

ディフュージョンチューブ取扱説明書

まえがき

この取扱説明書は、校正用ガスを調製するために、校正用ガス調製装置（パーミエーターPD-1B, PD-1B-2, PD-1C）と共に用いるディフュージョンチューブ No.3100 の取り扱いについて規定したものです。

この取扱説明書をよくお読みになり、内容を理解されたうえでご使用くださいますようお願い致します。また、常にこの説明書を手元に置かれて作業されることをお勧め致します。

ディフュージョンチューブ（以下、D-tube と略記する）を正しく安全にご使用いただくために、安全注意事項を必ずお守りください。本製品を安全に使用していただくために次のようなシンボルマークを使用しています。

警告 取扱者の生命や身体に危険が及ぶ恐れがある場合に、その危険を避けるための注意事項が記されています。

注意 取扱者の身体に軽度または中程度の障害が及ぶ恐れがある場合にその障害を避けるための注意事項が記されています。

警告

- D-tube の使用者は、必ず保護眼鏡、不浸透性の保護衣、保護手袋又は履物等適切な保護具を使用してください。
- D-tube に有機溶剤を投入する際は必ず局所排気装置内で作業をしてください。
- D-tube は、校正用ガス調製装置の希釈ガスを流して 30 分以上経過してから TUBE HOLDER に収納します。前回使用時に回収を忘れていた場合、高濃度のガスが溜まっているおそれがあります。
- D-tube を校正用ガス調製装置の TUBE HOLDER に入れる時は、付属のチューブ保持用カゴを使ってください。チューブ保持用カゴを使わないと、D-tube が取り出せなくなります。また、チューブ保持用カゴを使うことで、D-tube を WATER INLET に入れる間違いを防ぎます。
- D-tube で調製する校正用ガスは、毒性のあるものがほとんどですから、校正用ガスの出口を、呼吸域から遠ざけて作業できるように配置・配管してください。また排気ガスは大粒で口径の大きい活性炭層などを通し、圧力のかからない方法で除去した後、室外に排出してください。

ディフュージョンチューブによる校正用ガスの調製

1. 概要

ディフュージョンチューブは、一定内径の拡散管を通る蒸気の拡散速度が拡散管のサイズや温度などによって決められることを利用して、一定の蒸気濃度を連続的に発生させるための拡散管と液体溜タンクから成っているガラス製容器です。

したがって、D-tube を一定温度に保持しつつ、希釈ガスを一定流量で送れば、校正用ガスを得ることができます。

この校正用ガス発生方法は、単位時間の D-tube の重量減少量（拡散速度）と希釈ガス量との物理

量の測定を根拠として、ガス濃度を決定するため信頼性が高く、また、拡散速度が D-tube の保持温度を高くするにしたがって大きくなること、希釈ガス量を変えること、D-tube のサイズ（種類）を変えること等で、広い濃度範囲の校正用ガスを長時間連続的に安定して発生できます。

D-tube で発生できる校正用ガスは、試料液体の蒸気圧が 30～50 °C の温度で 5～400 mmHg の範囲にあって、しかも安定した高純度物質のものであります。

2. 校正用ガス濃度の計算

校正用ガス濃度(体積濃度)は、式(1)で計算します。

$$C_0 = \frac{K \times Dr}{F} \quad (1)$$

- C_0 : 校正用ガス濃度 (ppm) 大気圧補正無し
 Dr : 拡散速度 (μg/min)
 F : 希釈ガス流量 (L/min)
 K : ガス質量を容積変換するための係数 (L/g)

拡散速度は、一定温度に保持した D-tube から液体が 1 分間に蒸発拡散してくるガス重量のことです。D-tube の拡散速度は巻末表 1 および表 2 を参考にしてください。拡散速度は D-tube のサイズ、および温度によって異なります。なお、巻末表 1、および表 2 に記載されている拡散速度は当社における実測値です。より高精度を求める場合や表に記載されていない物質については実際に使用する条件下で実測して求めることをお勧めします。

D-tube 使用の際、希釈ガス量は 0.2～8.0 L/min の範囲で使用してください。8.0 L/min 以上では安定した拡散速度が得られないことがあります。

D-tube の場合は Dr 値が大気圧の影響を受けるので、式(2)による補正が必要です。

$$C = C_0 \times \frac{P_0}{P} \quad (2)$$

- C : 校正用ガス濃度 (ppm)
 C_0 : 標準大気圧での校正用ガス濃度 (ppm)
 P : 大気圧 (hPa)
 P_0 : 標準大気圧 (hPa)

K 値は、D-tube 内の物質の質量 1 g がガスになった時の体積を表します。この値は、25 °C、1 atm の条件で計算されています。

$$K = \frac{22.4}{M} \times \left(\frac{298}{273} \right) \quad (3)$$

- M : D-tube 内物質の分子量

周囲の温度と大気圧の変化により、実際の体積流量は変化しますが、校正用ガス調製装置 PD-1C では発生ガス、希釈ガスの体積が、同率で変化するので K 値については変化しません。なお、厳密には標準状態における気体 1 mol の体積は、気体の種類により違いがあります。また、式(3)の分子量を、モル質量にするとより正確な値になります。

注 意

●拡散速度 Dr 値は大気圧の影響を受けます。表 1 および表 2 の拡散速度は、標準大気圧時の値を記載していますので、必要に応じて大気圧補正をしてください。

<計算例> 標準大気圧でのベンゼン校正用ガス 5.0 ppm の調製を考えます。(30°C発生の場合)

表 2 より次の拡散速度を得ます。

30°Cの拡散速度	D-10	:	31.0	μg/min
	D-20	:	75.0	μg/min
	D-30	:	215	μg/min
	K 値	:	0.313	

式(1)を変形して式(4)を得ます。D-10 型 D-tube を使用するとして、

$$F = \frac{K \times Dr}{C_0} \quad (4)$$

$$= \frac{0.313 \times 31.0}{5.0} = 1.94$$

PD-1B シリーズをご使用の場合、 $C=5.0$ ppm を調製するには、恒温水槽温度 30 °C で D-10 型 D-tube を使用して、希釈ガス流量 F を 2.0 L/min に設定します。PD-1C をご使用の場合、希釈ガス流量 F は 1.94L/min と設定します。

任意の温度における拡散速度(Dr)の簡易推定法 (PD-1C をご使用の場合のみ)

D-tube の発生温度を 1°C単位で設定した場合、発生可能な温度範囲で任意の温度における Dr 値を簡易的に算出することができます。推定値の算出において設定する Dr 値の温度差が大きくなると誤差が大きくなる傾向があります。より正確な Dr 値を求めたい場合は「拡散速度 Dr 値の測定方法」を参考にしてください。

表 1・表 2 に示されている Dr 値の温度差が 5°Cの場合

$$Dr_T = Dr_L \times \left(\frac{Dr_H}{Dr_L} \right)^{\frac{T-T_L}{5}} \quad (5)$$

Dr_T : 発生温度の Dr

T : 発生温度(°C)

T_L : 5°C間隔の設定の低い方の温度(°C)*

Dr_L : 表 1・表 2 に表示された 5°C間隔の低い方の温度の Dr 値

Dr_H : 表 1・表 2 に表示された 5°C間隔の高い方の温度の Dr 値

30~35°Cの場合→30°C

35~40°Cの場合→35°C

表 1・表 2 に示されている Dr 値の温度差が 10°C の場合

$$Dr_T = Dr_L \times \left(\frac{Dr_H}{Dr_L} \right)^{\frac{T-T_L}{10}} \quad (6)$$

Dr_T : 発生温度の Dr

T : 発生温度($^{\circ}\text{C}$)

T_L : 10°C 間隔の設定の低い方の温度($^{\circ}\text{C}$)*

Dr_L : 表 1・表 2 に表示された 10°C 間隔の低い方の温度の Dr 値

Dr_H : 資料に表示された 10°C 間隔の高い方の温度の Dr 値

質量濃度の計算法

体積濃度の式から、質量を容積に変換する係数 K 値を除き、 Dr 値に対する大気圧補正と、体積に対する温度と大気圧の補正を追加します。

体積濃度の式は、 25°C 、 1 atm で計算されているので、下記の式で変換できます。

$$\begin{aligned} C_g &= \frac{Dr}{F} \times \left(\frac{P_0}{P} \right) \times \left(\frac{298}{273+T} \right) \times \left(\frac{P}{P_0} \right) \\ &= \frac{Dr}{F} \times \left(\frac{298}{273+T} \right) \end{aligned} \quad (7)$$

$$\begin{aligned} F &= \frac{Dr}{C_g} \times \left(\frac{P_0}{P} \right) \times \left(\frac{298}{273+T} \right) \times \left(\frac{P}{P_0} \right) \\ &= \frac{Dr}{C_g} \times \left(\frac{298}{273+T} \right) \end{aligned} \quad (8)$$

C_g : 校正用ガス濃度 (mg/m^3)

T : 周囲温度 ($^{\circ}\text{C}$)

P : 周囲大気圧 (hPa)

P_0 : 標準大気圧 (hPa)

拡散速度 Dr 値の測定方法

Dr 値を実測して求める方法もあります。より高精度を求める場合や表に記載されていない物質については実際に使用する条件下で実測して求めることをお勧めします。

PD-1C をご使用の場合、モード設定を **Manual** にすることで本体画面に温度と流量だけが表示され、拡散速度 Dr 値の実測に最適な状態になります。

D-tube に試料液体を規定量注入し、パーミエーターの TUBE HOLDER に収納します。希釈ガスを流しながら ($0.2\text{ L}/\text{min}$ 以上) 一定温度に保持します。

少なくとも約 30 分以上経過後、D-tube を取り出し、読み取り限度 $0.1\sim 0.01\text{ mg}$ の天秤で秤量します。このときの時刻を分単位まで記録しておきます。ただちに D-tube を TUBE HOLDER に収納し、希釈ガスを流しながら一定温度に保持します。

一定の間隔において秤量を繰り返し、式(9)からその温度における拡散速度を計算します。拡散速度は再現性があるので、同一の D-tube ではその値を継続して用いることができます。

[読み取り限度 0.01 mg 、繰り返し性 $\leq 0.015\text{ mg}$] の天秤では、減少量が 15 mg 以上になる間隔で、信頼性のある Dr 値が得られるまで、秤量を繰り返します。秤量間隔の目安は式(10)により求めます。

$$Dr = \frac{m \times 10^6}{T} \quad (9)$$

$$T = \frac{m \times 10^6}{Dr} \quad (10)$$

Dr : 拡散速度 (μg/min)

m : D-tube 減量 (g)

T : 秤量間隔 (min)

実測する場合、目安としては Dr 値 = 10 で 1 日以上、 Dr 値 = 100 で 2.5 時間以上、 Dr 値 = 500 で 30 分以上の秤量間隔を取ることをお勧めします。

拡散速度を実測する場合、D-tube の保持温度を 30 °C → 50 °C へ変更すれば、 Dr 値は約 3 倍になります。また、温度が同じ場合、拡散管 D-10 に対して D-20 では約 2.5 倍、D-30 では約 7.2 倍の拡散速度が得られます。この際、試料液体の蒸気圧が 5 ~ 400 mmHg の範囲内であることを確認してください。範囲外の物質の場合には安定した拡散速度が得られない場合があります。

3. 校正用ガス濃度の精度維持

注 意

● D-tube で調製する校正用ガスは、毒性のあるものがほとんどですから、校正用ガスの出口を、呼吸域から遠ざけて作業できるように配置・配管してください。また排気ガスは大粒で口径の大きい活性炭層などを通し、圧力のかからない方法で除去した後、室外に排出してください。

- 1) D-tube に試料液体を注入する際は、内壁に液体が付着しないようにしてください。
- 2) D-tube への試料液体注入量は液体溜タンクに印されている上線（上限レベル）と下線（下限レベル）の範囲内に行ってください。この範囲外では安定した拡散速度が得られない場合があります。
- 3) D-tube は、恒温槽の温度が設定温度に制御された後、TUBE HOLDER に収納し、少なくとも 30 分以上経過後に指定した拡散速度のガス濃度を発生します。
- 4) D-tube の内壁に液体が付着していると安定した拡散速度が得られない場合があります。（液体が内壁に付着した場合、目安として Dr が 300 以上であれば 30 分程度、 Dr 値が 10 以下の場合には 24 時間以上の安定化時間を取ることをお勧めします。また、 Dr 値が大きな場合には D-tube 内の試料の減少にご注意ください。例えばベンゼン 30 °C、D-30、 $Dr=215$ の場合、7 日間程度で全ての試料が揮発します。）
- 5) 希釈ガスは窒素を用いるか、または活性炭とシリカゲルで精製した空気を用います。
- 6) 校正用ガスとして採取する場合は、一方の出口に、ふっ素樹脂管を使用して、できるだけ短く（数 m 以内）配管し、希釈ガス流量以内の流量で、配管に圧力のかからないように採取してください。排気ガスは大粒で口径の大きい活性炭層などを通し、圧力のかからない方法で除去した後、室外に排出してください。

4. D-tube の洗浄

高沸点物質や粘性のある液体を使用した後は、アルコールやアセトンなど揮発性溶剤を入れて、数回洗浄し、その後乾燥させてください。

株式会社 ガステック

営業本部 〒252-1195 神奈川県綾瀬市深谷中 8-8-6

電話 0467(79)3911 Fax 0467(79)3979

大阪営業所 〒532-0003 大阪市淀川区宮原 2-14-14 新大阪グランドビル

電話 06(6396)1041 Fax 06(6396)1043

九州営業所 〒812-0066 福岡市東区二又瀬 11-9 パークサイドスクエア

電話 092(292)1414 Fax 092(292)1424

ホームページアドレス <https://www.gastec.co.jp/>

表 1. 有機溶剤の D-tube 拡散速度 (その 1)

物質名	K (25°C1atm)	種類 温度°C	D-10				D-20				D-30			
			30	35	40	50	30	35	40	50	30	35	40	50
アセトン	0.421	$Dr=$	75	100	135	255	170	230	315	620	490	665	915	1830
イソブチルアルコール	0.330	$Dr=$	3.6	5.0	6.8	13	8.5	12	16	31	24	34	48	90
イソプロピルアルコール	0.407	$Dr=$	13	17	23	42	29	40	54	100	85	115	160	290
イソペンチルアルコール	0.277	$Dr=$	1.2	1.7	2.3	4.4	2.9	4.1	5.6	11	8.6	12	16	31
エチルエーテル	0.330	$Dr=$	340				770				2210			
エチレングリコール モノエチルエーテル	0.271	$Dr=$	2.0	2.6	3.4	5.8	4.5	6.0	8.0	14	13	17	23	42
エチレングリコール モノエチルエーテルアセテート	0.185	$Dr=$	0.8	1.1	1.5	3.1	1.8	2.6	3.7	7.4	5.3	7.6	11	22
エチレングリコール モノブチルエーテル	0.207	$Dr=$	0.4	0.6	0.8	1.7	0.9	1.3	1.9	4.1	2.6	3.4	5.4	12
エチレングリコール モノメチルエーテル	0.321	$Dr=$	3.2	4.2	5.5	9.2	7.4	9.8	13	22	21	28	37	66
<i>o</i> -ジクロロベンゼン	0.166	$Dr=$	0.7	0.9	1.2	2.2	1.6	2.2	3.0	5.4	4.8	6.5	8.8	16
キシレン	0.230	$Dr=$	3.3	4.1	5.2	7.1	7.3	9.1	12	18	21	26	32	50
<i>o</i> -キシレン	0.230	$Dr=$	2.5	3.3	4.2	7.1	5.7	7.5	10	17	16	21	29	50
<i>m</i> -キシレン	0.230	$Dr=$	2.8	3.7	4.8	8.0	6.5	8.6	11	19	19	25	33	56
<i>p</i> -キシレン	0.230	$Dr=$	3.0	3.9	5.0	8.2	6.9	9.1	12	20	20	27	35	58
クロロベンゼン	0.217	$Dr=$	4.6	6.0	7.9	14	11	15	19	33	32	43	55	94
クロロホルム	0.205	$Dr=$	100	125	180	325	230	315	420	770	675	905	1220	2250
酢酸イソブチル	0.210	$Dr=$	6.8	8.7	11	18	17	21	27	44	48	62	79	130
酢酸イソプロピル	0.239	$Dr=$	21	26	34	56	50	64	82	135	145	190	240	400
酢酸イソペンチル	0.188	$Dr=$	2.4	3.2	4.1	6.9	6.0	7.7	10	17	18	23	29	49
酢酸エチル	0.278	$Dr=$	33	43	57	97	78	100	130	225	225	290	380	650
酢酸ブチル	0.210	$Dr=$	4.1	5.5	7.5	14	8.8	12	17	33	24	34	49	97
酢酸プロピル	0.239	$Dr=$	13	16	21	33	31	39	49	80	91	115	145	235
酢酸ペンチル	0.188	$Dr=$	2.7	3.4	4.3	6.8	6.5	8.2	10	16	19	24	30	48
酢酸メチル	0.330	$Dr=$	79	110	150	290	185	250	350	700	535	735	1010	2015

表 2. 有機溶剤の D-tube 拡散速度 (その 2)

物質名	K (25°C1atm)	種類 温度°C	D-10				D-20				D-30			
			30	35	40	50	30	35	40	50	30	35	40	50
四塩化炭素	0.159	$Dr=$	65	84	110	175	155	195	255	410	445	570	680	1190
シクロヘキサノール	0.244	$Dr=$	0.47	0.63	0.84	1.5	1.2	1.5	2.0	3.6	3.4	4.5	6.0	11
シクロヘキサノン	0.249	$Dr=$	1.4	1.9	2.5	4.6	3.3	4.5	6.1	11	9.8	13	18	33
1,4-ジオキサン	0.277	$Dr=$	13	17	22	36	31	40	51	85	89	115	150	250
1,2-ジクロロエタン	0.247	$Dr=$	31	40	52	86	75	97	125	205	220	280	365	605
cis-1,2-ジクロロエチレン	0.252	$Dr=$	79	105	135	365	203	269	345	935	598	790	1013	2748
trans-1,2-ジクロロエチレン	0.252	$Dr=$	165	221	314		422	566	803		1241	1663	2360	
ジクロロメタン	0.288	$Dr=$	230	355			545	855			1600	2500		
N,N-ジメチルホルムアミド	0.335	$Dr=$	1.3	1.8	2.4	4.3	2.9	4.2	5.7	10	8.5	12	17	30
スチレン	0.235	$Dr=$	2.3	3.0	3.9	6.7	5.3	6.9	9.1	16	15	20	26	44
1,1,2,2-テトラクロロエタン	0.146	$Dr=$	2.6	3.5	4.8	8.6	6.2	8.5	12	21	18	25	34	60
テトラクロロエチレン	0.147	$Dr=$	10	13	16	26	23	30	38	62	66	85	110	185
テトラヒドロフラン	0.339	$Dr=$	53	66	82	125	120	150	190	305	345	435	555	895
1,1-トリクロロエタン	0.183	$Dr=$	56	73	94	160	130	170	220	370	380	485	620	1075
トリクロロエチレン	0.186	$Dr=$	36	45	56	86	85	110	135	210	245	305	385	615
トルエン	0.265	$Dr=$	9.6	13	16	27	23	29	38	62	65	84	110	175
二硫化炭素	0.321	$Dr=$	170	225	330		405	555	795		1180	1585	2320	
ノルマルヘキサン	0.284	$Dr=$	46	59	77	135	110	140	180	305	315	400	520	880
1-ブタノール	0.330	$Dr=$	2.4	3.2	4.3	7.7	5.3	7.3	10	19	15	20	29	55
2-ブタノール	0.330	$Dr=$	5.3	7.5	10	19	13	18	25	47	38	53	73	140
メタノール	0.763	$Dr=$	31	41	55	105	72	97	130	250	210	285	385	720
メチルイソブチルケトン	0.244	$Dr=$	7.4	9.3	12	19	16	21	27	45	44	58	76	135
メチルエチルケトン	0.339	$Dr=$	27	35	46	77	64	83	105	180	185	240	310	525
メチルシクロヘキサノール	0.214	$Dr=$	0.33	0.44	0.56	0.92	0.83	1.1	1.4	2.2	2.4	3.1	4.0	6.5
メチルシクロヘキサノン	0.218	$Dr=$	1.0	1.3	1.7	2.9	2.4	3.2	4.2	7.3	6.9	9.2	12	21
メチルブチルケトン	0.244	$Dr=$	4.3	5.5	6.9	11	11	13	17	26	31	39	49	77
ベンゼン	0.313	$Dr=$	31	40	52	86	75	95	124	206	215	281	361	598