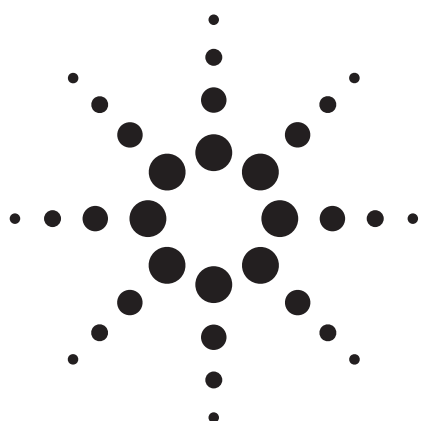


内径 0.18 mm GC カラムを用いた 芳香族溶剤の高速分析



アプリケーション

ガスクロマトグラフ

著者

Yun Zou
Agilent Technologies (Shanghai) Co. Ltd.
412 Ying Lun Road
Waigaoqiao Free Trade Zone
Shanghai 200131
P.R. China

Zhenxi Guan
Agilent Technology
3 Wangjing Bei Lu
Chao Yang District
Beijing 100102
P.R. China

要旨

高速 GC は分析の生産性を向上する方法です。内径の小さいキャピラリカラムを用いることで、キャピラリ GC では、カラム長あたりの分離効率が高くなります。全長が短く、高分離の内径 0.18 mm GC カラムは、従来の内径 0.25 mm または 0.32 mm カラムと比較して、分離性能を落とさずに高速分析を実現します。本資料では、芳香族溶剤の純度分析の迅速な GC メソッドを紹介します。

緒言

芳香族炭化水素の純度測定は、化学や石油化学業界の QA/QC ラボにとって不可欠です。分析作業を標準化するため、米国材料試験協会 (ASTM) はスチレン、*o*-キシレン、*p*-キシレン、エチルベンゼンなどの芳香族化合物専用の多くの GC メソッドを開発し、発行してきました。表 1 に 10 の ASTM メソッドを推奨カラムの仕様とともに記載します [1]。

QA/QC ラボは、これらの ASTM メソッドを実行して、製品の品質を保証する必要があります。これらの分析は困難で実施に高い費用がかかることがあります。ASTM メソッドの多くは非常に類似しており、それらのメソッドに同等で、かつ単一のメソッドを開発することが強く望まれています。芳香族溶剤用統一メソッドの詳細は文献 [2、3] に紹介されています。

QC/QA ラボは、生産性を向上させるため、一日あたり多数のサンプルを分析する必要に迫られています。サンプル処理数を高め、サンプルあたりの分析費用を下げるため、高速分析が求められています。



Agilent Technologies

表 1. 芳香族溶剤の GC 分析の ASTM メソッド

ASTM メソッド	タイトル	液相	カラムタイプ	レポート仕様
D2306	C8 芳香族炭化水素の 標準テスト	0.25 μ m Carbowax	キャピラリ 50 m $\times$ 0.25 mm	個々の C8 HC の wt%
D2360	単環芳香族炭化水素 内の微量不純物の 標準テスト	0.32 μ m Carbowax	キャピラリ 60 m $\times$ 0.32 mm	個々の芳香族の 総不純物、純度の wt%
D3760	イソプロピル ベンゼンの標準テスト	0.25 μ m Carbowax	キャピラリ 50 m $\times$ 0.32 mm	個々の不純物の wt%、 イソプロピルベンゼン純度 (wt%)
D3797	o-キシレンの標準テスト	0.5 μ m Carbowax	キャピラリ 60 m $\times$ 0.32 mm	個々の不純物の wt%、 o-キシレン純度 (wt%)
D3798	p-キシレンの標準テスト	0.25 μ m Carbowax	キャピラリ 50 m $\times$ 0.32 mm	個々の不純物、総不純物の wt%、p-キシレン純度 (wt%)
D4492	ベンゼンの標準テスト	0.25 μ m Carbowax	キャピラリ 50 m $\times$ 0.32 mm	個々の不純物の wt%、 ベンゼン純度 (wt%)
D4534	単環製品中のベンゼン の標準テスト	Chromasorb P に 10% TCEPE	パックド 3.7 m $\times$ 3.175 mm	ベンゼンの wt%
D5060	エチルベンゼン中の不純物 の標準テスト	0.5 μ m Carbowax	キャピラリ 60 m $\times$ 0.32 mm	個々の不純物の wt%、 エチルベンゼン純度
D5135	スチレンの標準テスト	0.5 μ m Carbowax	キャピラリ 60 m $\times$ 0.32 mm	個々の不純物の wt%、 スチレン純度
D5917	単環芳香族炭化水素 (ESTD Cal)内の微量不純物 に対する標準テスト	0.25 μ m Carbowax	キャピラリ 60 m $\times$ 0.32 mm	個々の不純物 (wt%)、 総非芳香族化合物 (wt%)、 総 C9 芳香族化合物、 主要成分の純度

実験

高速高分離キャピラリ GC カラム

分離効率は理論段数に相関があります。カラム内径 (ID) を小さくすると、理論段数は比例的に増加します。たとえば、内径 0.18 mm のカラムは通常、メートルあたり 5,800 ~ 6,600 の理論段数を有しますが、内径 0.25 ~ 0.32 mm のカラムのメートルあたり理論段数は、3,600 ~ 4,600 です。内径 0.18 mm カラムは効率が向上したため、S/N 比が向上します。内径を小さくするとメートルあたりのカラム効率は高くなるため、分解能を一定に保ちながらカラム長さを短縮できます。そのため、高速高分離 GC カラムとも呼ばれる内径 0.18 mm カラムを使用すると、サンプル分析時間を大幅に短縮できます。

内径 0.1 mm など、さらに小さな内径のカラムを用いると、メートルあたりの効率は高くなりますが、分析装置に対する要求仕様は非常に厳しいものになります。高い注入圧力、良好なスプリットコントロール、高速オー

ブン昇温速度が必要です。一方、内径 0.18 mm カラムは、システム変更の必要がなく、既存の標準 GC 機器で使用できます。内径が小さく短いカラムでは分離を行うためのキャリアガスの流量が少なく済むため、キャリアガスの使用量が減ります。そのため、内径 0.18 mm カラムにより、分解能を落とさずに GC 分析の時間を短縮でき、簡単に分析の生産性の向上を実現できます。

より小さい内径のカラムを使用する場合の注意として、サンプルキャパシティが下がることがあげられます。分析するサンプルの違いにより、分析目的を達成するためには、速度、感度、分解能のバランスを見いだすことが重要です。化学、石油化学、食品、香料/香料などの大部分のアプリケーションでは、高速高分離 GC カラムを使用することで貴重な分析時間を短縮し、結果としてサンプル処理数を高めることができます。

このアプリケーションでは、高速高分離内径 0.18 mm カラムによる芳香族溶剤用統一メソッドを用いた芳香族溶剤の高速分析について紹介します。

結果と考察

この研究には Agilent 6890N シリーズガスクロマトグラフ 1 台と Agilent 7890 ガスクロマトグラフ 2 台を使用しました。各 GC にはスプリット/スプリットレス注入口、水素炎イオン化検出器 (FID)、Agilent 7683 オートサンプラ (ALS) が搭載されています。長寿命セプタム (部品番号 5183-4761) とスプリット最適化ライナ (部品番号 5183-4647) にスプリット/スプリットレス注入口を取り付けました。注入は、10 μ L シリンジ (部品番号 5181-3354) を用いて行いました。すべての機器コントロール、データ取り込み、データ解析は、Agilent ChemStation で行いました。

0.1 wt% の 27 の化合物、つまり、10 の ASTM メソッドによる分析のために指定されたすべての芳香族溶剤と不純物を含む 50 mL n-ヘキサン溶液を調製しました。

表 2 に、従来の 60 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 0.5 μ m HP-INNOWax カラム (部品番号 19091N-216) を用いて芳香族溶剤分析を行ったメソッド 1 の実験条件を記載しています。クロマトグラムを図 1 に示します。

表 2. 従来のカラムを用いた芳香族溶剤用統一メソッドの条件 (メソッド 1)

カラム	HP-INNOWax, 60 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 0.50 μ m
キャリアガス	ヘリウム、20.00 psi の定圧モード
注入口	スプリット/スプリットレス、250 $^{\circ}$ C、スプリット比 100:1
オープン温度	75 $^{\circ}$ C (10 分) - 3 $^{\circ}$ C/分 - 100 $^{\circ}$ C - (0 分) - 10 $^{\circ}$ C/分 - 145 $^{\circ}$ C (0 分)
検出器	FID、250 $^{\circ}$ C
データ取り込み速度	20 Hz
注入量	1 μ L

次に、高速高分離 20 m $\times$ 0.18 mm $\times$ 0.18 μ m HP-INNOWax カラム (部品番号 19091N-577) を用いて分析を繰り返しました (メソッド 2)。Agilent GC メソッド変換ソフトウェア (<http://www.chem.agilent.com/cag/servsup/usersoft/files/GCTS.htm>) を使用して、メソッド 1 をメソッド 2 に変換しました。新しいカラム寸法で 3 つの変換モード、「Translate only (変換のみ)」、「Best Efficiency (高効率)」、「Fast Analysis (高速分析)」を試しました。しかし、3 つの変換メソッドすべてにドデカンと o-キシレンの共溶出が見られたため、ASTM メソッドに従い、メソッド 1 と同じ分解能を達成するために温度プログラムを一部修正する必要が生じました。

表 3. 高速高分離カラムによる芳香族溶剤の分離条件 (メソッド 2)

カラム	HP-INNOWax, 20 m $\times$ 0.18 mm $\times$ 0.18 μ m
キャリアガス	ヘリウム、25.00 psi の定圧モード
注入口	スプリット/スプリットレス、250 $^{\circ}$ C、スプリット比 100:1
オープン温度	50 $^{\circ}$ C (2 分) - 15 $^{\circ}$ C/分 - 90 $^{\circ}$ C (0 分)、20 $^{\circ}$ C/分 - 145 $^{\circ}$ C (1 分)
検出器	FID、250 $^{\circ}$ C
データ取り込み速度	50 Hz
注入量	0.2 μ L

図 2 にクロマトグラムを、表 2 に分析条件を示します。速度と分解能のバランスを取りながら高速分離を行うためには、Agilent GC メソッド変換ソフトウェアの「Fast Analysis (高速分析)」モードを選択し、同じ高速高分離 GC カラムを用いて、メソッド 1 をメソッド 3 に変換しました。しかし、このメソッドでは、ドデカンと o-キシレンはベースライン分離できませんでした。ASTM メソッドに従い、初期温度を 75 $^{\circ}$ C から 70 $^{\circ}$ C に、初期保持時間を 2 分から 3 分に微調整したメソッド条件を使用しました。ドデカンと o-キシレンのベースライン分離が得られました ($R_s = 2.78$)。図 3 に GC クロマトグラム、分析条件を表 4 に示します。

表 4. 高速芳香族溶剤分析の条件 (メソッド 3)

カラム	HP-INNOWax, 20 m $\times$ 0.18 mm $\times$ 0.18 μ m
キャリアガス	ヘリウム、33.00 psi の定圧モード
注入口	スプリット/スプリットレス、250 $^{\circ}$ C、スプリット比 100:1 ~ 600:1
オープン温度	70 $^{\circ}$ C (3 分) - 45 $^{\circ}$ C/分 - 145 $^{\circ}$ C (1 分)、
検出器	FID、250 $^{\circ}$ C
データ取り込み速度	50 Hz
注入量	0.2 ~ 1.0 μ L

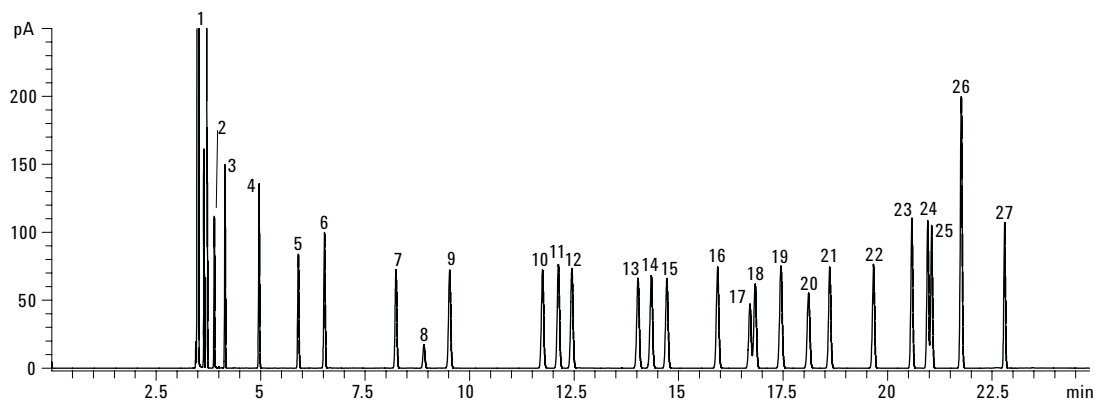


図 1. 60 m x 0.32 mm x 0.5 μm HP-INNOWax カラムを用いた芳香族溶剤用統一メソッド

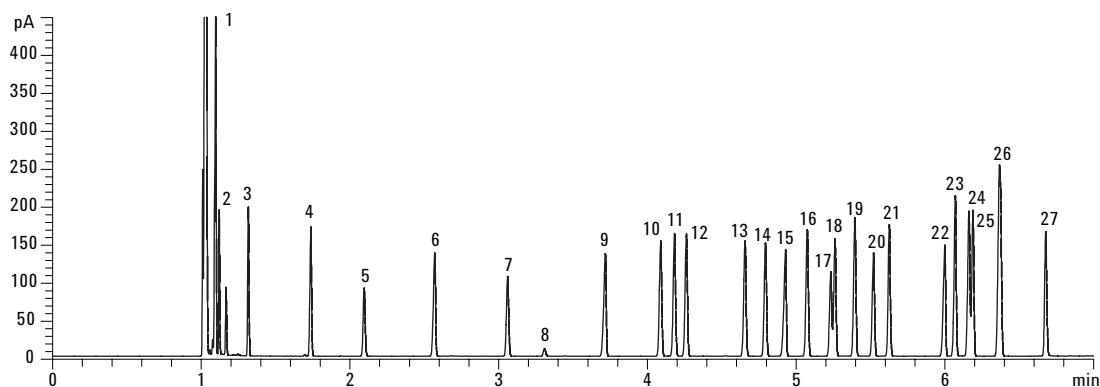


図 2. 20 m x 0.18 mm x 0.18 μm HP-INNOWax カラムを用いた同じ芳香族溶剤の分離

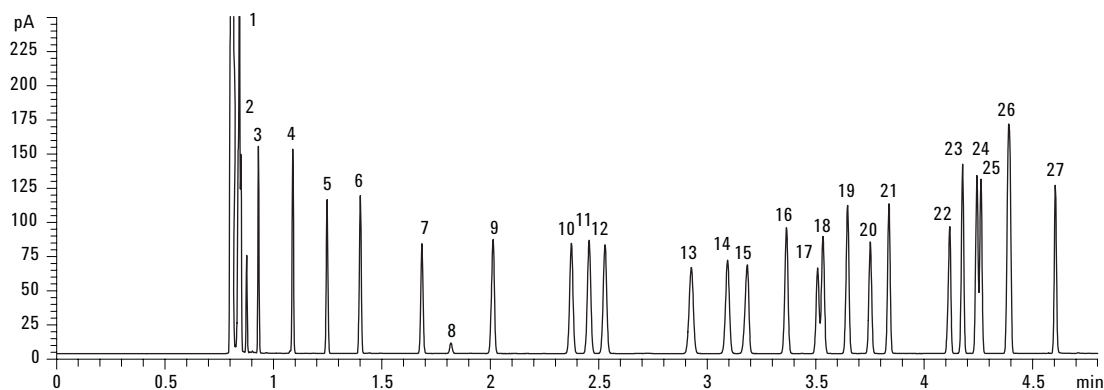


図 3. 20 m x 0.18 mm x 0.18 μm HP-INNOWax カラムを用いた最適化された芳香族溶剤用統一メソッド

1 ヘプタン	8 1,4-ジオキサン	15 o-キシレン	22 トリデカン
2 シクロヘキサン	9 ウンデカン	16 プロピルベンゼン	23 1,3-ジエチルベンゼン
3 オクタン	10 エチルベンゼン	17 p-エチルトルエン	24 1,2-ジエチルベンゼン
4 ノナン	11 p-キシレン	18 m-エチルトルエン	25 n-ブチルベンゼン
5 ベンゼン	12 m-キシレン	19 t-ブチルベンゼン	26 a-メチルスチレン
6 デカン	13 イソプロピルベンゼン	20 s-ブチルベンゼン	27 フェニルアセチレン
7 トルエン	14 ドデカン	21 スチレン	

図 1、2、3 に、メソッド 1、メソッド 2、メソッド 3 それぞれに対するすべての芳香族溶剤と不純物を含むヘキサン溶液のクロマトグラムを示します。3 つのクロマトグラムで示したとおり、完全に分離できなかった 2 つの

ピーク以外は、対象化合物の大部分に対してベースライン分離を達成しました。最初の分離が不完全なピークの p-エチルトルエンと m-エチルトルエンは、オリジナルの ASTM メソッド (D-5060、エチルベンゼン中の不純物)

では分離されず、o-エチルトルエンとともに全エチルトルエンとして報告されました。2 番目の不分離ピークは、ジエチルベンゼンと n-ブチルベンゼンです。しかし、これらは同じ材料の中では一緒に検出されないため、通常は問題とならないはずです。ジエチルベンゼンはエチルベンゼン中の汚染物質として検出されることがあります (ASTM メソッド D-5060)。一方、n-ブチルベンゼンはイソプロピルベンゼン分析用の内部標準として使用されます (ASTM メソッド D-3760)。

メソッド 1 のサンプル分析時間は 23 分 (図 1) で、メソッド 2 では 7 分でした (図 2)。短いナローボアの高速高分離カラムを使用することで、3 倍のスピードアップを達成しました。最適化したメソッド 3 では、さらに高速化が可能で、分析時間は 5 分となり (図 3)、メソッド 1 と比較して 4.6 倍のスピードアップになりました。

表 5 のとおり分析時間が短縮されても同様の分解能が得られ、高速高分離カラムを用いて分解能を落とさずサンプル処理能力が向上できることが示されました。

分析時間に対するキャリアガスの影響

キャリアガスの種類とその線速度は、分解能とリテンションタイムに大きく影響します。キャリアガスの線速度が速すぎても遅すぎても、分解能を低下させることになります。そのため、適切なガス線速度を設定し、分解能と分析時間の適正なバランスを実現することが重要です。

水素、ヘリウム、窒素は一般的に使用されるキャリアガスです。キャリアガスとして水素を使用すると、水素の高い拡散性により最適キャリアガス線速度が高くなるため、分析時間は短くなります。窒素、ヘリウム、水素それぞれの最適流量は 12、20、35 cm/s であるため、分析時間は、水素を 1 とすると、窒素は 35/12 倍、ヘリウムは 35/20 倍になります。

窒素ガス対ヘリウムガス

サンプル分析時間に対するキャリアガスの影響を調べるために、Agilent GC メソッド変換ソフトウェアを使用しました。キャリアガスを除くすべての実験条件を一定に保つため「Translate only (変換のみ)」モードを選択しました。メソッド 1 を窒素キャリアガスを使用するメソッド 4 に変換しました (図 4 と表 6 を参照)。60 m × 0.32 mm × 0.5 μm HP-INNOWax カラムを用いた場合、図 5 のようにヘリウムキャリアガスでの分析時間は 23 分であるのに対し、窒素キャリアガスの分析時間は約 60 分でした。

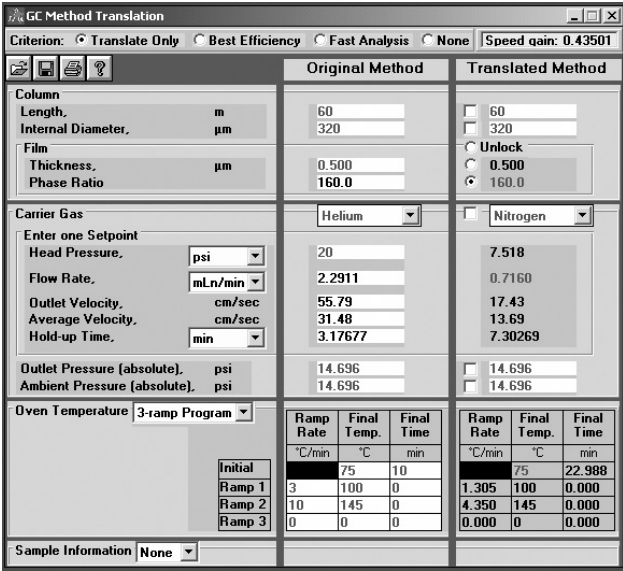


図 4. 窒素キャリアガスのメソッド変換ソフトウェア入力画面

表 6. 窒素キャリアガスを用いた芳香族溶剤用統一メソッドの実験条件 (メソッド 4)

カラム	HP-INNOWax, 60 m × 0.32 mm × 0.50 μm
キャリアガス	窒素、7.60 psi の定圧モード
注入口	スプリット/スプリットレス、250 °C、スプリット比 100:1
オープン温度	75 °C (23 分) - 1.3 °C/分 - 100 °C (0 分) - 4.4 °C/分 - 145 °C (0 分)
検出器	FID、250 °C
データ取り込み速度	20 Hz
注入量	0.2 μL

表 5. さまざまな分析条件における分離困難な化合物の分離の比較

化合物	エチルベンゼン/ p-キシレン	p-キシレン/ m-キシレン	p-エチルトルエン/ m-エチルトルエン	ジエチルベンゼン/ n-ブチルベンゼン
メソッド 1	3.25	3.10	1.10	1.11
メソッド 2	3.14	2.72	1.00	0.97
メソッド 3	2.84	2.47	0.94	0.88

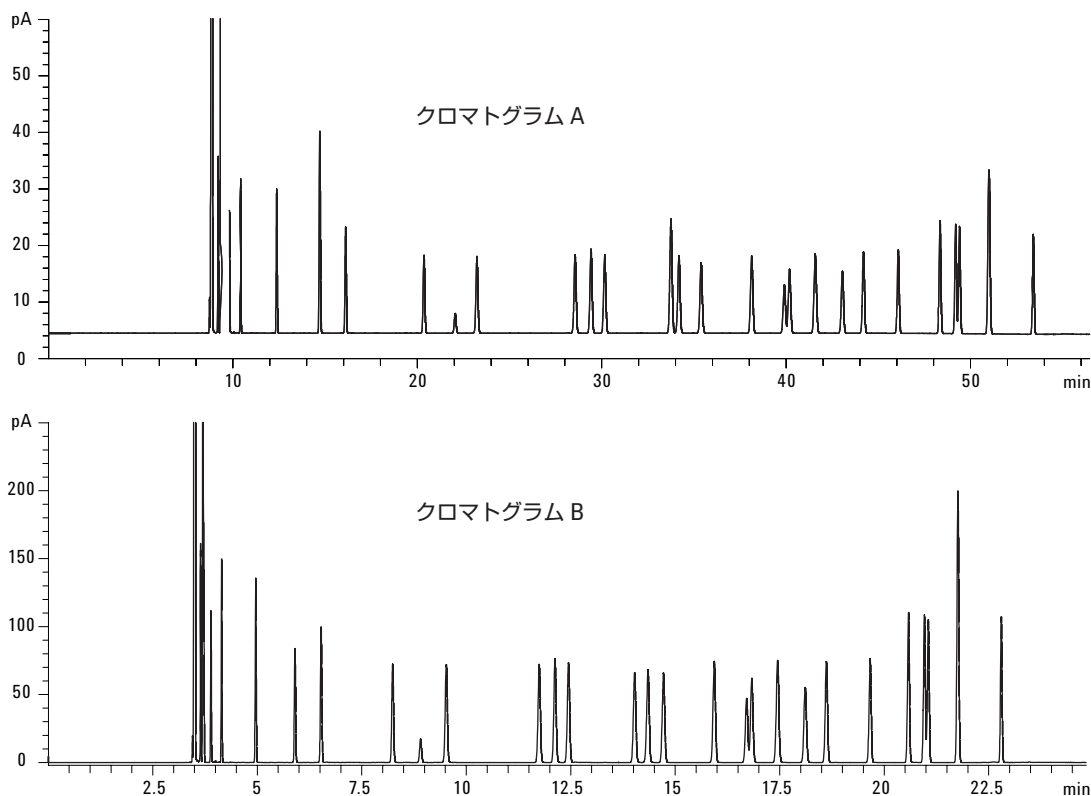


図 5. 60 m x 0.32 mm x 0.5 μm HP-INNOWax カラムで、窒素とヘリウムキャリアガスを用いた芳香族溶剤用統一分析の比較。A.窒素キャリアガス (メソッド 4)。B.ヘリウムキャリアガス (メソッド 1)。

水素ガス対ヘリウムガス

同じカラムでキャリアガスをヘリウムから水素に切り替えることで、高速分析を実現できます。メソッド変換ソフトウェアを用いてメソッド 3 をメソッド 5 に変換しま

した (図 6 参照)。詳細実験条件は表 7 に示しています。図 7 のように、キャリアガスをヘリウムから水素に変更することで、ピーク分離を保ったまま総分析時間は 5 分から 3 分に短縮しました。

GC Method Translation				
Criterion: ☒ Translate Only ☐ Best Efficiency ☐ Fast Analysis ☐ None Speed gain: 1.54952				
	Original Method		Translated Method	
Column Length, m	20		☐ 20	
Internal Diameter, μm	180		☐ 180	
Film Thickness, μm	0.18		☒ Unlock	
Phase Ratio	250.0		☒ 0.18 ☐ 250.0	
Carrier Gas	Helium		☐ Hydrogen	
Enter one Setpoint	33		22.403	
Head Pressure, psi	1.4763		1.8454	
Flow Rate, mL/min	111.73		139.67	
Outlet Velocity, cm/sec	48.15		74.60	
Average Velocity, cm/sec	0.692343		0.446811	
Hold-up Time, min				
Outlet Pressure (absolute), psi	14.696		☐ 14.696	
Ambient Pressure (absolute), psi	14.696		☐ 14.696	
Oven Temperature	3-ramp Program			
	Ramp Rate °C/min	Final Temp. °C	Final Time min	
Initial	70	3		
Ramp 1	45	145.00	0.5	
Ramp 2				
Ramp 3				
Sample Information	None			

図 6. 水素キャリアガスのメソッド変換ソフトウェア入力画面

表 7. 水素キャリアガスを用いた芳香族溶剤用統一メソッドの実験条件 (メソッド 5)

カラム	HP-INNOWax, 20 m × 0.18 mm × 0.18 μm
キャリアガス	水素、22.00 psi の定圧モード
注入口	スプリット/スプリットレス、250 °C、スプリット比 100:1
オープン温度	70 °C (2 分) - 70 °C/分 - 145 °C (0.5 分)、
検出器	FID、250 °C
データ取り込み速度	50 Hz
注入量	0.2 μL

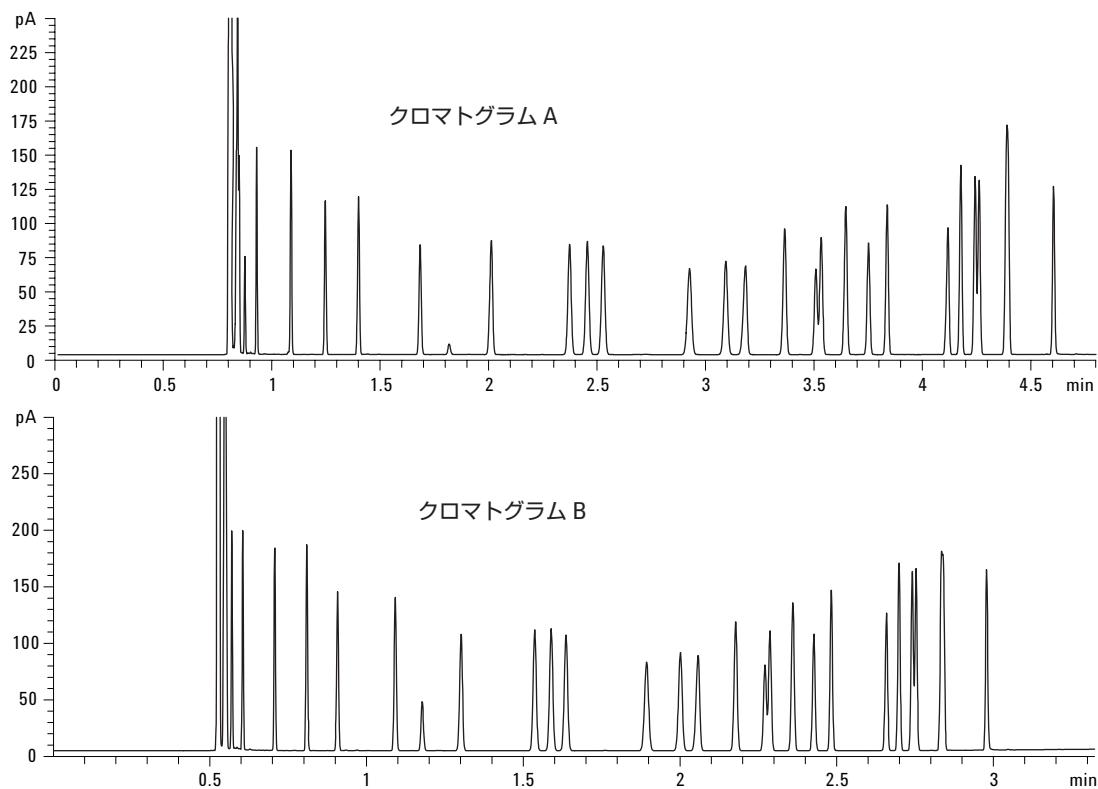


図 7. 20 m x 0.18 mm x 0.18 μ m HP-INNOWax カラムで、ヘリウムと水素キャリアガスを用いた芳香族溶剤用統一分析の比較。A.ヘリウムキャリアガス (メソッド 5)。B.水素キャリアガス (メソッド 3)。

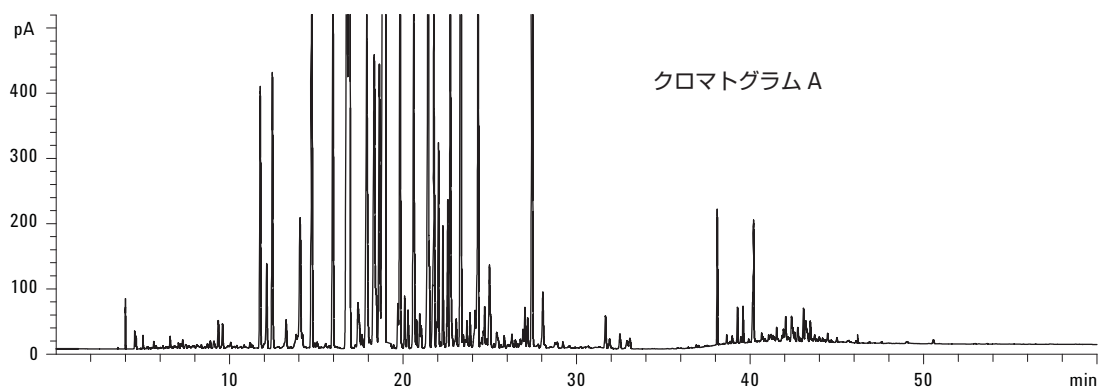
複雑なマトリクスサンプル

高速高分離 GC カラムを用いた高速 GC アプリケーションの実用性を検証するため、標準物質 (メソッド 1、2、3) と同じ実験条件を用いて、大手総合石油化学企業から提供された実際の芳香族溶剤を分析しました。クロマトグラムは図 8A、8B、8C に示しています。中央部分の詳細比較も図 8D と 8E、8F に示しています。

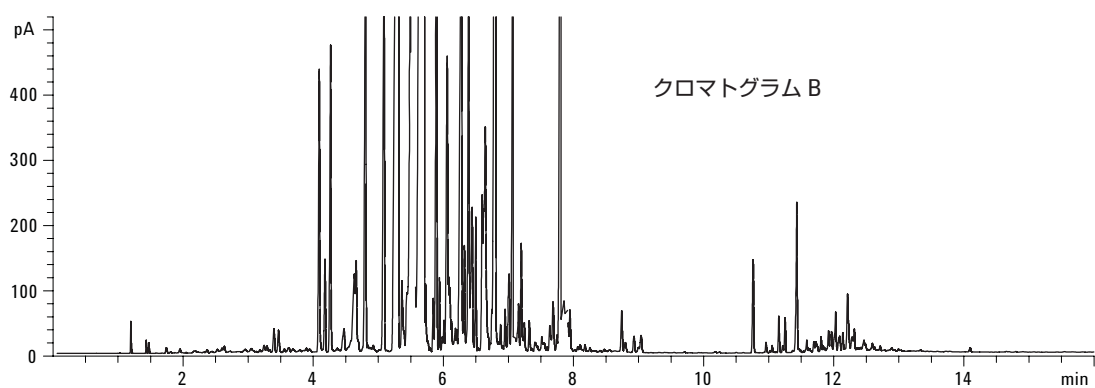
分析時間はメソッド 3 と比較してメソッド 2 では少し長くなりますが、得られた分解能はメソッド 2 がわずかに良くなります (図 8E と 8F を参照)。一方、3 つのメ

ソッドすべてで、ベンゼン、トルエン、エチルベンゼン、*m*-キシレン、*p*-キシレン、*o*-キシレン、プロピルベンゼン、*a*-メチルスチレンなどの主要化合物は良好な分離を示しました。

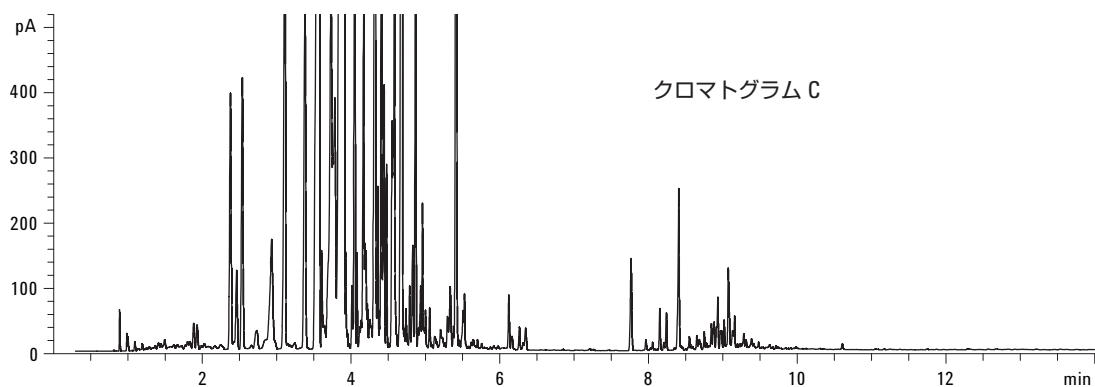
複雑なマトリクスサンプルでは、ラボの目的に応じて、速度と分解能のバランスを取る必要があります。ここでは、複雑なマトリクスサンプルを分析する場合、ヘリウムキャリアガスを使用して内径 0.18 mm カラムを用いると、内径 0.32 mm カラムでの分析に比べ、分析時間を 3 分の 1 以下に短縮できることを実証しました。



カラム HP-INNOWax, 60 m × 0.32 mm × 0.50 μm
 キャリアガス ヘリウム、20.00 psiの定圧モード
 注入口 スプリット/スプリットレス、250 °C、スプリット比 50:1
 オープン温度 75 °C (10 分) - 3 °C/分 - 100 °C (0 分) - 10 °C/分 -
 145 °C (12.17 分) - 25 °C/分 - 220 °C (22 分)
 検出器 FID、250 °C
 注入量 0.2 μL



カラム HP-INNOWax, 20 m × 0.18 mm × 0.18 μm
 キャリアガス ヘリウム、25.00 psiの定圧モード
 注入口 スプリット/スプリットレス、250 °C、スプリット比 150:1
 オープン温度 50 °C (2 分) - 15 °C/分 - 90 °C (0 分) - 20 °C/分 -
 145 °C (3 分) - 80 °C/分 - 220 °C (8 分)
 検出器 FID、250 °C で
 注入量 0.2 μL



カラム HP-INNOWax, 20 m × 0.18 mm × 0.18 μm
 キャリアガス ヘリウム、33.00 psiの定圧モード
 注入口 スプリット/スプリットレス、250 °C、スプリット比 150:1
 オープン温度 70 °C (3 分) - 45 °C/分 - 145 °C (3 分) - 80 °C/分 - 220 °C (8 分)
 検出器 FID、250 °C
 注入量 0.2 μL

図 8. 実際の芳香族溶剤サンプル分離の比較、(A) と (D) メソッド 1、(B) と (E) メソッド 2、(C) と (F) メソッド 3。

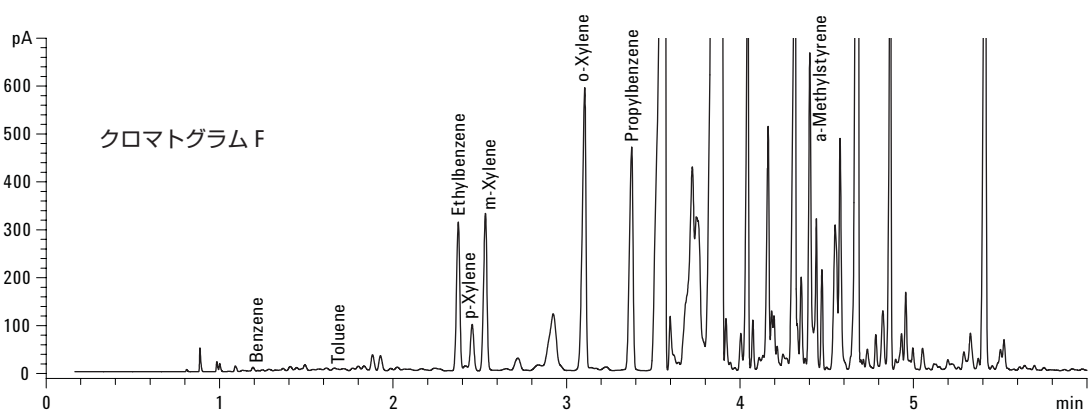
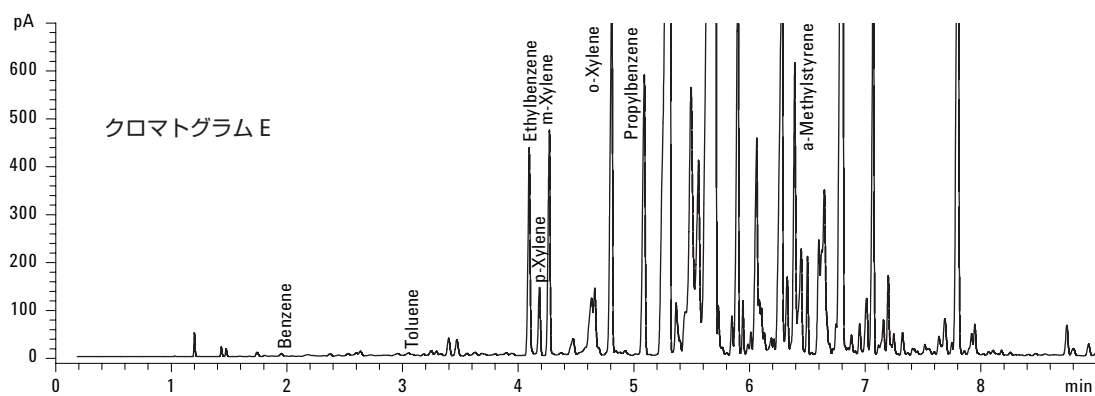
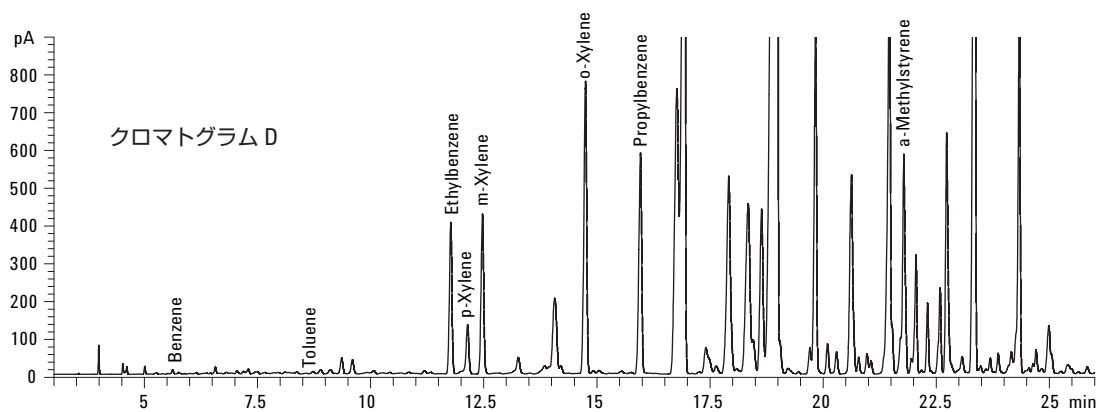


図 8. 実際の芳香族溶剤サンプル分離の比較、(A) と (D) メソッド 1、(B) と (E) メソッド 2、(C) と (F) メソッド 3 (続き)。

ASTM キャリブレーション標準サンプルの評価

ASTM キャリブレーション標準サンプルでの高速高分離 GC カラムの適用性を評価するため、7890 ガスクロマトグラフシステムでメソッド 1 と 3 を用いて分析を行いました。ASTM メソッドにしたがって、すべての標準サンプルを調製しました。

D2306 - C8 芳香族炭化水素の標準テスト

ASTM D2306 標準キャリブレーション標準混合液は非常に高濃度です。そのため、内径 0.18 mm カラムの容量が分析上の課題になります。解決策は、高スプリット比で少量を注入することです。この実験では、注入量は 0.2 μL で、スプリット比は 600:1 でした。図 9 のように、高速高分離 GC カラムの分析時間は、従来カラムの場合に比べ、約 4.5 分の 1 に短縮されました。高濃度キャリブレーション標準サンプルにかかわらず、分解能は許容範囲です (表 8 を参照)。

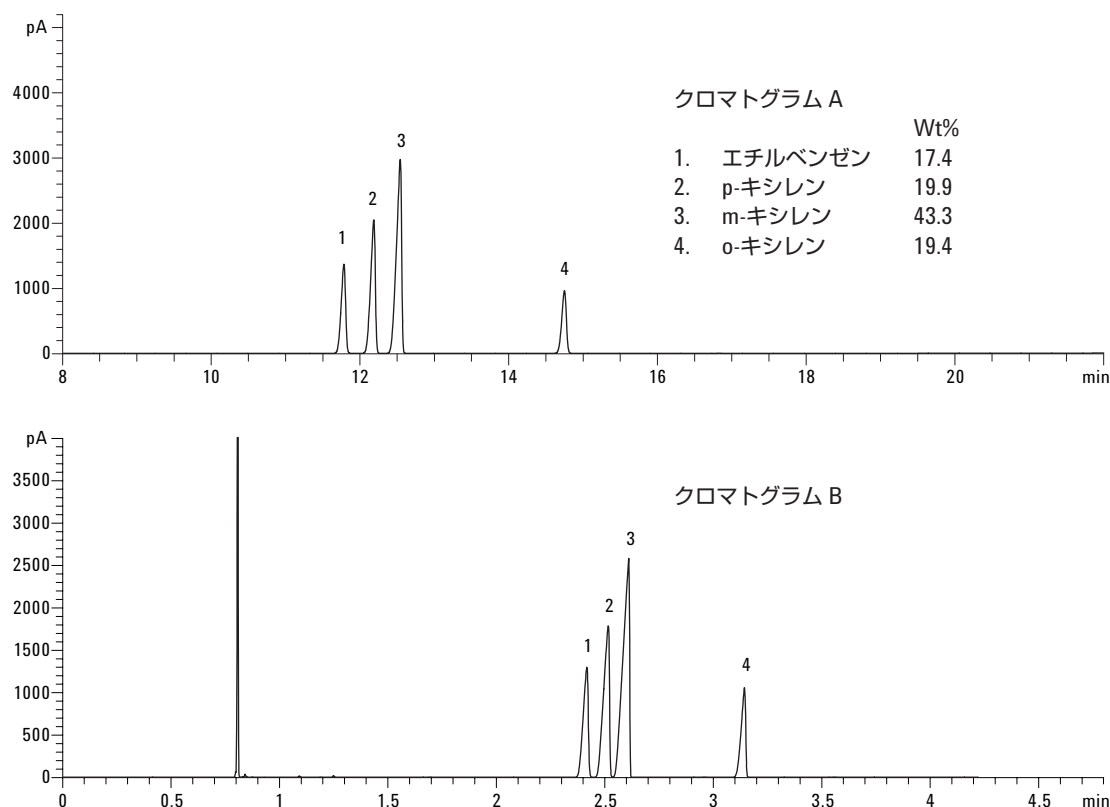


図 9. (A) 標準カラム (メソッド 1) と (B) 高効率 GC カラム (メソッド 3) による ASTM D2306 C8 芳香族炭化水素定量キャリブレーション標準の分析

表 8. さまざまな実験条件での分離の比較

化合物	エチルベンゼン/p-キシレン	p-キシレン/m-キシレン	m-キシレン/o-キシレン
メソッド 1	3.52	2.86	18.11
メソッド 3	2.10	1.73	11.20

D2360 - 単環炭化水素中の微量不純物の標準テスト

D2360 で指定されたキャリブレーション標準混合液を p-キシレンで調製しました。この分析の注入量は 0.2 μL で、スプリット比は 200:1 でした。

図 10 のように、対象化合物に対して同様の分解能が得られ、サンプル分析時間は 21.05 分 (メソッド 1) から 4.28 分 (メソッド 3) に短縮されました。

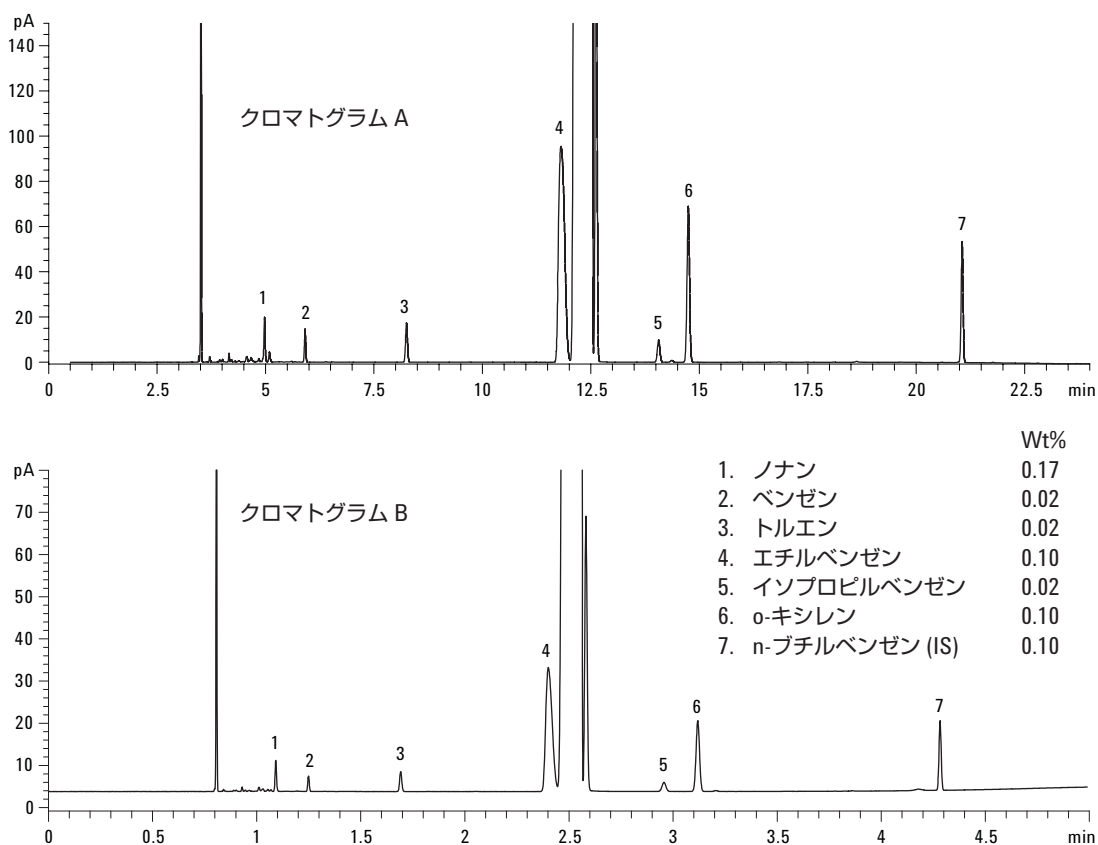
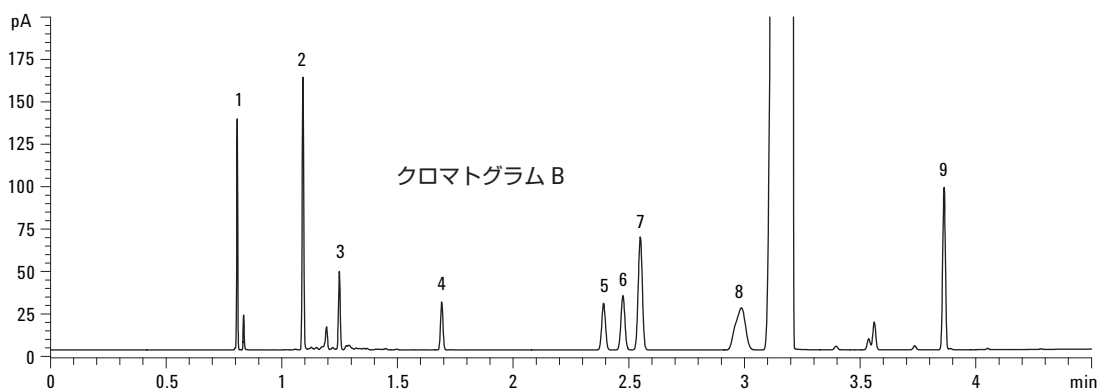
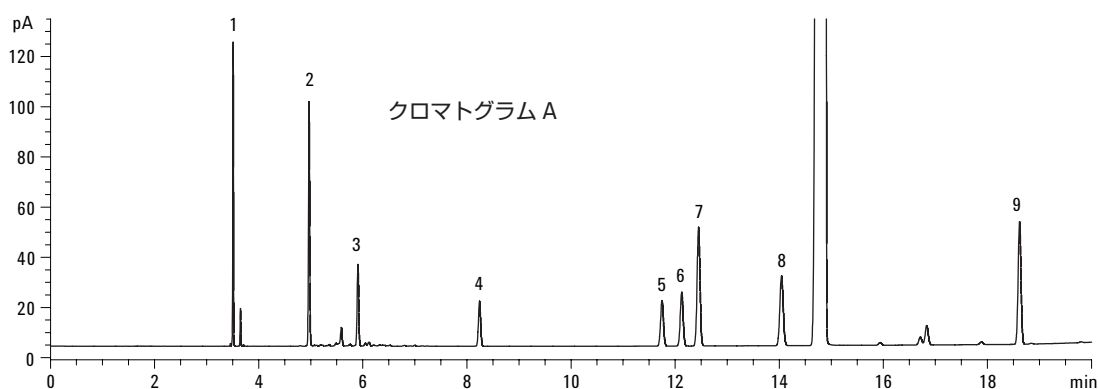


図 10. (A) 標準カラム (メソッド 1) と (B) 高速高分離 GC カラム (メソッド 3) による ASTM D2360 単環炭化水素定量キャリブレーション標準の分析

D3797 - o-キシレン分析の標準テストメソッド

図 11 に D3797 キャリブレーション標準のクロマトグラムを示します。この分析の注入量は 0.2 μL で、スプリット比は 100:1 でした。

イソプロピルベンゼンピークの広がり、過剰な o-キシレンピークの逆溶媒効果によるものでした。これは、元の ASTM D3797 メソッド [4] でも観察されました。図 11 のクロマトグラムの比較は、分解能を落とさずに高速高分離内径 0.18 mm GC カラムで D3797 キャリブレーション標準サンプルをうまく分離できることを示しています。



	Wt%		Wt%
1. イソオクタン (IS)	0.05	6. p-キシレン	0.21
2. ノナン	0.21	7. m-キシレン	0.42
3. ベンゼン	0.20	8. イソプロピルベンゼン	0.31
4. トルエン	0.21	9. スチレン	0.12
5. エチルベンゼン	0.21		

図 11. (A) 標準カラム (メソッド 1) と (B) 高速高分離 GC カラム (メソッド 3) による o-キシレン標準の分析

D3798 - p-キシレン分析の標準テストメソッド

このテストメソッドは、p-キシレン中の既知炭化水素不純物測定と GC による p-キシレンの純度測定を対象としています。一般的に、純度 99% 以上の p-キシレンの分析に使用されます。

図 12 に D3798 キャリブレーション標準サンプルのクロマトグラムを示します。この分析の注入量は 0.2 μL で、

スプリット比は 100:1 でした。元の ASTM D3798 メソッドでは、大きな p-キシレンピークとエチルベンゼンや m-キシレン汚染物質の間の谷のポイントは、汚染物質のピーク高さの 50% 未満になる必要があると指定しています。高速高分離 GC カラムを用いた場合、重要化合物に対して、高い再現性 (図 14) とともに優れた分離が得られました (図 13)。

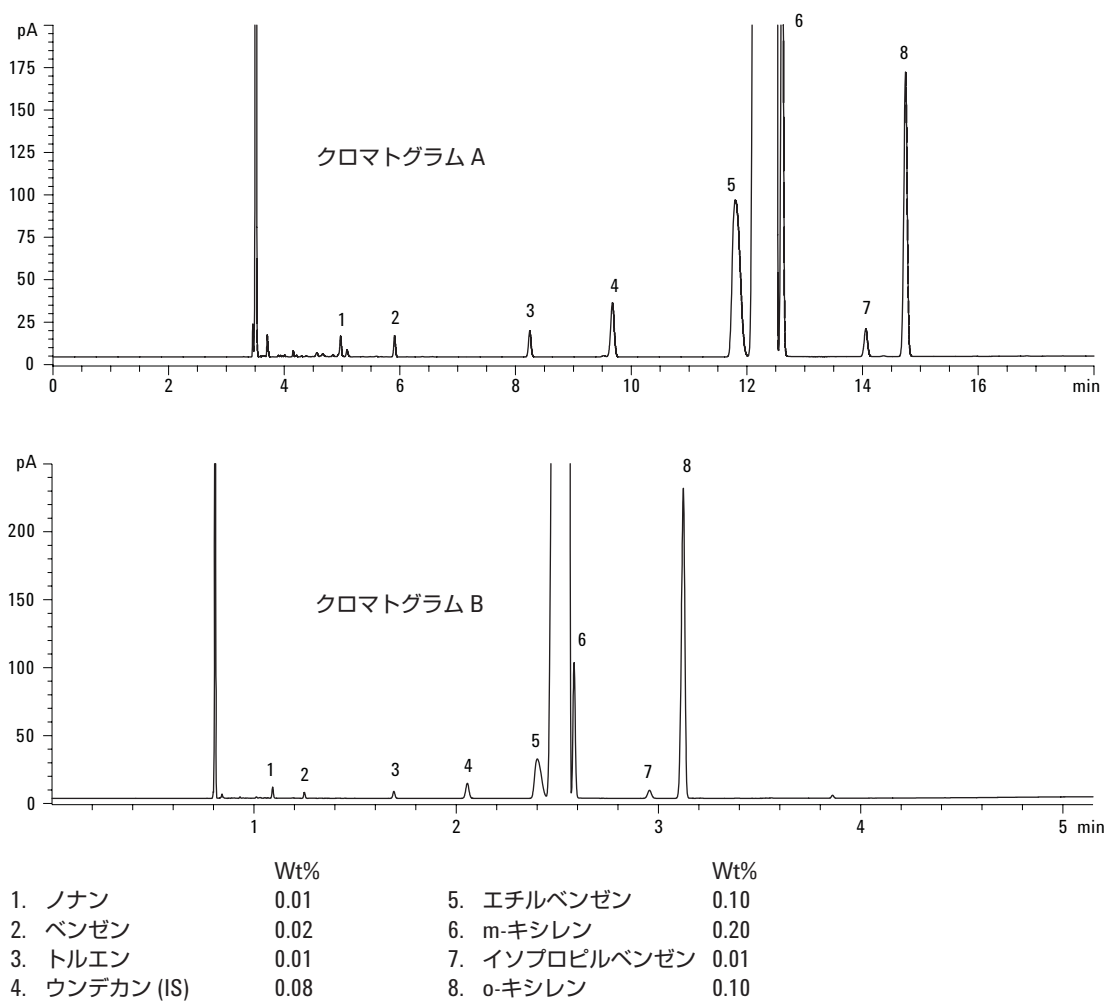


図 12. (A) 標準カラム (メソッド 1) と (B) 高速高分離 GC カラム (メソッド 3) による p-キシレン標準の分析

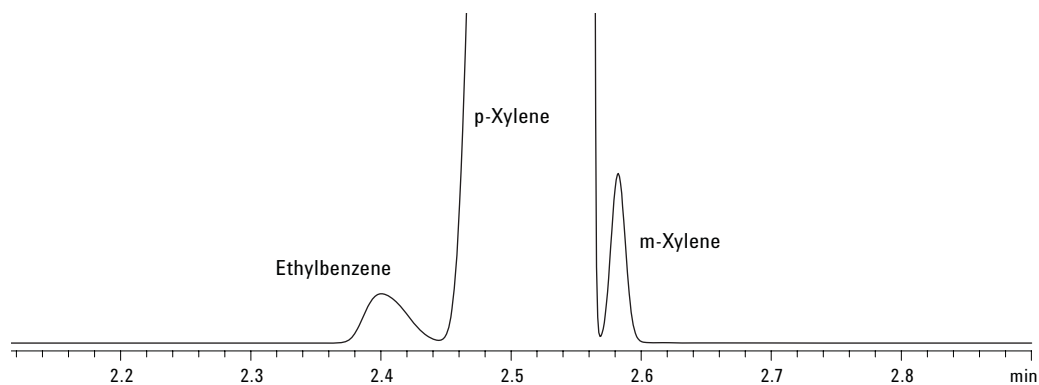


図 13. 図 7 の拡大図から、高速 GC メソッドを用いると、p-キシレンピークと m-キシレンピークをうまく分離できることが分かります。

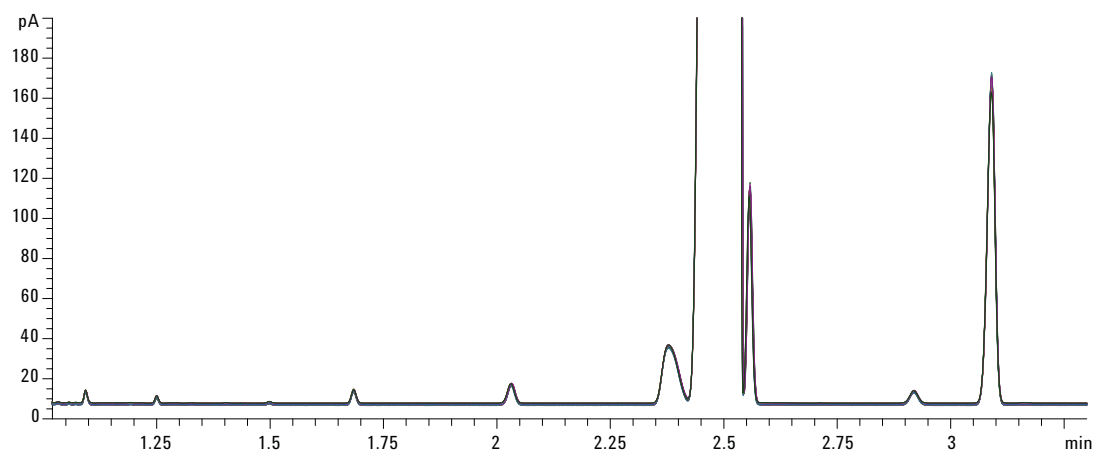


図 14. 高速高分離 GC カラムを用いた D3798 標準の 30 回の分析の重ね書き。

D4492 - ベンゼン分析の標準テスト

このテストでは、完成品ベンゼン中で通常発生する微量不純物と完成品ベンゼンの純度を測定します。ベンゼン中の重量 % 0.001 ~ 0.010 の芳香族不純物に適用できます。この分析の注入量は 0.2 μL で、スプリット比は 50:1 でした。

図 15 は、メソッド 1 と 3 による D4492 キャリブレーション標準のクロマトグラムの比較です。高速高分離カラムを用いると、D4492 キャリブレーション標準を分離でき、分析時間を 80% 短縮できます。

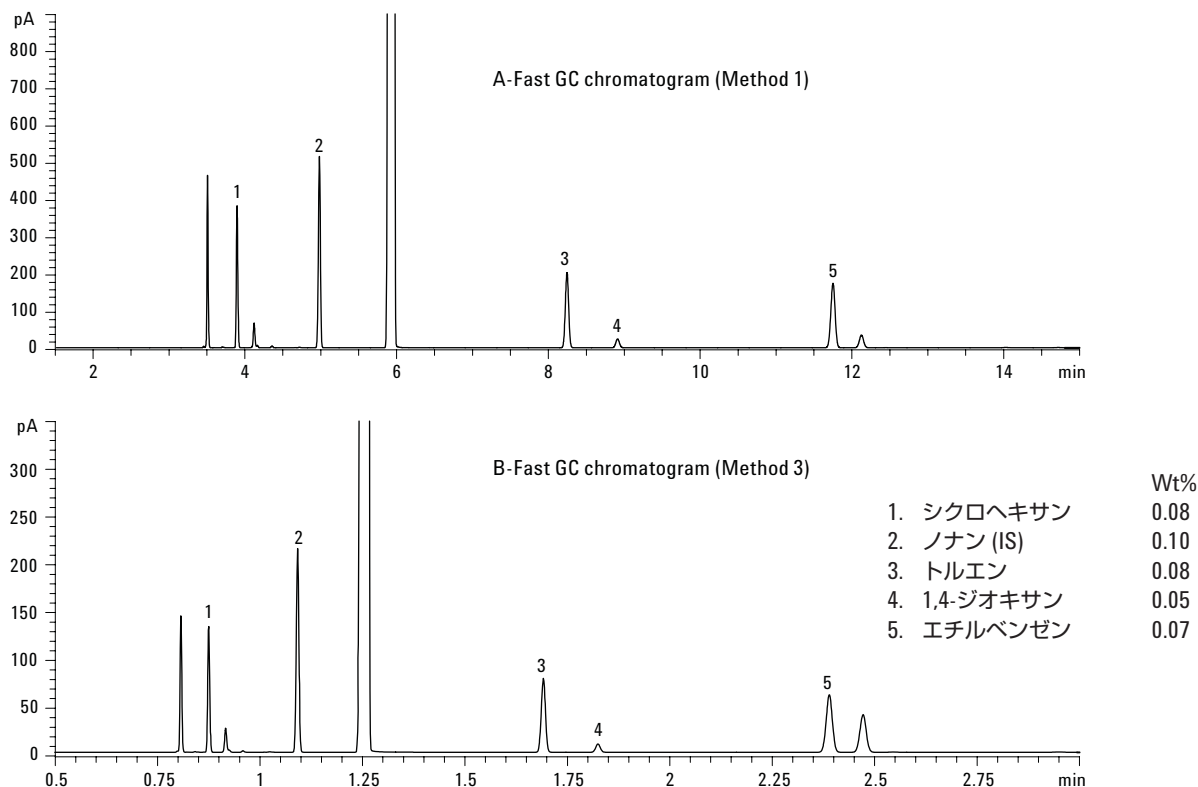


図 15. (A) 標準カラム (メソッド 1) と (B) 高速高分離 GC カラム (メソッド 3) による ASTM D4492 ベンゼン定量キャリブレーション標準の分析

つまり、キャリブレーション標準サンプルを用いて分析する場合、メソッド 3 の分析時間はメソッド 1 の 5 分の 1 に短縮されます。

結論

高速 GC アプリケーションは、分析時間を短縮することでラボの生産性を大幅に向上させます。このアプリケーションでは、溶剤の分析における高速高分離 GC カラムの実用性と分析時間の短縮について説明しました。内径が小さく、カラム長の短い高速高分離 GC カラムと適切なキャリアガス（ヘリウムや水素など）を用いることで、化学や石油化学ラボではサンプル処理数を高めることができ、サンプルあたりの分析費用を低減することが可能になります。

参考文献

1. Annual Book of ASTM Standards, Vol. 6.04 "Paint – Solvents; Aromatic Hydrocarbons," ASTM, 100 Bar Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428 USA

2. James D. McCurry, "A Unified Gas Chromatography Method for Aromatic Solvent Analysis," Agilent Technologies, publication number 5988-3741EN
3. Yuehua Zhou, "A Unified Method for the Analysis of Aromatic Solvent Using the Agilent 6820 Gas Chromatography System," Agilent Technologies, publication number 5988-9278EN
4. ASTM Method D3797, Standard Test for Analysis of o-xylene, Annual Book of ASTM Standards, Vol. 6.04, ASTM, 100 Bar Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428 USA
5. Ken Lynam and Yun Zou, "A Faster Solution for Unified Volatile Organic Analysis with 0.18 mm ID GC Columns," *Separation Times*, Vol 20, Number 5, 2007

詳細情報

アジレントの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。

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。

© Agilent Technologies, Inc. 2007

Printed in Japan
November 28, 2007
5989-7623JAJP



Agilent Technologies