

Brevis GC-2050を用いた 全石油炭化水素 (TPH) の高速分析

辻畑 仁美

ユーザーベネフィット

- ◆ コンパクトモデルであるBrevis GC-2050 (ユニバーサル電源: 230V) は高速昇温が可能で、水素キャリアを用いることにより分析時間を短縮することができます。
- ◆ Brevis GC-2050とデュアルインジェクターを用いることにより省スペースで高い生産性を発揮します。

■はじめに

全石油炭化水素 (TPH: Total Petroleum Hydrocarbon) は様々な炭化水素の混合物です。石油炭化水素製品の生産においては、水や土壌などに残留するTPHによる環境の汚染が懸念されます。さらに、健康へのリスクもあるためTPHの濃度を把握し管理することは非常に重要です。

国際標準規格ISO 9377-2-2000は、水質の炭化水素油指数の決定方法について記載されています。このメソッドでは、C40とC20の面積比が0.8以上を満たしながら抽出溶媒とC10の分離およびC40の溶出が必要です。そのためには、初期温度を低くする、カラムの膜厚を厚くするなどの必要がありますが、分析時間は20~30分程度要します。今回は、初期温度は低くせず、膜厚が厚いカラムと水素キャリアを使用しました。Brevis GC-2050はユニバーサル電源に対応しており、高速昇温を実現するために230V電源電圧用の配線構成にて装置を用意し、6分以内の高速分析を実現しました。

本稿では水素キャリアを用いたTPHの高速分析例をご紹介します。ISO 9377-2-2000に基づいてシステムパフォーマンステスト、検量線の直線性を確認しました。

* TPHを用いた分析の詳細情報をNexis™ GC-2030を用いたTPHのアプリケーションコース01-00355-JPに記載しています。こちらも併せてご参照ください。

■試料調製

以下の①~③の試料を準備しました。

- ①抽出溶媒/バックグラウンド補正試料
ヘプタンを準備しました。
- ②システムパフォーマンステスト試料
各50 µg/mLのn-アルカン混合試料 (Sigma-Aldrich社、P/N: 94234-2ML) を準備しました。
- ③検量線試料 (Mineral oil)
2.0 mgのn-テトラコンタンおよび2.0 µLのn-デカンを100 mLのヘプタンに溶解させ希釈溶媒を準備しました。調製した希釈溶媒で5000 µg/mLのQC標準溶液 (Sigma-Aldrich社、P/N: 51706-1ML) を希釈して、50、100、250、500、1000 µg/mLの検量線試料を準備しました。

■装置構成および分析条件

装置はBrevis GC-2050 (ユニバーサル電源: 230V) を用い、分析ラインを2ライン使用し、AOC-30iをデュアルで搭載しました。注入口には標準インサートを用いて分析を行いました。

また、Precision H2 SLから発生させた水素をキャリアガスおよび水素炎イオン化検出器 (FID) 燃焼ガスに使用しました。

表1に分析条件を示します。

表1 分析条件

Model	: Brevis GC-2050 (230V) / AOC-30i×2
Syringe	: Xtra Life マイクロシリンジ (P/N 227-35400-01)
Injection Mode	: Sampler Navigator – 標準モード
Injection Volume	: 1 µL
Injection Temp.	: 280 °C
Injection Mode	: スプリット
Split Ratio	: 1:5
Carrier Gas	: H ₂
Carrier Gas Control	: カラム流量一定 (7.00 mL/min)
Column	: SH-I-1MS (P/N: 227-36004-03) (12 m × 0.2 mm I.D. × 0.33 µm)
Column Temp.	: 100 °C (0.3 min) – 65 °C/min – 175 °C – 45 °C/min – 300 °C – 35 °C/min – 340 °C (0.5 min)
Detector	: 水素炎イオン化検出器 (FID)
Detector Temp.	: 350 °C
Detector Gas	: H ₂ 32 mL/min, Air 200 mL/min
Makeup Gas	: N ₂ 24 mL/min



図1 Brevis™ GC-2050+AOC 30i (左) および
デュアルインジェクター (右)

■ システムパフォーマンステストの確認

各50 µg/mLのn-アルカン混合試料を用いて、システムパフォーマンステストを実施しました。

n-アルカン混合試料のクロマトグラムを図2、C20とC40の面積値再現性および平均面積比を表2に示しました。

C20に対するC40の面積比 (C40/C20) は0.91以上となり、基準値の0.8以上を満たしました。

C10は0.4分で溶出し、抽出溶媒との分離は良好でした。

表2 C20とC40の面積値再現性および平均面積比 (n=5)

Line.	C20面積値 再現性 (%RSD)	C40面積値 再現性 (%RSD)	C40/C20 平均面積比
1	0.16	0.49	0.91
2	0.26	0.23	0.95

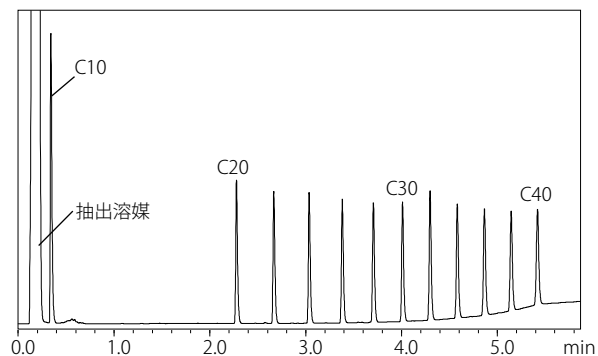


図2 n-アルカン混合試料のクロマトグラム (Line1)

■ Mineral oilの検量線

QC標準試料のクロマトグラム重ね描きを図3に示しました。C10からC40の間に検出される全成分のピーク面積を合計してMineral oilの面積値を算出しました。波形処理の詳細についてはアプリケーションニュース01-00355-JPをご参照ください。

Mineral oilの平均面積値および面積値再現性を表3、検量線を図4に示しました。検量線の直線性R2は0.9998以上となり良好な結果が得られました。

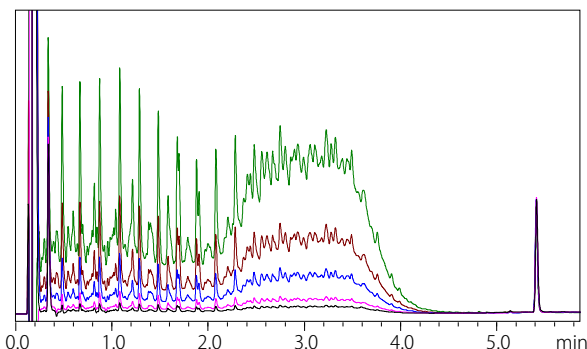
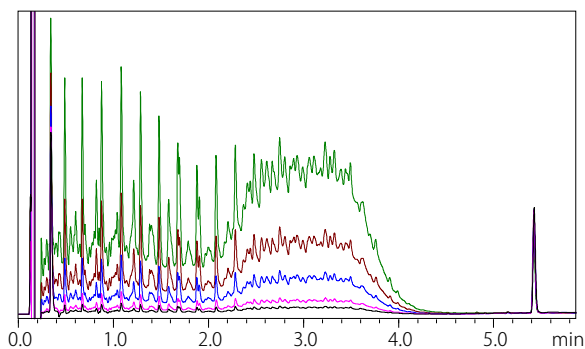


図3 QC標準溶液のクロマトグラム重ね書き (左: Line1、右: Line2)

表3 Mineral oilの平均面積値および面積値再現性 (n=3、左: Line 1、右: Line 2)

No.	濃度 (µg/mL)	Mineral oil 平均面積値	面積値 再現性 (RSD%)
1	50	411,037	1.02
2	100	793,609	0.45
3	250	2,098,153	0.45
4	500	4,163,042	0.13
5	1000	8,375,165	0.12

No.	濃度 (µg/mL)	Mineral oil 平均面積値	面積値 再現性 (RSD%)
1	50	433,517	1.09
2	100	832,573	0.19
3	250	2,183,440	0.15
4	500	4,266,727	0.16
5	1000	8,783,025	0.40

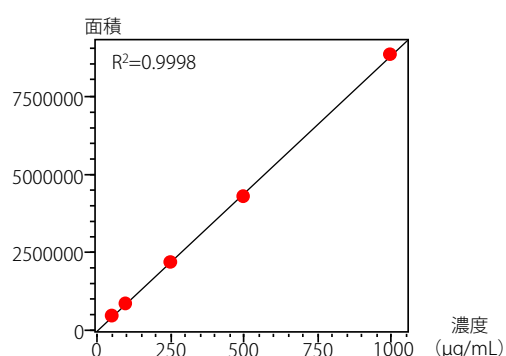
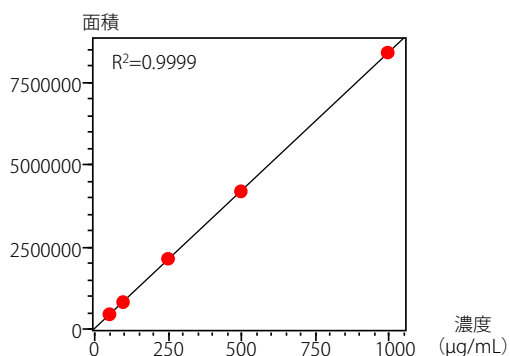


図4 Mineral oilの検量線 (左: Line 1、右: Line 2)

■ 小型水素発生器-Precision H2 SL200-

FIDは燃焼ガスとして水素ガスを供給する必要があります。しかし、ボンベからの供給の場合は高圧の可燃性ガスを取り扱うため、保守や管理のコストや手間が課題です。

Precision H2 SLシリーズは水を電気分解して、水素を生成します。純度99.9995 %の水素を最大200 mL/minまで供給可能です。軽量かつコンパクトで、高圧ボンベと比較して内蔵する水素ガスの量は少なく、安全性が高いです。

今回のデュアルインジェクタシステムでのTPH分析では、H2キャリアガス使用量が45 mL/min x 2、FID水素ガス流量32 mL/min x 2で合計154 mL/minであるため、Precision H2 SL200モデルの水素最大流量内でのガス供給ができました。



図5 Precision H₂ SL200

■ まとめ

本稿では、Brevis GC-2050 (230V) を用いることで高速昇温を可能とし、水素キャリアを用いたTPHの高速分析を実現しました。

分析時間は6分以内となりました。システムパフォーマンステストでは、C20に対するC40の面積比は0.91以上となり基準値の0.8以上を満たしました。QC標準溶液を用いて作成した検量線の直線性は0.9998以上となり良好な結果となりました。

01-00355-JPで報告したフラッグシップモデルのNexis GC-2030によるTPH分析では、Brevis GC-2050よりも更に高速な分析が可能です。

BrevisおよびNexisは、株式会社島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
<https://www.an.shimadzu.co.jp/>

初版発行：2023年9月
01-00562A-JP A改訂発行：2023年10月

島津コールセンター ☎ 0120-131691

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。
本文中に記載されている会社名、製品名、サービスマークおよびロゴは、各社の商標および登録商標です。
本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。