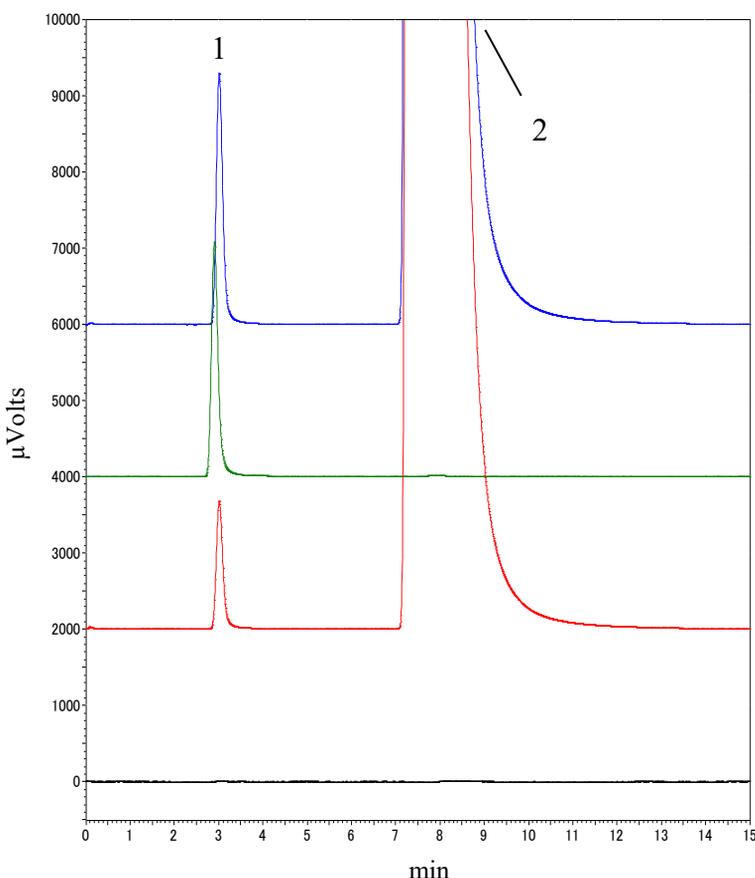


GC3210Hは熱伝導度検出器 (TCD) を搭載した、水素キャリアーガス対応のパックドカラム専用ガスクロマトグラフです。ヘリウムガス高騰を受けて、安価で供給が安定している水素をキャリアーガスに使用したガスクロマトグラフィーが近年注目されています。今回はGC3210Hを使用し、キャリアーガスに水素が指定されている医薬部外品原料規格2021 窒素の定量法を参考にした分析を行ったところ、良好な分析結果が得られましたので、ご報告いたします。

分析例

＜クロマトグラム＞ 試験法条件に従って分析を行いました。サンプルガスの組成とクロマトグラムは以下の通りです。



GC Conditions

System	: GC3210H Type G
Sampler	: GS-231
Column	: Molecular Sieve 5A 30/60 SUS 4.0 mm O.D. × 3.0 mm I.D. × 3 m
Col.Temp.	: 30 °C
Carrier Gas	: H ₂ 35 kPa
Detector	: TCD 120 mA, Low 100 °C
Sample Loop Size	: 1 mL

Analyte

1. Oxygen (O₂)
2. Nitrogen (N₂)

クロマトグラム青線

Resolution (1,2) : 5.7

ガス名	クロマトグラム	サンプル組成		
		水素	酸素	窒素
カラムの選定に使用する標準ガス	青線	-	1%	99%
標準混合ガス	緑線	99%	1%	-
検体ガス	赤線	-	0.5%	99.5%
ブランクガス	黒線	100%	-	-

＜試験の再現性＞ 標準混合ガスの酸素ピーク面積の相対標準偏差が2.0 %以下であることを確認しました。(n=5)

成分名	面積値					相対標準偏差
	n=1	n=2	n=3	n=4	n=5	
酸素	32123	31923	32266	32343	32315	0.54 %

＜検体ガスの窒素濃度＞ 標準混合ガスと検体ガスの酸素のピーク面積値から検体ガスの窒素濃度を算出しました。計算式は以下の通りです。

$$\text{窒素 (N}_2\text{) の量 (v/v\%)} = 100 - \frac{A_t}{A_s}$$

A_t : 検体ガスの酸素ピークの面積値
 A_s : 標準混合ガスの酸素ピークの面積値

成分名	面積値				相対標準偏差	窒素濃度定量値
	n=1	n=2	n=3	平均値		
酸素	17459	17317	17524	17433	0.61 %	-
窒素	3820545	3838215	3853879	3837546	0.43 %	99.5 %

※ A_t は検体ガスの酸素ピーク面積の平均値 (n=3)、 A_s は標準混合ガスの酸素ピーク面積の平均値 (n=5) を使用した。

分析に使用した製品

- ▶ TCD搭載シンプルガスクロマトグラフ GC3210H パックドカラム専用のTCD搭載型クロマトグラフです。充填カラムの組み合わせによって、無機ガスから有機成分まで幅広い分析が可能になります。



【特長】

- ・ 水素キャリアーガス対応のガスクロマトグラフ
- ・ オープン背面扉（フラップ）を搭載したことで、室温付近の温度制御可能
 (※ 本データ取得時の室温: 20 °C、温度制御 推奨値: 室温 + 15 °C ~ 350 °C)
- ・ タッチパネルにより操作性が向上、ステータス確認も容易

- ▶ 水素キャリアー用安全キット



GD-700との組み合わせ

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自動的にキャリアーガスを安全ガスに切り換え、事故を未然に防ぎます。

※ 別途、理研計器性水素検知器 GD-70が必要となります。

- ▶ パックドカラム

Molecular Sieve 5A 30/60
 ステンレス製 4.0 mm O.D. × 3.0 mm I.D. × 3 m



弊社では、豊富なラインナップの充填剤だけでなく、予め充填剤を充填した状態のパックドカラムも販売しております。ご注文の際は、最寄りの弊社支店・営業所までご連絡ください。

- ▶ 手動ガスサンプラー GS-231



ガスクロマトグラフのキャリアーガス流路に接続することで、一定量のガス体試料を再現性良く繰り返しカラムに導入できます。また、GC注入口からサンプルガスを注入する場合と比較して、サンプル注入時に雰囲気空気の影響を減らすことができるため、無機ガス分析におすすめです。

サンプルガス調製方法

試験法を参考に以下の方法でサンプルガスを調整しました。

<検体ガス> プッシュ缶タイプ標準ガスを使用した。

<カラムの選定に使用する標準ガス>

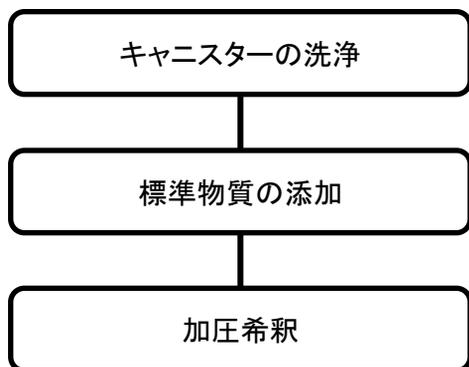


キャニスタークリーニング装置 (CC2180) を使用して6 Lのキャニスター内部を洗浄し、窒素ガスを1気圧まで充填した。

プッシュ缶タイプ標準ガスからガスタイトシリンジで酸素120 mLを採取し、キャニスターに注入した。

CC2180を使用し、酸素濃度が1%になるよう、2気圧まで加圧希釈した。

<標準混合ガス>



CC2180を使用して6 Lのキャニスター内部を洗浄して真空状態にした後、手動圧希釈装置でキャニスターに水素ガスを1気圧まで充填した。

プッシュ缶タイプ標準ガスからガスタイトシリンジで酸素120 mLを採取し、キャニスターに注入した。

手動圧希釈装置を使用し、酸素濃度が1%になるよう2気圧まで加圧希釈した。

▶ プッシュ缶タイプ標準ガス / カスタムメイド プッシュ缶タイプ混合ガス



高純度ガスボンベなど親容器から低圧でガスを充填した製品で、高圧ガス保安法の規制を受けません。そのため、手軽に標準ガスや混合ガスを取扱うことができます。

また、お客様の目的に沿った混合ガスをプッシュ缶に充填し、製作することも可能です。ご注文の際は、最寄りの弊社支店・営業所までご相談ください。

※ ガスの成分組成により混合の可否があり、酸素成分・水素ベースの混合ガスは製造できません。

▶ キャニスタークリーニング装置 CC2180



希釈機能を備えたキャニスター洗浄装置です。キャニスター用の洗浄ラインと加圧希釈用のラインが独立しているので、希釈用ラインの汚染が抑えられるメリットがあります。

▶ 手動圧希釈装置 MAPD-2160 / MPDD-2150



容量比混合を用いて標準ガスを調整するための圧力ゲージユニットです。キャニスターに手動圧希釈装置を取り付けるだけで、希釈ガスを調整することができます。

試験法内容 抜粋

<操作条件>

カラム	: 内径3 mm, 長さ3 mの管に 250 ~ 350 μmのガスクロマトグラフィー用ゼオライト (孔径0.5 μm) を充填する。
カラム温度	: 30°C付近の一定温度
キャリアーガス	: 水素
流量	: 酸素の保持時間が約3分になるように流量を調整する。
カラムの選定	: 混合ガス調整器に酸素1.0 mLをとり, 本品を加えて100 mLとし, よく混合する。 その1.0 mLにつき, 上記の条件で操作するとき, 酸素, 本品の順に流出し, それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。
試験の再現性	: 上記の条件で, 標準混合ガスにつき, 試験を5回繰り返すとき, 酸素のピーク面積の相対標準偏差は2.0 %以下である。

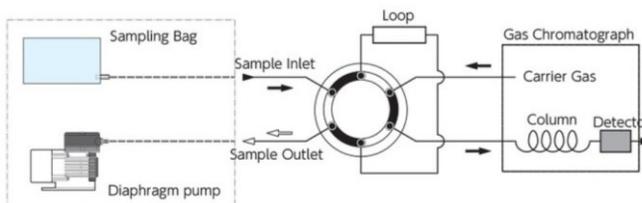
<標準混合ガス調製方法>

混合ガス調製器に酸素1.0 mLを採取し, キャリヤーガスを加えて全量を正確に100 mLとし, よく混合して標準混合ガスとする。

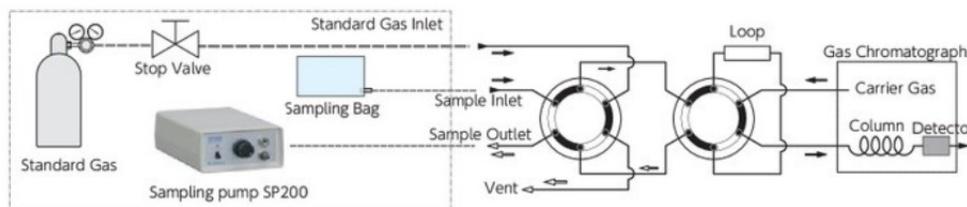
周辺装置、便利ツールのご提案

ジーエルサイエンスではお客様の分析業務を効率化するための周辺装置や便利ツールをご用意しております。今回はその一例をご紹介します。

▶ 自動ガスサンプラー GS5100S / GS5100D / GS5100M



GS5100Sの流路図例



GS5100Dの流路図例

室温で導入可能なガスサンプルを一定時間毎にガスクロマトグラフへ繰り返し導入します。標準タイプ: GS5100S、加圧ラインからのサンプリングが可能な均圧機能付きタイプ: GS5100D、8つのラインが接続可能なマルチガスサンプラータイプ: GS5100Mの3タイプをご用意しております。

こちらも手動ガスサンプラーと同様に、雰囲気空気の影響を減らすことが可能です。



支える、あらゆる分析を。

ジーエルサイエンス株式会社

〒163-1130 東京都新宿区西新宿6-22-1 新宿スクエアタワー30F

TEL.03-5323-6611 FAX.03-5323-6622

<https://www.gls.co.jp>

製品・技術に関するご相談

カスタマーサポートセンター

TEL.04-2934-1100

受付時間: 9:00 ~ 12:00 13:00 ~ 17:00

(土・日・祝日・弊社休日を除く)

お問い合わせフォーム



- 各試験法は、変更される場合がありますので、分析をご検討される前に確認されることをお勧めいたします。
- データに起因し、直接的または間接的に生じたいかなる損害に対しても、当社が責任を負うものではありません。また、記載事項につきましては、予告無しに改訂する場合がありますので、あらかじめご了承ください。
- 本資料に掲載している製品をご使用の際は、必ず「取扱説明書」をよくお読みの方え、正しくお使いください。