

Agilent 7820A GC バルブシステム による 永久ガスおよび軽質炭化水素の分析

アプリケーションノート

HPI

著者

Xiaohua Li
Agilent Technologies (Shanghai) Co.,
Ltd.
412 Ying Lun Road
Waigaoqiao Free Trade Zone
Shanghai 200131 P.R.China

Zhenxi Guan
Agilent Technologies Co., Ltd.
No.3, Wang Jing Bei Lu, Chao Yang
District, Beijing, China,100102

要旨

- Agilent 7820A GC バルブシステムは、永久ガスおよび軽質炭化水素分析に適した、低コストでパワフルな分析装置です。
- 電子式圧力/流量制御 (EPC) により、操作性がよく、リテンションタイムやピーク面積の両方で優れた再現性が得られます。
- 本アプリケーションノートは、天然ガス、石油ガス、合成ガス、精製ガス、水性ガス、高炉ガス、煙道ガスなどの分析にも応用可能です。

概要

永久ガスおよび軽質炭化水素を分析するための経済的な新しいソリューションを紹介します。3個のバルブと、炎イオン化検出器 (FID)、熱伝導度検出器 (TCD) を搭載した Agilent 7820A ガスクロマトグラフを用いて、永久ガスおよび軽質炭化水素を分析しました。パックドカラムを用いた TCD チャンネルでは、 H_2 、 CO_2 、 O_2 、 N_2 、 CH_4 、 CO を測定しました。キャピラリカラム (Al_2O_3 PLOT: 50 m × 0.53 mm) を用いて、 CH_4 を含むすべての炭化水素 ($C1\sim C6$) を測定しました。



Agilent Technologies

はじめに

永久ガスおよび軽質炭化水素の分析は、石油化学、化学、エネルギーなどの業界で広く行われています。O₂、N₂、CH₄、CO、CO₂などの永久ガスは、天然ガス、石油ガス、合成ガス、精製ガス、水性ガス、高炉ガス、煙道ガスなどの分析における一般的な分析対象化合物です。石油、化学、エネルギーなどの産業プロセスでは、これらの永久ガス濃度を把握することが重要となります。3バルブを搭載した 7820A システムは、この種のサンプルの分析において、パワフルで使いやすい装置です。

本資料では、永久ガスおよび軽質炭化水素分析における一般的な 7820A バルブシステムのアプリケーションを紹介します。

実験手法

7820A システムでは、6 ポートガスサンプリングバルブ、バックフラッシュ用 10 ポートガスサンプリングバルブ、および 6 ポートカラムアイソレーションバルブの 3 つのバルブを使用しました。図 1 にバルブ略図とカラム構成を示しています。通常、バルブのサンプルループは、同時デュアルチャンネル注入を可能にするために、直列に接続します。バルブのコントロールには EZChrom Elite Compact ソフトウェアを使用しました。表 1 と 2 に分析条件とバルブタイムイベントを示しています。

本アプリケーションでは、混合標準ガス (Jiliang Standard Gas Inc., 上海) を使用しました。成分と濃度を表 3 に記載しています。

表 1. ガスクロマトグラフ分析条件

サンプルループサイズ	0.25 mL
FID チャンネル流量	5 mL/min
FID 温度	300 °C
FID チャンネルキャリアガス	N ₂
キャピラリ注入口温度	200 °C
スプリット比	25:1
TCD チャンネル流量	30 mL/min
TCD 温度	250 °C
TCD チャンネルキャリアガス	He
バルブボックス温度	120 °C
オープンプログラム	20 °C/min で 45 °C (6 分) >180 °C (2.25 分)

表 2. タイムイベント

イベント	時間 (分)
バルブ 1 ON*	0.01
TCD ネガティブ極性 ON	0.6
TCD ネガティブ極性 OFF	1.4
バルブ 2 ON	1.7
バルブ 1 OFF*	2.5
バルブ 2 OFF	3.2

*バルブ 3 のタイムイベントはバルブ 1 と同じです。

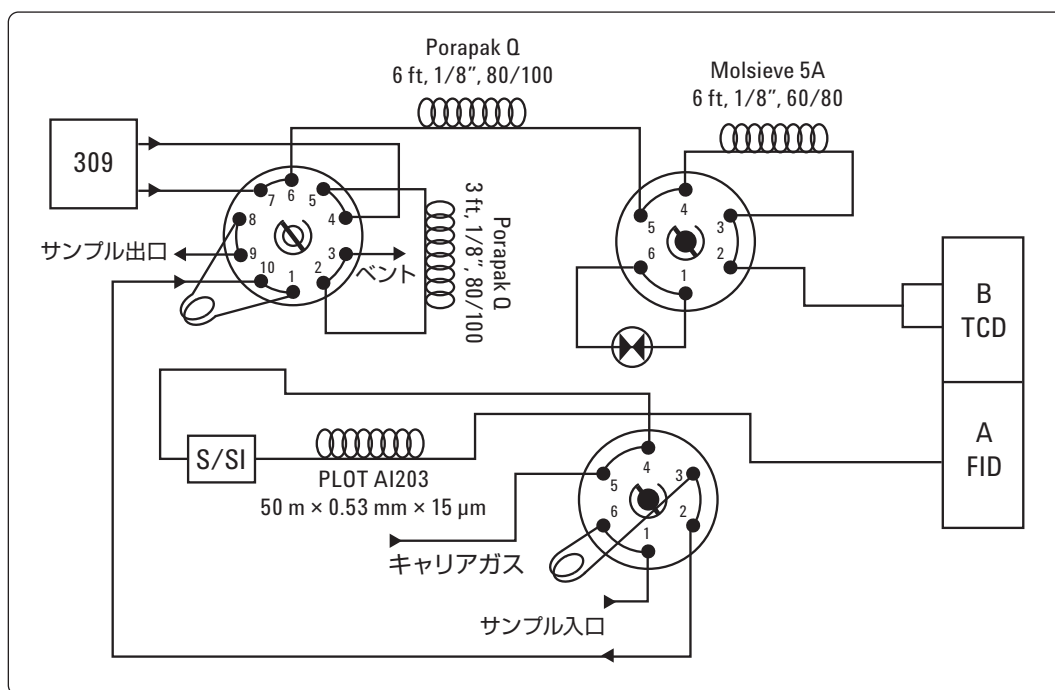


図 1. デュアルチャンネル天然ガス分析システムのバルブ略図

表 3. 標準ガスの濃度

成分	H ₂	O ₂	N ₂	CO	CO ₂	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	iC ₄	nC ₄	iC ₅	nC ₅	nC ₆
濃度 (%)	6.09	3.00	9.97	1.99	3.48	71.92	2.00	0.99	0.11	0.10	0.12	0.12	0.11

結果

クロマトグラム

標準ガスを FID および TCD チャンネルで分析したクロマトグラムを図 2 と 3 に示しています。PLOT Al₂O₃ カラムを用いて、C1～C6 の炭化水素を約 15 分で分離しました。C6 以上の炭化水素を含む天然ガスサンプルについては、オープンプログラムの最終温度を 220 °C に変更すれば、C11 までの炭化水素を溶出できます。

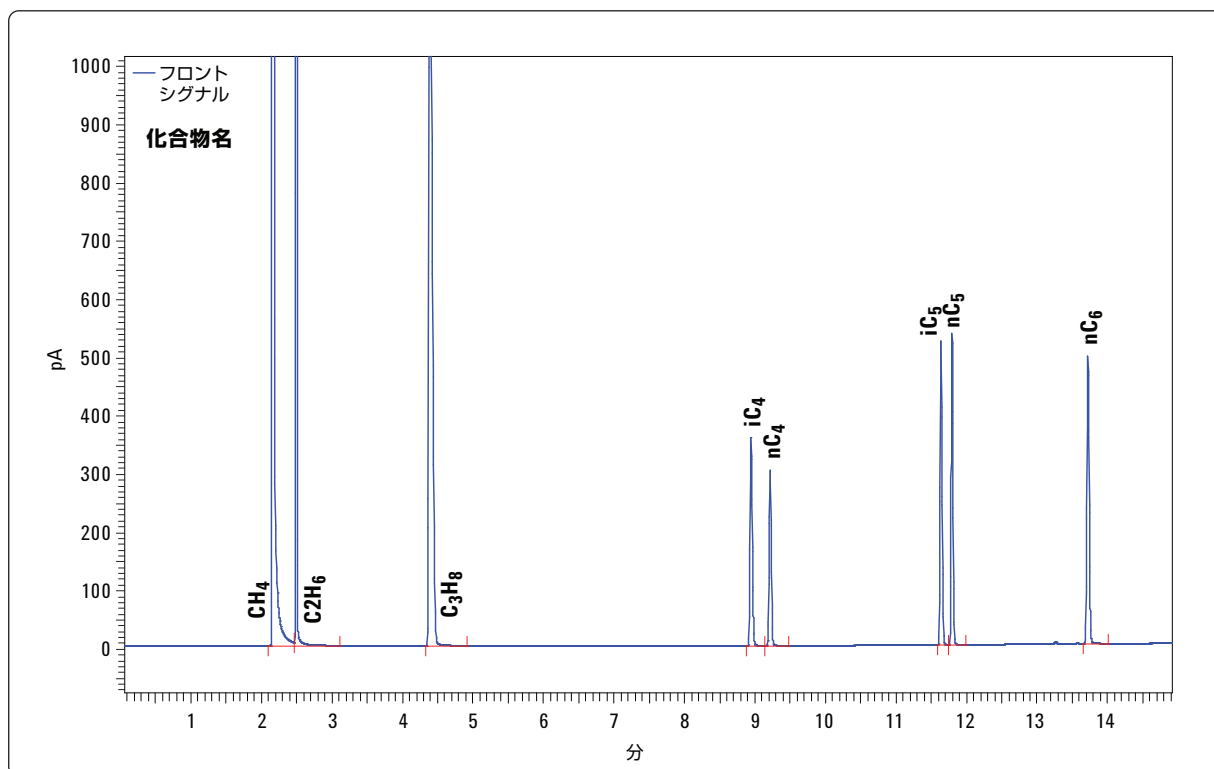


図 2. CH₄、C₂H₆、C₃H₈、iC₄、nC₄、iC₅、nC₅、nC₆ の FID チャンネルクロマトグラム

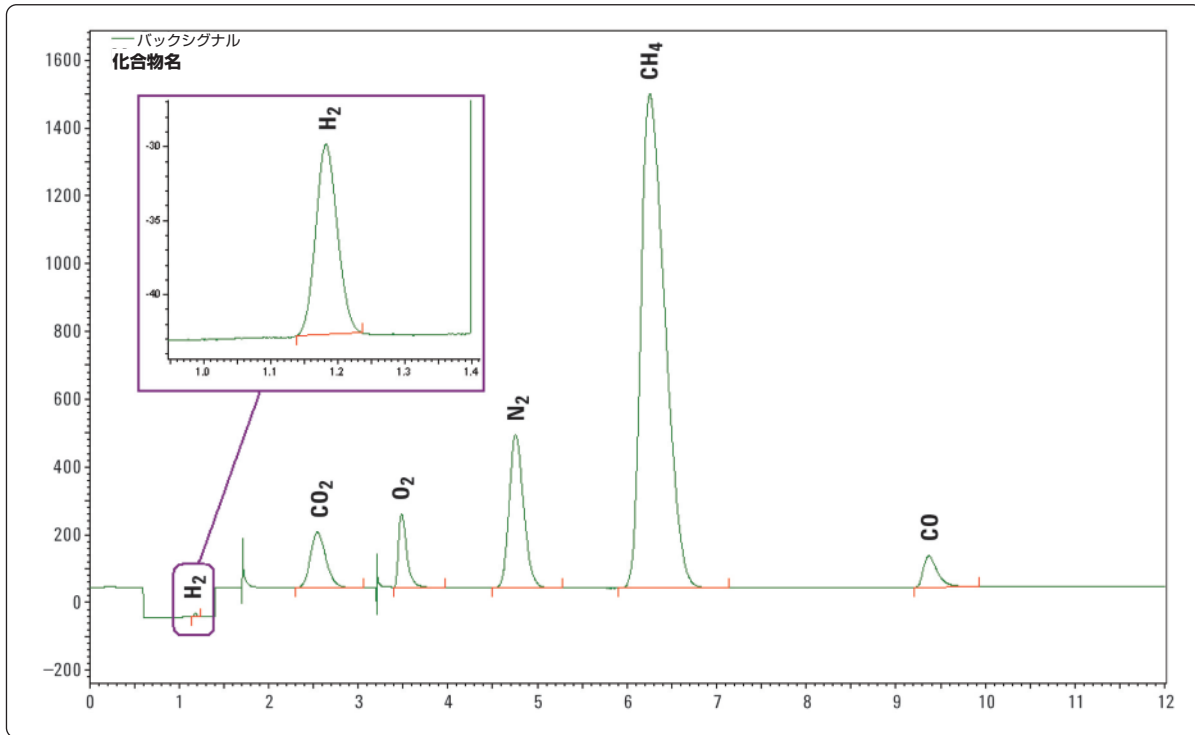


図3. H₂、O₂、CO₂、N₂、CH₄、CO の TCD チャンネルクロマトグラム

直線性

混合標準ガスを動的に希釈し、較正用に 5 種類の濃度を作成しました。各永久ガス成分の直線性分析結果を表 4 に示しています。

表4. TCD チャンネルの直線性分析結果

%	H ₂	CO ₂	O ₂	N ₂	CH ₄	CO
濃度 1	0.305	0.174	0.150	0.500	3.596	0.100
濃度 2	0.609	0.348	0.300	0.997	7.192	0.199
濃度 3	1.523	0.870	0.750	2.493	17.98	0.498
濃度 4	3.045	1.740	1.500	4.985	35.96	0.995
濃度 5	6.090	3.480	3.000	9.970	71.92	1.990
R ²	0.999	0.999	0.998	1.000	0.999	0.999

再現性

FID チャンネルでスプリット注入を用いた場合の相対標準偏差 (RSD) は、すべての炭化水素成分で 0.8 % 未満でした。この優れた RSD は、7820A のインジェクタから検出器までのすべてを電子式圧力/流量制御 (EPC) によりコントロールすることで得られたものです。TCD チャンネルの分析結果は、良好な再現性も示しています (表 5)。H₂、CO₂、O₂、N₂、CH₄、CO の成分濃度は、それぞれ 0.305 %、0.174 %、0.15 %、0.5 %、3.596 %、0.1 % でした。

表 5. TCD チャンネルの再現性

分析	H ₂	CO ₂	O ₂	N ₂	CH ₄	CO
1	10389	753601	137865	2180997	10904896	370250
2	10630	750304	142332	2191591	10947696	378184
3	10498	749748	140281	2156911	10926314	379868
4	10595	745289	139133	2168986	10822886	374996
5	10358	744909	140300	2172639	10826691	371749
RSD%	1.15	0.49	1.18	0.6	0.53	1.09

低濃度の永久ガス

7820A 3 バルブシステムで別の標準ガスボンベ (Jiliang Standard Gas Inc.、上海) を分析し、低濃度でのレスポンスと再現性を確認しました。図 4 に、低濃度の永久ガス混合物のクロマトグラムを示しています。図 5 では、5 回分析を行ったクロマトグラムを重ね書き表示しています。分析条件と各化合物の濃度は、以下のとおりです：

キャリアガス： He
 サンプルループ： 1 mL
 オープン： 20°C/min で 45 °C (6 分) >180 °C (2.25 分)
 TCD: 250 °C
 1. CO₂ 200 ppm
 2. O₂ 176 ppm
 3. N₂ バランスガス
 4. CH₄ 810 ppm
 * バルブ切り替えのシグナル

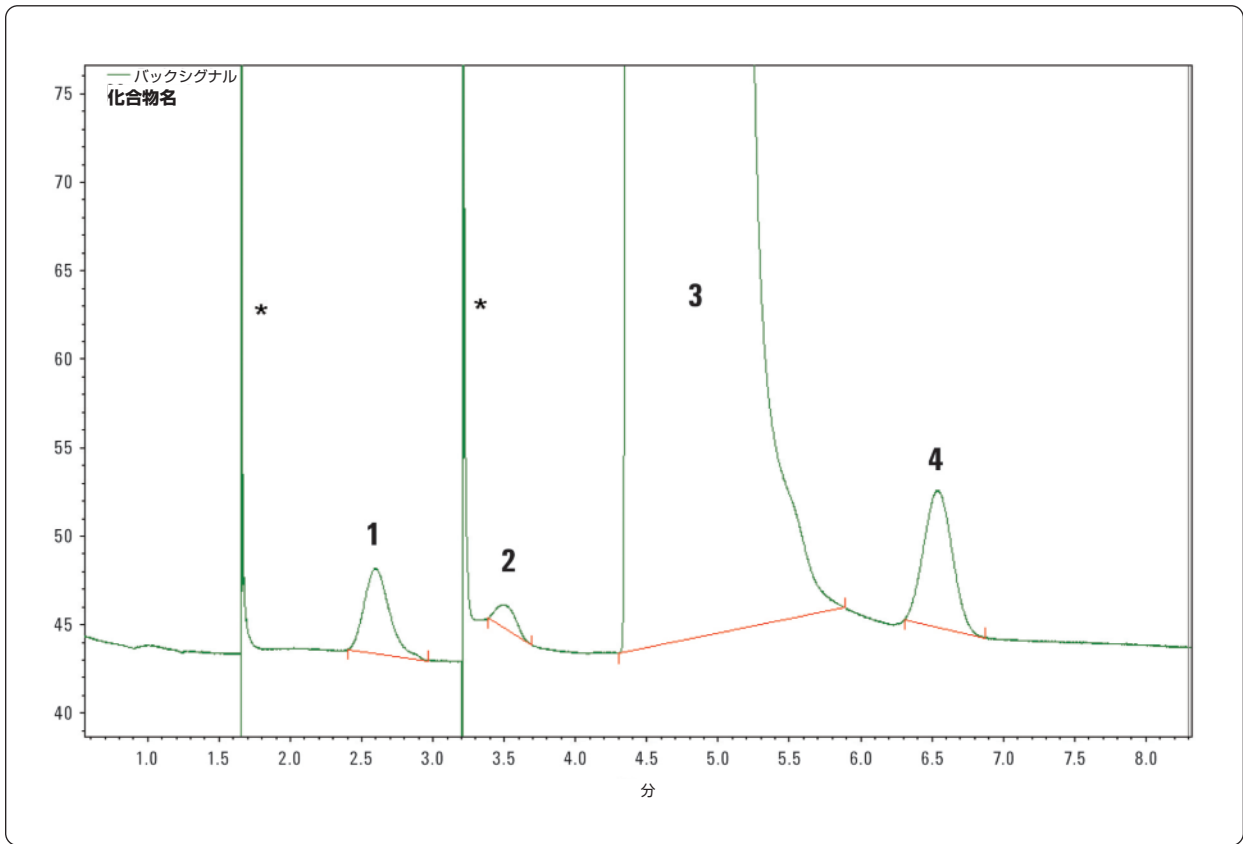


図 4. 低濃度永久ガスの混合標準ガスクロマトグラム

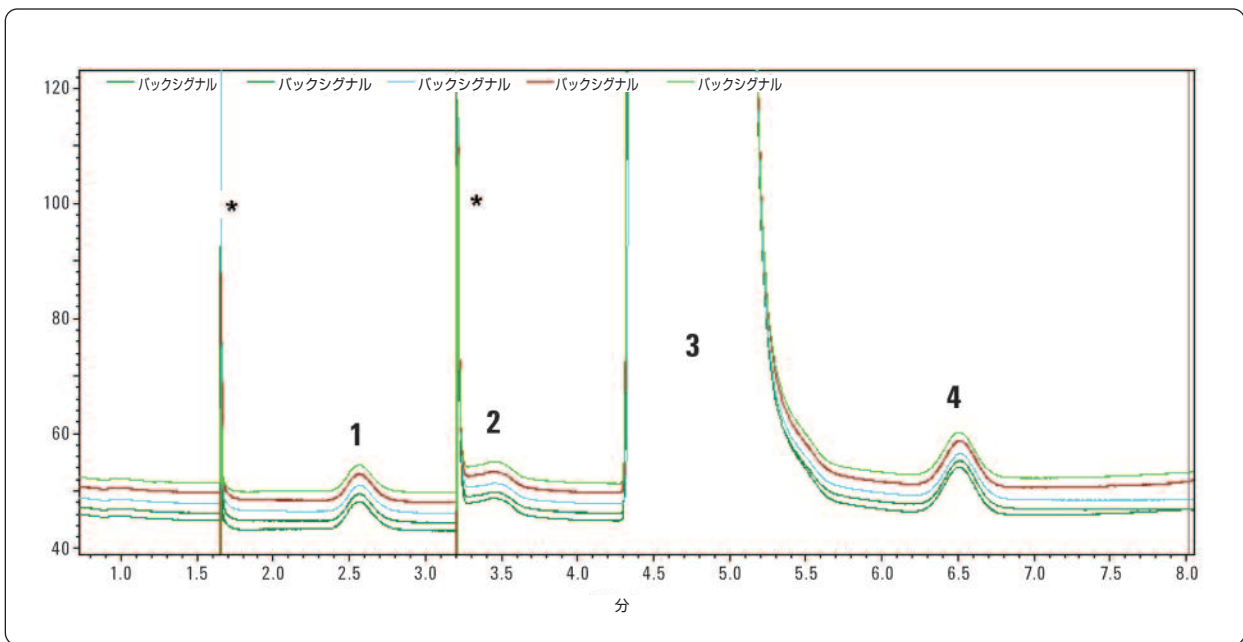


図 5. 5 回分析したクロマトグラムの重ね書き表示

詳細情報

アジレント製品とサービスの詳細については、アジレントのウェブサイト www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

www.agilent.com/chem/jp

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。

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。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本文書を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc., 2009

Printed in Japan

October 13, 2009

5990-4667JAJP



Agilent Technologies