

Application News

No. G281

ガスクロマトグラフィー
Gas Chromatography

環境分野，エネルギー分野で注目されている，水中のアンモニア，メチルアミン，トリメチルアミンの高感度分析

High Sensitivity Analysis of Ammonia, Methylamine, and Trimethylamine in Environmental and Energy Field

アンモニアやアミン類などの窒素化合物は悪臭成分として知られており、近年は消臭剤や芳香剤の市場拡大にともない、これらの窒素化合物などが原因となる生活環境中の悪臭にも関心が高まっています。一方で、アンモニアは単位体積あたりのエネルギー密度の高さと貯蓄・輸送の簡便さから、新たなエネルギーキャリアとしても注目されています。窒素化合物の高感度検出器として熱イオン化検出器（FTD）が知られていますが、FTDはアンモニアには応答しないため、通常の方法ではアンモニアを検出することができません。一般的にGCによるアンモニア分析にはTCDが用いられますが、約100 ppm以上の濃度でないと測定は難しく、感度はそれほど高くありませんでした。

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可能です。本アプリケーションニュースでは、GC-BIDを用いて、ppmオーダーの水中アンモニア、メチルアミンの分析、および水中のトリメチルアミンを分析した例をご紹介します。

R. Kubota

■アンモニアおよびメチルアミンの分析

Analysis of Ammonia and Methylamine

アンモニアおよびメチルアミンを水で希釈して、4.8 ppm、24 ppm、120 ppmに調製し、この溶液をGC-BIDで測定しました。

4.8 ppmと24 ppmのクロマトグラムをFig. 1に、直線性をFig. 2に、分析条件をTable 1に示しました。4.8 ppmのS/N比から検出下限値（S/N=3）を算出したところ、アンモニアで1.2 ppm、メチルアミンで2.5 ppmとなりました。

吸着性がある成分の低濃度域では直線性が得られない場合があります。本分析では4.8 ppm、24 ppm、120 ppmの範囲において良好な直線性が得られました。なお、アンモニアやアミン類の注入部への吸着を防ぐため、ガラスインサートに充填するウールにはRESTEK社製の塩基不活性ウール（RESTEK P/N: 20999）を用いました。

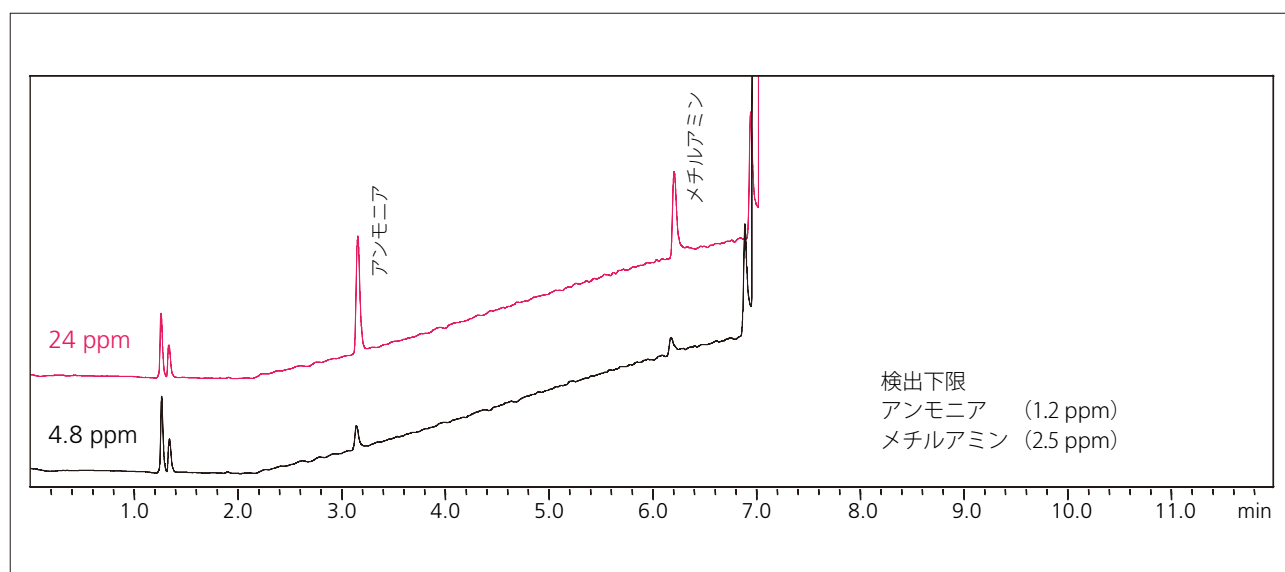


Fig. 1 4.8 ppm, 24ppm 標準溶液のクロマトグラム
Chromatogram of 4.8 ppm, 24 ppm Standard Solution

Table 1 アンモニアとメチルアミンの分析条件
Analytical Conditions for Ammonia and Methylamine

Model	: Tracera (GC-2010 Plus + BID-2010 Plus)
Inj. Mode	: Split 1:5
Inj. Temp.	: 220 °C
Carrier Gas	: He 50 cm/sec. (Constant Linear Velocity Mode)
Column	: PoraPLOT Amines (25 m × 0.53 mm I.D., df=20 μm)
Column Temp.	: 80 °C (2 min) - 10 °C/min - 130 °C - 20 °C/min - 200 °C (1.5 min)
Det. Temp.	: 220 °C
Discharge Gas	: 50 mL/min (He)
Glass Insert	: Split insert
	: Restek Base Deacts FS wool
Inj. Volume	: 1.0 μL

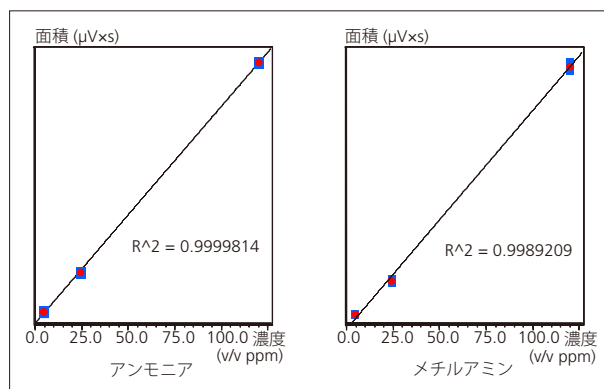


Fig. 2 アンモニアおよびメチルアミンの直線性 (4.8, 24, 120 ppm)
Linearity of Ammonia and Methylamine

■ トリメチルアミンの分析

Analysis of Trimethylamine

上記の分析条件ではトリメチルアミンと水のピークが分離できないため、カラムを変更して分析しました。(なお、本分析条件ではアンモニアとメチルアミンの分離ができません。)

トリメチルアミンを水で希釈して、4.8 ppm, 24 ppm, 120 ppm に調製しました。

この溶液を GC-BID で測定しました。4.8 ppm と 24 ppm のクロマトグラムを Fig. 3 に、直線性を Fig. 4 に、分析条件を Table 2 に示しました。

4.8 ppm の S/N から検出下限値 (S/N=3) を算出したところ、0.06 ppm となりました。4.8 ppm, 24 ppm, 120 ppm の範囲において、良好な直線性が得られました。

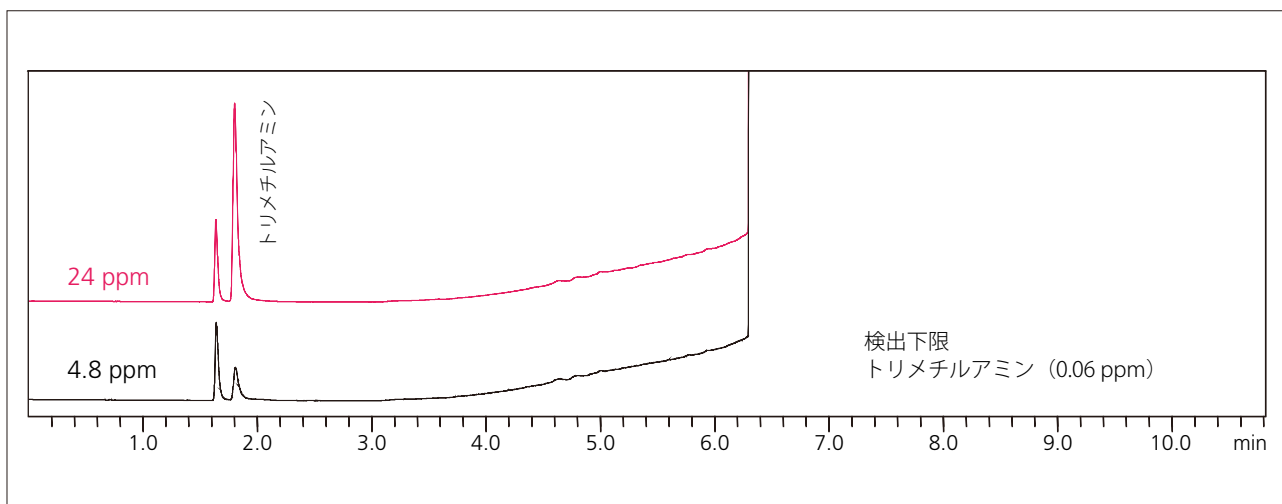


Fig. 3 4.8 ppm, 24 ppm 標準溶液のクロマトグラム
Chromatogram of 4.8 ppm, 24 ppm Standard Solution

Table 2 トリメチルアミンの分析条件
Analytical Conditions for Trimethylamine

Model	: Tracera (GC-2010 Plus + BID-2010 Plus)
Inj. Mode	: Split 1:5
Inj. Temp.	: 220 °C
Carrier Gas	: He 40 cm/sec. (Constant Linear Velocity Mode)
Column	: RESTEK Stabilwax-DB (30 m × 0.53 mm I.D., df = 1.0 μm)
Column Temp.	: 35 °C (3 min) - 30 °C/min - 180 °C (3.0 min)
Det. Temp.	: 220 °C
Discharge Gas	: 50 mL/min (He)
Glass Insert	: Split insert
	: Restek Base Deacts FS wool
Inj. Volume	: 1.0 μL

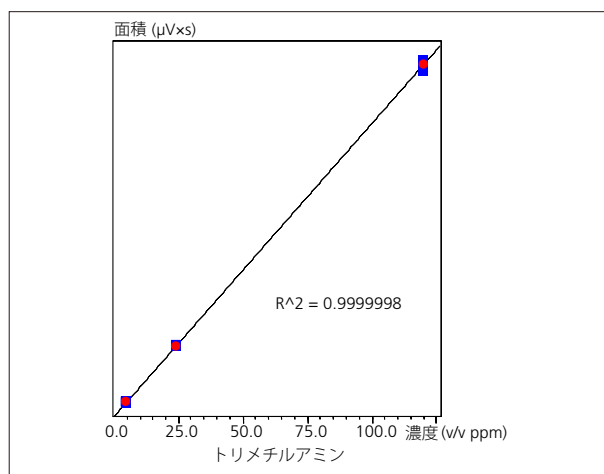


Fig. 4 トリメチルアミンの直線性 (4.8, 24, 120 ppm)
Linearity of Trimethylamine