

エアロゾル粒子の質量および有効密度測定装置の試験・校正手順

桜井 博
産業技術総合研究所
計測標準研究部門

1. 適用範囲

この手順書は、DMA-APM 法を用いた有効密度測定に対して、装置に異常がなく、十分に高い精度が得られているかどうかを判定するための試験・校正法を記述したものである。

注1 DMA-APM 法による有効密度測定では、粒径が 100 ~ 200 nm を下回ると、密度の過小評価が起こることが判明している。こうした誤差は、繰り返し再現し、また、装置寸法の異なる APM であっても、また、回転数や流量などの APM 操作条件を違えても再現して起こるものである。この誤差の原因はこれまでのところ不明である。こうした現状を踏まえ、この試験法では、DMA-APM 法でこれまで見られている過小評価した密度値を“DMA-APM 法で測定される密度の期待値”とし、ある DMA-APM 測定装置の状態は、この期待値と同様な値が求まることをもって正常と判定することにする。

注2 測定により得られた（過小評価された）密度値から密度の真値を求めるには、標準粒子の密度値をこの手順書にしたがって測定により求め、真値との比を算出しておく。その後の測定では、測定された密度値に対してこの補正を適用する。

2. 準備

- ・ DMA は電圧校正・シース流量校正・PSL 校正が完了していること。
- ・ APM は電圧校正・回転数校正が完了していること。

3. 校正に用いる設備と標準

- ・ 校正測定は以下の図に示す装置配置で行う。数値は流量設定の例を示すもので、実際の校正では、各自の測定条件に合わせて設定する。

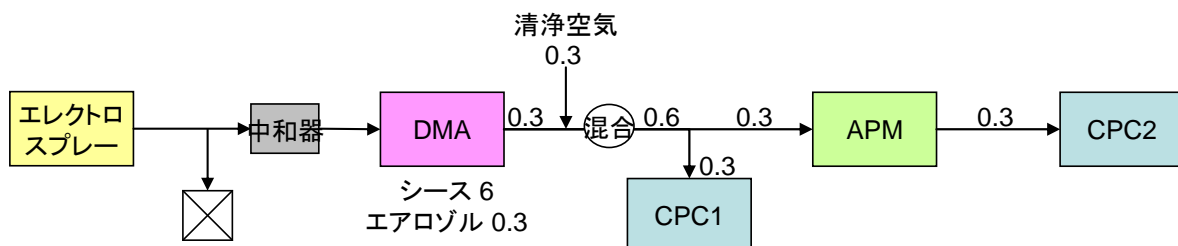


図 DMA-APM 試験・校正における装置の配置

- ・ 粒子は粒径と密度がともに既知である、以下の粒径標準ポリスチレン (PSL) 粒子を用いる。

表 JSR 社粒径標準粒子の粒径及び密度

型番	個数平均径 (nm)	標準不確かさ (nm)	浮沈法による密度 (g/cm ³)	DMA-APM 法による密度 (g/cm ³)
SC-0030A	29.25	0.56	1.115*	0.85
SC-010-S	100.8	0.33	1.065	0.97
SC-032-S	306.2	0.356	1.052	1.04

* JSR 社カタログ値 (他の粒径及び密度値は全て産総研による測定値)

- ・ 標準粒子のエアロゾル化にはエレクトロスプレー式発生器を用いる。分散液の調整は以下の通り。

PSL 分散液原液	100 μL		
水	800 μL		
20 mM 酢酸アンモニウム水溶液	100 μL	計	1 mL

- ・ エレクトロスプレー式発生器のキャピラリーは内径 25 μm (30 nm または 300 nm PSL) または 40 μm (100 nm PSL) のものを用いる。空気流量は 1 ~ 1.5 L/min に設定する。印加電圧は安定したコーンジェットモードが得られる値に調節する。通常 2 ~ 3 kV の範囲内である。
- ・ DMA 分級後の粒子を APM により質量測定するにあたり、APM 印加電圧と APM 下流の粒子濃度のスペクトルを自動的に取得可能なコンピュータ設備を使用することが望ましい。
- ・ APM 電圧と粒子濃度、APM 設定パラメータから個数平均質量やモード質量を算出するため、解析プログラム FIT_APM を使用する。

4. 測定および解析手順

①DMA 分級条件の決定

DMA は CPC1 の指示濃度が最大になるように印加電圧を設定する。

②粒子濃度の調整

CPC1 での濃度が高すぎる場合 (= CPC1 の測定可能濃度範囲を超過する場合は、希釈により濃度を低くする。希釈は、エレクトロスプレー発生器出口に希釈器を挿入し、その設定を調節することにより行う。

③APMによるスペクトル取得

APM印加電圧をある値に設定し、APM下流の粒子濃度を測定する、という手順を繰り返し、スペクトルを取得する。この際、APM電圧設定を変化させると、粒子濃度はすぐにその変化に対応せず、安定するまで多少時間を要する（最大30秒程度）ことに注意する必要がある。スペクトルがPSLの質量分布全体（一合目以上）を包含するように電圧幅を設定し、電圧の刻みは、一合目以上の分布スペクトル中に10点程度のデータ点があるようにする。APM回転数及び流量を記録する。

④スペクトルあてはめ計算

上記で得られたスペクトルデータに対してプログラムFIT_APMを使用し、有効密度を算出する。FIT_APMの入力データファイルの作り方については、FIT_APMマニュアルを参照すること。

⑤結果を既存値と比較

④で得られた有効密度値を表の「DMA-APM法による密度」値と比較し、約5%程度の範囲で一致していれば、測定装置に異常はないと判定する。

注 良好な一致が見られない場合には、装置に異常があると思われるので、電圧・回転数・流量の再チェック、漏れがないことの再確認、などを行う。

(2009年5月版)