

脂肪酸メチルエステル (FAME) 混合軽油中のメタノール分析 (その2)

Determination of Methanol Content in FAME-Blended Diesel Fuels by Extraction -GC Method (Part 2)

FAME混合軽油の品質管理に対応するため経済産業省より「揮発油等の品質の確保等に関する法律施行規則（品確法）」の改定が行われ、FAME混合軽油中のメタノール濃度の測定方法として、ヘッドスペース-GC法、水抽出-GC法、酸素検出式-GC法の3法が定められました（経済産業省告示第79号、平成19年3月22日告示）。アプリケーション

ニュースG257「脂肪酸メチルエステル (FAME) 混合軽油中のメタノールの分析 (その1)」ではヘッドスペース-GC法を用いた分析方法についてご紹介しました。

本アプリケーションニュースでは、FAME混合軽油中メタノール濃度の測定方法として定められている水抽出-GC法を用いた分析方法についてご紹介いたします。

M.Asakawa S. Sakaniwa

水抽出-GC法の概要

Outline of Water Extraction-GC Method

水と試料を1:10の体積比で混合し、振とうすることにより、試料中のメタノールを水中に抽出します。分離した水相を試料溶液とし、GC-FIDに導入して分析します。

標準試料はメタノールを添加し、調製した5 (v/v) %FAME混合軽油を水抽出したものとし、検量線を作成してメタノール濃度を算出します。

検量線の作成

Creation of Calibration Curve

メタノール濃度が50, 500, 1000, 5000 mg/Lになるように5 (v/v) %FAME混合軽油を用いて調製し、水抽出を行いました。

水抽出操作の流れをFig.1に示しました。

水抽出した試料0.5 μLをGC-FIDに導入し、分析しました。Fig.2には50 mg/L標準試料のクロマトグラムを示しました。また、メタノール濃度50 ~ 5000 mg/Lの範囲における検量線をFig.3に示しました。

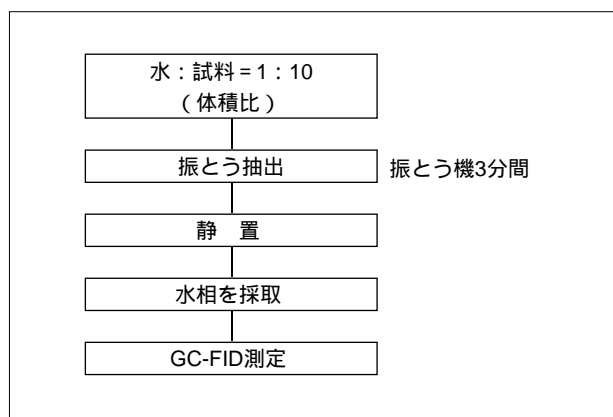


Fig.1 水抽出操作の流れ
Water Extraction of Methanol in FAME-Blended Diesel Fuels

模擬試料の分析

Analysis of a Test Sample

メタノール濃度が0.01 (w/w) %となるように調製した5 (v/v) %FAME混合軽油について、標準試料と同様に水

抽出操作を行い、分析しました。模擬実試料のクロマトグラムをFig.4に示しました。

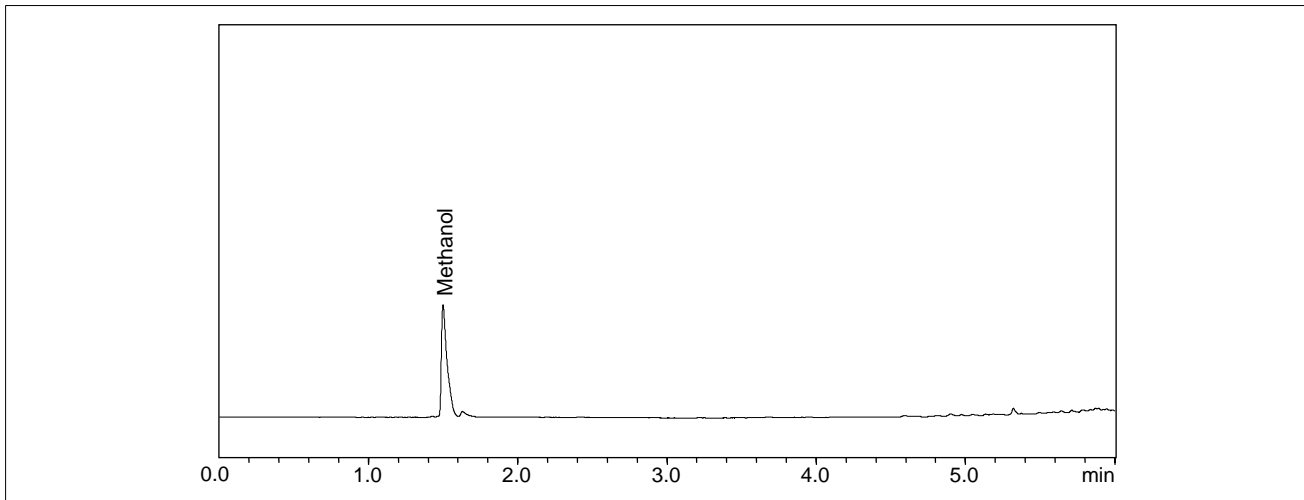


Fig.2 50 mg/L標準溶液のクロマトグラム
Chromatogram of a Standard Solution

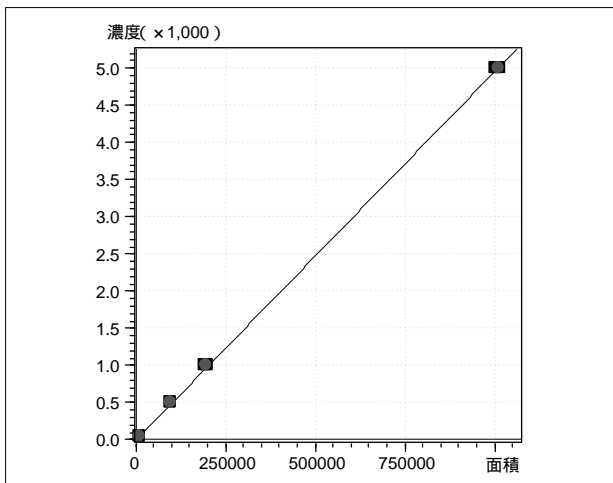


Fig.3 検量線
Calibration Curve (50 ~ 5000 mg/L)

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Model	: GC-2010AF/AOC + GCsolution
Column	: Rtx-1 (30 m × 0.25 mm I.D. df=0.25 μm)
Detector	: FID
Column Temp.	: 45 °C (3 min)-30 °C/min-300 °C (5 min)
Carrier Gas	: He, 30 cm/sec (Constant Linear Velocity Mode)
Inj Temp.	: 320 °C
Detector	: FID
Det Temp.	: 320 °C
Injection Method	: Split
Split ratio	: 1:150
Injection Volume	: 0.5 μL

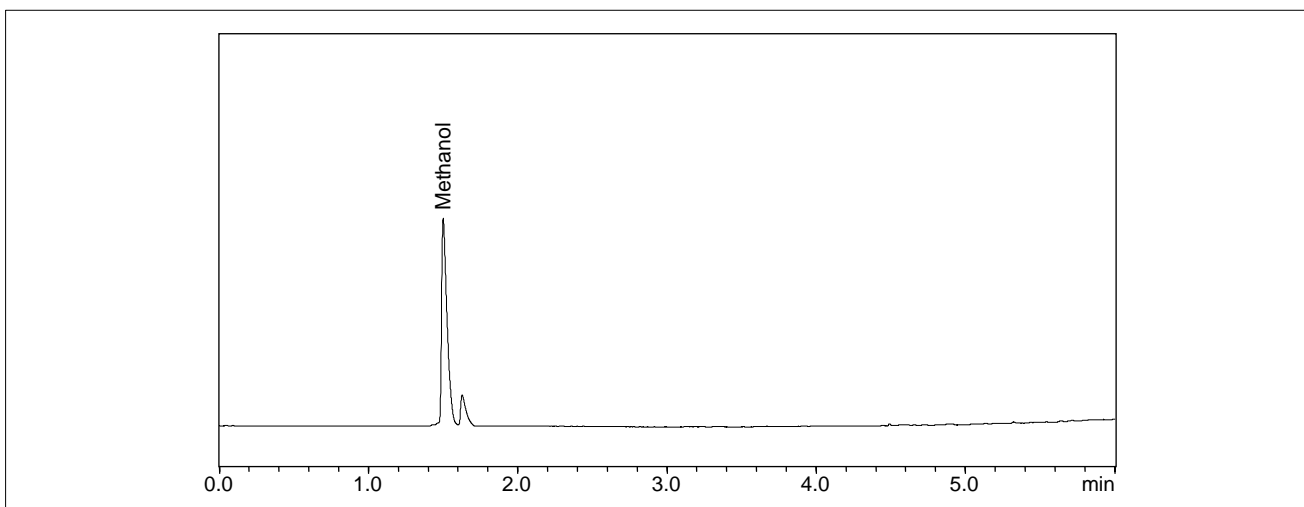


Fig.4 模擬試料のクロマトグラム(メタノール濃度が0.01(w/w)%になるよう調製)
Chromatogram of a Test Sample (FAME-Blended Diesel Fuel Spiked with Methanol at 0.01%)

[参考文献]

経済産業省告示第79号(平成19年3月22日告示)

A改訂版発行: 2013年2月
初版発行: 2008年3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。改訂版は右に示す島津WEBで閲覧できます。

会員制情報提供サービス「Shim-Solutions Club」にご登録下さい。
<http://solutions.shimadzu.co.jp/>
いろいろな情報提供サービスが受けられます。

3100-03802-660-1K
2008.3