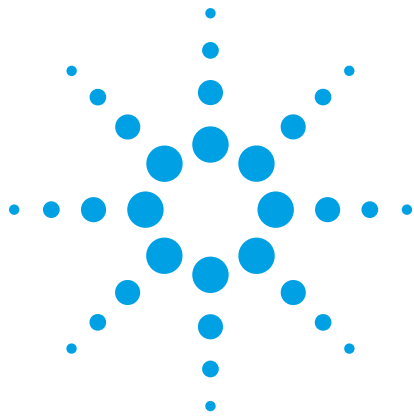




デュアル FID およびキャピラリ・フロー・テクノロジー Deans スイッチを使用した C1～C6 パラフィン/オレフィン異性体分離を含む C1～C10 炭化水素分析

アプリケーションノート

拡張炭化水素アナライザ

著者

Kelly Beard and Shannon Coleman
Agilent Technologies, Inc.
USA

概要

キャピラリ・フロー・テクノロジー (CFT) Deans スイッチを使用して、冷媒によるオープン冷却を使わずに、1 回の注入で C1～C10 の炭化水素の分析が可能なガスクロマトグラフ用メソッドを開発しました。このアプリケーションノートでは、C1～C6 のパラフィンおよびオレフィンの高分離分析のほか、気体および液体サンプルの両方においてより幅広い炭化水素分析が可能となるメソッドについて解説します。



Agilent Technologies

はじめに

通常、沸点範囲の広いサンプルの分析には、沸点によって炭化水素を分離する無極性キャピラリカラムを使用します。沸点カラムは、より重質な炭化水素に対して良好な分離能を発揮します。しかし、C1～C4 の炭化水素が高濃度で存在する場合は、軽質炭化水素の分離能が低下します。この種類のカラムは C4/C5 のオレフィンの分離用としても適していません。PLOT カラムを使用すると軽質炭化水素の分離能が向上しますが、重質炭化水素に対しては回収率の問題が生じ、分析が困難になります。この問題の解決策として、沸点カラムと PLOT カラムの間に CFT Deans スイッチを設置します。沸点カラムは重質炭化水素に対する分離能を持ち、PLOT カラムは軽質炭化水素に対する分離能を持ちます。

本分析に用いた Agilent 7890A ガスクロマトグラフには、6 ポートガスサンプルバルブおよびそれと直列に配置した 4 ポート液体サンプルバルブ、スプリット/スプリットレス注入口、DB-1 (123-106B) および HP-PLLOT Q (19091P-Q04PT) カラム間に設置した CFT Deans スイッチを装備しました。DB-1 を 1 次カラム、HP-PLLOT Q を 2 次カラムとして構成し、2 次カラムの反対側に短いリストリクタカラムを設置することで Deans スイッチの圧力バランスを取りました。Deans スイッチがオフの場合、DB-1 カラムからの溶出物は、短いリストリクタへと進み、直接バック FID へ流れます。HP-PLLOT Q カラムのキャリアガスは Deans スイッチにより送られます。Deans スイッチがオンになると、DB-1 カラムからの溶出物は HP-PLLOT Q カラムを通り、フロント FID へと流れます。リストリクタのキャリアガスは Deans スイッチにより送られます (図 1)。この構成により HP-PLLOT Q カ

ラムへの軽質炭化水素のハートカットを行うことで、更なる分離が可能となります。

本構成でのサンプル注入方法には下記の 3 種類があります。

- 加温したガスサンプルシリンダから直接注入、またはガスサンプルバルブに接続した経路から直接注入
- 液体サンプルバルブを通るピストン型加圧液体サンプルシリンダから直接注入
- GC 注入口へのシリンジによる直接注入

本構成によりすべての成分の同時分離が可能で、HP-PLLOT Q カラムにおける汚染や重質炭化水素の吸着のリスクを回避できます。

アプリケーション

このアプリケーション例では、1 ppm までのエチレンおよびプロピレン中の C1～C10 の測定が必要でした。重質炭化水素のほか、低濃度のエタンおよびプロパンの分離を 20 分以内で行う必要があります。水が含まれず、C4 および C5 のオレフィンに対する高い分離能が必要な場合は、HP-PLLOT Q カラムをアルミナ PLOT カラムに置き換えることが可能です。本アプリケーションでは、HP-PLLOT Q カラムの分析対象を C1～C5、DB-1 カラムの分析対象を C6 以上としました。Deans スイッチがオフの状態、C1～C6 の直鎖パラフィンの標準ガスサンプルを注入して Deans スイッチのハートカット時間を設定し、これにより DB-1 カラムでの保持時間を決定しました。

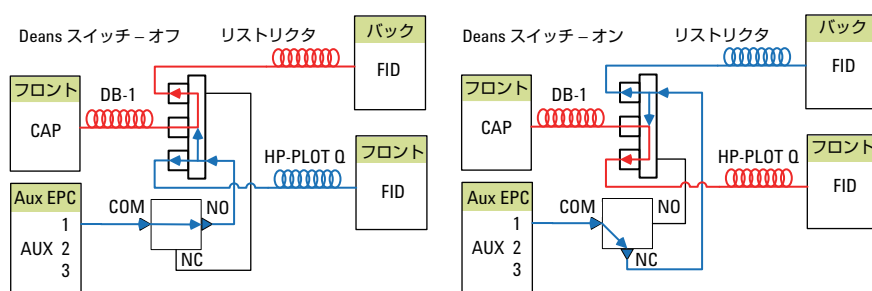


図 1. Deans スイッチ

結果と考察

図 1 は Deans スイッチがオフ、すなわち HP-PL0T Q カラムをバイパスした状態でのパラフィン標準サンプルの分析結果を示しています。この分析は PL0T カラムへのハートカット時間を設定するために必要な工程です。図 2 に示す通り、今回はカット時間を 3 分から 6.5 分に設定しました。

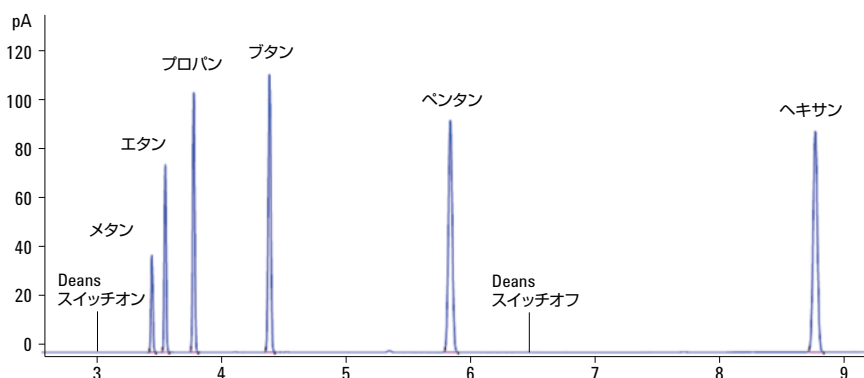


図 2. DB-1 のみ

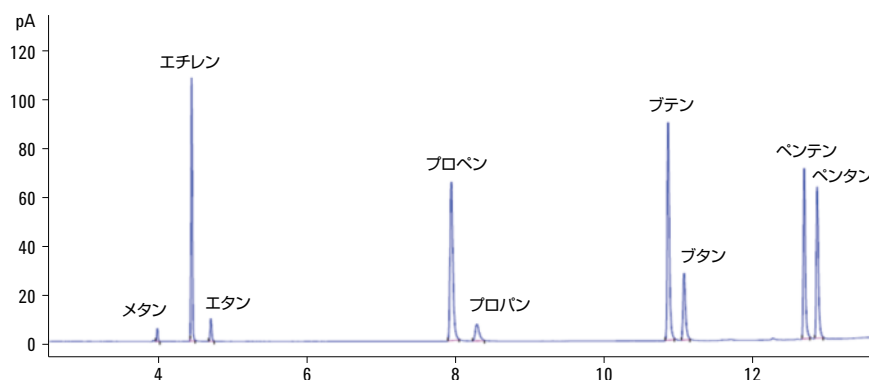


図 3. HP-PL0T Q カラムの C1~C5 分析

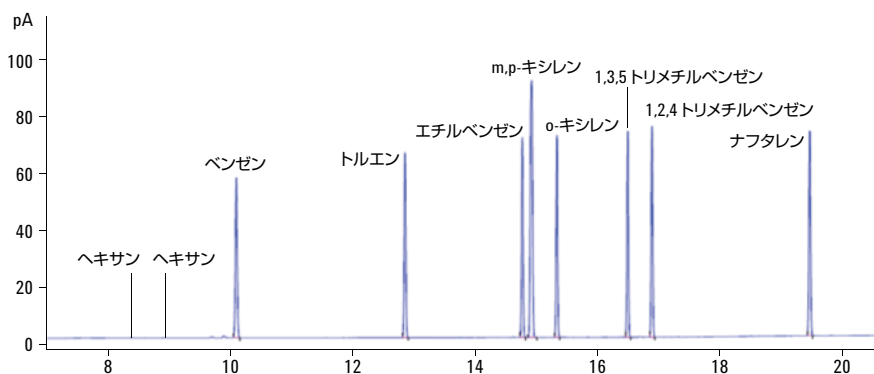


図 4. サンプル範囲を拡張した DB-1 カラムの分析

図 3 および図 4 はメソッドにハートカット時間を組み込んだ際の分析結果を示しています。DB-1 カラムから軽質炭化水素の C1~C5 成分が溶出したら、それらを HP-PL0T Q カラムへハートカットします。これらの成分は HP-PL0T Q でさらに分離され、図 3 に示すように FID により検出されます。ハートカットを行った後、残りの C6 以上の成分が HP-PL0T Q カラムをバイパスし、リストリクタを通して二つ目の FID から検出されます (図 4)。

結論

デュアル FID を用いて構成したキャピラリー・フロー・テクノロジー Deans スイッチを使用することにより、様々な保持特性を持つ幅広い範囲の化合物を効果的に分析することが可能になります。極性および無極性の両方の分析において、この技術の利点を生かすことができます。このアプローチは、気体サンプル、液体サンプルのどちらでも、冷媒によるオープン冷却を行わずに、簡単な設定で高速かつ柔軟性の高い分析を実現します。

詳細情報

これらのデータは一般的な結果を示したものです。アジレントの製品とサービスの詳細については、アジレントの Web サイト (www.agilent.com/chem/jp) をご覧ください。

www.agilent.com/chem/jp

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。

本資料に記載の情報、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. 2013

Printed in Japan

September 27, 2013

5991-3253JAJP



Agilent Technologies