

● 固体・粉体の炭素・硫黄定量分析 (燃焼-赤外線吸収法)

TN480

Determination of Carbon and Sulfur Content in Solid and Powder Sample - Infrared Absorption Method after Combustion -

[概要]

炭素および硫黄は、セラミックス、鉄鋼、非鉄金属などの材料開発において、その性能を左右する重要な成分です。これら成分の定量法として例えば、硫黄の定量では、前処理として酸などを用いて溶液にした後、ICP 発光分光分析法(ICP-AES)を用いて測定する方法があります。

一方、管状電気抵抗炉を用いた赤外線吸収法では、試料を溶解等の前処理することなく燃焼させ、その発生ガスを定量することで、炭素および硫黄含有量を比較的簡便で安価に、幅広い濃度範囲で求めることができます。試料の燃焼に管状電気抵抗炉を用い、熱を均一に加えることにより、燃焼しきれない試料を極力少なくすることができるため、精度の良い測定データが得られます。標準物質を用いた測定事例を下記に示します。含有量、相対標準偏差ともに良好な結果が得られています。

[測定]

測定原理：酸素気流中燃焼 (管状電気抵抗炉式)-赤外線吸収法

酸素気流下、所定温度 (通常:炭素 1400 °C、硫黄 1450 °C) 下の管状電気抵抗炉内で、セラミックスボード上の試料を加熱します。その際に発生する CO₂、CO、SO₂ ガスを赤外線検出器で測定し、炭素、硫黄含有量を得ます。

定量下限：0.001 wt%

測定対象：固体、粉体

測定試料：鉄鋼、石灰、石炭、コークス、ゴム、セメント、セラミックス他

測定装置：炭素・硫黄分析装置 (堀場製作所製)

[事例 1] 鉄鋼中炭素含有量の測定精度

Table 1 Accuracy of determination of carbon content in steel

Sample	Repeat No.	Carbon content ^{※2} (wt%)	RSD ^{※3} (%)
JSS670-3 ^{※1} Carbon content Certified value 0.008 (wt%)	1	0.0079	1.1
	2	0.0080	
	3	0.0080	
	4	0.0078	
	5	0.0080	

※1 JSS670-3: Japanese Iron and Steel Certified Reference Materials 670-3

※2 Values in fourth digit after the decimal point are not certified.

※3 RSD: Relative standard deviation

[事例 2] 石炭灰中硫黄含有量の測定精度

Table 2 Accuracy of determination of sulfur content in coal ash

Sample	Repeat No.	Sulfur content (wt%)	RSD ^{※3} (%)
JSAC0521 ^{※1} Sulfur content Certified value $\pm U_{95\%}$ ^{※2} 0.066 \pm 0.004 (wt%)	1	0.062	3.0
	2	0.065	
	3	0.066	
	4	0.066	
	5	0.067	

※1 JSAC0521: Reference Material JSAC 0521 certified by the Japan Society for Analytical Chemistry

※2 $U_{95\%}$: the uncertainty

※3 RSD: Relative standard deviation

[キーワード]

SUS、石英、燃料電池、固体電解質、硫化物