



Agilent Intuvo 9000GC による 油種の迅速判別



<要旨> Agilent Intuvo 9000GCによりラボ及び現場における油種の迅速判別を目的とした高速 GC 分析条件の検討を行いました。最大 250 °C/min のカラム昇温により、ガソリン、灯油、軽油等炭素数のあまり大きくない炭化水素類が主成分の燃料油を 2 分以内にスクリーニングすることが可能でした。また、n-アルカンの標準物質を用いた回収率、再現性評価試験においては非常に良好な結果が得られました。

Key Words: Intuvo, 燃料油, ガソリン, 灯油, 軽油, 現場分析, 高速 GC, 油種, 迅速判別, スクリーニング

* * * * *

1. はじめに

油種を判別する手法の一つとして、ガスクロマトグラフ (GC) を用いて FID のガスクロマトグラムのパターン比較により判別する方法があります。一般に空気浴式のオープンを搭載した GC を用いた場合、オープンの昇温速度に制限があり、数分以内という高速分析は困難です。Agilent Intuvo 9000GC はダイレクトヒーティング技術を採用しており、最大 250 °C/min の高速昇温が可能で、高速分析が実現できます。

高速 GC は多くのサンプルを扱うラボにとっても有用ですが、現場分析においても非常に有用となり得ます。特に、油の流出、漏洩等の事故が起こった際には現場で迅速に原因油種の推定を行うことが求められます。Agilent Intuvo 9000GC は省スペース、省エネルギーという特徴を兼ね備え、現場分析にも適した GC です。

本アプリケーションノートではラボレベルでの分析に加えて、現場分析を想定した燃料油の高速分析について紹介します。

2. 分析条件

分析目的、用途に合わせて、次の 2 つの分析メソッドを作成しました。カラムを変え、メソッドを読み込むだけで、2 つのメソッドを切り替えることができます。

- ・条件 A: スクリーニング
- ・条件 B: 分離重視

サンプルとして、沸点キャリブレーションサンプル No. 2 (P/N 5080-8768)、市販のライターオイル、レギュラーガソリン、灯油、軽油を分析しました。分析条件の詳細は下記に示します。

条件 A (スクリーニング)

注入量: 0.1 µL
注入口: スプリット/スプリットレス (S/SL)
注入口温度: 300 °C
注入法: パルスドスプリット (8 psi, 400 : 1)
ライナー: Ultra Inert Split, ウール入り (P/N 5190-2294)
ガードチップ温度: 300 °C
キャリアガス: 水素 (H₂)
カラム: DB-Sim-Dist (4 m, 0.250 mm, 0.25 µm) (P/N 122-4002-INT)
カラム流量: 1.8 mL/min
カラム温度: 50 °C (0.2min) - 250 °C/min - 340 °C
フローパス温度: 320 °C
FID 温度: 350 °C

条件 B (分離重視)

注入量: 0.1 µL
注入口: S/SL
注入口温度: 320 °C
注入法: パルスドスプリット (40 psi, 800 : 1)
ライナー: Ultra Inert Split, ウール入り (P/N 5190-2294)
ガードチップ温度: 320 °C
キャリアガス: H₂
カラム: DB-5MS UI (20 m, 0.180 mm, 0.36 µm) (P/N 121-5523UI-INT)
カラム流量: 1.2 mL/min
カラム温度: 50 °C (0.5min) - 100 °C/min - 320 °C
フローパス温度: 320 °C
FID 温度: 350 °C



3. 結果

(1) 回収率の評価

濃度値が認証されている沸点キャリブレーションサンプル No. 2 を条件 A により分析し、回収率（認証値との一致度）の評価を行いました。面積値は 3 回連続分析による平均値を使用しました。また、測定値 (w/w%) は JIS K2536-2¹⁾ に規定されている計算方法を採用しました。

結果を表 1 に示します。C₅-C₁₈ の n-アルカンの回収率は 98.0~102.5% となり、良好な回収率が得られました。このことから高速昇温、高スプリット分析においても、組成変化等の懸念が殆どないことが確認できました。

表 1 回収率評価試験の結果

化合物	面積値	測定値(w/w%)	認証値(w/w%)	回収率(%)
n-pentane	758.03	8.66	8.80	98.4
n-hexane	421.01	4.79	4.70	101.8
n-heptane	434.71	4.92	4.80	102.6
n-octane	443.39	5.01	4.90	102.2
n-nonane	462.19	5.21	5.10	102.2
n-decane	930.29	10.48	10.30	101.7
n-undecane	474.96	5.34	5.22	102.3
n-dodecane	1870.50	21.01	21.10	99.6
n-tetradecane	946.56	10.61	10.80	98.3
n-pentadecane	479.19	5.37	5.40	99.4
n-hexadecane	963.37	10.79	10.90	99.0
n-heptadecane	485.64	5.44	5.50	98.8
n-octadecane	212.20	2.37	2.40	98.9

(2) 再現性の確認

再現性の確認として、沸点キャリブレーションサンプル No. 2 を条件 A により 6 回連続分析しました。表 2 に面積値の RSD（相対標準偏差%）、図 1 にガスクロマトグラムの重ね書きを示します。

図 1 のガスクロマトグラムの重ね書きを見ると、1.2 分という非常に短い時間内ですべてのピークの RT が高い精度で一致していることが分かります。また、面積値についても良好な再現性が得られております。高精度なキャリアガスコントロールとカラム加熱が高い再現性を実現する結果となりました。

表 2 面積値の再現性 (n=6)

化合物	面積値 RSD(%)
n-pentane	1.58
n-hexane	1.74
n-heptane	1.94
n-octane	2.13
n-nonane	2.34
n-decane	2.53
n-undecane	2.72
n-dodecane	2.90
n-tetradecane	3.30
n-pentadecane	3.52
n-hexadecane	3.74
n-heptadecane	3.97
n-octadecane	4.23

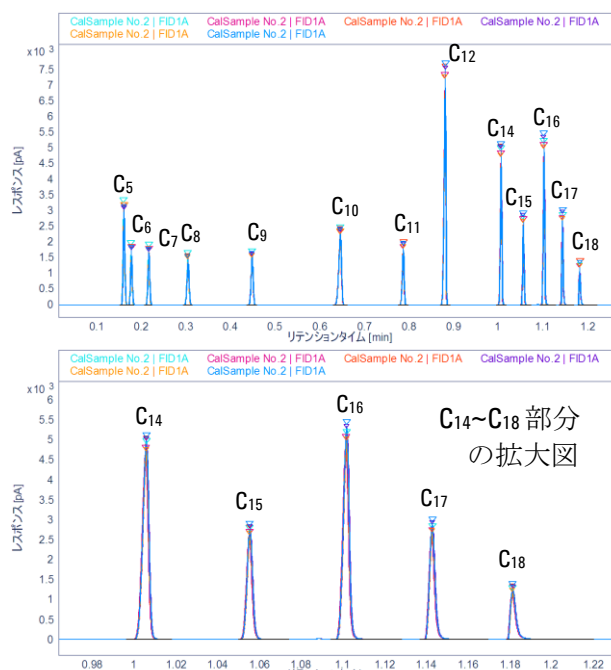


図 1 沸点キャリブレーションサンプル No. 2 の 6 回連続分析によるガスクロマトグラムの重ね書き

(3) 条件 A（スクリーニング）の結果

図 2 に条件 A でライターオイル、レギュラーガソリン、灯油、軽油を分析した結果を示します。4 m という短いカラムと 250 °C/min という高速昇温により、軽油留分までを 2 分以内に分析可能です。

ガスクロマトグラムのパターン比較により、これらの油種を判別することが十分可能となります。

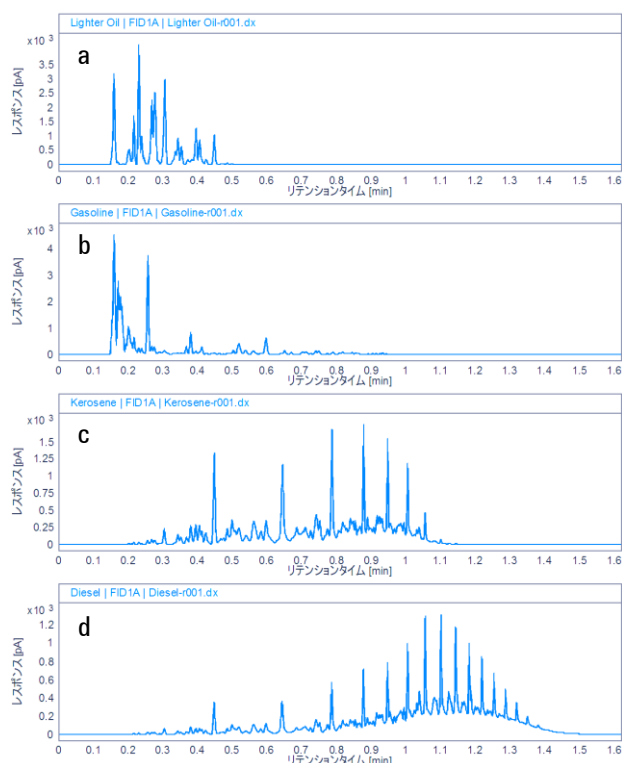


図 2 条件 A によるガスクロマトグラム
a: ライターオイル, b: レギュラーガソリン,
c: 灯油, d: 軽油



(4) 条件 B (分離重視) の結果

図 3 に条件 B でライターオイル、レギュラーガソリン、灯油、軽油を分析した結果を示します。また、図 4 に図 3 のガスクロマトグラムを拡大図を示します。内径 0.18 mm カラムを用い、スプリット比を 800:1 と高くすることで、条件 A に比べ、大幅に各成分の分離度が向上していることが分かります。条件 B では軽油留分までを 5 分以内に分析することが可能です。

本アプリケーションノートではカラムを FID に直結するシステムを使用しましたが、カラムを MS に接続するシステムにおいても同様の分析が可能です。マススペクトルとライブラリにより、各成分の同定を行うといった分析も可能です。

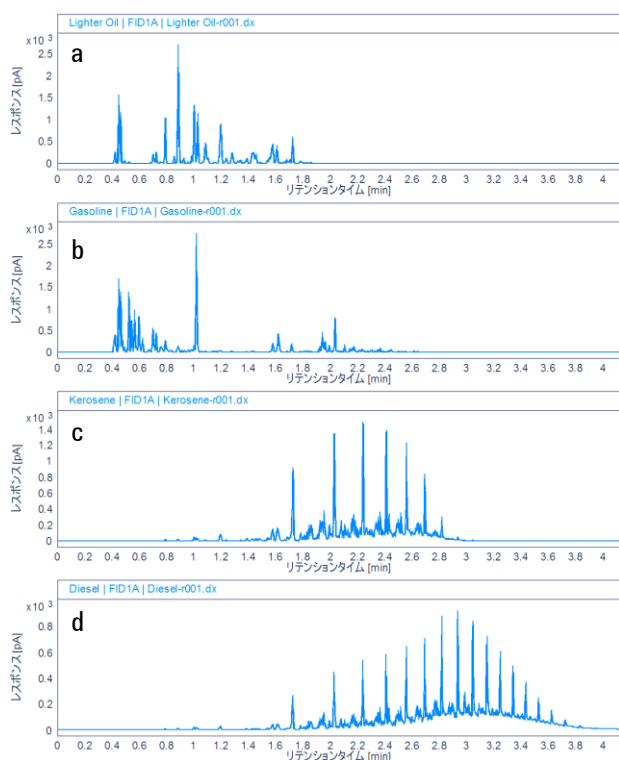


図 3 条件 B によるガスクロマトグラム
a: ライターオイル, b: レギュラーガソリン,
c: 灯油, d: 軽油

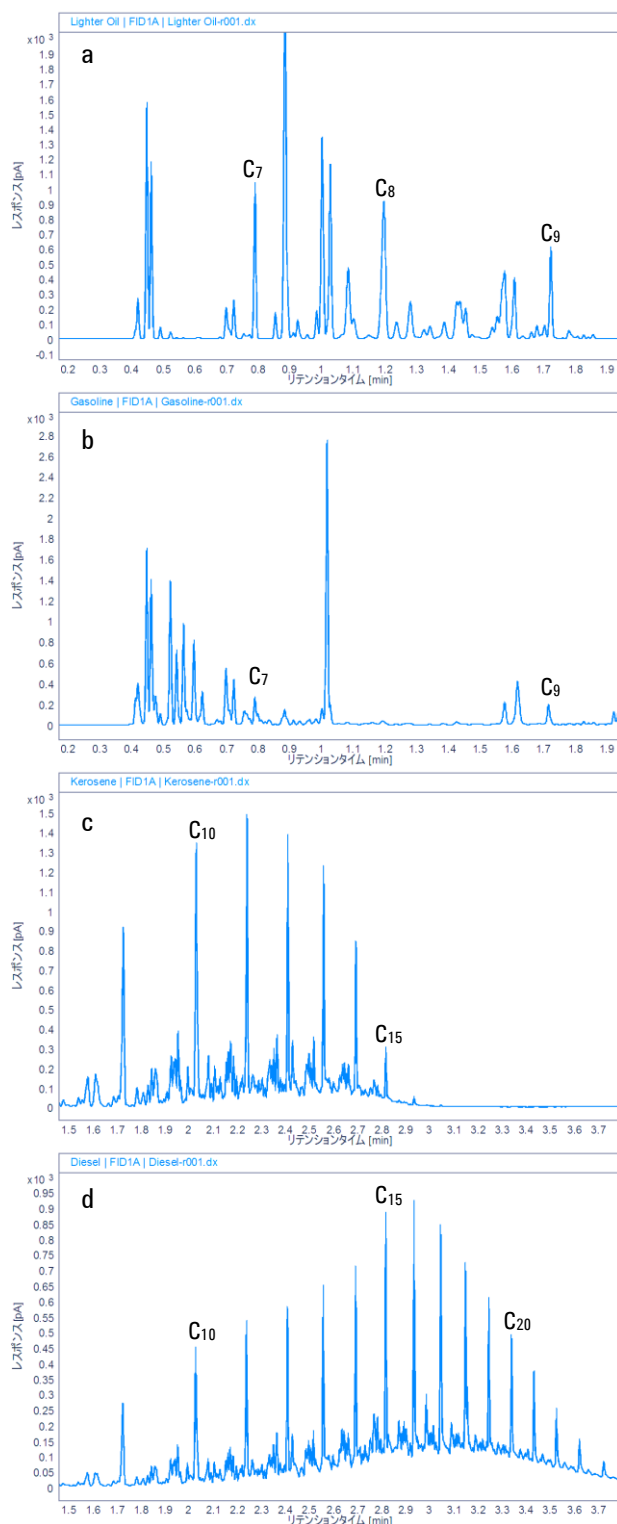


図 4 条件 B によるガスクロマトグラムの拡大図
a: ライターオイル, b: レギュラーガソリン,
c: 灯油, d: 軽油



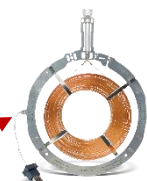
4. まとめ

Agilent Intuvo 9000GCにより、ラボ及び現場における燃料油の迅速判別を目的とした高速 GC 分析条件を開発しました。空気浴式オープンを搭載した GC を用いた場合には少なくとも 10 分程かかっていた分析がダイレクトヒーティング技術により、2 分以内に分析が可能となります。また、n-アルカンの回収率、再現性については非常に良好な結果が得られ、分析法の妥当性が示されました。

本アプリケーションノートでは 2 つの分析メソッドを紹介しましたが、用途、目的によって様々なメソッドを使い分けることができます。メソッドの切り替えでカラム交換が必要な場合がありますが、Intuvo はワンタッチでカラム接続が可能で、従来のカラム交換に比べ大幅に簡略化されています。

Intuvo1 台で現場での燃料油のスクリーニング分析からラボでの分析まで様々な用途に対応できます。

より高沸点成分を含む鉱物油等の分析については別のアプリケーションノート (5991-7367JAJP) をご参照下さい。²⁾



フェラルレスでワンタッチ接続が可能な専用カラム

5. 参考文献

- 1) JIS K2536-2. 石油製品-成分試験方法
第 2 部 : ガスクロマトグラフによる全成分の求め方
- 2) アジレント・テクノロジー株式会社, アプリケーションノート 5991-7367JAJP

【GC-2017050S-001】

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる障害について一切免責とさせていただきます。
また、本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社
〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1
www.agilent.com/chem/jp

