

Agilent 7820A ガスクロマトグラフによる ベンゼン中の微量炭化水素分析

Chunxiao Wang and Wenmin Liu

アプリケーション

HPI

ベンゼンの製造過程やそれを使用するプロセスにおいて、ベンゼンに含まれる不純物の情報は品質管理において非常に重要です。ASTM D4492 [1] を用いて、C9 までの非芳香族化合物、トルエン、C8 芳香族化合物、1,4-ジオキサンといったベンゼン中の不純物を分析しました。ベンゼンや他の芳香族溶媒の分析には、使いやすく効率の良い Agilent 7820A ガスクロマトグラフが適しています。本アプリケーションでは、スプリット/スプリットレスキャピラリー注入口と水素炎イオン化検出器 (FID) を備えた Agilent 7820A GC を使用し、GC コントロール、データ取り込みおよびデータ解析には、Agilent EZChrom Elite Compact ソフトウェアを用いました。Agilent 7820A GC はオートサンブラ (ALS) に対応しているため、注入から最終レポート作成に至るまでの全過程で、完全な無人操作が可能です。

実験手法

表 1. GC 条件

注入口設定	250 °C、スプリット比：100:1~30:1
注入量	0.5 µL
カラム	HP-INNOWax 60 m × 0.32 µm × 0.5 µm
カラム流量 (He)	2.6 mL/min (75 °C で 21.8 psi)、コンスタントフローモード
オープン温度プログラム	ベンゼン中不純物：75 °C (10分) - 3 °C /min - 100 °C 芳香族溶媒：75 °C (10分) - 3 °C - 100 °C - 10 °C/min - 145 °C
FID 設定	
温度	250 °C
H2 フロー	40 mL/min
空気フロー	400 mL/min
メイクアップ (N2)	25 mL/min
データ取り込み速度：	20 Hz

要旨

- ここで紹介するメソッドは、ベンゼンやさまざまな芳香族溶媒において純度分析を可能にする簡単なシングルカラムメソッドです。これは 10 種類の ASTM メソッドのクロマトグラフィ要件を満たしています。そのため、最小限の GC およびストックカラム、消耗品で多様なサンプルを分析することができます。
- EPC コントロールおよび自動注入により、リテンションタイムおよびピーク面積の良好な再現性が実現します。
- FID の広いダイナミックレンジにより、サンプル中の高濃度から低濃度までの成分を 1 回の分析で定量することができます。



Agilent Technologies

考察

すべての注入口と検出器に電子式圧力/流量制御 (EPC) を完備した Agilent 7820A GC は、優れた再現性を実現するほか、圧力や流量の設定と保存を迅速かつ簡単に行うことができます。図 1 に、D4492 較正用標準溶液のクロマトグラムを示しています。リテンションタイムとピーク面積の再現性は良好で、RSD はリテンションタイムで約 0.03~0.01 %、ピーク面積で約 1.6 % です (表 2 参照)。

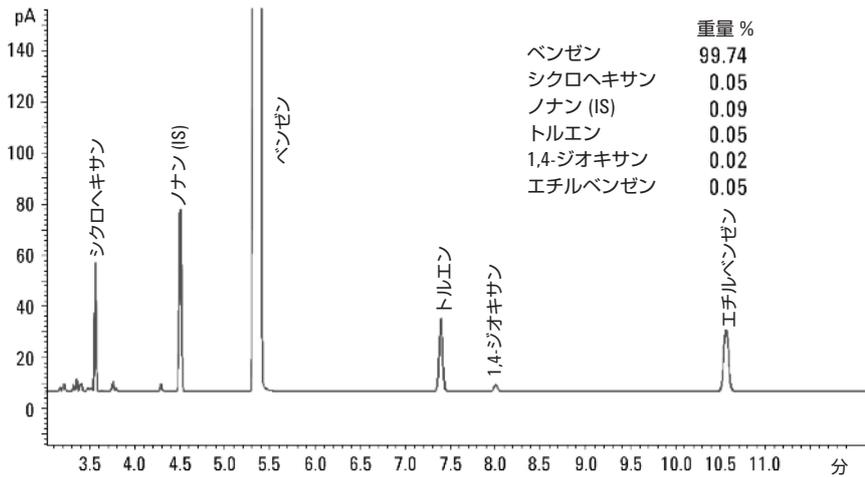


図 1. ASTM D4492 ベンゼン較正用標準溶液。オープン温度プログラム：75 °C (10 分)
- 3 °C/min - 100 °C。サンプル量：0.5 µL、スプリット比：100:1。

表 2. 再現性 — ASTM D4492 ベンゼン較正用標準溶液 (11 回分析)、1 回目の分析を含む

	シクロヘキサン	ノナン	ベンゼン	トルエン	1,4-ジオキサン	エチルベンゼン
	ピーク面積					
1	430130	861450	900088289	590385	56288	689141
2	425791	848159	888131170	581775	55693	677502
3	437496	874885	915251703	599534	57071	698269
4	439204	879141	918796665	601857	57355	701225
5	438646	876346	917995860	601138	57056	700462
6	436941	876809	914994185	599823	57743	699919
7	423567	844923	885230656	580241	55487	675473
8	420259	843030	878870585	577475	55392	673593
9	422665	844761	883243038	579572	55419	675665
10	430741	865226	901189833	591633	56211	691217
11	431032	865007	901921807	592037	56118	691200
平均：	430588	861794	900519436	590497	56348	688515
標準偏差：	6852	14298	14909746	9406	837	11061
%RSD:	1.59	1.66	1.66	1.59	1.49	1.61

表 2. 再現性 — ASTM D4492 ベンゼン較正用標準溶液 (11 回分析)、1 回目の分析を含む (続き)

	シクロヘキサン	ノナン	ベンゼン	トルエン	1,4-ジオキサン	エチルベンゼン
	リテンションタイム					
1	3.562	4.503	5.369	7.397	8.003	10.561
2	3.562	4.504	5.371	7.398	8.005	10.563
3	3.562	4.504	5.371	7.398	8.007	10.565
4	3.561	4.503	5.370	7.398	8.006	10.563
5	3.561	4.503	5.370	7.398	8.006	10.563
6	3.561	4.503	5.369	7.398	8.007	10.563
7	3.561	4.503	5.369	7.398	8.006	10.563
8	3.561	4.503	5.369	7.398	8.006	10.563
9	3.561	4.504	5.370	7.398	8.006	10.563
10	3.563	4.506	5.372	7.400	8.007	10.567
11	3.563	4.506	5.372	7.400	8.009	10.565
平均:	3.562	4.504	5.370	7.398	8.006	10.564
標準偏差:	0.0008	0.0012	0.0012	0.0009	0.0015	0.0016
%RSD:	0.02	0.03	0.02	0.01	0.02	0.01

FID のダイナミックレンジは非常に広いのですが、アナログ出力の場合、レンジ切り替えが必要になります。しかし、Agilent 7820A GC ではデジタル出力ができるため、サンプル中の高濃度から低濃度までの成分を 1 回の分析で定量することができます。図 2 に、ベンゼンに微量不純物を添加して得られた分析結果を示しています。微量 (10 ppm) エチルベンゼンと純度 99 % 以上のベンゼンが 1 回の分析で定量されています。

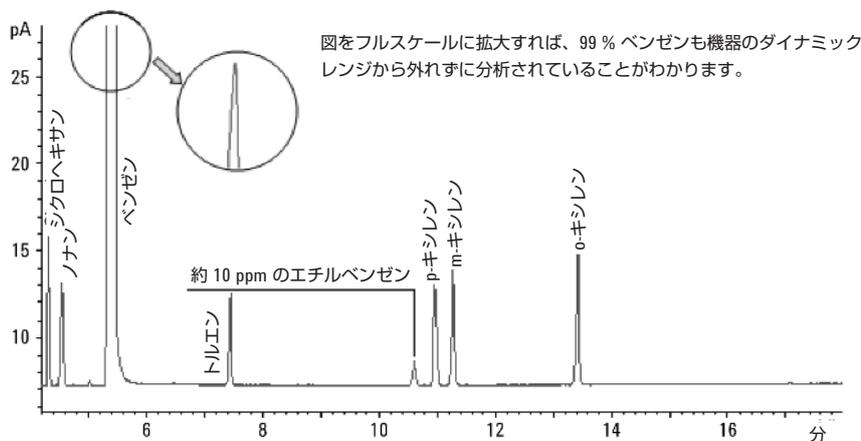
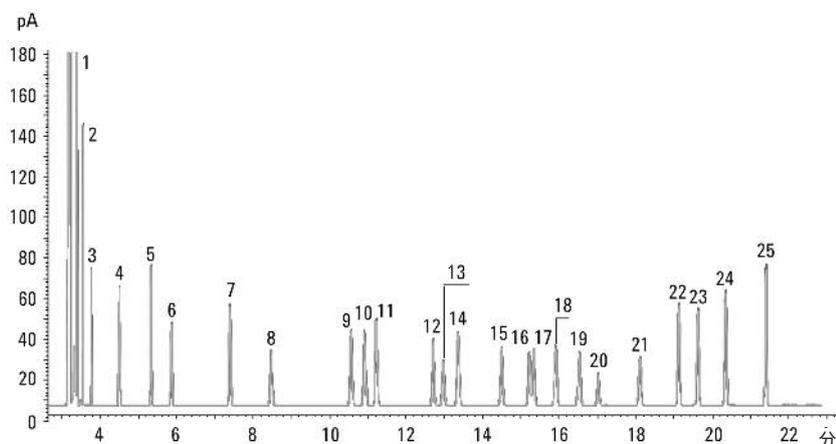


図 2. ベンゼン中に添加した微量不純物の分析。オープン温度プログラム：75 °C (10 分)
- 3 °C/min - 100 °C、サンプル量：0.5 µL、スプリット比：30:1。

このシステムは、参考文献 2 でも述べられているように、10 種類の ASTM 芳香族メソッドに準拠した幅広い芳香族溶媒サンプルのクロマトグラフィ分析にも適しています。10 種類の ASTM メソッドで規定されている 0.1 重量 % の芳香族溶媒および不純物を含む n-ヘキサン溶液を調製し、分析しました。図 3 に、11 回の繰り返し分析で得られたクロマトグラムを重ね書きしています。この図から再現性が優れていることがわかります。



- | | | | |
|------------|------------|---------------|---------------|
| 1. ヘプタン | 7. トルエン | 13. ドデカン | 19. s-ブチルベンゼン |
| 2. シクロヘキサン | 8. ウンデカン | 14. o-キシレン | 20. スチレン |
| 3. オクタン | 9. エチルベンゼン | 15. プロピルベンゼン | 21. トリデカン |
| 4. ノナン | 10. p-キシレン | 16. p-エチルトルエン | 22. ジエチルベンゼン |
| 5. ベンゼン | 11. m-キシレン | 17. m-エチルトルエン | 23. n-ブチルベンゼン |
| 6. デカン | 12. クメン | 18. t-ブチルベンゼン | 24. a-メチルスチレン |
| | | | 25. フェニルアセチレン |

図 3. 10 種類の ASTM メソッドで規定される芳香族溶媒の 11 回繰り返し分析で得られたクロマトグラムの重ね書き。
 オープン温度プログラム：75 °C (10 分) - 3 °C/min - 100 °C - 10 °C/min - 145 °C、
 サンプル量：0.5 μL、スプリット比：100:1。

参考文献

1. ASTM D4492-98, "Standard Test Method for Analysis of Benzene by Gas Chromatography," Annual Book of Standards, Volume 06.04, ASTM, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428 USA
2. James D. McCurry, "A Unified Gas Chromatography Method for Aromatic Solvent Analysis," Agilent Technologies publication 5988-3741EN

Chunxiao Wang と Wenmin Liu は、アジレント・テクノロジー (上海、412 Ying Lung Road, Waigaoqiao Free Trade Zone, Shanghai, 200131 China) のアプリケーションケミストです。

詳細情報

アジレント製品とサービスの詳細については、アジレントのウェブサイト www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

www.agilent.com/chem/jp

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損害について一切免責とさせていただきます。

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。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本文書を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

アジレント・テクノロジー株式会社
 © Agilent Technologies, Inc., 2009
 Printed in Japan
 February 9, 2009
 5990-3548JAJP