

Nexis™ GC-2030 パックドカラム対応 ガス分析 (TCD)

Nexis GC-2030 が、新たにパックドカラムにも対応しました。パックドカラムに対応した検出器は FID と TCD です。

本稿では、Nexis GC-2030 で SUS パックドカラムを用いた TCD の分析例として、Molecular Sieve 5A (MS-5A) カラムを用いたガス分析をご紹介します。

K. Kawamoto

■ パックドカラム対応システム

Nexis GC-2030 で使用できる SUS カラムは、GC-14、GC-17、GC-2014 などです。SUS カラムと同じ部品で、装置間の共用が可能です。

パックド用 TCD (PTCD-2030) は、流量制御専用の AFC でキャリアガスを制御する試料気化室: SINJ にカラムを接続します。

図 1 では、PTCD-2030 を搭載した装置外観と分析ラインには SUS カラムを、リファレンスラインには空の配管を接続している例です。リファレンス側に分析ラインのカラムと同種のカラムを接続して昇温分析で見られるベースラインドリフトの影響をキャンセルすることも可能です。

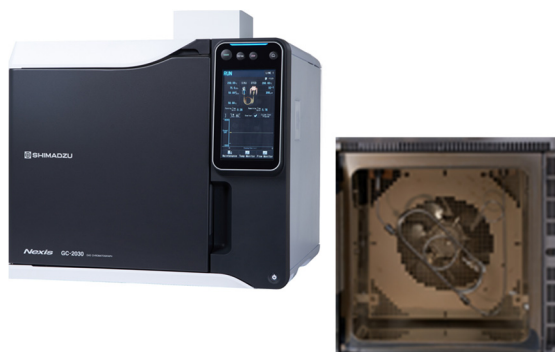


図 1 PTCD-2030 を搭載した装置外観と SUS カラムの取付け例

TCD でガス分析を行う場合、サンプル注入量が多くなると、サンプル注入に伴うベースライン変動が大きくなり、溶出時間の早い成分についてはドリフトしているベースラインにピークが重なることがあります。ベース変動を抑えるには、GC-2014 と同様に、キャリアガス制御を流量制御から圧力制御に変更することが有効です。この場合、圧力制御用にアドバンスプレッシャーコントローラ (AUX APC) を追加搭載していただくことが必要となります。

■ ガス分析

ガス試料を、SUS パックドカラム (MS-5A) を用いて分析しました。測定対象の試料は、He をベースガスとして、H₂、CH₄、CO、C₂H₆ をそれぞれ約 1000 ppm (v/v) に調製しました。調製作業はガスタイトシリンジを用いて対象成分のガスを定量測って、ブランクとなる He を充填したバッグに添加する操作を繰り返しました。また、分析は、ガス試料をガスタイトシリンジで 1 mL を吸引し、マニュアル注入で分析しました。一連の作業でバッグ或いはシリンジ (ニードル) には雰囲気ガスが混入し、意図的に添加していない N₂ や O₂ も測定対象となりました。

■ 分析条件

本分析の装置構成および分析条件を表 1 に示しました。

表 1 装置構成と分析条件

Model	: Nexis GC-2030APT
Injection Mode	: Direct
Injection Volume	: 1 mL (ガスタイトシリンジ)
Injection Temp.	: 120 °C
Carrier Gas	: He
Carrier Gas Control	: 40 mL/min
Column	: MS-5A 60/80 (2 m × 3 mm I.D.) ※ リファレンスラインは直管で接続した シングルカラムの分析
Detector	: 熱伝導度型検出器 (TCD)
Detector Temp.	: 220 °C
Current	: 100 mA
Column Oven Temp.	: 60 °C (5min) - 10 °C/min - 200 °C (6min)

■ ガス分析結果

分析のクロマトグラムを図2に示しました。

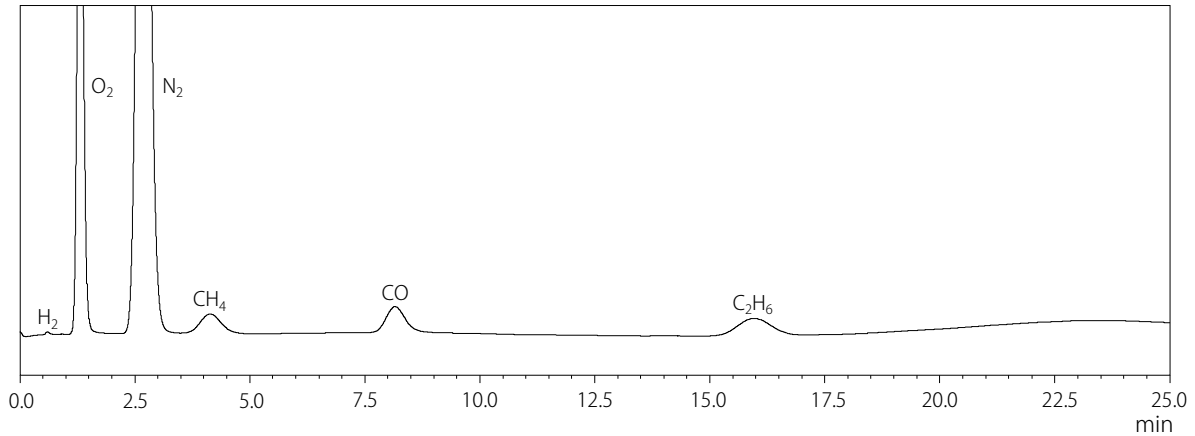


図2 ガス分析クロマトグラム

■ サンプル注入時のベースライン変動

キャリアガスが流量制御の時に試料ガスを 0.5 mL、1 mL、2 mL 注入した時のベースライン変動を図3に示します。注入量が多くなるとベースラインが下がり、0.6 分に H₂ ピークが溶出する時になってもベースラインがドリフトしていることが判ります。比較として、APC を用いてキャリアガス制御を圧力制御とした時のベースライン変動を図4に示します。キャリアガスが圧力制御の場合、サンプル注入に伴うベースライン変動が発生するものの、2 mL 注入でもおおよそ 0.4 分にはベースラインが元の状態に戻っており、流量制御に比べてベースラインの戻りが早いことが判ります。

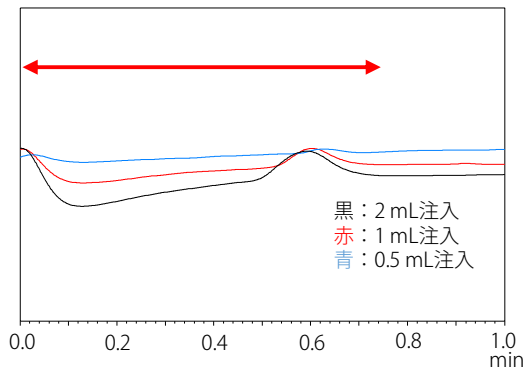


図3 サンプル注入時のベースライン変動 (流量制御)

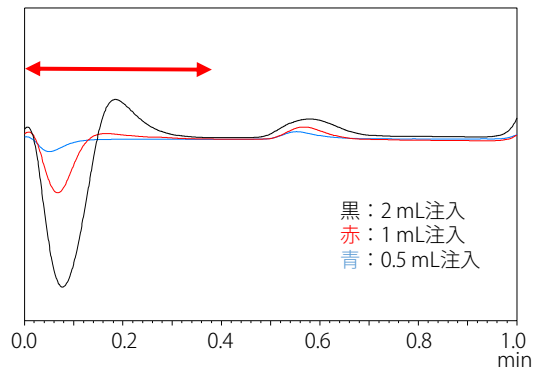


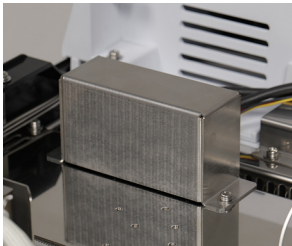
図4 He ガス注入時のベースライン変動 (圧力制御)

■ まとめ

Nexis GC-2030 のパックド用 TCD に SUS パックドカラムを接続してガス分析を行いました。各成分のピーク分離は良好でした。また、ガス分析でサンプル注入量が多い場合は、APC を用いた圧力制御が有効であることが、改めて確認できました。

Nexis GC-2030 オプション情報

Nexis GC-2030 には、便利に使える多くのオプションが揃っています。



<水素センサ>
He の入手が難しい状況でキャリアガスに H₂ を検討されているお客様には、装置の安全性確保の観点から、水素センサを搭載することをお勧めします。

GC オープン内の水素濃度をモニタし、潜在的なリークを早期に発見します。リークを検知すると、温度制御を停止して安全なスタンバイモードに自動で移行します。水素濃度が更に上昇して水素濃度が 2% を越えた場合は、GC の主電源を切って事故を未然に防ぎます。

Nexis は、株式会社 島津製作所の日本およびその他の国における商標です。

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：2020年4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。