

燃料用変性エタノールの純度試験 - ASTM D5501-04 による分析 -

Determination of EtOH Content of Denatured Fuel Ethanol by ASTM D5501-04 Method

地球温暖化対策の一環として、二酸化炭素排出削減に対する関心が高まっており、ガソリンの代替燃料としてバイオエタノールが注目されています。

米国では、燃料用エタノールに変性剤が添加されており、ASTM（米国材料試験協会規格）D4806では燃料用変性エタノールの品質規格が定められています。その中で、不純物であるメタノール及び主成分のエタノール濃度をD5501-04に準じて測定することとしています。

ASTM D5501-04では、ガスクロマトグラフィーにより

メタノール及びエタノールを測定します。別途D1364, E1064等に準じて原料中の水分濃度を測定し、ガスクロマトグラフィーで得られた各成分濃度から水分濃度を差し引き、最終的なメタノール及びエタノール濃度を算出します。

本アプリケーションニュースでは、ASTM D5501-04に準じた燃料用変性エタノール擬似試料のガスクロマトグラフィーによる分析例をご紹介します。

M. Asakawa

分析方法

Analysis Method

ASTM D5501-04では、メタノールと変性剤の炭化水素類を分離するため、100 mもしくは150 mのキャピラリカラムを使用して分析します。100 mのカラムでは、CRG（低温付加装置）を用いて15 からの昇温分析、150 mのカラムでは60 からの昇温分析を行います。150 mのカラムは分析時間を要しますが、CRGを使用しないため、低コストで簡便に分析することができます。

100 mカラム及び150 mカラムでの分析条件をそれぞれTable 1, Table 2に示します。

メタノール及びエタノール濃度は、メタノール、n-ヘプタンをエタノールに添加した標準試料を用いて、修正面積百分率法により定量します。ただし、メタノール、エタノール以外のピーク群については相対感度補正係数を1として計算します。

Table 1 分析条件例（カラム100 m × 0.25 mm I.D. df=0.5 μm）
Analytical Conditions

Model	: GC-2010 AF/AOC + CRG-2010 + GCsolution	Air	: 300 mL/min
Column	: Rtx-1 PONA (100 m × 0.25 mm I.D. df=0.5 μm)	Make Up Gas	: N ₂ , 30 mL/min
Column Temp.	: 15 °C (12 min)-30 °C/min-250 °C (19 min)	Det Temp.	: 300 °C
Carrier Gas	: He, 24 cm/sec (Constant Linear Velocity Mode)	Injection Method	: Split
Injection Temp.	: 300 °C	Split Ratio	: 1:200
Detector	: FID	Injection Volume	: 0.5 μL
H ₂	: 30 mL/min		

本分析法ではFIDで使用するメイクアップガスにN₂を使用するように決められています。

Table 2 分析条件例（カラム150 m × 0.25 mm I.D. df=1.0 μm）
Analytical Conditions

Model	: GC-2010 AF/AOC + GCsolution	Air	: 300 mL/min
Column	: Rtx-1 (150 m × 0.25 mm I.D. df=1.0 μm)	Make Up Gas	: N ₂ , 30 mL/min
Column Temp.	: 60 °C (15 min)-30 °C/min-250 °C (23 min)	Det Temp.	: 300 °C
Carrier Gas	: He, 24 cm/sec (Constant Linear Velocity Mode)	Injection Method	: Split
Injection Temp.	: 300 °C	Split Ratio	: 1:200
Detector	: FID	Injection Volume	: 0.5 μL
H ₂	: 30 mL/min		

本分析法ではFIDで使用するメイクアップガスにN₂を使用するように決められています。

試料の分析例

Sample Analysis

燃料用変性エタノール擬似試料として、エタノールにメタノール0.5(v/v)%, 市販のレギュラーガソリン5.0(v/v)%を添加して調製し、ASTM D5501-04に準じて

分析を行いました。

100 mと150 mカラムの分析例をそれぞれFig.1, 2に示しました。

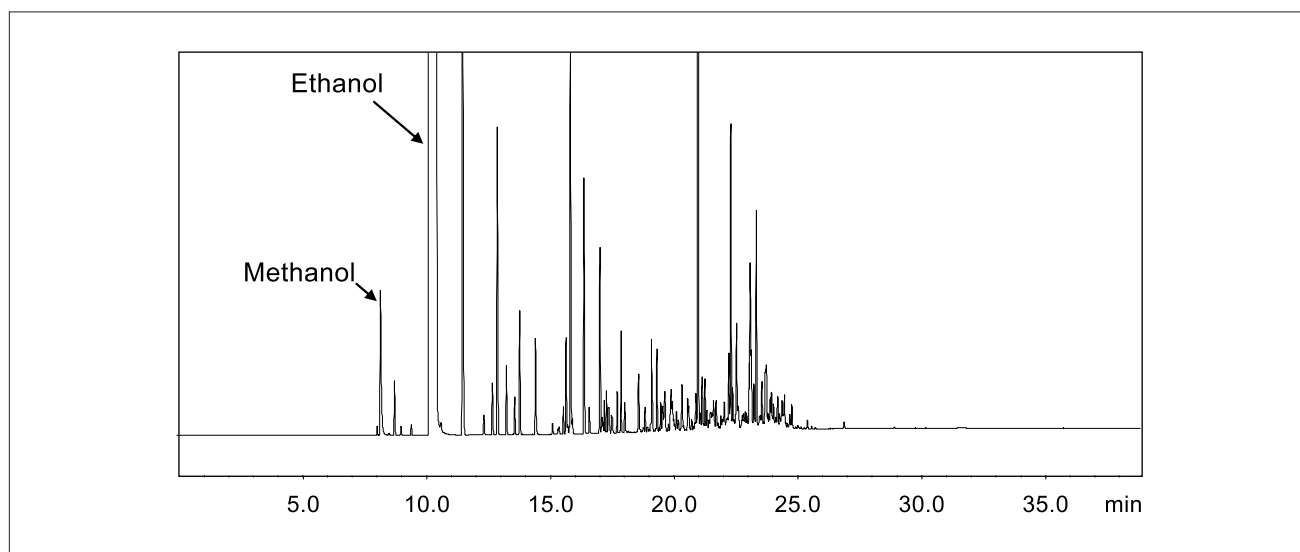


Fig.1 燃料用変性エタノール擬似試料のクロマトグラム
カラムRtx-1 PONA(100 m×0.25 mm I.D. df=0.5 μm)
Chromatogram of Denatured Fuel Ethanol

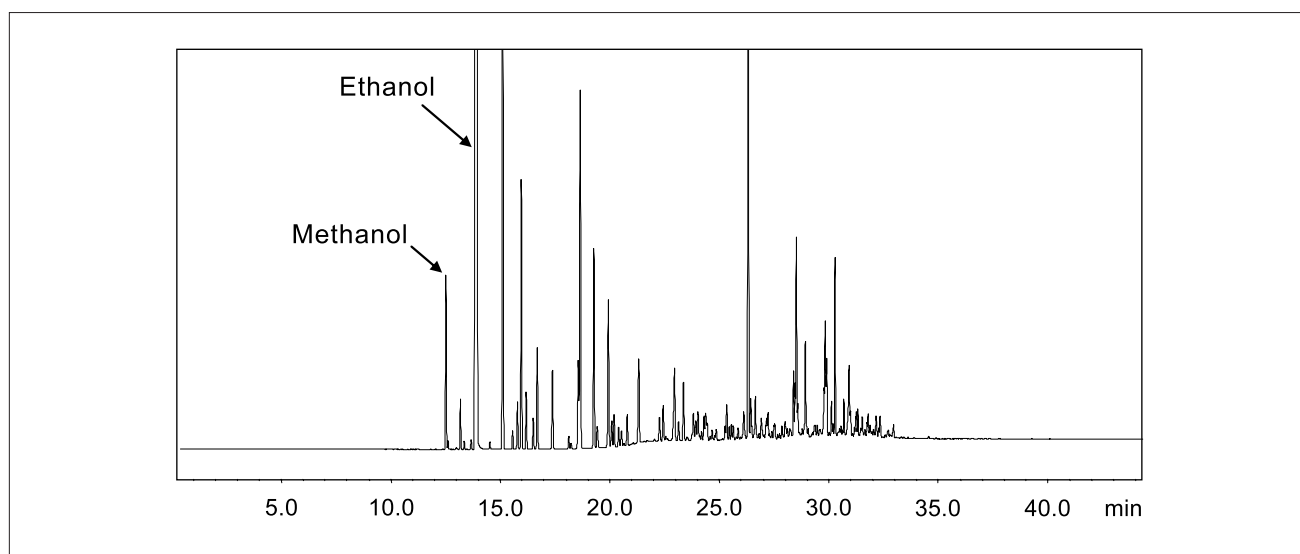


Fig.2 燃料用変性エタノール擬似試料のクロマトグラム
カラムRtx-1(150 m×0.25 mm I.D. df=1.0 μm)
Chromatogram of Denatured Fuel Ethanol

詳細な操作、条件はD5501-04をご参照ください。

[参考文献]

- ASTM D5501-04 「Standard Test Method for Determination of Ethanol Content of Denatured Fuel Ethanol by Gas Chromatography」
- ASTM D4806-06 「Specification for Denatured Fuel Ethanol for Blending with Gasolines for use as Automotive Spark-Ignition Engine Fuel」
- ASTM D1364 「Test Method for Water in Volatile Solvents (Fischer Reagent Titration Method)」
- ASTM E1064 「Test Method for Water in Organic Liquids by Coulometric Karl Fischer Titration」

初版発行：2009年7月

 **島津製作所** 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

- ☎ 0120-131691(携帯電話不可)
- 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。