

検出器特性を利用した同定方法 (PID,DELCD,RGD) 配布資料の説明 (テクノインター 野口)

② SRI 本社ラスベガス工場

SRI 社はガスクロだけを製造する世界唯一の米国会社で、ラスベガスに本社工場、ロスアンジェルスにセールス・サービス拠点があります。40名の社員で頑張っております。

創業者は元パーキン・エルマーの技術者で、キャピラリーカラムを用いた GC を手軽に利用する新しい考えを実現しました。

③ SRI GC の外観とオープン

その一つは熱容量が小さく、冷却ファンを備えた恒温槽で、昇温冷却繰り返し分析が迅速に行えます。SRI 社のコンセプトは安価で小型・軽量・堅牢で、装置は一体化されており、納入・サービスは専用コンテナで宅配便を利用することで、出張サービスはいたしません。

現在の GC 市場は GC-MS が主流ですが、よく考えてみると、稼働中の GC は 90% くらいが単機能の分析機として使用されています。

SRI 社は高価で操作、保守、点検が大変な MS の代わりに、多種多様な注入口・注入システムと検出器を用意しております。それらをアプリケーションに応じて組み合わせ、測定目的と対象成分・濃度範囲に合致した専用 GC として販売しています。

SRI 社が製造している注入口・システムと検出器は；

④ 注入口・システム一覧

これらは別のアタッチメントとしてではなく、GC と一体化して提供されます。

GC 分析において、試料導入法の選択が正しく行われていると、分析精度が格段に上がります。

⑤ 検出器の一覧

SRI 社製造の検出器一覧です。

日本では FID, TCD が主流ですが、海外ではアプリケーションに合わせた単機能分析計としての利用が多く、初期導入コストおよび維持費も安い、このような多種多様な検出器が一般的に使用されています。

SRI 社では安定性の高い汎用検出器と選択性検出器を用意しており、保持時間の利用の他、定性情報を確実にするために複数の検出器を併用することができます。複数の検出器の併用は、直列、並列いづれも可能です。

⑥ システム一覧

汎用 GC の他、アプリケーションに合わせて即使用できる分析システムとして提供します。

これから紹介させていただく PID, DELCD, RGD は国内では生産していないユニークな検出器です。応用例と共に紹介します。

⑦ 光イオン化検出器 PID

この PID 検出器は、**炭素二重結合を持ち、イオン化電圧が 10.6eV 以下のすべての分子**、例えばベンゼン、トルエン、キシレン (BTEX) 芳香族類など、に高い感度があります。

検出下限感度は 10ppb、条件が良ければ 1ppb と極めて高く FID の 10~100 倍を検出できます。

メタノールに感度がありませんので、メタノール溶媒の試料にも注入口の溶媒パージは必用ありません。

構造は極めて簡単で、操作性が良く、保守・点検も容易です。

試料非破壊型ですので、他の検出器と直列使用・併用が可能です。

各物質の検出の可否については、当社にお問い合わせください。

⑧ 塩素化合物を含む芳香族類

代表的環境汚染物質の標準試料分析です。

試料はメタノール溶液ですが、メタノールには感度がありませんので、注入口に溶媒パージが不要でクロロエチレンなど溶出の早い物質でも容易に定量できます。

⑨ 乾式電気伝導度検出器 DELCD

(Dry Electric Conductivity Detector)

この DELCD 検出器は、**塩素**および**臭素**を含む化合物を、気相中で電気伝導度を測定するという SRI 社が特許を持つユニークな検出器です。

検出器の反応管は 1000°C に加熱されており、ニクロムコレクターでハロゲンから生じる熱電子によるガスの電気伝導度を検出し、測定します。電子捕獲検出器と異なりハロゲンの数に比例して応答するのでジクロロメタンのように塩素数が二つでも十分感度があります。

感度的にも 1~10ppb と FID よりも 3 桁くらい高い検出が可能です。

この DELCD 検出器を FID 排気口に直結してコンビ検出器として使用できます。FID 水素炎中で炭化水素類は燃焼・イオン化されますが、DELCD は酸化された塩素と臭素を亜塩素酸、亜臭素酸として検出します。

⑩ 揮発性有機塩素化合物の分析

環境省規制の環境汚染物質 14 成分の分析です。

この分析時間は 7 分です。

3~40 分かければ、完全分離できますが、現場分析の場合は、時間との勝負になりますので、この分離でも定量できます。

⑪ トリハロメタンの分析

トリハロメタンの測定です。これはパージ&トラップを使用しています。高感度 DELCD との相乗効果で、この辺まで感度が上がります。装置はこのように小型で取り扱いも容易です。ある水道局で

はこれを車に搭載し、路面漏水が水道水か雨水かの判別に使用しています。

⑫ 複合検出器による環境汚染物質の分析

このクロマトグラムは検出器を PID-FID-DELCD の順に直列に接続したガスクロで測定しました。試料は環境汚染物質 VOC12 種の混合試料です。

FID はメタノールも検出しますので、早く溶出されるクロロエチレや 1,1-ジクロロエチレンは定量不可能です。PID,DELCD はメタノールに感度がないので、正確に定量できます。

このピークには 1,1,1-トリクロロエタン、四塩化炭素、ベンゼン、1,2-ジクロロエチレンの 4 成分が重なっています。ここでは FID の検出レンジを大幅に高くしていますが、重なり成分の分離を確認できません。それを PID でベンゼン、DELCD で 1,1,1-TCA、四塩化炭素、1,2-DCE を定量できます。

この部分は、分析時間を 3～40 分かかけますと、完全分離しますが、環境分析においては迅速分析が必要となりますので、このシステムでは 7 分で定性・定量できます。

⑬ 還元ガス検出器 RGD

この RGD 検出器は水素や一酸化炭素などの還元性ガスを高感度で検出できます。

検出器は酸化水銀反応管、水銀ランプ、フローセル、フォトダイオードで構成されており、カラムからの還元ガスは 300°C に加熱された酸化水銀反応管の中で酸素原子一つを取り込み、水あるいは二酸化炭素と水銀蒸気になります。フローセル中で水銀の 253.7nm の吸収を用いて透過率を測定し、それを吸光度に変換して測定します。

水銀は検出器排気口にセットした吸着剤で捕集し、外気への放出はありません。

⑭ 大気中の水素測定

大気中の水素含有量は、世界中どこでも 500ppb となっています。

ここでは大気を純窒素で希釈して 50ppb を検出、測定しています。

⑮ ご清聴ありがとうございました。