



Analysis of CO₂ with the Jetanizer™

Application Note

CO₂ Detection with GC/Jetanizer™/FID and Comparison with an Commercial Methanizer

Author

Tommy Saunders and Charlie Spanjers
Activated Research Company
7561 Corporate Way
Eden Prairie, MN 55344
tommy.saunders@activatedresearch.com

Abstract

GC / FIDを用いた一酸化炭素 (CO) および二酸化炭素 (CO₂) の分析はこれらをメタンにする必要があります。このアプリケーションノートではARC社が新しく開発したジェットナイザーを使用して6桁の線形範囲でのCO₂分析を示します。検出限界およびピーク幅を従来のメタナイザーと比較しました。ジェットナイザーの性能は従来のメタナイザーとほぼ同程度の能力を示しました。

Introduction

炎イオン化検出器 (FID) は水素炎中の有機分子の燃焼からCHO⁺イオンを検出します。一酸化炭素および二酸化炭素はそれらが炭素-水素結合を持たないためFIDでは検出する事が出来ません。FIDで一酸化炭素及び二酸化炭素を測定できるようにするためにメタナイザーが開発されました。このメタナイザーは検出器FIDにCOまたはCO₂が行く前に触媒を通してメタン化します。FIDはメタンを検出する事になります。

メタナイザーは絶縁油ガス分析、空気モニタリング、廃棄物分析、環境分析など多くのアプリケーションで使用されています。これらのメタナイザーは基本的にニッケル触媒を充填した1/4インチステンレススチールカートリッジです。カートリッジにはヒーターと追加のフィッティングが取り付けられており、GCカラム出口とFIDインレットの間に配置することができます。メタン化の触媒を使用する最大の課題の1つは触媒が不活性になったときの交換が困難であることです。

メタナイザーの交換は反応器の冷却、すべての継手の取り外し、メタン化装置の分解及び触媒の充填と非常に煩雑かつ時間の掛かる作業です。

この作業により1日以上にわたってGCが動作不能になる可能性があり、ラボのスループットに影響を与えます。

この問題を解決するためにARCはその場でのメタン化 (すなわち、ジェット自体の内部) を行うFIDジェット、ジェットパーチェ (登録商標) を開発しました。

ジェットナイザーはメタン化反応速度を最大にしピークの広がりをも最小限に抑える形状を作成するためにステンレス鋼で3D印刷されています。ジェットナイザーの概要とその反応を図1に示します。水素はFIDによって供給されジェットナイザーに入るときに検体と混合されます。COとCO₂は続いてメタンに変換され、その後FIDに直接送られ、検出されます。このアプリケーションノートではジェットナイザーで二酸化炭素の分析を行い従来のメタナイザーと比較をします。

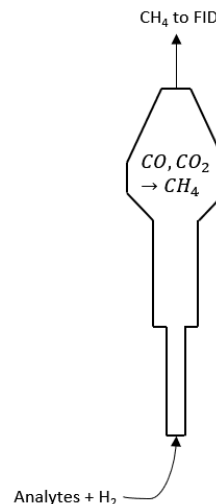


図1. ジェットナイザー 概要

Experimental

スプリット/スプリットレス注入口 (Agilent G3454-64000)、ジェットナイザー (p / n JT-CAP-P10)、FID、およびVICI 6ポート注入バルブを備えたAgilent 7890A GCを分析に使用しました。ヘリウム (99.999%、Praxair) をキャリアーガス、メイクアップガス及び希釈ガスとして使用しました。FIDにはAir (ゼログレード、Praxair) と H₂ (99.999%、Praxair) を使用しました。入口のスプリット比を変更しCO₂及び空気 (約500ppmのCO₂を含む) をVICI6ポートバルブを使用して測定しました。スプリット比を変更してCO₂濃度を振り分けました。正確な定量のためにバブルフローメーターを用いて各測定について実際のスプリット比を測定しました。

GC conditions

| | |
|-------------------|--------------------------------------|
| Front inlet | Split/splitless |
| Inlet temperature | 250 °C |
| Inlet linter | Agilent 5190-2295 |
| Carrier gas | He; 2.5 sccm constant flow |
| Septum purge flow | 3 sccm |
| Oven | 100 °C (hold 2 min) |
| Column | Capillary restrictor (5 m × 0.15 mm) |
| Injection volume | 1 mL |

FID conditions

| | |
|----------------|--------------|
| Temperature | 450 °C |
| H ₂ | 35 sccm |
| Air | 350 sccm |
| Makeup | 20 sccm (He) |

Results

上記の実験方法を使用して様々な濃度のCO₂をジェットナイザー及び従来のメタナイザーを用いて測定しその結果を比較しました。測定はN=3行いました。各濃度での平均値を直線性プロットで示しました (図2)。

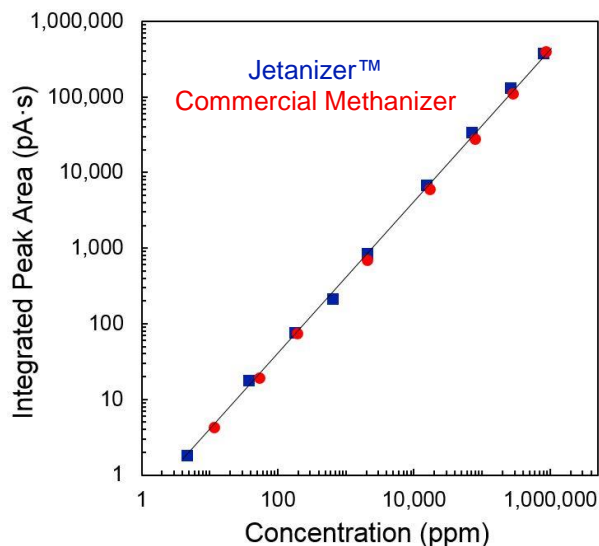


図2. ジェットナイザー(青色の四角形) と市販のメタナイザー (赤色の円) の二酸化炭素濃度対積分ピーク面積。6桁以上の直線性を有します。

メタナイザーとジェットナイザーの検出限界 (LOD) と定量限界 (LOQ) はほぼ同じです。結果を表1に要約します。

表1: ジェットナイザーおよびメタナイザーによるCO₂分析の検出限界 (LOD) および定量限界 (LOQ)

| | LOD (pg C) | LOQ (pg C) |
|-------------------|------------|------------|
| <i>Jetanizer™</i> | 10 | 30 |
| <i>Methanizer</i> | 10 | 30 |

ジェットナイザーおよびメタンナイザーのオンカラム注入時のCO₂ピークの半値幅を表2に示します。図3は1ppmCO₂から100%CO₂までのピークの分解能を示しています。

表2: ジェットナイザーおよびメタナイザーを用いた3つの濃度の二酸化炭素についての半値全幅 (FWHM)

| | CO ₂ on Column (ng) | FWHM (min) |
|------------------------------|--------------------------------|------------|
| <i>Commercial Methanizer</i> | 8.8 | 0.054 |
| | 340 | 0.014 |
| | 140,000 | 0.046 |
| <i>Jetanizer™</i> | 6.3 | 0.057 |
| | 340 | 0.014 |
| | 130,000 | 0.045 |

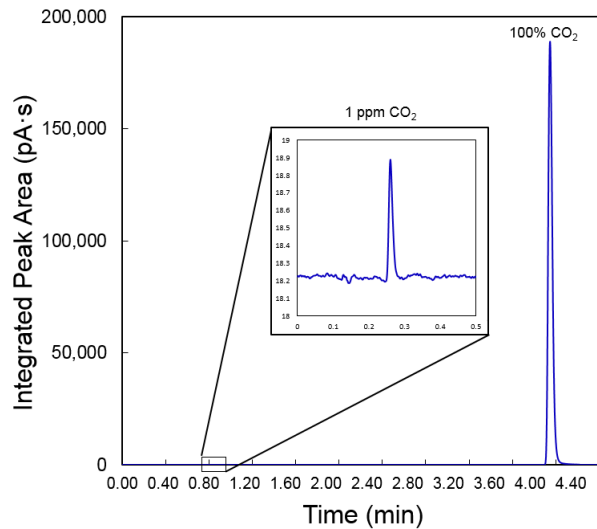


図3. 1ppmのCO2および100%のCO2を示すクロマトグラム

Discussion

従来のメタナイザーの設置および交換の困難さはユーザーにとって大きな難点となっています。ジェットナイザーはメタナイザーよりも大幅に部品数が少なく、メタナイザーよりも使い易い代替品になるように開発されました。

ジェットナイザーの性能はメタナイザーと同等であることがわかりました。ジェットナイザーはCO2をppmから100%の範囲のメタンに変換することができます。この性能は良好なピーク分解能と信号対雑音比で広い線形範囲にわたって実証されました。

メタナイザーに比べてジェットナイザーの主な利点は設置が簡単であることです。このプロセスはFIDジェットの交換と同じくらい簡単で約5分で完了します。一方、従来のメタナイザーは交換するのに一日かかることがあり、新しいフィッティングの作成、断熱材の使用、触媒の再充填などのプロセスが非常に煩雑かつ時間が掛かります。

Conclusions

ジェットナイザーはインストール、堅牢性、および安全性に優れ、線形範囲で6桁以上のCOおよびCO2の分析に役立つツールです。

ジェットナイザーはメタナイザーと同様に優れた性能を発揮することが示されており、メタナイザーを使用することが困難な人にとっては非常に優れた選択肢となります。