



ガスクロマトグラフィーおよび 化学発光窒素検出器による エチレン中の微量アンモニアの分析

アプリケーションノート

エネルギーと化学、ポリマー

著者

Kelly Beard
Agilent Technologies, Inc.

概要

キャピラリーガスガスクロマトグラフィー (GC) と化学発光窒素検出器によるエチレン中の微量アンモニアの分析用に、ガスクロマトグラフィーメソッドを開発しました。このメソッドを用いて、ppbv から ppmv の範囲でアンモニアの濃度を測定しました。アンモニアに関連する反応性の問題があるため、考察では低濃度の直線性と精度について取り上げます。



Agilent Technologies

はじめに

エチレン中の微量のアンモニアの測定は、ポリマーやその他の石油ベースの化学製品の製造において重要です。この業界で求められる ppmv 以下の検出下限を得るには、化学発光窒素検出器 (NCD) を用いる必要があります。これまで、NCD では高濃度の炭化水素マトリックスが原因で、内部の触媒チューブでコーキングが発生し、時間が経過すると、検出器のレスポンスが低下していました。そのため、複雑なバルブ構成によって、炭化水素マトリックスが検出器に到達しないように炭化水素マトリックスを排出するか、触媒チューブをデコーキングするため検出器への酸化剤ガスを増やす必要がありました。Agilent 8255 化学発光窒素検出器 (NCD) は電子圧力制御 (EPC) を使用するため、複雑なバルブシステムを用いずに酸素の流量調整とデコーキングを自動で行えます。本アプリケーションノートでは、軽質炭化水素中の低 ppbv レベルのアンモニアガスを分析する迅速かつシンプルな GC 構成について説明します。

実験方法

Agilent 8255 NCD を搭載した Agilent 7890B GC と 6 ポートガスサンプルバルブで構成された機器を使用しました。ガスサンプルバルブには、メガボアカラム (部品番号 CP8590、Select Low Ammonia) に直接注入される 1 mL のサンプルループが使用されています。配管はすべてステンレス製で、Agilent UltiMetal Plus による不活性化処理が施されています。機器コントロール、データ取り込み、データ解析には、Agilent OpenLab CDS データシステムを使用しました。

アンモニア分析の最初の手順として、サンプルループを標準またはサンプルでパージしま

した。サンプル導入パージ後、6 ポートガスサンプルバルブ (バルブ 1) をオンにし、サンプルを注入しました。0.25 分後、バルブ 1 をオフにしました。分析の間、酸素流量は最大流量 30 mL/min を維持するように設定しました。高流量の酸素により、炭化水素マトリックスが検出器を通過する際の触媒のコーキングが抑えられます。アンモニアが検出器に溶出する直前に、酸素流量を自動的に 4 mL/min に設定しました。これにより、最適な流量条件でアンモニアを分析できました。アンモニアの溶出後、酸素は再び高流量 (30 mL/min) に設定され、コーキングの発生を抑えることができました。図 1 に、クロマトグラム例を示します。

クロマトグラフィー条件

温度	
バルブ/バルブボックス	125 °C
カラムオープン	100 °C (0.25 分ホールド)、25 °C/min で 150 °C まで昇温 (2.75 分ホールド)
NCD ベース	200 °C
NCD バーナー	900 °C
流量	
カラム 1	10 mL/min
NCD 酸素流量	30 mL/min
NCD 水素流量	オフ
バルブタイミング	
バルブ 1 (6 ポート)	0.01 分でオン、0.25 分でオフ

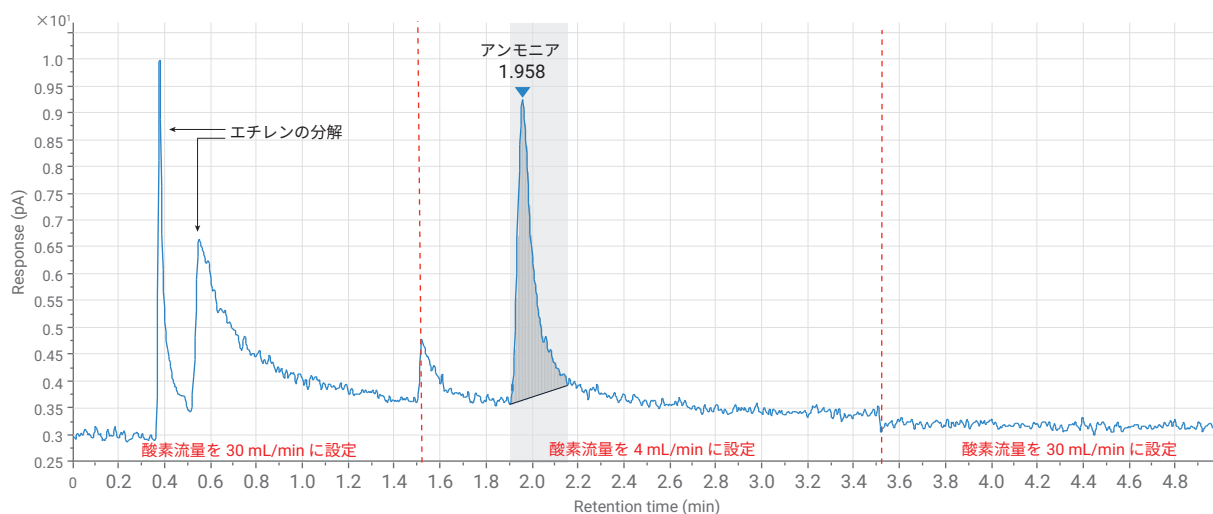


図 1. クロマトグラム例、50 ppbv アンモニア

結果と考察

直線性

R² 値を得るため、オリジナルに添加することで得た異なる 4 つの濃度を分析することにより、微量のアンモニアの直線性を調べました。図 2 に結果を示します。分析の結果、R² 値はオリジナルを含め 50 から 400 ppbv の濃度で 0.999 でした。エチレンガス標準中 500 ppbv のアンモニアとダイナミック希釈システムを使用して、さまざまな濃度レベルのガスを生成しました。

精度

精度は 50 ppbv 標準の 6 回繰り返し分析によって調べ、相対標準偏差 (RSD) を求めました。RSD は 2.73 % でした。図 3 に結果を示します。

結論

Agilent 8255 NCD を取り付けした Agilent 7890B GC により、軽質炭化水素中の微量のアンモニアをシンプルかつ高速に分析できました。NCD の酸素流量の自動変更により、アンモニアの反応が最適化され、検出器でのマトリックスの悪影響が低減されました。この手法によってメンテナンスを低減できるため、時間が経過してもシステム稼働時間が維持されます。また、化学業界で求められる感度、再現性、直線性が得られます。レギュレータやフィッティングを含む、あらゆる UltiMetal Plus サンプルチューブを使用すれば、性能の向上を達成できます。

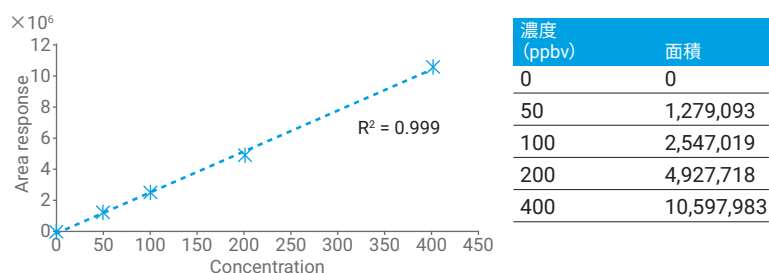


図 2. アンモニアの直線性

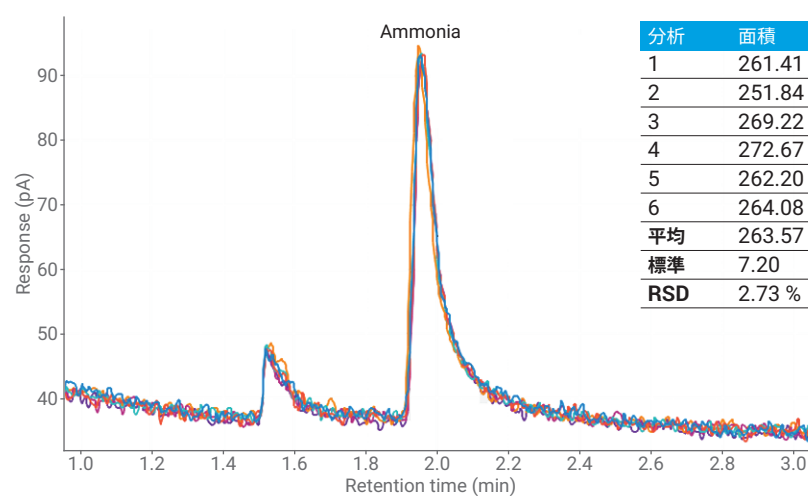


図 3. 精度: アンモニア 50 ppbv

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンター

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、
医薬品医療機器等法に基づく登録を行っていません。
本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに
変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2017
Printed in Japan, May 5, 2017
5991-8061JAJP



Agilent Technologies