

第380回ガスクロマトグラフィー研究懇談会特別講演

キャリアーガスにアルゴンを使用した検出限界 < 50ppbを達成する コンパクトオンラインガスクロマトグラフ



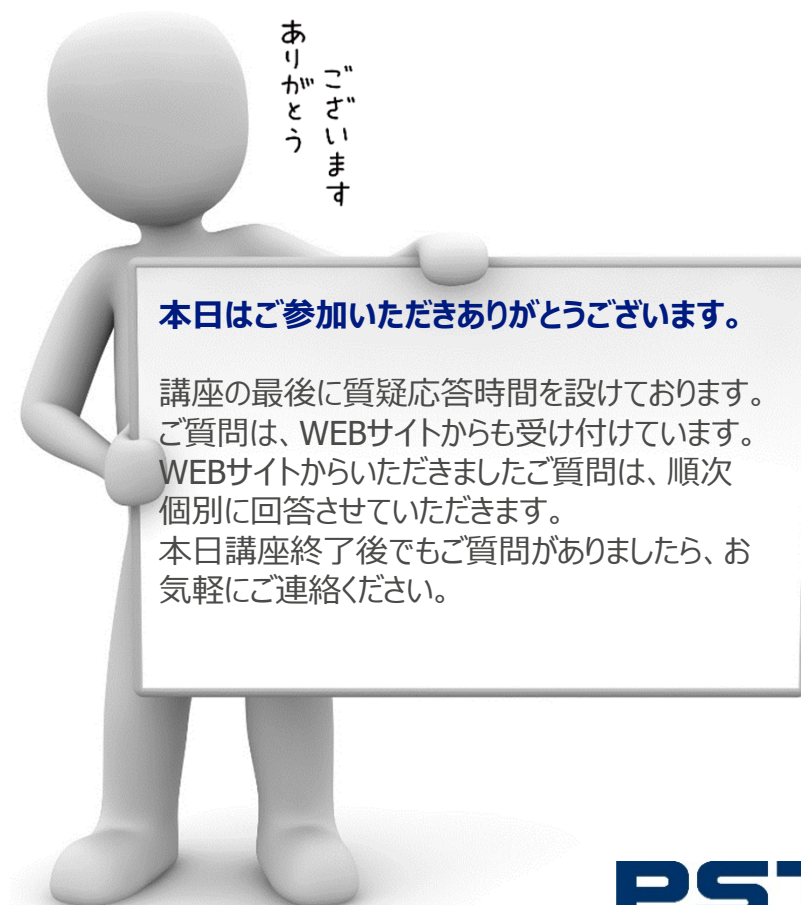
ミッセルジャパン株式会社

モイスター事業部

18th Nov 2022

目次

- 会社紹介
- オンラインガスクロマトグラフMD3のご紹介
- 検出器PEDについて
- 高精度分析を行うために
- 分析結果
- その他



ミッセルジャパン株式会社 とは

ミッセルジャパン株式会社は、2005年5月、英国 ミッセル社（露点/水分計、酸素濃度計、露点・湿度標準器）を傘下に収める英国 Parametric Holding Ltd の日本法人として設立されました。

2016年10月、ミッセル社は、バッテリーベンチャー社（米）の傘下に入り、中核企業としてプロセスセンシングテクノロジー（PST）グループを形成しています。



社名	ミッセルジャパン株式会社
設立	2005年5月
所在地	東京都武蔵野市中町1-19-18
電話番号	0422-50-2600
代表取締役	齋藤 裕一
資本金	2000万円
WEBサイト	www.michell-japan.co.jp
メールアドレス	info@michell-japan.co.jp

PST (Process Sensing Technologies) グループ とは

2016年10月より水分・露点計のMichell Instruments社を中心として、湿度計のRotronic社、ガス分析計のLDetek社、ガスセンサーのDynamment社、酸素計のAnalytical Industries社、Ntron社およびSST社を傘下に収めた計測器グループです。



グループ名	プロセスセンシングテクノロジーグループ
設立	2016年
所在地	アメリカ
WEBサイト	www.processsensing.com

LDetek Inc. (カナダ) とは

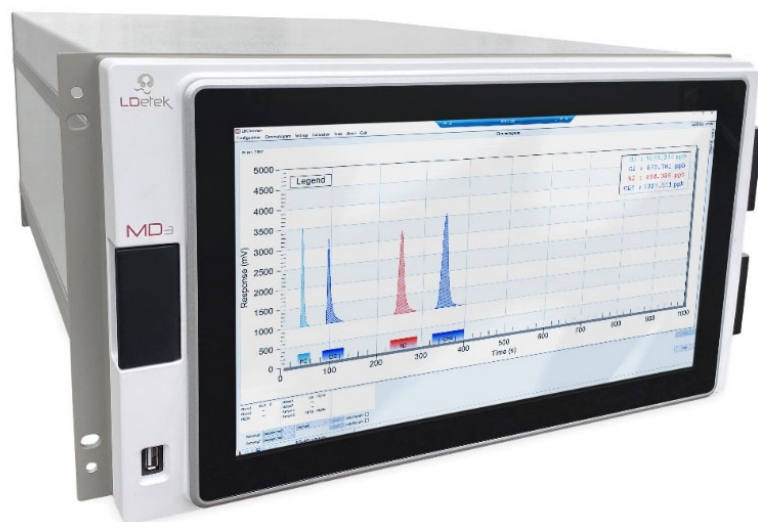
LDetekは、工業用特殊ガス及びプロセスガス中の微量不純物を測定・検出するためのオンライン分析計やガスクロマトグラフを開発・製造・販売しています。2009年設立の若い会社ですが、すでに国際的には認知されているブランドであり、特に半導体アプリケーションを得意としています。

独自のPED検出器を使用した高分解能・高精度が特長となります。また、アプリケーションに合わせてFID検出器やTCD検出器を搭載する等フレキシブルな対応が可能な会社です。



社名	エルディーテック社
設立	2009年
所在地	990 Rue Monfette Est, Thetford Mines, Québec, Canada
代表取締役	Louis Paradis
WEBサイト	www.ldetek.com

小型オンラインガスクロマトグラフ **MultiDetek3**



- ユーザーのアプリケーションに合わせて、設計、製造される工業ガス/品質管理用のオンラインガスクロマトグラフ
- 幅50cm x高さ27cm x奥行60cmの筐体に検出器、カラム、オーブン、制御部を詰め込んだコンパクトな設計
- 1台で複数のサンプルガス、複数の不純物の分析が可能
- 大型のタッチパネルによる操作
- LDL: 0.03ppm (Arキャリア、Range: 0-1ppm)
LDL: 1ppb (Heキャリア、Range: 0-500ppb)

MD₃
MULTIDETEK3

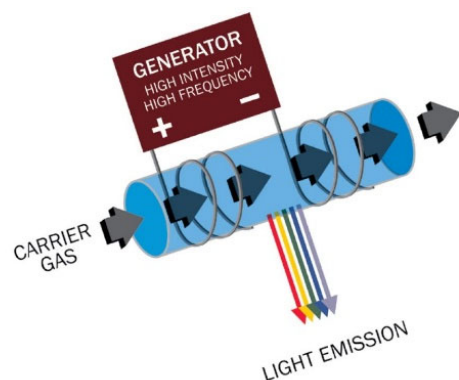
PED (Plasma Emission Detector) とは



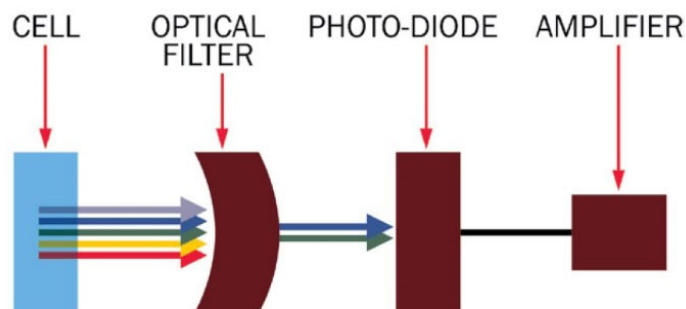
プラズマ化させたAr、Heのエネルギーで化合物をイオン化させ、その化合物が元に戻るときに放出する光を検出する検出器です。

化合物はイオン化後、元に戻るため、サンプルを破壊することなく分析が可能です。

PEDの基本原理

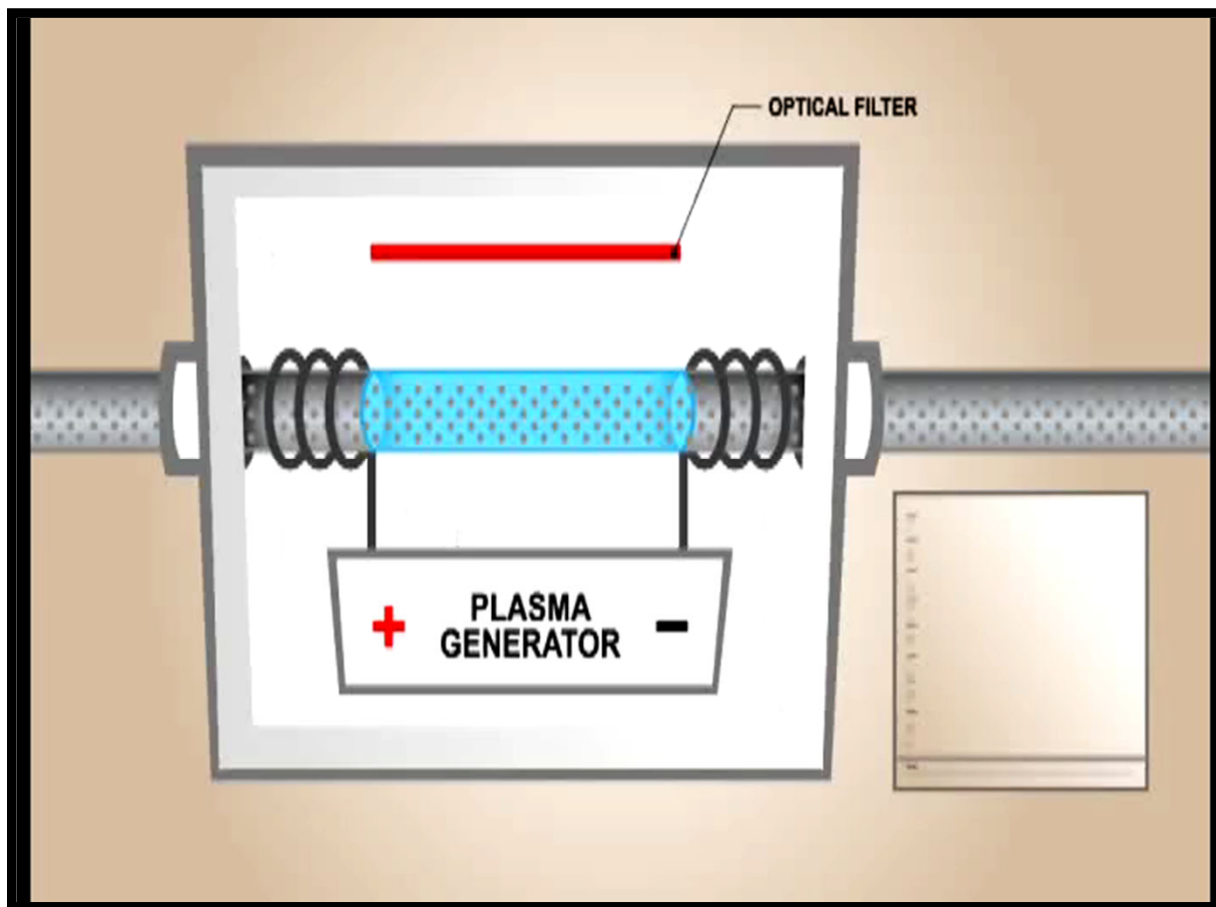


- ① 高電圧、高周波放電によりプラズマ化させたAr、He（キャリアガス）が、サンプルガス中の対象化合物をイオン化させます。
- ② イオン化した化合物はすぐに元に戻ります。そのとき化合物特有の光を放出します。
- ③ その発光を光学フィルターを通し、フォトダイオードで受け、電気信号として取り出します。



光学フィルターを対象化合物に合わせたものを使用することで、高い選択制を実現しています。

PEDの基本原理



PED（プラズマ発光式検出器）の特長

- アルゴン、ヘリウム、窒素をキャリアガスとして使用可能（低 ppb 域の測定感度が得られます）
- どんなタイプのカラムも簡単操作できる設計（パック、キャピラリー、マイクロパック）
- オールインワン検出器：永久ガス、炭化水素、硫黄、希ガス、有毒ガス、腐食性ガスなど
- 石英（クォーツ）製：腐食や不純物吸着がない（不活性材料）
- PPB 検出感度
- 選択的/非選択的構成を使用可能（最大 4 つの光学フィルター）
- FID で使用される燃料や空気など、追加のガスが必要ない
- ガス発生器不要、これは費用対効果が高く、安全です
- デッドボリュームなし：従来の水素イオン炎検出器でキャピラリーカラムを使用した場合に発生するファントムピークの生成を回避する
- 放射能フリー



高感度検出するためには

PEDではプラズマ化させるAr、Heガスに
キャリアガスを使用するため、
別途高純度のガスを用意する
必要はありません。

しかし、そのため高精度の分析には
高純度のキャリアガスが必要不可欠です。

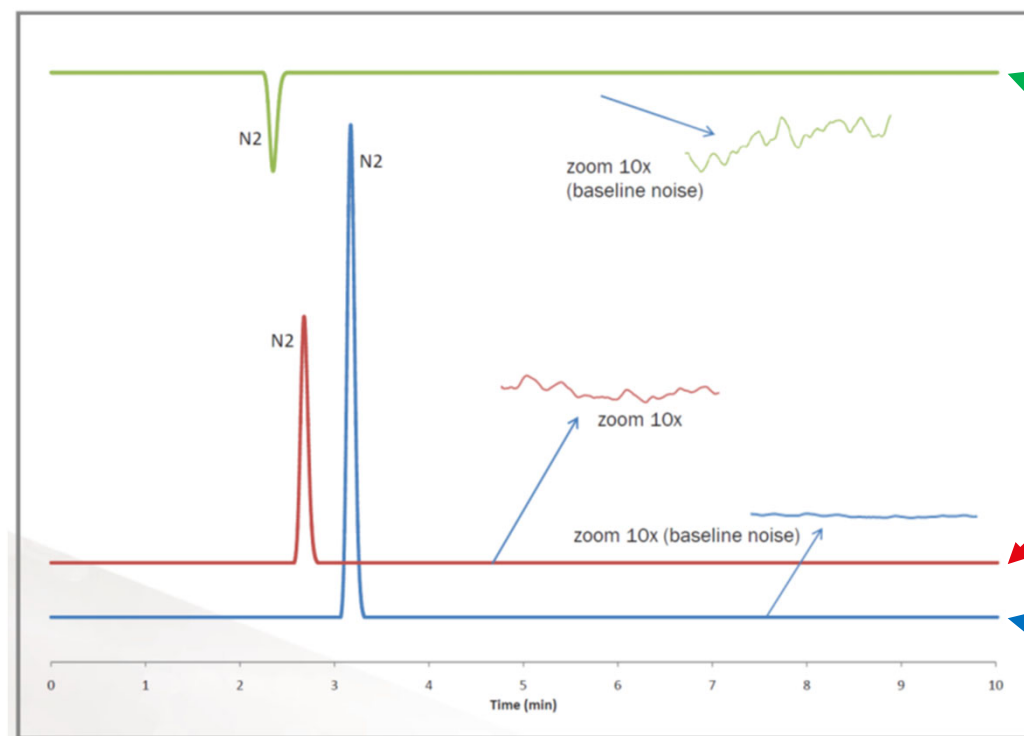
キャリアガスの純度を上げるために



LDP1000 series

- Ar/He/Ne/Xe/Krの精製が可能
- ゲッタータイプ (Zr/V/Fe合金)
- H₂O, O₂, CO, CO₂, N₂, THC, H₂, CH₄の除去が可能(加熱時)
- 不純物レベルを入口 10ppm → 出口 >10ppbレベルまで除去
- 希ガスタイプのほかに窒素タイプ、水素タイプも用意

キャリアガスの純度を上げるために



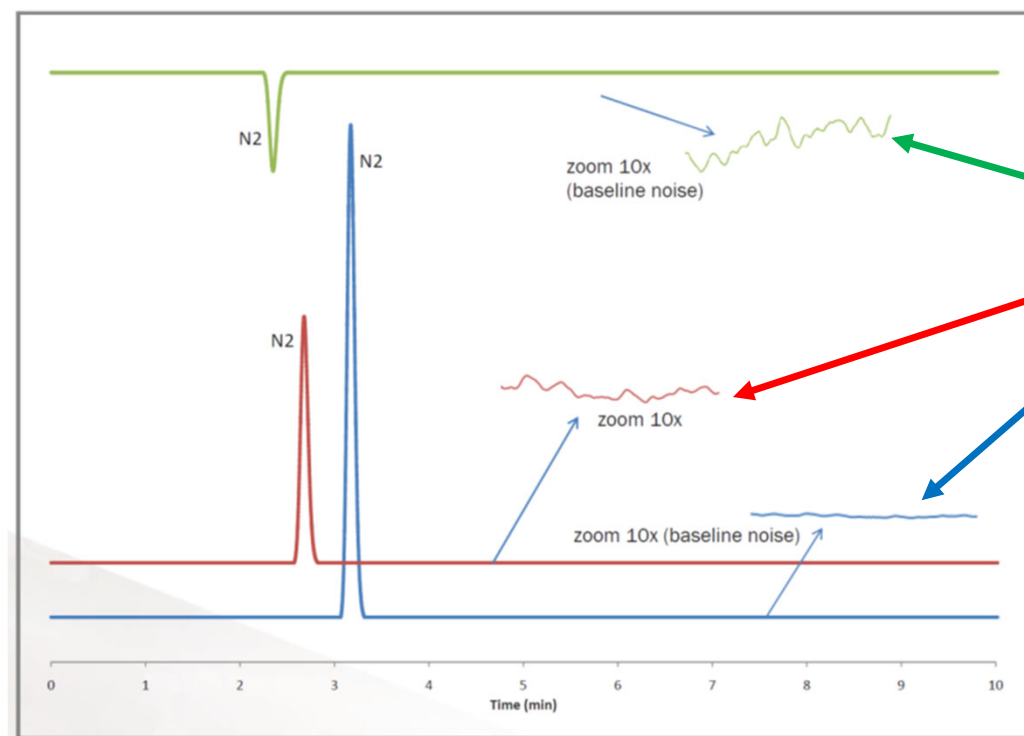
1ppm N2 inサンプルガス
精製器なし、キャリアガス中の
N2濃度1.2ppm

1ppm N2 inサンプルガス
精製器なし、キャリアガス中の
N2濃度0.5ppm

1ppm N2 inサンプルガス
精製器あり

クロマトグラム イメージ

キャリアガスの純度を上げるために

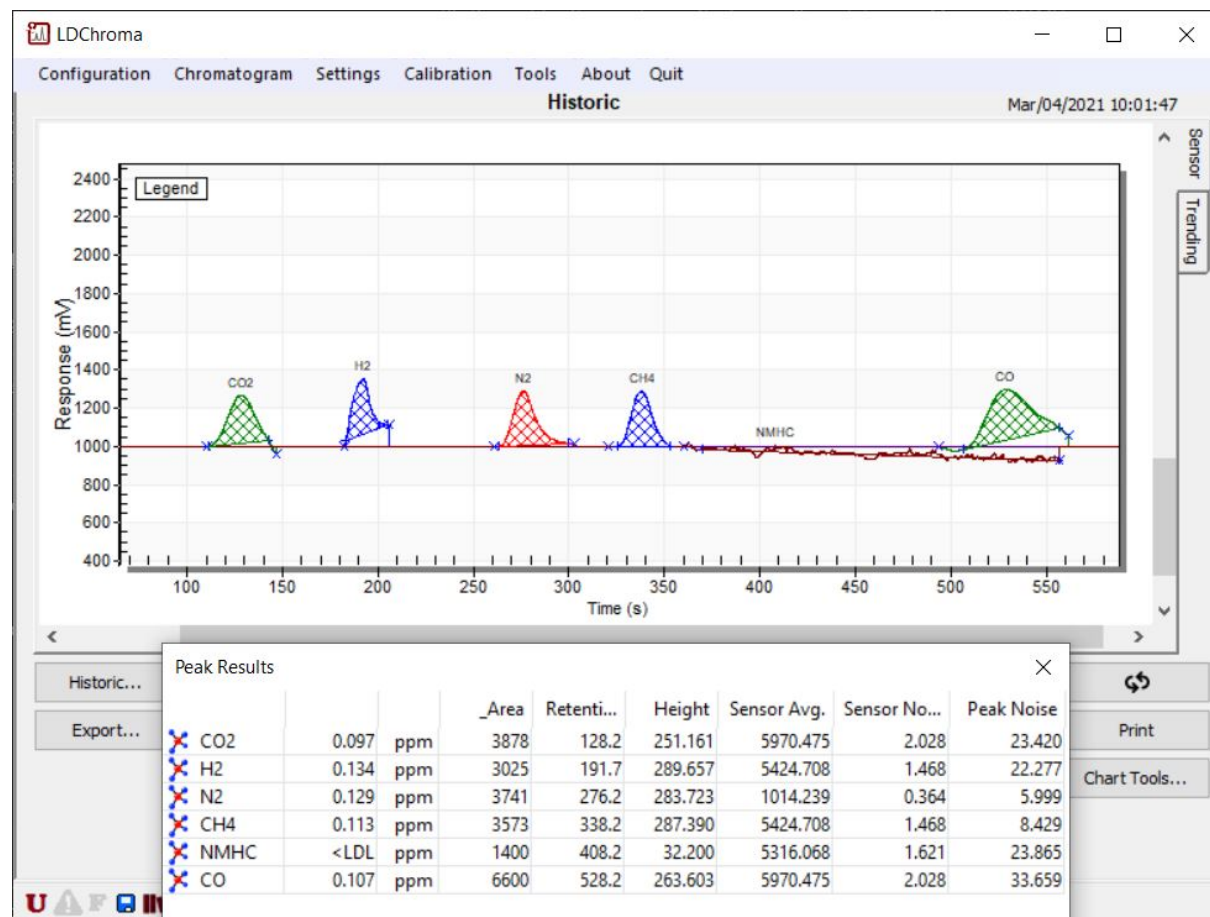


ベースラインのノイズレベル低下にも寄与

S/N比に優れるため、高感度検出が可能

クロマトグラム イメージ

アルゴンキャリアでの分析結果例



サンプルガス

100ppb CO₂-H₂-N₂-CH₄-CO in Ar

アルゴンキャリアでの分析結果例

Peak Results			_Area	Retenti...	Height	Sensor Avg.	Sensor No...	Peak Noise
✕	CO2	0.097 ppm	3878	128.2	251.161	5970.475	2.028	23.420
✕	H2	0.134 ppm	3025	191.7	289.657	5424.708	1.468	22.277
✕	N2	0.129 ppm	3741	276.2	283.723	1014.239	0.364	5.999
✕	CH4	0.113 ppm	3573	338.2	287.390	5424.708	1.468	8.429
✕	NMHC	<LDL ppm	1400	408.2	32.200	5316.068	1.621	23.865
✕	CO	0.107 ppm	6600	528.2	263.603	5970.475	2.028	33.659

CO2では、約100ppbのピークの高さが251なのに対して、ノイズは23程度 ⇒ S/N: 約10

小型オンラインガスクロマトグラフ **MultiDetek3**



希釈器 (校正用)



ストリームセレクター



海外メーカー...気になるサポート体制は？

オンラインサポートを利用してカナダのLDetek社工場の技術者と繋がり、カナダから直接リモートサポートを受けることができます。

こちらでの補助を必要とせず完全リモートで作業を行うことが出来るので、時差（+14時間）を利用して工場や研究が休止している時間帯に、機器を設置している場所から動かさずに、メーカー工場の専門的なスタッフから技術サポートを受けることができます。

このサービスは、日本国内のサポートスタッフからも受けることができます。

緊急トラブルが発生した場合でも、国内なので時差を気にせず日本人技術者や担当営業に電話でコンタクトを取り、リモートで緊急的な対応を依頼できます。



PST

PROCESS SENSING
TECHNOLOGIES