

ASTM D2887 加速メソッドを用いた 中間留分の疑似蒸留分析

著者

James D. McCurry, Ph.D.
Agilent Technologies, Inc.

概要

このアプリケーションノートでは、ASTM D2887B で指定されたキャピラリカラム 3 種それぞれを用いて同メソッドを実行する場合の Agilent 8890 ガスクロマトグラフの性能について説明します。試験対象の各構成で、主な性能基準が容易に満たされました。

はじめに

ASTM D2887 は、灯油、航空燃料、ディーゼル、軽油の一部など、中間留分の沸点分布を測定するために用いられるガスクロマトグラフ分析法です¹。ASTM は、元の D2887 メソッドと同じキャピラリカラムを用いる短時間版の D2887 を開発しました。加速化 D2887 では、高いカラム流量と高速のオープン昇温を用いることで、分析時間が 30 分から 9 分に短縮されました。ASTM はこのメソッドを D2887B とし、使用条件は既存の D2887 文書に組み込まれたものを指定しました。

実験方法

機器の構成および使用条件

ASTM D2887B 規格に従い、次の 3 つのカラムを用いて Agilent 8890 GC を構成しました。

- カラム 1:**
 HP-1、10 m × 0.53 mm (内径)、0.88 mm (p/n 19095Z-021)
- カラム 2:**
 HP-1、5 m × 0.53 mm (内径)、2.65 mm (p/n 19095S-100)
- カラム 3:**
 DB-1、7.5 m × 0.53 mm (内径)、1.5 mm (p/n 125-1002)

表 1 に 8890 GC のハードウェア構成を示し、表 2 に各カラムに用いる特定の使用条件を示します。

Agilent D2887 キャリブレーション混合液 (p/n G3440-85037) を 15 mL の二硫化炭素に溶解して、C₅ ~ C₄₄ の直鎖炭化水素を含む標準溶液を調製しました。この溶液を表 2 に記載の機器条件を用いて、各カラムで分析しました。キャリブレーションの後、システム性能をリファレンスガスオイル (RGO) サンプル 1、バッチ 2 (p/n 5060-9086) の分析によ

り検証しました。その後、D2887 の範囲における沸点範囲を表す中間留分サンプル 3 種を各カラムで分析しました。RGO サンプルと中間留分サンプル 3 種の両方を未希釈で注入しました。

表 1. ASTM D2887B 用に構成された 8890

パラメータ	設定値
オートサンプラ	Agilent 7650 ALS
シリンジ	オートサンプラシリンジ 5 µL (p/n G4513-80206)
注入口	クールオンカラム注入口 (COC)
検出器	水素炎イオン化検出器 (FID)

表 2. ASTM D2887 における 8890 の使用条件

ALS	カラム 1	カラム 2	カラム 3
サンプル注入量	0.1 µL	0.1 µL	0.1 µL
注入前溶媒洗浄	5 × 0.25 µL CS ₂	5 × 0.25 µL CS ₂	5 × 0.25 µL CS ₂
注入前サンプル洗浄	なし	なし	なし
サンプルポンプ	5	5	5
注入後溶媒洗浄	5 × 0.25 µL CS ₂	5 × 0.25 µL CS ₂	5 × 0.25 µL CS ₂
粘度ディレイ	2 秒	2 秒	2 秒
注入口			
初期温度	100 °C	100 °C	100 °C
初期保持時間	0.1 分	0.1 分	0.5 分
昇温速度	35 °C /min	35 °C /min	35 °C /min
最終温度	350 °C	350 °C	350 °C
カラム			
流量	26 mL/min ヘリウム	35 mL/min ヘリウム	37 mL/min ヘリウム
初期温度	60 °C	40 °C	40 °C
初期保持時間	0.1 分	0.1 分	0.5 分
昇温速度	35 °C /min	35 °C /min	35 °C /min
最終温度	360 °C	360 °C	360 °C
FID			
温度	360 °C	350 °C	350 °C
水素流量	40 mL/min	40 mL/min	40 mL/min
空気流量	400 mL/min	400 mL/min	400 mL/min
メークアップガス流量	N ₂ 15 mL/min	N ₂ 15 mL/min	N ₂ 15 mL/min

結果と考察

図 1 に全 3 カラムにおける標準溶液の分析結果を示します。各カラムで C₅ から C₈ の直鎖アルカンの良好な分離が示され、C₆ から C₄₄ までの全ピークのピーク歪み (Skew) 平均は 1.1 でした。さらに、*n*-C₁₆ および *n*-C₁₈ のクロマトグラフィー分離能は各カラムで 4 を上回りました。図 2 に、Agilent SimDis ソフトウェアを用いて得たカラム 1 の代表的な沸点キャリブレーションレポートを示します。カラム 2 と 3 のキャリブレーションデータについても類似のレポートが得られました (非表示)。

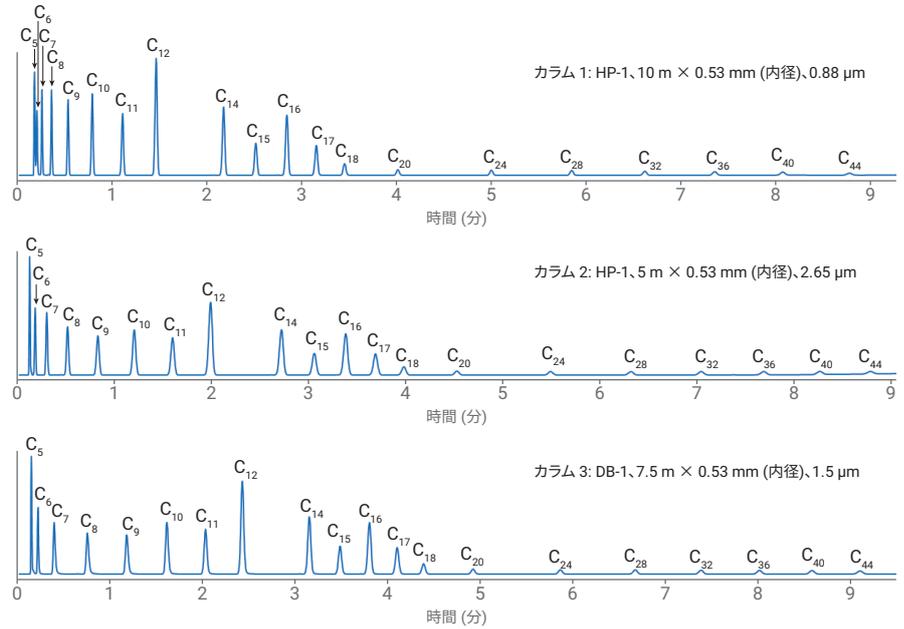


図 1. ASTM D2887B の指定カラムそれぞれにおける標準溶液分析

Simulated Distillation Calibration Report D2887 Std

SYSTEM – 12-Jul-18, 12:46:06 – D2887B_CO2_Col1_Cal
C:\Chem32\3\Data\Nexus_D2887_180712\D2887B_Col1_Setup_180712 2018-07-12 11-48-53\D2887B_Col1_Cal3.D (GC DATA FILE)

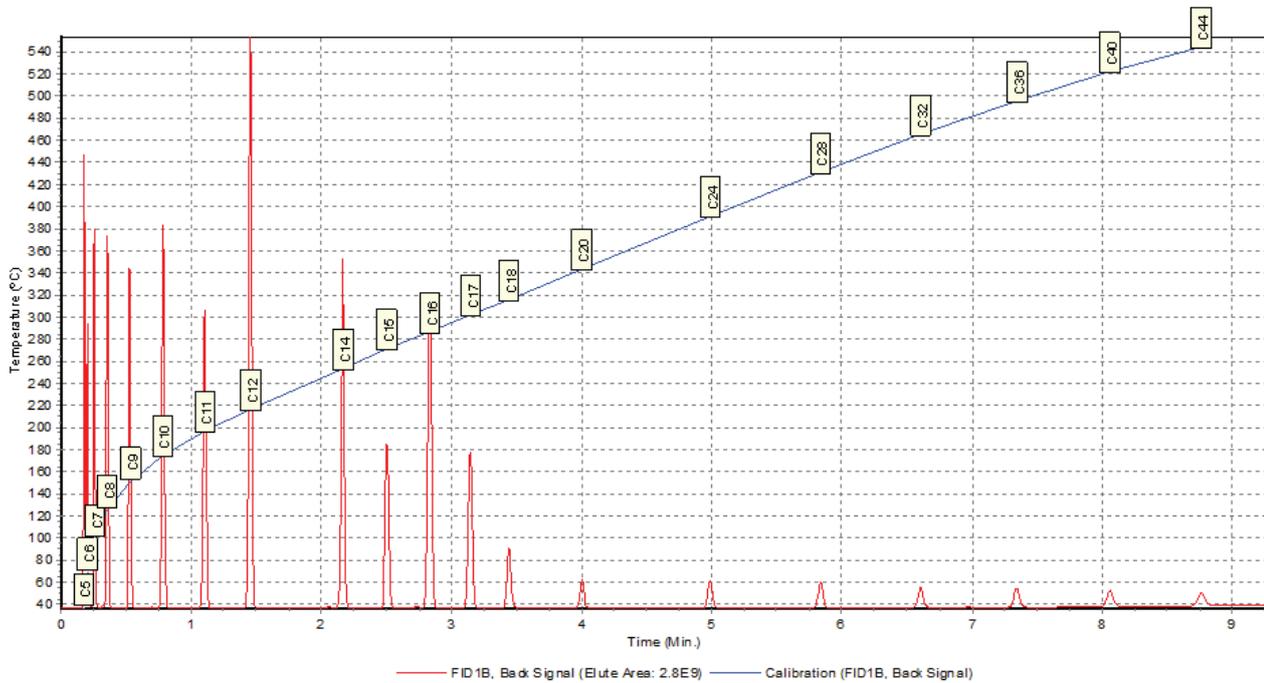


図 2. カラム 1 の SimDis 沸点検量線

RGO サンプルを分析し、実験のカットポイント温度と公表された参照値を比較することで、サンプル分析前のシステム性能を検証しました。図 3 にカラム 1 で得た沸点収率曲線と RGO 結果を含むレポートを示します。表 3 に参照値と実験での RGO 性能結果の比較を記載します。各カラムの実験でのカットポイント温度は、ASTM が許容する範囲内となりました。

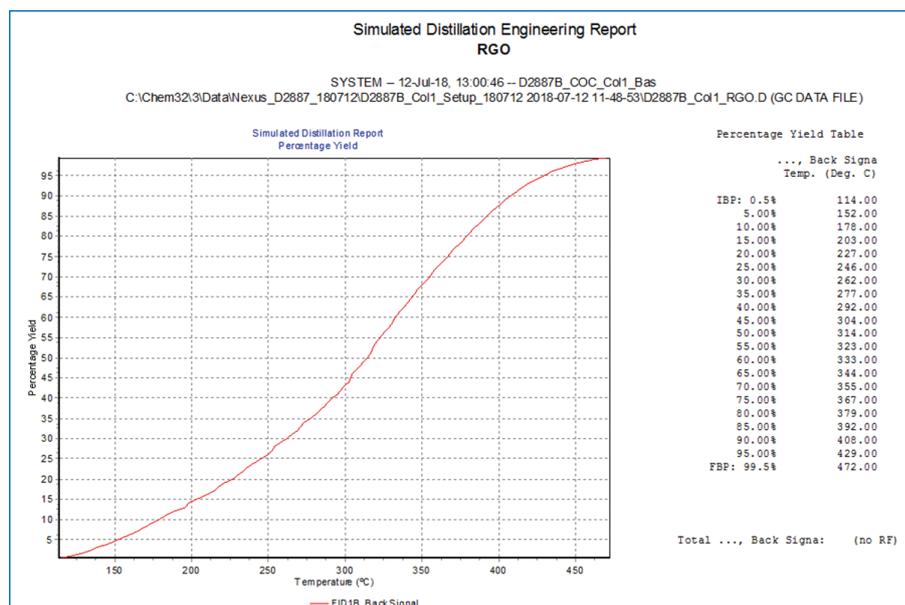


図 3. カラム 1 での RGO 分析の蒸留曲線と結果を示す SimDis レポート

表 3. 各 D2887B カラムの RGO 性能の結果

% オフ	参照値	許容値	カラム 1		カラム 2		カラム 3	
	温度 °C	差異 °C						
IBP (0.5)	115	7.6	114	1.0	115	0.0	115	0.0
5	151	3.8	152	1.0	151	0.0	151	0.0
10	176	4.1	178	2.0	175	1.0	177	1.0
15	201	4.5	203	2.0	201	0.0	202	1.0
20	224	4.9	227	3.0	224	0.0	225	1.0
25	243		246	3.0	243	0.0	244	1.0
30	259	4.7	262	3.0	259	0.0	259	0.0
35	275		277	2.0	275	0.0	275	0.0
40	289	4.3	292	3.0	289	0.0	289	0.0
45	302		304	2.0	302	0.0	303	1.0
50	312	4.3	314	2.0	312	0.0	312	0.0
55	321	4.3	323	2.0	321	0.0	321	0.0
60	332	4.3	333	1.0	331	1.0	332	0.0
65	343	4.3	344	1.0	342	1.0	342	1.0
70	354	4.3	355	1.0	353	1.0	353	1.0
75	365	4.3	367	2.0	365	0.0	365	0.0
80	378	4.3	379	1.0	378	0.0	378	0.0
85	391	4.3	392	1.0	391	0.0	391	0.0
90	407	4.3	408	1.0	407	0.0	407	0.0
95	428	5	429	1.0	428	0.0	428	0.0
FBP (99.5)	475	11.8	472	3.0	474	1.0	473	2.0

図 4、5、6 に、3 カラムから得た中間留分サンプル 3 種と RGO クロマトグラムを示します。これらのサンプルクロマトグラムは著しく類似しており、カラム寸法や使用条件の差によるわずかな相違が、プロファイルとリテンションタイムに認められるだけです (表 2 を参照)。サンプル分析からのデータは、各カラムのキャリブレーション分析を用いて SimDis ソフトウェアで処理しました (図 1 と 2)。表 4 に中間留分サンプル 3 種について得られた結果の比較を示します。各カットポイントで得られた温度は 3 カラムすべてでほぼ同一でした。

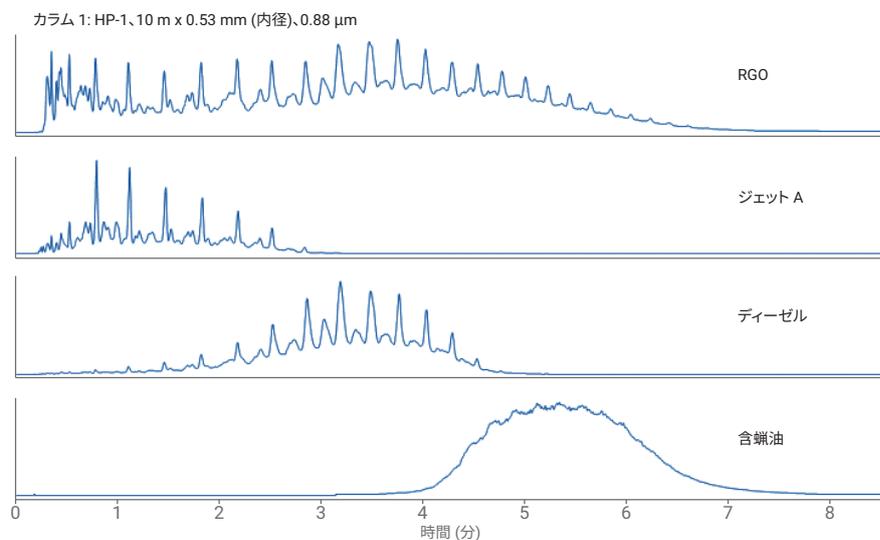


図 4. カラム 1 での RGO および中間留分サンプル 3 種の分析

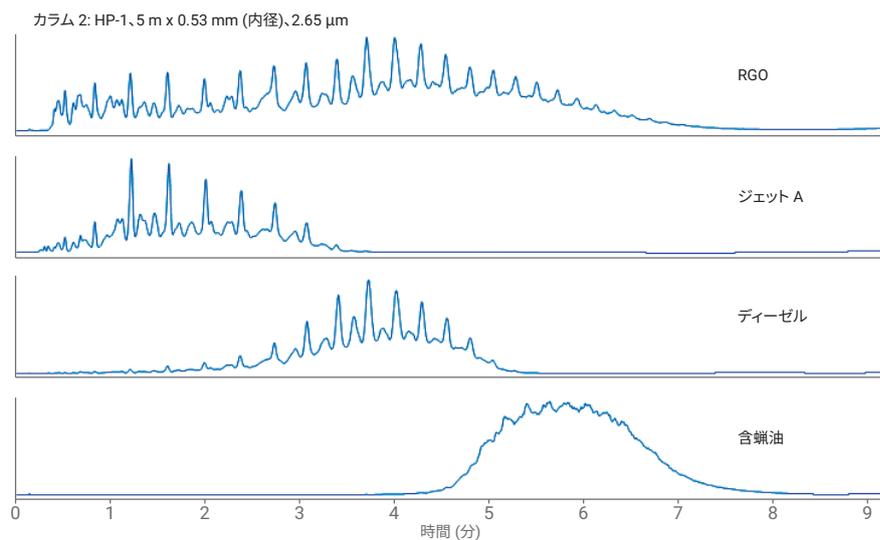


図 5. カラム 2 での RGO および中間留分サンプル 3 種の分析

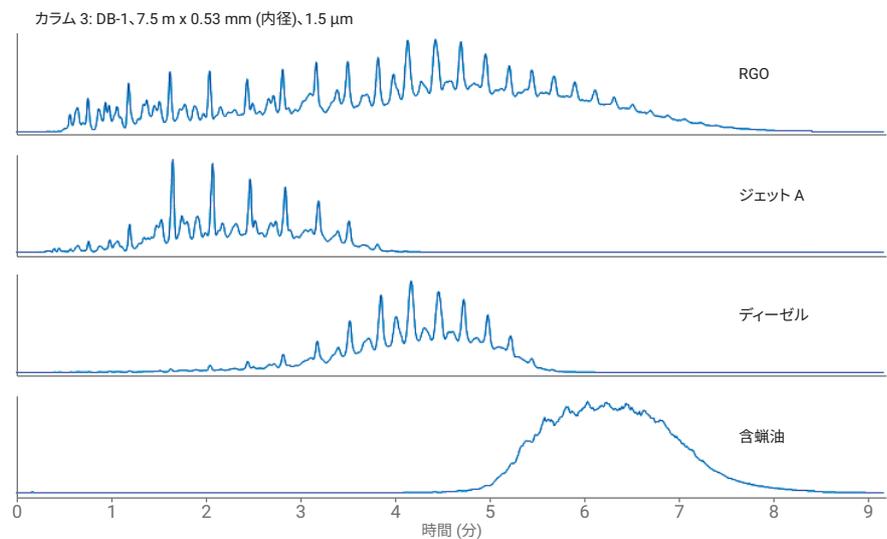


図 6. カラム 3 での RGO および中間留分サンプル 3 種の分析

表 4. D2887B カラム 3 種での 3 サンプルの分析結果の比較

% オフ	ジェット A			ディーゼル			含蠟油		
	カラム 1	カラム 2	カラム 3	カラム 1	カラム 2	カラム 3	カラム 1	カラム 2	カラム 3
IBP (0.5)	103	104	103	156	152	157	333	336	336
5	145	145	146	230	229	231	363	361	362
10	162	162	163	253	252	254	371	369	370
15	169	169	170	267	266	267	377	375	376
20	175	175	176	274	273	275	382	380	382
25	180	180	181	283	282	283	387	385	387
30	186	186	188	288	288	289	392	390	392
35	193	193	194	295	294	295	396	395	397
40	197	197	198	299	299	300	401	399	401
45	202	202	203	304	303	305	405	404	406
50	209	209	210	307	306	308	409	408	410
55	216	216	217	313	312	314	414	413	415
60	219	219	221	318	317	319	418	417	419
65	227	227	228	321	320	322	423	421	424
70	233	233	235	327	326	328	428	426	428
75	237	237	238	332	331	333	433	431	433
80	246	246	247	337	337	339	438	437	439
85	253	253	254	344	344	345	444	443	445
90	261	260	262	350	350	351	452	451	452
95	271	271	272	358	358	359	465	464	465
FBP (99.5)	292	291	293	379	379	379	503	503	502

結論

8890 GC は、ASTM D2887B 加速化メソッドに基づき、指定キャピラリカラム 3 種のいずれを用いても、疑似蒸留分析を問題なく実行できることが示されました。ピーク対称性、分離能、RGO 検証の性能指標を各構成で容易に満たしました。8890 GC システムは、ASTM D2887 全体での沸点範囲を表すサンプル 3 種について、カットポイント温度が一貫していました。

参考文献

1. ASTM D2887-16a, Standard Test Method for Boiling Range Distribution of Petroleum Fractions by Gas Chromatography, ASTM International, West Conshohocken, PA, **2016**, www.astm.org.

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンター

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おりません。
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。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2018

Printed in Japan, December 6, 2018

5994-0548JAJP

