

Application News

No. G297

ガスクロマトグラフィー

MICROPACKED-ST カラムの分離比較

バリア放電イオン化検出器 (BID) は、ヘリウムとネオンを除くほとんどの化合物を 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できます。無機ガスと低級炭化水素を同時に分析する場合、検出器に BID、カラムに MICROPACKED-ST を用いることで高感度に一斉分析することが可能です。これまでも MICROPACKED-ST を使用した分析例を紹介してきましたが、最近、新たに 1.0 m、3.0 m のカラムが発売され応用範囲が広がりました。

本アプリケーションニュースでは、1.0 m、2.0 m、3.0 m の異なる長さの MICROPACKED-ST を用いた場合の分離例をご紹介します。

S. Uchiyama

■ カラム情報と分析条件

MICROPACKED-ST は内径 1.0 mm の SUS 管に充填材として SHINCARBON ST が充填されています。そのため、抵抗を近似させたキャピラリカラム情報を入力することで、キャリアガスを制御することができます。

表 1 に共通分析条件を、表 2、3、4 に 1.0 m、2.0 m、3.0 m の MICROPACKED-ST の分析条件を示します。キャリアガスの流量変化に敏感な BID ですが、Nexis GC-2030 では流量制御が使用できるため、圧力プログラムを作成する必要がなく一定流量で制御することができます。

表 1 共通分析条件

Model	: Nexis GC-2030
Detector	: BID-2030
Inj. Mode	: Split 1:4
Inj. Temp.	: 150 °C
Carrier Gas	: 7 mL/min
Purge flow	: 3 mL/min
Det. Temp.	: 280 °C
Discharge Gas	: 50 mL/min (He)
Inj. Volume	: 1.0 mL (MGS-2030 使用時) 50 μL (ガスタイトシリンジ使用時)

表 2 1.0 m MICROPACKED-ST 分析条件

Column	: MICROPACKED-ST 1.0 m × 1.0 mm I.D. (流量計算の為 125 m × 0.50 mm I.D., df = 15 μm と入力)
Carrier Gas *	: He, 152.8 kPa (2.0 min) - 21.7 kPa/min - 242.2 kPa (0 min) - 13.5 kPa/min - 269.3 kPa (2.87 min) (Pressure Mode)
Column Temp.	: 35 °C (2.0 min) - 40 °C/min - 200 °C (0 min) - 25 °C/min - 250 °C (2.87 min)

表 3 2.0 m MICROPACKED-ST 分析条件

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)
Carrier Gas *	: He, 226.8 kPa (2.5 min) - 15.2 kPa/min - 390.1 kPa (5.95 min) - 11.2 kPa/min - 405.1 kPa (5.42 min) (Pressure Mode)
Column Temp.	: 35 °C (2.5 min) - 20 °C/min - 250 °C (0 min) - 15 °C/min - 270 °C (5.42 min)

表 4 3.0 m MICROPACKED-ST 分析条件

Column	: MICROPACKED-ST 3.0 m × 1.0 mm I.D. (流量計算の為 250 m × 0.50 mm I.D., df = 30 μm と入力)
Carrier Gas *	: He, 282.0 kPa (4.5 min) - 9.1 kPa/min - 450 kPa (9.98 min) (Pressure Mode)
Column Temp.	: 35 °C (4.5 min) - 10 °C/min - 270 °C (10 min)

* GC-2010 Plus の場合は、圧力プログラムで流量一定に近似

■ 酸素・窒素の分離確認

室内大気をガスタイトシリンジで 50 μL 注入して分析した時のクロマトグラムを図 1 に示します。1.0 m 及び 2.0 m のカラムでは酸素・窒素の分離度が 1.5 以下で不完全分離でした。一方、3.0 m のカラムでは酸素・窒素の分離度が 1.5 以上となり完全分離できています。

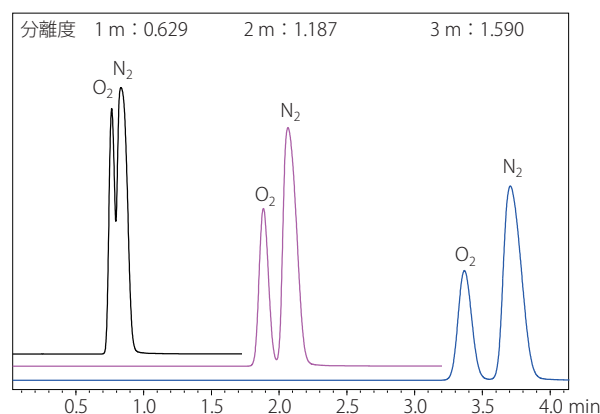


図 1 酸素・窒素分離比較

■ 低濃度及び高濃度の無機ガス・低級炭化水素標準ガス分析

低濃度の無機ガス・低級炭化水素の標準ガスをマニュアルガスサンプラ MGS-2030 (P/N: 221-78990-41) 及び SPLITTER-INJ (P/N: 221-78280-41) を用いて 1.0 mL のガスを分析した時のクロマトグラムを図 2 に示します。1.0 m のカラムでは 2.0 m と比べて分析時間が約半分になり分析時間の短縮が可能です。また、ベースラインの上昇が 2.0 m のカラムと比べて小さい為昇温時のノイズが抑えられ、プロパンやプロピレンを高感度に分析することができます。一方、MICROPACKED-ST で用いられている充填材の性質上、プロピレンが吸着しやすいために 3.0 m のカラムでは 5 ppm が検出できませんでした。

次に高濃度の無機ガス・低級炭化水素標準ガスをガスタイトシリンジで 50 μL 注入して分析した時のクロマトグラムを図 3 に示します。高濃度のサンプルでも注入量を減らすことで分析が可能です。

下記にそれぞれカラム選択の目安を記載します。

- 1.0 m : 酸素・窒素の分離が不必要な場合
高速分析、微量プロピレンの定量等
- 2.0 m : 無機ガス・低級炭化水素の一般的な分析
- 3.0 m : 酸素・窒素の分離が必要な場合
高濃度成分中の不純物を測定する場合等

目的に合ったカラム長を選択することで無機ガス・低級炭化水素分析の最適化が可能となります。

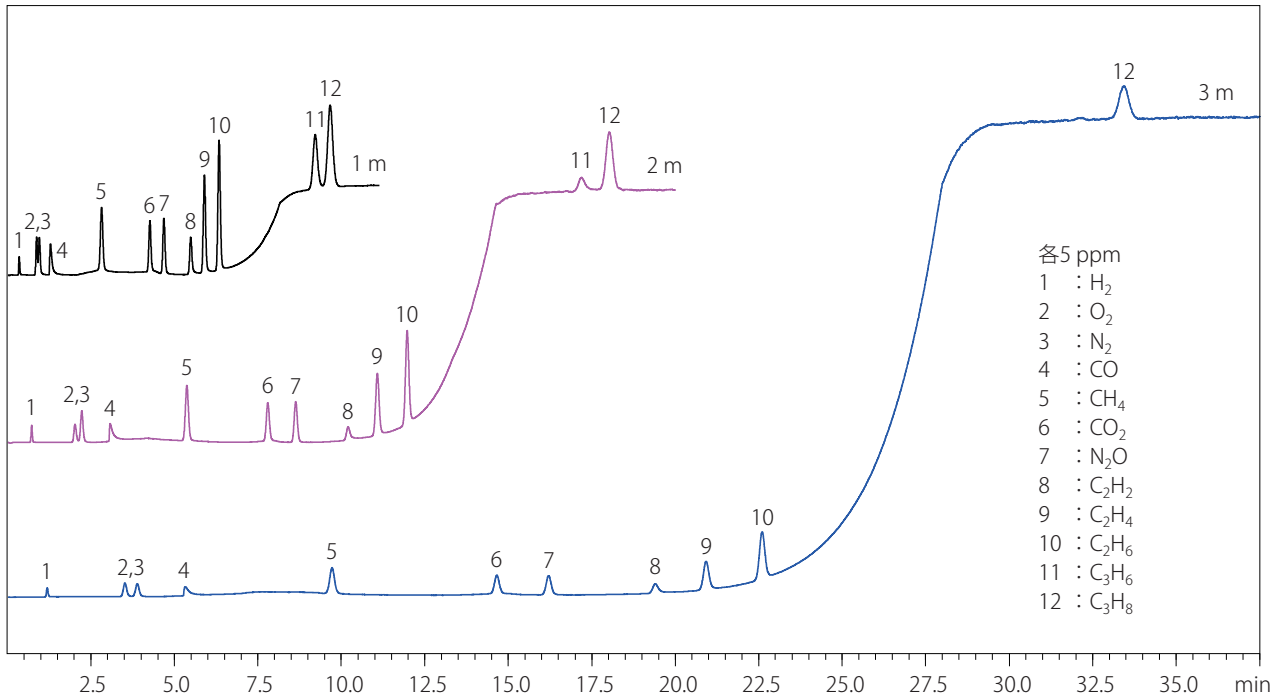


図2 低濃度無機ガス・低級炭化水素標準ガスのクロマトグラム比較

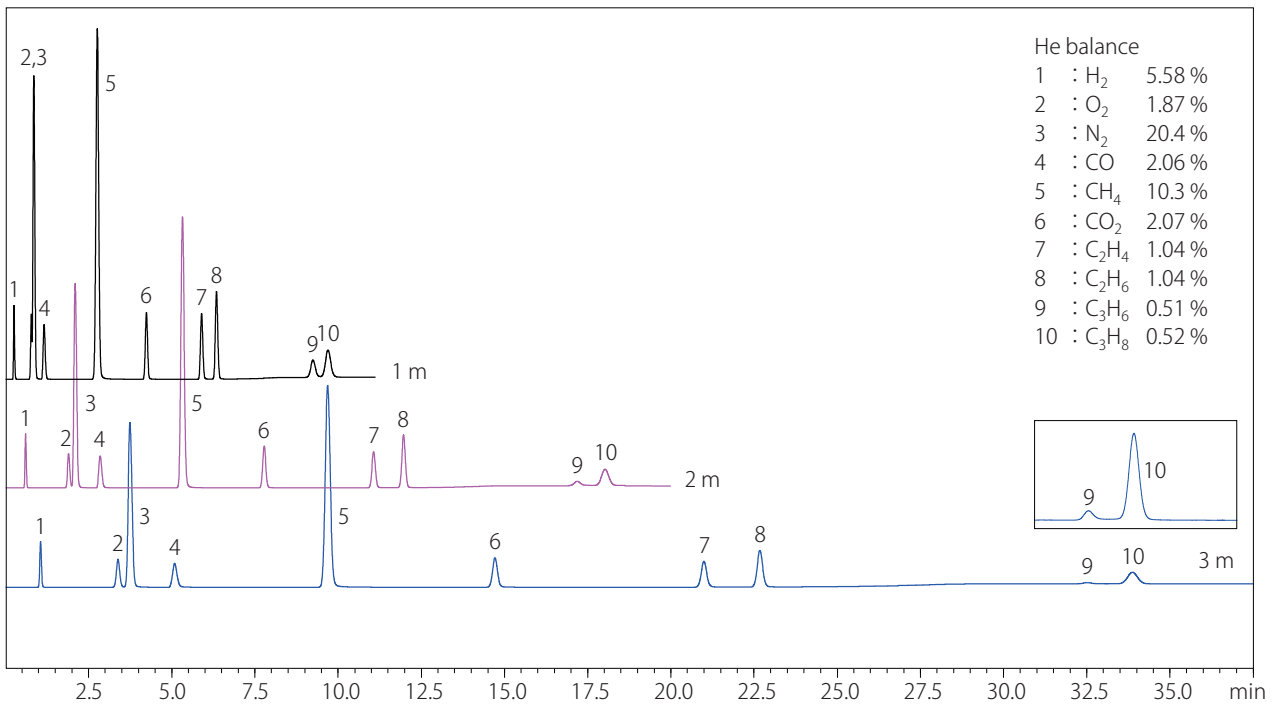


図3 高濃度無機ガス・低級炭化水素標準ガスのクロマトグラム比較

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：2017年9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。