

infiTOF を用いた H₂ 中微量 He の定量

キーワード：ガス分析、H₂、He、定量、水素燃料、燃料電池

概要

- ・ infiTOF とマスフローコントローラー（以下、MFC）を接続した測定系で、GC カラムおよびキャリアガスを使用せずに H₂ 中の微量 He を定量しました。
- ・ infiTOF の高分解能な測定によって、微量 He を含む H₂ ガスを測定する際に夾雑物となる H₄⁺を He⁺と確実に分離して He⁺のみの定量を実現しました。
- ・ infiTOF と MFC を接続した測定系で、He 不純物濃度 15 ppm を S/N 50 以上で検出し、H₂ 中の ppm レベルの He が定量できることを明らかにしました。

はじめに

水素は燃焼しても水しか生成しないため、これまでの化石燃料と比べて環境負荷が低いエネルギー源として期待されています。また、水素は水や有機化合物という形で地球上のあらゆる場所に存在する豊富なエネルギー源と考えられています。近年、水素は次世代エネルギーとして注目されており、既に宇宙ロケットの打ち上げ燃料や燃料電池車（以下、FCV）の燃料としての利用が進められています。

これらの燃料に用いられる水素には基準が設けられています。FCV 用水素燃料の場合、ISO（International Organization for Standardization／国際標準化機構）規格において水素純度規定や不純物濃度規定が定められています（ISO-14687-2）。

同規格において、He には最大許容濃度 300 ppm という基準値が定められています。H₂ 中の He の測定方法には、一般的に GC（TCD）または GC-MS が用いられます。しかし、不純物としての He を測定するためには、キャリアガスに H₂ や N₂ を使用しなければなりません。特に、H₂ を用いた場合には H₂ と He の熱伝導度が近いために GC（TCD）では高感度な分析が困難とされています。

本アプリケーションノートでは、infiTOF と MFC を接続した測定系で、GC カラムおよびキャリアガスを使用せずに H₂ 中の微量 He を定量した結果について報告します。

測定条件

Fig. 1 に、H₂ 中 He の定量に用いた測定系を示します。infiTOF のイオン源に MFC を接続し、その先に異なる 5 種類の He 濃度の H₂ ガスを充填したサンプルバッグ (He 濃度：15 ppm, 30 ppm, 60 ppm, 100 ppm, 300 ppm) を取り付けました。各サンプルバッグの測定では、それぞれガス流量が 2 sccm になるように MFC で調整してイオン源内に導入しました。導入されたガスを EI 法によりイオン化して、H₂ および He などの成分を infiTOF の高分解能モード (10 周回) で測定しました。

infiTOF では、GC カラムを用いずにそれぞれの成分を高分解能で分離できます。例えば、He を測定するとき、He は質量数で H₄ や D₂ と重なります。infiTOF では、これらのピークを個別のピークとして十分に識別可能です。(詳しくは、弊社アプリケーションノート MT-005 をご参照ください。)

Table. 1 Measurement conditions
for the quantitative analysis of He in H₂.

項目	内容
使用装置	infiTOF-UHV, MFC
使用ガス	15, 30, 60, 100, 300 ppmのHeを含む5種類のH ₂ ガス
サンプルガス容量	2 sccm
EIイオン化エネルギー	70 eV
infiTOF周回数	高分解能モード (10周回)

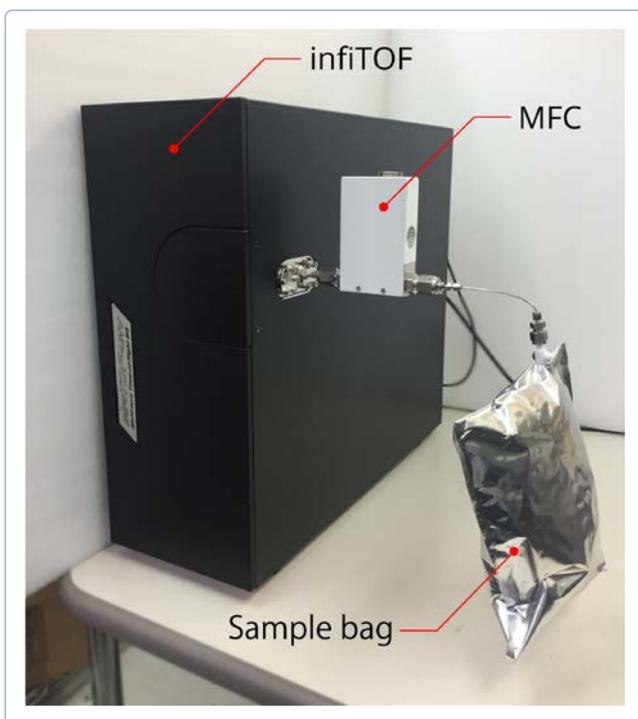


Fig. 1 Experimental setup
for the quantitative analysis of He in H₂

結果と考察

Fig. 2 に、15 ppm の He を含む H₂ ガスを MFC を用いてイオン源内に導入したときの m/z 4 (10 周回) 周辺のマススペクトルを示します。

精密質量分析の結果、検出された二つのピークは He⁺ と H₄⁺ のピークでした。H₄⁺ はイオン源内で H₂ がイオン化されて H₂⁺ となった後、さらに別の H₂ と反応 (イオン-分子反応) して生成されたと考えられます。

ここで検出された二つのピークは低分解能な質量分析計による測定では分離できません。そのような測定では、He⁺ が存在しない場合でも一定の確率で H₄⁺ が生成されるため He⁺ が検出されたと見誤る可能性があります。He⁺ の有無の判断や定量を実施するためには、infiTOF のように高分解能な測定で確実に He⁺ と H₄⁺ を質量分離して、それぞれの成分を定量する必要があります。

本測定で検出された He⁺ のピークの S/N は 50 以上あり、ppm オーダーの He の測定が可能だけの S/N が得られました。

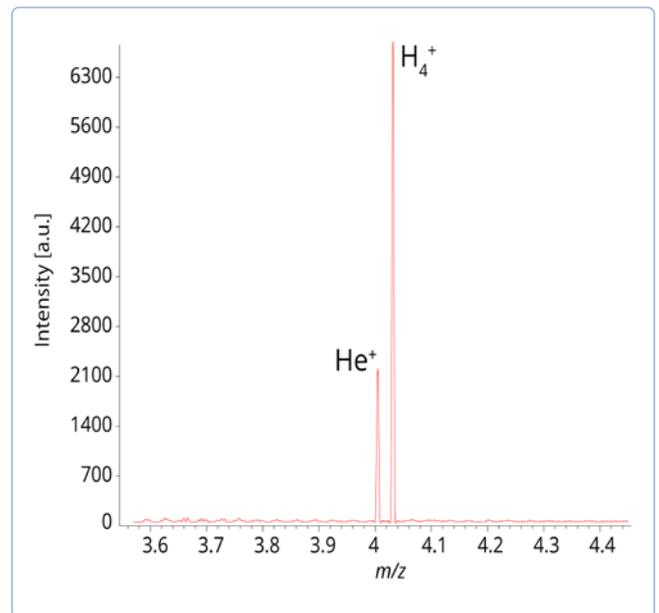


Fig. 2 Mass spectrum of 15 ppm He in H₂ gas

Fig. 3 に、5 種類の He 濃度の H₂ ガスを測定して得た H₂ 中 He の検量線を示します。グラフ中の縦軸はそれぞれのマススペクトルから得られた He⁺ のイオン強度です。R=0.9999 以上の直線性の高い検量線が得られました。

Fig.2 および Fig.3 の結果から、infiTOF と MFC を接続した測定系で、H₂ 中の He 濃度が数 ppm~300ppm の領域を十分に定量できることが示されました。

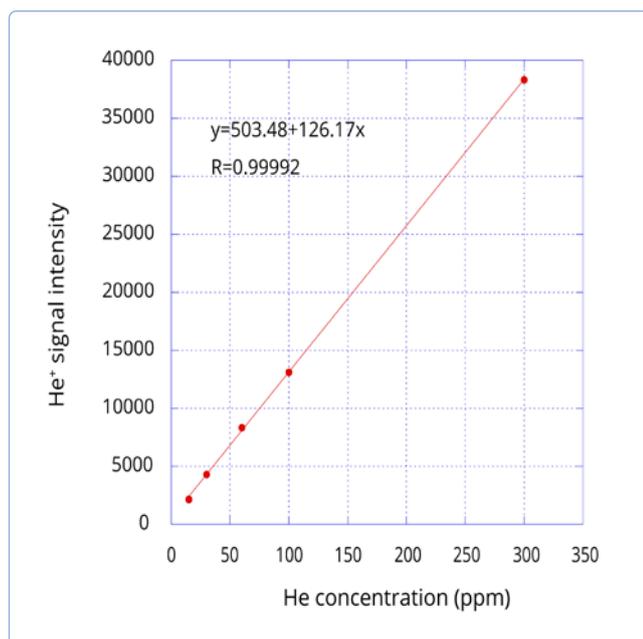


Fig. 3 Standard curve of the He concentration in H₂ gas

おわりに

infiTOF と MFC を接続した測定系で、H₂ 中微量 He を測定しました。微量 He を含む H₂ ガスを測定する際に、イオン源内のイオン-分子反応で生成されたと推測される H₄⁺ が夾雑物として検出されました。これに対して、infiTOF の高分解能な測定によって He⁺ と H₄⁺ を分離して He⁺ のみの定量を実現しました。He 不純物濃度 15 ppm に対して S/N 50 以上で検出できたことから、この手法によって H₂ 中の ppm レベルの He が定量できることを明らかにしました。

GC カラムやキャリアガスを用いずに微量 He が定量できた本手法は、他のベースガスを用いた測定にも応用可能であり、今後さまざまなガス中の He の定量への応用が期待できます。

MSI.TOKYO 株式会社

<http://msi.tokyo/>

〒182-0036 東京都調布市飛田給 1-3-10

TEL : 042-426-4581 FAX : 042-426-4585

E-mail : info@msi-tokyo.com