アプリケーションノート　XRF3066

rigaku.comで見る

XRF3066 - NEX CG II による 超低硫黄軽油（ULSD）の定量分析

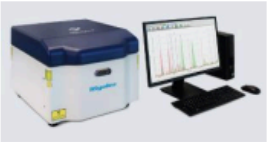
Application

軽油
（超低硫黄軽油 ultra-low sulfur diesel）

Please attach the image file here

Instrument

偏光光学系エネルギー分散型
蛍光 X 線分析装置
NEX CG II



Keywords

硫黄(S)
超低硫黄軽油（ULSD）
偏光光学系
2 次ターゲット
Pd Lα 単色励起

はじめに

世界各国の規制により、様々な燃料や油に含まれる硫黄（S）の量が制限されています。軽油に含まれる硫黄分は10～15ppmに制限されている地域もあれば、50ppm以下を目指している地域もあります。自動車、トラック、バンカー用燃料のほか、石炭火力発電のバックアップ燃料としても、基準値以下の燃料の使用が義務つけられています。
こうした石油業界では、極微量のS濃度に対し、迅速かつ信頼性の高い測定方法が求められています。NEX CG IIは、極微量Sを測定するため、2次ターゲット方式を用いた偏光光学系を採用しています。この方式は励起線源を単色化することができ、測定時のバックグラウンドが非常に低く、信頼性の高い測定が可能です。表1に示す燃料油の国際的な試験基準ASTM D7220やEPAの要求を満たすことができます。

表1　国際規格一覧

規格	範囲
ASTM D7220	3 - 942 mg/kg
U.S. EPA ULSD Testing Criteria	5 - 15 ppm
ISO 13032	8 - 50 mg/kg
ASTM D4294	16 mg/kg - 5%
IP 532	6 - 50 mg/kg
EN ISO 8754	300 mg/kg - 5%
EN ISO 20847	30 - 500 mg/kg

図1　NEX CG II

検量線

検量線は、市販の6水準の認証標準試料を用いて作成しました。検量線を図2に示します。

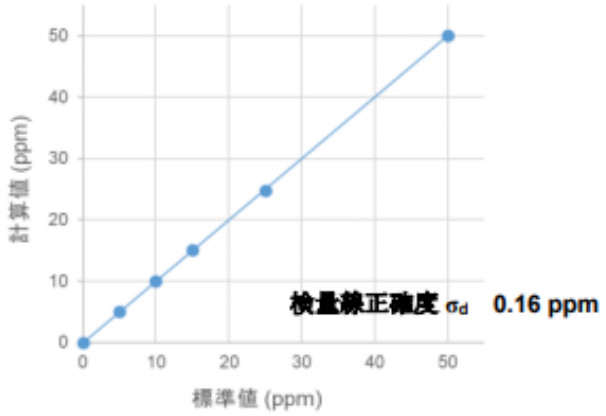


図2 硫黄（S）の検量線

測定精度

NEX CG IIの精度を確認するために、検量線に使用した標準試料で単純10回繰り返し定量測定を行いました。表2に結果を示します。良好な繰り返し精度が得られています。

表2　繰り返し定量分析結果

単位:ppm

試料 No	標準値	定量値(平均)	標準偏差	変動係数(%)
2	5	5.03	0.04	0.8
3	10	9.93	0.07	0.7
4	15	15.15	0.08	0.5
6	50	49.85	0.14	0.3

試験基準検証

米国環境保護庁（EPA: Environmental Protection Agency）が定める40 CFR 80.584 （自動車用ディーゼル燃料、NRLM（Non-road, locomotive, and marine）ディーゼル燃料及びECA（Emission Control Areas）船舶用燃料の硫黄含有量を測定するための試験方法）において、微量S領域に注目し、検証しました。

装置に要求される性能として、硫黄分5～15ppm含有の均質なディーゼル燃料を用いて20日間で、最低20回の繰り返し測定を行い、その結果の標準偏差が0.72 ppm未満を満たす必要があります。20回の測定は連続で行う必要があります。表3に市販のディーゼル燃料から採取したサンプルで試験を行った結果を示します。標準偏差は0.13 ppmとなり、NEX CG IIは規格を十分に満足します。

表3　長期間精度判定結果

平均値	標準偏差	判定（0.72ppm 未満）
10.16 ppm	0.13 ppm	合格

また、1～10 ppmの範囲における精度規格があります。市販の硫黄標準試料を用いて、少なくとも10回の繰り返し測定を行い、その平均値が、その標準試料の許容基準値（ARV : Accepted Reference Value）と0.54 ppm以上の差があってはならないこととされています。同様に、10～20 ppm範囲における精度規格も上記と同じとなっています。
結果を表4に示します。いずれの測定結果も規格値を満足しています。

表4　10回繰り返し測定による判定結果

平均値	標準偏差	定量値(平均)
9.97 ppm	0.03 ppm	合格
15.32 ppm	0.32 ppm	合格

まとめ

NEX CG IIは偏光光学系と2次ターゲットによる単色励起により、精度の高い超低硫黄軽油USLDの分析が可能であることを示しました。また、国際的な試験基準の要求を満たすことができ、特に偏光光学系のみが規定されているASTM D7220（自動車用燃料、暖房用燃料、ジェット燃料：硫黄濃度 3 - 50 mg/kg）の測定にはNEX CG IIが最適です。
今回の測定はヘリウム雰囲気下で行いましたが、大気測定においても分析可能です。分析線のＳＫαに対する空気の吸収により、ＳＫαの強度は約1/3に減衰します。精度は強度の平方根となります。例えば、ヘリウム雰囲気下で1 ppmの精度のものが、大気下では1.7 ppmとなり、わずかな精度低下で済みます。
NEX CG IIはディーゼル燃料をはじめとするすべてのオイル試料において高いパフォーマンスを提供することができるエネルギー分散型蛍光X線分析装置といえます。

おすすめの製品

NEX CG II Series

次世代偏光光学系エネルギー分散型蛍光X線分析装置 NEX CG II Series

さらに進化した高性能・高精度の元素分析ツール