

GC-FID(Jetanizer)による メタノール溶液中のギ酸の高感度分析

橋本 紅良、石本 実里、宮林 花道

ユーザーベネフィット

- ◆ GC-FIDにJetanizerを用いることで、高精度に溶液中のギ酸を測定することが可能です。
- ◆ Jetanizerは従来のFIDノズルを交換するのみで、取り付けが簡便、かつ、低コストで使用することが可能です。

■はじめに

化石燃料からクリーンエネルギーへの転換を目指し、温室効果ガスの排出削減と経済成長を両立させる取り組みをGX（グリーントランスフォーメーション）と言います。このGXでは、太陽光を利用して水と二酸化炭素から水素や有機化合物を生成する人工光合成のような革新的技術が期待されています。

この人工光合成の研究をはじめ、化学製品や原料の不純物分析等で、ギ酸の高感度分析が望まれています。ギ酸を分析する簡便な方法として、ガスクロマトグラフ（GC）があり、高濃度試料の場合はTCD検出器、低濃度試料の場合はRID検出器が用いられます。汎用検出器であるFID検出器は残念ながらギ酸に感度がありませんが、FID検出器を、FIDのノズル内に触媒を内包したJetanizer（In-Jet型のメタナイザー）に付け替え、分析条件を一部変更するだけで、ギ酸のppmオーダーでの高感度測定が可能となります。

本アプリケーションニュースでは、GC-FID（Jetanizer）を用いた、メタノール溶液中に含まれるギ酸の高感度分析例をご紹介します。

■ Jetanizerの特長

Jetanizerは、コンパクトなFID-Jet型のメタナイザーで、内部に触媒が充填されています（図1）。そのため、通常のFIDでは検出できないCOやCO₂などを還元してメタン化させることで、FIDでの検出を可能にしました。これまで、メタナイザーで使用されていた加熱ヒーターやセンサー、追加の水素ガス供給ラインは不要であり、FID同様そのまま取り付け使用することができます。

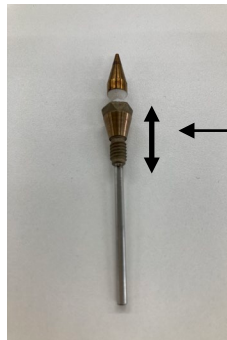


図1 Jetanizer™

内部に触媒を充填

■ インサート、カラムのリン酸処理

ギ酸は注入口やカラムに吸着し、良好なピーク検出が難しいことが知られています。ギ酸ピークを得るため、測定前にあらかじめ、ガラスインサートとカラムのリン酸処理を行うことが有効です。ガラスインサートのリン酸処理の手順を図2に、カラムのリン酸処理の手順を図3に示します。

- ① スプリットインサート (P/N 227-35007-01) を準備
- ↓
- ② 0.3%リン酸アセトン溶液を調製
- ↓
- ③ ①を②に1分以上浸漬
- ↓
- ④ 50℃で1時間乾燥



図2 ガラスインサートのリン酸処理手順

- ① 100ppmリン酸メタノール液を調製
- ↓
- ② Table1に示す分析条件で4回測定
- ↓
- ③ カラム150℃（その他の条件は表1と同じ）でメタノールを10回測定し、カラム内部を安定化

図3 カラムのリン酸処理手順

■ 分析条件

分析条件を表1に示します。

表1 分析条件

GC分析条件	
Model	: Nexis GC-2030
Detector	: 水素炎イオン化検出器 FID (Jetanizer)
Column	: SH-PolarWax (0.32 mm I.D. × 30 m, d.f.= 1.0 μm) P/N 227-36252-01
Column Temp.	: 80 °C – 5 °C/min – 130 °C – 15 °C/min. – 230 °C (Total 19.67 min)
Purge	: 3mL/min.
Injection Mode	: Split 1 : 2
Carrier Gas Controller	: 線速度一定モード (He)
Linear Velocity	: 35 cm/sec
Detector Temp.	: 400 °C (検出器側差し込み長さ:45mm)
FID H2 Flow Rate	: 32 mL/min.
FID Make Up Flow Rate	: 24 mL/min.(N ₂)
FID Air Flow Rate	: 250 mL/min.
Injection Volume	: 1μL

■メタノール中のギ酸の測定

メタノール中のギ酸の各濃度（1、5、10、50、100、500、1000 ppm）のクロマトグラム、および、低濃度域での拡大図を図4に、N=5での検量線を図5に示します。また、10ppmでの連続測定クロマトグラムの重ね書きを図6に、各濃度でのN=5の面積値のRSD%を表2に示します。各濃度において保持時間、面積の再現性が良好なRSD%が確認できました。

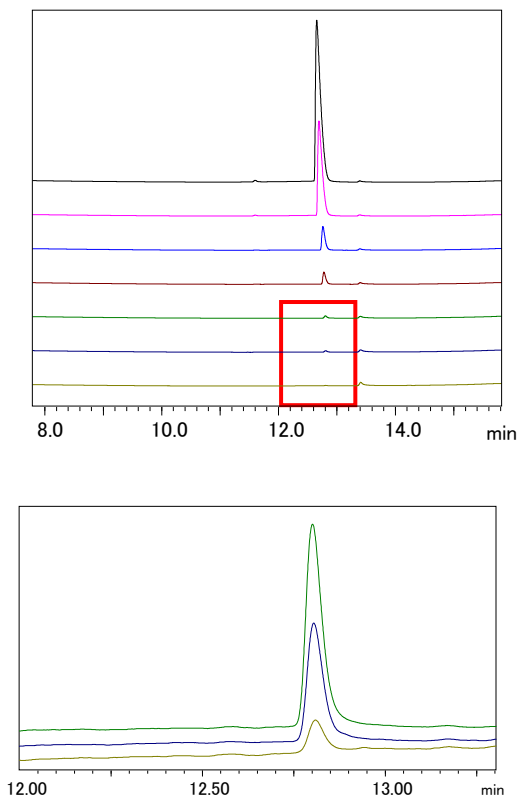


図4 上段：ギ酸の各濃度のクロマトグラム
下段：1~10ppmの拡大図

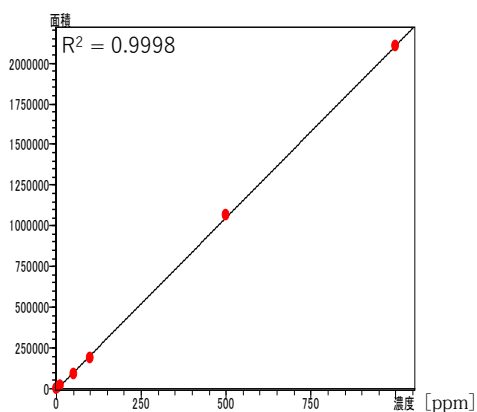


図5 ギ酸の検量線（1~1000ppm）

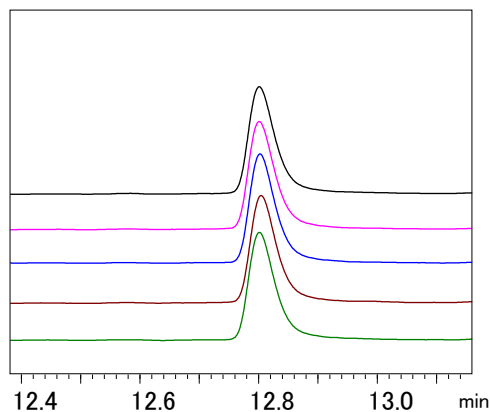


図6 10ppmのギ酸のクロマトグラム
連続5回分析

表2 ギ酸の各濃度の面積値の再現性

濃度 (ppm)	面積RSD% (n=5)
1	2.27%
5	2.15%
10	0.62%
50	1.97%
100	1.14%
500	1.29%
1000	1.16%

■まとめ

GXをはじめ、化学製品や原料の不純物分析において、ギ酸の高感度分析は必要です。GCでギ酸を分析する場合、測定濃度域によって適切な検出器の選択が必要です。

今回紹介した方法では、インサートやカラムのリン酸処理を行い、Jetanizerを使用することにより、簡便にギ酸を分析することができます。

<関連アプリケーションニュース>

1. Jetanizer™ の性能評価と大気中のCO₂、CH₄の定量分析
[Application News No. 01-00599-jp](#)
2. Jetanizer™を用いた水素燃料中の微量一酸化炭素分析
[Application News No. 01-00638-jp](#)

Nexis、およびJetanizerは、株式会社 島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
<https://www.an.shimadzu.co.jp/>

01-00833-JP 初版発行：2025年 1月

島津コールセンター ☎ 0120-131691

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。本文中に記載されている会社名、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。本文中では「TM」、「®」を明記していません。

＞ アンケート

関連製品 一部の製品は新しいモデルにアップデートされている場合があります。



＞ Nexis™ GC-2030
ガスクロマトグラフ



＞ Jetanizer
メタナイザー

関連分野

＞ 化学

＞ 品質管理-化学

＞ 石油・化学工業

＞ 工業材料・マテリアル

＞ 価格お問い合わせ

＞ 製品お問い合わせ

＞ 技術お問い合わせ

＞ その他お問い合わせ