

# 8860 GC システムおよび オンボードデータ処理を用いた 単環式芳香族溶媒の分析メソッド

## 著者

Youjuan Zhang  
Agilent Technologies  
(Shanghai) Co. Ltd. Shanghai  
200131 P. R. China

## 概要

Agilent 8860 ガスクロマトグラフ (GC) システムに搭載のブラウザインタフェースと Agilent DA Express を使用すると、シンプルなワークフローで簡単にデータ分析が可能です。ブラウザインタフェースと DA Express を用いれば、追加のワークステーションソフトウェアを使用せずに、オンボードデータの取り込み、基本的な積分、キャリブレーション、レポート作成を実行できます。本アプリケーションノートでは、ブラウザインタフェースと DA Express を用いた芳香族溶媒の純度分析の統一メソッドについて説明しています。

## はじめに

化学および石油化学産業の多くの QA/QC ラボにとっては、芳香族炭化水素の純度の測定と決定はルーチン分析です。化学品中間体や溶媒として使用されるベンゼン、トルエン、エチルベンゼン、*p*-キシレン、*o*-キシレン、スチレン、混合キシレンなどの特定の芳香族化合物の製造で生じる残存炭化水素不純物の種類と量を特定することが、しばしば求められます。ASTM D7504 メソッド<sup>1</sup> は、これらの製品を製造または使用する施設における仕様の策定や、内部品質管理ツールとして適しています。

石油化学産業における中国の国家標準の大部分は、ASTM メソッドに準拠しています。現在、中国ではヘリウムをキャリアガスとして使用する ASTM D7504 に基づく国家標準メソッドがないため、多くのラボは、芳香族炭化水素の不純物を測定するために複数の種類の ASTM メソッドを実行する必要があります。このような日常的な作業には、芳香族炭化水素の不純物分析を行える 1 つの簡単なメソッドが求められていました。中国では窒素が一般的なキャリアガスであることを考慮して、このメソッドにおいては、ヘリウムと窒素を分けてキャリアガスとして使用する 2 つの一般的な方法を開発します。

ブラウザインタフェースは、8860 GC の主要な機能の 1 つです。デスクトップ PC、ノート PC、タブレットから利用できます。ブラウザインタフェースから、8860 GC の大半の機能に簡単にアクセスできます。メソッドの編集、変更、保存や、シーケンス処理が、GC 上で直接可能です。シンプルなワークフローを使用しており、簡単なデータ分析のみを必要としているラボは、8860 GC のブラウザインタフェースでオプションの DA Express を利用できます。このソフトウェアでは、オンボードデータの基本的な積分、線形キャリブレーション、レポート作成が可能です。「包括的なソリューション」というコンセプトの下、メソッド、シーケンス、DA Express を組み合わせて、芳香族溶媒の純度分析のシンプルなワークフローを提供します。

## 実験方法

本研究は、スプリット/スプリットレス注入口と水素炎イオン化検出器 (FID) を備えた Agilent 8860 GC で実施しました。表 1 と表 2 に、キャリアガスとしてヘリウムと窒素をそれぞれ使用した場合の動作条件の詳細を示します。図 1A と 1B に示すように、ブラウザインタフェースからシーケンスを実行してデータ収集を行い、DA Express でデータの積分を実施しました。

表 1. ヘリウムキャリアガスを使用した統一芳香族溶媒分離の条件

パラメータ	設定値
GC	Agilent 8860 ガスクロマトグラフ
ソフトウェア	アジレントのブラウザインタフェースおよび DA Express
注入口	スプリット/スプリットレス、270 °C、スプリット比 100:1
ライナ	ウルトラライナート、スプリット、低圧力損失、ガラスウール (p/n 5190-2295)
カラム	Agilent J & W HP-INNOWax, 60 m × 0.32 mm, 0.5 μm (p/n 19091N-2161)
キャリアガス	ヘリウム、2.1 mL/min の定流量
オープン	60 °C (10 分間)、 5 °C/min で 150 °C まで昇温 (10 分間)
検出器	FID、300 °C
注入量	0.6 μL (ASTM D7504 メソッドによる) (p/n 5181-8810)

表 2. 窒素キャリアガスを使用した統一芳香族溶媒分離の条件

パラメータ	設定値
GC	Agilent 8860 ガスクロマトグラフ
ソフトウェア	アジレントのブラウザインタフェースおよび DA Express
注入口	スプリット/スプリットレス、270 °C、スプリット比 100:1
ライナ	ウルトラライナート、スプリット、低圧力損失、ガラスウール (p/n 5190-2295)
カラム	Agilent J & W HP-INNOWax, 60 m × 0.32 mm, 0.5 μm (p/n 19091N-2161)
キャリアガス	窒素、1.5 mL/min の定流量
オープン	65 °C (23 分間)、 5 °C/min で 150 °C まで昇温 分析後 220 °C まで昇温 (5 分間)
検出器	FID、300 °C
注入量	0.6 μL (ASTM D7504 メソッドによる) (p/n 5181-8810)

## 試薬、標準、およびサンプル

26 種類の溶媒 (> 98 % 純度) および *n*-ヘキサンの単一標準は、ANPEL Laboratory Technologies (上海) Inc. から購入しました。

図 2 に示す ASTM D7504 メソッドで指定されているすべての芳香族溶媒と不純物を 0.1 wt% 含む *n*-ヘキサン溶液を調製しました。注入には、トルエン、*o*-キシレン、*p*-キシレン、エチルベンゼン、スチレンの標準サンプルを使用しました。

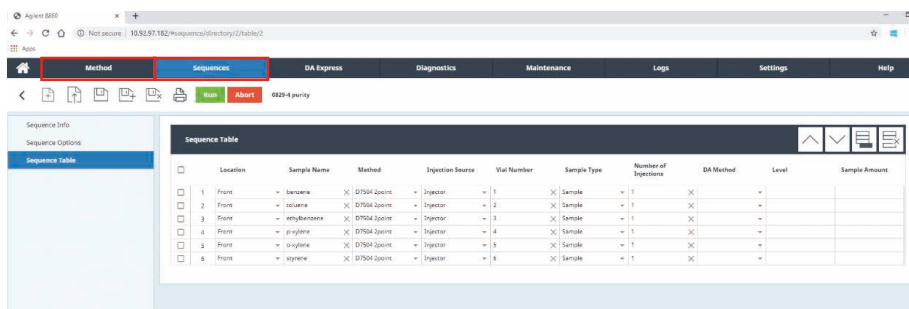


図 1A. アジレントのブラウザインタフェースを用いたシーケンスの編集と実行

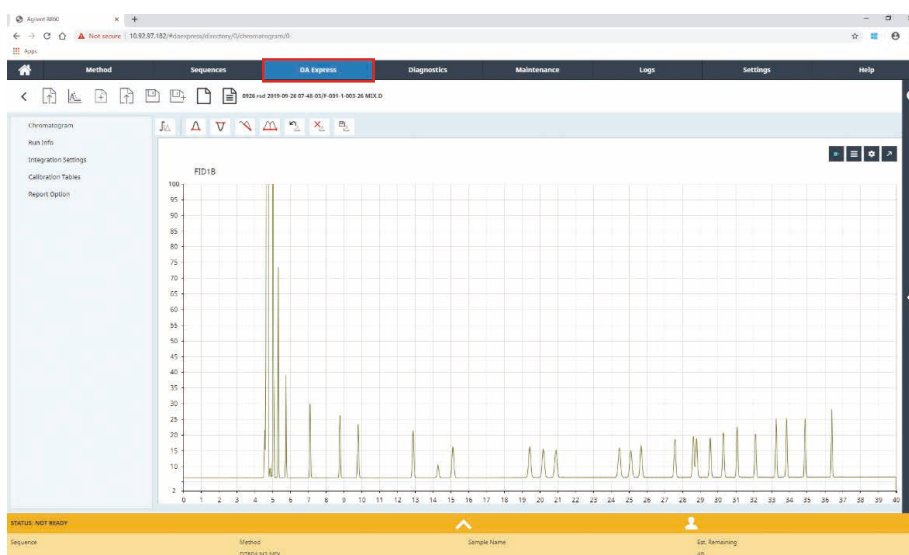


図 1B. Agilent DA Express を用いたデータ解析

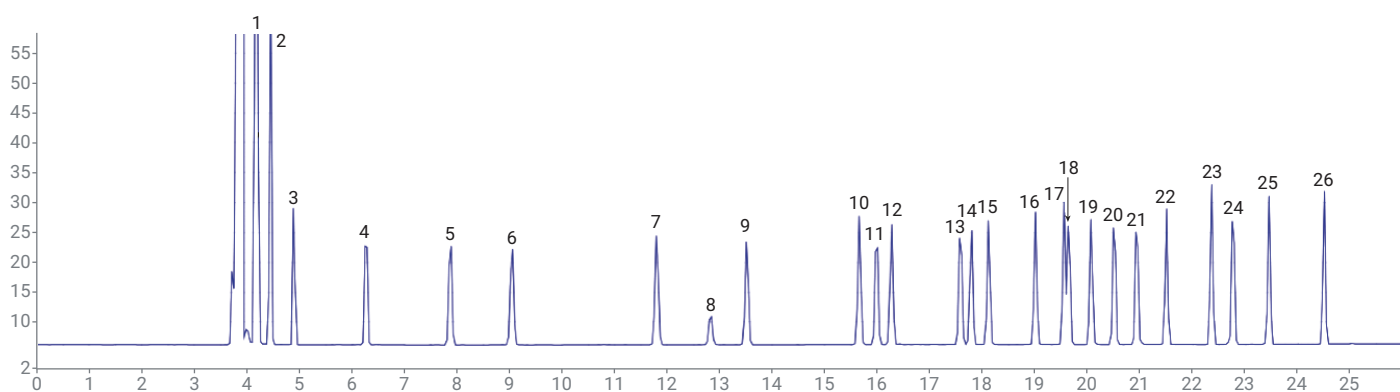


図 2. キャリアガスとして He を用いて 26 種類の化合物を分離する統一メソッドのクロマトグラム

## 結果と考察

ASTM D7504 メソッドは、化学的純度全体および主要な不純物の含有量の測定におけるガスクロマトグラフィーの使用について規定しています。図 2 は、芳香族溶媒と不純物を同時に含むヘキサン溶液をヘリウム (He) キャリアガスを使用して測定したクロマトグラムの典型的な例を示します。クロマトグラムに示されているように、部分的に分離された *p*-エチルトルエンと *m*-エチルトルエンを除いて、大半の化合物でベースライン分離が得られました。

中国では窒素 (N<sub>2</sub>) がよく用いられる経済的なキャリアガスであることを考慮して、このアプリケーションノートでは N<sub>2</sub> をキャリアガスとして使用するメソッドを開発します。キャリアガスの種類とその速度は、分離能とリテンションタイムに大きく影響します。分離能とリテンションタイムのバランスをとるためには、ガス速度を適切に設定することが重要です。キャリアガスとして N<sub>2</sub> を使用する場合の分析時間は、キャリアガスとして He を使用する場合よりも長くなります。サンプル中の無関係な高沸点不純物をカラムから確実に除去し、分析時間を可能な限り短縮するため、N<sub>2</sub> メソッドではポストラン機能を採用しました。

図3は、キャリアガスとしてN<sub>2</sub>を使用した場合のクロマトグラムを示しています。同じ26種類の化合物を含むヘキサン溶液のものです。総分析時間は長くなりましたが、図2と比較して分離能やレスポンスなど同様のクロマトグラフィー性能が実現されています。システムの安定性を検証するために、26種類の化合物の混合物を含んだサンプルを9回連続して注入することにより再現性を測定しました。表3から、すべての化合物について面積 %RSDが2.06%以下、リテンションタイム %RSDが0.026%以下であることがわかります。

表3. N<sub>2</sub> キャリアガスを使用した26種類の化合物のRSDの結果

No.	物質名	% RSD (n = 9)	
		RT	面積
1	ヘプタン	0.021	1.07
2	シクロヘキサン	0.022	1.19
3	オクタン	0.023	1.67
4	ノナン	0.02	1.85
5	ベンゼン	0.019	0.98
6	デカン	0.023	1.89
7	トルエン	0.023	1.34
8	1,4-ジオキサン	0.023	1.14
9	ウンデカン	0.023	1.75
10	エチルベンゼン	0.023	1.85
11	<i>p</i> -キシレン	0.026	1.62
12	<i>m</i> -キシレン	0.022	1.7
13	クメン	0.014	1.91

No.	物質名	% RSD (n = 9)	
		RT	面積
14	ドデカン	0.011	2
15	<i>o</i> -キシレン	0.013	1.75
16	プロピルベンゼン	0.009	1.9
17	<i>p</i> -エチルトルエン	0.008	1.87
18	<i>m</i> -エチルトルエン	0.007	1.88
19	<i>t</i> -ブチルベンゼン	0.006	1.87
20	<i>sec</i> -ブチルベンゼン	0.007	1.79
21	スチレン	0.005	1.73
22	トリデカン	0.004	2.03
23	1,3-ジエチルベンゼン	0.004	2
24	<i>n</i> -ブチルベンゼン	0.004	2.06
25	$\alpha$ -メチルスチレン	0.003	1.91
26	フェニルアセチレン	0.003	1.58

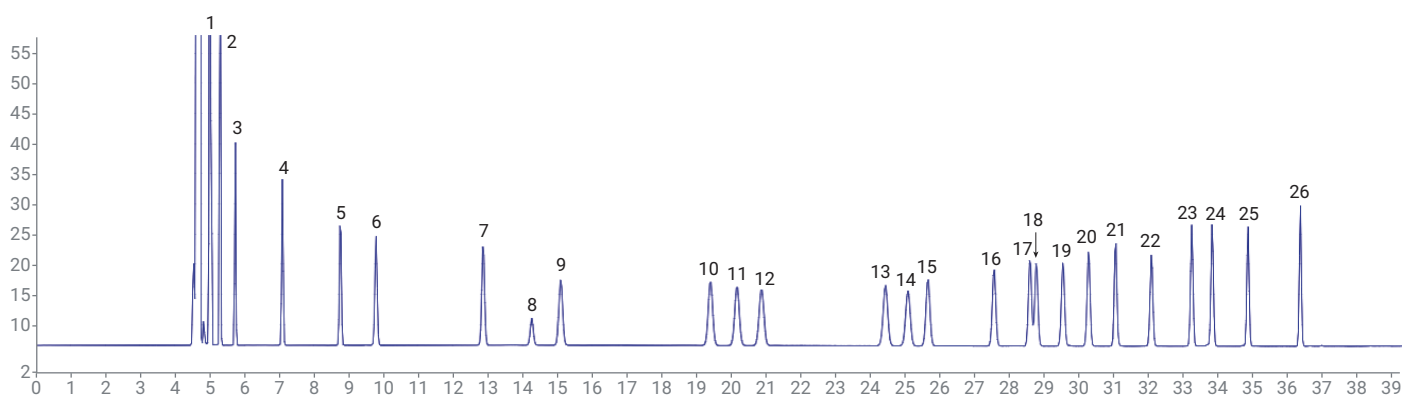


図3. キャリアガスとしてN<sub>2</sub>を用いて26種類の化合物を分離する統一メソッドのクロマトグラム

## トルエン、エチルベンゼン、*o*-キシレン、*p*-キシレン、スチレンの純度分析

ASTM D7504 メソッドは、ベンゼン、トルエン、エチルベンゼン、*p*-キシレン、*o*-キシレン、スチレン、混合キシレン中の非芳香族炭化水素と単環式芳香族炭化水素の総量を、He キャリアガスを使用して GC で測定する方法について定められています。このアプリケーションノートでは、N<sub>2</sub> メソッド（表 2）により、トルエン、エチルベンゼン、*p*-キシレン、*o*-キシレン、スチレン中の既知の炭化水素不純物の測定と、各化合物の純度の測定を個別にカバーし

ます。基本的に、これら 5 つの化合物（純度 99 % 以上）の分析に使用します。図 4、5、6、7、および 8 はそれぞれ、トルエン、エチルベンゼン、*o*-キシレン、*p*-キシレン、およびスチレン標準サンプルのクロマトグラムを示しています。また、ASTM D7504 メソッドでは、有効炭素数（effective carbon number : ECN）レスポンスを使用したサンプルの前処理と機器のキャリブレーションが不要になります。各成分のピーク面積を測定し、ECN レスポンス係数を使用して調整しました。各成分の濃度を、調整された合計ピーク面積に対する相対パーセンテージに基づいて計算し、100 % に

正規化しました。DA Express は、正規化された面積パーセントを使用した半定量結果の定性分析に使用できます。内部 QA またはプロセス監視を行うラボでは多くの場合、これで十分です。完全な定量レポートが必要な場合、オンボードデータを DA Express で積分し、ピーク面積を Excel にエクスポートして、ECN に基づく完全な定量レポートを表示できます。図 4、5、6、7、および 8 はそれぞれ、トルエン、エチルベンゼン、*o*-キシレン、*p*-キシレン、およびスチレン、不純物の重量 % を ECN 計算に基づいて示したものです。

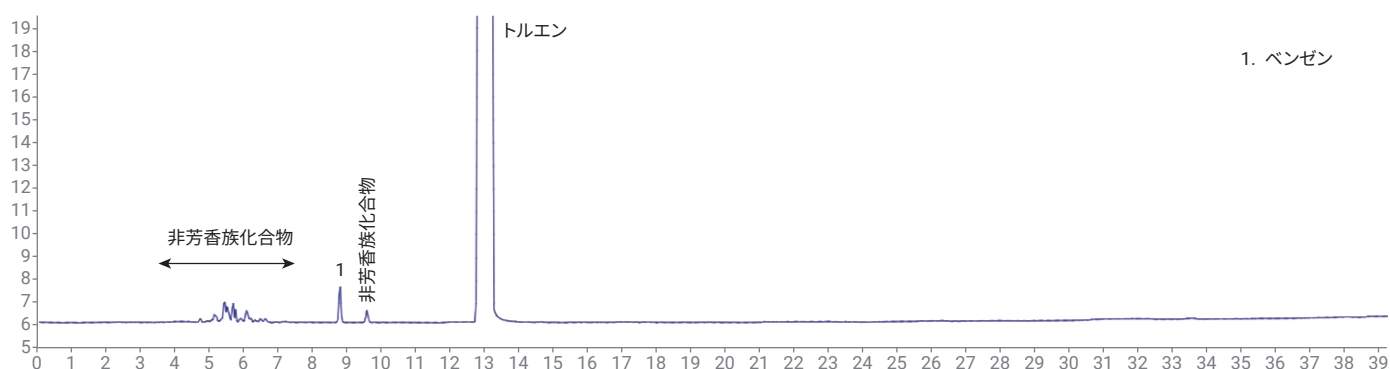


図 4. N<sub>2</sub> キャリアガスを用いたトルエン標準サンプル分析

表 4. N<sub>2</sub> キャリアガスを用いたトルエンの純度と不純物

化合物	結果 (重量 %)
非芳香族化合物	0.0272
ベンゼン	0.0063
トルエン	99.9665

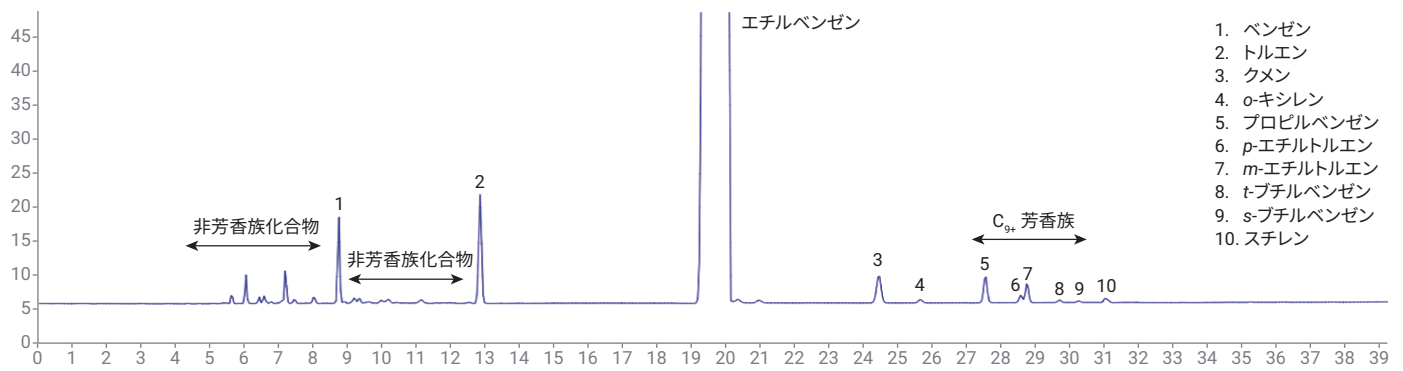


図 5. N<sub>2</sub> キャリアガスをを用いたエチルベンゼン標準サンプル分析

表 5. N<sub>2</sub> キャリアガスをを用いたエチルベンゼンの純度と不純物

化合物	結果(重量%)
非芳香族化合物	0.0975
ベンゼン	0.0503
トルエン	0.0861
エチルベンゼン	99.6661
クメン	0.0351
<i>o</i> -キシレン	0.0042
スチレン	0.0052
C <sub>9+</sub> 芳香族	0.0555

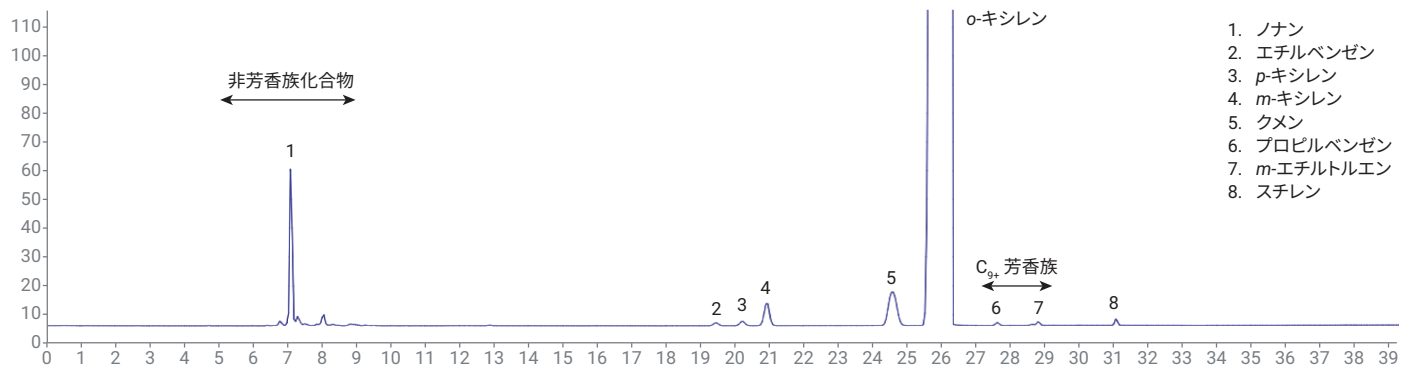


図 6. N<sub>2</sub> キャリアガスをを用いた *o*-キシレン標準サンプル分析

表 6. N<sub>2</sub> キャリアガスをを用いた *o*-キシレンの純度と不純物

化合物	結果(重量%)
非芳香族化合物	0.3711
エチルベンゼン	0.0097
<i>p</i> -キシレン	0.0148
<i>m</i> -キシレン	0.0781
クメン	0.1798
<i>o</i> -キシレン	99.327
スチレン	0.0123
C <sub>9+</sub> 芳香族	0.0072

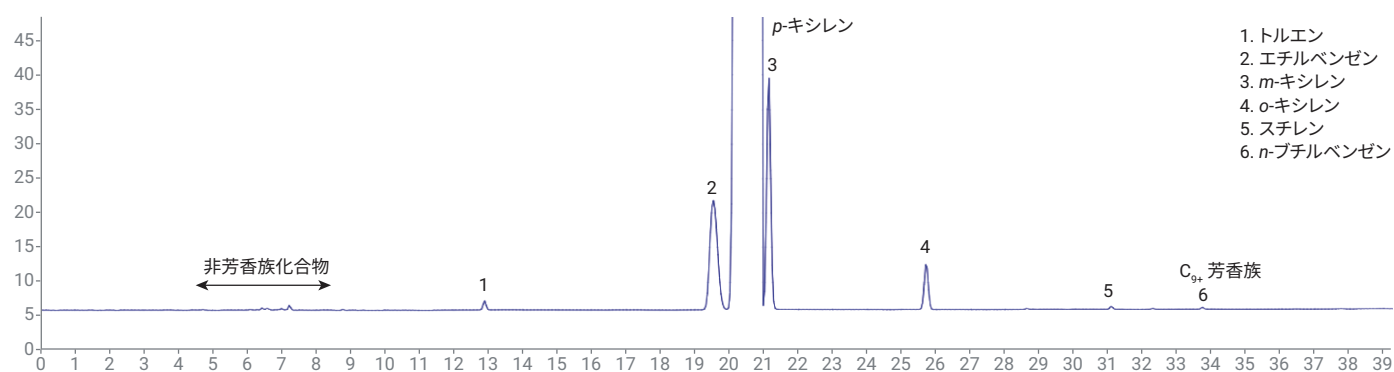


図 7. N<sub>2</sub> キャリアガスをを用いた *p*-キシレン標準サンプル分析

表 7. N<sub>2</sub> キャリアガスをを用いた *p*-キシレンの純度と不純物

化合物	結果(重量%)
非芳香族化合物	0.0105
トルエン	0.0079
エチルベンゼン	0.2307
<i>p</i> -キシレン	99.4344
<i>m</i> -キシレン	0.26
<i>o</i> -キシレン	0.052
スチレン	0.0028
C <sub>9+</sub> 芳香族	0.0017

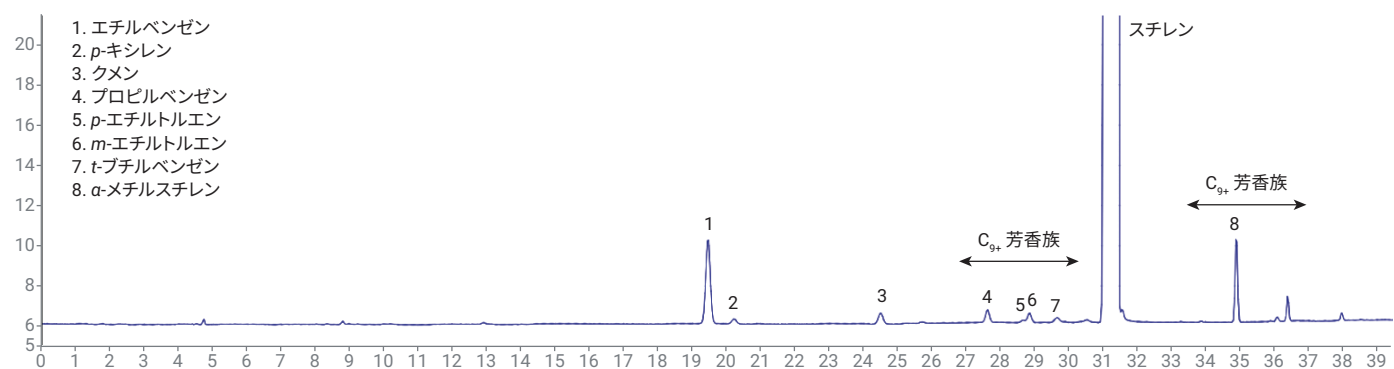


図 8. N<sub>2</sub> キャリアガスをを用いたスチレン標準サンプル分析

表 8. N<sub>2</sub> キャリアガスをを用いたスチレンの純度と不純物

化合物	結果(重量%)
エチルベンゼン	0.0353
<i>p</i> -キシレン	0.0011
クメン	0.0054
スチレン	99.921
C <sub>9+</sub> 芳香族	0.0372

## 結論

Agilent 8860 GC とブラウザインタフェース、DA Express ソフトウェアを用いて、ASTM D7504 メソッドによる単環式芳香族溶媒の純度測定が問題なく実行できることを実証しました。このシステムで、同じ化合物の分析にキャリアガスとして N<sub>2</sub> を使用することも示されました。DA Express により、データ解析を簡単に実行できます。ブラウザインタフェースのデータ取り込みメソッドやシーケンスと組み合わせると、芳香族溶媒分析の強力でシンプルなアプローチを簡単に実現できます。

## 参考文献

1. ASTM D7504-15e1, Standard Test Method for Trace Impurities in Monocyclic Aromatic Hydrocarbons by Gas Chromatography and Effective Carbon Number, ASTM International, West Conshohocken, PA, **2015**.
2. McCurry, J. D. A Unified Gas Chromatography Method for Aromatic Solvent Analysis. Agilent Technologies, publication number 5988-3741EN.
3. Zhou, Y. A Unified Method for the Analysis of Aromatic Solvent Using the Agilent 6820 Gas Chromatography System. Agilent Technologies, publication number 5988-9278EN.

ホームページ

[www.agilent.com/chem/jp](http://www.agilent.com/chem/jp)

カスタマコンタクトセンター

**0120-477-111**

[email\\_japan@agilent.com](mailto:email_japan@agilent.com)

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2019

Printed in Japan, November 15, 2019

5994-1586JAJP

DE.4777662037