

# 有機材料用昇華精製装置

基礎研究用から小規模生産用まで



P-100(φ33ガラス)



P-400(φ200ガラス)

株式会社 エイエルエステクノロジー

# はじめに

弊社の昇華精製装置は豊富な納入実績により、お客様から頂いた御指摘事項を装置に盛り込み、より良い装置に仕上げております。

また、豊富なオプションを取り揃え、お客様のご要望に合った仕様の装置に仕上げる事が出来ます。

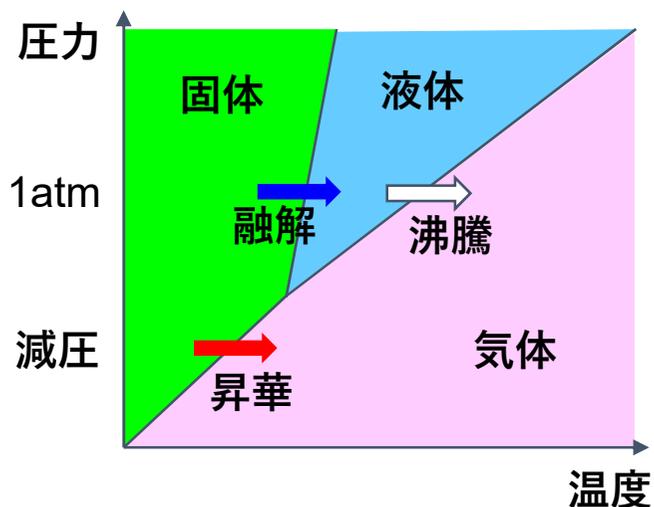
自作等で作製した装置に比べ、昇華の再現性、装置操作性、安全性、メンテナンスの容易化など自信を持って御提供させていただきます。

簡素化した廉価版もご提供可能です。

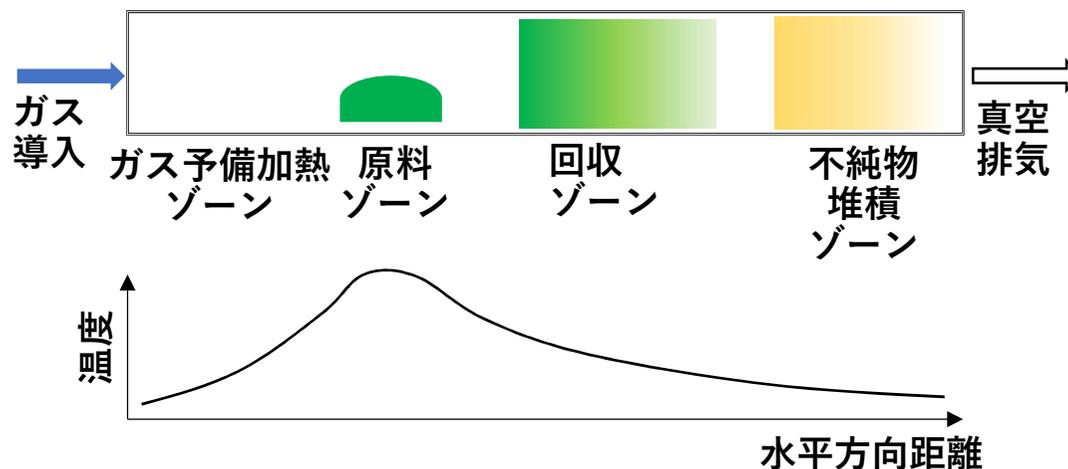
## 昇華精製の目的

- 高純度化：不純物の除去
- 乾燥： 溶媒の除去  
－真空プロセスへの適合
- 結晶化： 単結晶成長  
－超高純度化

# 昇華精製の原理



有機化合物の相図例

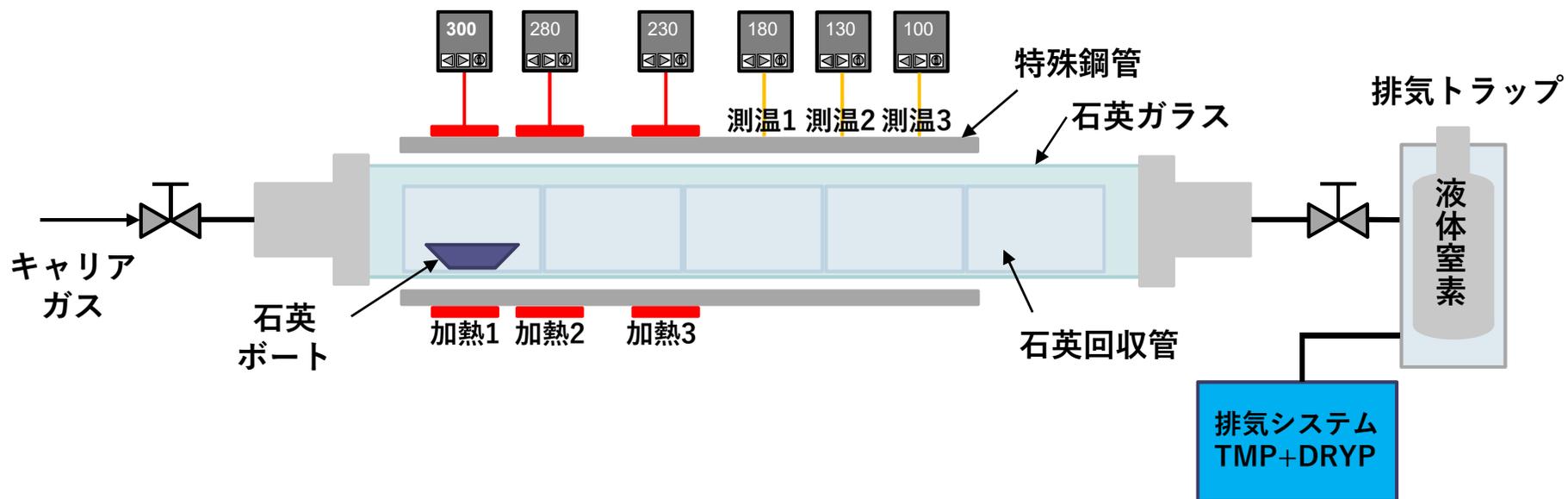


train sublimation 法による昇華精製

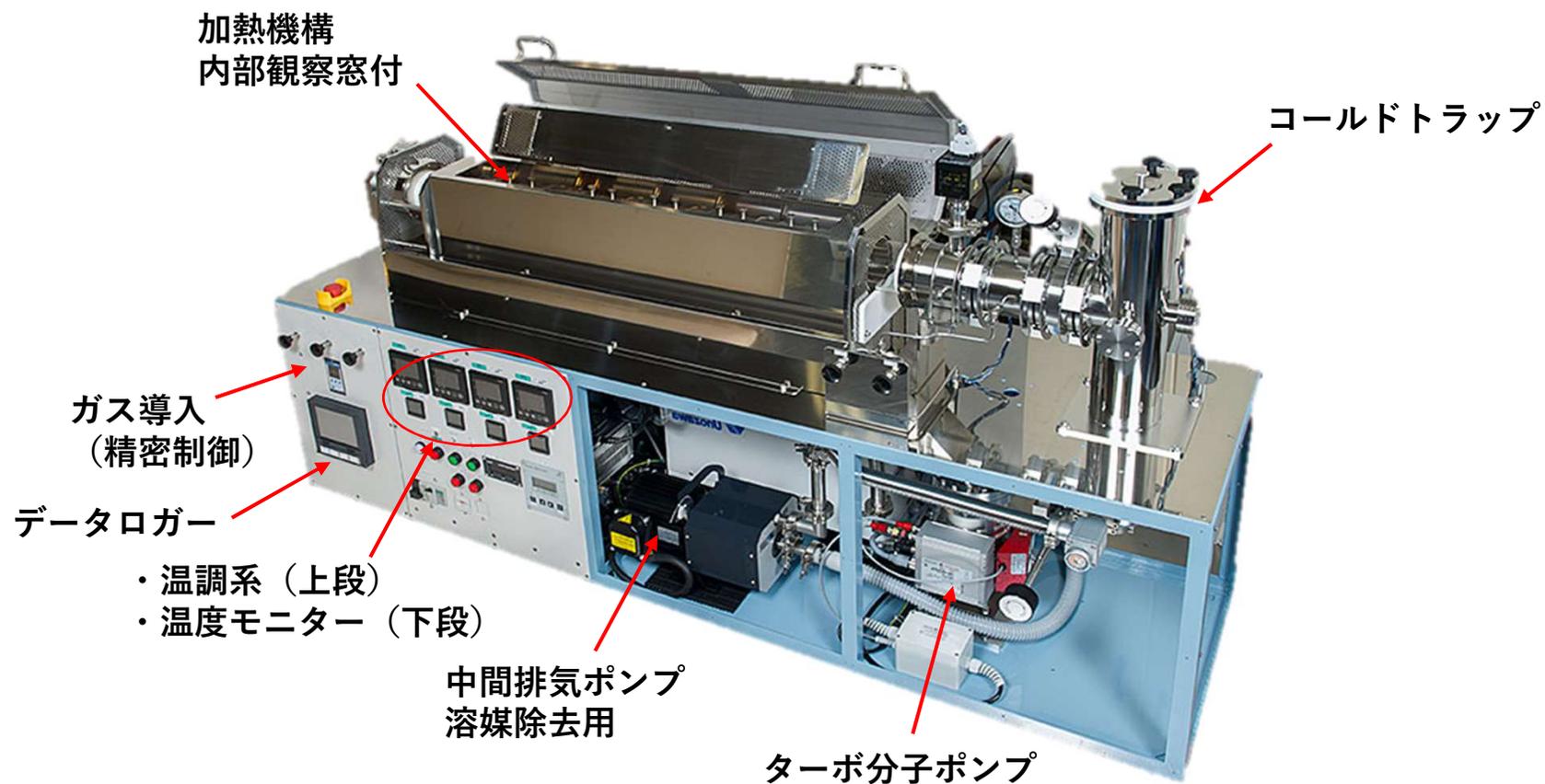
- 真空による気化温度の低下
- 熱分解の回避

1. 原料の気化
  2. 気化分子の輸送：拡散，キャリアガス
  3. 気化分子の固化：原料回収，不純物分離
- ★温度プロファイルの設定が重要

# 昇華精製装置の構成



# 装置の外観



# 装置の特徴 1

## 独自の加熱構造

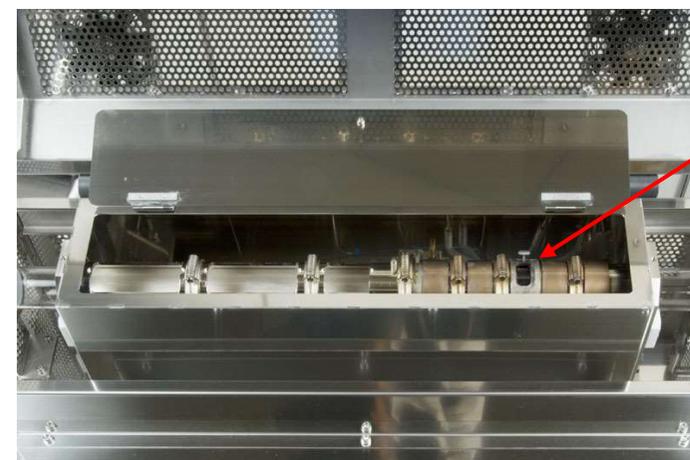
今までの装置では加熱部どうしの中に生じる急激な温度差により昇華した材料がきれいに分離できず材料の回収率も良くありませんでした。

弊社は温度差が生じないように独自の特殊鋼管を使用してなだらかな温度勾配を実現しきれいな分離が可能になりました。

特殊鋼管には覗き窓を設け加熱中も内部を観察することが可能です。

## 選べるヒーター

ヒーターは最大450°Cの標準仕様から最大700°Cの高温仕様、ヒーターの位置・数量も選べ、細かい温度勾配の制御を可能にしています。さらに温度制御も定値制御とプログラム制御を切替使用することが可能です。また片封じガラス管を使用した場合には、端部の温度が下がらないような工夫を施しています。



内部  
観察窓

標準仕様（特殊鋼管）



高温仕様（電気炉 + 特殊鋼管）

## 装置の特徴 2

### 石英ガラス管サイズ

少量基礎研究サイズから小規模生産サイズまで様々な石英ガラス管のサイズをご用意

- 少量実験サイズ (φ20mm, φ33mm, φ45mm, φ65mm)  
サンプル投入量：5mg～30g程度
- 小規模生産サイズ (φ100mm, φ200mm)  
サンプル投入量：50g～500g前後

### 石英回収管

石英回収管方式を採用することにより、石英外管を取り外すことなく精製した材料を取り出すことが可能です。また材料析出性質により石英内管もご用意可能です。  
石英外管⇒石英内管⇒石英採取管  
※特殊石英採取管の製作も可能です。

### 石英内管の形状

精製方法の用途に合わせて2種類のガラス形状を用意

ストレートタイプガラス管

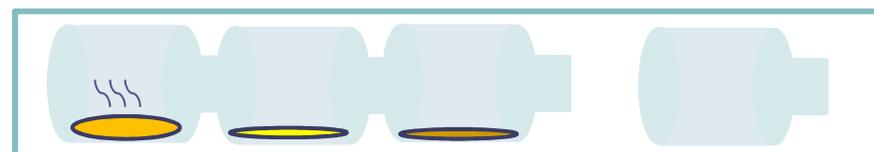
通常昇華用、ガスフロー昇華用

片側封じタイプガラス管

通常昇華用



通常回収管



特殊回収管

## 装置の特徴 3

### 完全ドライな排気系

排気系は完全ドライでクリーンな排気系を標準装備  
また排気配管系統の工夫や排気冷却トラップを設け原材料に含まれる不純物による真空排気ポンプへの汚れを減少させます。

### 真空計

真空計は大気圧から高真空域まで連続して測定可能なフルレンジ式を採用しています。  
また真空計にはカットバルブを設け不純物による真空計球への汚れを軽減致します。

### キャリアガス導入機構

キャリアガス導入機構を標準装備しキャリアガスを導入しながらの精製も可能です。  
装置構成を変えることなく、ガス流量と温度制御を精密に制御することにより単結晶生成物を得ることも可能です。

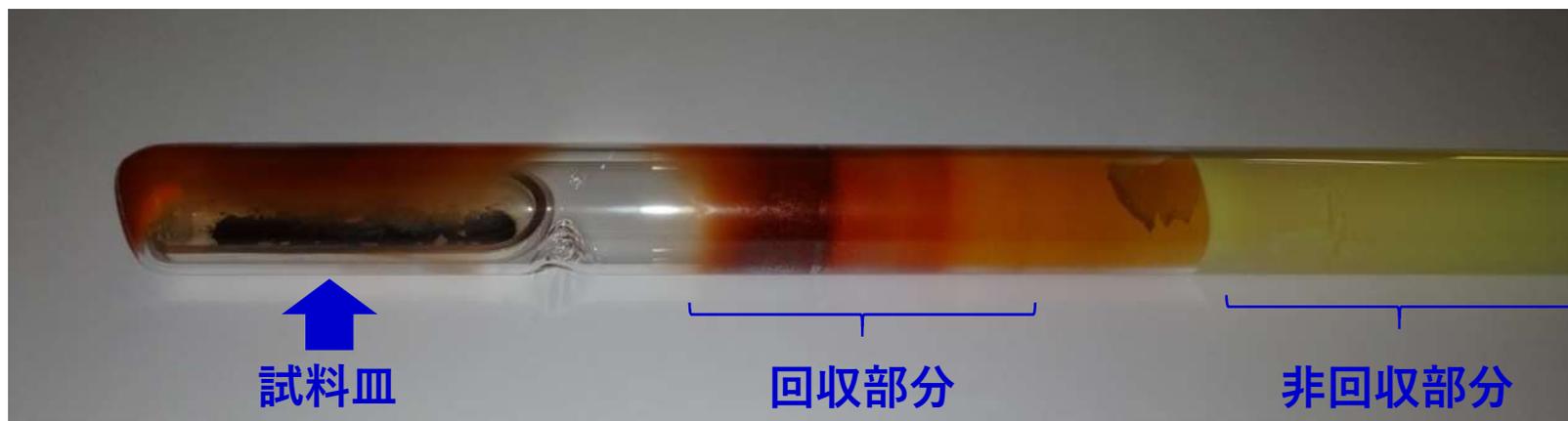


石英回収管に析出した  
精製材料(C60)



石英回収管より回収した  
精製材料(C60)

## 昇華精製の実例



昇華精製後の石英内管

## 装置の標準仕様

型式	P-20	P-100	P-100	P-150	P-200	P-400
石英管外径 [mm]	20	33	45	65	100	200
石英管長 [mm]	500	800	800	800	1200	1800
加熱ゾーン	3 (最大5)	3 (最大5)	3 (最大5)	3 (最大5)	3 (最大5)	4 (最大5)
最高温度 [°C]	450	450	450	450	450	450
排気系*	オプション	TMP: 67L/s Dry-P: 15L/m	TMP: 67L/s Dry-P: 15L/m	TMP: 67L/s Dry-P: 15L/m	TMP: 300L/s Dry-P: 250L/m	TMP: 700L/s Dry-P: 500L/m
トラップ	液体窒素	液体窒素	液体窒素	液体窒素	液体窒素	投込み クーラー
ガス導入	フロー メーター	フロー メーター	フロー メーター	フロー メーター	マスフロー	マスフロー
推定処理量 [g]	0.5-1.0	5-10	5-15	50-100	100-200	500-1,000
本体サイズ	900x250x160 ※卓上型	1,440x450 x1,050	1,440x450 x1,050	1,440x450 x1,050	1,870x500 x1,195	2,650x800 x1,650
電力	単相 200V-15A	三相 200V-15A	三相 200V-15A	三相 200V-15A	三相 200V-50A	三相 200V-75A

\* Dry-Pの排気速度は50Hz

# P-100 Standard



# P-100 高温仕様 (700°C)



# P-200 Standard



# 大型昇華精製裝置：P-400



## 卓上型昇華精製装置：P-20

本装置は好評を頂いております昇華精製装置シリーズに加えて、デスクトップサイズ型の小型昇華装置として標準化した装置です。



- 1) 安価な装置です。
- 2) 精製部の構造は当社独自の加熱構造コンセプトを引き継いでおります。
- 3) 石英炉サイズ  
小径ですので少量試料に対して効率よく使用できます。  
外管  $\phi 20(\text{OD}) \times \phi 18(\text{ID}) \times 500\text{L}$ ；内管  $\phi 17(\text{OD}) \times \phi 15(\text{ID}) \times 500\text{L}$
- 4) 精製炉部とポンプ部は別売りが可能です。
  - ①お持ちのポンプを容易に取り付ける事が可能です。
  - ②ポンプは高純度精製がお望みであれば標準ポンプユニットをお勧めします。  
標準ポンプはターボ分子ポンプとダイヤフラム型ポンプになります。
  - ③安価な投資で、とにかく精製最優先の場合にはお手持ちの例えばロータリーポンプ などの接続が可能です。
- 5) 当社の技術者による立ち上げ作業はありません。  
本装置は混載輸送によりお届けします。  
お客差様にて開梱していただき石英ガラス管などを組み付けていただければすぐにご使用可能です。