

## Agilent 8860 GC を用いた 代替キャリアガスによるガス中の水分分析



### Authors

太田瀬 亮

アジレント・テクノロジー  
株式会社

上田 透

金陵電機株式会社

### 要旨

Agilent 8860 GC によりガス中の水 ( $\text{H}_2\text{O}$ ) の分析を行いました。ヘリウムの代替キャリアガスである窒素をキャリアガスとして採用し、熱伝導度検出器 (TCD) により 10ppm の  $\text{H}_2\text{O}$  が検出可能であること、0~100ppm の範囲において直線性が非常に良好であることが確認できました。

Key word : 8860、TCD、水、ガス、代替キャリアガス、窒素

## 1. はじめに

化学製品、工業製品中に含まれる水分はその性能を劣化させる恐れがあり、水分量を適切に測定する手法が必要とされています。水分量を測定する代表的な手法としてはカールフィッシャー法、FTIR、鏡面冷却式露点計、静電容量式センサ、ガスクロマトグラフィー（GC）などがあり、対応するサンプル形態や測定可能濃度範囲に合わせて測定法を選択します。

GCを用いてH<sub>2</sub>Oを分析する場合、TCD、パルス放電ヘリウムイオン化検出器（PDHID）、質量分析計（MS）などが検出器として使用されます。適切な前処理装置を用いることでサンプル形態として固体、液体、ガス中に含まれるH<sub>2</sub>Oの分析が可能です。また、カラムにより検出に干渉を及ぼす恐れのある夾雑成分を分離することが可能です。

ガス中のH<sub>2</sub>Oの分析において課題となるのは標準試料とサンプリングです。H<sub>2</sub>Oは大気中に多量に存在し、物質表面に吸着しやすい性質を示し、高圧ガス容器内部やガス配管に容易に吸着する可能性があります。そのためppm以下のような微量濃度域における標準試料の調製、サンプリングには高度な技術が必要となり、一般的なGCシステムで分析を行うことは困難な場合があります。

本アプリケーションノートでは高圧ポンペに充填されたH<sub>2</sub>O標準ガスを用いて、一般的なGCシステムにより10ppm以上の濃度域を対象としたガス中のH<sub>2</sub>Oの分析を行いました。また、ヘリウム（He）の代替キャリアガスである窒素（N<sub>2</sub>）をキャリアガスとして採用しました。

## 2. 分析条件

本システムの概略図を図1に示しました。また、分析条件は下記となります。

装置：Agilent 8860 GC  
サンプルループサイズ：1.0 mL  
バルブオープン温度：60 °C  
キャリアガス：窒素（N<sub>2</sub>）  
注入口：スプリット/スプリットレス注入口  
注入モード：スプリット（5:1）  
カラム：DB-WAX UI (30m, 0.53mm, 1µm)  
カラム流量：4.74 mL/min (35 cm/sec)  
オープン温度：50 °C (1min) - 15 °C/min - 180 °C (0 min)  
検出器温度：200 °C (TCD)  
リファレンスガス流量：20 mL/min  
メイクアップガス流量：5 mL/min

試料は注入口の上流に取り付けた6ポートガスサンプリングバルブを用いて1 mL導入しました。また、検出器はTCDを使用しました。

サンプルとして10ppm H<sub>2</sub>O標準ガス（ベースガスN<sub>2</sub>）、100ppm H<sub>2</sub>O標準ガス（ベースガスN<sub>2</sub>）の2種類のガスを用いて検討を行いました。

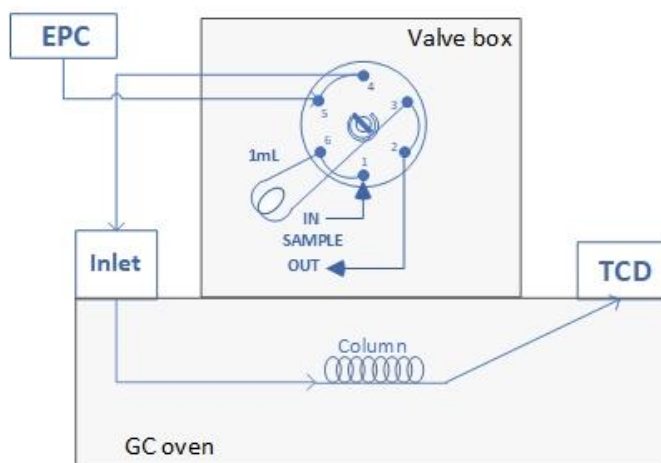


図1 システムの概略図

## 3. 結果

図2に10ppm標準ガスによるH<sub>2</sub>Oのピークを示しました。また、図3には10ppm、100ppm標準ガスのクロマトグラムを示しました。図2に示したピークのSN比は6.75（4.0-4.2min, ピークtoピークノイズ）と算出され、本分析条件において10ppmのH<sub>2</sub>Oを十分に検出できていることが分かります。

図4には両標準ガスの分析結果より作成した検量線（原点を含む）を示しました。直線性として非常に良好な結果が得られ、10, 100ppm H<sub>2</sub>Oのピーク面積値についても約10倍となっていることが確認できました。

TCDの原理上、キャリアガスと対象化合物の熱伝導度差が大きくなる程、より高感度に分析が可能となります。対象化合物がH<sub>2</sub>Oの場合、キャリアガスとしてHeを採用した方がN<sub>2</sub>の場合よりも感度的には有利となります。参考データとして、同分析条件においてキャリアガスをHeとして10ppm標準ガスを分析した結果をクロマトグラムとして図5に示しました。SN比は29.21（4.0-4.2min, ピークtoピークノイズ）となり、より高感度に検出可能であることが分かります。

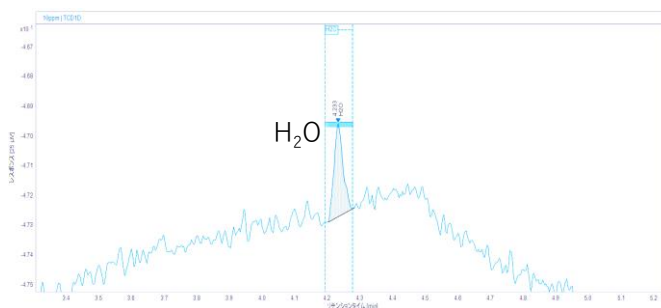


図2 10ppm H<sub>2</sub>O のピーク

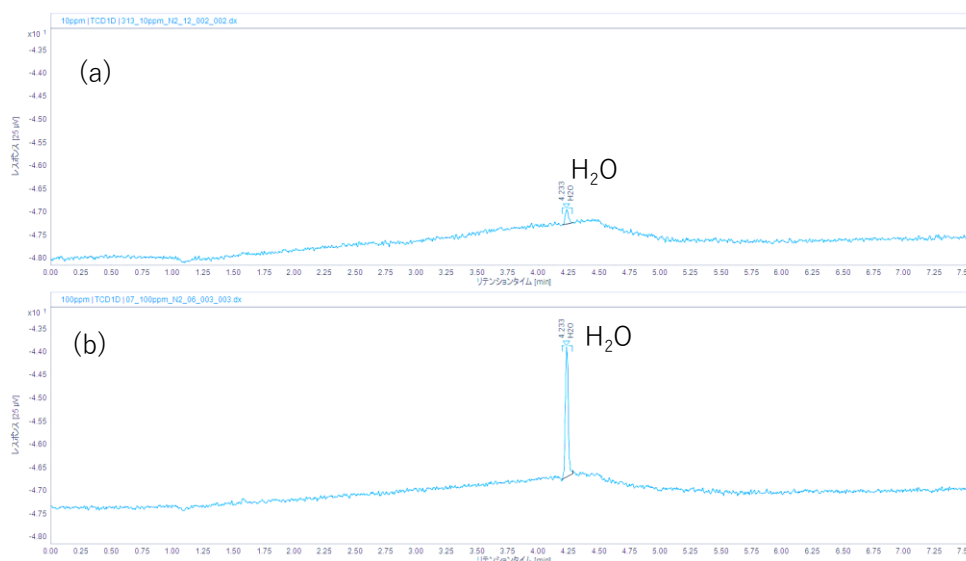


図3 (a)10ppm 標準ガス, (b)100ppm 標準ガスのクロマトグラム

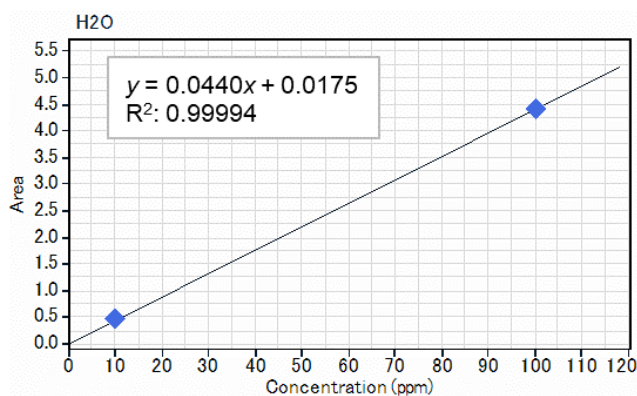


図4 10ppm, 100ppm 標準ガスによる検量線

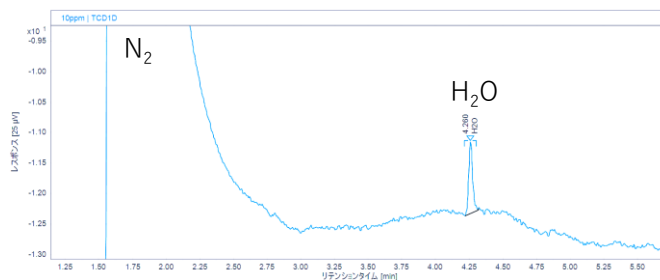


図5 (参考) He キャリアガスによる 10ppm 標準ガスのクロマトグラム

## 4. まとめ

Agilent 8860 GCによりガス中のH<sub>2</sub>Oの分析を行いました。N<sub>2</sub>をキャリアガスとし、TCDにより10ppmのH<sub>2</sub>Oが検出可能であること、0~100ppmの範囲において直線性が非常に良好であることが確認できました。

本アプリケーションノートではHeの代替キャリアガスであるN<sub>2</sub>を採用しましたが、感度を重視する分析の場合には、TCDの原理上、キャリアガスとしてHeもしくは水素(H<sub>2</sub>)が推奨されます。

また、サンプルガス中の夾雑成分によってはH<sub>2</sub>Oのピークに干渉する恐れがありますので、ご検討の際は弊社までご相談ください。

ホームページ

[www.agilent.com/chem/jp](http://www.agilent.com/chem/jp)

カスタマコンタクトセンタ

0120-477-111

[email\\_japan@agilent.com](mailto: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おりません。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. 2020

Printed in Japan, July 31, 2020

GC-2020070S-001

DE44316.9482175926