

# Application News

## ASTM D5501を用いた Brevis GC-2050によるエタノールの純度試験

臼井 慧

### ユーザーベネフィット

- ◆ Brevis GC-2050 のコンパクトな設計により、実験室の省スペース化が可能です。
- ◆ ヘリウムの代替ガスとしてキャリアガスに水素を用いることができます。
- ◆ ASTM D5501に基づく 燃料中のエタノールとメタノールの定量が可能です。

### ■はじめに

バイオエタノールはトウモロコシやサトウキビなどのバイオマスから得られる再生可能なエネルギーとして注目されています。ASTM D5501<sup>1)</sup>では燃料中のエタノールとメタノールの定量方法について規定しており、対応しているエタノールとメタノールの濃度はそれぞれ20~100wt%及び0.01~0.6wt%です。

本アプリケーションニュースでは、ASTM D5501を用いた Brevis GC-2050による、変性剤としてガソリンを含んだエタノールの純度測定をヘリウムと水素の両キャリアガスを用いて行いました。

### ■システム構成と分析条件

システム構成と分析条件を表1に示します。カラムオープン時は30 °C/minの高速昇温が必要であるため、200 V電源を用いました。一般にガソリン分析では100以上のピークが溶出しますが、150 mのカラムを使用することで、CRG（カラムオープン低温制御装置）を用いずに、エタノールやメタノールと保持時間の近い成分を分離させることができます。また、幅約35 cmとコンパクトなBrevis GC-2050は、ラボの省スペース化に貢献するとともに高い分析性能を発揮します。

### ■試料調製

以下(1)~(3)の3種類の試料を調製しました。

#### (1)スプリッター直線性確認用試料

炭素数が5から11の*n*-パラフィン：C5-C11、2,4-ジメチルペンタン、2,4-ジメチルヘキサン、イソオクタン（2,2,4-トリメチルペンタン）の10種類のパラフィンを混合しました。

#### (2)検量用標準液

表2の濃度になるようにメタノール、エタノール、ヘプタン（C7）及びイソオクタンを混合しました。

#### (3)純度試験用試料

エタノールと炭化水素を含む疑似的な燃料を調製しました。メタノール、エタノール及び市販のガソリンをwt%でそれぞれ約0.1%、95%、4.9%の割合で混合しました。

### ■スプリッター直線性の確認

ヘリウム、水素の各キャリアガスにてASTM D5501に示されたスプリッターの直線性試験を行いました。クロマトグラムを図1に、結果を表3に示します。各成分の相対誤差が3%以下であることを確認しました。

### ■相対質量応答係数(RMRF)の算出

メタノール、エタノールの各濃度におけるC7に対する相対質量応答係数（relative mass response factor：RMRF）の算出を行いました。結果を表4に示します。純度試験におけるエタノールとメタノールの定量には各濃度におけるRMRFの平均値を用いました。

表1 システム構成と分析条件

Model	: Brevis GC-2050 (200 V)/AOC-30i
<AOC-30i>	
Injection Volume	: 0.2 µL
Syringe	: Xtra Life Microsyringe (P/N : 227-35400-01)
<Brevis GC-2050 >	
Injection Port	: SPL
Injection Temp.	: 300 °C
Injection Mode	: Split
Split Ratio	: 200
Carrier Gas	: He or H <sub>2</sub>
Purge Flow	: 3 mL/min
Carrier Gas Control	: Constant linear velocity mode (24 cm/s)
Column	: SH-1 PONA (P/N : 227-36361-01) (150 m × 0.25 mm I.D. × 1.00 µm)
Column Oven Temp.	: 60 °C (15 min) → 30 °C/min → 250 °C (23 min)
Detector	: FID
Detector Temp.	: 300 °C
Makeup Gas	: N <sub>2</sub> 30 mL/min
Detector Gas	: H <sub>2</sub> 30 mL/min、 Air 300mL/min
Filter Time Constant	: 100 ms

表2 検量用標準液の混合比 (wt%)

	Mix1	Mix2	Mix3	Mix4	Mix5
メタノール	0.6	0.5	0.3	0.2	0.1
エタノール	20.0	50.0	75.0	90.0	99.4
C7	10.0	10.0	10.0	4.0	0.5
イソオクタン	69.4	39.5	14.7	5.8	0.0

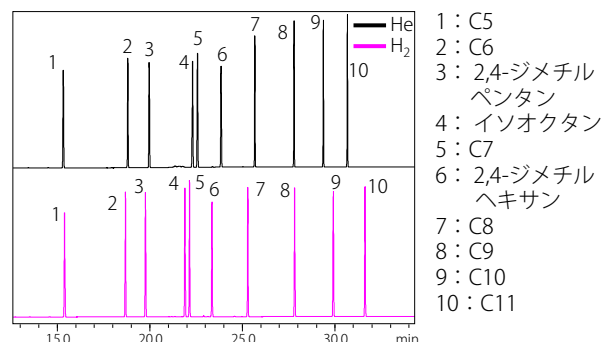


図1 スプリッター直線性確認用試料のクロマトグラム

表3 スプリッター直線性の確認

成分	調製値 (wt%)	ヘリウム		水素	
		測定値 (wt%)	相対誤差* (%)	測定値 (wt%)	相対誤差* (%)
1 C5	9.40	9.14	-2.8	9.16	-2.6
2 C6	9.34	9.27	-0.7	9.28	-0.6
3 2,4-ジメチルペンタン	9.90	9.81	-0.9	9.82	-0.8
4 イソオクタン	10.55	10.80	2.3	10.72	1.5
5 C7	10.45	10.53	0.7	10.43	-0.2
6 2,4-ジメチルヘキサン	9.38	9.36	-0.1	9.27	-1.1
7 C8	9.78	9.94	1.6	9.84	0.6
8 C9	10.38	10.47	0.8	10.47	0.9
9 C10	10.01	10.01	0.0	10.11	1.0
10 C11	10.81	10.68	-1.2	10.90	0.9

\* ASTM D5501の基準：相対誤差 $\leq$ 3%

### ■ エタノールの純度試験

前述の純度試験用試料を測定しました。メタノールとエタノール以外のガソリン成分に関してはC7と同じRMRF=1として計算しました。クロマトグラムを図2に、結果を表5に示しました。ヘリウムと水素のどちらをキャリアガスとして用いた場合についても16回の連続測定においてASTM D5501の室内併行許容差を満たしていることを確認しました。

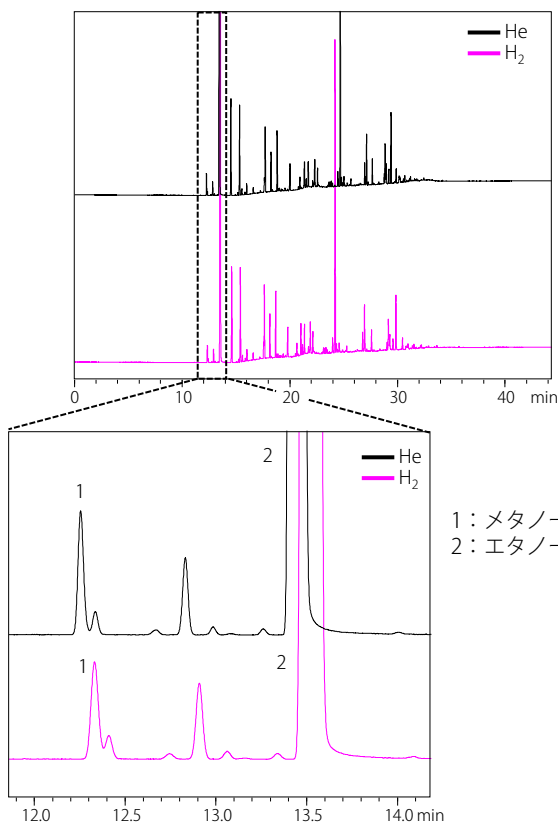


図2 純度試験用試料のクロマトグラム（上：全体、下：拡大）

表4 相対質量応答係数(RMRF)の算出

	メタノール			エタノール		
	濃度(wt%)	RMRF		濃度(wt%)	RMRF	
		ヘリウム	水素		ヘリウム	水素
Mix1	0.6	3.10	3.18	20.0	2.09	2.08
Mix2	0.5	2.99	3.05	50.0	2.05	2.04
Mix3	0.3	2.98	2.98	75.0	2.04	2.01
Mix4	0.2	2.92	2.92	90.0	1.97	1.93
Mix5	0.1	2.70	2.70	99.4	1.84	1.82
	RMRF平均値	2.94	2.96	RMRF平均値	2.00	1.98

表5 エタノールとメタノールの測定値と室内許容差 (wt%)

Run	ヘリウム				水素			
	メタノール		エタノール		メタノール		エタノール	
	測定値	差*	測定値	差*	測定値	差*	測定値	差*
1	0.178	0.000	95.624	0.024	0.172	-0.001	95.589	0.030
2	0.180	0.001	95.604	0.004	0.174	0.001	95.597	0.038
3	0.179	0.000	95.612	0.012	0.172	-0.001	95.591	0.032
4	0.179	0.000	95.578	-0.022	0.173	-0.001	95.555	-0.004
5	0.179	0.000	95.614	0.014	0.173	-0.001	95.572	0.013
6	0.178	0.000	95.610	0.010	0.172	-0.002	95.583	0.024
7	0.179	0.000	95.575	-0.025	0.173	0.000	95.517	-0.042
8	0.178	0.000	95.547	-0.053	0.174	0.000	95.528	-0.032
9	0.179	0.000	95.567	-0.033	0.175	0.001	95.527	-0.032
10	0.178	0.000	95.585	-0.015	0.174	0.001	95.553	-0.006
11	0.179	0.000	95.548	-0.052	0.173	0.000	95.550	-0.009
12	0.178	0.000	95.559	-0.041	0.174	0.000	95.544	-0.015
13	0.178	0.000	95.658	0.058	0.174	0.001	95.552	-0.007
14	0.178	-0.001	95.675	0.075	0.174	0.000	95.570	0.011
15	0.179	0.000	95.630	0.030	0.173	0.000	95.574	0.015
16	0.180	0.001	95.614	0.014	0.174	0.001	95.543	-0.016
平均値	0.179		95.600		0.173		95.559	
許容差		0.008		0.142		0.007		0.142

\* (測定値) - (平均値)

### ■ まとめ

Brevis GC-2050を用いてASTM D5501に示されたエタノールの純度試験を行いました。キャリアガスとしてヘリウムと水素どちらを用いた場合においても分析規格を満たし、メタノールとエタノールの定量値は室内併行許容差の範囲内となり、良好な結果が得られました。

#### <参考文献>

- 1) ASTM D5501-20 : Standard Test Method for Determination of Ethanol and Methanol Content in Fuels Containing Greater than 20 % Ethanol by Gas Chromatography (2020)

Brevisは株式会社 島津製作所の日本およびその他の国における商標です。

## 関連製品

一部の製品は新しいモデルにアップデートされている場合があります。



➤ Brevis™ GC-2050  
ガスクロマトグラフ

## 関連分野

➤ 新エネルギー

➤ バイオマス

➤ 石油・化学工業

➤ 価格お問い合わせ

➤ 製品お問い合わせ

➤ 技術お問い合わせ

➤ その他お問い合わせ