

# Application News

## No. G299

ガスクロマトグラフィー

### 高感度微量水分測定システムの分析例 フロンガス／高純度窒素ガス中水分量測定

高感度微量水分測定システムは微量水分測定のためのサンプリングシステムを採用することで試料導入時の水分混入を防ぐことが可能です。また、イオン液体カラムの採用により水分と夾雑成分の分離を、島津オンリーワンの検出器であるバリア放電イオン化検出器 (BID-2030) の採用により高感度微量水分の検出を実現しました。

フロンガスや窒素ガスは化学分野・半導体分野において、広く使用されますが、ガス中に水分が含まれることが用途の妨げになる場合があり、ガス中の水分量を簡便にかつ正確に測定可能な計測システムが求められています。他の水分計では水分以外の夾雑成分の影響を受け測定自体が困難な場合もありますが、高感度微量水分測定システムは夾雑成分の影響を抑え、正確な測定が可能です。

ここでは高感度微量水分測定システムを用いた標準ガス (フロンガス／高純度窒素ガス) に含まれる微量水分の高感度測定例をご紹介します。

T. Murata



#### ■ 高感度微量水分測定システム

高感度微量水分測定システムは図1に示すとおり、Nexis™ GC-2030 をベースにバリア放電イオン化検出器 BID-2030 を検出器として搭載し、ガスおよび液体サンプリングバルブを含むサンプリングシステムを搭載したシステム GC になります。

加えて、水分の分析に適したイオン液体カラムを使用することで、これまで困難であった水分の高感度分析を可能としました。

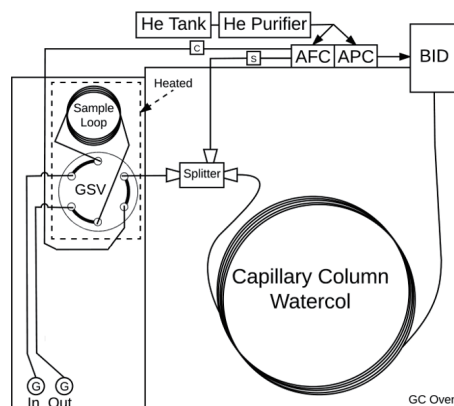


図1 高感度微量水分測定システム

#### ■ 微量水分を含む標準ガス分析

水分をおよそ 10 ppm および 100 ppm 含むヘリウム標準ガス (高千穂商事) を用い、絶対検量線法により検量線を作成しました。

分析条件を表1、標準ガスのクロマトグラムを図2に示しました。

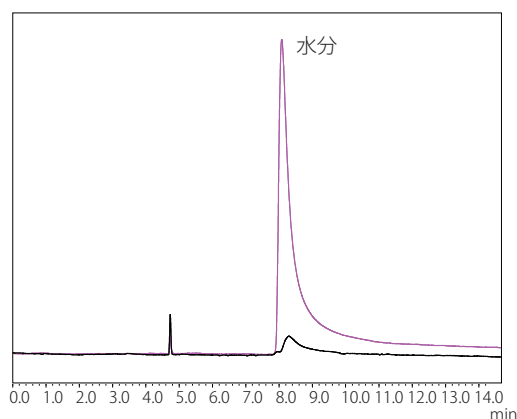


図2 微量水分を含むヘリウム標準ガスクロマトグラム (黒線：10 ppm、赤線：100 ppm)

表1 分析条件

Model	: Nexis™ GC-2030
Detector	: バリア放電イオン化検出器 BID-2030
Column	: Watercol™-1910 (0.25 mm I.D. x 60 m, d.f. = 0.20 μm)
Column Temperature	: 100 °C iso-thermal Total 15 min
Injection Mode	: Split 1 : 25 (Splitter INJ)
Carrier Gas Controller	: カラム流量 1.72 mL/min (He)
Linear Velocity	: 30 cm/sec
Detector Temperature	: 230 °C
BID Discharged Gas	: 50 mL/min (He)
Flow Rate	
Injection Volume	: 1 mL (MGS-2030 Sample Loop)

## ■ フロンガス／高純度窒素に含まれる微量水分の高感度測定

フロンガス CF<sub>4</sub> および高純度窒素 N<sub>2</sub> の純ガスを高感度微量水分測定システムで分析しました。それぞれの結果と水分 10 ppm 含有ヘリウム標準ガスの結果とのクロマト比較を図 3 および図 4 に示しました。

それぞれの純ガスから検出された水分ピークより、含まれる水分量を絶対検量線法により求めました。

高感度微量水分測定システムを用いることで、5 ppm 以下のガス中微量水分測定することが出来ました。また、それぞれの結果より、本システムによる水分測定の検出下限 (SN 比 ≧ 3) は約 0.8 ppm と確認でき、ガス中の微量水分を高感度に測定することができました。

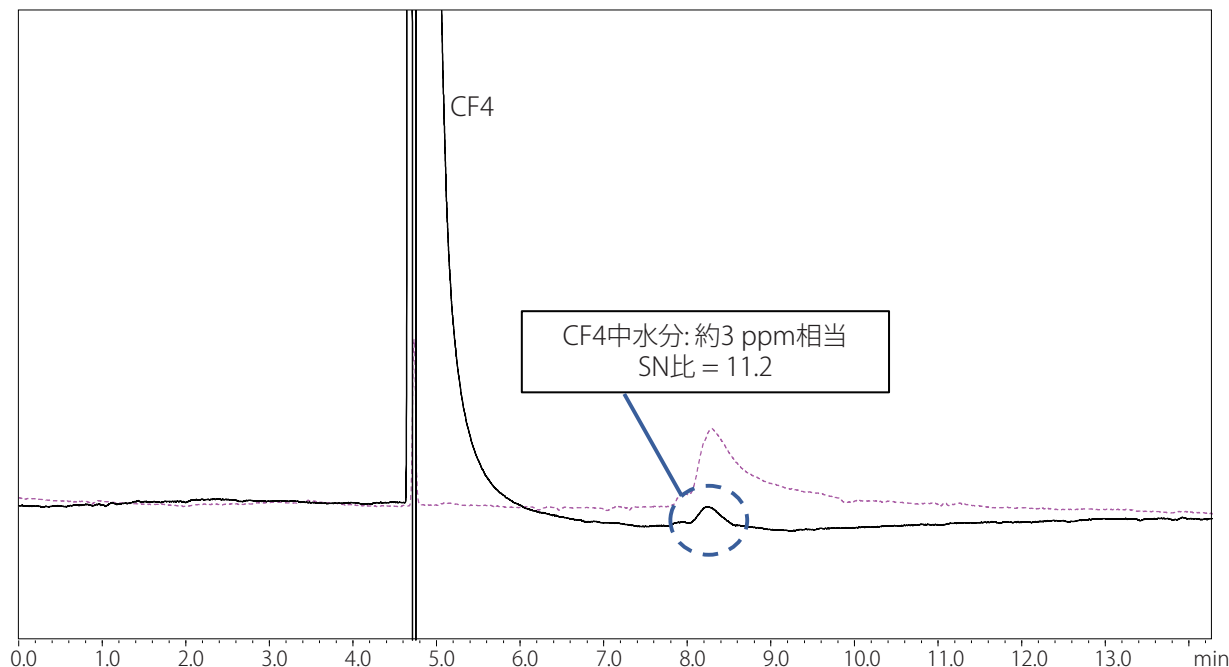


図3 フロンガス CF<sub>4</sub> (実線) と水分 10 ppm 含有ヘリウム標準ガス (破線) クロマトグラム比較

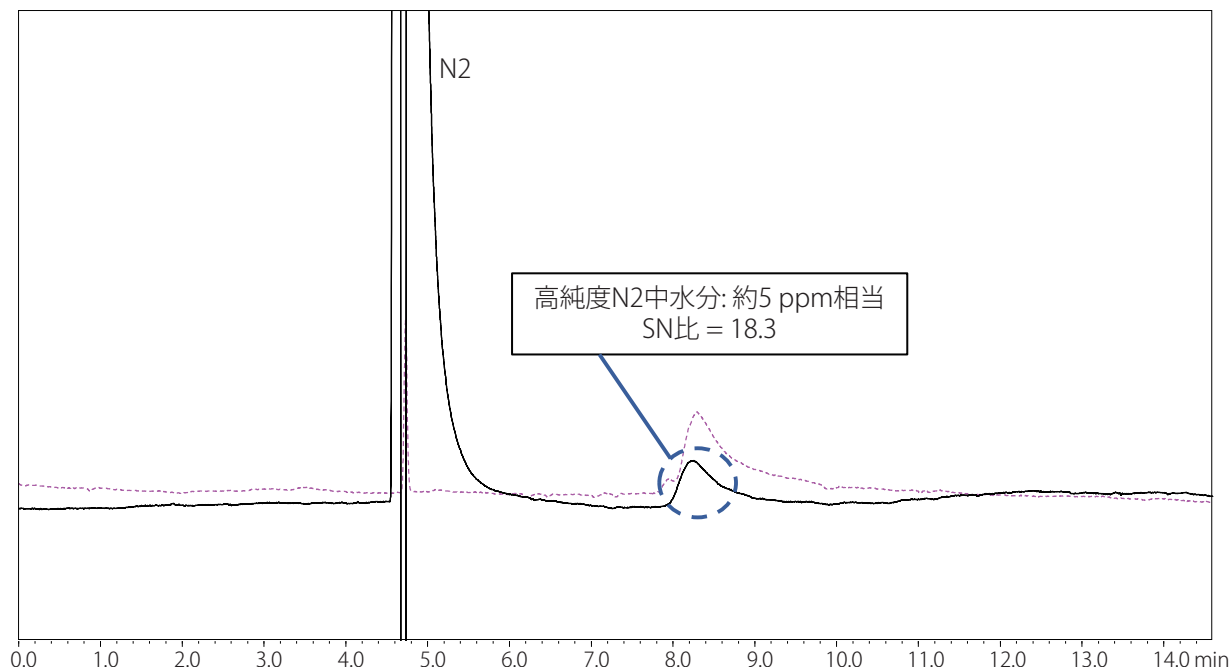


図4 高純度窒素 N<sub>2</sub> (実線) と水分 10 ppm 含有ヘリウム標準ガス (破線) クロマトグラム比較

Nexis は、株式会社 島津製作所の商標です。  
Watercol は、Sigma-Aldrich Co. LLC の商標です。

**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：2018年1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。