HITACHI

ICP-OESによる中間留分燃料中の微量元素分析

2023.05

ASTM D7111 − 16 は、誘導結合プラズマ発光分析装置 (ICP-OES) による中間留分燃料中の元素の測定を対象としている試験方法です。この試験方法の対象となる中間留分燃料は、すべての蒸留留分が 150 ～ 390 ℃ の沸点範囲内に含まれており、ディーゼル燃料や航空タービン燃料が含まれます。試験方法は、対象の25元素に対応して濃度範囲は、0.1～2.0 mg/kg です。

微量元素分析は、中間留分燃料の汚染レベルを示すために使用されます。高温のタービン部品に腐食や堆積を引き起こす可能性があるため、微量金属の含有量の把握は重要です。本報ではPS3500DDIIを用いて、D7111 − 16に準拠した対象の25元素の測定を行った結果を紹介します。



PS3500DDII シリーズ

測定の内容

■ 装置
PS3500DDII　シーケンシャル形ICP-OES

■ 標準液
・オイルベース標準物質　Conostan S-21（SCP SCIENCE社製）
・単元素標準Co,Y　（SCP SCIENCE社製）
・有機金属オイル　Pd,Pt（Analytical Services Inc 製）
オイル分析標準物質をケロシンで希釈、内標準元素を1mg/kgの濃度になるように添加

■ 試料
内標準元素を1mg/kgの濃度になるように添加

■ 測定
・0および2 mg/kgの標準で較正
・1 mg/kgのチェック標準を分析して、較正が正しいかを確認
・試料に標準を添加して、正確性を検証

測定条件

表1　ICP-OESの測定条件

条件	設定値
プラズマ出力	1500 W
プラズマガス流量	18 L/min
補助ガス流量	1.5 L/min
キャリヤーガス流量	0.6 L/min
トーチ	石英製
スプレーチャンバー	ツイスター
ネブライザー	ガラス同軸ネブライザー
繰返し積分時間	3 秒×3回
内標準元素	イットリウム

チェック標準の確認

燃料試料を測定する前に0および2 mg/kgの較正標準を用いて検量線を作成し、チェック標準を測定。各元素の測定値がチェック標準の濃度の5%以内の誤差であるか確認します。誤差が5%に収まらない場合は再較正を行います。

較正標準とチェック標準を含む濃度の相関を図1に示します。各元素で相関係数は0.9998以上でした。チェック標準の測定値の誤差は多くの対象元素で1%以内でしたが、いくつかの元素では2−3%の誤差がありました。

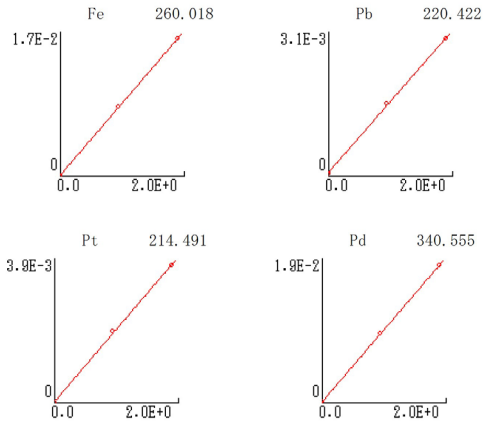

図1　較正標準とチェック標準の濃度と強度の相関

測定結果

燃料試料の定量値は殆どの元素で検出下限以下であったため、標準を添加して回収率を確認しました。

各元素において90-110 %の良好な回収率が得られました。

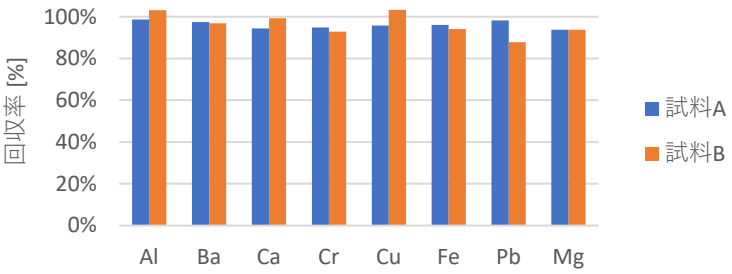

図2　燃料試料での添加回収率

燃料試料に標準を添加をし、N＝3で繰り返し測定を行いました。相対標準偏差(RSD%)は0.1～1.4 %と良好な結果となりました。

表2　燃料試料での繰り返し測定の精度

元素名	波長 [nm]	RSD%	元素名	波長 [nm]	RSD%
Mn	257.687	0.39	Na	588.995	0.42
Mo	202.096	0.77	Sr	407.886	0.10
Ni	221.716	0.18	Si	251.687	0.31
P	213.686	1.35	Ti	335.037	0.21
Pd	340.555	0.17	V	310.320	0.23
Pt	214.491	0.45	Zn	213.924	0.45

株式会社 日立ハイテクアナリシス

©2023-2025 Hitachi High-Tech Analysis Corporation