果を表 2 にまとめます。

表 2 再現性確認結果

(単位: mass%)

	認証値 0.1 mass%	認証値 0.5 mass%
平均値	0.099	0.504
標準偏差	0.001	0.003
変動係数 (%)	1.0	0.6

### (2) 硫黄含有率 S (0.5~5.0 mass%)の分析

原油の認証標準物質 (ANALYTICAL SERVICES, INC. 製) により検量線を作成し、標準物質の中から抜粋した硫黄含有率 1.0 mass%、及び 5.0 ass% の 10 回繰り返し測定により得られた再現性確認結果を表 3 にまとめます。

表 3 再現性確認結果

(単位: mass%)

	認証値 1.0 mass%	認証値 5.0 mass%
平均値	0.993	5.006
標準偏差	0.004	0.015
変動係数 (%)	0.4	0.3

### (3) 検出下限

測定時間 100 秒、及び 600 秒における硫黄の検出下限を表 4 にまとめます。

検出下限は硫黄を含まない鉱物油の 10 回繰り返し測定により得られた標準偏差の 3 倍としました。

表 4 検出下限

100 秒測定	600 秒測定
20 ppm	8 ppm

## まとめ

NEX QC を用いて原油中の硫黄の分析をおこない、0.1~5 mass% の幅広い含有率において非常に安定した分析値が得られることを示しました。ここで得られた結果は、JIS K 2541-4 :2003 原油及び石油製品—硫黄分試験方法 第 4 部: 放射線式励起法が求める連続測定誤差 (0.01+0.01S mass% 以下、S : 硫黄分値) を十分満たしています。

原油、石油製品中の硫黄を分析する上で、NEX QC は卓上に置ける小型サイズながらも高精度な分析ができ、測定に際してはヘリウムガスや液体窒素を必要とせず、低いコストで分析できる非常に有用な装置です。



株式会社リガク

〒196-8666 東京都昭島市松原町 3-9-12  
TEL 042-545-8111 (代表) FAX 042-544-9795 info@rigaku.co.jp

[www.Rigaku.com](http://www.Rigaku.com)

東京支店  
〒151-0051 渋谷区千駄ヶ谷 4-14-4  
TEL 03-3479-6011 FAX 03-3479-6171

東北営業所  
〒980-0804 仙台市青葉区大町 1-2-16  
TEL 022-264-0446 FAX 022-223-1977

九州営業所  
〒802-0005 北九州市小倉北区塚町 2-1-1  
TEL 093-541-5111 FAX 093-541-5288

大阪支店  
〒569-1146 高槻市赤大路町 14-8  
TEL 072-696-3387 FAX 072-694-5852

名古屋営業所  
〒461-0002 名古屋市東区代官町 35-16  
TEL 052-931-8441 FAX 052-931-2689