

原子発光ガスクロマトグラフ

有機物の元素分析によって確度の高い構造解析を

Atomic Emission Spectra Gas Chromatography

For structural analysis with higher accuracy through elementary analysis of organic matter

(電気利用技術研究所 化学・防食G)

近年当社では、設備保全に関する調査や材料開発等の研究において有機物質の構造解析のニーズが多くなり、これに対応した分析基盤技術を順次確立してきた。今回、原子発光ガスクロマトグラフ (GC-AES) を導入し、有機材料の構造解析精度の向上と調査対応能力を強化した。

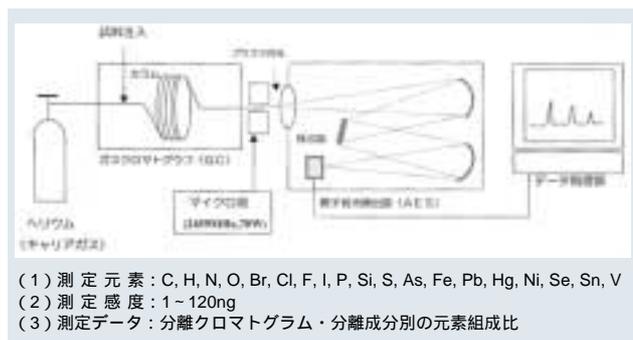
(Chemical and Corrosion Science Group, Electrotechnology Applications Research & Development Center)

CEPC has been establishing basic analysis techniques in response to the increasing needs for structural analyses of organic matter in its investigations on equipment maintenance, research for material development, and other issues. We have now begun using atomic emission spectra gas chromatography (GC-AES) to improve the accuracy of structural analysis and strengthen our investigation capabilities.

1 原理・特徴

GC-AESは、ガスクロマトグラフ (GC) と原子発光検出器 (AES) を組み合わせたもので、GCのキャリアガス中に有機試料を注入すると、カラムに充填された吸着剤に対して、分子量が小さい成分は、吸着保持時間が短く、分子量が大きい成分は、吸着保持時間が長い

ため、カラムを移動しながら、混合成分が分離される。この分離成分を、直結したAESにおいてプラズマ状態に励起し、元素を発光させ、この元素固有の発光波長をスペクトル分析し、含まれる元素の定性や定量を行う、新しい分析技術である。(第1図)



第1図 装置の構成

2 効果

有機物は、無機物より化学構造が複雑なため、元素分析をベースにして赤外分光分析あるいは、ガスクロマト質量分析など複数の手法によるデータから構造解析を行っている。

これまで、炭素、水素、窒素以外の構成元素を簡単に分析できる手法が無かったが、GC-AESの導入により、金属元素やハロゲン元素等が結合した有機物の解析精

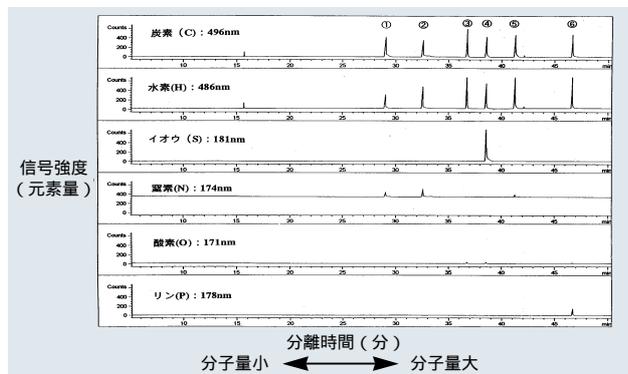
度の向上が期待できるとともに、分析が困難であった油スラッジ成分、あるいは、有機材料の劣化物分析が容易になる等の効果がある。

3 潤滑油添加剤の分析例

ガスタービン潤滑油 (GT油) の劣化管理手法開発のため、劣化による添加剤の減少や、劣化生成物を追跡する手法を検討している。

今回、GC-AESとガスクロマト質量分析を併用し、添加剤の構造分析を行った。

GT油添加剤の主なものは、窒素を含むアミン系酸化防止剤で、他にリンやイオウを含んだ分散剤等の成分も、明確に構造判定が可能であった。今後、劣化による添加剤の減少や、劣化生成物の解明に活用したい。(第2図、第1表)



第2図 測定クロマトグラム

第1表 分析した添加剤

N-フェニル-1-ナフチルアミン (C ₁₈ H ₁₃ N)
P、P'-テトラメチルジアミノフェニルメタン (C ₁₇ H ₂₂ N ₂)
4,4'-メチレンビス-2,6-ジ- <i>t</i> -ブチルフェノール (C ₂₉ H ₄₄ O ₂)
4,4'-チオビス- <i>t</i> -ブチル-3-メチルフェノール (C ₂₂ H ₃₀ O ₂ S)
4,4'-ジオクチルジフェニルアミン (C ₂₈ H ₄₃ N)
トリス(2,4-ジ- <i>t</i> -ブチルフェニル)ホスファイト (C ₄₂ H ₆₃ O ₃ P)