

## Application News

ガスクロマトグラフ Nexis™ GC-2030

# JIS K2254を用いた Nexis GC-2030による蒸留分析

臼井 慧

### ユーザーベネフィット

- ◆ JIS K2254を用いた軽油の蒸留性状測定を簡便に行うことができます。
- ◆ キャリアガスとして窒素またはヘリウムを用いることができます。
- ◆ 蒸留GC解析ソフトウェアを用いることで簡便な操作で石油製品の蒸留性状を確認できます。

### ■はじめに

JIS K2254<sup>1)</sup>は石油製品の蒸留性状を求める方法を規定しています。国際規格であるISO 3405（常圧法）及びISO 3924（ガスクロマトグラフ法）を基としており、日本国内の実情に合わせて技術的内容を変更した規格です。蒸留性状の測定においてガスクロマトグラフ法は常圧法や減圧法に比べて操作が簡便であり、広く用いられています。ガスクロマトグラフ法は沸点が55℃~538℃の石油製品の測定に対応しており、軽油や灯油、潤滑油、航空タービン燃料油等が対象です。

本アプリケーションニュースでは、JIS K2254を用いたGC-2030による軽油の蒸留性状の測定をヘリウムと窒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。注入口が350℃まで加熱されるため高耐熱セプタムを使用しました。FIDノズルは消炎しにくいφ0.5のノズルを使用しました。データ解析にはLabSolutions™の追加オプションソフトウェアである蒸留GC解析ソフトウェアを用いました。蒸留GC解析ソフトウェアを用いることで簡単に石油製品の蒸留性状を確認することができます。

### ■試料調製

以下(1)~(3)の3種類の試料を調製しました。

#### (1)沸点変換線用混合物①

C6からC24までの*n*-パラフィン混合液（P/N：221-44247-18）を二硫化炭素で500倍に希釈しました。

#### (2)沸点変換線用混合物②

C8からC44までの*n*-パラフィン混合液（P/N：221-44247-19）を二硫化炭素で5倍に希釈しました。

#### (3)リファレンスオイル

ASTM Reference gas-oil（Merck社：48873）を二硫化炭素で100倍に希釈しました。

### ■標準試料によるシステム適合性確認

沸点変換線用混合物①及び②を用いて分析システムの適合性を確認しました。クロマトグラムを図1に示します。C7-C44の各*n*-パラフィンのC10に対する相対感度係数は基準である0.9から1.1の範囲に収まり、ピーク非対称度も基準の範囲内であったことから検出器の感度と注入量に問題がないことが分かりました（表2）。また、C16とC18の分離度を3以上確保する必要がありますが、窒素をキャリアガスとして用いた場合に若干のピークの広がりが見られたもののヘリウムと窒素の両キャリアガスともに基準の3を上回りました（表3）。

表1 システム構成と分析条件

Model	: Nexis GC-2030/AOC-30i
Software	: LabSolutions + Simulated Distillation GC Analysis Software
<AOC-30i>	
Injection Volume	: 0.5 µL
Syringe	: OCI Syringe (P/N : 221-37282-02)
<GC-2030>	
Injection Port	: OCI-2030 NX
Septum	: High Temp. septum (P/N: 221-48398-81)
Injection Temp.	: 80 °C (1 min) → 30 °C/min → 350 °C (10.67 min)
Carrier Gas	: He or N <sub>2</sub>
Purge Flow	: 3 mL/min
Carrier Gas Control	: Constant flow mode (35 mL/min)
Column	: SH-2887 (P/N : 227-36373-01) (10 m × 0.53 mm I.D. × 2.65 µm)
Column Oven Temp.	: 40 °C → 15 °C/min → 350 °C
Detector	: FID-2030 (Nozzle φ0.5, P/N : 221-75597-05)
Detector Temp.	: 350 °C
Makeup Gas	: N <sub>2</sub> 5 mL/min
Detector Gas	: H <sub>2</sub> 32 mL/min、 Air 200mL/min

表2 各キャリアガスによる相対感度係数とピーク非対称度\*

<i>n</i> -パラフィン	ヘリウム		窒素	
	相対感度係数	ピーク非対称度	相対感度係数	ピーク非対称度
C7	1.04	1.22	1.04	1.12
C8	1.01	1.10	1.01	1.04
C10	-	1.00	-	1.00
C12	1.01	1.01	1.00	0.98
C14	1.02	1.01	1.00	0.98
C16	1.04	0.98	0.99	0.98
C18	1.05	1.01	1.01	0.91
C20	1.05	0.97	0.99	0.97
C22	1.06	0.97	1.01	0.94
C24	1.05	0.99	1.01	0.94
C28	1.03	0.97	1.04	0.94
C30	1.03	1.03	1.04	0.96
C32	1.04	0.98	1.05	0.94
C36	1.02	0.98	1.05	0.94
C40	1.05	0.94	1.08	0.95
C44	1.04	0.96	1.08	0.94

\*JIS K2254の基準は相対感度係数：0.9~1.1、ピーク非対称度：0.5~2.0。

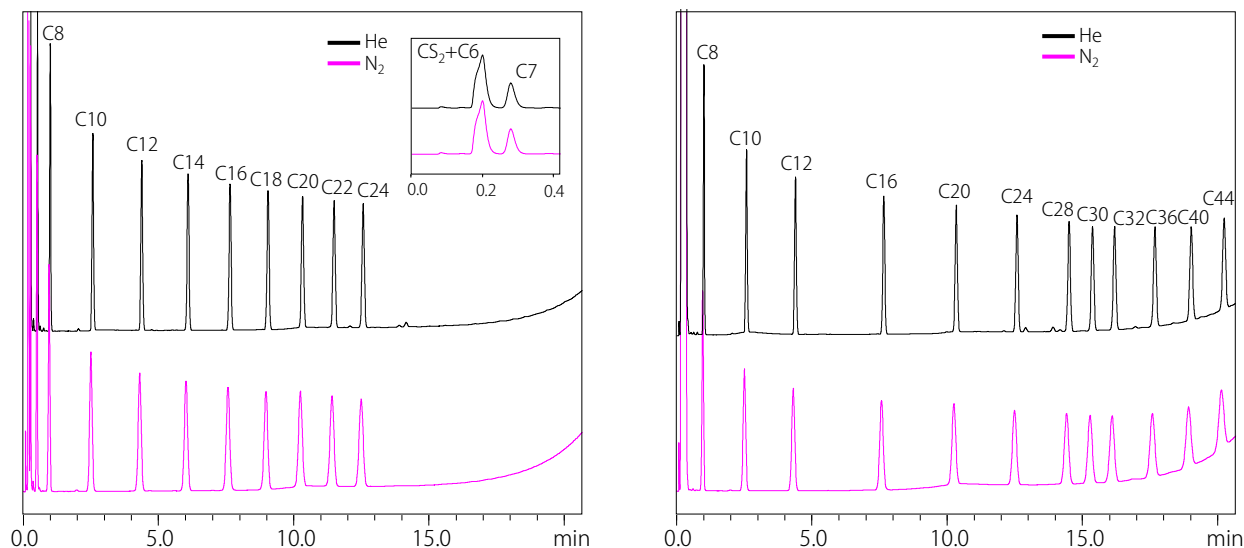


図1 各キャリアガスによる沸点変換線用混合物①及び②のクロマトグラム（左：①、右：②）

表3 各キャリアガスによるC16とC18の分離度

分離度*	
ヘリウム	窒素
9.7	5.7

\* JIS K2254の基準は3以上。

## ■標準物質の測定

前述の希釈したリファレンスオイルを測定しました。クロマトグラムと蒸留性状を図2、3に示しました。なお、ここでは溶媒である二硫化炭素のブランクを差し引いています。表4にJIS K2254の許容差と測定結果を示します。ヘリウムと窒素どちらをキャリアガスとして用いた場合においても測定結果がJIS K2254の室内再現許容差と連続2回分析における室内併行許容差の範囲内であることを確認しました。

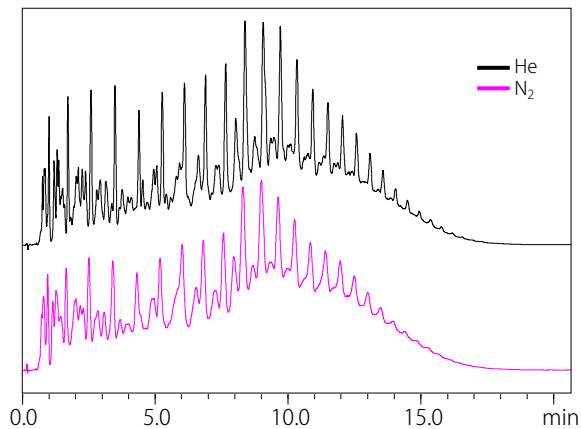


図2 各キャリアガスによるリファレンスオイルのクロマトグラム

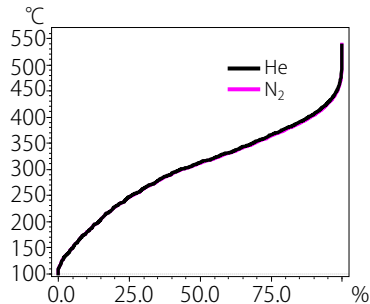


図3 各キャリアガスによるリファレンスオイルの蒸留性状

表4 各キャリアガスによるリファレンスオイル測定（単位：℃）

留油量 [質量%]	JIS K2254			ヘリウム		窒素			
	基準 温度	室内再現 許容差	室内併行 許容差	測定 温度	差*	併行 差異	測定 温度	差*	併行 差異
IBP	115.3	8	4	114.5	-0.8	0.0	114.6	-0.7	0.1
5	151.2	3	2	148.2	-3.0	-0.1	148.6	-2.6	0.0
10	175.7	4	2	178.3	2.6	-0.2	178.4	2.7	0.0
20	225.9	4	2	227.7	1.8	-0.2	227.4	1.5	-0.2
30	261.3	4	2	262.9	1.6	-0.1	262.3	1.0	-0.2
40	290.3	4	2	291.4	1.1	0.0	290.3	0.0	-0.3
50	312.8	4.5	2	312.9	0.1	0.1	311.8	-1.0	-0.2
60	331.9	4.5	2	331.0	-0.9	0.0	330.4	-1.5	-0.1
70	354.1	4.5	2	353.3	-0.8	0.0	351.8	-2.3	-0.2
80	378.2	4.5	2	377.3	-0.9	0.1	375.5	-2.7	-0.2
90	406.8	4.5	2	405.4	-1.4	0.1	403.1	-3.7	-0.3
95	428.8	5.5	3	426.9	-1.9	0.0	424.4	-4.4	-0.3
FBP	474.9	13.5	7	471.5	-3.4	-0.1	467.6	-7.3	-0.7

\* (測定温度) - (基準温度)

## ■まとめ

Nexis GC-2030によるJIS K2254を用いた軽油の蒸留性状の測定を行いました。キャリアガスとしてヘリウムと窒素どちらを用いた場合においても分析規格を満たすことができました。

### <参考文献>

- 1) JIS K 2254 石油製品—蒸留性状の求め方（2018）

### <関連アプリケーション>

1. ASTM D2887 Procedure Bによる混合バイオディーゼルの蒸留分析 [Application News 01-00539-JP](#)

Nexis、LabSolutions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。