

シングルオープン MDGC を用いたガス試料分析

Analysis of Gas Sample Using Single Oven MDGC

マルチディメンショナルGC (MDGC) システムは、1本のキャピラリカラムで十分な分離が得られない成分を、スイッチングデバイスを用いた流路切替技術により、分離挙動の異なる別カラムにハートカットして導入することで高分離能が得られる分析手法です。MDGC分析はカラム温度設定の自由度が高いデュアルオープンタイプが主流ですが、試料によっては簡易なシングルオープンタイプでも高分離を得ることが可能です。今回シングルオープンタイプのMDGCを用いてガス試料を分析しましたのでご紹介します。

スイッチングプログラムの作成は島津WEBサイトより

無償ダウンロード可能な専用ソフトウェアを用いて簡単に行なえます。

T. Kato S. Shibamoto

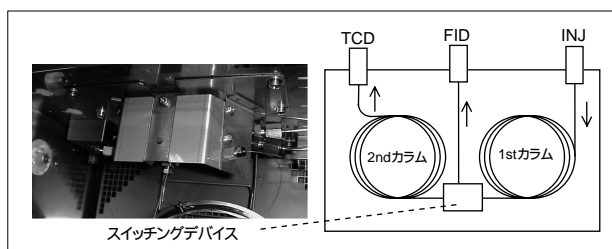


Fig. 1 シングルオープンMDGC
Device Configuration of Single Oven MDGC

無極性カラムとプロットカラムでのガス分析

Analysis of Gas Sample Using Rtx-1 and Molsieve 5A

C1～C5までの炭化水素と無機ガス類が混合されたガス試料を、無極性液相のキャピラリカラムRtx-1とプロットカラムMolsieve 5Aを組合わせて、シングルオープン

MDGCで分析を行いました。試料注入時からメタン溶出後までをTCDに導入し、以降をFIDに導入することで無機ガス類と低級炭化水素を同時に分析することが可能です。

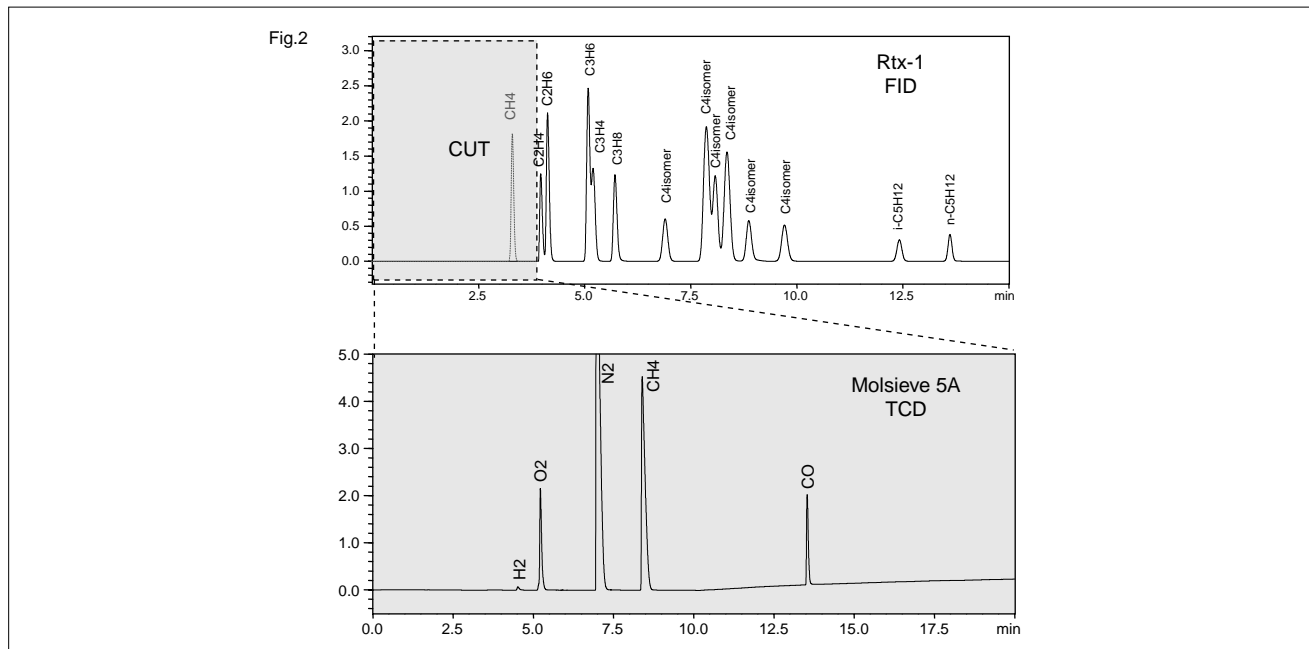


Fig. 2 Rtx-1とMolsieve 5Aでのクロマトグラム
Chromatograms of Rtx-1 and Molsieve 5A

Table 1 分析条件
Analytical Conditions of Single Oven MDGC

Instrument	: GC-2010 Plus	Injection Port	: 150 °C
Column	: 1st Rtx-1 (30 m × 0.32 mmI.D. df = 5 μm) 2nd Molsieve 5A (25 m × 0.32 mmI.D. df = 30 μm)	Injection Method	: Split Split Ratio : 1:15
Column Temp.	: 35 °C (10 min)-20 °C/min-250 °C (9.25 min)	Detector	: TCD : 280 °C (65 mA) Make-up : He 20 mL/min FID : 280 °C H ₂ : 40 mL/min Air : 400 mL/min Make-up : He 30 mL/min
Carrier Gas	: He (210 kPa)	1st Restrictor (FID side)	: 0.5 m × 0.15 mmI.D.
Switching Press.	: 180 kPa (= 2nd Column inlet press.)		

検出器切替分析

Detector Switching Analysis

2ndカラムを用いず、スイッチングデバイスを、成分毎に最適な検出器切替ツールとして使用することも可能です。

分析カラムにマイクロパックドカラムを用いてFIDとTCD切替分析を行ないました。スイッチングデバイスの前(1stカラム)にPLOTカラム等を用いると、カラムからの吸着剤微粉末がデバイス内に流入し、詰まり等が生じる危険性がありますが、マイクロパックドカラムはフィルタを装備しており充填剤粉末のデバイス内への流入を防止できます。しかし充填カラムであるためキャリアガス線速度を計算して表示できませんので、入口圧とスイッチング圧力との差圧から、製造元(信和化工)から提供されている圧力 流量換算表を用いてカラム流量を調べる必要があります。

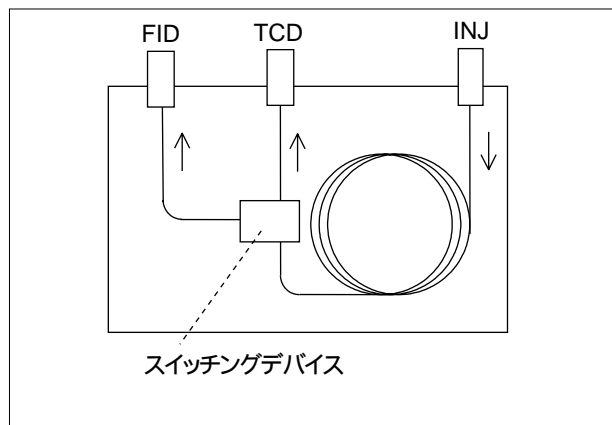


Fig. 3 検出器切替
Device Configuration of Detector Switching Analysis

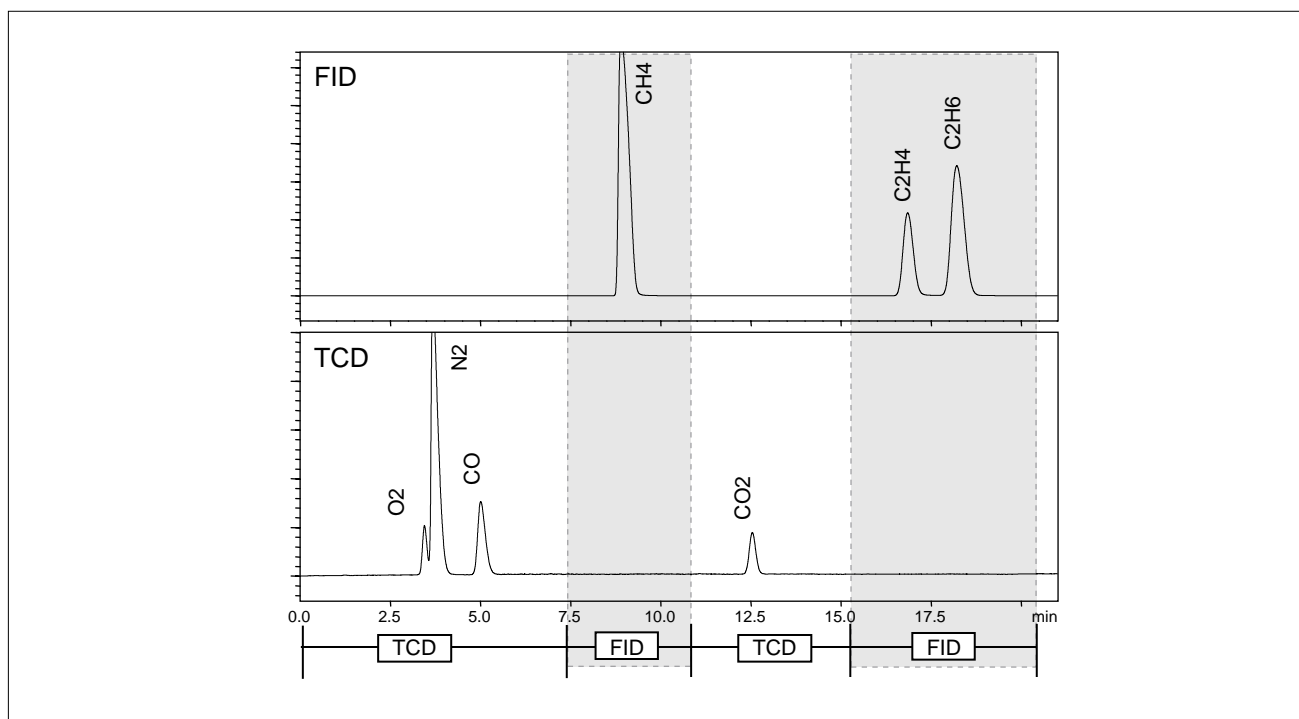


Fig. 4 検出器切替分析
Analysis of TCD- FID Switching

Table 2 分析条件
Analytical Conditions of Detector Switching Analysis

Instrument	: GC-2010 Plus	Injection Method	: Split Split Ratio : 1:4
Column	: Micropacked ST (2 m × 1 mm I.D.) (SHINCARBON-ST 80/100 mesh 信和化工株式会社製)	Detector	: TCD : 200 °C (75 mA) Make-up : He 20 mL/min FID : 300 °C H ₂ : 40 mL/min Air : 400 mL/min Make-up : He 30 mL/min
Column Temp.	: 35 °C (5 min)-20 °C /min-250 °C (10 min)	1st Restrictor (TCD side)	: 0.5 m × 0.18 mm I.D.
Carrier Gas	: He (250 kPa)	2nd Restrictor (FID side)	: 0.5 m × 0.15 mm I.D.
Switching Press.	: 150 kPa		
Injection Port	: 150 °C		

初版発行：2009年12月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号(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。