

●化学発光法による微量窒素の定量

TN482

Determination of Trace Nitrogen by Oxidative Combustion and Chemiluminescence Detection

[概要]

原油や石油化学製品中の窒素化合物は 1 %未満と比較的少量ですが、精製時に使用する触媒の劣化や品質低下の原因となることがあるため、高感度な窒素の定量を求められるケースがあります。また食品や化粧品の原料中にアミノ酸由来の夾雑成分が含まれている場合、窒素分をアミノ酸の指標とした測定は品質検査の有効な手法の一つです。当社では固体および液体中の窒素分を数 ppm(質量分率、 $\mu\text{g/g}$)から 0.5 %の範囲で測定可能な窒素分析計を保有し、少ない試料量(固体試料 20 mg、液体試料 20 μL)で定量下限 1 ppm の窒素定量に対応しています。

Keywords : 全窒素、元素分析、不純物解析、樹脂添加剤、工程管理

[測定方法]

対応規格：JIS K 2609 原油および石油製品-窒素分析試験法

アルゴン雰囲気の高温に保たれた反応管内へ試料を導入すると、試料中の窒素化合物は熱分解後に酸素で酸化され一酸化窒素(NO)となります。この NO ガスをオゾンと反応させると化学発光が生じ、この化学発光強度は広い範囲で NO 濃度に比例するため、あらかじめ窒素化合物標準溶液で作成した検量線を用いて試料中の窒素濃度を求めることができます。測定装置の概略図を Fig. 1 に示します。

※測定対象がアゾ化合物やヒドラジン化合物の場合は、熱分解により NO ではなく窒素(N_2)ガスが発生するため本法では測定できませんが、検出方法の異なる当社スミグラフで測定できます (<https://www.scas.co.jp/instruments-products/sumigraph/>)。

※高濃度のアルカリ金属(ナトリウム、カリウムなど)、アルカリ土類金属(カルシウムなど)、ハロゲン(フッ素など)および有機ケイ素を含む試料は、装置を汚染するので測定できません。

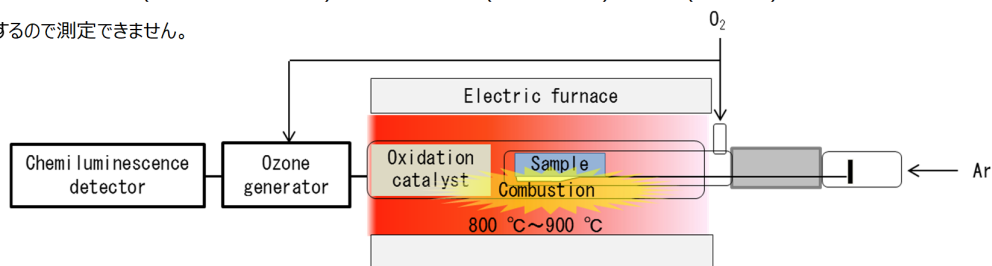


Fig. 1 Schematic drawing of the trace nitrogen analyzer

[測定事例]

既知低濃度の標準液を繰り返し 5 回の測定を行った結果、濃度および変動係数ともに良好な値を確認できました。また、形態の異なる試料を繰り返し 2 回測定した結果、良好な値が検出されました。(Table 1)

Table 1 Example of analysis results of trace nitrogen

Sample	Nitrogen content (ppm)					Coefficient of variation (%)
	Rep.1	Rep.2	Rep.3	Rep.4	Rep.5	
Working reference standard of nitrogen in residual fuel oil (Concentration: 2.01 ppm) *1	1.97	1.98	1.98	2.02	1.98	0.90
Fuel oil	110	109	-	-	-	1.26
Byproduct oil	1400	1403	-	-	-	1.79
Synthetic rubber (SBR)	116	119	-	-	-	3.15
Graphite (pencil lead)	82	81	-	-	-	1.67

*1 Working reference standard was prepared by dilution from certified reference standard of 500 ppm