



NexiSの多層燃焼管を使用した全硫黄および窒素分析

Application Note

Combustion

Abstract:

Author

Anne Jurek
Applications Chemist
EST Analytical
Cincinnati, OH

原油は主に、さまざまな窒素、硫黄、酸素と混合された炭化水素で構成されています。窒素、硫黄、酸素の含有量の違いは、原油の起源に起因する可能性があります。原油は通常、掘削後、燃料や潤滑油などを作るために精製されます。

精製方法で処理触媒を使用するため、微量の硫黄と窒素は非常に有害な場合があります。したがって、窒素と硫黄の含有量を決定することは非常に重要です。

このアプリケーションでは、新しい新しい多層燃焼管を備えたNexiS燃焼元素分析装置を使用して、軽質炭化水素サンプル中の総硫黄と窒素を測定します。

Introduction:

石油製品中の窒素と硫黄が製品に含まれていると触媒被毒のリスクがあるため、測定されます。これらの元素のいずれかが微量でも存在する場合、精製プロセスを阻害することが知られています。

硫黄含有量を減らすことは、ナフサ改質作業における白金ベースの触媒の保護に不可欠です。燃料油中の残留硫黄は、二酸化硫黄の排出に影響を与え、残留レベルが高すぎると、植物の腐食や大気汚染を引き起こします。硫黄は、燃焼と紫外（UV）蛍光によって測定されます。

一方、窒素は化学発光を使用して検出されます。窒素は燃焼分析中に酸素と反応します。ただし、酸素が窒素と反応してNOを生成すると、NO₂/NO_xも生成されます。NOは化学発光によって検出されません。NO₂/NO_xは検出されません。NexiSはモリブデン（Moly）コンバーターを使用してNO₂/NO_xをNOに変換し、サンプル中の全窒素をより正確に測定します。

NexiS全窒素/硫黄分析装置を使用して、サンプルを燃焼させ、多層燃焼管に通します。燃焼管の層はより長い燃焼経路を提供し、より良い燃焼とより少ない「スーティング」を可能にします。

Experimental:

NexiSは、25 µL注入を使用する固体モジュールでセットアップされました。システムは、総硫黄および総窒素に対して実行するように設定されました。キャリブレーション標準を入手し、2ミリリットルのバイアルに移しました。バイアルは、NexiSで構成された120ポジションのオートサンプラーに配置しました。次に、実験パラメータをNexiSソフトウェアにプログラムしました。次に、各キャリブレーションカーブ標準を3回繰り返しました。実験パラメータを以下の表1に示します。

NexiS Total Nitrogen and Sulfur Analyzer	
Parameter	Setting
Argon Flow	100mL/min
Oxygen Primary Flow	300mL/min
Oxygen Turbo Flow	100mL/min
Ozonator Flow	100mL/min
Furnace 1 Temperature	850°C
Furnace 2 Temperature	1000°C
Moly Converter Temperature	320°C
Inlet Temperature	500°C
Injection Speed	0.8µL/sec
Injection Volume	50µL

表 1: Experimental Parameters

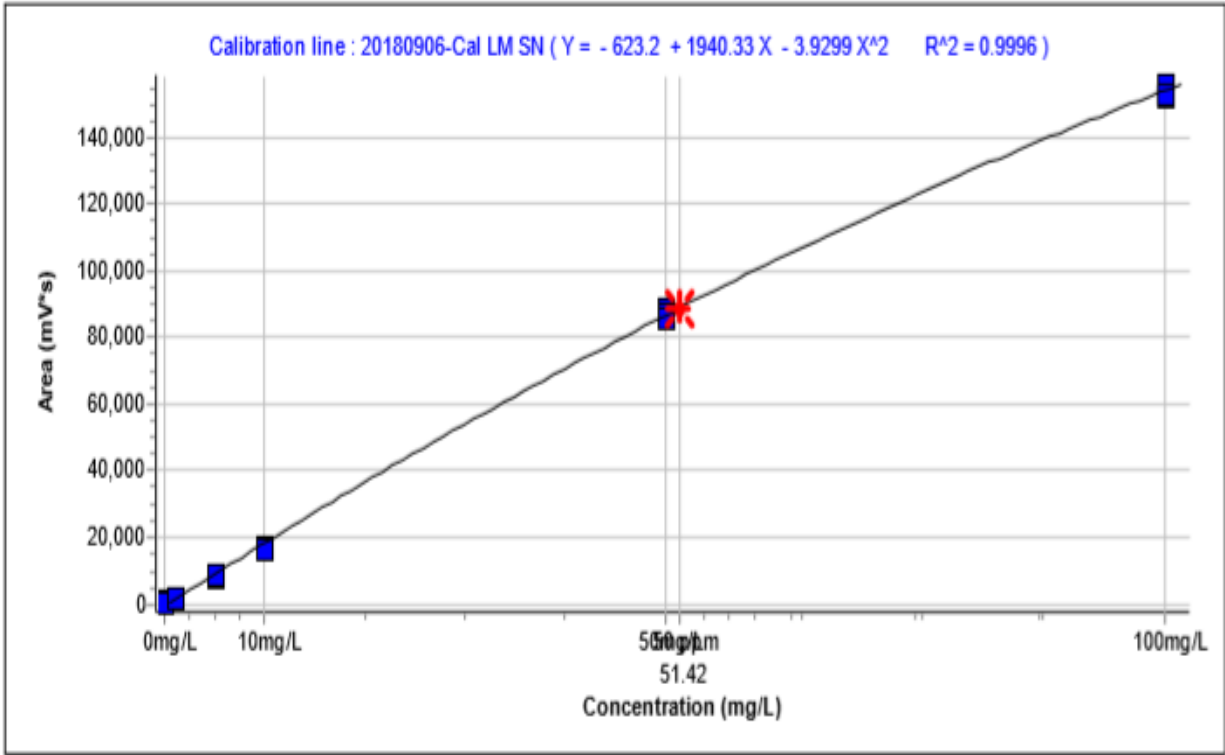
実験が実行された後、結果が表にまとめられました。結果を表2および3に示し、検量線と50ppmサンプルの図を図14に示します。

Sulfur Calibration Curve			
Level (ppm)	Average Result (ppm)	Avg. Area Count	%RSD
1.0	1.2	170.07	3.46
5.0	4.88	924.05	1.63
10.0	9.62	1898.25	0.21
50.0	49.64	9904.86	0.19
100.0	100.72	20594.55	0.39

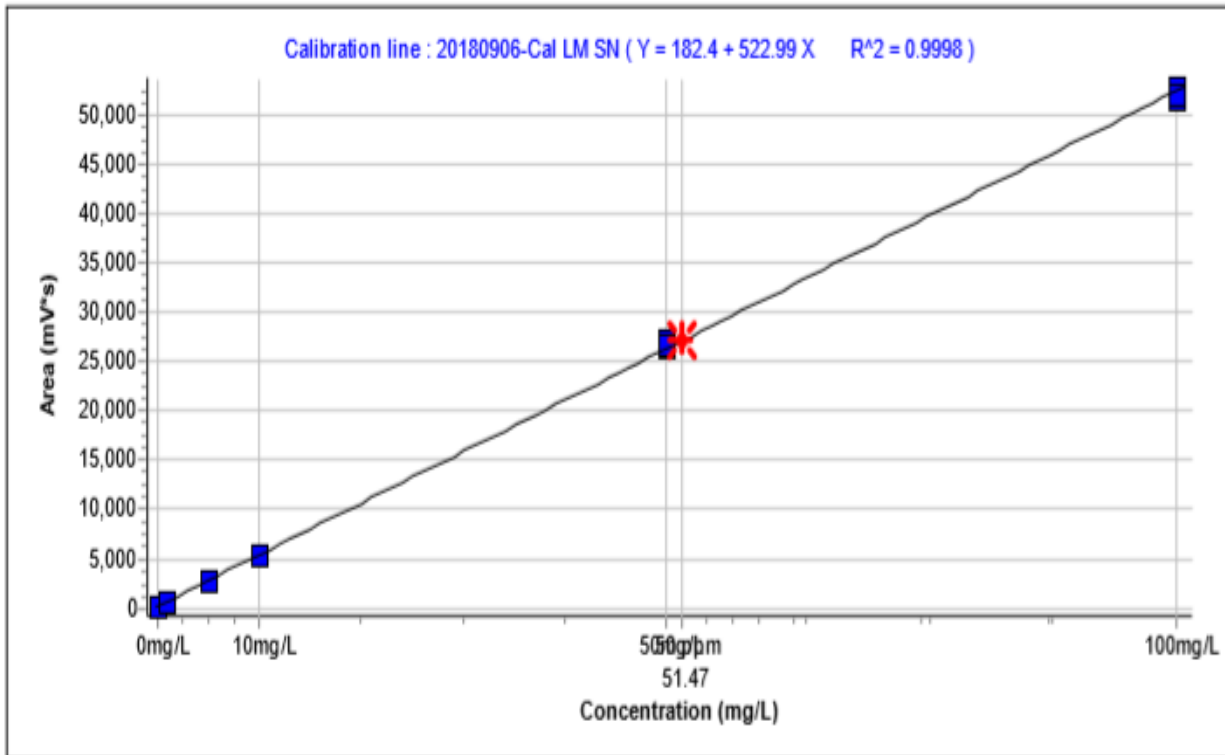
表 2: Sulfur Calibration Curve Results

Nitrogen Calibration Curve			
Level (ppm)	Average Result (ppm)	Avg. Area Count	%RSD
1.0	1.45	625.72	0.87
5.0	5.20	2775.74	0.14
10.0	9.83	5325.54	1.34
50.0	47.19	26757.82	1.14
100.0	101.41	52279.53	1.08

表 3: Nitrogen Calibration Curve Results

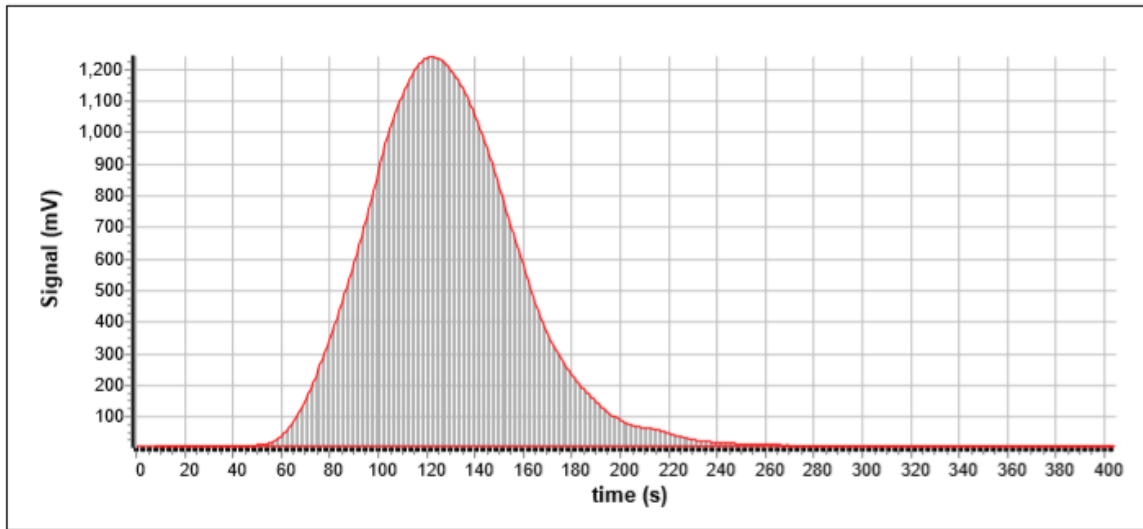


☒ 1: Sulfur Calibration Curve



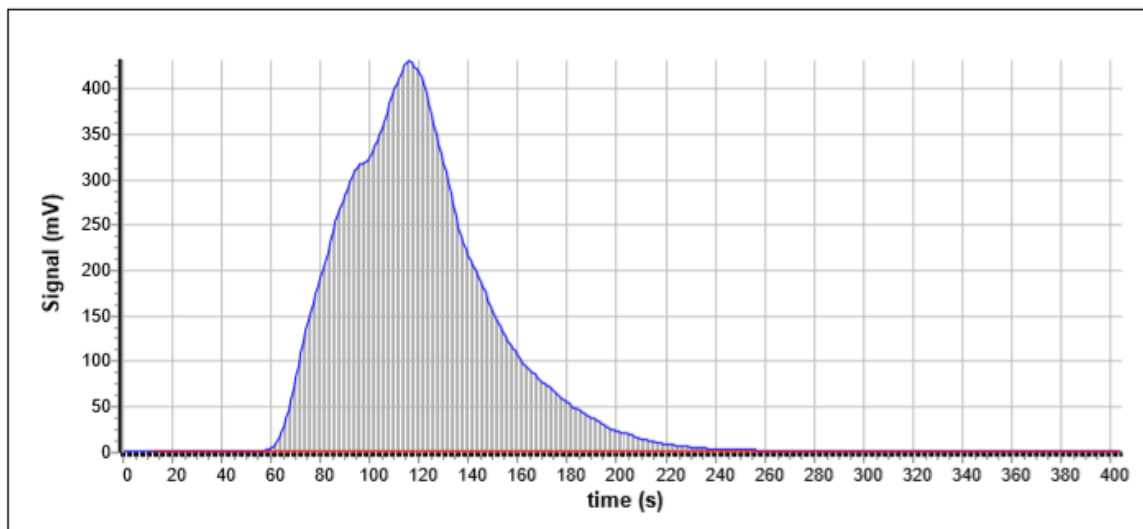
☒ 2: Nitrogen Calibration Curve

Signal	: Sulpher	50 ppm	
Area	: 88750.27	Concentration	: 51.42mg/L
Sample amount	: 50µL	Method	: TNTS_NexiS_Liquid_AS120
Sample position	: 5	Analysis date	: 9/6/2018 7:50:46 PM
Dilution factor	: 1.000	Sample type	: calibration
Density	: 1.000	Comment	:
Tolerance	: 0.00		



☒ 3: 50ppm Sulfur Results Graph

Signal	: Nitrogen	50 ppm	
Area	: 27100.69	Concentration	: 51.47mg/L
Sample amount	: 50µL	Method	: TNTS_NexiS_Liquid_AS120
Sample position	: 5	Analysis date	: 9/6/2018 7:50:45 PM
Dilution factor	: 1.000	Sample type	: calibration
Density	: 1.000	Comment	:
Tolerance	: 0.00		



☒ 4: 50ppm Nitrogen Results Graph

Conclusions:

120ポジションのオートサンプラーを備えたNexiS全窒素および硫黄分析装置は、ASTMメソッドD5453およびD5762に準拠した中レベルの硫黄および窒素サンプルの優れたデータを提供しました。両方の検量線は、0.9996以上の優れた直線性を持ち、標準の相対標準偏差のパーセントは、3.01%以下。多層燃焼管はサンプルのより効率的な点火をもたらし、燃焼時間を短縮しました。NexiSは、燃焼による窒素と硫黄の両方の優れたサンプリングおよび分析システムであることが証明されました。

References:

1. Standard Test Method for Nitrogen in Liquid Hydrocarbons, Petroleum and Petroleum Products by Boat-Inlet Chemiluminescence, ASTM Method D5762-18, 2018.
2. Standard Test Method for Determination of Total Sulfur in Light Hydrocarbons, Spark Ignition Engine Fuel, Diesel Engine Fuel, and Engine Oil by Ultraviolet Fluorescence. ASTM Method D5453-16, 2016.

本資料問い合わせ
アステック株式会社 応用科学事業部
TEL:03-3366-0811
E-mail: unichem@astechcorp.co.jp