

## 《ミニノート》

# 水素をキャリアガスとするガスクロマトグラフィー

Gas Chromatography Using Hydrogen Gas as the Carrier Gas

理学部化学科 檜崎久武

Department of Chemistry, Faculty of Science

Hisatake NARASAKI

Since hydrogen gas has the highest theoretical plate in gas chromatography, the gas is an excellent carrier gas, but there is a risk of explosion when it leaks in the hot oven of a gas chromatograph. Using a J&W Scientific Model 2300 GC protector, the gas was used for gas chromatography. A typical gas chromatogram of trialkyltin hydrides is given.

ガスクロマトグラフィーにおけるキャリアガスとして、わが国では窒素が最もよく用いられ、つぎにヘリウムが用いられるが、水素はほとんど用いられていない。わが国において水素がキャリアガスとしてほとんど用いられない理由は水素ガスが高温でオーブン内に漏洩することは極めて危険であり、国産のガスクロマトグラフ装置には防爆装置が取り付けられていないためである。一方、ガスクロマトグラフィーにおいて水素は安価で理論段数が最も高く、理論段数がキャリアガスの

流速に依存しないため、流速に関係なく高い分解能が得られるので、欧米ではキャリアガスとしてよく用いられる<sup>1)</sup>。筆者の用いている柳本製作所G180ガスクロマトグラフ装置は充てん型カラム用ガスクロマトグラフ装置であったので、キャピラリーカラム用ガスクロマトグラフ装置にするため、注入口側の流路をキャリア(水素)ガス用にし、電子捕獲型検出器(ECD)側の流路をスカベンジャー(窒素)ガス用に切替え、注入口側にはスプリッターを取付けた(図1)。水素及び窒素中の微

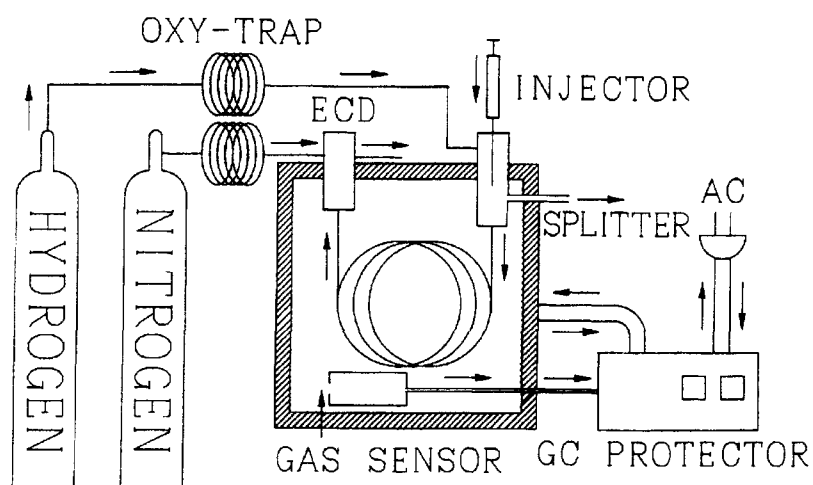


Fig. 1. A gas chromatograph apparatus using hydrogen gas as the carrier gas with an electron capture detector(ECD). The GC protector is attached to the apparatus. When hydrogen gas leaks in the oven, the electric power supply is shut off. The Oxy-Traps are used to remove trace oxygen contained in hydrogen and nitrogen.

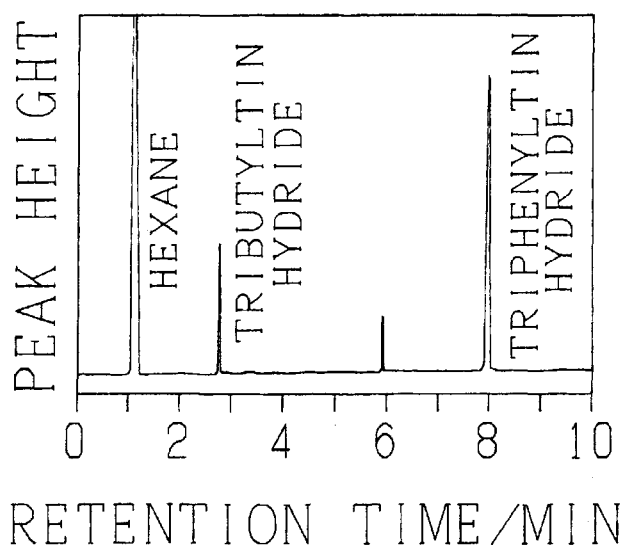


Fig. 2. A gas chromatogram of 800 ppb tributyltin hydride and triphenyltin hydride in hexane solution. The solution (200  $\mu$ l) was injected into a J & W DB1 capillary column (0.32mm i.d., 30m long, film thickness 1  $\mu$ m) at 130°C. Then the temperature of the oven was elevated to 240°C at a rate of 30°C/min. Attenuation:1/8. Flow rate of carrier (hydrogen) gas:4.18ml/min. Flow rate of make-up(nitrogen) gas:21.6ml/min. Split ratio:0.6.

量の酸素を除去するため、水素ポンベ及び窒素ポンベにはAlltech Associates (Deerfield, Illinois) のオキシ・トラップを取付けた。運転中にキャピラリー・カラムやガラス・インサートの破損による水素の漏洩を検出するために、ガスクロマトグラフ装置にJ&W Scientific (Folsom, California) の JW-2300ガスクロマトグラフ保護器を取付けた。オーブン内の空気は毎分380mlの流速でガスクロマトグラフ保護器の水素センサーの方へ吸込まれ、水素ガスの濃度が10000ppmに達すると、センサーが作動して自動的に電源が遮断されるようになっている。昇温中にゴースト・ピークが出現するのを防ぐために、注入口のセプタムにはSpelco (Bellefonte, Pennsylvania) の Thermogreen LB-2 (青色) を用い<sup>2)</sup>、フェラールにはジェールサイエンスのグラファイト・フェラールGI-0.5を用いた。水素ガスの漏洩の検出にはQuantum

Instruments (Garden City, New York) の携帯型ガス漏れ検知器BT-45を用いた。図2に800ppb水素化トリブチルスズ及び水素化トリフェニルスズへキサン溶液のクロマトグラムを示す。ピークの幅は保持時間に比例するため、保持時間の長い水素化トリフェニルスズのピークの幅がやや広がっている。また水素化トリフェニルスズの方がECDに対する電子親和力が大きいので、同一濃度でもピークが高くなっている。中央のピークは還元を用いるテトラヒドロホウ酸(III)ナトリウム中の不純物によるものである。

#### 文 献

- 1) K. Grob, G. Grob : J. High Resolut. Chromatogr. Chromatogr. Commun., 2, 109(1979).