

— Instrument Performance test —

welas digitalシリーズの個数及び質量標準との比較試験



東京ダイレック株式会社
〒160-0014 東京都新宿区内藤町1内藤町ビルディング
TEL 03(3355)3632 (代)
FAX 03(3353)6895
研究開発部 船戸 浩二、藤井 俊樹、岩佐 高宏、曹 仁秋
技術本部 藤野 聡
営業第1部 石井 渉
企画開発部 濱 尚矢
E-mail info@tokyo-dylec.co.jp
URL <https://www.t-dylec.net/>

概要: 独国Palas社で開発されたwelas digitalシステム(White Light Aerosol Spectrometer)は白色光源(キセノンランプ)を用いたエアロゾルスペクトロメータで、広範囲な粒径分布をリアルタイムに計測します。同システムはコントローラ部とセンサー部に分かれており、コントローラ部には白色光源、受光信号処理部、吸引ポンプなど重要なエレクトロニクスが収納されている一方で、センサー部は極めてシンプルで小型軽量化されているので、様々な測定現場に合わせてセンサー部を柔軟に設置できます。またPalas社の独自技術であるT-apertureテクニックを用いることで、測定領域境界上を通過する粒子が過小評価されるボーダーゾーンエラーを解消し、正確な粒子サイズや高濃度の粒子測定を可能とします。

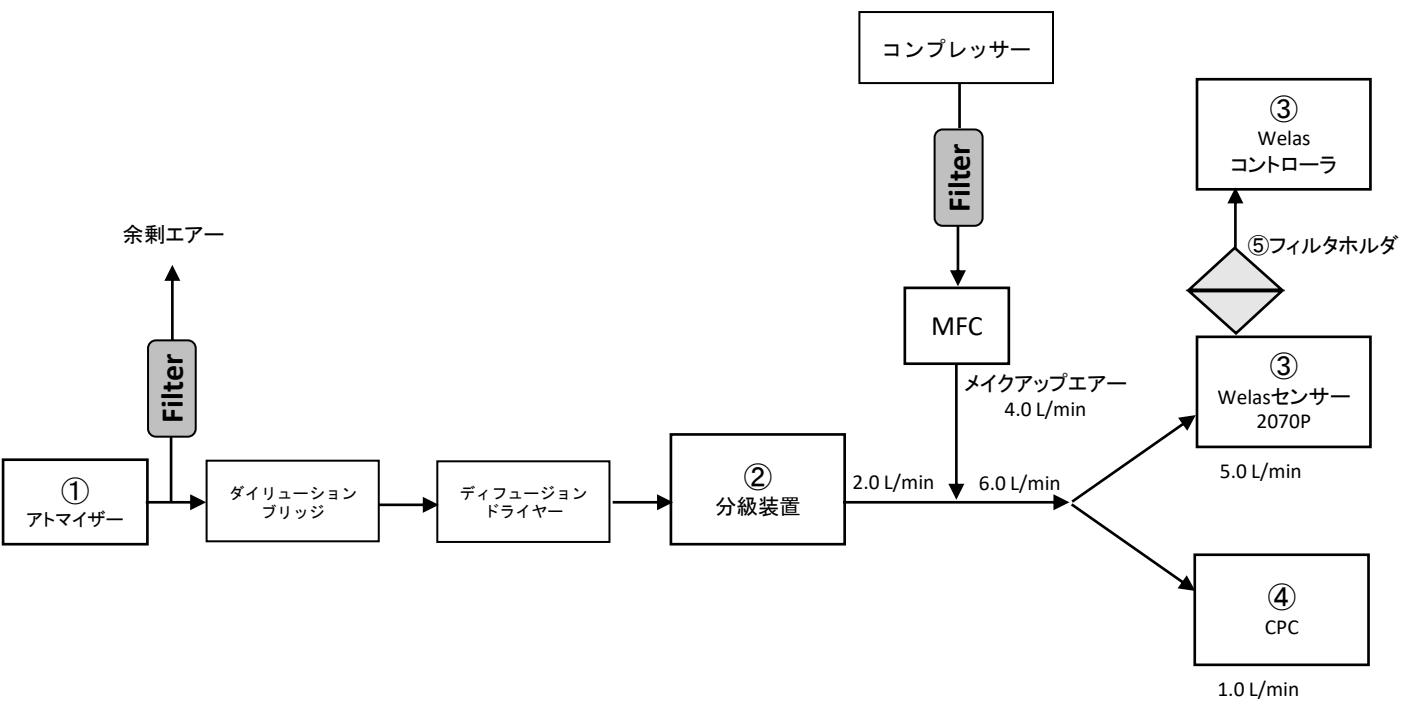
welas digitalシステムは測定領域の異なる3種のセンサーを有しており、測定濃度や粒径範囲に応じてセンサーを使い分けることで、広範囲の粒子測定に対応します。センサーは専用のクリーニングキットを使用することでユーザーが簡単に分解清掃でき、NISTトレーサブルな標準粒子が附属されていることから粒径校正も現場で実施できます。またオプションにより耐熱や耐圧仕様のセンサーに変更できるので、様々なアプリケーションに適応します。

アプリケーションの例として、各種フィルタの粒径別効率試験、ブローバイオイルミスト評価試験、煙道・自動車排ガス測定、原子炉分野の飛散粒子測定などが挙げられる。welas digitalシステムは光散乱原理を用いた個数基準の計測装置であることからリアルタイムにデータを測定するが、多くのお客様より個数濃度の精度に関するお問合せを頂くことがある。このため今回の社内レポートで当社基準の凝縮粒子カウンター(CPC、モデル3772)と比較することでwelas digitalシステムの測定精度を確認した。更にwelas digitalシステムは粒子の粒径情報も分かるため、対象粒子が球形であると仮定すれば粒子の体積が計算でき、更に粒子密度を加味すれば粒子の質量濃度も求めることができる。本試験では参考データとしてフィルタ法での質量濃度測定も実施し、welas digitalシステムの質量濃度と比較した。

試験日時: 2021年9月

比較試験: 次頁のフロー図が示すようにエアロゾルアトマイザー及びディフュージョンドライヤーを用いてPSL標準粒子(508 nm)を噴霧・乾燥した。その後に静電分級器であるDMAで500 nmの単分散粒子を取出し、加算エアで希釈後に計測ラインへ送り込んだ。welas digitalシステムとCPCで同時に計測し、数段階の個数濃度を比較することで両機の直線応答性を確認した。(各濃度での測定時間は1分間とした)

welas digitalシステムのセンサー下流にフィルタホルダ(47φのフィルタ内蔵)を設け、フィルタ法での質量濃度測定を試みた。十分な秤量値を得るため3時間測定し、welas digitalシステムの質量濃度との比較試験を実施した。



①モデル:3079 エアロゾルアトマイザー(発生源)

試験粒子:Thermo社製 PSL標準粒子(508±8 nm)

溶液濃度:PSL 30滴/蒸留水 20 cc

②モデル:3080 静電分級装置

サンプル流量:2.0 L/min

シーブス流量:4.0 L/min

DMAモデル:3081

DMA分級径:500 nm

③モデル:welas digitalシステム

センサーモデル:2070P

サンプル流量:5.0 L/min

④モデル:3772 凝縮粒子カウンター(基準器)

サンプル流量:1.0 L/min

⑤NILU製フィルタホルダ

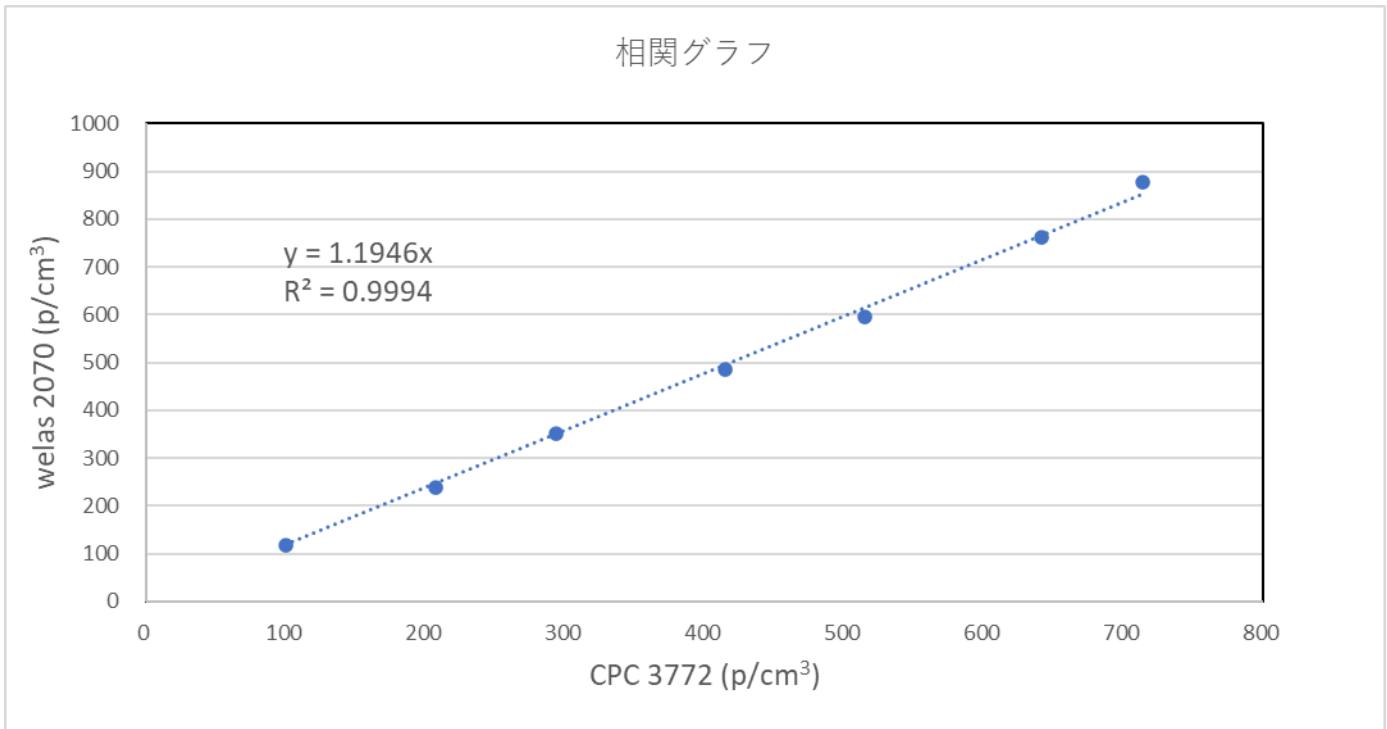
フィルタ種:TX40HI20-WW

フィルタ径:47 φ

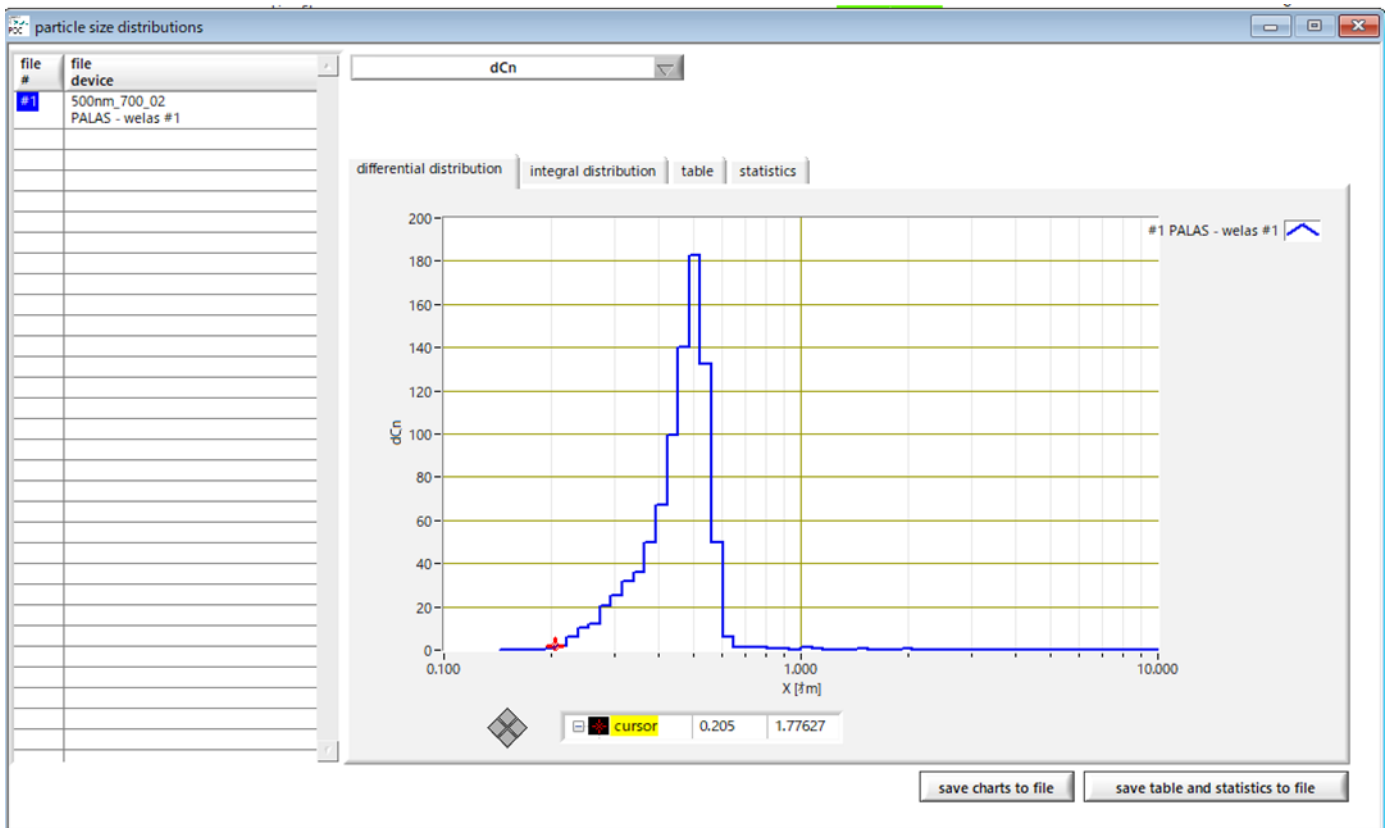
※welas digitalシステムのセンサー下流にフィルタホルダを設け、質量濃度を求める

試験結果:

①welas digitalシステムと基準CPCの相関結果



②比較試験時のwelas digitalシステムの粒径分布



③質量濃度の評価試験結果

- welas digitalシステムの平均個数濃度
テキストデータより3時間の平均個数濃度を参照

Sum(dCn):	2041	P/cm ³
-----------	------	-------------------

- PSL標準粒子の1個の質量
以下の計算式を用いて粒子1個の質量を算出

$$\text{質量} = \pi / 6 \times d^3 \times \rho = 6.90 \times 10^{-14} \text{ (g)}$$

d: 粒径 500 (nm)

ρ : 粒子密度 1.054 (g/cm³)

※粒径及び粒子密度はThermo社が発行する校正証明書(P5)を参照

- PSL標準粒子の平均質量濃度

$$\text{質量濃度} = \text{粒子1個の質量} \times \text{平均個数濃度} = 0.141 \text{ (mg/m}^3\text{)}$$

一方フィルタの秤量により求めた質量濃度(リファレンス)を以下にまとめる

捕集前(mg)	捕集後(mg)	捕集量(mg)	体積(m ³)	質量濃度(mg/m ³)
88.12	88.25	0.13	0.9	0.144

結果及び考察: 当社基準のCPCであるモデル3772をリファレンスとしてwelas digitalシステムの相関を調べた結果、R²は0.9994と非常に良い相関関係にあることが分かった(P3上の相関グラフ参照)。また傾きについては1.1946とwelas digitalシステムの方が若干高めの傾向であった。この結果よりwelas digitalシステムはCPCとの相関も良く、低濃度域で精度の高い測定ができると考えられる。

- welas digitalシステムでPSL標準粒子の粒径分布を計測した結果、メーカー公称値である500 nm付近にモード径が確認され、単分散度の高い分布も確認された(P3下のグラフ参照)。概要でも記載した通りwelas digitalシステムは附属される標準粒子で簡単に粒径校正できることから正確な粒径測定ができると考えられる。

- welas digitalシステムの平均個数濃度とPSL標準粒子 1個の質量から平均質量濃度を計算した結果、標準であるフィルタ法の質量濃度と同等の結果であった(差は約2%)。

- welas digitalシステムは個数を基準にした粒径分布測定装置であるが、今回のように測定対象粒子が球形で粒子密度が単位密度に近いPSL標準粒子であったことから、質量濃度の結果も標準であるフィルタ法と一致したと考えられる。実際の測定現場では粒子の形状や粒子密度が未知であることが多く、このような場合にはwelas digitalシステムを用いた正確な質量濃度測定が難しいこともある。

- 現在Palas社ではwelas digitalシステムの後継機としてPromoの販売を開始している。Promoはwelas digitalシステムと同じ測定原理を使用していることから同程度の測定精度を有すると考えられるが、次の社内試験として両装置の比較試験を検討したい。



NANOSPHERE™ SIZE STANDARDS NIST Traceable Mean Diameter

1. DESCRIPTION. These particle size standards provide accurate and traceable size calibration for particle size analysis. They are part of a series of polymer microspheres with calibrated mean diameters traceable to the Standard Meter through the National Institute of Standards and Technology (NIST). Diameters from 20 nanometers (nm) to 160 micrometers (μm) are available as aqueous suspensions in dropper-tipped vials, calibrated by photon correlation spectroscopy (PCS), transmission electron microscopy (TEM) or optical microscopy. The aqueous medium has been prepared to promote dispersion and reduce clumping of the particles. The approximate particle concentration in percent solids is given to facilitate dilution for the calibration and validation of particle analyzers. Diameters from 200 μm to 1000 μm are available as dry spheres, calibrated by optical microscopy. The certified mean diameter is traceable to NIST. Other values are for information only and should not be used as calibration values.

2. PHYSICAL DATA.

Certified Mean Diameter:	508 nm \pm 8 nm, k=2
Standard Deviation:	8.5 nm
Coefficient of Variation:	1.7%
Microsphere Composition:	Polystyrene
Microsphere Density:	1.05 g/cm ³
Index of Refraction:	1.59 @ 589 nm
Approximate Concentration:	1% solids

- Continued on page 2

CERTIFICATE OF CALIBRATION AND TRACEABILITY

This certifies that the calibrated mean diameter was transferred by transmission electron microscopy (TEM) from the National Institute of Standards and Technology (NIST) certified microspheres (Standard Reference Material 1963, 1691 or 1690).

Catalog Number: 3500 and 3500A, Nanosphere™ Size Standards

Certification Date:	June 5, 2014
Certified Batch:	3500-004
Production Batch:	3500-033
Certified Mean Diameter:	508 nm
Expanded Uncertainty:	\pm 8 nm, k=2



Saba Hashemi 06/22/18

Saba Hashemi, Scientist II
Thermo Fisher Scientific Particle Technology

Packaging Lot # 204667

Expiration Date: NOV'21



Calibration Certificate

MonoDust 1500



Palas GmbH
Partikel- und Lasermesstechnik
Greschbachstraße 3b
76229 Karlsruhe, Germany
www.palas.de

Geschäftsführer/
General Manager:
Dipl.-Ing. (FH)
Leander Mölter
Dr.-Ing. Maximilian Weiß

Handelsregister/
Commercial Register:
Mannheim HRB 103813
Sitz des Unternehmens/
Place of Business:
Karlsruhe



Responsible for calibration certificate: R. Panthy

Test conditions

Humidity: 37 %
 Air pressure: 997 hPa
 Ambient air temperature: 25 °C

MonoDust 1500

Lot. Number: 130809-048-034
 Valid until: 17.12.2021

Sizing Calibration (monodisperse)

Reference PSL size: 0.994 µm +- 0.015 µm
 manufacturer: Thermo Scientific
 lot number: 200992

Test results

calibration range	setpoint raw chan.	permissible tolerance
0.11 - 3 µm	221.0	0.5 raw channel
0.2 - 10 µm	164.2	0.5 raw channel
0.3 - 17 µm	140.2	0.5 raw channel
0.6 - 40 µm	95.9	0.5 raw channel

Measured size (modal value): 1.287 µm



Karlsruhe, 17.12.2019