

技術紹介

小型特殊ガス高感度分析計の開発

Development of a Lap-Top Analyzer for the Specialty Gases

高柳 智*

TAKAYANAGI Satoshi

1. はじめに

エレクトロニクス分野における特殊ガス分析ニーズとして、高感度分析、低コスト分析、迅速分析と並び現地分析の需要が高まっている。現地分析の対象としては、作業環境における特殊ガス漏洩の有無や除害設備からの排ガス分析、あるいはユースポイントでの品質確認等が考えられる。現地分析を行うためには検出感度や分析精度を維持した上で、且つ小型で機能性の良い分析計が必要である。そこでこれらの要望を達成するために大気中の微量特殊ガス(PH_3 , SiH_4 , AsH_3)分析をターゲットとしたガスクロマトグラフ式小型特殊ガス分析計の開発を行った。

2. 分析原理と分析計

小型特殊ガス分析計の検出部には半導体ガスセンサを採用した。半導体ガスセンサの原理は、金属酸化物表面に吸着した酸素が測定対象ガスと反応し金属酸化物表面から脱離することで通電抵抗が変化する現象を利用している。半導体ガスセンサを利用したガスクロマトグラフ式分析計¹⁾に搭載され上市されている。しかしながら、特殊ガス特有の自然発火性、毒性など高い活性を有するガス分析には検出感度、再現性等が懸念され採用されていない。特殊ガス用分析計装置化の重要ポイントとして以下の3点に取り組んだ。

- 1) 試料ガス導入部をシリンジから、高気密性を有する6方バルブを採用
- 2) ガス分離部の充填剤を当社にて評価、選定した特殊ガス分離用の充填剤を採用
- 3) キャリアガス導入系をポンベ供給と大気吸引供給の選

*開発・エンジニアリング 本部 つくば研究所 化学合成技術部

択可能な構造を採用

図1に今回開発した特殊ガス分析計の外観写真、図2に分析計内流路を示す。本機のサイズはW240mm×H190mm×D400mm、重量は10kgである。



図1 特殊ガス分析計外観

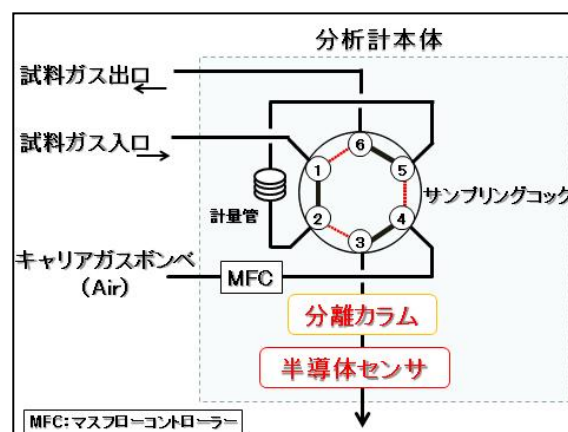


図2 分析計内流路

3. 評価結果

3.1 空気中の微量特殊ガス検出

本機は半導体ガスセンサの動作原理上、酸素存在下で感度を有するためキャリアガスに空気を使用している。一般的に特殊ガスは活性が高く空気と反応しやすい。そこで、空気と微量の特殊ガスを混合し、検出可能か検討した。本検討には、10ppm PH₃/Heを用い、これに空気を混合したサンプルとHeにて希釈したサンプルを熱伝導度検出器搭載のガスクロマトグラフにて測定した。両サンプル中のPH₃濃度は5ppmとした。測定結果を図3に示す。両サンプル共にPH₃ピークが確認された。これより、特殊ガスであるPH₃は5ppm程度の微量領域において、空気と共存下においても検出可能であることが確認された。

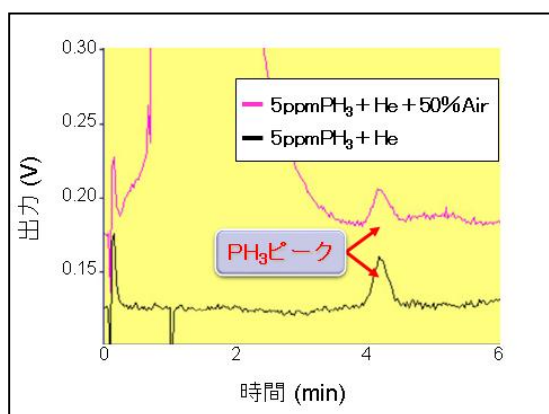


図3 空気中の微量特殊ガス分析結果

3.2 直線性と検出下限

特殊ガス分析用に改良した半導体ガスセンサ式ガスクロマトグラフを用いて、特殊ガス濃度0.25ppm～1ppmの範囲にて検量線を作成した。特殊ガスには、PH₃、SiH₄、AsH₃の3種の特殊ガスを用いた。その結果を図4に示す。3種ガス共に、検量線の相関係数R²は、0.99以上となり、対象ガス濃度と出力に良好な相関が得られた。また各種ガスの検出下限は、3種ガスとも0.1ppm未満となり、良好な感度を得た。

3.3 混合特殊ガスの分離

測定対象の特殊ガスが複数混在する場合これらを分離し検出する必要がある。そこで混合特殊ガスとしてHeベースのPH₃、SiH₄、AsH₃各1ppm混合ガスを本機に導入し検討した結果を図5に示す。これより各種ガスのピーク分離が確認された。また本機は分離カラムの変更が容易

であるため、測定対象ガス成分に応じた分離条件の変更が可能である。

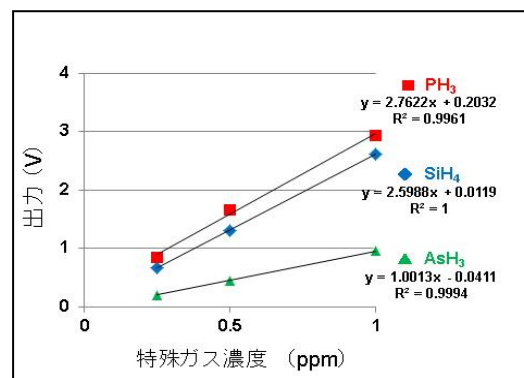


図4 検量線

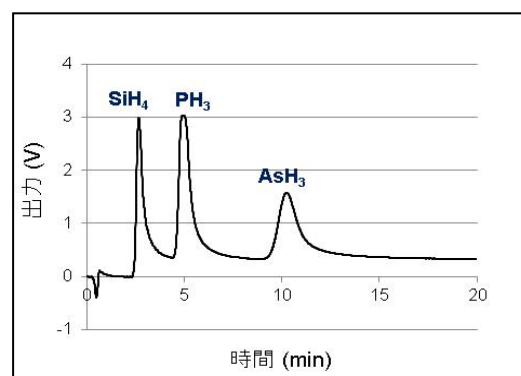


図5 混合特殊ガス分析結果

4. まとめ

半導体ガスセンサ式ガスクロマトグラフの試料導入部を高気密性構造とし、複数の特殊ガス分離能を有するカラムを選定、改造することによりサブppmレベルの3種類のHeベース特殊ガスを分離検出可能とした。今後本装置をユーザーサイトでの現地分析に活用していきたい。

5. 謝辞

本開発に当たり、新コスモス電機株式会社製のポータブル分析装置XG-100シリーズの装置構成を使用させていただいた。

参考文献

- 1) 三木雄輔.大陽日酸技報.(32) .41-42 (2012).