

GC-FPD によるベンゼン中のチオフェン分析

Analysis of Thiophene in Benzene by GC-FPD

ベンゼン中のチオフェン分析は、ベンゼンの純度管理のため以前から行われています。最近では高純度の需要に伴い、より低濃度のチオフェン分析の要求が増えてきています。チオフェンは硫黄を含む五員複素環式化合物であり、検出器にFPD (Sモード) を用いて分析を行います。チオフェンはベンゼンと沸点が近いため、FIDでは短時間での分離は難しく、多くの場合不十分な分離のまま

FPDの選択性により分析が行われています。しかし、より低濃度のチオフェン分析の場合には、FPDを用いても主成分であるベンゼンによるクエンチングの影響で高感度分析が出来ないことがあります。今回FPDの水素、空気の流量を変更しクエンチングの低減と厚膜キャピラリカラムを用いた高感度化の検討を行いましたのでご紹介します。

S.Shibamoto

検出器ガス流量変更に伴うベンゼンピーク形状の変化

The change of peak-shape of benzene depending on the flow rate of detector gases

FPD-2014でカラムにパックドカラムを用いて検出器ガス(水素, 空気)の流量を変化させた場合、ベンゼンとチオフェンのピークがどのように変化するかを検討しました。Fig.1に示したように、FPD-2014 (Sモード) でパックドカラムを使用する際の検出器ガス推奨条件(水素 90 mL/min, 空気80 mL/min)ではベンゼンが複数のマイナスピークとなってチオフェンと重なり高感度分析は困難です。感度は若干低下しますが、水素90 mL/min, 空気120 mL/minに変更することで0.1 ppmのチオフェンが

確認できています。

ベンゼンとチオフェンとの十分な分離を図るためには、液相%を上げる必要があります。しかし液相%が増えると、液相内での拡散による広がりの影響でピークがブロードになるため高感度分析には適しません。また注入量を5 μ L以上に増やして感度向上を図ろうとしても、ベンゼンピークのバンド幅が広がり、チオフェンとの分離は悪くなるので効果的とはいえません。

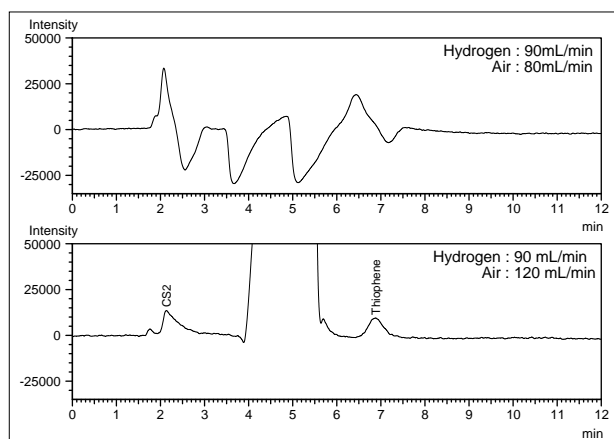


Fig.1 パックドカラムによる分析
Analysis with a packed column

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Model	: GC-2014
Column	: 5% Thermon 3000 ChromosorbW AW-DMCS 80/100 mesh 3 m \times 3.2 mm I.D. Glass
Column Temp.	: 50 $^{\circ}$ C
Carrier Gas	: He 25 mL/min
Injection port	: 200 $^{\circ}$ C
Detector	: 230 $^{\circ}$ C FPD-2014(Packed nozzle)
Injection volume	: 5 μ L
Sample	: 0.1 ppm Thiophene / Benzene

GC-2014でワイドボアカラムを用いた分析

Analysis by GC-2014 with a wide bore column

カラムにワイドボアカラムを用いて検討を行いました。パックドカラム用の試料注入口を使用し、ワイドボアカラムの接続にはWBCアタッチメントを用いました。PEG-20M相当の液相膜厚が3 μ m以上、カラム長さ25 m以上のワイドボアカラムを用いれば、水素、空気の流量を変更することでベンゼンのクエンチングの影響を軽減し、0.1 ppmのチオフェンの分析が可能です。チオフェンのピーク形状はパックドカラムより改善し高感度化が図れています。FPD-2014は石英製のパックドカラム用

ノズルとSUS製のキャピラリカラム用ノズルとが交換可能になっています。Fig.2にパックドノズル, Fig.3にキャピラリノズルでの分析例を示しました。カラムの差し込み長さとしールドリング高さの違いにより、分析例と同様の効果が得られる水素、空気の流量は若干変動します。分析例ではカラム先端としールドリング高さは標準の高さ(ノズルセンターと同一)で分析を行っています。検出器流量の微調整に便利なオプションの電子式フローコントローラAPC (P/N: 221-47742-81) の追加をお勧めします。

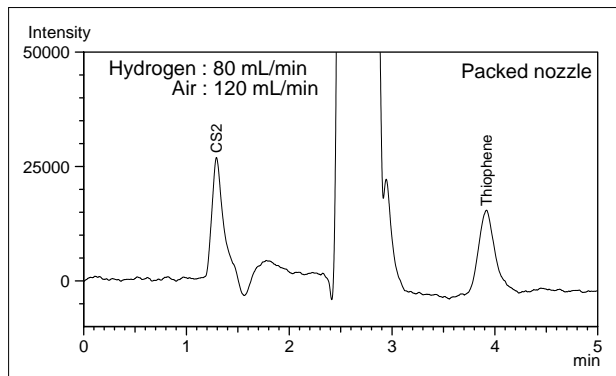


Fig.2 FPD-2014/パックドノズルでの分析
Analysis by FPD-2014 with packed nozzle

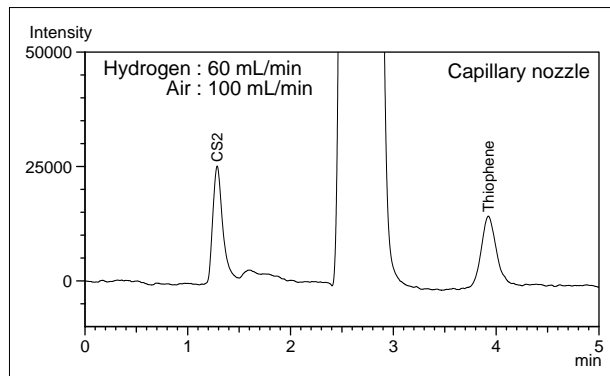


Fig.3 FPD-2014キャピラリーノズルでの分析
Analysis by FPD-2014 with capillary nozzle

Table 2 分析条件
Analytical Conditions (Fig.2,3)

Model	: GC-2014
Column	: 007-CW 25m × 0.53 mm I.D. df=3.0 μm
Column Temp.	: 75 °C
Carrier Gas	: He 7 mL/min
Injection port	: 200 °C
Detector	: 230 °C FPD-2014+APC
Injection volume	: 3 μL
Sample	: 0.1 ppm Thiophene / Benzene

GC-2010でワイドボアカラムを用いた分析

Analysis by GC-2010 with a wide bore column

GC-2010でも同じワイドボアカラムを用いて分析を行いました。FPD-2010はFPD-2014とノズル形状が異なるため、若干検出器ガスの流量が異なります。ワイドボアカラムを使用していますが、シールドリング高さは標準のままのノ

ズルセンターと同じ高さで分析が可能で、5 μL注入でも消炎は起こりませんでした。また、感度も高く1 μL注入で0.1 ppmのチオフェンが分析可能です。

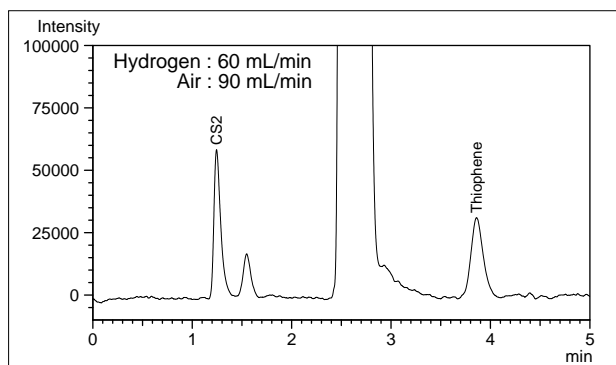


Fig.4 FPD-2010での分析
Analysis by FPD-2010

Table 3 分析条件
Analytical Conditions (Fig.4)

Model	: GC-2010
Column	: 007-CW 25m × 0.53 mm I.D. df=3.0 μm
Column Temp.	: 75 °C
Carrier Gas	: He 7 mL/min
Injection port	: 200 °C
Detector	: 230 °C FPD-2010
Injection volume	: 1 μL
Sample	: 0.1 ppm Thiophene / Benzene

推奨カラム

Recommended columns

Quadrex社製	007-CW	25 m × 0.53 mm I.D. df=3.0 μm	(P/N : 335-625	島津ジーエルシー)
		30 m × 0.53 mm I.D. df=3.0 μm	(P/N : 335-627	島津ジーエルシー)
	BTR-CW	25 m × 0.53 mm I.D. df=3.0 μm	(P/N : 335-814	島津ジーエルシー)
		30 m × 0.53 mm I.D. df=3.0 μm	(P/N : 335-817	島津ジーエルシー)

膜厚が4 μm, 5 μmのカラムを用いても分析は可能ですが、分析時間が長くなります。

初版発行：2006年6月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

●東京 ☎(03)3219-1691
●京都 ☎(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は右に示す島津WEBで閲覧できます。

会員制情報提供サービス「Shim-Solutions Club」にご登録下さい。
<http://solutions.shimadzu.co.jp/>
いろいろな情報提供サービスが受けられます。

3100-06601-11A-IK
2006.6