

Nexis™ GC-2030 によるパックドカラムと メタナイザー (MTN-1) を用いた 標準ガスの分析

GC を用いて一酸化炭素 (CO) や二酸化炭素 (CO₂) を分析する場合、パックドカラムと TCD を用いる手法が広く使われています。しかし、TCD よりも高感度に CO や CO₂ を分析する場合には、メタナイザーを用いて CO や CO₂ をメタン化し、検出器に FID を使う手法も知られています。

本稿では、Nexis GC-2030 にメタナイザーを接続し、CO や CO₂ などを含む標準ガスを FID で分析した例をご紹介します。

K. Okumura, K. Kawamoto

■メタナイザー (MTN-1)

メタナイザー (MTN-1) は、Ni (ニッケル) 触媒と水素 (H₂) を使って CO や CO₂ をメタン (CH₄) に変換するオプションユニットです。MTN-1 の試料ガス導入部は分析カラム (SUS カラム) の出口に接続し、分析カラムで分離された CO と CO₂ をそれぞれ CH₄ に変換します。MTN-1 の出口は検出器に配管接続してメタン化した試料ガスを検出器に導入します。

尚、O₂ が 100 ppm 以上含まれる試料や、CO₂ が大量に入っている試料などを MTN-1 に導入すると、Ni 触媒が失活するため、O₂ や CO₂ 除去のバルブシステムを用いるなど、分析上の配慮が必要です。また、多量の水が導入されると触媒機能の復帰に時間を要するので注意が必要です。配管接続の概要を図 1 に示します。(a) はキャリアガスが H₂ 以外の場合、(b) はキャリアガスが H₂ の場合です。

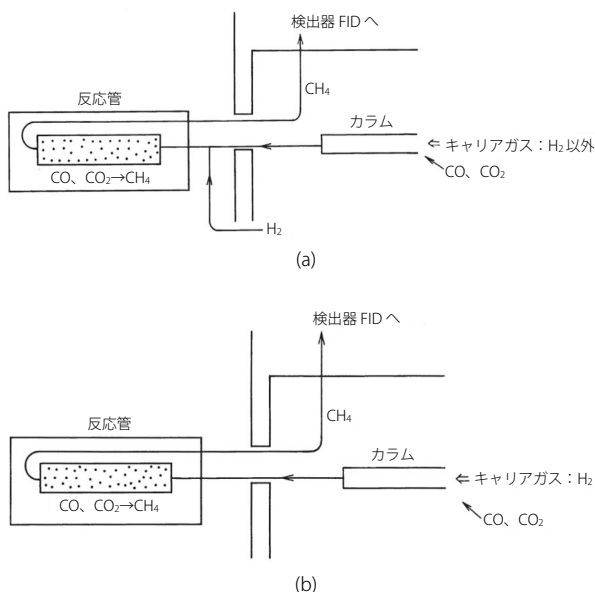


図 1 GC と MTN-1 の接続 (概要図)

(a) キャリアガスが H₂ 以外の場合、(b) キャリアガスが H₂ の場合

■装置構成とガス測定

表 1 に本測定に用いた装置構成を示しました。

標準ガスとして、He をベースガスとして、CH₄、CO、CO₂、C₂H₄、C₂H₆ をそれぞれ 100 ppm(v/v) に調製されたボンベガスを準備しました。(詳細は表 2 を参照ください) この標準ガスを、パックドカラム (Porapak™ N 充填) を用いて分析しました。分析は、サンプルバッグに入れた標準ガスをガスタイトシリンジで吸引し、注入量を 1 mL としました。

表 1 装置構成

Model	: Nexis GC-2030+MTN-1
Injection Unit	: SINJ-2030
Detector	: 水素炎イオン化検出器 (FID) +FID-2030PackedKit
Column	: Porapak N 50/80 (3 m×2 mm I.D.)

表 2 標準ガスの含有成分と濃度 (ベースガス: He)

成分	濃度 (ppm)
CH ₄	98.6
CO	97.5
CO ₂	94.6
C ₂ H ₄	97.8
C ₂ H ₆	101.0

■窒素キャリアによる分析

分析条件を表 3 に示しました。

表 3 分析条件

Injection Mode	: Direct
Injection Volume	: 1 mL (ガスタイトシリンジ)
Injection Temp.	: 40 °C
Carrier Gas	: N ₂
Carrier Gas Control	: 20 mL/min
Detector Temp.	: 200 °C
Detector Gas	: H ₂ 12 mL/min Air 200 mL/min Make Up 4 mL/min (N ₂)
Column Oven Temp.	: 40 °C (10 min)
MTN-1	
MTN-1 Temp.	: 400 °C
MTN-1 Gas	: H ₂ 20 mL/min

※ MTN-1 への H₂ ガス供給は、マニュアルガスフローコントローラ (部品番号: S221-78991-41) を使用

標準ガスを分析したクロマトグラムを図2に示します。MTN-1をOnとした際は、FIDに感度のないCOやCO₂が検出できることが判ります。比較として、MTN-1をOffとしたときのクロマトグラムを下段に示します。

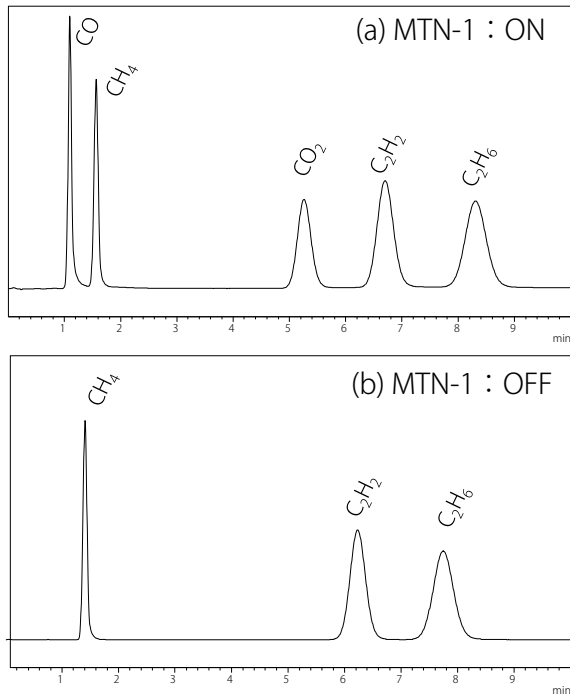


図2 標準ガスのクロマトグラム（窒素キャリア）
(a) MTN-1 : ON (b) MTN-1 : OFF

※ MTN-1のOnでは反応管温度を400℃程度に設定する為に流路抵抗が大きくなり、MTN-1 Offでの測定とはピークの溶出時間が異なります。

■ 水素キャリアによる分析

キャリアガスにH₂を使う場合は、検出器ガスのH₂流量は推奨流量値からキャリアガス流量分を引いた値を設定します。検出器ガスのMakeUpガスには不活性ガス(N₂等)を24 mL/min程度供給します。カラム流量が検出器ガスのH₂流量の推奨値よりも多くなる場合は、検出器に到達する「H₂流量」と「H₂及びAir以外のガス流量」と「Air流量」の比が、おおよそ1:1:5になる様に各種ガス流量を調整します。

キャリアガスがH₂以外の場合にも、キャリアガス流量が多く水素炎の点火が難しく水素やAirの流量を増やす場合にも、各種ガス流量の設定は、上記の比を目安として設定します。

水素キャリアでの流量条件を表4に示しました。温度条件は表3と機器構成は表1と同じです。

表4 水素キャリアでの流量条件

Carrier Gas	: H ₂
Carrier Gas Control	: 20 mL/min.
Detector Gas	: H ₂ 12 mL/min
	Air 200 mL/min
	Make Up 24 mL/min (N ₂)
MTN-1 Gas	: H ₂ 0 mL/min

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。Porapakは、Waters Corporationの商標です。

標準ガスを分析したクロマトグラムを図3に示します。比較の為、MTN-1をOffとした時のクロマトグラムを下段に示します。水素キャリアを用いても、窒素キャリアと同等の良好なクロマトグラムが得られました。

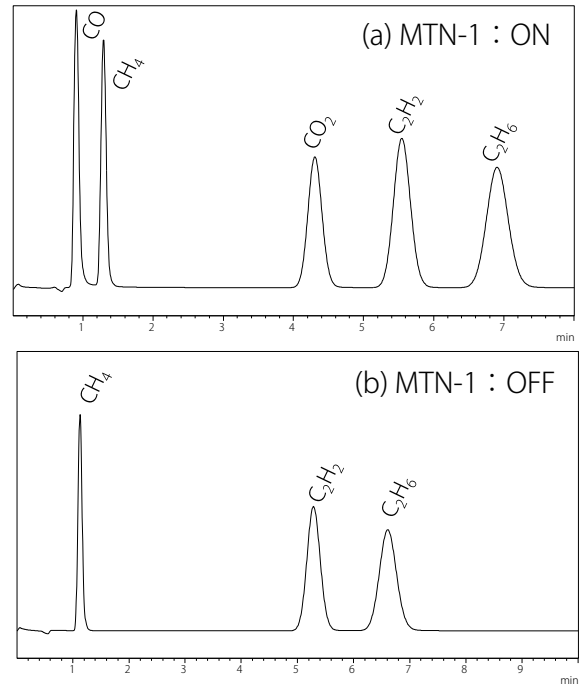


図3 標準ガスのクロマトグラム（水素キャリア）
(a) MTN-1 : ON (b) MTN-1 : OFF

■ まとめ

Nexis GC-2030にメタナイザー(MTN-1)を接続し、COやCO₂を含む標準ガスをFIDで分析しました。Nexis GC-2030の高感度なFIDを使い、COやCO₂の微量分析が可能となります。更に高感度な分析やメタナイザーが利用できない無機ガスの分析には、GC-BIDによる分析が効果的です。

(AN G288A 「Nexis™ GC-2030 デュアル BID システムによる無機ガス・低級炭化水素の高感度一斉分析」などをご参照ください。)