

SAF（持続可能な航空燃料）の フローモジュレーション GC×GCによる 化合物組成解析

著者

橋北 直人
関口 桂

アジレント・テクノロジー
株式会社

要旨

CO₂ 排出量削減のための取り組みの 1 つとして、航空業界における持続可能な航空燃料（SAF：Sustainable Aviation Fuel 以下 SAF）の活用が期待されています。SAF はバイオマスや廃食油など、さまざまな原料から製造される炭化水素の混合物であり、その組成解析には高分離な手法が求められます。そこで、極性の異なる 2 種類のカラムを組み合わせた包括的二次元ガスクロマトグラフィー（GC×GC）を用いた分析を実施しました。モジュレータには冷媒を使用しないリバースフローモジュレータを使用しました。

サンプルにはニート SAF、従来の航空燃料を混ぜた混合 SAF、および脂肪酸を含む SAF 製造中間生成物を使用し、混合 SAF については化合物タイプ別の割合を算出しました。

1. はじめに

カーボンニュートラル社会の実現のため、従来の化石由来の航空燃料よりも CO₂ 排出量削減効果が期待される、持続可能な航空燃料、いわゆる SAF の活用が進められています。経済産業省が発表した令和 5 年度の GX (Green Transformation) 基本方針では、2030 年時点の国内ジェット燃料使用量の 10 % を SAF に置き換える目標を設定しています。^[1]

SAF には ASTM D7566 の燃料規格があり、廃食油やバイオマス、廃プラスチックなど、その原料や製造技術を基準として Annex 1～7 の 7 つの区分に分類されています。区分により化合物組成が異なるため、詳細な組成解析を行うことが重要です。

今回は、包括的二次元ガスクロマトグラフィー (GC×GC) を用いて、SAF の組成解析を行いました。GC×GC は SAF のような複雑な炭化水素の混合物の分離分析には非常に有効です。図 1 のように、1 本のカラムでは分離できない成分を、極性の異なる 2 本のカラムにより分離させることが可能です。

またモジュレーションは冷媒を使用せず、キャピラリー・フロー・テクノロジーのデバイスであるリバースフローモジュレータを用いた流路切り替えにより実施しました。

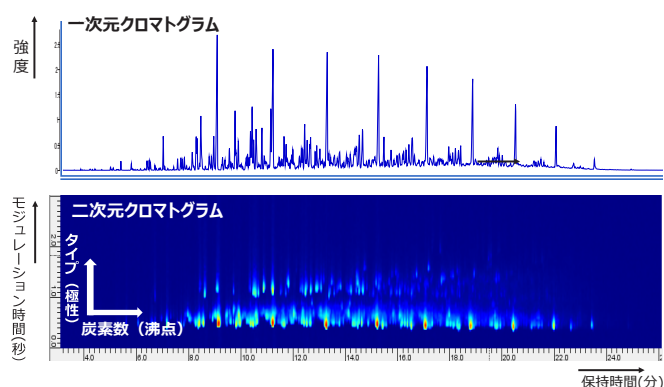


図 1. 灯油留分の一次元クロマトグラムと二次元クロマトグラム

2. 分析条件

装置 : Agilent 8890/5977C GC/MSD/FID

キャリアガス : ヘリウム、コンスタントフローモード

カラム流量 : カラム 1- 0.35 mL/min, カラム 2- 8 mL/min

オープン : 50°C (1 min) - 7°C/min - 300°C (0 min)

モジュレーションサイクル : 3.0 秒、注入時間 0.12 秒

スプリット/スプリットレス注入口温度 : 300 °C

スプリット比 : 50:1

注入量 : 0.5 µL

MSD スキャン範囲 : m/z 50 - 300

MSD インターフェース温度 : 300 °C

検出器スプリット比 MSD : FID = 約 1:3

2 次元クロマトグラム解析ソフトウェア : GC Image

システム構成図を図 2 に示します。極性の異なる 2 本のカラムがモジュレータを介して直列につながっており、カラム 2 の出口をスプリッタにより MSD と FID に分岐しました。

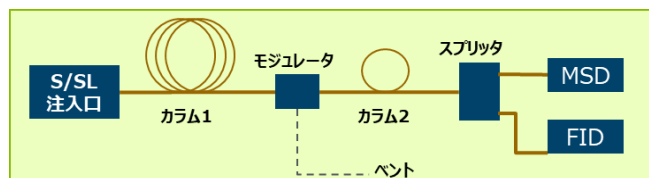


図 2. システム構成図

カラム条件

① 順セット条件 (無/微極性 + 高/中極性)

一次元目 : DB-1ms (20 m, 0.18 mm i.d., 0.18 µm)

二次元目 : DB-17ht (5 m, 0.25 mm i.d., 0.15 µm)

② 逆セット条件 (高/中極性 + 無/微極性)

一次元目 : DB-HeavyWAX (20 m, 0.18 mm i.d., 0.18 µm)

二次元目 : HP-5msUI (1 m, 0.25 mm i.d., 0.25 µm)

サンプル

- ・ ニート SAF (SAF 100 %)
- ・ 混合 SAF (ジェット燃料にニート SAF を 10 % 混合)
- ・ 脂肪酸を含む SAF 製造中間生成物

3. 結果

3-1. 順セット条件による分析結果

図 3 に、ニート SAF と混合 SAF の順セット条件を用いた二次元クロマトグラムを示します。順セット条件では一次元目は沸点ごと、二次元目は極性ごとに分離されます。各ピークは二次元目方向におけるテーリングが抑えられており、形状は良好でした。ニート SAF は炭素数 C9~14 の範囲に収まっているのに対し、混合 SAF では広範囲の炭素数分布が得られました。

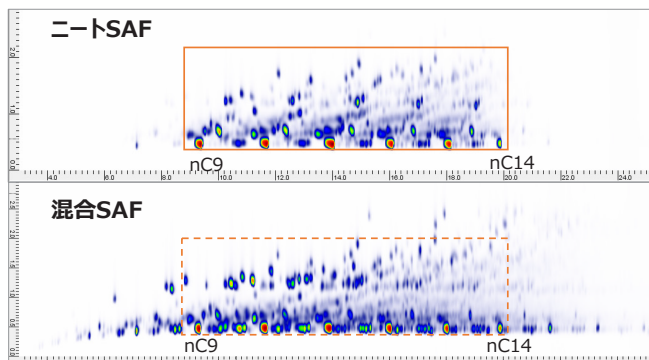


図 3. 順セット条件における二次元クロマトグラム

3-2. 逆セット条件による分析結果

図 4 に、逆セット条件による二次元クロマトグラムを示します。逆セット条件では順セット条件とは異なる傾向を示し、脂肪族（パラフィン、シクロパラフィン）と芳香族の境界が明瞭でした。また、ニート SAF には二環芳香族がほとんど含まれていませんでした。

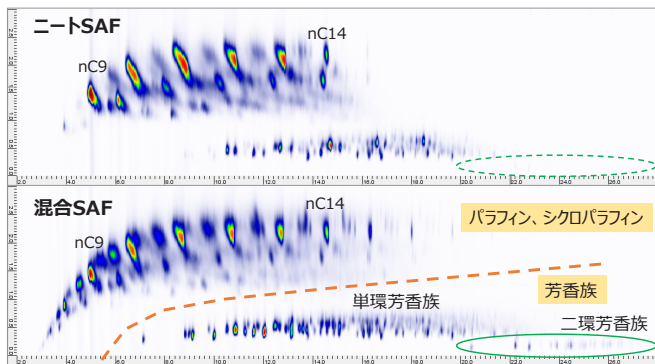


図 4. 逆セット条件における二次元クロマトグラム

3-3. タイプ別解析結果の比較（混合 SAF）

混合 SAF の逆セット条件の二次元クロマトグラムを用いて、図 5 に化合物タイプの溶出位置を示すテンプレートを作成しました。

次に、二次元クロマトグラムで得られたピークのレスポンスを用いて各タイプの割合を算出しました。表 1 に混合 SAF の解析結果を示します。パラフィン（ノルマル、イソ）、シクロパラフィン、アロマ（一環、二環）の各ピーク体積の割合を求めることができました。

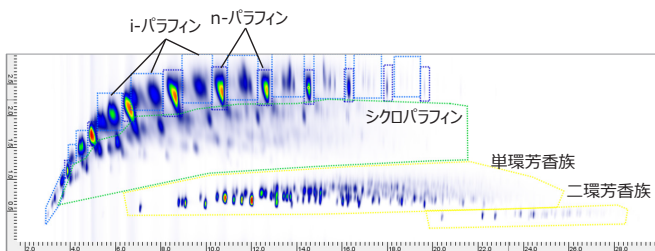


図 5. タイプ解析用テンプレート（混合 SAF、逆セット条件）

表 1. 混合 SAF のタイプ別解析結果

化合物タイプ	割合 (%)
n-パラフィン	34.5
i-パラフィン	25.8
シクロパラフィン	19.3
一環アロマ	19.8
二環アロマ	0.6

3-4. 脂肪酸を含む SAF 製造中間生成物の分析

3-1 とは別のサンプルを逆セット条件で分析した結果を図 6 に示します。脂肪族と芳香族に加えて脂肪酸が分離できること、またサンプルにエステル類、アルコール類が含まれることを確認できました。

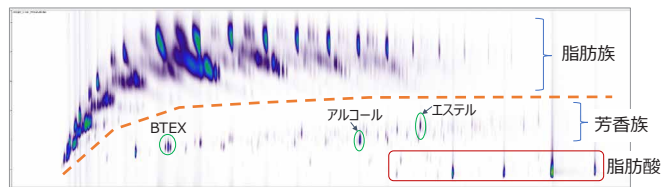


図 6. 脂肪酸を含む SAF 製造中間生成物の二次元クロマトグラム

まとめ

ニート SAF、混合 SAF、および脂肪酸を含む SAF 製造中間生成物をフローモジュレーション方式の GC×GC により分析しました。順セットと逆セットの 2 つの分析条件を使用しました。混合 SAF については化合物テンプレートを作成し、各化合物タイプ別の割合を算出しました。これにより、SAF の組成分析にはフローモジュレーション GC×GC が有効な手段であることを確認できました。

GC×GC の原理説明や分析条件（順セット、逆セット）の詳細検討については参考文献 [2] を参照ください。

参考文献

[1] 経済産業省 持続可能な航空燃料（SAF）の導入促進に向けた官民協議会

[2] バイオディーゼルの包括的組成分析 フローモジュレーション GC×GC による高分離解析、アジレント・テクノロジー アプリケーションノート 資料番号 5994-7254JAJP, 2024

SAF の品質規格である ASTM D7566 に準拠した分析については、以下の技術資料を参照ください。

- ASTM D6379/IP436：芳香族
[IP436 ASTM D6379 に準拠したジェット燃料の芳香族炭化水素の分析](#)
- ASTM D2887：蒸留性状
[ASTM D2887 加速メソッドを用いた中間留分の疑似蒸留分析](#)
- IP 585/IP 590：脂肪酸メチルエステル
[ジェット燃料中の微量脂肪酸メチルエステル（FAME）の GC/MS 分析](#)
[Determination of FAMEs in Aviation turbine fuel with the Agilent 1290 Infinity ELSD](#)
- ASTM D2425：芳香族、シクロパラフィン、パラフィン（お問い合わせください）

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタマコンタクトセンタ

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っていません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

DE87528814

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2024

Printed in Japan, March 31, 2024

5994-7291JAJP