

GCキャピラリー分析のキャリアーガスとして優先的に使用されるヘリウム(He)ですが、近年の世界的な枯渇問題や価格高騰により、国内でも代替ガスとして窒素(N_2)や水素(H_2)の需要が高まっております。

以前、テクニカルノートGT148にて窒素を代替キャリアーとする分析例をご紹介しておりますが、この度、水素キャリアー対応ガスクロマトグラフ GC4000 PlusH の追加にあたり、キャリアーガスに水素ガス発生装置 Precision Hydrogen SL(ピークサイエンティフィック社製)を使用した有機溶剤のキャピラリー分析を検討したところ、ヘリウムキャリアー同等の結果が得られましたので、キャリアーガス毎の比較データについてご紹介いたします。

＜水素キャリアー対応ガスクロマトグラフ GC4000 PlusH＞

汎用ガスクロマトグラフ GC-4000 Plus のキャリアーガスに「水素」が対応した、GC4000 PlusH を追加しました(Cタイプ: 全機械式流調のみ)。

【特長(※)】

GCオープン内水素濃度を常時監視し、水素濃度が 0.1% に到達すると警報を出力し、安全機能により装置を停止します。

- ✓ キャリヤーガスを安全な不活性ガスに切替
- ✓ すべてのヒーター制御を解除
- ✓ オープン背面フラップを開放しながら換気を実施

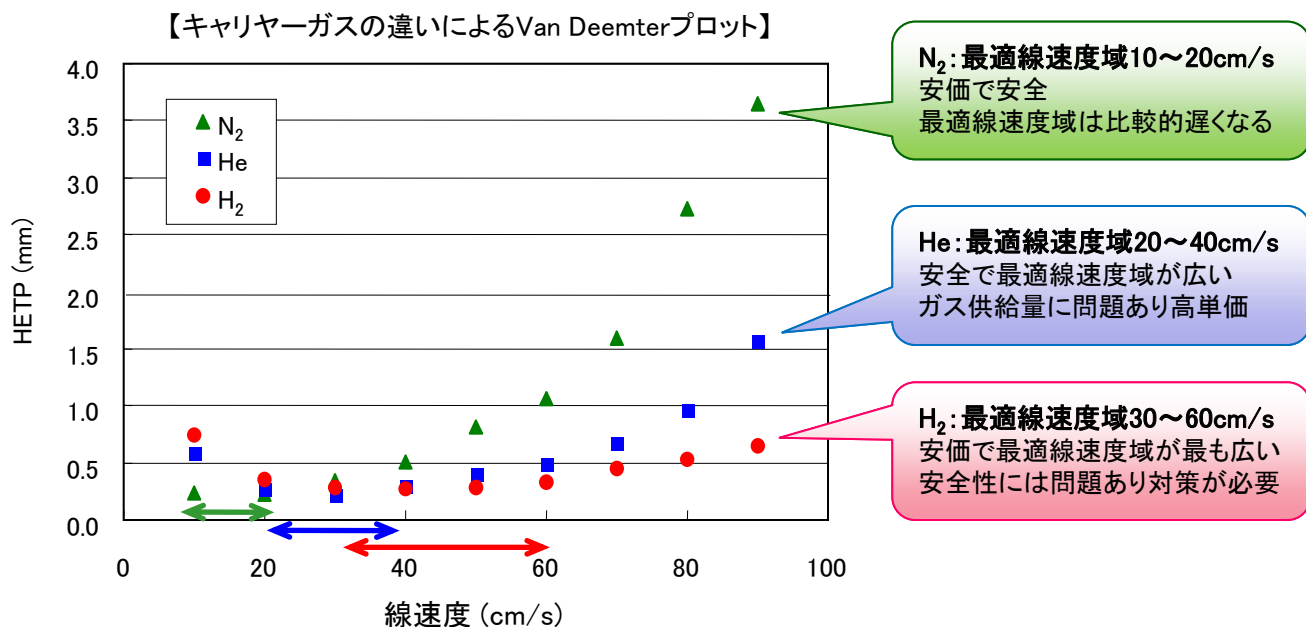
※: 水素キャリアー用安全キット HD267 との併用が必要になります。



キャリアーガス選択時の注意点～最適な線速度～

キャリアーガスの線速度が早ければ早いほど分析時間は短縮されますが、最適な分離性能を示す線速度域はキャリアーガス種類により異なりますので、線速度条件の設定には注意が必要です。

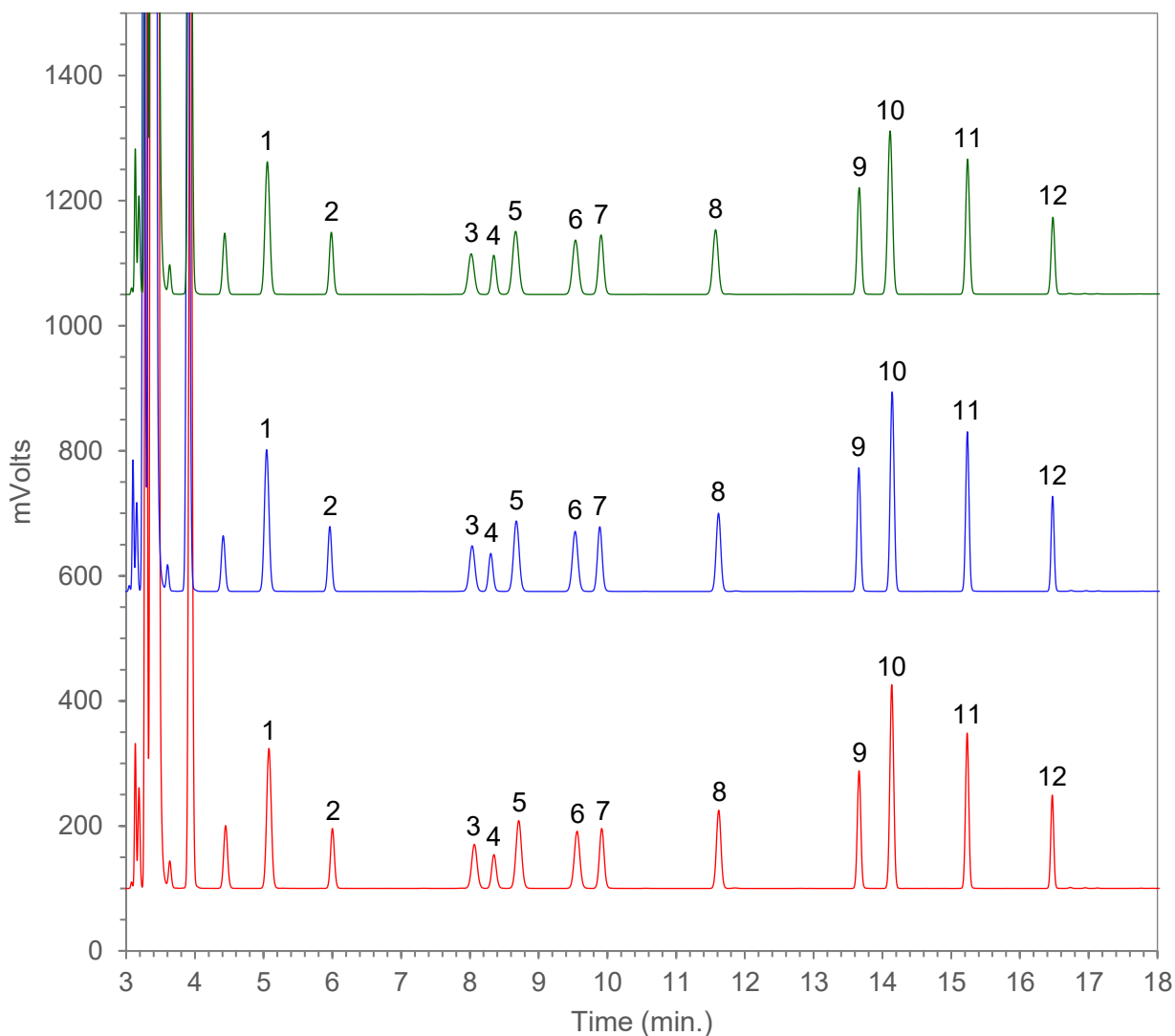
下記のグラフはキャリアーガス種類によるVan Deemterプロットで、HETP(理論段相当高さ)が小さいほど分離性能が高いことを表し、HETPが最小となるカラム流量が最適な線速度となります。



キャリアガス選択時の注意点～分離パターンの比較～

キャリアガスをヘリウムから水素または窒素へ変更した場合のクロマトグラムへの影響について、下記にキャピラリーFIDの同条件による有機溶剤の分析例をご紹介します。

カラム流量(圧力)については、キャリアガス種類の線速度が合うように調整しています。



Conditions

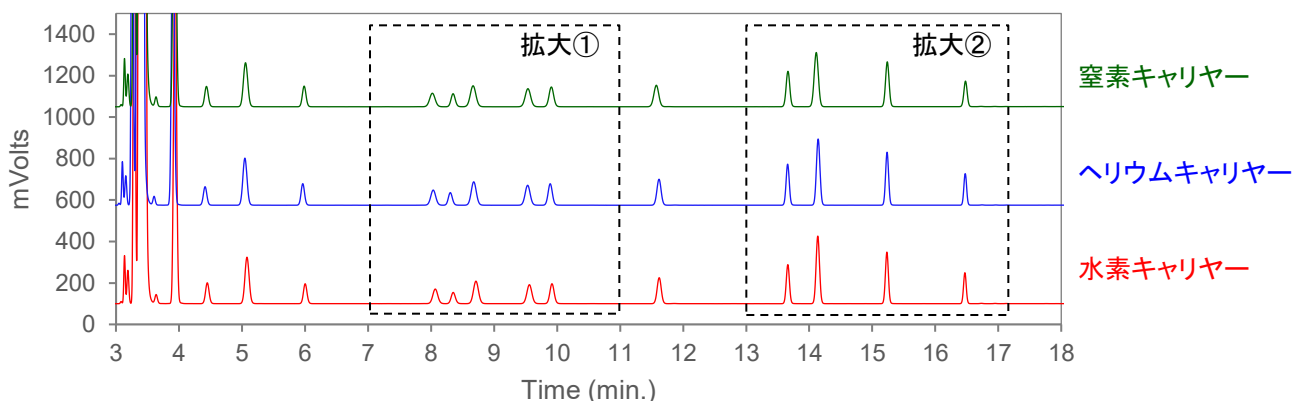
System: GC4000 PlusH type-C
 Column: InertCap WAX
 0.32 mmI.D. × 60 m df = 1.0 μm
 Col.Temp.: 55 °C (9 min hold) – 10 °C/min – 180 °C (0 min hold)
 Carrier Gas: N₂ (緑線), He (青線), H₂ (赤線)
 each 38 cm/s (カラム初期温度設定時)
 Detection: FID Auto Range, 200 °C
 Injection: Split 10:1, 200 °C
 Sample Size: 1.0 μL

Analyte

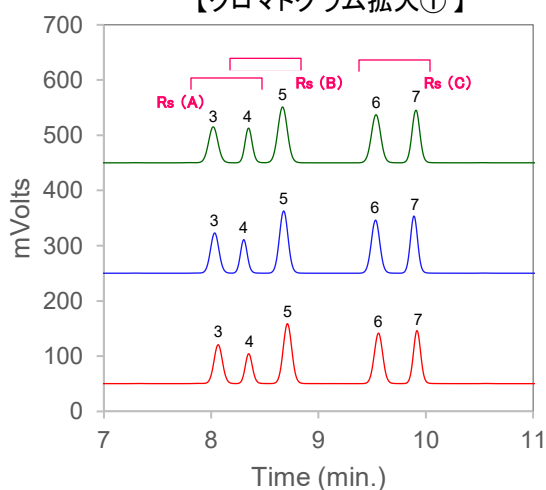
1. Methylcyclohexane
 2. Acetone
 3. Ethyl acetate
 4. Methanol
 5. 2-Butanone (MEK)
 6. 2-Propanol (IPA)
 7. Ethanol
 8. n-Propyl acetate
 9. 1-Propanol
 10. Toluene
 11. 2-Methyl-1-propanol
 12. 1-Methoxy-2-propanol
 (each 0.1 % in n-Hexane)

キャリアガス選択時の注意点～ピーク形状、分離度の比較～

前述の溶剤分析例は、キャリアガスをヘリウムから水素または窒素へ変更しても、分離パターンや検出感度に大きな差は見られませんが、オープン昇温プログラム実行時は温度上昇とともに線速度が減少しますので、前述の通り最適線速度域がキャリアガス種類で異なることから、窒素キャリアは特に高沸点側の成分でピーク形状や分離度に差が見られました。一方で水素キャリアは、昇温に伴う線速度の影響を受けにくいため、ヘリウムキャリアに近い分離パターンを示しました。



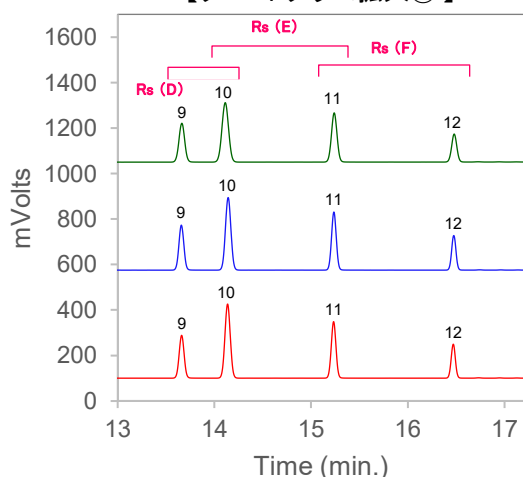
【クロマトグラム拡大①】



【ピーク分離度の比較】

	キャリアガス種類		
	窒素	ヘリウム	水素
Rs (A)	2.25	1.98	2.05
Rs (B)	2.13	2.70	2.56
Rs (C)	5.17	5.57	5.56
Rs (D)	3.73	4.74	4.73
Rs (E)	9.50	10.9	11.1
Rs (F)	11.9	14.0	14.2

【クロマトグラム拡大②】



【ピーク高さの比較】

	キャリアガス種類		
	窒素	ヘリウム	水素
PEAK 3	89.4 %	100 %	96.8 %
PEAK 4	103 %	100 %	89.1 %
PEAK 5	89.7 %	100 %	96.3 %
PEAK 6	90.6 %	100 %	95.1 %
PEAK 7	92.0 %	100 %	92.7 %
PEAK 9	86.4 %	100 %	95.2 %
PEAK 10	81.9 %	100 %	102 %
PEAK 11	84.7 %	100 %	97.3 %
PEAK 12	81.0 %	100 %	98.2 %

関連装置のご紹介

<水素キャリアー用安全キット HD267>

水素キャリアー用安全キットHD267 は、理研計器社製水素検知器 GD 70D と組み合わせて使用します。

GCオープン内の水素濃度を監視し、水素リークが発生した際に供給ガスを安全ガスに切り換えることで、事故を未然に防ぎます。

【特長(※)】

- ✓ オープン内の雰囲気を吸引して水素濃度を常時監視
- ✓ 警報出力ポートを搭載しており、水素発生器や他社GCなど周辺機器への連動が可能

※：別途、理研計器社製水素検知器 GD-70D が必要となります。



GD-70Dとの組み合わせ

品名	Cat.No.	価格
水素キャリアー用安全キット HD267	2701-23100	190,000

<水素ガス発生装置 Precision Hydrogen SL (ピークサイエンティフィック社製)>

水素ガス発生装置 Precision Hydrogen SL は、高純度(99.9995 %)の水素ガスをGCへ提供可能です。

GC4000 PlusH および各種ガス精製フィルターと組み合わせることで、FID燃料ガスだけでなくキャリアーガスとしても使用可能です。

【特長】

- ✓ 2モデル構成 100 cc/min および200 cc/min
- ✓ 高純度(99.9995 %)の水素ガスを提供
- ✓ ワンボタン操作で起動および停止
- ✓ 簡単な保守操作
- ✓ 自動注水または加圧注水オプション
- ✓ フェールセーフ自動停止機能
- ✓ 包括的な2年間保証



※：ブラックモデルまたはホワイトモデルを選べますが、操作や機能の違いはありません。

