

T型ユニオンを使ったガスサンプリングポート

伊藤 伸一

筑波大学数理物質科学等技術室

〒305-8573 茨城県つくば市天王台 1-1-1

概要

実験により生成したガスをガスクロマトグラフにより分析するため、ガスラインの途中にT型ユニオンを挿入し、そこからガスをサンプリングする方法を紹介する。

キーワード: ガス採取、ガス分析、ガスクロマトグラフ、水上置換法

1. はじめに

理工系の研究室・実験室における様々な実験を進める上で、いくつかの簡単で、早く、安く自作できる仕掛けがある。最先端の実験では、実験装置が市販されていないし、かっちりとした実験をするためにはそれなりの装置を作る必要があるが、初めて行う実験は、はたしてそれが期待通りの結果となるかどうか分からない。そのような実験のために、高い費用と時間をかけて実験装置を作ることは無駄なこともある。取り急ぎ、手早く感触をつかむには早くて、費用があまりかからず、簡単に作れる仕掛けができればよいと筆者は常日頃考えている。それである程度の結果が得られれば、実験の規模を拡大すればよいのである。研究の現場では、教員の指導のもと、大学院生や卒研究生が日々努力している。しかし、彼らだけでは、経験的にも時間的にも限界があり、そこはやはり技術職員の真骨頂を發揮すべきである。教員あるいは院生・学生から相談や要望があった時に、すぐに対応できれば大学の競争力につながる。筆者は、これまでにかかわってきた職務の中で制作した実験装置等について報告してきた^[1-8]。今回は、シンプルで応用ができる仕掛けについて紹介する。化学反応により生成したガスをガスクロマトグラフ等で分析するためにガスを採取するガスサンプリングの方法である。

2. 仕掛けの概要と仕組み

実験装置のラインにT型ユニオンを組み込んだ、サンプリングポートの配置をFig. 1に示した。反応ガスを固体触媒が置かれた反応器に流し、反応によって生成した反応生成物はラインを通過して Vent.へ流れ、すなわち排気される。T型ユニオンの枝の部分は、そのままであれば反応生成物が空气中に漏れ出すので、ゴム栓を袋ナットで締め付けて密閉している。このゴム栓の中央にガス用の注射器の針を差込み、反応生成物を一定量抜き取り、それをガスクロマトグラフのインジェクションポートへ打ち込み、分析することができる。今回の報告では、ガスラインに外径 1/8 インチのステンレスパイプを使用したので、T型ユニオンも 1/8 インチパイプ用を用いた。その様子を Fig. 2 に示した。

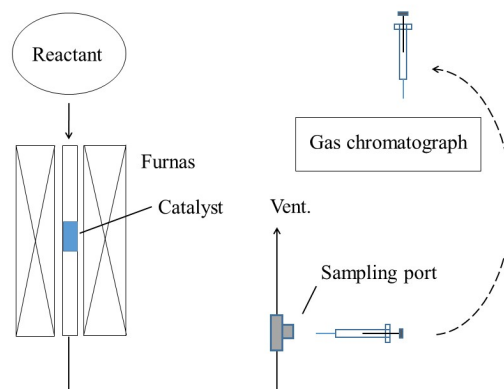


Fig. 1 Sampling port on the gas line.

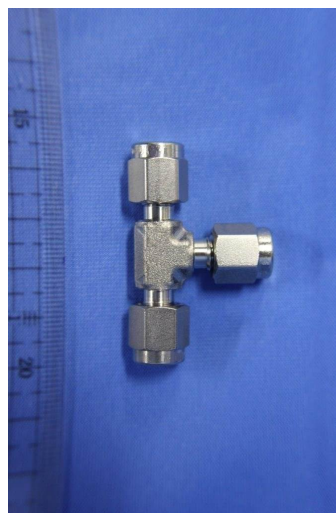


Fig. 2 T-type union.

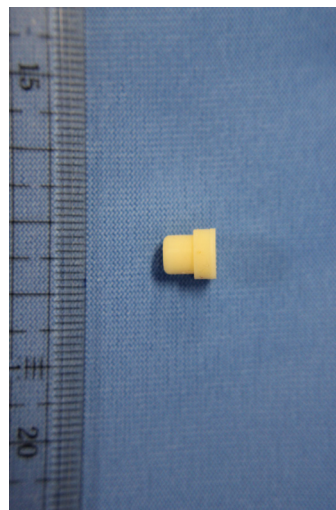


Fig. 3 Septum for gas chromatograph.

あらかじめお断りしておくことは、このような使用方法は当然ながらT型ユニオンのメーカーでは考えていない。設置の仕方が悪ければ、反応生成ガスが漏れ出すことになる。毒性ガスを扱う場合は、実験中は常にガス検知器を使用して漏れ出していないことを確認しながら実験を行う。この仕掛け自体をドラフトチャンバー内に設置すればなお良い。

ゴム栓として用いるものは、Fig. 3に示したようなガスクロマトグラフ用のセプタムである。柔らかいシリコンゴムであれば、直径 6 mmの丸棒を必要な長さに切って使っても良いが、ガスクロマトグラフ用が使いやすい。また、サンプリングを繰り返すと、ゴムに穴が開き、流通ガスが漏れ出しやすくなるので、注意する。T型ユニオンの本体内部は、すり鉢状になっていて、奥にゆくほど内径が小さくなっている。すると、袋ナットを締めたときに、セプタムが曲がってしまい密着しないことがある。したがって、Fig. 4 に示したようにセプタムの角を斜めにカットしておくが良い。このセプタムを、T型ユニオンの一か所（側管）の袋ナットに取り付けた様子をFig.5に示した。あとは、ナットをT型ユニオンに締め付ければよい。ここはスパナ等を用いずに指締

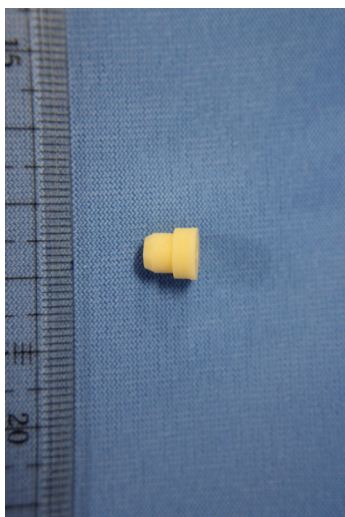


Fig. 4 After the cutting of the septum.

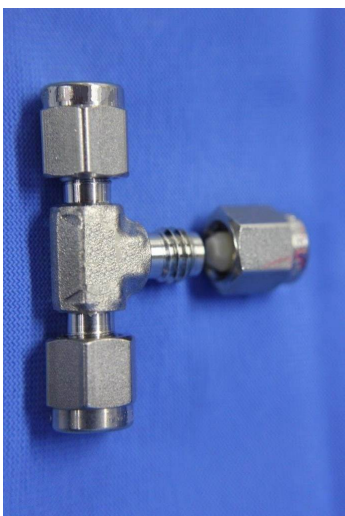


Fig. 5 Setting of the septum into the nut.

めでよい。

3. 実際の装着とサンプリング

実際に実験装置にサンプリングポートを装着し、ガス用シリンジを用いてサンプリングしている様子を Fig. 6 に示した。ガス用シリンジの針は、折れやすいのでサンプリング時には、写真のように針の中央部分を左手の指で支える。両手を使うので、サンプリングポートは装置の支柱に固定してある。実験上、サンプリングは 1.0 cc のガスを採取したが、シリンジ内（特に針の部分）を共洗い（0.5 cc で 2 回）してからサンプリングした。



Fig. 6 Sampling of gas using a gas tight syringe.

4. ガスサンプリング時の空気の漏れ込み

サンプリングポートから、ガス用シリンジを用いてガスを 1.0 cc サンプリングし、ガスクロマトグラフで分析した結果を Fig. 7 に示した。1.8 分と 2.267 分の所に極めて小さなピークがあるが、これはサンプリング時の空気の漏れ込みによる酸素と窒素である。窒素についてそのモル感度から計算すると、サンプリングした 1.0 cc 中に 0.0001 cc の漏れ込みである。空気の漏れ込みを完全になくすことは難しいが、この程度であれば、分析において差支えない。（サンプリングしたガスは、99% 以上がガスクロマトグラフのキャリアガスと同じで、ここではピークとして現れていない。）

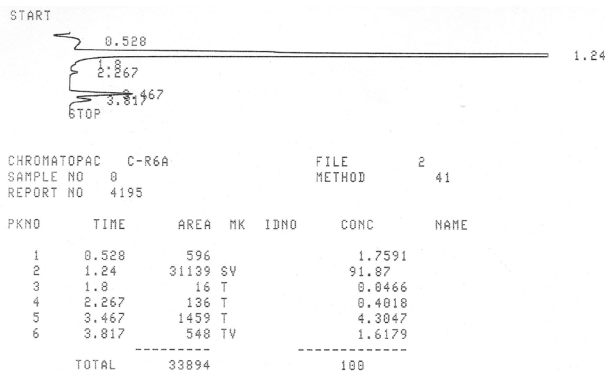


Fig. 7 A chromatogram of gas analysis.

5. 気体発生反応等への応用

今回紹介しているガスのサンプリング方法の応用例として、溶液中で起こる気体発生反応によるガスの水上置換法による収集を行った際に、その組成分析を行った様子を示した (Fig. 8)。とてもシンプルであるが、精度よく分析でき、この仕掛けによる実験結果は、ある研究の一角を担う結果としてさっそく国際的なジャーナルへ投稿された。

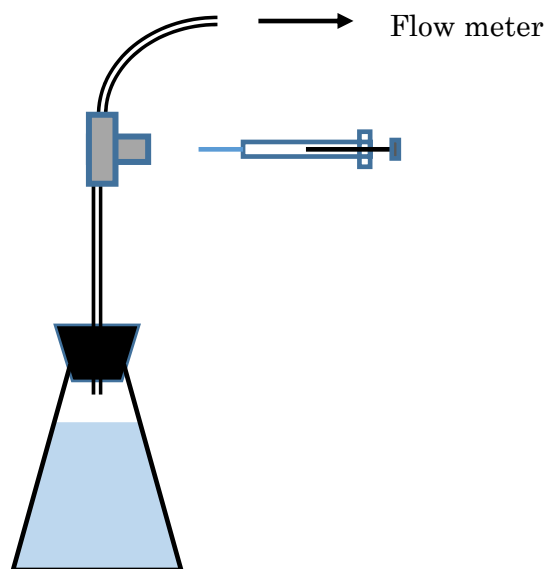


Fig. 8 Gas sampling of gaseous evolution reaction.

6. ハイテクを生み出すスキル

今回製作した仕掛けは、先に述べたように早くて、費用がかからず、簡単に作れるものである。実際に、教員から相談があり、アイデアを考え（と言っても、全く新規なものではなく、記憶にあるいくつかの選択肢から選んだだけであるが）、それを製作し、実験結果が得られるまでにかかった時間は、およそ一週間であった。費用は研究室にあったものを使ったのでほとんどかかっていない。新規に購入しても、数千円程度である。今回紹介した方法で、実際に得られた結果が最先端の成果として報告されていることは先に述べた。

日本は最先端の技術立国として世界的に認められている。そして、その実現体であるハイテクを生み出すもとなり、支えているのは一人ひとりの技術者の技量・スキルである。今回発表した方法は、どちらかといえばローテクになる。しかし、ここで注意しておきたいことは、ハイテクに対してローテクという言葉を使っているが、けっして価値の低いものと言っているわけではなく、別次元のものと考えている。それは、自動化されコンピュータ制御されたものとは異なり、人の手によるもの、技術あるいは技能である。それらがなくては成り立たないのである。国立大学が本当の国際的な競争力を付けていこうとするならば、技術（あるいは技能）を教員、研究者あるいは学生の要求に応じて迅速、正確、安価に提供できる技術職員の存在が欠かせないと筆者は考えている。もちろん、技術職員一人ひとりが日々研鑽し、その技術あるいは技能を高めていく必要がある。

7. 謝辞

本報告を行うにあたり、日頃からご指導・ご鞭撻をいただいております筑波大学数理工学系の中村潤児教授および近藤剛弘准教授に感謝申し上げます。

参考文献

- [1] 伊藤伸一、「担持白金触媒のプロパン酸化活性における金属粒径依存性」、筑波大学技術報告、No. 4 (1984) pp 137-142.
- [2] 伊藤伸一、「多目的反応装置の試作」、筑波大学技術報告、No. 6 (1986) pp 51-56.
- [3] 伊藤伸一、「高周波放電プラズマを利用した触媒反応装置の試作」、筑波大学技術報告、No. 9 (1989) pp 7-12.
- [4] 伊藤伸一、「赤外発光測定用分子線真空反応装置の試作」、筑波大学技術報告、No. 10 (1990) pp 9-15.
- [5] 伊藤伸一、「水蒸気改質反応用気化器付き触媒反応管の試作」、筑波大学技術報告、No. 21 (2001) pp 19-25.
- [6] 伊藤伸一、「担持貴金属触媒の低温 (180 K) からの昇温還元法 (TPR)」、筑波大学技術報告、No. 29 (2009) pp 20-23.
- [7] 伊藤伸一、「金属酸化物添加担持白金触媒によるエタノールの水蒸気改質反応 — 反応装置の製作と触媒活性試験結果 —」、筑波大学技術報告、No. 31 (2011) pp 1-7.
- [8] 伊藤伸一、「超硬質ガラス製高真空吸着測定・昇温脱離 (TPD) 測定装置の製作」、筑波大学技術報告、No. 33 (2013) pp 14-21.

Gas sampling port using a T-type union

Shin-ichi Ito

Graduate School of Pure and Applied Sciences, Technical Service Office for Pure and Applied Sciences,
University of Tsukuba,
1-1-1 Tennodai, Tsukuba, Ibaraki, 305-8573 Japan

This is a report for a gas sampling port using a T-type union. To analyse a gas composition which was produced from a chemical reaction, a sampling port using a T-type union was put into a gas line.

Keywords: Gas sampling, gas analysis, gas chromatograph, gas replacement method.