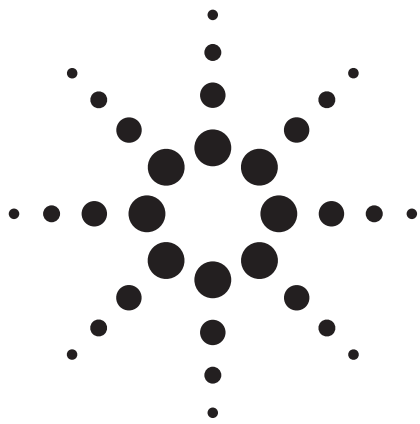




Agilent 7820A GC による 工業用酢酸中のギ酸分析

アプリケーション

Wenmin Liu, Chunxiao Wang

HPI

原油の価格が上昇し、将来的な石油およびガス資源の不足に対する懸念が生じるのに伴い、石炭化学業界の発展に寄せられる期待が大きくなっています。

酢酸は石炭化学合成における重要な中間生成物で、ポリエチレンや酢酸セルロース、ポリビニル、合成繊維などの製造に使用されており、今後 3 年間でその生産量は高水準を維持するものと見込まれます。中国におけるアルコールを原料とした酢酸生産量は、2010 年に年間 73 万トンに達すると予想されています。

酢酸の純度は、最終的な合成製品の品質を左右します。ギ酸は酢酸に含まれるおもな不純物の 1 つです。酢酸中ギ酸の分析にあたっては、ガスクロマトグラフィを用いたメソッドがこれまでに数多く開発されています。たとえば、GB/T 1628.5-2000 メソッドでは、パックドカラムとマニュアルサンプル注入が使用されていますが、分離効率と再現性が低いため、ギ酸の定量結果に影響が出ています。

本アプリケーションでは、アジレントの新 GC プラットフォームである Agilent 7820A GC システムを用いて、新たな分析メソッドを開発しました。マイクロ熱伝導度検出器 (μ TCD) の使用により、酢酸中のギ酸を容易に測定できるメソッドが開発されました。分離効率を上げるために、分析カラムに Agilent J&W DB-FFAP (30 m $\times$ 320 μ m, 0.25 μ m) キャピラリカラムを使用しました。

要旨

- Agilent 7820A GC と μ TCD を組み合わせることにより、酢酸中ギ酸を簡単に分析できるメソッドが実現します。
- ALS と EPC により、優れた再現性と使いやすさが実現します。こうした特長により、7820GC は QA/QC ラボのルーチン分析に最適なシステムとなっています。
- 分析カラムにキャピラリカラムを使用することで、中国 GB メソッドよりも酢酸中ギ酸の分離効率が向上します。



Agilent Technologies

実験手法

分析条件

注入口	150 °C、スプリット比：10:1
注入量	1 µL
カラム	Agilent J&W DB-FFAP、30 m × 320 µm、0.25 µm (p/n 123-3232)
キャリアガス	He、コンスタントフロー：1.5 mL/min
オープン	80 °C (3 min)- 8 °C/min- 150 °C (5 min)
検出器	µTCD：200 °C、リファレンスガス：15 mL/min、 メイクアップガス：6.5 mL/min FID：300 °C、H ₂ ：30 mL/min; 空気：350 mL/min; メイクアップ流量 (N ₂): 60 mL/min
オートサンブラ	Agilent 7693A オートサンブラ
データ解析システム	EZChrom Elite Compact

結果

図 1 は、Agilent 7820A GC で濃度 1 % (重量比) の酢酸中ギ酸を分析したクロマトグラムです。このクロマトグラムを見ると、Agilent J&W DB-FFAP カラムでは酢酸の後にギ酸が溶出しています。これは、Agilent 6890 GC と Agilent 5975C シリーズ GC/MSD により確認されています。この実験では、水素炎イオン化検出器 (FID) においてもギ酸の検出を確認しました。図 2 はそのクロマトグラムです。

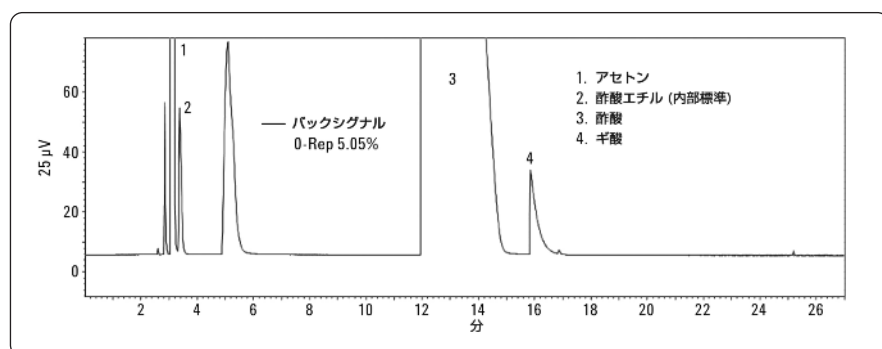


図 1. TCD チャンネルにおける酢酸中ギ酸分析のクロマトグラム

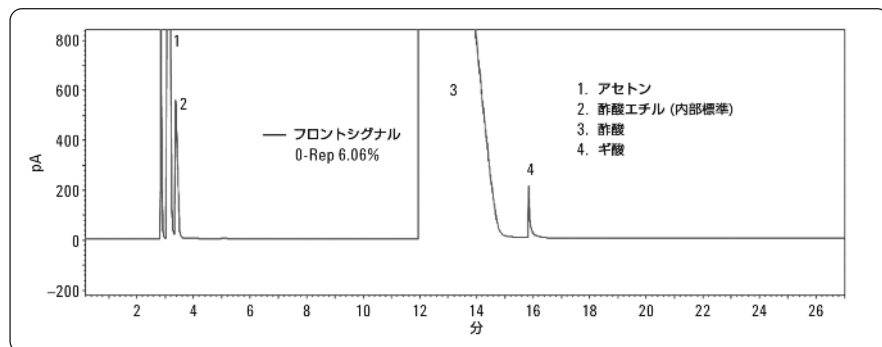


図 2. FID チャンネルにおける酢酸中ギ酸分析のクロマトグラム

Agilent μ TCD は、特許技術である単一フィラメント設計のフロー切り替え検出器です。5 Hz という周波数でカラム溶出液とリファレンスガスを単一のフィラメントに交互に流す設計により、リファレンスカラムが不要になっています。リファレンスカラムがないため、昇温プログラムを用いる場合でも、安定したベースラインが確保されます。また、 μ TCD は従来の TCD よりもセル容量が小さいため、感度が高くなっています。

低濃度ギ酸サンプルを用いて、 μ TCD におけるギ酸の検出下限を測定しました。このメソッドにおける濃度 0.05 wt% のギ酸のシグナル/ノイズ比は 6.8 でした。濃度 0.05 wt% のサンプルを 5 回注入して測定したメソッド精度は、1.75 % RSD でした。この優れた結果は、Agilent 7820A GC の特長である電子式圧力/流量制御 (EPC) と自動サンプリングの精度により実現したものです。

本メソッドでは、GB/T 1628.5-2000 に従い、酢酸エチルを内部標準として、濃度 0.1 %、0.5 %、1 %、10 % (重量比) のギ酸標準液 (酢酸溶液) により検量線を作成しました。0.1 % から 10 % (重量比) の濃度で $r^2 = 0.9917$ という直線性が得られました。

結論

Agilent 7820A GC と μ TCD を組み合わせることで、酢酸中のギ酸を簡単に分析できるメソッドが実現します。また、キャピラリカラムを用いることにより、高濃度と低濃度の両方において酢酸と不純物を良好に分離できます。さらに、FIDで比較的感受度の低いギ酸分析には μ TCD が適しており、感度、再現性ともに良好に分析することができます。16 バイアルというサンプルキャパシティを備えた 7693A オートサンプリングと 7820A GC EPC により、優れた再現性と使いやすさが実現します。こうした特長は、原料や中間生成物の品質管理が重要となる急成長中の石炭化学業界やルーチン分析ラボに適しています。データ処理システムの EZChrom Elite Compact ソフトウェアは、Agilent 7820 GC に合わせて設計された使いやすいソフトウェアで、一般的なレポートテンプレートを備えています。

参考文献

1. GB/T 1628.5-2000. Determination of formic acid in acetic acid by gas chromatography

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
August 25, 2009
5990-4456JAJP



Agilent Technologies