

ガスクロマトグラフ試料濃縮管の温度制御に用いる加熱制御装置の試作

On the sampling column heating system for gas-liquid chromatographic analysis

古川 修* 長谷川 隆* 重田 芳廣*

Osamu Furukawa, Takashi Hasegawa and Yoshihiro Shigeta

1 はじめに

現在環境大気中の低濃度の炭化水素類の捕集には、一般的に低温濃縮法、または常温吸着能力を有するポラスポリマービーズを使った常温濃縮法等が利用されている。このいずれかの方法で捕集された試料をガスクロマトグラフ分析する場合、必ずある温度まで加熱し凝縮または吸着した炭化水素類を再気化させて分析カラム等へ導入する操作が必要である。通常濃縮管にはニクロム線を巻きつけてあり電気的に加熱され、そうでない場合も小型の電気炉によって加熱される。温度の検出には銅-コンスタンタン熱電対が使用されている。たとえば Tenax-GC を用いた濃縮管とその加熱炉を図1に示す。

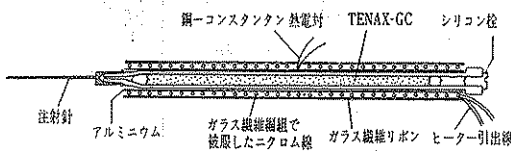


図1 濃縮管と加熱炉断面図

この濃縮管の温度制御はメータースイッチ式の温度調節器とスライダックを用いて行うが、これらの機能を一体化した装置を試作し、良好な結果を得た。

2 装置の設計試作について

本装置の設計にあたっては、上記の機能のほかに昇温時と保温時の電圧を自由に設定でき、それらの電圧を自動的に切り換えられる機能を取り入れた。本装置の概略図を図2に示す(全回路図は図3に示す)。

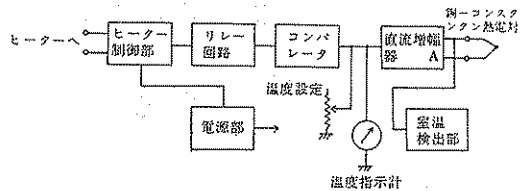


図2 加熱制御装置の内部回路とブロックダイアグラム

本装置の動作を概略図に沿って説明する。基本的には熱電対からの起電力の変化を検出してヒーター電力を on-off するものである。図2で銅-コンスタンタン熱電対(以下 CC と省略する)の微小な起電力は、直流増幅器 A で増幅され、電流計を駆動するとともにコンパレータに導かれる。コンパレータは、2種類の電圧を比較してその差を検出する回路で、この場合あらかじめ設定された電圧 E と CC の起電力とを比較し、温度の過不足を検出して後のリレー回路に信号を出す。リレー回路には先に述べたところの昇温、保温を判断する簡単な論理機能を持たせ、ヒーターの電圧制御部を制御させる。ヒーターの制御はいわゆる on-off 法を採用した。以上が本装置の基本的な動作であるが、ほかに、シリコンダイオードを検出素子に利用した室温検出機能、熱電対の断線を検出して回路を切断する保護機能等を持たせた。

回路の詳細な説明は省略する。本装置の外観を図4に示す。温度範囲は 0~200°C に設計したが、回路定数の変更により、CC の最高使用温度である 400°C まで制御範囲を拡張できる。同じく回路定数の変更により他の熱電対も使用可能である。ヒーターにかかる電圧は 0~100V の範囲で可変であり、最大 10A までの電流を制御できる。

* 日本環境衛生センター公害部特殊公害課
Odor Laboratory, Department of Environmental Pollution, Japan Environmental Sanitation Center

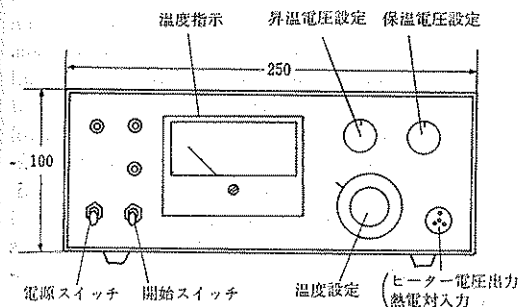


図4 試作装置の外観(前面)

3 使用結果等について

本装置試作後の校正は0°C、室温、100°Cの3点で行った。この結果0~200°Cまで5°C以内の精度が得られた。

本装置を使って濃縮管の温度制御の実験を調べた。濃縮管加熱用の電気炉の中に水銀温度計を入れ、各種の設定温度においてその指示値と実際の温度とを記録した。その結果いずれの温度においても装置の指示温度より実際の温度が15~20°C高くなっている。

この原因は主に電気炉中の熱電対の設置箇所の不適當、および加熱用ニクロム線の巻き密度のむら等と思われる。

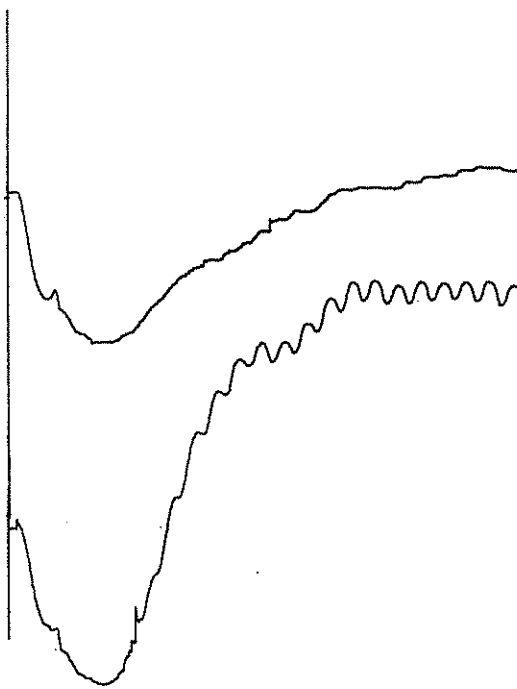


図5 ベースラインが脈状に変動したガスクロマトグラム

通常濃縮管は分析中所定の温度に維持しておくが、この場合温度に脈状の変化があるとガスクロマトグラフの分析条件によっては図5のような波状のクロマトグラムが現われピークの誤認につながることもある。この原因として濃縮管中に残留または、分解生成した物質が徐々に脱離し、この脱離速度が温度変動によって変動して波状のベースライン変動となるもので、温度の脈動を抑えればこれを防ぐことができる。本装置で採用したon-off制御は簡単であるが基本的にこの温度の脈動が避けられない。これを抑えるためには加熱ヒーターにかかる電圧を必要最少限にする必要がある。実際に本装置と図1の加熱電気炉を用いて測定すると、ヒーター電圧と温度変動幅とは図6のようになった。この場合10Vが最適電圧になることがわかる。

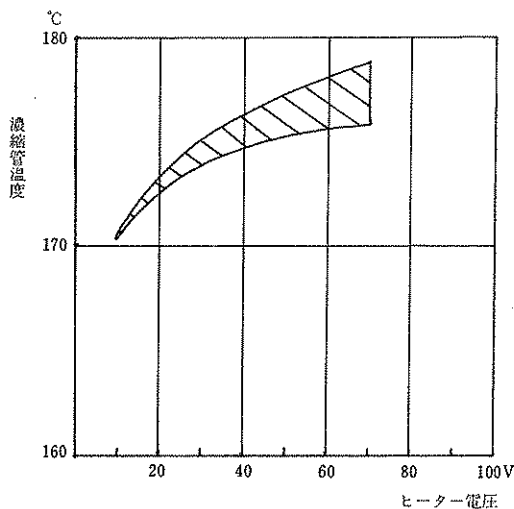


図6 ヒーター電圧と温度変動幅

また濃縮管は約30秒内外の時間に急速に加熱して所定の温度にしなければならないが、たとえば、図1の装置では30秒で20°Cから200°Cまで昇温させるのに50~60Vの電圧が必要である。

以上の結果に基づいて本装置を実際の分析に利用し、良好な結果を得た。また本装置は以上の利用のほか、各種の温度制御に利用し得る。

4 まとめ

大気中炭化水素類の分析に用いる濃縮管の分析時の温度制御に使用するための温度制御装置を試作し、実際の分析に使用し、操作の簡便性、安定性等に関して良好な結果を得た。

Summary

Packing for gas chromatography columns, especially porous polymer beads, have been used to concentrate organic components from air. In the above-mentioned procedure, components of the collected sample are eluted by heating the sampling column with a carrier gas which flows into an analytical column. To obtain good shapes of the peaks, it is necessary to heat the sampling column from the prevailing temperature to the desorption temperature in a short time. A sampling column heating system, desi-

gned to heat materials automatically is described. A heating system for the sampling column was designed and built for use in this analysis. The sampling column was heated in a small oven, and the temperature was monitored with a copper-constantan thermocouple. Control circuits for oven temperature control were packed into a compact case. This system is applicable for temperatures ranging between 0 and 200°C. The results of experiments using this system indicated that it can be useful to simplify and stabilize analytical procedures.

目
は、
ろ
濾材
(ア
紙)
ス
程
体
め、
ン
た
た、

フ
ズ
を
た
ロ

ス
1
の
ッ
*