

Agilent 8890 GC/8355 SCD/5977 MSD システムによる 燃料電池自動車用高純度水素中の硫化物、 ホルムアルデヒド、有機ハロゲン化合物の分析

著者

Youjuan Zhang and Jie Zhang
Agilent Technologies
Shanghai, China

Allen Yang
Markes International

概要

このアプリケーションノートでは、燃料電池自動車用の水素中に含まれる硫化物、ホルムアルデヒド、有機ハロゲン化合物を検出するための信頼性の高い分析手順を説明します。この分析には、Agilent 8355 化学発光硫黄検出器 (SCD) と Agilent 5977 質量分析検出器 (MSD) を備えた Agilent 8890 ガスクロマトグラフ (GC) システムを使用しました。サンプルを熱脱着システムで予備濃縮し、その後、Agilent J&W DB-Sulfur SCD カラムで分離しました。パージ付き 2 ウェイスプリッタを使用して、サンプルを 3:1 の比率で SCD と MSD に分割しました。この柔軟な構成は、これら 3 つのカテゴリの化合物に対して優れた性能を示しました。すべてのターゲット化合物の相関係数は 0.9971 を上回り、再現性結果は 0.3 ~ 7.9 % の間でばらつきがありました。硫化物、ホルムアルデヒド、有機ハロゲン化合物の検出限界は、順に 0.01、0.1、0.5 nmol/mol でした。

はじめに

従来の内燃機関自動車とは対照的に、エネルギー源として水素を使用する水素燃料電池自動車 (FCV) には多くの利点があります。このような利点には、優れた変換効率とゼロ排出も含まれ、自動車業界におけるもう1つの画期的な革命として高く評価されています¹。FCV はプロトン交換膜燃料電池 (PEMFC) を採用し、触媒によって促進される水素と酸素の反応を介して化学エネルギーを電気エネルギーに変換します。バッテリーの性能と寿命は、基本的に水素の純度に左右されます。例えば、グレー水素と呼ばれる化石燃料由来の水素は大きなエネルギー源です。グレー水素には、硫化物、一酸化炭素、二酸化炭素、アンモニア、軽質炭化水素、ホルムアルデヒド、ギ酸、原料や化学反応過程を発生源とする不活性ガスなどの不純物が含まれることがあります²。異なる供給源からの他の色の水素にも、さまざまな組み合わせの不純物が含まれる可能性があります。このような不純物は燃料電池の耐久性に影響を与える極めて重大な要因です。硫化物は深刻な触媒毒で、1 兆分の 1 (ppt) レベルでも燃料電池の性能を不可逆的に劣化させます。水素燃料に含まれる CO 不純物と CO₂ 不純物はどちらも、燃料電

池の性能劣化を引き起こす可能性があります。CO の方がより深刻です。ホルムアルデヒドは天然ガスやメタノールから水素を製造する際の間生成物で、CO と同様の毒作用のメカニズムを持ちますが、より有害です。微量のアンモニアは電解質膜の物質移動能力を低下させ、電池性能の不可逆的な劣化をもたらします。また、ハロゲン化合物も水素燃料電池の性能に不可逆的な影響を与えます。水素中の不活性不純物 (He、Ar、N₂ など) が燃料電池を汚染することはありませんが、水素燃料を薄め、電池の電位を低下させて、電力損失をもたらします。

水素燃料電池の長期にわたる安定的な稼動を保証するため、さまざまな機関が FCV に使用される水素の品質基準を定めています。国際標準化機構 (ISO) と米国自動車技術会 (SAE) は、PEMFC で使用される水素に特化した規格、ISO 14687-2019³ と SAE J2719-2015⁴ を定めています。また、中国は GB/T 37244-2018⁵ を制定し、水素製品の品質を規制しています。これらの規格は、硫化物が 0.004 μmol/mol 以下、ホルムアルデヒドが 0.01 μmol/mol 以下、ハロゲン化合物の総量が 0.05 μmol/mol 以下のように、水素中の特定の不純物について、上限を規定している点で共通しています。GB/T 44243-

2024⁶ メソッドでは、FCV 用水素に含まれる硫化物、ホルムアルデヒド、有機ハロゲン化合物の測定を詳述し、標準機器構成を示すとともに、性能結果を提示します。

この研究では、これらの規格に従って、FCV 用水素に含まれる複数の主要な微量不純物の包括的分析メソッドを確立しました。7 種類の硫化物、ホルムアルデヒド、8 種類の有機ハロゲン化合物を分析するための分析プラットフォームを設計しました。硫化物の検出には GC/SCD を、また、ホルムアルデヒドと有機ハロゲン化合物には GC/MSD を使用しています。この研究におけるすべての化合物の検出限界は、ISO 14687-2019、SAE J2719-2015、および GB/T 37244-2018 メソッドに記載されている水素の品質管理に関する要件を完全に満たしていました。

実験方法

ここでは、SCD と MSD の両方を備えた 8890 GC の構成を説明します。この構成により、水素中の硫化物、ホルムアルデヒド、有機ハロゲン化合物を単一システムで分析しやすくなります。キャニスターからのサンプルを Markes のマルチガス CIA Advantage-xr 熱脱着 (TD) 装置で予備濃縮し、その後、Agilent DB-Sulfur SCD カラムに直接導入しました。パーズ付き 2 ウェイスプリッタを使用して、カラムからの溶出物を 3:1 の比率で SCD と MSD に分割しました。図 1 は、システムの全体的な流路を示しています。表 1 と 2 は、システムで使用した機器条件と消耗品をまとめたものです。

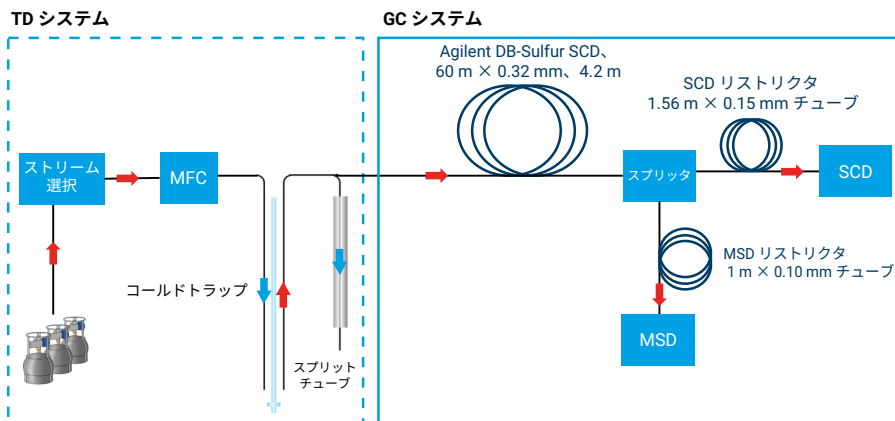


図 1. TD と Agilent 8890 GC/SCD/MSD システムの流路図

表 1. TD パラメータ

| 機器 | マルチガス UNITY-xr、マルチガス CIA Advantage-xr |
|--------------------|---------------------------------------|
| コールドトラップ | MKI-U-T14H2S-2S |
| 全般 | |
| 流路温度 | 120 °C |
| サンプリングライン温度 | 120 °C |
| 前サンプリング | |
| サンプルのパーズ時間 | 2 分 |
| サンプルのパーズフロー | 50 mL/min |
| サンプリング | |
| サンプル量 | 8 ~ 800 mL |
| サンプル流量 | 20、50 mL/min |
| サンプリング後のパーズ | |
| サンプリング後のパーズ時間 | 4 分 |
| サンプリング後のパーズフロー | 50 mL/min |
| トラップ設定 | |
| トラップパーズ時間 | 1 分 |
| トラップパーズ流量 | 50 mL/min |
| トラップ低温 | -30 °C |
| トラップ高温 | 280 °C |
| トラップ脱着時間 | 3 分 |
| 脱着スプリット流量 | 3 mL/min |

表 2. GC 分析条件

| パラメータ | 値 |
|-------------------------|--|
| Agilent 8890 GC | |
| カラム | Agilent J&W DB-Sulfur SCD、60 m × 0.32 mm、4.2 μm (p/n G3903-63001) |
| キャリアガス | ヘリウム、定流量 DB-Sulfur SCD カラム：3 mL/min SCD リストリクタ：3 mL/min MSD リストリクタ：1 mL/min |
| オープンプログラム | 35 °C (5 分間)、20 °C/min で 220 °C まで昇温 (5 分間) |
| CFT デバイス | パーズ付き 2 ウェイスプリッタ (p/n G3180-60501) |
| SCD リストリクタ | 1.56 m × 内径 0.15 mm 不活性化フューズドシリカチューブ (p/n 160-2625-10) |
| MSD リストリクタ | 1 m × 内径 0.10 mm 不活性化フューズドシリカチューブ (p/n 160-2635-10) |
| Agilent 8355 SCD | |
| バーナー温度 | 800 °C |
| ベース温度 | 250 °C |
| 上部 H ₂ 流量 | 38 mL/min |
| 下部 H ₂ 流量 | 8 mL/min |
| 酸素流量 (空気) | 50 mL/min |
| O ₃ ジェネレータ流量 | 42.14 mL/min |
| バーナー圧力 | 383 Torr |
| リアクションセル圧力 | 4.9 Torr |
| データレート | 10 Hz |
| Agilent 5977 MSD | |
| イオン源温度 | 230 °C |
| 四重極温度 | 150 °C |
| チューニングファイル | Etune.u |
| 測定タイプ | スキャン/SIM (有機ハロゲン化合物をスキャン、ホルムアルデヒド用 SIM) |

この研究で用いた、標準ガスは Zhongce Standards Technology Co., Ltd. (中国・成都) から購入しました。不動態化ポンペ 2 本に保存された 3 種類の化合物について、詳細な研究を行いました。1 本めのポンペには 7 種類の硫化物が、2 本めのポンペにはホルムアルデヒドと 8 種類の有機ハロゲン化合物が入っていました。表 3 と 4 に示すとおり、調査対象物質の濃度はすべて約 1 $\mu\text{mol/mol}$ でした。

検量線を作成する前に、1 $\mu\text{mol/mol}$ の標準ガスを所望する濃度に希釈する必要がありました。この研究では、化合物の種類に応じて希釈倍率を変えながら、静的希釈器を用いて標準ガスを希釈し、キャニスターに充填しました。予想される濃度の標準ガスでキャニスターを充填した後、各検量線レベルを得るためにマルチガス CIA Advantage-xr TD システムで導入量を変化させました。詳細を表 5、6、7 に示します。硫化物やホルムアルデヒドのような活性化合物の吸着を最小限に抑えるため、チューブやレギュレータ、キャニスターを含むサンプル流路のあらゆる部分を不動態化する必要がありました。

表 3. 硫化物用標準混合ガス

| 番号 | 化合物名 | 分子式 | 濃度 ($\mu\text{mol/mol}$) |
|--------|--------------|----------------------------------|----------------------------|
| 1 | 硫化水素 | H_2S | 1.01 |
| 2 | 硫化カルボニル | COS | 1.01 |
| 3 | エチルメルカプタン | $\text{C}_2\text{H}_6\text{S}$ | 1.02 |
| 4 | ジメチルスルフィド | $\text{C}_2\text{H}_6\text{S}$ | 1.05 |
| 5 | 二硫化炭素 | CS_2 | 0.993 |
| 6 | チオフェン | $\text{C}_4\text{H}_4\text{S}$ | 1.03 |
| 7 | ジメチルジスルフィド | $\text{C}_2\text{H}_6\text{S}_2$ | 0.998 |
| バランスガス | N_2 | | |

表 4. ホルムアルデヒドおよび有機ハロゲン化合物用標準混合ガス

| 番号 | 化合物名 | 分子式 | 濃度 ($\mu\text{mol/mol}$) |
|--------|------------------|-----------------------------------|----------------------------|
| 1 | クロロメタン | CH_3Cl | 0.978 |
| 2 | ブロモメタン | CH_3Br | 1.00 |
| 3 | トリクロロモノフルオロメタン | CCl_3F | 0.999 |
| 4 | 塩化メチレン | CH_2Cl_2 | 0.983 |
| 5 | cis-1,2-ジクロロエチレン | $\text{C}_2\text{H}_2\text{Cl}_2$ | 1.01 |
| 6 | トリクロロメタン | CHCl_3 | 0.996 |
| 7 | テトラクロロエチレン | C_2Cl_4 | 1.01 |
| 8 | クロロベンゼン | $\text{C}_6\text{H}_5\text{Cl}$ | 1.01 |
| 9 | ホルムアルデヒド | CH_2O | 1.01 |
| バランスガス | N_2 | | |

表 5. 硫化物用キャリブレーション混合物の前処理

| パラメータ | 値 | | | | | | |
|---------------------------|-----|-----|-----|----|-----|-----|-----|
| キャニスター内のサンプル濃度 (nmol/mol) | 10 | | | | | | |
| サンプル量 (mL) | 8 | 16 | 40 | 80 | 160 | 320 | 800 |
| キャリブレーション濃度 (nmol/mol) | 0.1 | 0.2 | 0.5 | 1 | 2 | 4 | 10 |

表 6. ホルムアルデヒド用キャリブレーション混合物の前処理

| パラメータ | 値 | | | | | | | |
|---------------------------|-----|----|----|-----|-----|-----|-------|-----|
| キャニスター内のサンプル濃度 (nmol/mol) | 100 | | | | | | 1,000 | |
| サンプル量 (mL) | 8 | 40 | 80 | 160 | 320 | 800 | 160 | 320 |
| キャリブレーション濃度 (nmol/mol) | 1 | 5 | 10 | 20 | 40 | 100 | 200 | 400 |

表 7. 有機ハロゲン化合物用キャリブレーション混合物の前処理

| パラメータ | 値 | | | | | | |
|---------------------------|-----|----|----|----|-----|-----|-----|
| キャニスター内のサンプル濃度 (nmol/mol) | 100 | | | | | | |
| サンプル量 (mL) | 8 | 40 | 64 | 80 | 160 | 400 | 800 |
| キャリブレーション濃度 (nmol/mol) | 1 | 5 | 8 | 10 | 20 | 50 | 100 |

結果と考察

SCD での硫化物の分析

超微量硫化物の分析では、サンプル流路全体の不動態化が最も重要でした。この不動態化の対象には、不活性ガスボンベ、レギュレータ、接続チューブ、静的希釈器の不活性流路、キャニスター、カラム、検出器が含まれました。サンプルの分析に先立ち、システムの流路をヘリウムでパージし、ブランク試験を行う必要がありました。この手順により、残留成分がターゲット化合物のメソッド検出下限以下に留まるため、サンプル測定に影響はないことが保証されました。ブランクが必要な条件を満たすことを確認するためには、キャリアガスの純度が 99.999 % 以上であることが必要でした。また、ガス流路から H₂S、COS、SO₂ などの硫黄特有の化合物を除去する能力を持つ硫黄フィルタ（部品番号 CP17989）を流路内に取り付けることも推奨されました。このフィルタは、GC システムにできるだけ近いところに取り付けるという点に留意することが重要です。

サンプルはまず TD システムで濃縮され、ブランク試験の後、分析のために GC/SCD へ導入されました。図 2A は、硫化物用に調整された J&W DB-Sulfur SCD カラムが、左右対称のピーク形状と優れた分離を実現したことを示しています。7 種類の硫化物は、約 1 nmol/mol の濃度では SCD 検出器上で等モルの応答を示しました。しかし、図 2B からは、サンプル濃度を 0.05 nmol/mol まで下げると、硫化水素の吸着が顕著になることがわかります。硫化カルボニルと比較して、同じ濃度の硫化水素はわずかに応答の減少が認められます。このばらつきは、サンプル濃度をさらに下げると、より顕著になります。

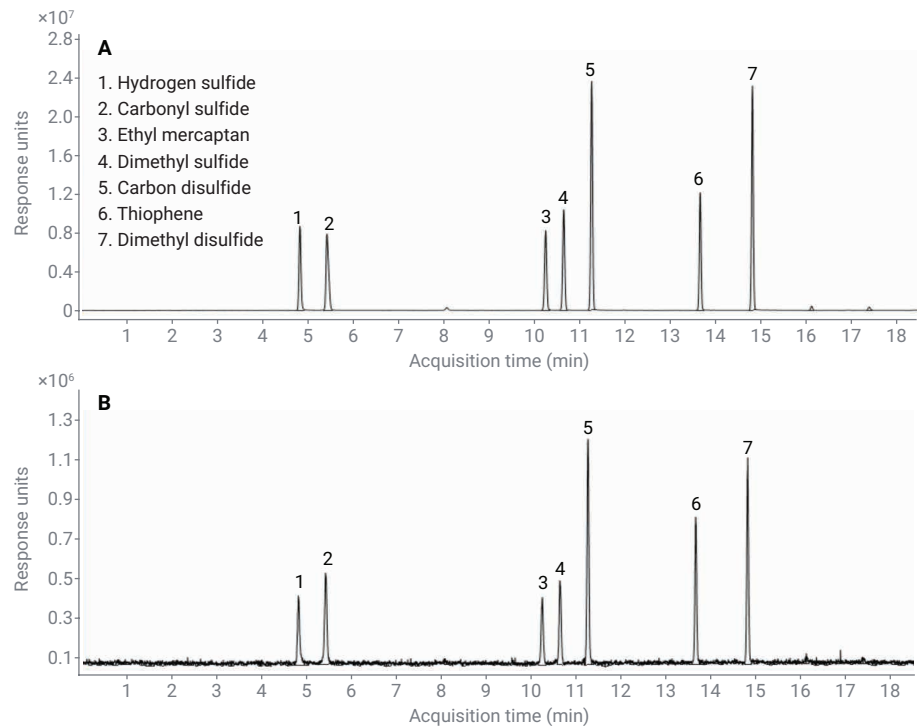


図 2. (A) 濃度約 1 nmol/mol の硫化物の SCD シグナル。(B) 濃度約 0.05 nmol/mol の硫化物の SCD シグナル

濃度を 0.1 ~ 10 nmol/mol の範囲で変化させながら、各キャリブレーションレベルで、個々の成分のレスポンス係数 (RF) を求めました。その後、各成分の検量線の平均 RF を考慮して、平均 RF とそれぞれの相対標準偏差 (RSD) を算出しました。分析したすべての成分の RF %RSD は 18.2 % 未満でした。原点の通過を強制された線形曲線の近似に関連して、各成分の相関係数 (R^2) は 0.998 以上であることがわかりました (図 8)。

表 8. 硫化物の直線性の結果

| 化合物 | CF 式 (原点:強制) | R^2 | RF %RSD |
|------------|--------------------------|--------|---------|
| 硫化水素 | $y = 24,847,930.011358x$ | 0.9994 | 18.17 % |
| 硫化カルボニル | $y = 28,166,440.860860x$ | 0.9999 | 5.76 % |
| エチルメルカプタン | $y = 24,921,314.177000x$ | 0.9986 | 10.84 % |
| ジメチルスルフィド | $y = 28,160,991.568685x$ | 0.9988 | 14.25 % |
| 二硫化炭素 | $y = 58,677,048.243978x$ | 0.9993 | 5.41 % |
| チオフェン | $y = 28,359,517.901257x$ | 0.9994 | 4.88 % |
| ジメチルジスルフィド | $y = 54,986,248.606198x$ | 0.9994 | 7.83 % |

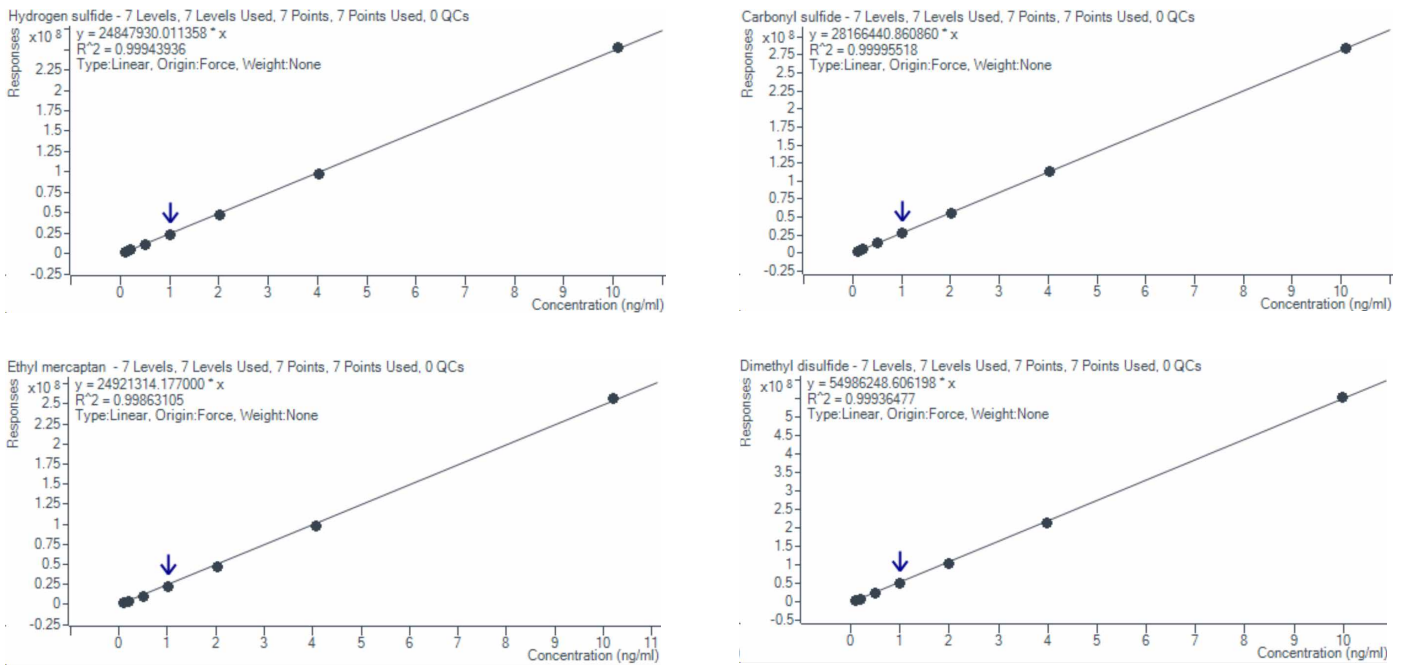


図 3. 代表的な硫化物の検量線

再現性を評価するため、6回の繰り返し測定の結果から面積の %RSD を算出しました。このプロセスを、それぞれの成分について、低濃度 (0.1 nmol/mol) と高濃度 (10 nmol/mol) の両方で繰り返しました。図 4 に示すとおり、すべての成分の平均面積 %RSD は 2.1 % で、最大 3.4 % でした。

この研究では、精度の評価も行いました。サンプルの濃度レベルそれぞれにおいて、2回の連続測定を行い、その後、測定された濃度を計算し、平均を求めました。この平均値と予想濃度の差を予想濃度で割り、最後に 100 % を掛けて、最終的な精度を確定しました。正確な式を式 1 に示します。

$$\text{精度} = \frac{\bar{X} - X}{X} \times 100 \%$$

\bar{X} = 測定濃度の平均値

X = 予想濃度

式 1. 精度の計算式

測定濃度は、線形方程式と平均レスポンス係数という 2 つの方法で簡単に求めました。全結果を表 9 に示します。

SCD は硫化物に対して卓越した選択性と感度を示しました。この研究では、0.05 nmol/mol の標準ガスを用いて 7 回の繰り返し試験を実施し、メソッド検出下限 (MDL) を明らかにしました。個々の化合物の濃度を線形方程式で計算して、その後、標準偏差を計算し、3.14 を掛けて MDL を求めました。その結果、7 種類の硫化物の検出限界はすべて 0.01 nmol/mol 以下でした (表 10)。

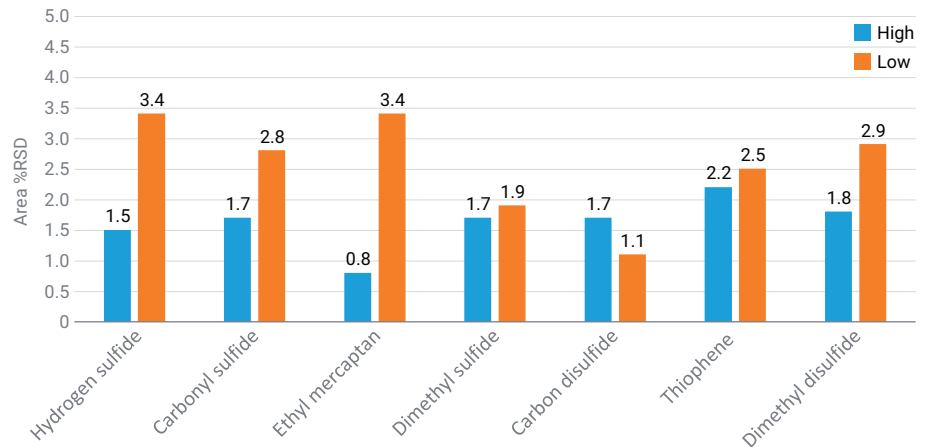


図 4. 低い検量線レベルと高い検量線レベルの両方における硫化物の再現性の結果

表 9. キャリブレーション範囲内での硫化物の精度の結果

| 精度 | 硫化水素 | 硫化カルボニル | エチルメルカプタン | ジメチルスルフィド | 二硫化炭素 | チオフェン | ジメチルジスルフィド |
|-------|-------------------|------------------|--------------------|--------------------|--------------------|-------------------|-------------------|
| CF 式 | -30.37 % ~ 2.78 % | -8.77 % ~ 2.27 % | -24.59 % ~ 1.98 % | -29.36 % ~ 2.99 % | -11.04 % ~ 11.44 % | -9.06 % ~ 13.49 % | -18.80 % ~ 2.86 % |
| 平均 RF | -21.4 % ~ 16.56 % | -4.57 % ~ 6.98 % | -13.67 % ~ 16.75 % | -17.61 % ~ 20.12 % | -7.25 % ~ 16.18 % | -6.1 % ~ 17.18 % | -10.87 % ~ 12.9 % |

表 10. 硫化物の MDL の結果

| | | 硫化水素 | 硫化カルボニル | エチルメルカプタン | ジメチルスルフィド | 二硫化炭素 | チオフェン | ジメチルジスルフィド |
|----------------------------|----|--------|---------|-----------|-----------|--------|--------|------------|
| 算出濃度 (nmol/mol) | 1 | 0.0505 | 0.0505 | 0.0510 | 0.0525 | 0.0497 | 0.0515 | 0.0499 |
| | 2 | 0.0510 | 0.0491 | 0.0505 | 0.0500 | 0.0490 | 0.0498 | 0.0501 |
| | 3 | 0.0498 | 0.0516 | 0.0520 | 0.0494 | 0.0488 | 0.0496 | 0.0518 |
| | 4 | 0.0505 | 0.0533 | 0.0523 | 0.0537 | 0.0518 | 0.0554 | 0.0529 |
| | 5 | 0.0544 | 0.0504 | 0.0526 | 0.0559 | 0.0514 | 0.0522 | 0.0528 |
| | 6 | 0.0528 | 0.0510 | 0.0533 | 0.0554 | 0.0499 | 0.0524 | 0.0526 |
| | 7 | 0.0501 | 0.0496 | 0.0513 | 0.0525 | 0.0491 | 0.0529 | 0.0523 |
| | SD | 0.0017 | 0.0014 | 0.0010 | 0.0025 | 0.0012 | 0.0020 | 0.0013 |
| MDL (3.14 × SD) (nmol/mol) | | 0.0052 | 0.0044 | 0.0031 | 0.0078 | 0.0038 | 0.0062 | 0.0040 |

MSDでのホルムアルデヒドと有機ハロゲン化合物の分析

ホルムアルデヒドと有機ハロゲン化合物の分析にはMSDを使用し、ホルムアルデヒドは選択イオンモニタリング（SIM）モードで、有機ハロゲン化合物はフルスキャンモードで取り込みました。個々の化合物を定量するため、それぞれの特徴的なイオンのピーク面積を積分しました。

DB-Sulfur カラムは、共溶出ピークの干渉を受けることなく、ホルムアルデヒドに対して優れた左右対称のピーク形状を示しました（図5）。ホルムアルデヒドの面積 %RSD が、濃度 1 nmol/mol と 100 nmol/mol の両方で 1.9 以下であることを確認しました（図8）。さらに、相関係数 (R^2) は 0.9971（原点の通過を強制された線形方程式）、RF の %RSD は濃度 1 ~ 400 nmol/mol の範囲で 8.8 % でした（図11）。ホルムアルデヒドについても、硫化物に使用したのと同じ計算式（式1）を用いて精度の評価を実施しました。この評価結果の詳細については、表12を参照してください。MDL は 1 nmol/mol の標準ガスを用いた7回の繰り返し分析に基づいて決定しましたが、計算で求められたホルムアルデヒドのMDLは0.0832 nmol/molでした。

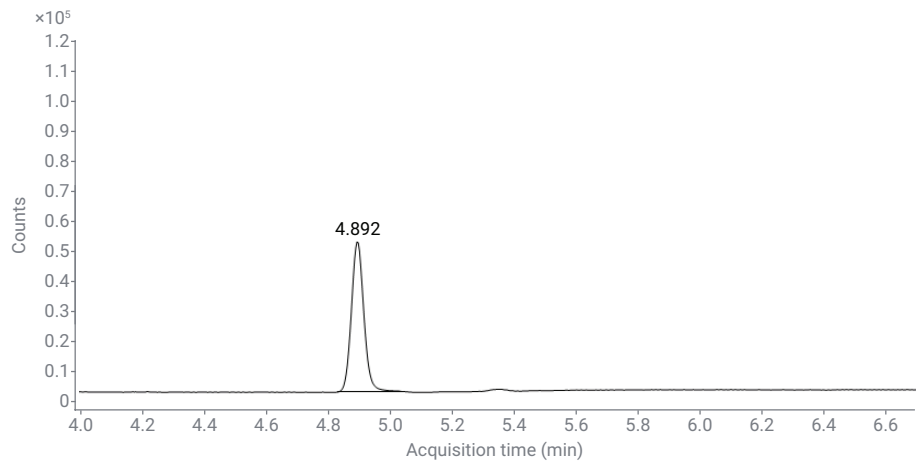


図5. 濃度 10 nmol/mol のホルムアルデヒドのSIMモードでのトータルイオンクロマトグラム

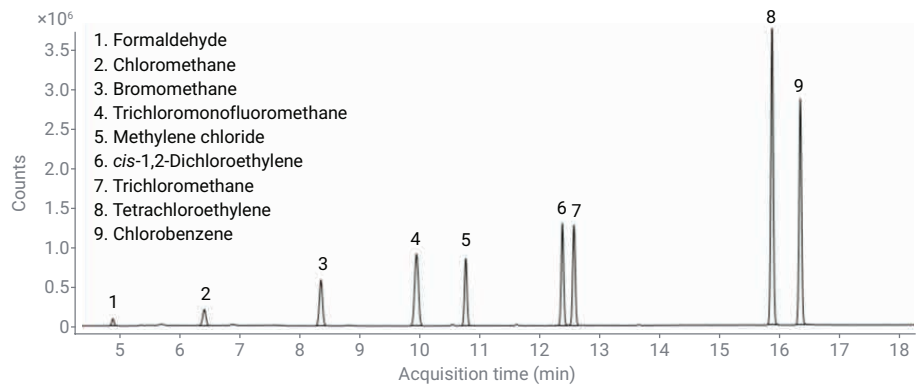


図6. 濃度 20 nmol/mol のターゲット化合物のスキャンモードでのトータルイオンクロマトグラム

表11. ホルムアルデヒドおよび有機ハロゲン化合物の直線性の結果

| 化合物 | CF式 (原点:強制) | R^2 | RF RSD% |
|-----------------------------|-----------------------|--------|---------|
| ホルムアルデヒド (1 ~ 400 nmol/mol) | $y = 4,635.949359x$ | 0.9971 | 8.80 % |
| クロロメタン | $y = 24,160.722741x$ | 0.9999 | 3.17 % |
| ブロモメタン | $y = 5,809.133480x$ | 0.9994 | 5.23 % |
| トリクロロモノフルオロメタン | $y = 1,062.950309x$ | 0.9999 | 7.09 % |
| 塩化メチレン | $y = 29,606.437470x$ | 0.9989 | 10.04 % |
| cis-1,2-ジクロロエチレン | $y = 44,517.394611x$ | 0.9990 | 5.82 % |
| トリクロロメタン | $y = 79,354.677026x$ | 0.9995 | 5.30 % |
| テトラクロロエチレン | $y = 115,877.834523x$ | 0.9987 | 15.39 % |
| クロロベンゼン | $y = 159,946.196181x$ | 0.9996 | 3.72 % |

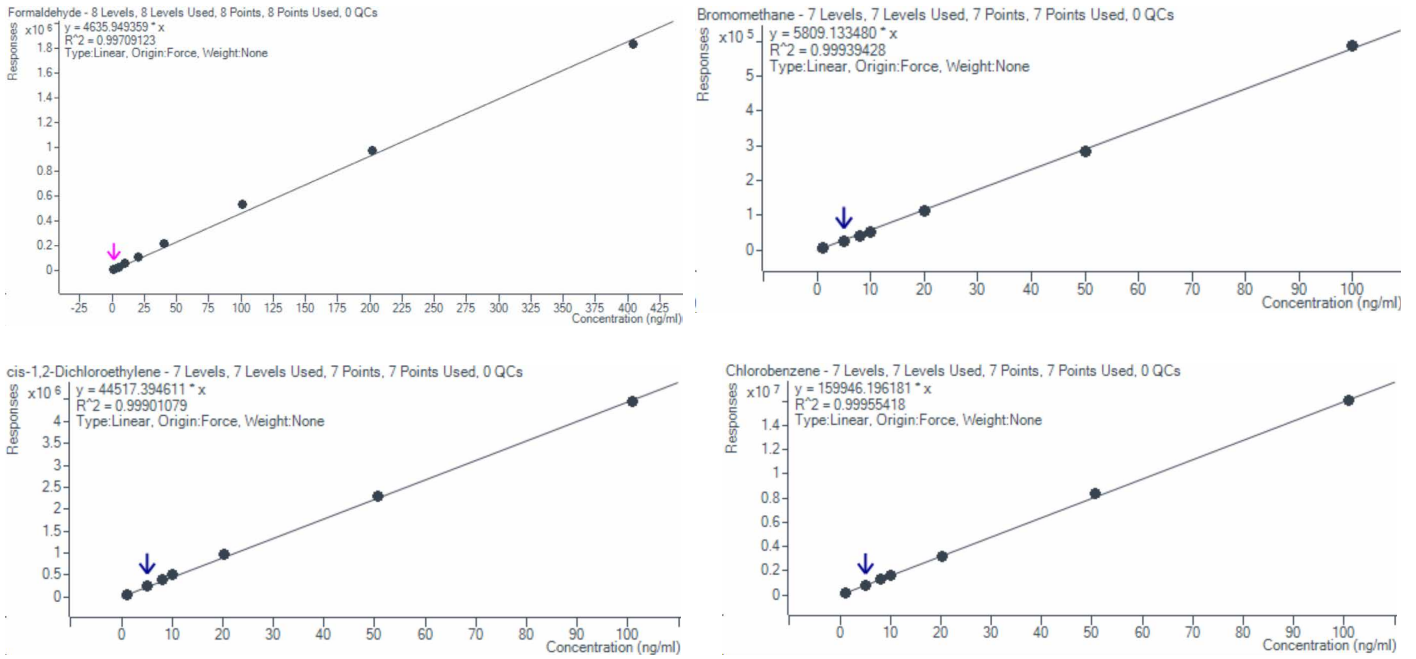


図 7. ホルムアルデヒドと代表的な有機ハロゲン化合物の検量線

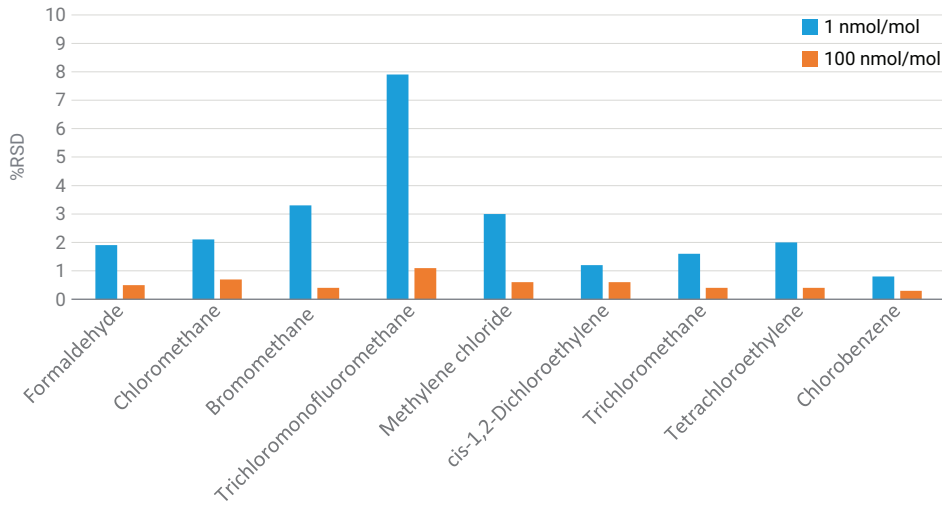


図 8. 濃度 1 nmol/mol および 100 nmol/mol におけるホルムアルデヒドと有機ハロゲン化合物の再現性の結果 (n = 6)

8種類の有機ハロゲン化合物の直線性は、濃度を1～100 nmol/molの範囲で7つのレベルに分けて評価しました。これらの成分の相関係数 (R^2) は0.9987 (原点の通過を強制された線形方程式) を超える優れた性能を示し、RFのRSDは常に15.4%未満でした。図7に代表的な化合物の検量線プロットを、表11に個々の化合物の全結果を示します。図8は有機ハロゲン化合物の再現性の結果ですが、これを見ると、面積%RSDが0.3～7.9%であったことがわかります。表12は、有機ハロゲン化合物の精度の結果の概要です。MDLの決定には、1 nmol/molの標準ガスを7回繰り返し分析しました。表13に詳しい結果を示します。

表 12. ホルムアルデヒドおよび有機ハロゲン化合物の精度の結果

| 化合物 | 精度 | |
|------------------|---------------|----------------|
| | CF式 | 平均RF |
| ホルムアルデヒド | -10.55%～5.1% | -7.70%～8.45% |
| クロロメタン | -8.92%～1.51% | -7.99%～2.56% |
| ブロモメタン | -11.09%～0.81% | -5.01%～7.71% |
| トリクロロモノフルオロメタン | -0.65%～19.11% | -5.98%～12.71% |
| 塩化メチレン | -1.1%～28.04% | -12.03%～13.90% |
| cis-1,2-ジクロロエチレン | -1.23%～18.2% | -9.11%～8.77% |
| トリクロロメタン | -1.08%～17.44% | -6.63%～10.85% |
| テトラクロロエチレン | -30.45%～3.96% | -20.29%～19.15% |
| クロロベンゼン | -8.00%～3.84% | -6.31%～5.75% |

表 13. ホルムアルデヒドおよび有機ハロゲン化合物のMDL

| | | ホルムアルデヒド | クロロメタン | ブロモメタン | トリクロロモノフルオロメタン | 塩化メチレン | cis-1,2-ジクロロエチレン | トリクロロメタン | テトラクロロエチレン | クロロベンゼン |
|-------------------------------|----|----------|--------|--------|----------------|--------|------------------|----------|------------|---------|
| 算出濃度 (nmol/mol) | 1 | 1.0783 | 0.9639 | 1.0059 | 0.9823 | 1.0039 | 1.0122 | 1.0005 | 1.0182 | 1.0124 |
| | 2 | 1.0418 | 0.9921 | 0.9941 | 1.0157 | 0.9621 | 1.0078 | 0.9915 | 1.0018 | 1.0076 |
| | 3 | 1.0056 | 0.9304 | 0.9696 | 0.9484 | 0.9439 | 0.9815 | 0.9685 | 0.9966 | 0.9897 |
| | 4 | 1.0370 | 0.9592 | 0.9780 | 0.9817 | 0.9435 | 1.0061 | 0.9868 | 1.0021 | 0.9926 |
| | 5 | 1.0115 | 0.9516 | 0.9945 | 1.0180 | 0.9461 | 0.9863 | 0.9678 | 0.9885 | 0.9906 |
| | 6 | 1.0069 | 0.9646 | 0.9580 | 0.9663 | 0.9206 | 0.9796 | 0.9744 | 0.9842 | 0.9688 |
| | 7 | 1.0131 | 0.9638 | 0.9933 | 0.9586 | 0.9241 | 1.0077 | 0.9778 | 0.9438 | 1.0090 |
| | SD | 0.0266 | 0.0184 | 0.0168 | 0.0270 | 0.0279 | 0.0142 | 0.0123 | 0.0234 | 0.0152 |
| MDL (3.14 × SD) (nmol/mol) | | 0.0835 | 0.0577 | 0.0527 | 0.0846 | 0.0877 | 0.0445 | 0.0386 | 0.0735 | 0.0478 |

結論

マルチガス CIA Advantage-xr TD とデュアル検出システム (SCD/MSD) を搭載した Agilent 8890 ガスクロマトグラフシステムは、FCV 用水素に含まれる超微量硫化物、微量ホルムアルデヒド、有機ハロゲン化合物の分析に優れています。このシステムを用いて、これら 3 種類の化合物に対する卓越した分析性能を実現し、ISO 14687-2019、SAE J2719-2015、および GB/T 37244-2018 の各メソッドで規定された品質管理基準を完全に満たすことができました。

参考文献

1. Xu, C.; Xu, G. Analysis Technology of Trace Impurities in Hydrogen for Hydrogen Fuel Cell Vehicles. *Chemical Industry and Engineering Progress* **2021**, *40*(2), 688–702. DOI: 10.16085/j.issn.1000-6613.2020-0690.
2. Zhang, Y.; Wang, Y. Development and Application of Overall Solution for Hydrogen Quality Analysis of Proton Exchange Membrane Fuel Cell Vehicles. *Chinese Journal of Analysis Laboratory*. **2021**.
3. ISO 14687-2019, Hydrogen Fuel Quality — Product Specification.
4. SAE J2719-2015, Hydrogen Fuel Quality for Fuel Cell Vehicles.
5. GB/T 37244-2018, Fuel Specification for Proton Exchange Membrane Fuel Cell Vehicles— Hydrogen.
6. GB/T 44243-2024, Determination of Sulfur-Containing Compounds, Formaldehyde, and Organic Halides in Hydrogen for Proton Exchange Membrane Fuel Cell Vehicles by Gas Chromatography.

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンター

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

DE75282039

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2024
Printed in Japan, May 23, 2024
5994-7411JAJP