

Application Note

LD12-05

LDP1000 ガス精製器を使用したガスクロマトグラフ測定の改善

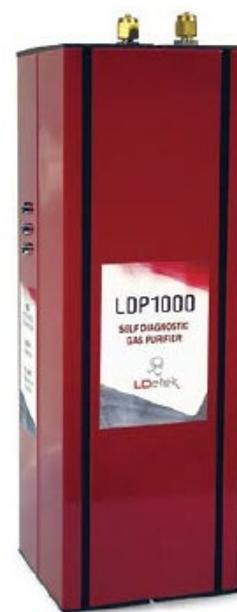
ガスクロマトグラフで微量不純物を測定する場合、キャリアガスの品質は非常に重要です。キャリアガスは分析装置の基準ガスなので超純粋なキャリアを供給できるよう細心の注意が必要です。場合によっては、グレード 5(99.999%純粋)またはグレード 6(99.9999%)の品質でも使用に不十分です。さらに、低品質のガスボンベや圧力調整器を使用してリークが発生し、その事が原因で多くの問題に発展することも既知の事実です。高性能ガス精製器LDP1000 を使用する事で、キャリアガスラインに汚染源があったとしても全ての不純物を確実に捉えることができます。

LDP1000 は、あらゆるガスクロマトグラフと GC/MS の最適基準レベルを満たす希ガス、窒素、水素を精製します。非蒸発性ジルコニウムベースのゲッター合金がSUS316L 製カラムに充填され、高純度で安全な動作モードを確実に保証し、不純物を ppt レベル(総不純物)まで除去することも可能です。

LDP1000 の設計:

高性能ガス精製器 LDP1000 は、希ガス、窒素、水素で使用できるように設計されています。交換可能なゲッターカラムは、寿命(交換時期)に達した時に精製器全体を交換する必要がなく、内部の消耗部品のみを交換するだけで済みます。この設計により、交換カラムを予備で保有するだけで、必要なときに現場で直ぐ交換することが可能になり、長期的に連続して運用する場合において非常に費用対効果の高いソリューションといえます。

このような精製器は、正確な温度管理が実行できることが非常に重要です。LDP1000 は、マイクロコントローラーユニットでゲッターの温度を自動調整して最高純度での精製と安定性を確保します。また、加熱温度防止機能により装置の安全性が確保されています。LD1000 は、実験室での卓上、工場でのラックマウントのタイプも用意しています。バイパスプレートオプションは、配管内での汚染を回避するためにメンテナンス目的とガスクロマトグラフへのフローを遮断するために設置されます。



LDP1000
gas purifier

大気 vs 加熱精製:

ゲッター合金容量の全体が精製に使用されるため、加熱した LDP1000 は、従来の常温タイプやトラップタイプの精製器と比較して長く使用することができます。加熱されたゲッター合金は、不純物分子をゲッター粒子のバルク内に拡散させますが、常温精製器は表面に吸着させるのみです。さらに、LDP1000 の技術は、希ガス中の窒素、水素、メタンを除去する能力があります。

コンタミの影響:

ガスクロマトグラフ内でコンタミのあるキャリアガスが、システムの安定性、感度、および性能に大きな影響を与えることは広く知られています。図 1 は、コンタミのあるキャリアガスを使用した場合の窒素の分析値への影響を示しています。

コンタミのあるキャリアガスが測定するサンプルガスより少量の場合は、コンタミの量に応じて感度が低下します。図 1 は、サンプルとコンタミの比が 2 の場合、約 50%の応答を失う事を示しています。これは、システムの検出下限に大きく影響します。

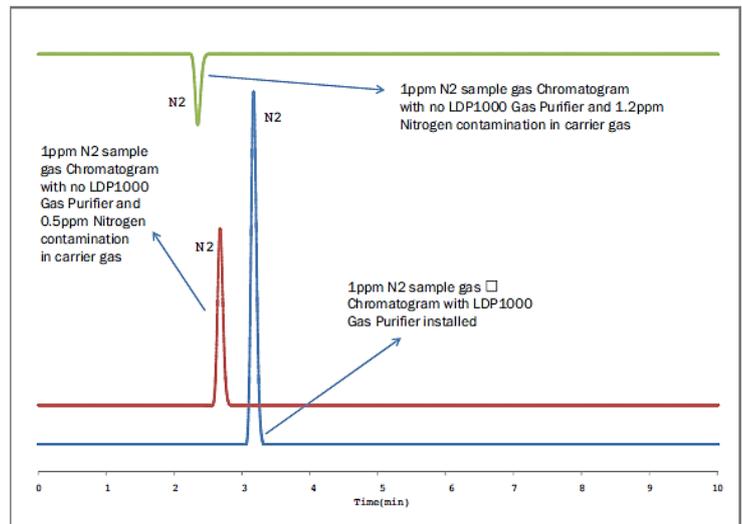
測定するサンプルガスよりもコンタミが多い場合は、さらに感度が悪化します。サンプルガスはキャリアガスよりも純度が高い場合には、サンプルガス中の不純物は負のピークを示します。この測定は、完全にエラーのため有効ではありません。

LDP1000 は、システムのキャリアガスを最高の純度にします。これによりクロマトグラフは、すべての測定で最高の性能を発揮します。

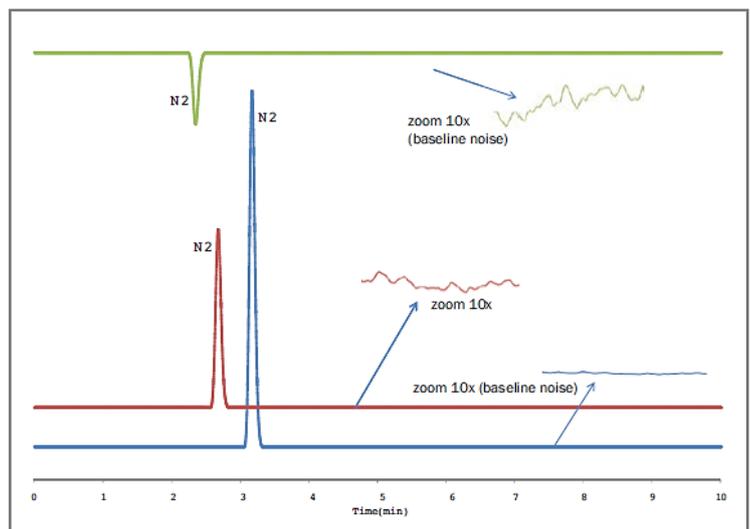
図 2 は、ガスクロマトグラフシステムにおける低品質のキャリアガスによる悪影響が示されています。使用したクロマトグラムは、図 1 で使用したものと同じであり、異なるレベルの空気汚染されています。

ノイズレベルは空気中のコンタミレベルに対応して増加し、信号/ノイズ比が低下します。これにより、カラムの安定性と分離レベルが低下するため、システムのパフォーマンスに悪い影響を及ぼします。キャピラリーカラムの破損を誘発することもあります。

ガスクロマトグラフに LDP1000 を導入する事で、システムが安定し、システムハードウェア全体の寿命が延びます。



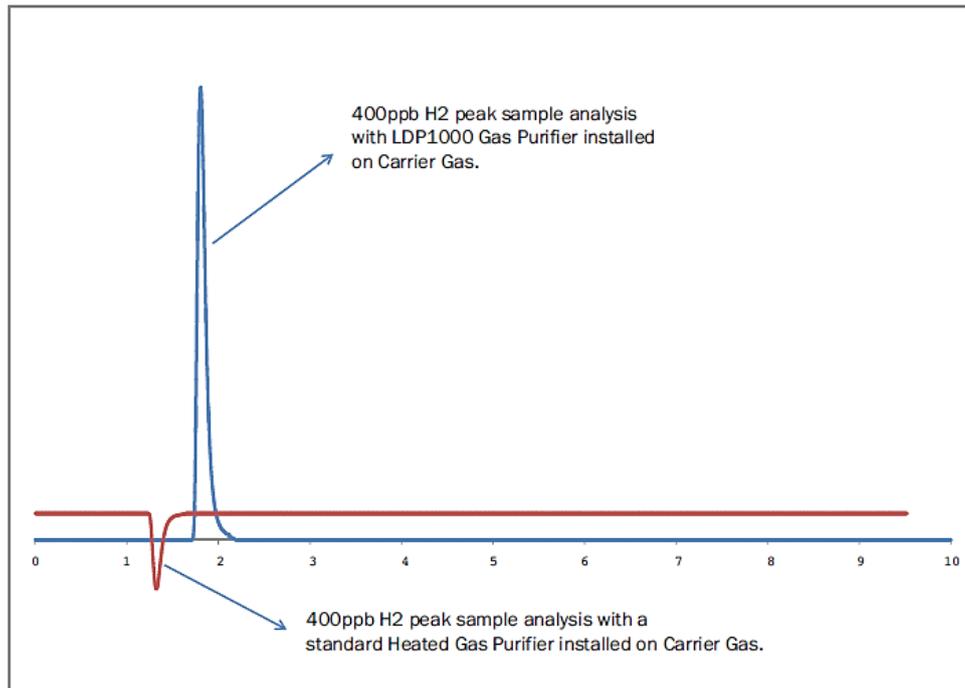
Picture 1: N₂ contamination influence



Picture 2: Contamination influence on noise level

2つのカラム:

高純度での精製を保証するために、希ガス用の LDP1000 は 2 段の精製カラムを使用しています。最初のカラムでは、加熱モードで微量水素以外のすべての成分を取り除きます。この加温で、カラムから僅かな水素が放出されます。従って、1 段階目の精製カラムからは、数百 ppb 程度の水素が残留します。次のカラムにおいて異なる温度で精製することで、最初カラムに残留している水素を完全にトラップできます。両方のカラムは、マイクロプロセッサにより温度制御され、精製器の安定性と効率を保証します。



Picture 3: Hydrogen influence on measurement with different purifiers

最初のカラムの水素の脱離は、水素測定に多大な影響を与える可能性があります。このような現象は、低濃度の水素測定が必要とされるガスクロマトグラフ業界では認知されています。一部の水素は、メタンおよび非メタン炭化水素の分解蒸留によって発生します。分解蒸留によって生まれた副産物は、ゲッターに吸着されます。しかし、高温度域において水素の吸着能力は高くなく、ゲッターから僅かな水素が排出されます。

図 3 は、最初のカラムのみを使用した場合の、キャリアガス中の精製器から排出される水素による影響を示しています。キャリアガスの純度がサンプルガスよりも高い場合、感度が低下し、場合によっては水素の測定値が負の値になります。LDP1000 は 2 段の精製カラムを使用するので水素の存在を完全に除去でき、これは低濃度測定において理想的です。

LED表示とRS232 通信:

LDP1000 は、データモニタリング用の通信機能があります。



Picture of the LDP1000 LED

LED:緑

LDP1000 の電源ON

LED:黄

カラムに温度偏差があるかどうかを表示

LED:赤

カラムの寿命が切れたことを示します。
ゲッターを交換して下さい。

LED灯は、システムが完全に動作しているか、使用している精製器がガスクロマトグラフが求めるパフォーマンスに対して問題がないかを判断するのに有効です。これらのLED灯による診断と制御は、マイクロコントローラーと異なる位置に設置されているセンサーによって管理されています。

LDP1000 は、標準で RS-232 シリアル通信ポートが付属しています。この機能を使用して 2 段のカラムの温度を監視することができるので、装置のトラブルシューティングに有効です。

結論:

LDP1000 によって、キャリアガスの品質は保証されます。これは、ガスクロマトグラフおよび GC/MS 業界において必須のコンポーネントです。さらに、ゲッターが交換可能ですので、GC ライフ中に購入するガス精製器がこの 1 台で済むため、LD1000 は費用対効果の高いソリューションといえます。

本資料に関する、詳細、質問については、お気軽に下記までお問い合わせください。

ミッセルジャパン株式会社 LDetek 事業部

WEB : www.ldetek.jp

Mail : info@ldetek.jp