

Application Note

LD19-05

MultiDetek2 および PlasmaDetek2 を使用した、HIP プロセス用 UHP アルゴン中の微量不純物の測定



▲ MultiDetek2

▲ PlasmaDetek2
patent US 9,310,308 B2

アルゴンは、製鉄業、空気分離プラント、溶接産業、パージ処理、化学プラント、半導体などのさまざまな産業でそれぞれのニーズに合わせて使用されています。それぞれのアプリケーションで求められる要件を満たした純度のアルゴンを確保するには、優れた分析手段を備えることが必要です。

このアプリケーションノートは、LD16-07 の続編です。このアプリケーションノートでは、製鉄産業の金属加工分野などで用いられる HIP (Hot Isostatic Pressing—熱間等方圧加圧法) プロセスにおいて高純度アルゴン中の微量不純物を検出する MultiDetek2 を使用した分析の応用レポートです。

Hot Isostatic Pressing—熱間等方圧加圧法とは？

HIP プロセスは、加工炉の内部を高温および高圧力で不活性ガスを組み合わせ、加工品を多孔化することなく、粉末を高密度に固着化させる技術です。温度は最大 2,000°C 以上、圧力は最大 30,000psi 以上にもなるため、内部を満たす希ガスは通常 UHP グレードの高純度アルゴンが必要条件です。

HIP 処理を実行する目的とは？

HIP 処理は、製品寿命を延ばし、腐食や摩耗などの環境要因から製品を保護します。これは、強度、耐久性、耐腐食性などの材料特性を改善し、処理後の物質成分をより効率的に使用する事ができるようになる熱処理方法です。金属や合金などの材料物質の微細構造を変化させ、製品の耐用年数に役立つ特性(たとえば、表面硬度、耐熱性、延性や強度など)を伸ばします。HIP 処理は、高温と高圧力を使用して、他の方法では不可能な工学的な特性を加味するために行います。HIP は、加工炉内での多孔化を防ぎ、カプセル化された粉末を高密度で固着化し、高密度な物質に変化させます。異なる材料を結合して、ユニークで費用対効果の高い物質へ転化できます。

HIP プロセスで製品を製造する必要がある市場は？

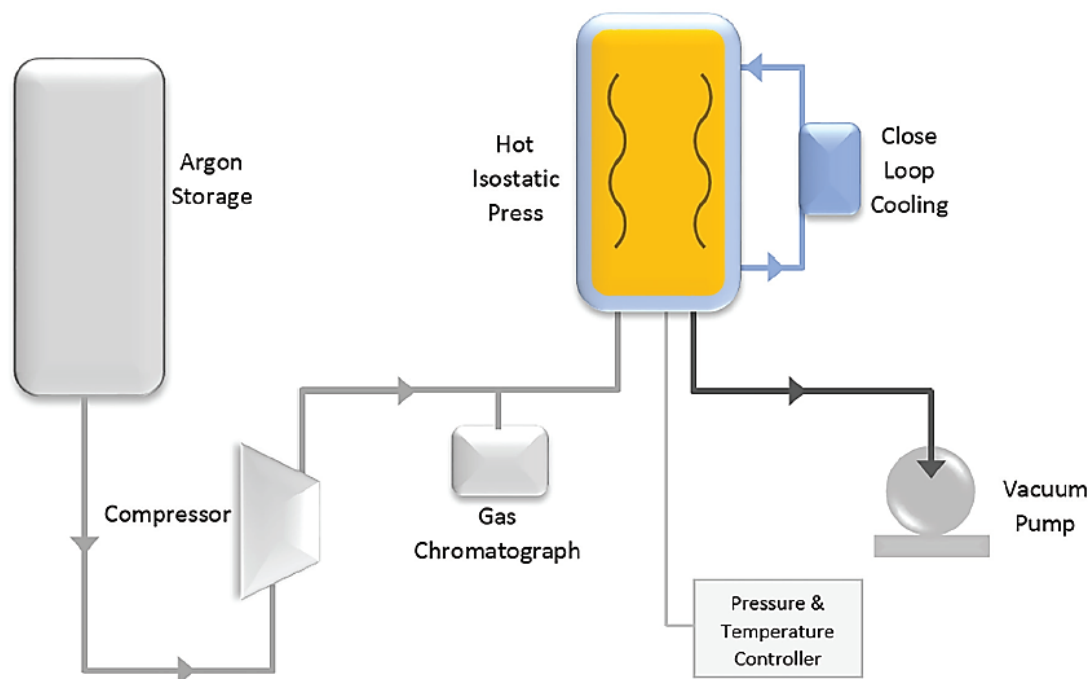
HIP 装置は、大量のチタン、アルミニウム、鋼鉄、超合金形成品などを処理し、金属表面の多孔子を取り除き、タービンプレードや油田地域などの各種設備に含まれる部品の性能を向上させます。

ほとんどの場合で製品が動作中に希望する長寿命性と耐腐食性レベルを保つためには、どのような状態の金属もその材質の特性を向上させるために熱処理が必要です。たとえば、自動車のエンジン部品を熱処理しなかった場合、数万キロではなく数百キロも使用する事はかないません。専門的な表面加工技術を使用して使用時の特性を向上させることは、特に航空機エンジンや潜水艦の石油およびガス用途などの過酷な環境では特に重要です。

HIP にガス分析が必要な理由

HIP プロセスに高温処理をしている時に化学反応を防ぐには希ガスを使用します。希ガスは、アルゴンがもっとも理想的です。HIP の品質と再現性をコントロールするには、HIP アルゴンガスとその不純物を常時監視することが必要です。一般的な品質管理では、UHP アルゴン中の不純物が H₂/O₂/N₂/CH₄/CO/CO₂/NMHC/H₂O が 0-100ppm の範囲にあることが要求されます。

HIP の標準導入形式：



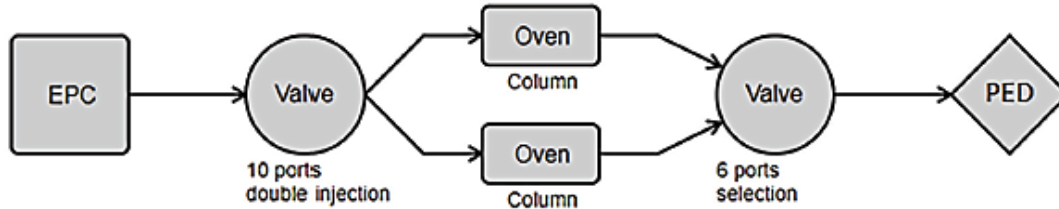
LDetek 社の解決策

PlasmaDetek2 検出器を搭載した MultiDetek2 は、UHP アルゴン中のさまざまな不純物を測定する理想的な解決策です。

このシステムは 2 つのブロックで構成され、ブロック毎に 1 台の PED 検出器が取り付けられています。各ブロックは、コンパクトな等温オープンに内蔵された独自クロマトグラフィーカラムを搭載しています。ダイヤフラムバルブに取り付けられたサンプリングループ技術を使用して手軽にサンプルガスを PED 検出器に引き込みます。

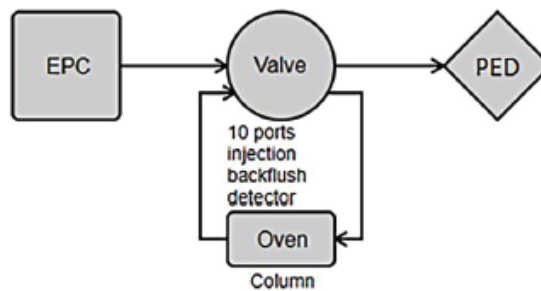
ブロック 1 は、微量 H₂/O₂/N₂/CH₄/CO/CO₂ の測定に使用します。

ブロック 1 の構成は、カラムから出てくる不純物をプラズマ検出器 (PED) に同期させるために、選択ダイヤフラムバルブを使用します。PED は、各測定不純物の感度を高めるために選択的な光学センサーで構成されています。



ブロック 2 は、微量 NMHC (炭化水素) の測定に使用します。

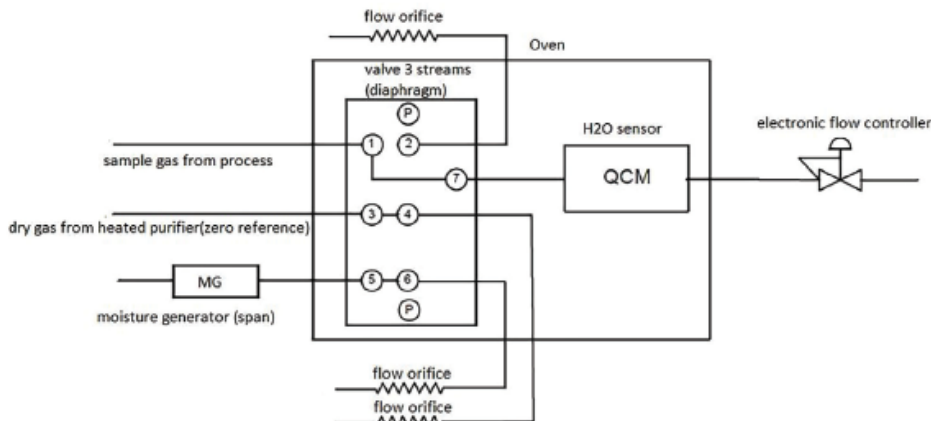
ブロック 2 の構成は、注入した軽い不純物を排出し、バルブ位置を元に戻すことで C₂s/C₃s/C₄s の炭化水素が一括して 1 つのピーク (NMHC) としてグループ化され、PED で検出されます。PED には、炭化水素に選択的な適切な光学センサーを装備しています。



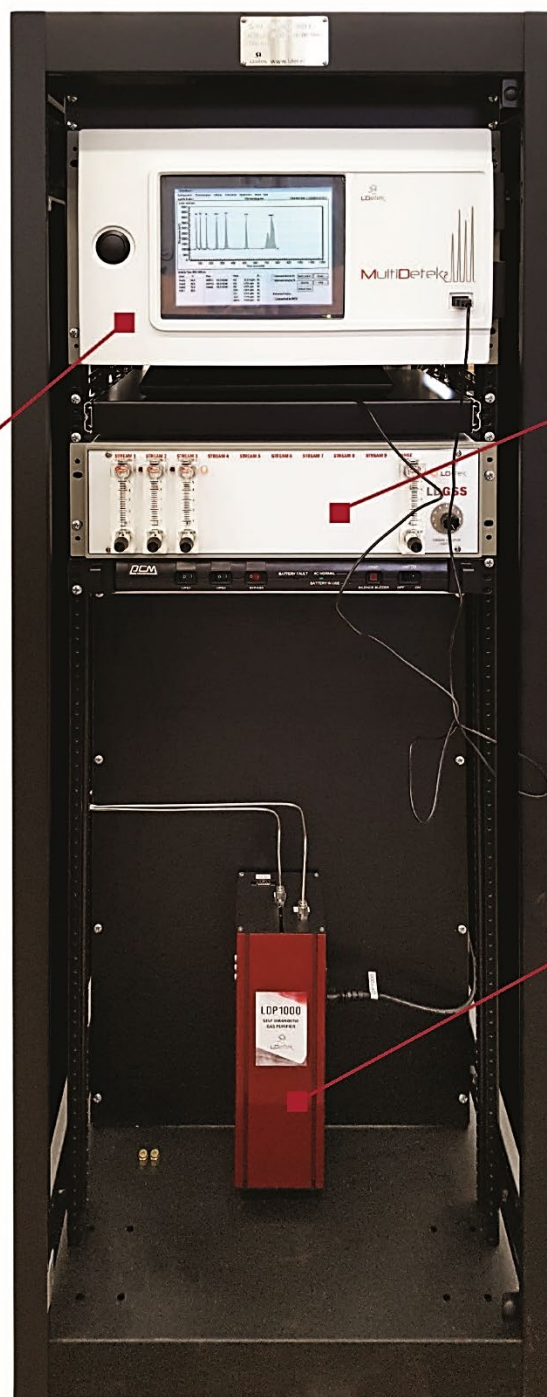
微量水分 (H₂O) 分析には、要件に応じて 2 つの解決策があります。

- ① MultiDetek2 に並列にミッセル社の露点トランスミッターを接続します。露点トランスミッターの 4-20mA アナログ出力は、MD2 アナログ入力に配線され、すべての測定データを MD2 の GC インターフェースで確認できます。この方法で、水分不純物を LDL で 0.5ppm まで検出できます。
- ② LDL 要件が 0.5ppm 未満の場合は、ブロック 3 に示すように MD2 内に水晶振動子マイクロバランス水分センサー (QCM) を取り付けます。この方法では、ゼロ-スパン校正システムが GC ユニット内に結合され水分センサーをユニット内で統一して校正することが可能です。

ブロック3は、微量水分測定に使用します。



LDRACK コンプリートソリューション



MULTIDETEK2

UHPグレードのアルゴン中の微量不純物(H₂/O₂/N₂/CH₄/CO/CO₂/H₂O)を測定するGCガス分析装置

LDGSS

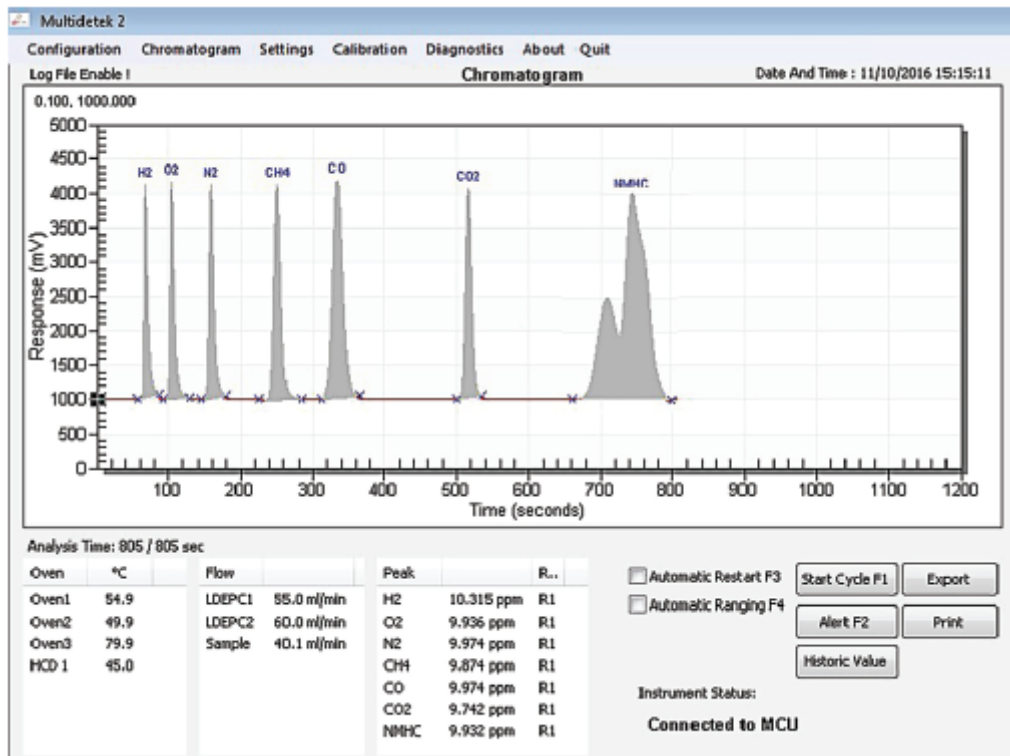
異なるガス流とスパン校正ガスを切り替えるための超高純度ガスストリーム選択システム (1台で最大10ストリームが利用可能)

LDP1000

GCのキャリアガスのグレード99.999%からUHPグレード99.999999%を生産する加熱式ガス精製器

結果:

このシステムに微量不純物を含んだ標準ガス“アルゴン”を導入した場合のガスクロマトグラム結果は、下図の通りです。H₂/O₂/N₂/CH₄/CO/CO₂ の分析に要する時間は、10 分未満です。NMHC 不純物が加わると、分析時間は 12 分になります。



次のグラフは、GC 構成の検出限界を示しています。

| COMPONENT | CONCENTRATION | PEAK HEIGHT | NOISE | LDL (3X NOISE) |
|-----------------|---------------|-------------|--------|----------------|
| H ₂ | 10.315 ppm | 3202 mV | 2.4 mV | 0.023 ppm |
| O ₂ | 9.936 ppm | 3221 mV | 2.1 mV | 0.019 ppm |
| N ₂ | 9.974 ppm | 3205 mV | 1.0 mV | 0.010 ppm |
| CH ₄ | 9.874 ppm | 3201 mV | 2.0 mV | 0.019 ppm |
| CO | 9.974 ppm | 3251 mV | 2.6 mV | 0.024 ppm |
| CO ₂ | 9.742 ppm | 3191 mV | 2.3 mV | 0.021 ppm |
| NMHC | 9.932 ppm | 3051 mV | 2.1 mV | 0.021 ppm |

注意:他の LDL は、異なる注入量とクロマトグラフ条件で取得できます。



結論:

PlasmaDetek2 検出器を搭載した MultiDetek2 により、UHP グレードのアルゴン中の微量不純物の分析が 1 種類の検出器で 1 台のラックマウント機器で実現できます。キャリアガスとしてアルゴンを使用することで、運用コストの低減が見込まれます。MultiDetek2 は、このようなタイプのアプリケーションのために市場で必要とされるすべての機能と産業用プロトコル/制御システムを備えています。

コンプリートタイプの LDRACK は、1 台のラックに MultiDetek2 とサンプルライン選択システム LDGSS をトレース、微量水分検出器を備えており、HIP 炉メーカー、3D プリンターメーカー、雰囲気制御メーカーの個々のアプリケーションにカスタマイズされた信頼できるソリューションを提供します。

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。

ミツセルジャパン株式会社 LDetek 事業部

WEB : www.ldetek.jp

Mail : info@ldetek.jp

A Company of



www.ldetek.jp
Mail : info@ldetek.jp
ミツセルジャパン株式会社