

●自動車用燃料・オイル・デポジットの評価技術

TN475

Evaluation technology for automotive fuel, oil and deposits

[概要]

自動車等の化石燃料を使用した内燃機関は、将来に亘り自動車の動力源の主力であると予測されており、更なる燃費向上や排出ガス低減が求められています。

これらの開発において、燃料やオイル、或いはそれらの不完全燃焼による精製物（デポジット）等の構成成分を正しく把握することは基礎情報として重要であり、この評価には分離に優れた GC-MS が第一選択となります。

しかし、このような類似の構造・物性を有する混合成分や微量成分含有の試料では、GC-MS においても十分な分離を達成することは困難です。

この課題に対し当社では、これまで蓄積してきたノウハウに加え、超高分離が可能な GC×GC-TOFMS により、このような有機混合試料の網羅解析評価が可能となりました。

[手法]

GC×GC-TOFMS の概略図を図 1 に示します。本技術は、性質の異なる 2 種のカラム（沸点差と極性差）による 2 次元クロマト分離と、精密質量^[*1]による高選択性を組み合わせた超高分離を実現します。

さらに、熱分解のオンライン前処理を組み合わせることで、デポジットのような固体試料でも溶媒抽出することなく直接分析することができます。

イオン化法は化合物の特性に応じて EI 法^[*2]と FI 法^[*3]で行います。EI 法は、開裂フラグメントのライブラリー検索により構造推定をする方法です。FI 法は、分子イオンの特定に有用です。

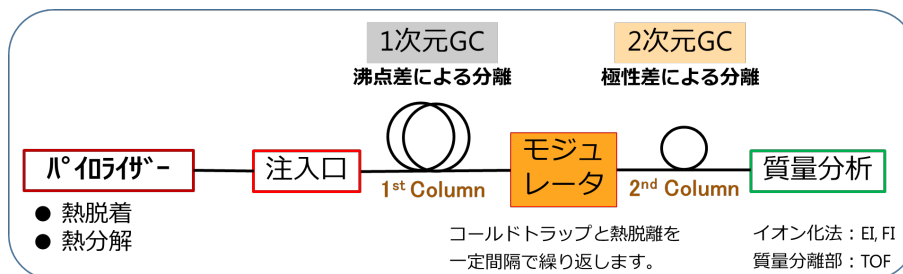


図 1 当社における GC×GC-TOFMS システムの概略図

GC×GC-TOFMS で得られる TICC^[*4]の例を図 2 右に示します。横軸は 1 次元 GC の保持時間(単位:分)、縦軸は 2 次元 GC の保持時間(単位:秒)です。図 2 左に示した従来法の GC-MS では分離が不可能だった成分が、2 次元 GC により分離することが可能です。

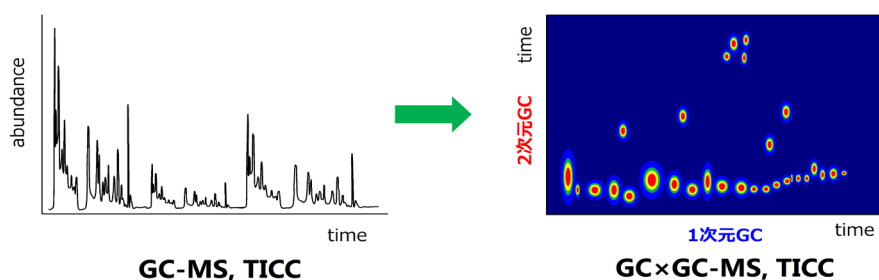


図 2 GC-MS(左)と GC×GC-TOFMS(右)の TICC 比較

[*1] 1mDa (1×10^{-3} u) 以下まで計測した質量の測定値

[*2] Electron Ionization, 電子イオン化

[*3] Field Ionization, 電界イオン化

[*4] Total Ion Current Chromatogram, 全イオン電流クロマトグラム

[事例] 自動車用軽油の詳細解析

自動車用軽油について GC×GC-TOFMS を実施しました。従来法の GC-MS では主成分であるアルカン以外の微量成分の解析は困難でしたが、GC×GC-TOFMS では主成分であるアルカンの他、芳香族化合物や脂環式化合物の分離、検出ができ、6系統の化合物群を含有することが分かりました。構造の推定として、図3左にはEI法によるフラグメントイオンピークの解析（ライブラリー検索）、図4左にはFI法による分子イオンピークの精密質量測定の結果（実測値と理論値の比較）を示します。

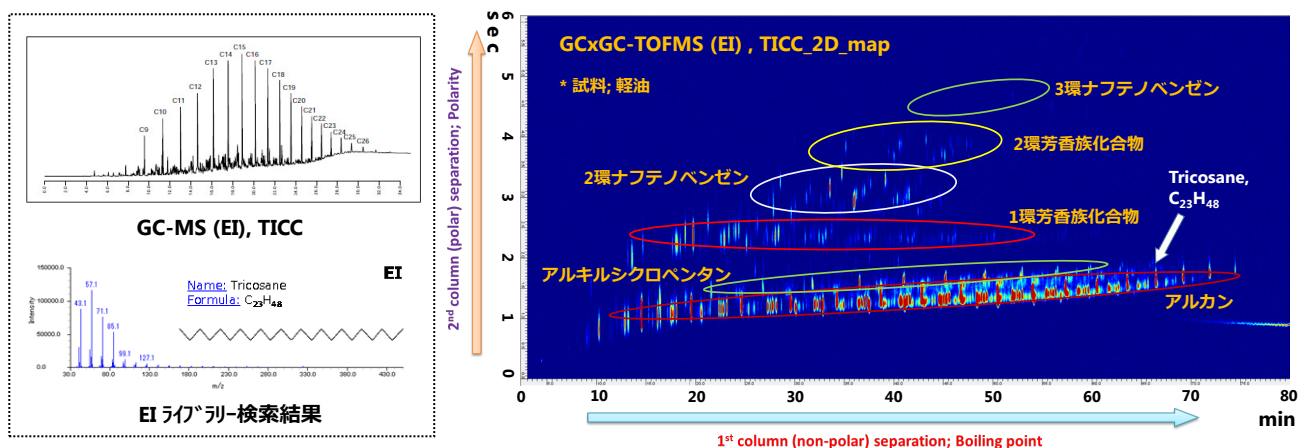


図3 自動車用軽油のGC×GC-TOFMS (EI) 解析結果

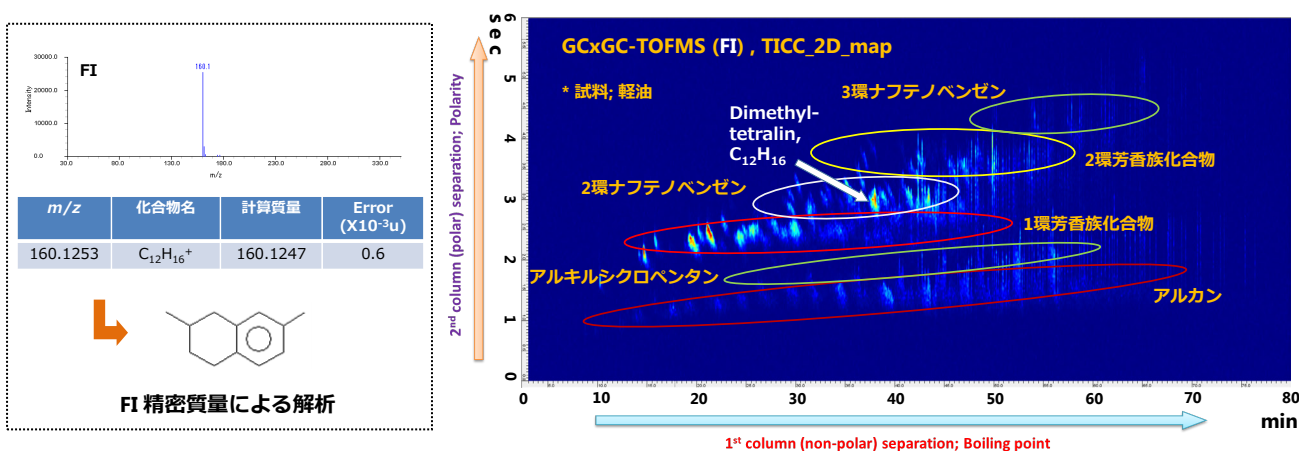


図4 自動車用軽油のGC×GC-TOFMS (FI) 解析結果

[キーワード]

エンジン、排気再循環 (EGR)、soot、2D GC