

高感度微量水分測定システムを用いた窒素中の水分の分析例

高感度微量水分測定システムは、Nexis™ GC-2030 に島津独自の高感度検出器の BID を搭載し、イオン液体カラム、専用サンプリングバルブを組み合わせた水分析専用のシステム GC です。これにより、ガス中の微量水分を ppm レベルで高精度に測定が可能です。今回、高感度微量水分測定システムを用いて標準ガス中の低濃度の水分を分析いたしました。

R. Takechi, Y. Takemori



■ 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を図 1 に示します。従来、GC では水分の高感度分析は非常に困難であると言われていました。水を選択的に分離するカラムが無い事、水を高感度に検出できる検出器が無い事、の二つが主な理由です。しかし、イオン液体カラムと BID の組合せにより、カールフィッシャー滴定法などの従来法よりも正確な水分の定量が可能となりました。

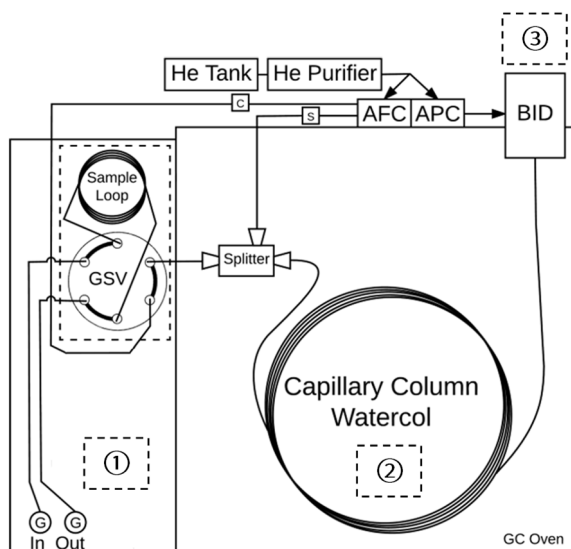


図 1 高感度微量水分測定システム

高感度微量水分測定システムの構成

① 専用サンプリングシステム

シリンジを使う試料導入では大気中の微量水分の影響を受けるため、本システムにおいては試料気化室ではなく専用のガスサンプリングシステムを使用します。本ガスサンプリングシステムにより、正確なガス量を GC に導入することが可能です。

② イオン液体カラム (Watercol™ : Sigma-Aldrich 社)

イオン液体 (Ionic Liquid) とは約 100 °C 以下に融点を有する塩、イオンのみからなる液体でありカラムの液相として利用すると以下の特徴を有します。

- ・低いカラムブリード
- ・高い最高使用温度
- ・水分や酸素に対する耐久性

本カラム・システムにより従来、不可能と思われていた低濃度の水分を測定する事が可能となります。特に、従来の分離を伴わない水分測定技術では夾雑物も水分として検出されていましたが、本システムはクロマトグラフと言う長所を生かし、分離による高感度・正確な定量を実現する事が出来ます。

③ BID (バリア放電イオン化検出器)

低周波誘電体バリア放電プラズマによる光イオン化法を取り入れた、高感度分析対応の汎用検出器です。ヘリウムとネオンを除くほとんどの化合物をイオン化し、TCD や FID などの汎用検出器と比較して高感度に検出することが可能な、新しい島津製作所独自の汎用検出器です。

■ 装置構成および分析条件

装置構成および分析条件を表 1 に示します。なお本システムは特注品となります。

表 1 測定条件	
GC Model	: Nexis GC-2030
Injection System	: 専用サンプリングシステム (He バージ機能付きバルブ)
Injection Mode	: スプリット (Splitter INJ)
Injection Volume	: 1 mL (Sulfinert 系配管)
Carrier Gas	: He (ヘリウム精製機: HP2 接続)
Split Ratio	: 1 : 20
Purge Flow	: 3 mL/min
Carrier Gas Control	: 線速度 40 cm/sec (カラム流量: 1.77 mL/min)
Column	: Watercol-1910 (0.25 mm I.D. x 30 m, d.f. = 0.20 μm)
Column Temp	: 120 °C
Detector	: BID-2030
Detector Temp	: 150 °C
Detector Gas	: He 50 mL/min

■標準ガス（N₂中の水分）の分析

水分を約 5 ppm、25 ppm、100 ppm 含む窒素標準ガスを用い、絶対検量線法により検量線を作成しました。そのクロマトグラムを図 2 に、検量線を図 3 に、各水分濃度における面積値と再現性（N=5）を表 2 に示します。GC ではこれまで困難とされてきた、ppm レベルの微量水分測定を実施し、良好な分離、直線性および再現性が得られました。イオン液体カラムで分離される水分ピークは、通常のカラムよりシャープに、かつ、テーリングをなくすることが可能です。今回の分析条件では、GC オープン冷却時間を伴わないオープン一定温度（120 °C）とすることで、より短い分析サイクル時間を達成しました。（昇温分析を行うと更にシャープなピーク形状が可能ですが、分析サイクル時間が長くなります。）

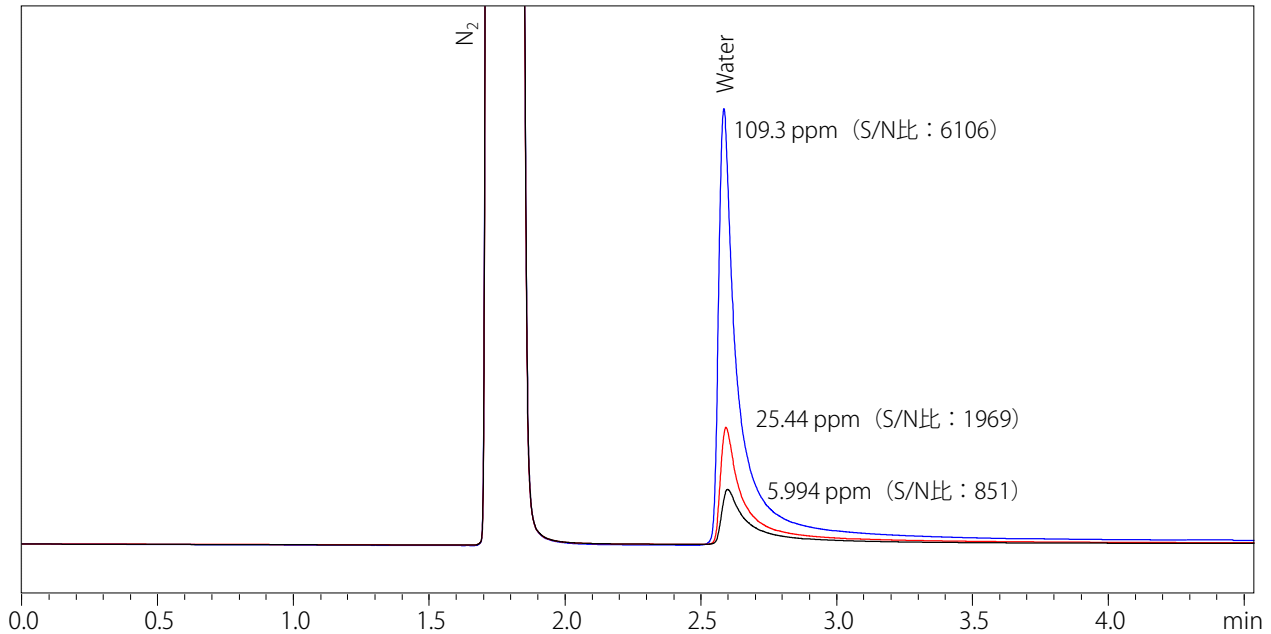


図2 微量水分を含む窒素標準ガスのクロマトグラム

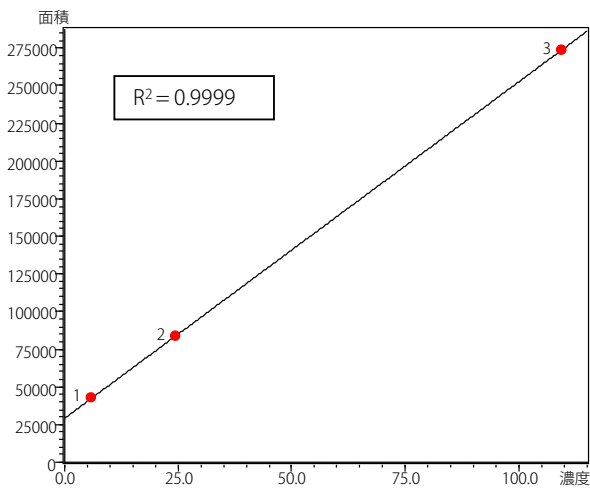


図3 検量線

表2 各水分濃度における面積値と再現性

	水分濃度 (ppm)		
	5.994	24.44	109.3
面積値 1	42431	85912	272693
面積値 2	43249	85077	274031
面積値 3	42832	83731	272912
面積値 4	42395	82438	274313
面積値 5	42373	82360	272680
面積平均値	42656	83904	273326
%RSD	0.894	1.881	0.287

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。

Watercol は、Sigma-Aldrich Co LLC の商標です。

その他、本文中に記載されている会社名および製品名、サービスマーク、およびロゴは、各社の商標および登録商標です。

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3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。