

BL17 調湿発生装置 (Humicruise) における 運転パラメータの検討

MLF SE 調湿チームでは 2 台の調湿発生装置、すなわち BL15 所有の ME240 (マイクロイックメント株式会社) と BL17 所有の Humicruise (株式会社第一科学) を運用している。これら 2 台について、同条件の調湿ガスを発生する運転パラメータを検討した。これにより、今後、 H_2O あるいは D_2O 単組成の調湿実験においては相互に交換して使用することが可能となった。課題の混雑時、あるいは機器故障発生時におけるビームタイムの有効利用につながる。

1. 導入

1-1. 調湿発生装置

MLF SE 調湿チームでは 2 台の調湿発生装置、BL15 の ME240 と BL17 の Humicruise を運用している。発生湿度 (露点) と機器の取り回しで大きな違いはない。どちらも温度 85°C で相対湿度 85% までの H_2O (あるいは D_2O) 調湿ガスを試験槽に供給することが可能である。また 2~8 m の供給ホースを備えている。BL02, BL15, BL17 では両方の調湿発生装置の使用実績がある。

ME240 と Humicruise の概要について表 1 に示す。ミキシング機能の有無を除いて最も大きな違いは湿度制御の方式である。ME240 は飽和槽温度 T_1 に等しい露点をもつ調湿ガスを供給する。相対湿度 RH は試験槽側の温度 T_2 によって制御する (二温度法)。Humicruise は飽和槽温度 T_1 で完全飽和したガスとドライガスを発生装置内部で混合することで相対湿度 RH のガスを供給する。但し、実際は Humicruise を用いた測定の場合も試験槽側の温度 T_2 で最終的な相対湿度を制御する (分流法+二温度法)。

これら 2 台の調湿発生装置を同条件で使用するには露点制御、あるいは湿度制御という運転方式の違いを考慮して発生湿度を揃えることが必要となる。本報告では鏡面露点計を用いて $\pm 0.1^\circ\text{C}$ の精度で生成露点を評価することで、2 台の調湿発生装置を同条件で運転するパラメータを求めた。

図 1 にまとめたように、これまで Humicruise の運転においては H_2O と D_2O の飽和蒸気圧の違いが考慮されておらず、また、湿度計を基準として制御が行われていた。そのため、露点制御を行う ME240 と発生湿度条件を精度よく揃えることが不可能であった。



BL17 Humicruise



BL15 ME240

表1 調湿発生装置の概要

	BL17 Humicruise	BL15 ME240
製造会社	株式会社第一科学	マイクロイクイップメント 株式会社
湿度発生方式	分流法	二温度法/分流法
発生露点	-36~ +81℃	-15~ +85℃
導入乾燥ガス量	max 1 L/min.	max 3 L/min.
精度	1 % RH	0.5 % RH
湿度切り替え時間	~ 秒	~ 分
運転パラメータ	温度、相対湿度	露点
導入時期	2018年3月?	2021年3月
使用実績	BL02, 15, 16, 17	BL02, 14, 15, 17

BL15 ME240を使う場合

- ① 試験槽温度をTに設定する。
- ② 温度T, 相対湿度RHの場合の露点Tdを手計算する。
この際、D₂Oの飽和蒸気圧曲線で計算することになっている。
- ③ 運転パラメータ；Tdを入力して運転開始
- ④ 湿度計はあくまでも目安

H₂OとD₂Oで相対湿度を揃えると絶対湿度がずれるのでどちらを一緒にするのは考えなくてはいけないかもしれない。

BL17 Humicruiseを使う場合

- ① 試験槽温度をTに設定する。
- ② 運転パラメータ；温度T, 相対湿度RHを入力する。H₂Oで計算された分流比γで運転開始
正しくはD₂Oの飽和蒸気圧曲線を考慮して分流比γを考える（Humicruiseをだます）必要がある。
- ③ 湿度計の値をみながら運転パラメータ；相対湿度RHを手動で調整する。
H₂OとD₂Oの違いが考慮されていない上に湿度計の精度に依存している。
高露点の実験の場合、結露が発生することも。発生露点を評価しておく必要がある。

図1 Humicruise における湿度発生、特に D₂O 加湿における課題

1-2.Humicruise における調湿ガス発生（分流法）

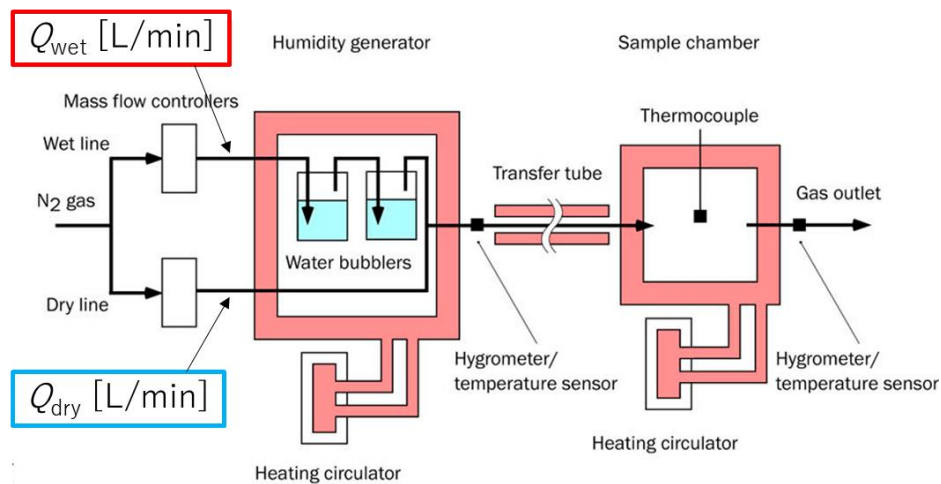
分流法では図2に示すように乾燥ガスの流量（Qdry）と飽和槽に導入するガスの流量（Qwet）を制御することで目的の相対湿度をもったガスを供給する。Qdry と Qwet から分流比 γ を

$$\gamma = \frac{Q_{wet}}{Q_{wet} + Q_{dry}} \quad (1)$$

と定義する。このとき温度 T における相対湿度 RH は

$$RH = 100 \cdot \frac{P_{atm} \times \gamma}{P_{atm} - (1 - \gamma) \times e_s(T)} \quad (2)$$

となる。 P_{atm} は大気圧、 $e_s(T)$ は温度 T での溶媒の飽和蒸気圧である。飽和槽の前後でガスの体積が変化するので、低露点 ($e_s(T) \ll P_{atm}$) の場合以外は単純に $RH=100\gamma$ とはならないことに注意する。



$$\text{分流比} \quad \gamma = Q_{wet} / (Q_{wet} + Q_{dry})$$

図2 分流法による湿度発生

1-3.ME240 における調湿ガス発生（二温度法）

二温度法による湿度発生は以下の式に基づく。温度 T の試験槽に露点 T_d を持つ調湿ガスを導入することで相対湿度を制御する。

$$RH = \frac{e_s(T_d)}{e_s(T)} \quad (3)$$

調湿ガスの露点 T_d を精密に制御することがすべてである。図3にME240における露点発生方法を示す。①乾燥ガスが温度 T_d の飽和槽に入る。②温度 $\sim T_d$ で飽和する。③気相

にでたガスは気相温度 $T_2 > T_d$ で T_d に対して過剰に飽和する。④温度 T_d に冷却されることで過剰な水分が結露水として落ちる。その結果、飽和槽温度と等しい露点をもったガスが供給される。

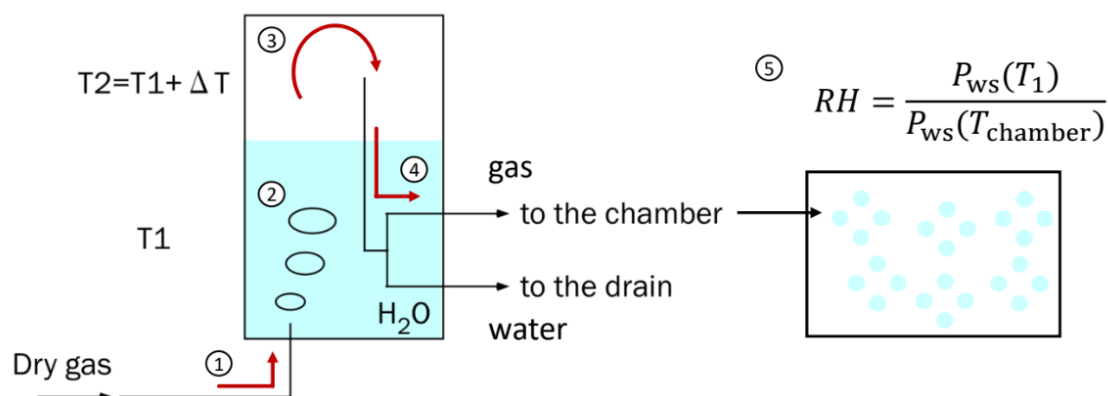


図3 ME240 における精密露点発生（“還流式飽和槽”）。

1-4. 本検討における方針

Humicruise および ME240 のどちらにおいても H_2O/D_2O 単成分において任意の露点を発生できることを目標とする。これまでに鏡面露点計を用いた露点計測によって ME240 からの調湿ガスは $\pm 0.1^\circ Cdp$ で制御されていることを確認済みである。本検討ではまず、Humicruise から供給される H_2O 調湿ガスの露点を計測し、装置性能（流量制御の精度および校正具合）を把握する。次に、 D_2O 調湿ガスの露点を計測し、式(2)における相対湿度と分流比の関係を確認する。以上の結果から H_2O 加湿, D_2O 加湿における入力パラメータ RH （と T ）を決定する。

2. 実験内容

実験期間 2022年5/25-5/28

実験場所 BL17 遮蔽体上

実験者 有馬

使用機器 調湿発生装置 Humicruise (第一科学)
鏡面露点計 Dewstar S-3 (神栄精機)
レコーダ TRW-500 (キーエンス)

乾燥ガス N₂ ガスボンベ

温度 30°C, 60°C, 80°C

湿度 20~90 %RH (10 %RH 刻み)

溶媒 H₂O, D₂O

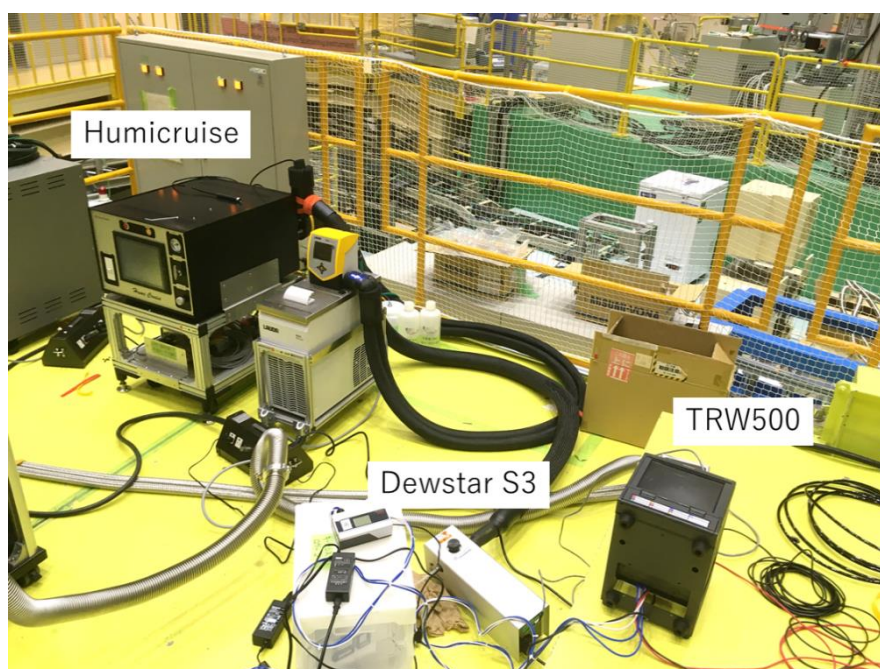


図4 実験のセットアップ

3. 実験結果

H₂O 加湿における露点計測結果を図 5a と表 2 に示す。発生装置に備わっている相对湿度計 (Rotronic HA) の値を露点に換算したものを併せて示す。各 RH 条件において、調湿ガスの露点は $\pm 0.2^{\circ}\text{Cdp}$ の範囲で安定している (鏡面露点計の結果にみられる RH 変化時の露点のオーバーシュートは露点計側のオーバーシュートである)。相对湿度計が示す露点は鏡面露点計の結果よりもすべての T, RH 範囲において小さい。

次に、露点の精度について述べる。Humicruise は試験槽温度 T と相对湿度 RH を運転パラメータとしてもつ。これら運転パラメータ (露点入力値) と調湿ガス露点 (露点出力値) の関係を図 6 に示す。露点入力値に対して、生成ガスの露点は $\pm 0.5^{\circ}\text{Cdp}$ の範囲におさまっている。相对湿度にすると $\sim \pm 1\% \text{RH}$ 程度の誤差である。このことから、流量計の校正および飽和槽温度の校正は十分といえる (だろう)。

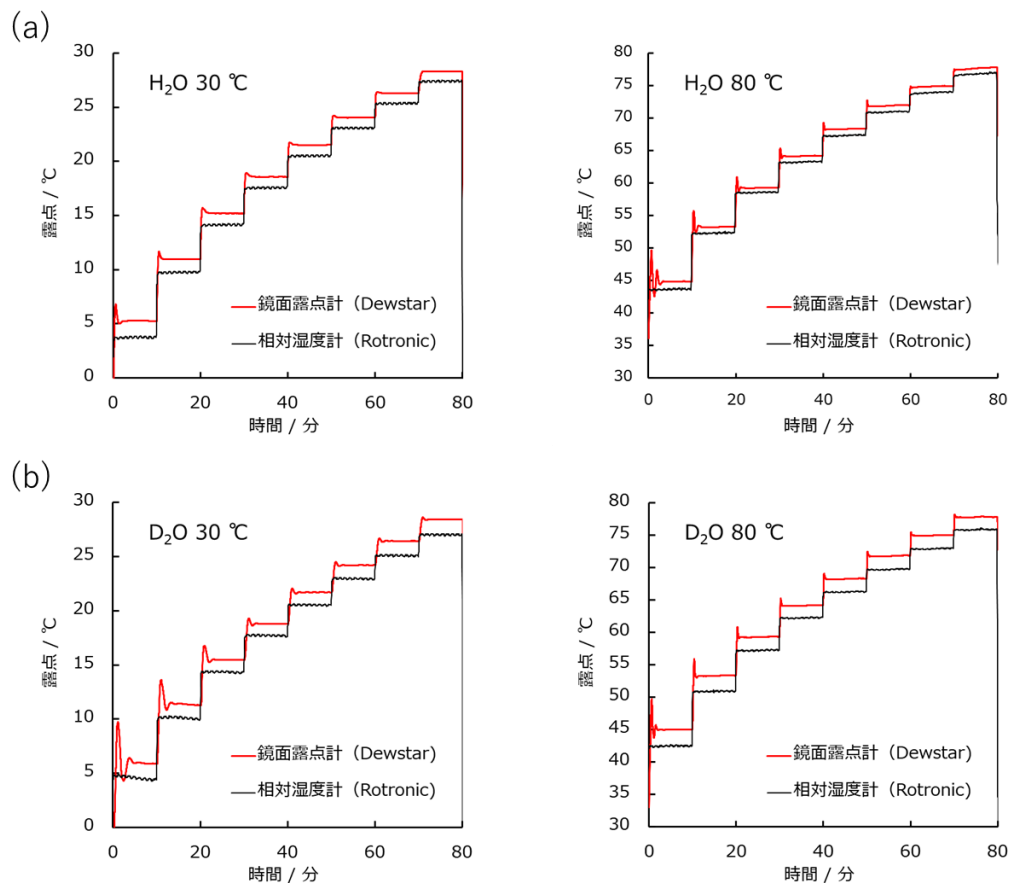


図 5 露点測定結果 (a) H₂O 加湿ガス (b) D₂O 加湿ガス

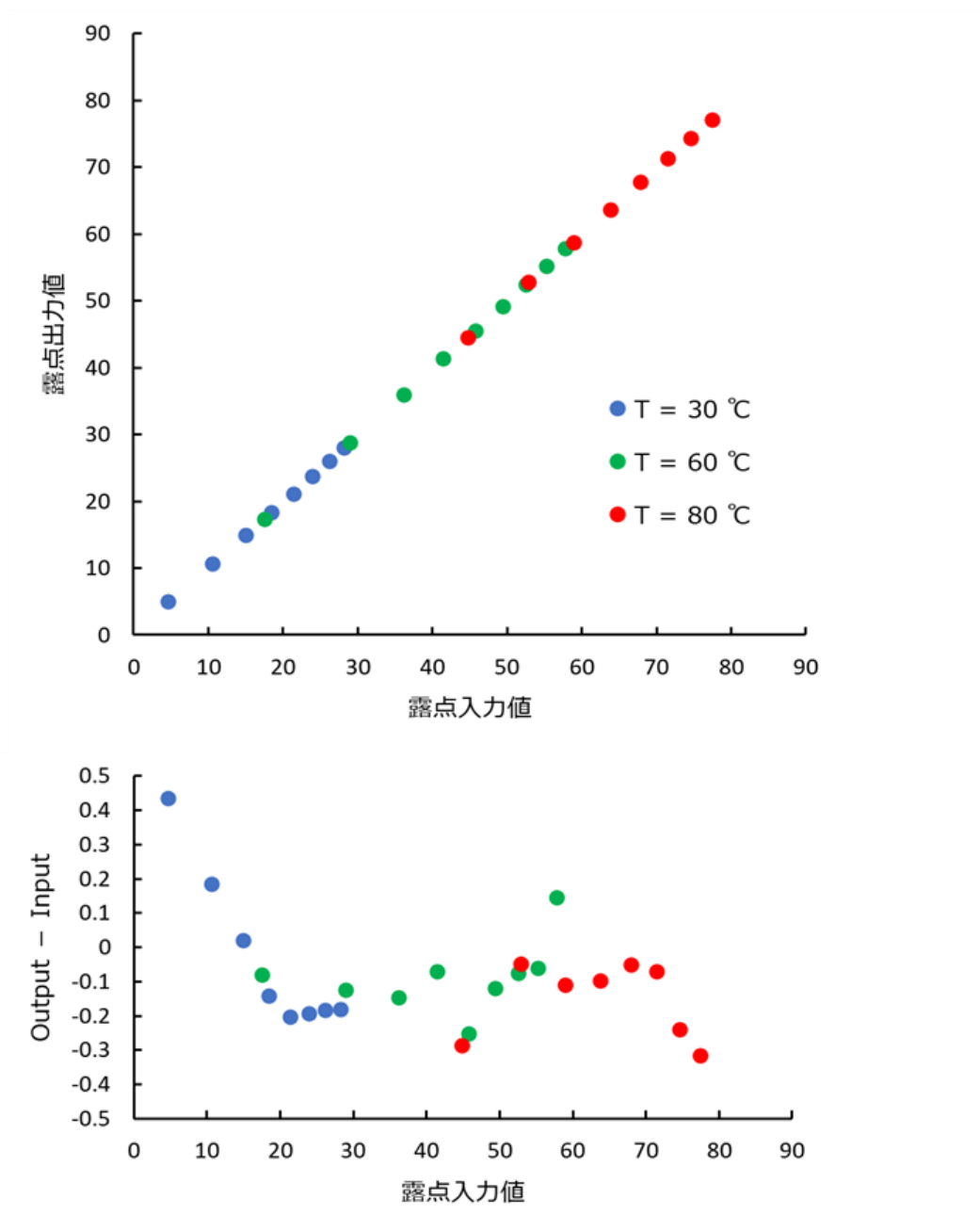
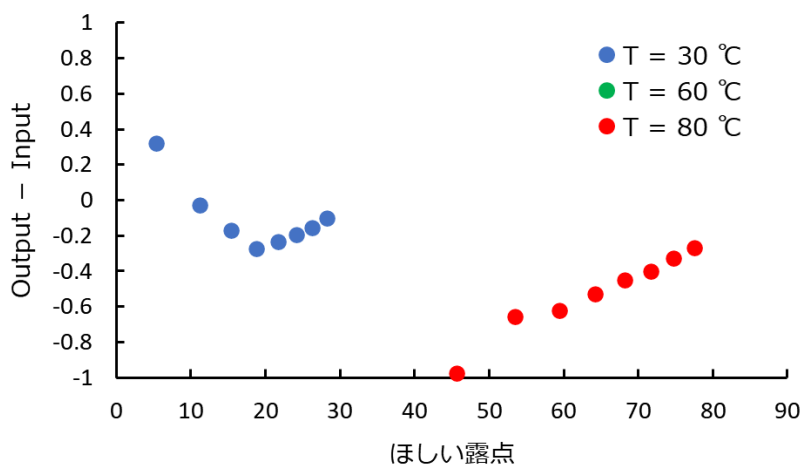
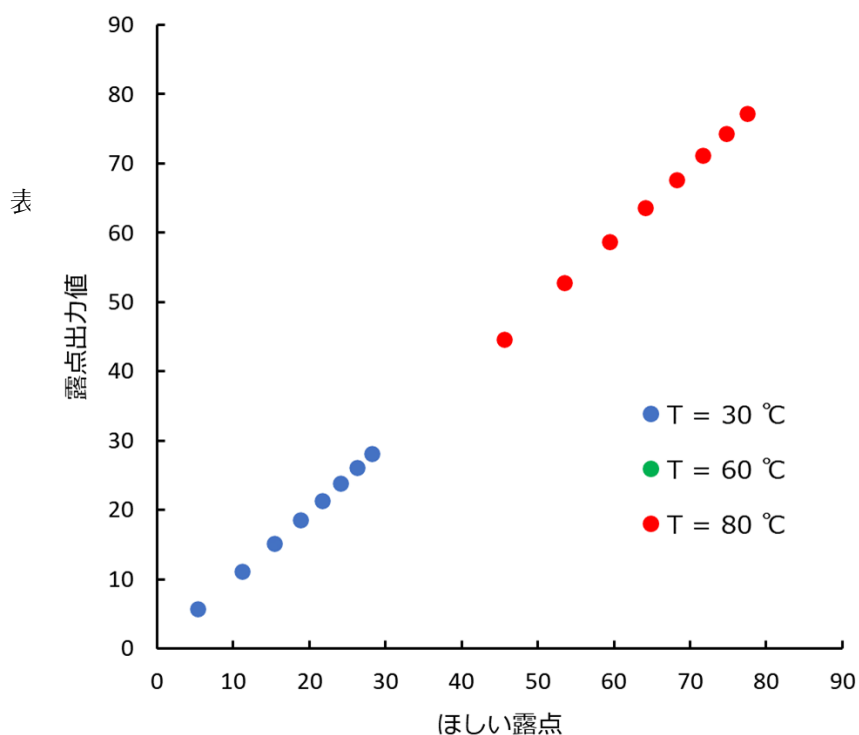


図6 Humicruise における H₂O 調湿運転パラメータと発生露点の関係

次に D₂O 調湿ガスの露点計測結果について述べる。Humicruise は H₂O の飽和蒸気圧曲線に基づいて分流比を算出し、流量を制御しているのので D₂O 加湿の場合は単に T と RH を入れるだけでは目的の露点のガスを得ることはできない。H₂O と D₂O の飽和蒸気圧曲線の違いがどの程度影響するかについて表 2 に示す。

飽和蒸気圧曲線の影響は $T=80^{\circ}\text{C}$ 、 $\text{RH}=30\sim 70\ \%\text{RH}$ において顕著であり、相対湿度設定値と生成ガスの相対湿度には $1\ \%\text{RH}$ 以上の誤差が生じる可能性がある。図 7 に H_2O と D_2O の違いを考えずに、 $\text{RH}=20\sim 90\ \%\text{RH}$ を運転パラメータとして入力し、 D_2O 調湿した場合の結果を示す。表 2 から予想されるように試料温度が 30°C の場合は H_2O と D_2O の違いは無視できるが、試料温度が 80°C の場合は目的の露点に対して生成露点が明らかに

小さくなる。(完全に表2と同じ傾向というわけではないのだけれど)。



"RH"入力	Dry	Wet	dp (D2O)	RH (D2O)
--------	-----	-----	----------	----------

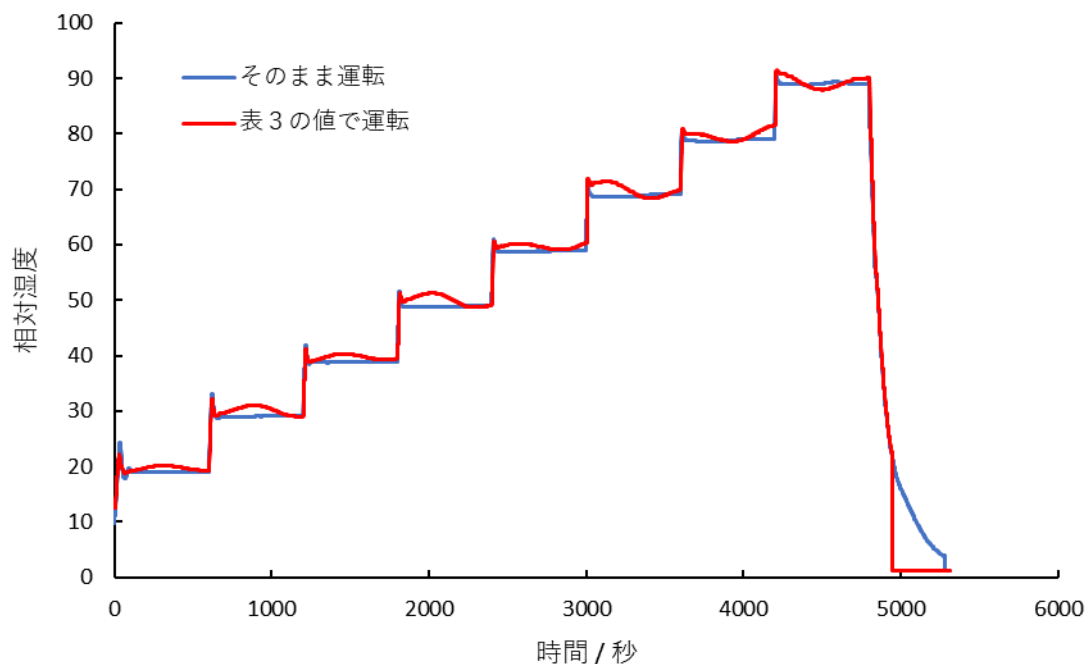
図7 Humicruise における D₂O 調湿運転時の“入力露点”と発生露点の関係。

30	81.43	18.57	52.70	28.81
40	73.82	26.18	58.68	38.63
50	65.27	34.73	63.54	48.57
60	55.62	44.38	67.65	58.62
70	44.61	55.39	71.24	68.78
80	31.97	68.03	74.44	79.07
90	17.28	82.72	77.34	89.47

D2O を用いた場合に正しく調湿するには、目的の D2O 相対湿度 RH に対して、D2O の飽和蒸気圧曲線を適用して式 (2) を計算し、分流比 γ' を求める。次に、同じ式 (2) において今度は H2O の飽和蒸気圧曲線を適用して分流比 γ' の場合の相対湿度 RH' を求める。この RH' が D2O で相対湿度 RH の調湿ガスを発生させる際に、Humicruise に入力すべきパラメータである。温度 T は溶媒によらず共通である。以上をまとめると表 3 になる。

表 3 に従い Humicruise に入力する RH を補正して運転した場合の結果を図 8 に示す。T=80°C である。生成ガスの露点が不安定であるが、おそらく良い方向に補正されているだろう。露点が不安定な理由は不明である。鏡面露点計および装置備え付けの湿度計のどちらも同じ変動をしめしたので露点計の不具合ではなく、調湿ガスの露点が揺らいでいた可能性が高い。外気温変動の影響、大気圧変動の影響が考えられる。

図 8 T=80°C で D2O 加湿したときの調湿ガスの評価。「そのまま運転」は H2O で考え



たときの分流率、「表 3 ~」は D2O で考えたときの分流率を入力した。別の要因で発生湿度が揺らいでしまって、補正の効果がいまいわからないがおそらくいい方向に行っているだろう。

表3 D2O 加湿の場合の試料温度および相対湿度と Humirouse に入力する運転パラメータ RH

	試料温度														
	20	25	30	35	40	45	50	55	60	65	70	75	80	85	
相対湿度	10	10.0	10.0	10.1	10.1	10.1	10.1	10.1	10.2	10.2	10.2	10.3	10.4	10.5	10.7
	15	15.0	15.1	15.1	15.1	15.1	15.2	15.2	15.3	15.3	15.3	15.4	15.6	15.7	16.0
	20	20.1	20.1	20.1	20.1	20.1	20.2	20.2	20.3	20.3	20.4	20.5	20.7	20.9	21.3
	25	25.1	25.1	25.1	25.1	25.2	25.2	25.3	25.3	25.4	25.5	25.6	25.8	26.1	26.5
	30	30.1	30.1	30.1	30.1	30.2	30.2	30.3	30.4	30.4	30.6	30.7	30.9	31.2	31.7
	35	35.1	35.1	35.1	35.2	35.2	35.3	35.3	35.4	35.5	35.6	35.8	36.0	36.3	36.8
	40	40.1	40.1	40.1	40.2	40.2	40.3	40.3	40.4	40.5	40.6	40.8	41.0	41.4	41.9
	45	45.1	45.1	45.1	45.2	45.2	45.3	45.3	45.4	45.5	45.7	45.8	46.1	46.4	47.0
	50	50.1	50.1	50.1	50.2	50.2	50.3	50.3	50.4	50.5	50.7	50.8	51.1	51.4	52.0
	55	55.1	55.1	55.1	55.2	55.2	55.3	55.3	55.4	55.5	55.7	55.8	56.1	56.4	57.0
	60	60.1	60.1	60.1	60.2	60.2	60.3	60.3	60.4	60.5	60.6	60.8	61.0	61.4	61.9
	65	65.1	65.1	65.1	65.2	65.2	65.3	65.3	65.4	65.5	65.6	65.8	66.0	66.3	66.8
	70	70.1	70.1	70.1	70.1	70.2	70.2	70.3	70.4	70.4	70.6	70.7	70.9	71.2	71.7
	75	75.1	75.1	75.1	75.1	75.2	75.2	75.3	75.3	75.4	75.5	75.6	75.8	76.1	76.5
	80	80.1	80.1	80.1	80.1	80.1	80.2	80.2	80.3	80.3	80.4	80.5	80.7	80.9	81.2
	85	85.0	85.1	85.1	85.1	85.1	85.1	85.2	85.2	85.3	85.3	85.4	85.5	85.7	86.0
	90	90.0	90.0	90.1	90.1	90.1	90.1	90.1	90.2	90.2	90.2	90.3	90.4	90.5	90.7

最後に蛇足になるが装置備え付けの湿度計の値と鏡面露点計の値の関係について図9に示す。D2O加湿の場合、湿度計が示す露点は実際の露点よりも1~2°C小さい値である。湿度計が示す露点を信じて発生湿度を調整すると、高湿度環境では結露を生じさせる危険が高い。これまでに示した結果から、湿度計はあくまでも目安として、分流率を信じて運転するのがよい。

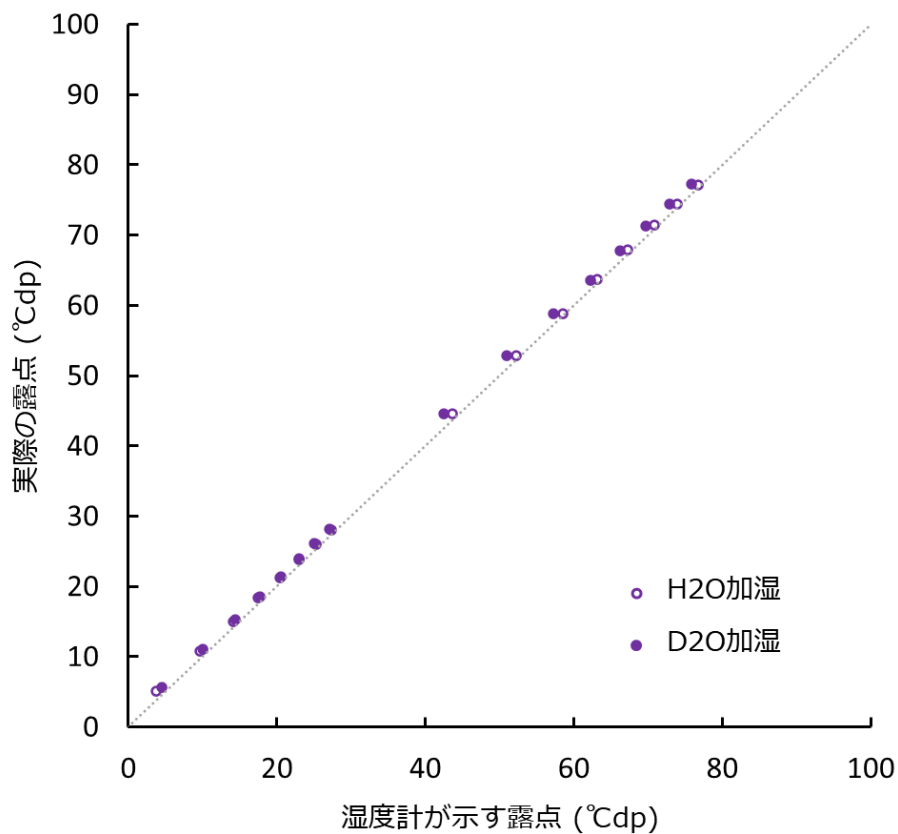


図9 湿度計 (Rotronic) の値と実際の露点の関係

まとめ

- Humicruise と ME240 において同条件の調湿ガスを発生する方法を検討した。
- Humicruise の流量計および飽和槽の温度計は良好な状態である。
- ME240 の 運 転 パ ラ メ ー タ T_d に 合 わ せ る と す る と 、
H₂O 加湿の場合、 T_d と試験槽温度 T から相対湿度 RH を計算し、Humicruise の運転パラメータとして T と RH をそのまま入力すればよい。

D₂O 加湿の場合、細工が必要である。 T_d と試験槽温度 T から D₂O の飽和蒸気圧曲線を用いて RH を計算する。つぎに分流比の式 (2) から分流比 γ を求める。同じく式 (2) を用いて H₂O の場合に分流比 γ になる相対湿度 RH' を求める。RH' を Humicruise の運転パラメータとする。表 3 にまとめた。

- 実験中、Humicruise から供給される加湿ガスが安定しないときがあった。±1%RH ぐらい変動する。飽和槽の温調 (サーキュレータ) が不安定なのか、大気圧が変動しているのか、環境温度の影響がきくのか、それぐらいの可能性として考えられるが未解決である。
- そのような問題はあるが、概ね、Humicruise と ME240 で同一の加湿ガスを生成する方法がわかった。ミキシングを行わない、軽水と重水の一方しか用いない場合や、0~90%RH の湿度を秒オーダーで切り替える必要がある場合は Humicruise の使用が適当と思われる。
- Humicruise の備え付けの湿度計が示す露点は D₂O 加湿の場合は実際の露点よりも 1~2°C 小さい値である。この湿度計を信じて加湿していると結露がおこるので注意