

SEMI C3.12-1102

アンモニア(NH₃), シリンダ充填, 品質 99.998%の仕様

本スタンダードは、Global Gases Committee で技術的に承認されたもので、North American Gases Committee が直接責任を負うものである。現版は、2002 年 8 月 29 日に North American Regional Standards Committee にて承認されている。2002 年 9 月にまず www.semi.org で入手可能となり、2002 年 11 月発行に至る。初版は 1983 年発行、前版は 1994 年発行。

1 概要

1.1 アンモニアは無色で刺激臭のあるアルカリ性のガスである。アンモニアは容易に水に溶ける。自身の持つ蒸気圧のもとで液化ガスとして出荷される。可燃性である。

2 仕様

2.1 品質: 99.998%

不純物	最大許容レベル (ppm) ³
一酸化炭素 (CO)	1
炭化水素 C ₁ –C ₃	1
窒素 (N ₂)	5
酸素 (O ₂)	2
水 (H ₂ O) (v/v)	3
全不純物	12

* 有効数字の分析は考慮されていない。有効数字は実施される手順の分析的正確度と精度に基づくものとなる。

注 1: 本仕様は納入状態のシリンダ中のガスの相に適用される。

3 物理的定数 (情報目的のみ)

	メートル単位	US 単位
分子量	17.031	17.031
沸点 (1 気圧における)	-33.4°C	-28.2°F
ガス密度 (0°C (32°F), 1 気圧における)	0.771 kg/m ³	0.0481 lb/ft ³
ガスの比重 (0°C, 1 気圧における, (空気=1))	0.597	0.597
液体密度 (21.1°C (70°F) における)	608.7 kg/m ³	38.00 lb/ft ³

4 分析手順

注 2: アンモニアサンプルの取り扱い及び排出では、適切な安全手順を遵守すること。

注 3: 望ましい精度が得られるまで、校正標準を繰り返し導入すること。

注 4: サンプルの分析に使用する全てのガスは、別途指定のない限り、対象となる成分の含有量が仕様値の 10% 以下であること。

注 5: キャリアライン, キャリア調圧器, サンプル容器の全てが、ステンレスで製作され、洗浄してあること。システムの組立には、管継手ネジ, PTFE テープ, ポリマーシール材料を使用してはならない。

4.1 一酸化炭素, 酸素及び窒素 — この手順は、ヘリウムイオン化検出器を持ったガス色層分析装置を使用して、アンモニアの一酸化炭素, 酸素及び窒素を測定するためのものである

注 6: キャリアライン, キャリア調圧器, サンプル容器の全てが, ステンレスで製作され, 洗浄してあること。システムの組立には, 管継手ネジ, PTFE テープ, ポリマーシール材料を使用してはならない。

4.1.1 検出限度 — 25 ppb (モル/モル) 一酸化炭素, 30 ppb (モル/モル) 酸素, 50 ppb (モル/モル) 窒素。

4.1.2 器具パラメータ

4.1.3 カラム:

カラム 1: HayeSep A 又は同等な 100/120 メッシュ, 3.28 m (10 ft.) × 3.2 mm (1/8 in.) 0.085 ID。

カラム 2: HayeSep A 又は同等な 100/120 メッシュ, 3.28 m × 3.2 mm 0.085 ID。

4.1.3.1 キャリアフロー — 30 mL/min ヘリウム, 最大 40 ppb の二酸化炭素を持つ最小純度 99.9999%。

4.1.3.2 サンプル量: 10 mL。

4.1.3.3 温度

検出器	125°C
カラム	27°C

4.1.3.4 検出器の絶縁破壊電圧を測定する。稼働電圧を絶縁破壊電圧より 10 V 下に設定する。

4.1.4 校正標準 — 1~2 ppm (モル/モル) 一酸化炭素, 2~3 ppm (モル/モル) 酸素, 5~6 ppm (モル/モル) 窒素, バランスヘリウム (1 ppm 未満の他の全不純物を含む)。

4.1.5 操作手順

4.1.5.1 サンプル選択バルブの時間間隔を 10 秒に設定する。

4.1.5.2 ガスサンプリングバルブの時間間隔を 3 分 30 秒に設定する。

4.1.5.3 時間間隔#3 を 4 分 20 秒に設定する。

4.1.5.4 初期サンプルフロー設定は, 一度設定したら, 変更しない。

4.1.5.5 清潔なステンレススチールラインを使用して, 校正標準の連続フローを得る。

4.1.5.6 ガスサンプリングバルブにより校正標準をブリカラム上に注入する。保持時間及びピークエリアを記録する。溶出の順序は窒素, 酸素, 及び一酸化炭素である。

4.1.5.7 メーターの読みの再現性がフルスケールの 1% より良くなるまで, 4.1.4.6 項のステップを繰り返す。

4.1.5.8 校正標準と同じ方法でテストされるべきサンプルを注入する。保持時間及びピークエリアを記録する。

4.1.5.9 ステップ 4.1.4.6 を繰り返す。

4.1.5.10 校正標準の平均ピークエリアとテストされているアンモニアサンプルの平均ピークエリアとを比較する。一酸化炭素, 酸素及び窒素の濃度を下記の公式を使用して計算する。その結果はこの標準の 3 章にある仕様を超えてはならない。

$$\frac{\text{サンプルピークエリア}}{\text{標準ピークエリア}} \times \text{標準の濃度} = \text{サンプルの濃度}$$

4.2 炭化水素 C₁–C₃ — この手順はアンモニア中における炭化水素 C₁–C₃ を測定するためのものである。サンプルはガス状態でしかも炎イオン化検出器を持ったガス色層分析装置を使用して分析しなければならない。サンプルはガス相のものを炎イオン化検出器を備えたガス色相分析装置で分析すべきである。

注 7: キャリアガスを計器に流し続けるのはよいことである。これによって空気中の水分および二酸化炭素が逆拡散し, カラムを汚染することを防いでくれる。

注 8: サンプルを分析していない間は, デュアルカラムのスイッチングバルブを分子ふるいの位置にセットして, シリカゲルカラムが乾燥しないようにすべきである。

注 9: シリカゲルカラムは, 繰り返し使用すると乾燥しがちである。これは各成分のピークがどんどん離れてくるので明らかになる。総合感度は, ピークがちらばりピークエリアが下がるにつれて低下する。

注 10: シリカゲルカラムのコンディションは, 備えられている水分が飽和したシリカゲルトラップにキャリアガスを通すことで回復できる。(通常は, キャリアガスはこのトラップをバイパスする)

注 11: 使用しない時は火を消すべきであり, 空気と水素を遮断し, ヘリウムの流量を減じるべきである。

4.2.1 検出限度 — 0.1 ppm (モル/モル)

4.2.2 器具パラメータ

4.2.2.1 カラム:

カラム 1: 13X 分子ふるい, 3.2 mm (1/8 in.) × 3.2 mm (1/8 in.) ss, 又は同等品。

カラム 2: シリカゲル (飽和), 4.6 m (15 ft.) × 3.2 mm ss, 又は同等品。

4.2.2.2 キャリアフロー: 50 mL/min ヘリウム

4.2.2.3 サンプル体積: 5 mL