

NeedEx を用いた簡易濃縮法

Simplified Enrichment Method Using NeedEx

臭気分析に代表されるような気体試料中の微量成分の分析には濃縮操作が必要となります。通常、濃縮およびGCへの導入のための脱離には専用の装置が必要で、煩雑な操作を伴います。今回ご紹介するNeedExは注射針の中に濃縮媒体を充填したもので、簡単な手順により空気中の揮発性有機化合物を選択的に濃縮することが可能です。

濃縮した化合物の脱着にも溶媒による抽出操作や専用の装置を必要としません。1 mL程度の窒素ガスを吸引したルアーロックタイプのガスタイトシリンジに取り付け、通常気体試料注入操作を行うことにより、GC試料気化室内で熱脱着した化合物を窒素ガスで追い出しカラムへ導入します。

S. Shibamoto

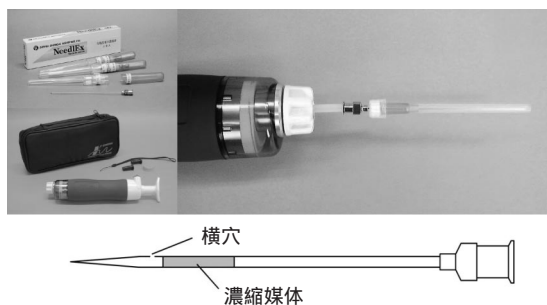


Fig.1 NeedExと北川式ガス採取器
The appearance of gas sampler and NeedEx

有機溶剤の分析

Analysis of organic solvent

酢酸エチル、メチルイソブチルケトン、トルエン、イソブタノール、p-, m-, o-キシレン、スチレンの8成分それぞれ約1 ppm濃度の試料ガス1 mLを直接GCへ注入した場合と、NeedExを用いて30 mL吸引し濃縮した場合とでクロマトグラムの比較を行ないました (Fig.2)。有機溶剤成分の場合には試料気化室温度 (試料脱着温度) を200に設定します。GCへの試料注入は、窒素ガス1 mLを吸引したガスタイトシリンジにNeedExを取付け、試料気化

室に差し込みます。濃縮された成分が試料気化室の熱により脱着するのを (通常10秒程度) 待った後、窒素を注入することで成分をカラムへ導入します。吸引量を10 mLから50 mLまで増加させた場合にも、濃縮した試料ガス量とピーク面積値の良好な直線性が確認できました (Fig.3)。破過容量は有機溶剤の種類により異なるため、最大吸引量はNeedEx付属の取扱説明書に記載されている測定範囲 (試料の濃度および吸引量) をご参照ください。

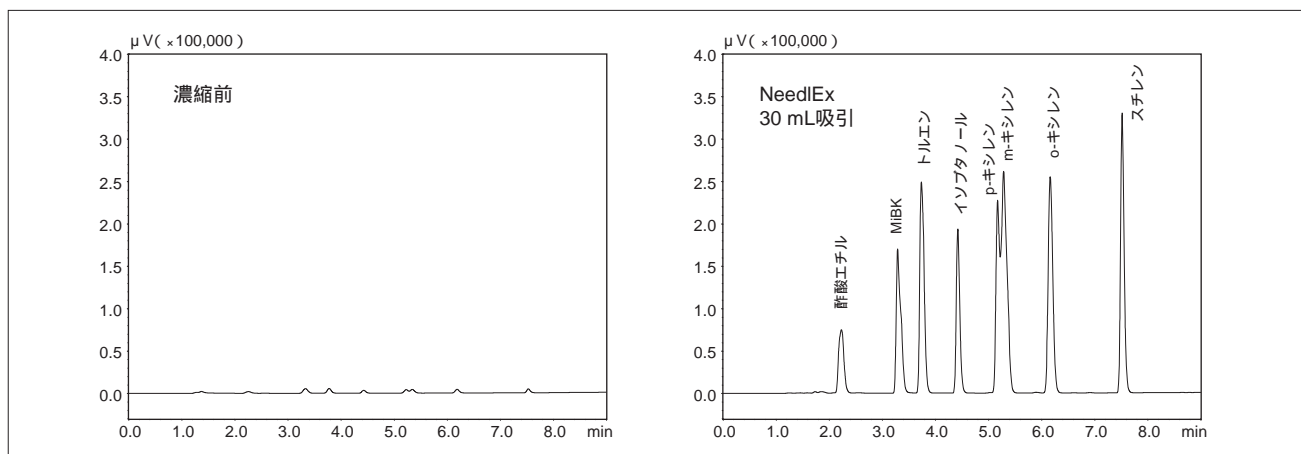


Fig.2 有機溶剤の分析
Analysis of organic solvents

Table 1 有機溶剤の分析条件
Analytical conditions of organic solvents

| | | | |
|----------------|---|-----------------------|--|
| Instrument | : GC-2014 | Injection Mode | : Direct Injection (WBC attachment) |
| Column | : DB-WAX 60 m × 0.53 mm I.D. df=1.00 μm | Detector | : 250 °C FID-2014 |
| Column Temp. | : 60 °C - 5 °C/min - 110 °C | | : H ₂ : 40 mL/min Air: 400 mL/min |
| Carrier Gas | : He 15 mL (6 min) - 5 mL/min - 25 mL | Desorption Gas Volume | : 1 mL (N ₂) |
| Injection Port | : 200 °C | | |

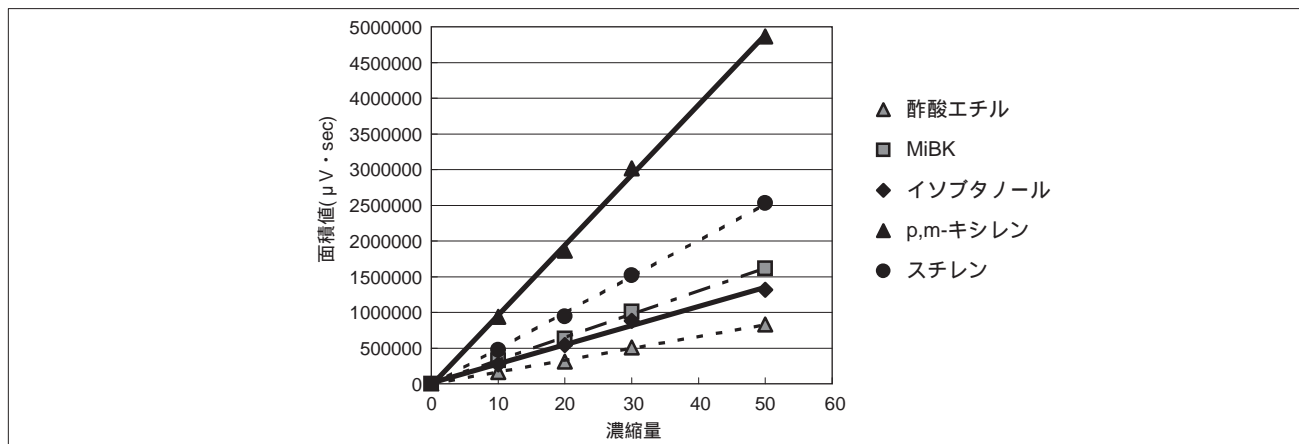


Fig.3 濃縮量直線性
Linearity of concentration volume

トリメチルアミンの分析

Analysis of trimethylamine

1 ppmトリメチルアミン/窒素の標準ガス1 mLを直接GCへ注入した場合と、NeedExを用いて100 mL吸引し濃縮した場合とでクロマトグラムの比較を行ないました (Fig.4)。

トリメチルアミン分析の場合には、濃縮した試料を脱

着させる際の試料気化室温度を250 に設定します。脱着時の待ち時間は有機溶剤分析時と同じく約10秒程度で、同様に1 mLの窒素ガスで追い出します。

NeedExトリメチルアミン濃縮用はモノメチルアミン、ジメチルアミンの濃縮を行うことも可能です。

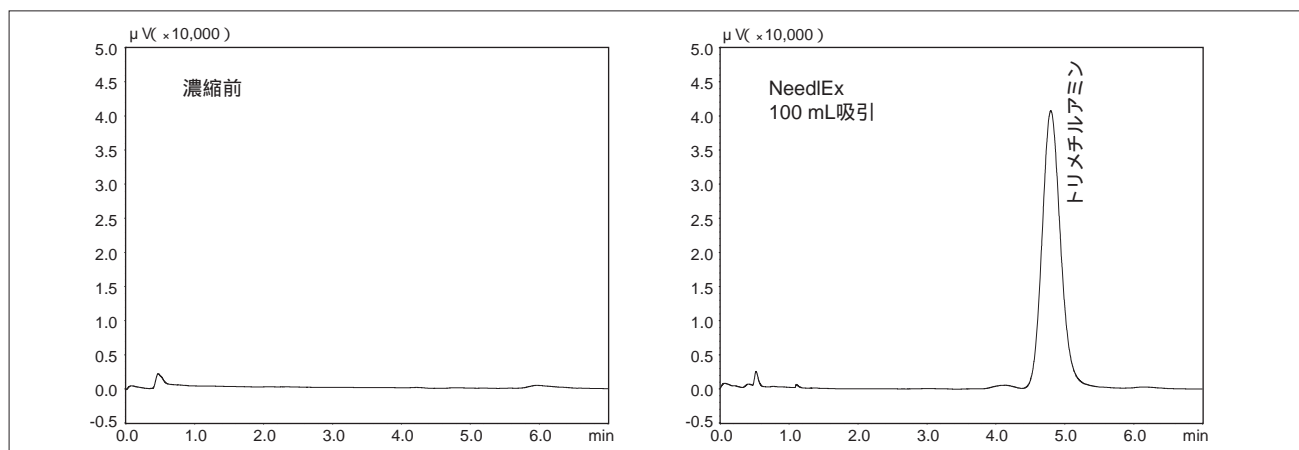


Fig.4 トリメチルアミンの分析
Analysis of trimethylamine

Table 2 トリメチルアミンの分析条件
Analytical conditions of trimethylamine

| | | | |
|--------------|---|-----------------------|---|
| Instrument | : GC-2014 | Injection Port | : 250 °C |
| Column | : Thermon-3000 + KOH (2+2) % Sunpak-N 3.2 mm × 2 m | Detector | : 250 °C FID-2014 H ₂ : 40 mL/min Air: 400 mL/min |
| Column Temp. | : 120 °C | Desorption Gas Volume | : 1 mL (N ₂) |
| Carrier Gas | : He 40 mL/min | | |

NeedExシリーズ

| P/N | 品名 | 入数 |
|---------|--------------------|------|
| 501-110 | NeedEx 有機溶剤濃縮用 | 3本入り |
| 501-120 | NeedEx トリメチルアミン濃縮用 | 3本入り |
| 501-130 | NeedEx 脂肪酸濃縮用 | 3本入り |

アクセサリ

| P/N | 品名 |
|---------|---------------------------------------|
| 501-210 | 北川式ガス採取器AP-20 (試料採取量50, 100 mL用) |
| 501-220 | 北川式ガス採取器AP-20N (試料採取量10, 50, 100 mL用) |
| 008025 | SGE ルアーロック型 ガスタイトシリンジ 1 mL |

取扱い: 株式会社島津ジーエルシー

初版発行: 2008年10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。