

(II-10) ガスクロマトグラフによる大気汚染の研究

(オ二報) $C_2 \sim C_6$ 炭化水素成分の捕集法について

京都大学工学部 正員 医博 庄 司 光

正員 医博 山 本 剛 夫

正員 ○ 西 田 耕之助

正員 中 村 隆 一

演者らは、第16回土木学会年次学術講演会(1961・5月)において、F. T. Egger-tsenらの行なつた方法に準じて自動車エンジン排気ガス、ならびに都市空気中に含まれている低級炭化水素成分のガスクロマトグラフ法による分析成績について述べた。その際、微量成分の検知には多量の被検空気量を要し、試料成分の濃縮捕集が甚だ困難であつた。また、従来のガスクロマトグラフ分析に供するための試料捕集法においては捕集操作時に些細な捕集条件の差異(たとえば吸引時の真空度)を生じる事は免れ得ない。そこで、試料の捕集法を確立しさらに分析精度を向上させるために従来のトラップによる捕集法に検討を加えた。その結果にもとづきトラップを試作し、実用性ならびに捕集効率について検討した。

捕集効率の検討には、トラップの充填剤粒度、トラップ長、および内径の異つたものを作製し、一定濃度の既知試料を用いて成分を捕集し、ガスクロマトグラフで分析して得たクロマトグラム成分ピーク面積を比較して行なつた。既知材料としては、ethane, propane, n-butane, n-pentane, n-hexane, isobutane, isopentane, isohexane, ethylene, propylene, を用いた。

分析装置は、コタキガスクロマトグラフGD-2型で、本装置の検出器は熱伝導度型である。検出器電流は80mA、記録針の感度は2mV, fullscale, chart speed は10cm/minとしCarrier-gasはHeを用いその流速は100ml/minとした。

分配カラムは内径4mm、長さ10mで充填剤は40% (重量) dimethylsulfolane (Fire-brick-22, 20-30 mesh) で、0°Cに保持した。

試料タンク(耐圧瓶) 1.7L容)に採取した被検空気を真空ポンプによつてトラップを通し吸引した。この際、トラップを液体窒素(-195°C)で冷却し、成分を凝縮捕集した。真空ポンプによる減圧吸引において従来は、試料タンク内の圧力を測定して、試料量の2/3を吸引した。この時の真空度は概ね250mm Hgである。しかしながら、吸引時の真空度を変えてピーク面積の変化を検討したところ、図-1に示す成績を得た。すなわち、真空度の増加と共に

に成分ピークの面積は増大し、真空度が110-160 mm Hg に到るまで、成分毎に異つた傾斜で増加を示した。

この結果、従来の真空度(250 mm Hg)では分析値に誤差を生じ易く、110-160 mm Hg 程度で捕集すべき事が認められた。

ついで、トラップ長、10, 30, 50 cmのものをを用いて、トラップ長による捕集効率を検討した成績は、図-2に示す通りである。すなわち、トラップの長さは、成分によつて異り、概ねC₂-C₄成分にたいしては10 cm長、C₅-C₆成分には50 cm長のトラップの使用が良好と認められた。

トラップの充填剤、Fire-brick C-22 の粒度による捕集効率について、各粒度のものをを用いて検討した結果、従来用いられている20-30 mesh のものが最も秀れた成績を示した。

トラップの内径による効率を検討したがトラップ内径の増大はむしろ捕集効率を低下させる事を示した。

以上の実験から、トラップの充填剤の固定相液体に40% (重量) dimethylsulfolane を用いる場合には、固定相担体、Fire-brick C-22, の粒度は、20-30 mesh 内径4 mmとし、捕集対象成分によつてトラップ長を変更することが良結果をもたらす事が認められた。

しかしながら、都市空気の如き稀薄試料から捕集する場合に、充填剤を詰めたトラップの使用は試料の捕集に長時間を要し、実用上甚だしく不便である。このため内径8 mm, 長さ30 cmのトラップに上記充填剤の代りにガラスウールを詰めたものを作製して前記と同様に一定濃度の試料を用いて検討した結果、本実験に使用した各種トラップ中で最高の捕集効率を示した。同時に、多量の被換空気を、比較的短時に処理する事も可能で、実用性に富む事が認められた。

試料量 1.7 ℓ、濃度 5100 ppm
 感度 32、検出器電流 80 mA
 チャート速度 1cm/min
 カラム 40% D.M.S. 10 m
 カラム温度 0°C キャリヤー
 He 100 ml/min

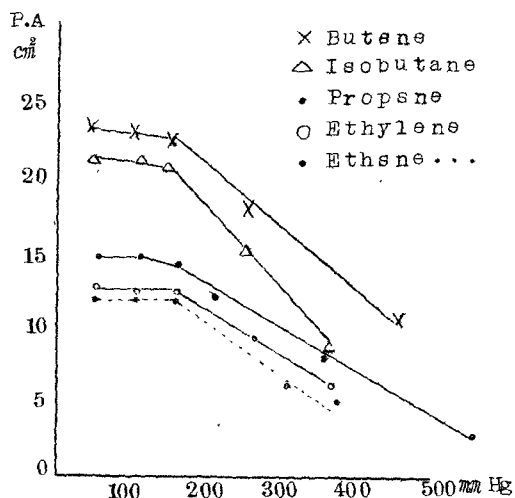


図-1 捕集時の真空度とピーク面積

試料量 1.7 ℓ
 濃度 3600 ppm

× Isobutane
 ● Propylene
 ■ Ethane
 △ Butane
 ○ Propane
 □ Ethylene

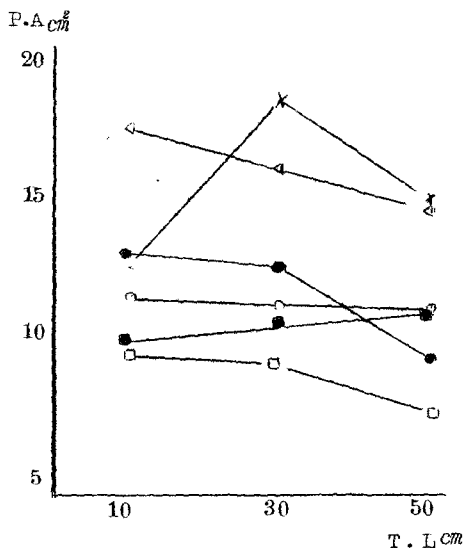


図-2 トラップの長さとピーク面積