

Application News

No. G298

ガスクロマトグラフィー

Nexis GC-2030 による水素キャリアガスを用いた有機化合物種の分析例

水素はガスクロマトグラフのキャリアガスとしてよく用いられるヘリウムに比べ安価であり、また、ヘリウムよりも高線速度の領域で良好な分離が得られるガスとして知られています。一方で、可燃性ガスであることから、その取り扱いには十分な注意が必要です。

新型 GC Nexis GC-2030 ではカラムオープン内の水素濃度を検知する水素センサを搭載できます (図1)。オープン内の水素濃度が 0.4% を超えた場合、エラーメッセージが表示され、全ての温調を停止し、オープンフラップを全開にします。また、水素濃度が 2% に到達した場合には装置が強制停止され、事故を未然に防ぎます。このセンサによってキャリアガスとして安全に水素を使用することが可能です。

本アプリケーションニュースでは、新型 GC Nexis GC-2030 において水素をキャリアガスとして用い、代表的な有機化合物の混合溶液を分析した例を紹介いたします。

Y. Nagao, T. Murata

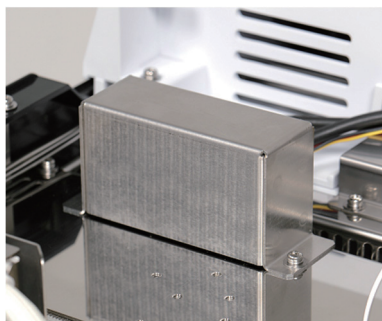


図1 水素センサ外観

■分析例 1

有機化合物 10 種をそれぞれ 1 vol% となるようにエタノールに溶解した有機化合物混合溶液を調製しました。表 1 に分析条件を示しました。水素炎イオン化検出器 (FID) は検出器ガスとして水素を一定流量必要としますが、キャリアガスに水素を用いる場合、検出器ガスとキャリアガスの水素の総量が FID に供給されます。従ってカラムのキャリアガス流量が変化すると、FID の条件が変化してしまうため、本分析ではカラム流量一定モードで制御しました。得られたクロマトグラムを図 2 に示しました。

キャリアガスとして水素を用いることで、ヘリウムを用いた場合に比べ分析時間が短縮され、かつ、同等の分離が得られました。なお、カラム初期温度におけるキャリアガスの線速度は水素の場合は 54.1 cm/s、ヘリウムの場合は 45.3 cm/s でした。

表 1 GC 分析条件

Model	: Nexis GC-2030/AOC-20i
Injection Mode	: スプリット
Injection Volume	: 0.5 μ L
Split Ratio	: 1 : 50
Injection Temp.	: 260 $^{\circ}$ C
Carrier Gas	: H ₂ /He
Carrier Gas Control	: カラム流量一定 (3 mL/min)
Column	: SH-StabiliWAX (30 m \times 0.32 mm I.D., 0.50 μ m)
Column Temp.	: 50 $^{\circ}$ C (2 min) -10 $^{\circ}$ C/min - 200 $^{\circ}$ C
Detector	: FID
Detector Temp.	: 260 $^{\circ}$ C
Detector Gas	: H ₂ 32.0 mL/min, Air 200 mL/min
Makeup Gas	: キャリアガス H ₂ 使用時 N ₂ (24 mL/min) キャリアガス He 使用時 He (24 mL/min)

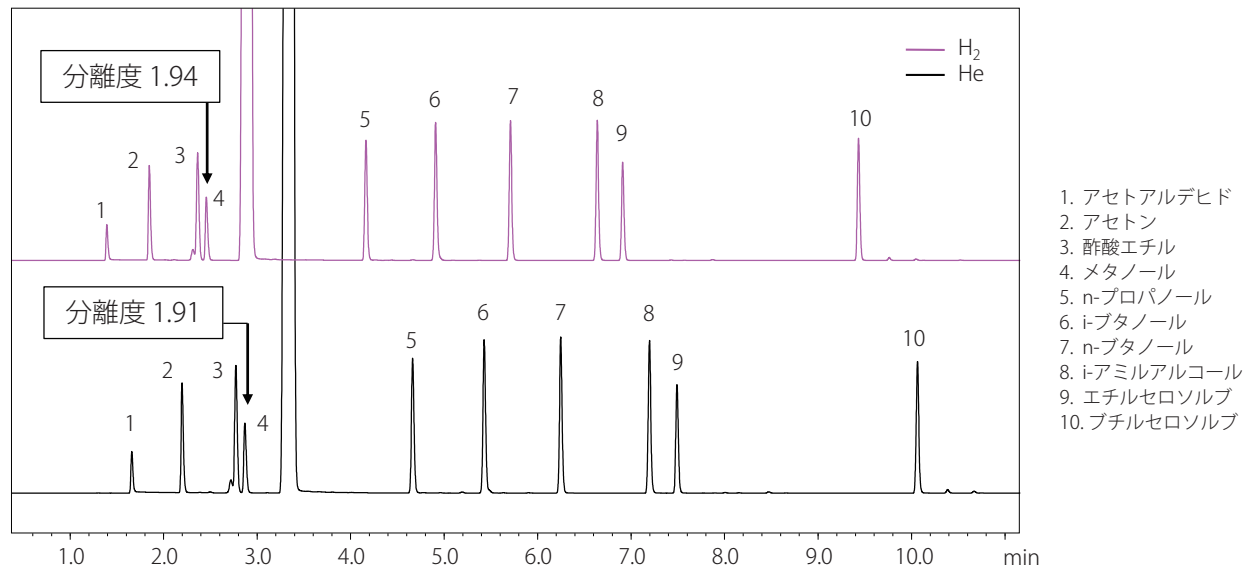


図2 10種混合溶液のクロマトグラム (キャリアガスとしてそれぞれ、ピンク: H₂、黒: Heを使用)

■分析例2

内径 0.10 mm、0.18 mm のナローボアカラムは、その内径の小ささから、通常のキャピラリカラムと比較して高い理論段数を得られることが知られています。一方、ナローボアカラムはカラム抵抗が大きいため注入口圧力を極めて高くする必要があり、圧力制御が困難な場合があります。水素はヘリウムや窒素よりも粘性が小さく、より低い注入口圧力を実現できるため、理論段数の高いナローボアカラムと相性良く利用できます。

本分析では、内径 0.10 mm のナローボアカラムと水素キャリアを用いました。分析条件の詳細を表 2 に示しました。

表 2 GC 分析条件

Model	: Nexis GC-2030/AOC-20i
Injection Mode	: スプリット
Injection Volume	: 0.5 μ L
Split Ratio	: 1 : 100
Injection Temp.	: 260 $^{\circ}$ C
Carrier Gas	: H ₂ /He
Carrier Gas Control	: カラム流量一定 (0.8 mL/min)
Column	: SH-Rtx-WAX (20 m \times 0.10 mm I.D., 0.10 μ m)
Column Temp.	: 40 $^{\circ}$ C -4 $^{\circ}$ C/min - 50 $^{\circ}$ C (1 min) - 40 $^{\circ}$ C/min -90 $^{\circ}$ C (2 min*)
Detector	: FID
Detector Temp.	: 260 $^{\circ}$ C
Detector Gas	: H ₂ 32.0 mL/min, Air 200 mL/min
Makeup Gas	: キャリアガス H ₂ 使用時 N ₂ (24 mL/min) キャリアガス He 使用時 He (24 mL/min)

* He 使用時のみ

有機溶剤 9 種を 1000 ppm(v/v) となるようにヘキサンに溶解し、有機溶剤混合溶液を調製しました。得られたクロマトグラムを図 3 に示しました。

キャリアガスとして水素を用いることで、分析時間が短縮されました。なお、カラム初期温度におけるキャリアガスの線速度および注入口圧力は水素の場合で 55.4 cm/s、371.5 kPa、ヘリウムの場合で 38.4 cm/s、594.7 kPa でした。

水素キャリアにより計 5 回ずつ測定し、得られた面積値と保持時間の再現性の結果を表 3 に示しました。全ての化合物で良好な再現性が得られました。

表 3 各化合物種の再現性 (n=5)

No.	化合物名	面積値 %RSD	保持時間 %RSD
1	アセトン	0.725	0.007
2	酢酸エチル	0.816	0.010
3	イソプロピルアルコール (IPA)	0.700	0.017
4	メチルイソブチルケトン (MiBK)	0.835	0.014
5	トルエン	0.831	0.017
6	酢酸ブチル	1.119	0.017
7	2-ヘキサノン (MBK)	0.667	0.018
8	プロピレングリコールモノメチルエーテル	0.763	0.017
9	n-ブタノール	0.835	0.014

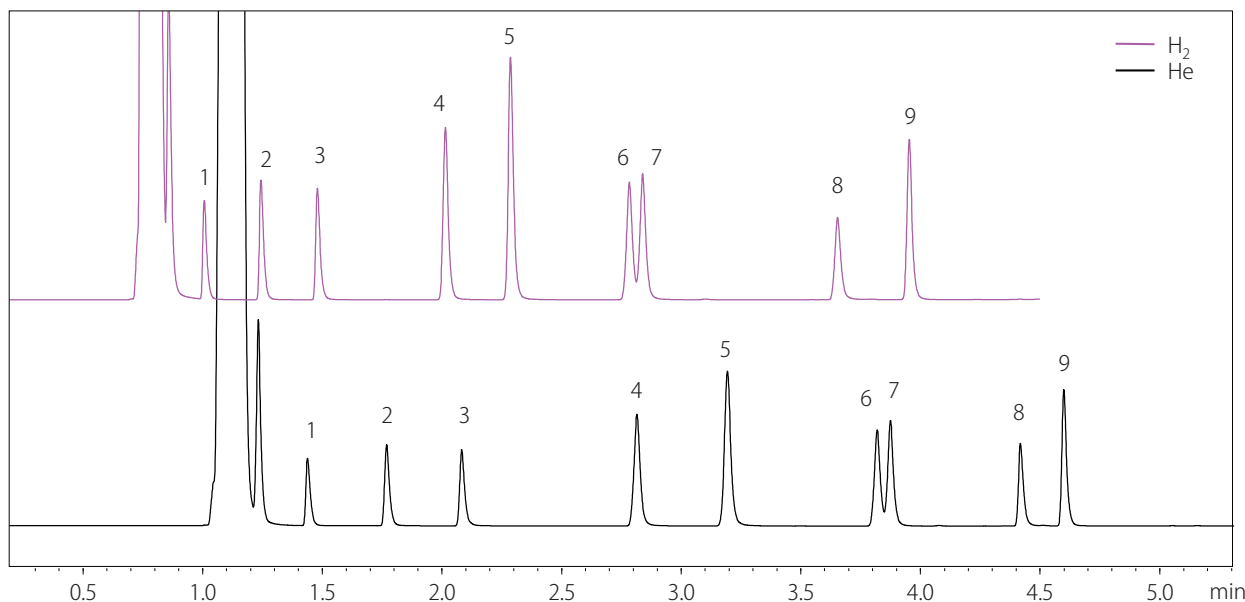


図 3 有機溶剤混合溶液のクロマトグラム (キャリアガスとしてそれぞれ、ピンク: H₂、黒: He を使用)

株式会社 島津製作所

分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行: 2017 年 10 月

島津コールセンター ☎ 0120-131691
(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。
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。