

石油製品 成分試験方法 第2部 付属書(規定) ガスクロマトグラフによる迅速なガソリンの全成分の 求め方 JIS K 2536-2:2003 の紹介

Report of “Liquid petroleum products-testing method of components part 2 attached document : Rapid Determination of individual Components in Gasoline by Gas Chromatography”

“石油製品-成分試験方法 第2部：ガスクロマトグラフによる全成分の求め方 JIS K 2536-2”では、メインカラムに100%メチルシリコンキャピラリカラム(100m×0.25mm 膜厚0.5 μ m)、プレカラムに5%フェニルメチルシリコンキャピラリカラム(2m×0.25mm 膜厚1.0 μ m)を用いて分析を行うことが記載されており、160分程度の分析時間が必要です。

2003年に追加された“付属書(規定)ガスクロマトグラフによる迅速な全成分の求め方”では、カラムに100%メチルシリコンキャピラリカラム(50m×0.2~0.22mm 膜厚0.25~0.33 μ m)を用いて分析を行います。この分析方法では、イソブテンと1-ブテン、2エチル-1-ブテンとn-ヘキサン、メチルエチルベンゼンとメチルノナン、ジメチルエチルベンゼンとメチルデカンなど重複する成分がありますが、前述の102mキャピラリカラムを用いた分析とほぼ同等の分離が可能です。また、分析時間が90分と大幅に短縮できます。

本アプリケーションニュースでは“JIS K 2536-2(付属書)ガスクロマトグラフによる迅速な全成分の求め方”に基づいて、アルコールやエーテル類のピーク形状、感度確認を行った結果や、分離確認成分の分析を行った結果をご紹介します。

アルコール、エーテル類の分析にはメタノール(MeOH)、エタノール(EtOH)、メチルtert-ブチルエーテル(MtBE)、エチルtert-ブチルエーテル(EtBE)を各

0.1wt%含む2,2,4-トリメチルペンタン溶液を用いました。カラムによる分離の違いを調べるために、3種類のカラムで分析を行いました。最小検出量確認用試料のクロマトグラムをFig.1, 2, 3に示しました。無極性のキャピラリカラムを用いて、MeOH, EtOH, MtBE, EtBEを分析するため、カラムによってはピークのテーリングが著しく、分析が困難な場合があります。MeOH, EtOH, MtBE, EtBEの各成分ともFig.1に示したレステック社製のカラムが、もっともテーリングが少ないことがわかりました。

ピーク形状の良かったRtx-1(50m×0.2mm 膜厚0.33 μ m)を用いて市販のレギュラーガソリンにMeOH, EtOH, MtBE, EtBE, 1MNapl(1-メチルナフタレン), nC13, nC14, nC15を添加し分析を行いました。定められた分離確認成分は全て良好な分離を示しました。

Y.Hibino

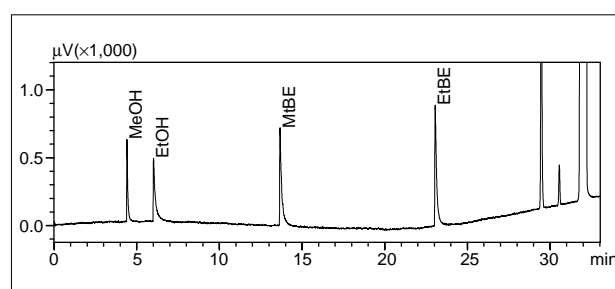


Fig.1 Rtx-1による最小検出量確認用調製試料(含酸素化合物)のクロマトグラム
Chromatogram of oxygenates obtained by Rtx-1

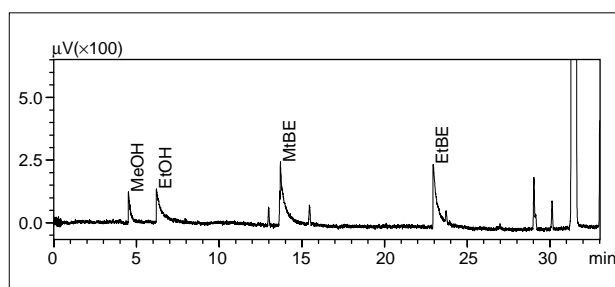


Fig.2 A社製カラムによる最小検出量確認用調製試料のクロマトグラム
Chromatogram of oxygenates obtained by column A

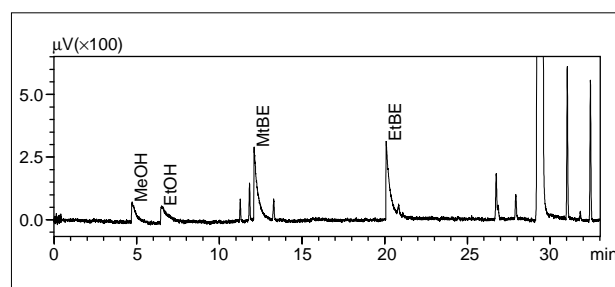


Fig.3 B社製カラムによる最小検出量確認用調製試料のクロマトグラム
Chromatogram of oxygenates obtained by column B

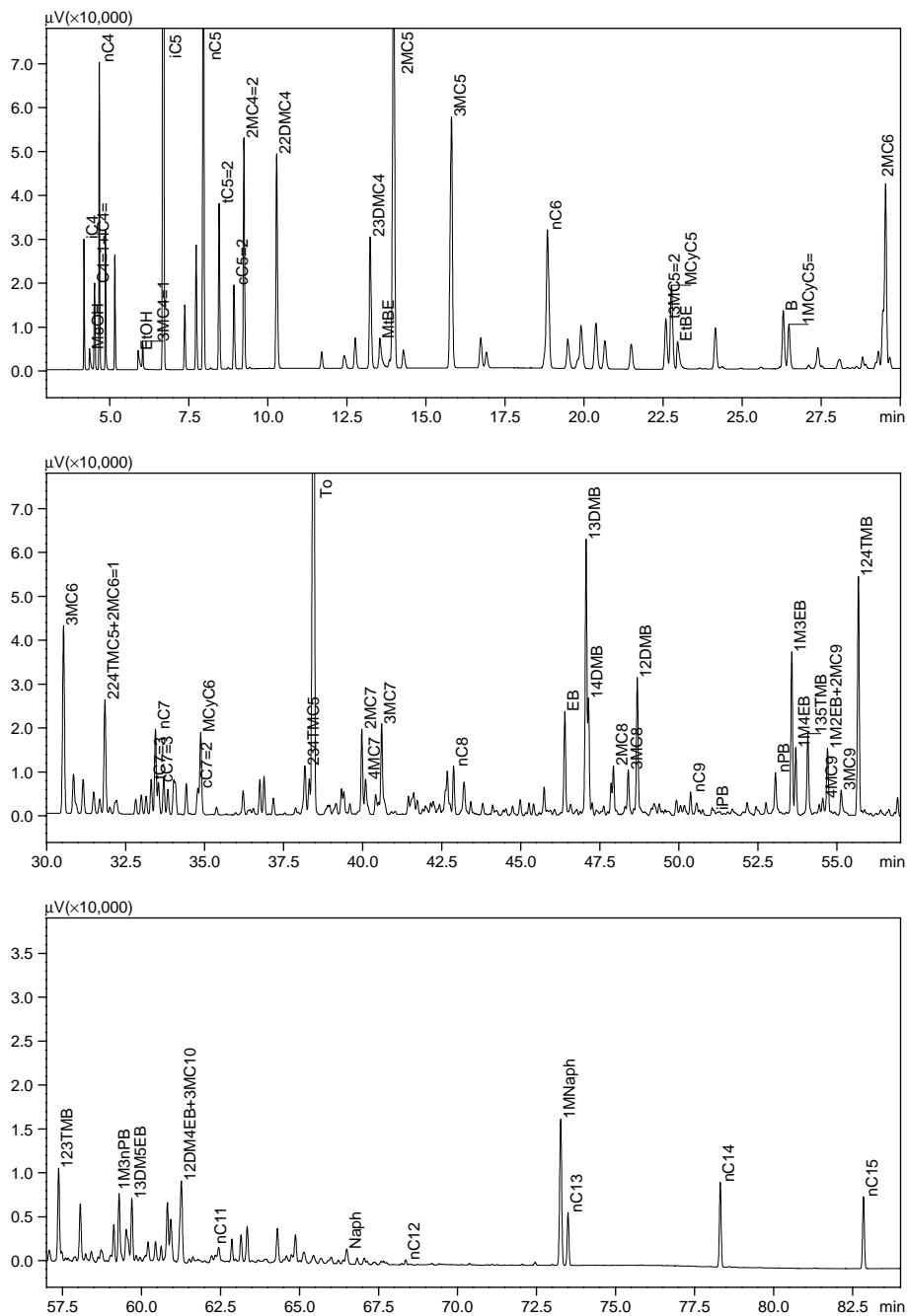


Fig.4 Rtx-1による分離確認成分添加レギュラーガソリンのクロマトグラム
Rtx-1 chromatogram of the regular gasoline with components added for separation confirmation

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Model	: GC-2010, AOC-20i
Column	: Rtx-1 50m × 0.20mm I.D. df=0.33μm(島津ジーエルシー P/N57807) etc.
Column Temp.	: 0°C(20min) - 3°C/min - 200°C(5min)
Carrier Gas	: He 185kPa, Det.: FID
Inj.Temp.	: 250°C, Det.Temp.: 250°C
Injection Method	: Split Injection, 1 : 350
Injection Volume	: 0.3μL

参考文献：石油製品 成分試験方法 第2部：ガスクロマト
グラフによる全成分の求め方 JIS K 2536-2:2003

 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

●東京 ☎(03)3219-1691
●京都 ☎(075)813-1691