

## infiTOF を用いた 微量ガス長時間モニタリング

キーワード：ガス分析、微量ガス、長時間モニタリング

### 概要

- ・ infiTOF を用いて、8 種類のガス成分に対して 1 秒間隔かつリアルタイムで 10 時間連続モニタリングを実施しました。
- ・ infiTOF を用いて、予期せぬ不純物を同定するために十分な質量分解能・質量精度を持ちながら、測定対象成分の強度変化をリアルタイムかつ安定的に連続モニタリングできることを示しました。

### はじめに

ガスモニタリングの分野では、複数のガス成分の濃度を数秒単位でリアルタイムかつ安定的に連続モニタリングしたいという要求があります。さらに、モニタリング中に予期せぬ不純物が検出された場合には、これらを確実に同定したいという要求があります。複数のガス成分の濃度を数秒単位でリアルタイムにモニタリングすることは、一般的な GC や GC-MS による測定では困難です。四重極質量分析計（以下、QMS）に発生ガスを直接導入して数秒間隔で測定されるケースもありますが、予期せぬ不純物が含まれる場合には QMS の質量分解能・質量精度でこれを確実に同定するのは困難です。

本アプリケーションノートでは、弊社製“infiTOF”を用いて、複数のガス成分を数秒単位でリアルタイムかつ安定的に連続モニタリングしながら、予期せぬ不純物を同定できる質量分解能と質量精度を備えた測定を実現する様子を報告します。

## 測定条件

標準ガス (He ベース: CH<sub>4</sub>/N<sub>2</sub>/CO/O<sub>2</sub>/Ar/Kr/Xe 10 ppm each) をマスフローコントローラーの入口に接続し、マスフローコントローラーの出口を “infiTOF” のイオン源に直接接続しました。マスフローコントローラーは流量 2 cc/min に設定しました。“infiTOF” は、高分解能モード (40 周回) に設定し、前記の標準ガス中 7 成分に H<sub>2</sub>O を加えた計 8 成分の強度を 1 秒間隔で 10 時間連続モニタリングしました。(Table.1 に、詳細な測定条件を示します。)

長時間連続で測定する場合、装置周辺の温度変化がマススペクトルのイオン強度やピーク位置に影響を与えます。本測定では、Ar イオンを参照イオンとしてイオン強度およびピーク位置を逐次モニタリングし、この値を用いて測定対象成分のイオン強度およびピーク位置を補正しながら連続モニタリングを実施しました。

## 結果と考察

Fig. 1 は、“infiTOF” の高分解能モードで、CH<sub>4</sub>/H<sub>2</sub>O/N<sub>2</sub>/CO/O<sub>2</sub>/Ar/Kr/Xe を測定したときのマススペクトルです。Fig.2 (a) ~ (g) は、Fig.1 の各ピーク領域を拡大表示したものです。本測定では、カラムなどで CO と N<sub>2</sub> を分離しておらず、“infiTOF” の質量分解能のみで Fig.2 (c) のようにピークの裾野まで完全に分離しています。本測定での高分解能モードの設定 (40 周回) では、分解能 10,000 程度を実現しています。

Table. 1 長時間測定の測定条件

項目	内容
使用装置	infiTOF (MS-UHV-Pro)
使用ガス	Heベース、CH <sub>4</sub> /N <sub>2</sub> /CO/O <sub>2</sub> /Ar/Kr/Xe (10 ppm each)
キャリアガス流量	2 [cc/min]
EIイオン化エネルギー	20 [eV]
infiTOF周回数	40周回

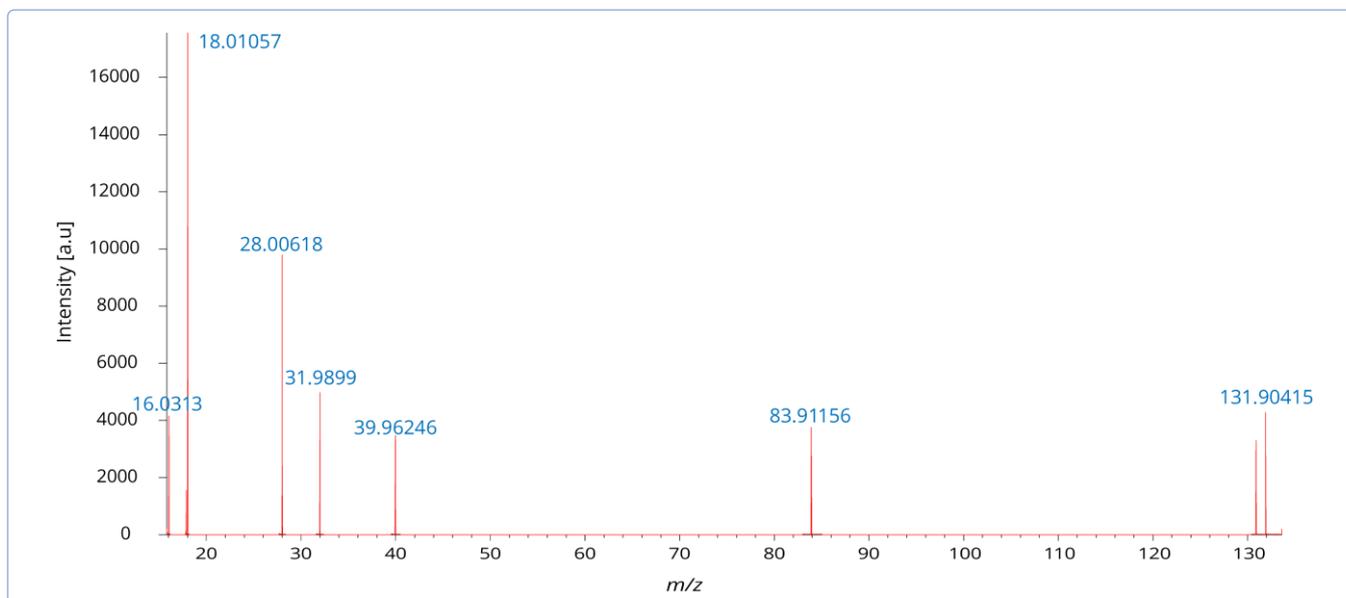


Fig. 1 CH<sub>4</sub>/H<sub>2</sub>O/N<sub>2</sub>/CO/O<sub>2</sub>/Ar/Kr/Xe のマススペクトル

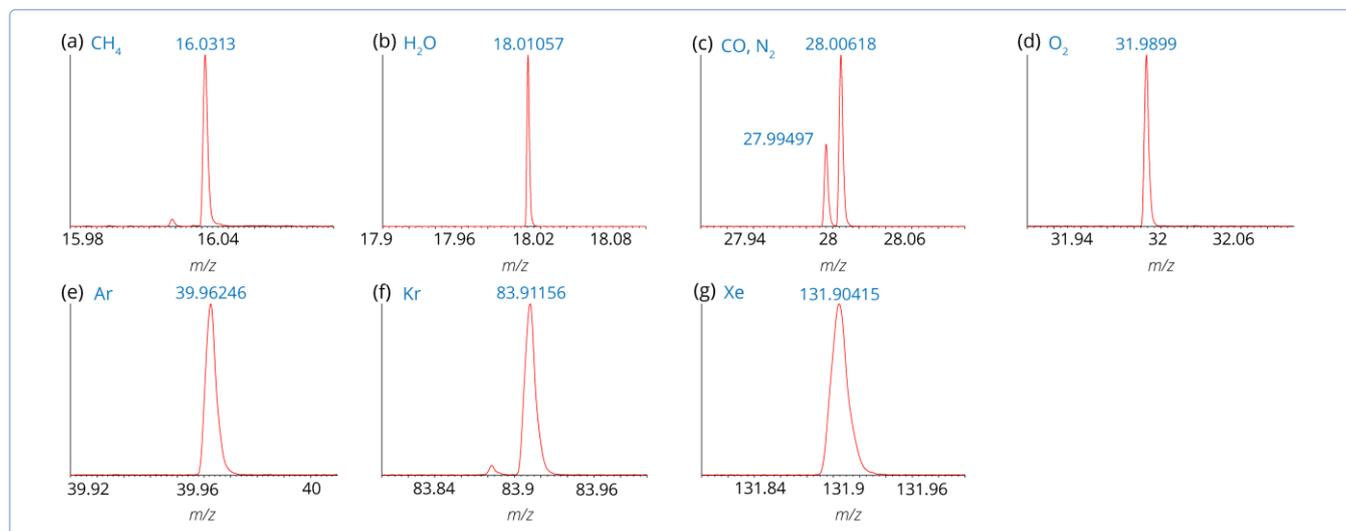


Fig. 2 CH<sub>4</sub>/H<sub>2</sub>O/N<sub>2</sub>/CO/O<sub>2</sub>/Ar/Kr/Xe のマススペクトル (ピーク領域拡大)

Table.2 は、Fig.1 のマスペクトルに対して CH<sub>4</sub> と Xe をキャリブントとしてキャリブレーションした結果で、それぞれの成分の理論値と計算値、それらの誤差を示しています。各成分ともに理論値からの質量誤差が 5 ppm 以内に収まり、測定対象成分を精度よく測定するうえで十分な質量精度があることを示しています。

Table.2 キャリブレーションの結果

Targets	Theoretical value	Experimental value	Error [u]	Error [ppm]
CH <sub>4</sub>	16.03130	Calibrant	-	-
H <sub>2</sub> O	18.01057	18.01057	0	0.0
CO	27.99492	27.99497	0.00005	1.8
N <sub>2</sub>	28.00615	28.00618	0.00003	1.1
O <sub>2</sub>	31.98984	31.98990	0.00006	1.9
Ar	39.96238	39.96246	0.00008	2.0
Kr	83.91151	83.91156	0.00005	0.6
Xe	131.90415	Calibrant	-	-

Fig.3 は、測定対象成分のクロマトグラムです。(縦軸は、Ar の強度で正規化しています。) H<sub>2</sub>O を除く標準ガスの測定対象成分は、10 時間の連続測定のあいだに顕著な変化は観察されませんでした。それぞれの成分の強度変化率は、最大でも 1%/hour でした。

図中、H<sub>2</sub>O の強度が緩やかに変化しています。H<sub>2</sub>O は試料としてイオン源に導入していないので、真空チャンバーや導入配管に残留している H<sub>2</sub>O をモニタリングしていると示唆されます。この H<sub>2</sub>O の強度の緩やかな変化は、測定時間の経過とともに残留していた H<sub>2</sub>O が徐々に減っていく様子を示していると示唆されます。

このように、“infiTOF” では、高分解能モードを用いることで各成分のピークを完全に分離しながら、参照イオンを設定することで複数のガス成分のイオン強度とピーク位置を安定的に連続モニタリングが実現できます。

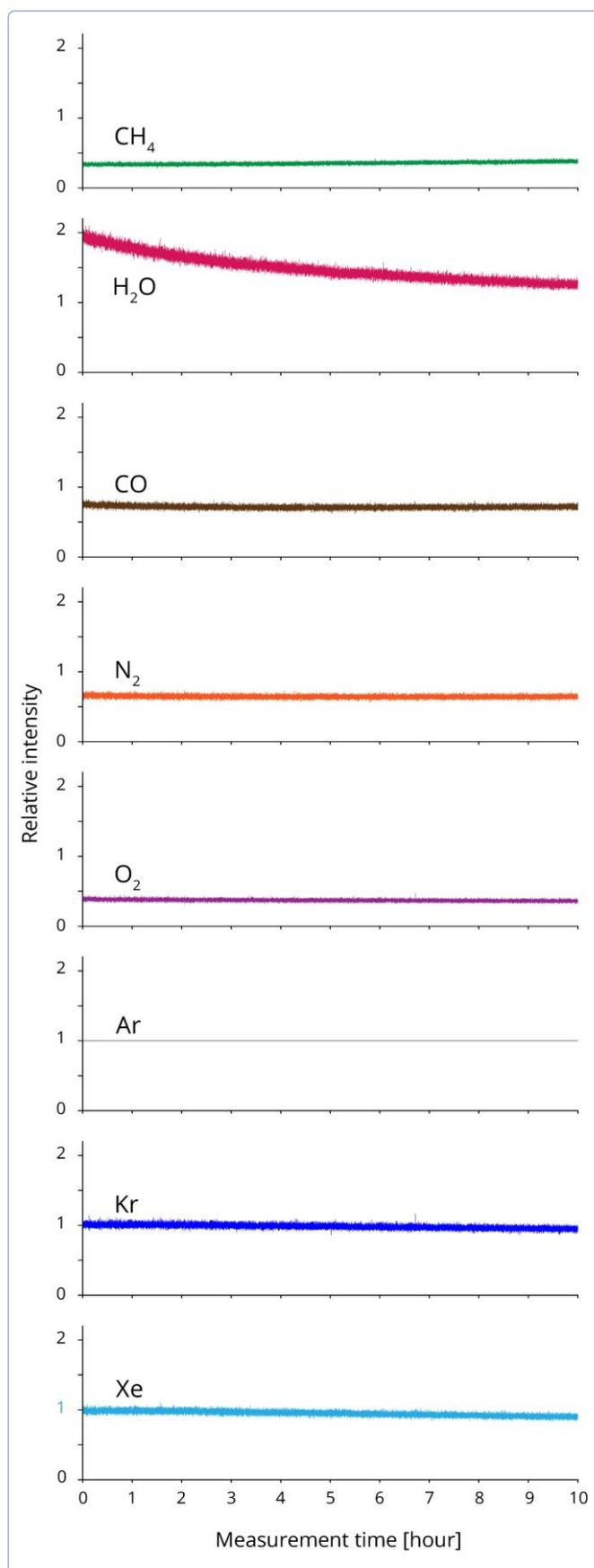


Fig.3 CH<sub>4</sub>/H<sub>2</sub>O/N<sub>2</sub>/CO/O<sub>2</sub>/Ar/Kr/Xe のマスククロマトグラム

## おわりに

弊社製“infiTOF”を用いて、8種類のガス成分に対して1秒間隔かつリアルタイムで10時間連続モニタリングを実施しました。得られたマススペクトルは分解能10,000程度で質量精度も5ppm以内となりました。各クロマトグラムの強度変化率は最大でも1%/hourであり、安定的な長時間連続モニタリングが実施できることを示しました。

弊社製“infiTOF”は、予期せぬ不純物を同定するために十分な質量分解能・質量精度を持ちながら、測定対象成分の強度変化をリアルタイムかつ安定的に連続モニタリングできます。このことから、弊社製“infiTOF”はガスモニタリングの分野においても有用な役割を果たすことができます。

**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](mailto:info@msi-tokyo.com)