

Application News

No. G300

ガスクロマトグラフィー

GC-BID による絶縁ガス SF₆ の分析

六フッ化硫黄 (SF₆) は優れた絶縁性と高い安定性を有したガスであり、ガス絶縁変圧器や遮断器など電気設備における絶縁ガスや、トレーサーガスとして様々な分野で利用されています。一方、SF₆ は強力な温室効果ガスとしても知られており、COP3 の京都議定書において排出抑制の対象とされています。従来の方では SF₆ は親電子性化合物を高感度に検出できる ECD により分析されますが、高濃度域における定量精度や、放射性同位体を使用しているための手続きの煩雑さが課題でした。バリア放電イオン化検出器 BID は、あらゆる成分を高感度に検出することが可能です。独自のバリア放電技術により、従来の汎用検出器と変わらない安定性と高感度を両立した検出器です。

本アプリケーションニュースでは、SF₆ 及び SF₆ 分解物の分析例をご紹介します。

R. Kubota, S. Uchiyama

■ SF₆ 中の不純物分析

SF₆ は絶縁ガスとして様々な電気設備で利用されており、絶縁性能を維持するための品質管理や、回収再利用時における純度分析が求められます。図 1 に BID を用いた SF₆ 中の不純物分析結果を示します。主成分である SF₆ は飽和していま

すが、周辺成分の定量精度に悪影響を与えることはなく、無機ガス・低級炭化水素含む不純物成分の高感度一斉分析が可能でした（このカラムを用いた条件では C₂H₆ は SF₆ と重なります）。

SF₆ 中不純物の濃度を下記に示します。

H₂ : 0.9 ppm CO : 0.9 ppm CH₄ : 1.7 ppm

CO₂ : 21 ppm N₂O : 2.0 ppm C₂H₂ : 2.4 ppm

C₂H₄ : 1.4 ppm C₃H₆ : 1.0 ppm C₃H₈ : 1.0 ppm

表 1 測定条件

Model	: Nexis™ GC-2030
Detector	: BID-2030
Inj. Mode	: Split 1:4
Inj. Temp.	: 150 °C
Carrier Gas	: 7 mL/min (流量一定)
Column	: MICROPACKED-ST 2.0 m×1.0 mm I.D. (流量計算の為 250 m×0.50 mm I.D., df = 10 μm と入力)
Column Temp.	: 35 °C (2.5 min) - 20 °C/min - 250 °C (0 min) - 15 °C/min - 265 °C (3.0 min)
Purge flow	: 3 mL/min
Det. Temp.	: 280 °C
Discharge Gas	: 50 mL/min (He)
Inj. Volume	: 3.0 mL (MGS-2030)

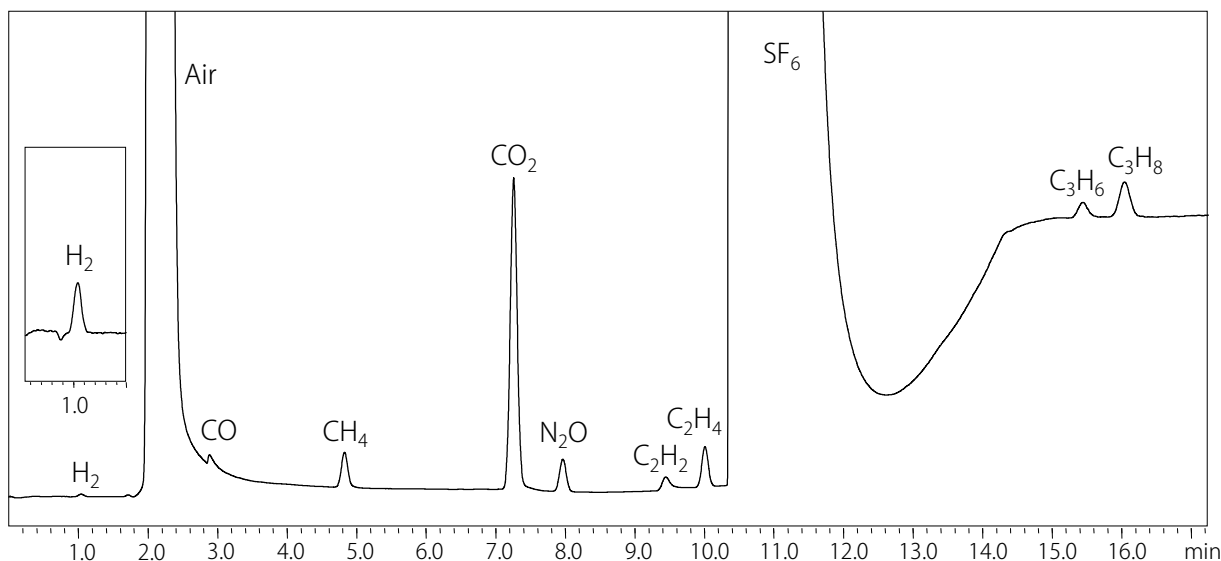


図 1 SF₆ 中の不純物分析

■ 大気中の微量 SF₆ 分析

SF₆ は強力な温室効果ガスであり大気への放出を避けなければならないため、電気設備などでは絶縁ガスの漏洩試験やガス回収後の残留試験において微量の SF₆ を分析することがあります。表 2 に分析条件、図 2 に大気中の微量 SF₆ 分析結果を示します。

0.1 ppm の SF₆ が検出可能であり (S/N=24*1)、0.1~50 ppm の範囲で良好な直線性が得られました (R²=0.9998)。

*1 0.5~1.5 min のベースラインからノイズを算出し計算

表 2 測定条件

Model	: Nexis™ GC-2030
Detector	: BID-2030
Inj. Mode	: Split 1:7
Inj. Temp.	: 150 °C
Carrier Gas	: 45 cm/sec (線速度一定)
Column	: SH-Rt™-Msieve 5A (0.53 mm I.D.×30 m, d.f.50 μm)
Column Temp.	: 35 °C (2.5 min) - 20 °C/min - 250 °C (0 min) - 15 °C/min - 270 °C (3.42 min)
Purge flow	: 3 mL/min
Det. Temp.	: 280 °C
Discharge Gas	: 50 mL/min (He)
Inj. Volume	: 3.0 mL (MGS-2030)

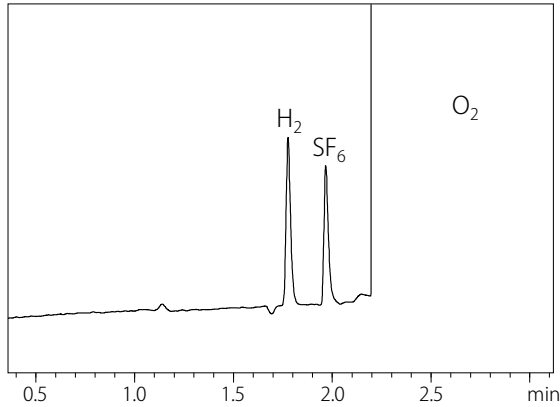


図 2 気中の微量 SF₆ (0.1 ppm) の分析

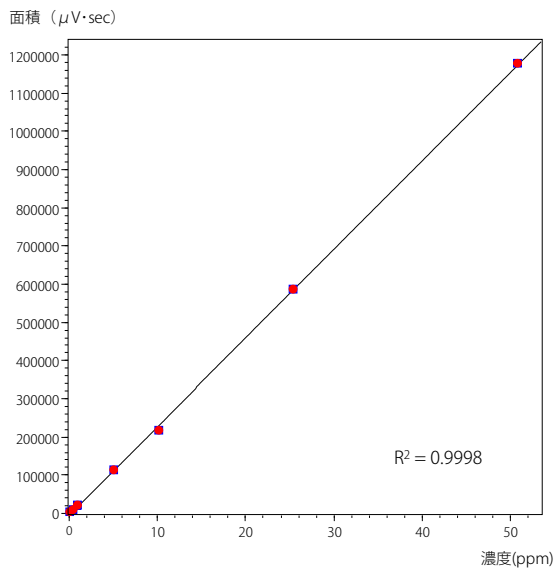


図 3 大気中 SF₆ の直線性 (0.1~50 ppm)

■ SF₆ 分解ガス分析

SF₆ は絶縁ガスとして遮断器などに使用されています。遮断器は電力送電網で雷などの高電圧を遮断する目的で設置されているもので、遮断器のメンテナンス時に絶縁ガスの劣化状況を判断する目的で SF₆ の分解ガスが分析されています。表 3 に分析条件、図 4 に SF₆ 分解ガスである CF₄ と SOF₂ の分析例を示します。

同一のシステムでガスサンプル、ガスタイトシリンジ双方による試料注入に対応できるため、様々な試料形態、濃度のガス試料を分析することが可能です。

表 3 測定条件

Model	: Nexis™ GC-2030
Detector	: BID-2030
Inj. Mode	: Split 1:4
Inj. Temp.	: 150 °C
Carrier Gas	: 7 mL/min (流量一定)
Column	: MICROPACKED-ST 1.0 m×1.0 mm I.D. (流量計算の為 1250 m×0.50 mm I.D., df = 15 μm と入力)
Column Temp.	: 50 °C (1.0 min) - 25 °C/min - 150 °C (0 min) - 5 °C/min - 200 °C (0 min)
Purge flow	: 3 mL/min
Det. Temp.	: 280 °C
Discharge Gas	: 50 mL/min (He)
Inj. Volume	: 200 μL (ガスタイトシリンジ)

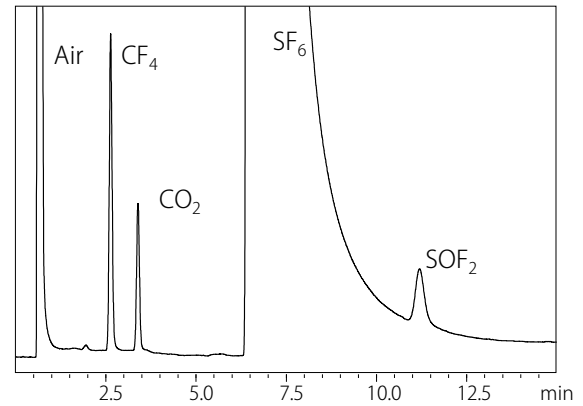


図 4 SF₆ 分解ガス (CF₄: 310 ppm, SOF₂: 107 ppm) の分析

Nexis は、株式会社 島津製作所の商標です。
Rt は、Restek Corporation の商標です。