

**活性炭の吸脱着特性に関する  
試験研究（3）**

2004年3月

**(財)若狭湾エネルギー研究センター**

本資料の全部または一部を複写・複製・転載する場合は、下記にお問い合わせください。

〒319-1184 茨城県那珂郡東海村村松 4 番地 49

核燃料サイクル開発機構

技術展開部 技術協力課

電話：029-282-1122（代表）

ファックス：029-282-7980

電子メール：[jserv@jnc.go.jp](mailto:jserv@jnc.go.jp)

Inquiries about copyright and reproduction should be addressed to :

Technical Cooperation Section,

Technology Management Division,

Japan Nuclear Cycle Development Institute

4-49 Muramatsu, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki 319-1184,  
japan

© 核燃料サイクル開発機構  
(Japan Nuclear Cycle Development Institute)  
2004

2004 年 3 月

### 活性炭の吸脱着特性に関する試験研究 (3)

丸山忠司\*、長友仁郎\*

#### 要旨

活性炭を充填した小型活性炭吸着床を-170°Cの低温に保って、極低濃度の Xe、Kr を含む Ar ガスまたは He ガス（試料ガス）を通気させて吸着させた。その後吸着床を加熱し、掃気ガスにより脱着した希ガスの濃度を質量分析計で測定することにより、吸脱着破過曲線を得た。これらの測定データをもとに、活性炭の希ガスに対する動的吸着平衡係数および濃縮特性を求めた。本年度は特に希ガスの濃縮方法の検討として、①Ar ガスと Kr, Xe の分離特性確認試験、②希ガス濃縮度確認試験および③明確な分離と高濃縮の得られる希ガス昇温脱着条件の確認試験の 3 項目に重点をおいて検討を行った。本試験に用いた活性炭は、市販のクラレコール GW24/42 およびダイアソープ ZH28-48 炭である。

試験結果によると、①の分離特性としては、昇温速度は 7°C/min 以下と小さくし、He 掃気流量は 1cm/s 以上の大さな値が良いことがわかった。また、②の希ガス濃縮には昇温速度が 5°C/min 以上、He 掃気流量は 4cm/s 以下の小さな値が良いことがわかった。③の昇温脱着条件の確認試験では、脱着ピークの生じる活性炭温度は、昇温速度が大きいほど高くなり、He 掃気流量が大きくなるほど低くなることがわかった。また、昇温脱着の過程で掃気ガスを停止する効果についても検討した。

以上の試験結果を総合すると、活性炭吸着塔を用いて希ガスを濃縮する際の手順としては、活性炭吸着塔を 2 塔用意し、濃縮に重点を置く塔と Ar など試料ガスの主成分の分離に重点を置く塔とに役割を分担させ、2 段階で実施することが効果的であるとの結論を得た。

---

本報告書は、(財) 若狭湾エネルギー研究センターが平成 15 年度核燃料サイクル開発機構との契約により実施した業務の成果である。

\* (財) 若狭湾エネルギー研究センター

March 2004

Research on Adsorption and Desorption Properties of  
Activated Charcoals (3)

Tadashi Maruyama\* and Jinro Nagatomo\*

Abstract

The sample gases of Ar or He which contains Xe and Kr at extremely low concentration, was passed through an adsorption bed made of activated charcoals which was kept at -170 °C. Then, the amount of Xe and Kr released from the adsorption bed was continuously measured. Thus obtaining the break through curves for activated charcoals, the equilibrium constants for dynamic adsorption and enrichment properties of Xe and Kr were obtained. The specimens used in the present investigation were two kinds of commercially available activated charcoals. We focused particularly on (a) the separation characteristics of Kr and Xe from Ar gas, (b) the enrichment properties of noble gases and (c) desorption condition of noble gases for clear separation and high enrichment values.

Regarding to the separation condition (a), a lower heating rate 7°C/min and larger sweep gas velocity than 1cm/s gave favorable results. As to the enrichment properties of noble gases, heating rate higher than 5° C/min and the sweep gas velocity less than 4 cm/s made good results. As to the heating condition for desorption, it was found that the temperature at which activated charcoal shows desorption peak increases with increasing heating rate, and decreases with increasing sweep gas velocity. Discussion was also given to the effect of sweep gas flow on enrichment properties noble gases..

From these investigations, it was recommended that when we make enrichment of noble gases by using adsorption bed of activated charcoals, it is desirable to provide two adsorption beds; one for enrichment and the other for separation of noble gases from Ar base gas.

---

This work was performed under the contract with Japan Nuclear Cycle Development Institute.

\*The Wakasa Wan Energy Research Cente

# 目 次

1. はじめに	1
2. 吸脱着特性試験装置の改造	3
2.1 改造作業の内容	3
3. 試料ガスを用いた濃縮試験計画の立案	4
3.1 吸脱着特性に関する基礎試験結果からの知見	4
3.2 濃縮手順の検討	5
3.3 試料ガスを用いた濃縮試験計	7
3.3-1 Ar ガス-希ガス分離特性確認試験	7
3.3-2 希ガス濃縮度確認試験	8
3.3-3 希ガス昇温脱着条件確認試験	9
4. 試験結果と評価	13
4.1 Ar ガス-希ガス分離特性確認試験結果と評価	13
4.2 希ガス濃縮度確認試験の結果と評価	19
4.3 希ガス昇温脱着条件確認試験の結果と評価	21
4.4 まとめ	23
5. 総括	48
5.1 試験装置	48
5.2 基礎試験	48
5.3 活性炭の比較試験	49
5.4 濃縮特性試験	49
5.5 質量分析計試料導入部材試験	50
添付資料 1	52
添付資料 2	55
添付資料 3	58
添付資料 4	69

## 表リスト

	頁
表 3-1 試験条件: 昇温脱着開始と同時に He ガス掃気—試験毎に昇温速度を変化 (活性炭昇温速度一定で 150°Cまで連続昇温、150°Cで保持)	11
表 3-2 試験条件 : 昇温脱着開始と同時に He ガス掃気—試験毎に昇温速度を変化(活性炭昇温速度一定で-80°Cまで連続昇温、-80°Cで保持、He 掃気継続、2 時間後再度昇温)	11
表 3-3 試験条件 : 昇温脱着開始と同時に He ガス掃気—試験毎に He 掃気流量を変化(活性炭昇温速度一定で 150°Cまで連続昇温、150°Cで保持)	11
表 3-4 試験条件 : 昇温脱着開始時に He ガス掃気なし—試験毎に He 掃気開始温度を変化(He 掃気開始温度まで、He 掃気せず)	11
表 3-5 試験条件 : 昇温脱着開始と同時に He ガス掃気(活性炭昇温度一定で到達保持温度まで連続昇温、温度保持後も He 掃気継続、1 時間 45 分後再度昇温)	12
表 3-6 試験条件 : 昇温脱着開始と同時に He ガス掃気—試験毎に He 掃気流量を変化(活性炭昇温速度一定で 150°Cまで連続昇温、150°Cで保持、-120°Cで、一時 He 掃気を中断、150°C到達後 He 掃気再開)	12
表 3-7 試験条件: 昇温脱着開始と同時に He ガス掃気—試験毎に昇温速度を変化(活性炭昇温速度一定で 150°Cまで連続昇温、150°Cで保持)	12
表 3-8 試験条件 : 昇温脱着開始と同時に He ガス掃気—試験毎に He 掃気流量を変化(活性炭昇温速度一定で 150°Cまで連続昇温、150°Cで保持)	12
表 4. 1-1 希ガスの昇温脱着結果とピークの濃度(昇温速度の違い:連続昇温、連続 He 掃気、掃気流量をほぼ固定、試料ガス主成分は Ar)	25
表 4. 1-2 希ガスの昇温脱着結果とピークの濃度(昇温速度の違い:連続昇温、連続 He 掃気、掃気流量をほぼ固定、試料ガス主成分は He)	25
表 4. 1-3 希ガスの昇温脱着結果とピークの濃度(掃気流量の違い:連続昇温、連続 He 掃気、昇温速度をほぼ固定、試料ガス主成分は Ar)	25
表 4. 1-4 希ガスの昇温脱着結果とピークの濃度 (-80°Cで昇温を一時停止した場合:連続 He 掃気、試料ガス主成分は Ar)	26
表 4. 1-5 希ガスの昇温脱着実験結果まとめ希ガスの昇温脱着結果とピー	26

クの濃度(昇温のみで所定温度に到達後掃気開始した場合：昇温速度、掃気流量ほぼ一定、試料ガス主成分は Ar)	
表 4.2-1 希ガスの昇温脱着結果とピークの濃度 (昇温を一時停止した場合：連続 He 掃気、試料ガス主成分は Ar)	27
表 4.2-2 希ガスの昇温脱着結果とピークの濃度 (-120°Cで He 掃気を停止し 150°C到達後 He 掃気を再開した場合：掃気流量を変化、連続昇温速度ほぼ一定、試料ガス主成分は Ar)	27
表 4.3-1 希ガスの昇温脱着結果とピークの濃度 (昇温速度の違い：連続昇温、連続 He 掃気、掃気流量をほぼ固定)	28
表 4.3-2 希ガスの昇温脱着結果とピークの濃度 (掃気流量の違い：連続昇温、連続 He 掃気、昇温速度をほぼ固定)	28

## 図リスト

	頁
図 4.1-1(a) 脱着ピーク曲線(連続昇温・掃気、昇温速度の影響 -2.41°C/min) 出口濃度時間変化(試料ガス主成分 Ar)	29
図 4.1-1(b) 脱着ピーク曲線(連続昇温・掃気、昇温速度の影響 -2.41°C/min) 活性炭温度に伴う出口流出濃度の変化(試料ガス主成分 Ar)	29
図 4.1-2(a) 昇温脱着時の活性炭温度、制御温度の経時変化(連続昇温・ 掃気、昇温速度の影響-2.41°C/min)(試料ガス主成分 Ar)	30
図 4.1-2(b) 昇温脱着時の活性炭温度、制御温度の経時変化(連続昇温・ 掃気、昇温速度の影響-13.1°C/min)(試料ガス主成分 Ar)	30
図 4.1-3 脱着ピーク曲線(連続昇温・掃気、昇温速度の影響-7.02°C/min) 活性炭温度に伴う出口流出濃度の変化 試料ガス主成分 Ar	31
図 4.1-4 脱着ピーク曲線(連続昇温・掃気、昇温速度の影響-13.06°C/min) 活性炭温度に伴う出口流出濃度の変化 試料ガス主成分 Ar	31
図 4.1-5 脱着ピーク曲線(連続昇温・掃気、昇温速度の影響-2.38°C/min) 出口濃度時間変化、試料ガス主成分 He	32
図 4.1-6 脱着ピーク曲線(連続昇温・掃気、昇温速度の影-2.38°C/min) 活 性炭温度に伴う出口流出濃度の変化、試料ガス主成分 He	32
図 4.1-7 脱着ピーク曲線(連続掃気、昇温を-80°Cで一時停止、時間経 過後再度昇温) 掃気流量 0.12NL/min、試料ガス主成分 Ar	33
図 4.1-8 脱着ピーク曲線(連続掃気、昇温を-80°Cで一時停止、時間経 過後再度昇温) 掫氣流量 0.975NL/min、試料ガス主成分 Ar	33
図 4.1-9(a) 脱着ピーク曲線(連続昇温・掃気、掃気流量の影響 0.23NL/min -12.4°C/min) 出口濃度時間変化(試料ガス主成分 Ar)	34
図 4.1-9(b) 脱着ピーク曲線(連続昇温・掃気、掃気流量 0.23NL/min の 影響-12.4°C/min) 活性炭温度に伴う出口流出濃度の変化(試 料ガス主成分 Ar)	34
図 4.1-10(a) 脱着ピーク曲線(連続昇温・掃気、掃気流量 0.56NL/min の影響-13.6°C/min) 活性炭温度に伴う出口流出濃度の変化 (試料ガス主成分 Ar)	35
図 4.1-10(b) 脱着ピーク曲線(連続昇温・掃気、掃気流量 1.00NL/min の影響-13.2°C/min) 活性炭温度に伴う出口流出濃度の変化 (試料ガス主成分 Ar)	35
図 4.1-11 脱着ピーク曲線-He 掫氣開始温度の影響(昇温開始と同時	36

に He 掃気した場合)	
図 4.1-12 脱着ピーク曲線—He 掃気開始温度の影響 (-47°C以上で He 掃 氣した場合)	36
図 4.1-13 脱着ピーク曲線—He 掃気開始温度の影響 (+36°C以上で He 掃 氣した場合)	37
図 4.1-14 脱着ピーク曲線—He 掃気開始温度の影響 (+127°C以上で He 掃氣した場合)	37
図 4.1-15 脱着ピーク曲線—He 掃気開始温度の影響 (+88°C以上で He 掃 氣した場合)	38
図 4.1-16 脱着ピーク曲線—He 掃気開始温度の影響 (+0°C以上で He 掃 氣した場合)	38
図 4.2-1 脱着ピーク曲線—昇温停止の影響 (昇温開始と同時に He 掃氣 し、-140 で昇温 2 時間停止、その後再度 He 掃氣)	39
図 4.2-2 脱着ピーク曲線—昇温停止の影響 (昇温開始と同時に He 掃 氣し、-100 で昇温 2 時間停止、その後再度 He 掃氣)	39
図 4.2-3 脱着ピーク曲線—He 掃気停止の影響 (昇温開始と同時に He 掃 氣し、-120～150°C 掃氣停止、その後再度 He 掃氣 0.125NL/min)	40
図 4.2-4 脱着ピーク曲線—He 掃気停止の影響 (昇温開始と同時に He 掃氣し、-120～150°C 掃氣停止、その後再度 He 掃氣 1.02NL/min)	40
図 4.3-1(a) 脱着ピーク曲線 連続昇温・掃氣、昇温速度の影響 -2.4°C/min) 出口濃度時間変化 試料ガス主成分 Ar 1 時間吸着	41
図 4.3-1(b) 脱着ピーク曲線 (連続昇温・掃氣、昇温速度の影響 -2.4°C/min) 1 時間吸着 活性炭温度に伴う出口流出濃度の変 化 試料ガス主成分 Ar	41
図 4.3-1(c) 昇温脱着時の活性炭温度、制御温度の経時変化 (連続昇温・ 掃氣、昇温速度の影響-2.4°C/min) (試料ガス主成分 Ar)	42
図 4.3-2 昇温脱着時の活性炭温度、制御温度の経時変化 (連続昇温・掃 氣、昇温速度の影響-13.7°C/min) (試料ガス主成分 Ar)	42
図 4.3-3 脱着ピークの昇温速度依存	43
図 4.3-4 脱着ピークの掃氣ガス流量依存	43
図 4.3-5 濃縮に関わる昇温速度の影響(He 掃氣流量約 130NmL/min) 昇温 開始(150°Cまで)と同時に He 掃氣	44
図 4.3-6 濃縮に関わる昇温速度の影響 (昇温脱着時 He 連続掃氣、-80°C 到達時昇温を 2 時間停止、後再度昇温(150°Cまで))	44
図 4.3-7 濃縮に関わる掃氣流量の影響(昇温速度約 9.5～13°C/min)	45

昇温開始(150°Cまで)と同時にHe掃気		
図 4.3-8 濃縮に関わる He 掃気開始温度の影響	連続昇温(150°Cまで)	45
図 4.3-9 濃縮に関わる昇温方法の影響—昇温の一時停止	昇温開始	46
(150°Cまで)と同時にHe掃気		
図 4.3-10 濃縮に関わる He 掃気停止の影響—120°Cで掃気停止	連続昇	46
温(150°C)、150°C到達後 He 掃気再開		
図 4.4-1 運転手順図		47

## 1. はじめに

活性炭など多孔質の物質に対する気体の吸着、脱着特性は、たとえば混合気体からの特定物質の選択的分離あるいは濃縮などさまざまな応用の際に必要となる物性情報である。特に、希ガスは原子炉施設での係わりが深く、核分裂生成物としてキセノン (Xe) やクリプトン (Kr) が発生し、また FBR では炉心のカバーガス等で使用されている。原子炉施設での活性炭による希ガスの処理は既に実施されているが、希ガスは化学反応性がなく、吸着の研究をする際余計なパラメータが入らず、純粹に物理吸着として扱いができる。活性炭による希ガスの吸脱着の基礎特性を研究することは、活性炭による多様なガス処理技術への応用研究の基本とも考えられ、非常に重要である。

従来から若狭湾エネルギー研究センターでは、低濃度ガスを分析できる高性能のガスクロマトグラフ質量分析計 (GC-MS) を使用して、活性炭の希ガスに対する吸着・脱着特性を把握するための試験を行ってきた。同装置では、液体窒素温度から 200°Cまでの温度範囲で可変の小型活性炭吸着床に極低濃度の Xe や Kr を含んだアルゴン (Ar) ガスまたはヘリウム (He) ガス（試料ガス）を通気させ、吸着床出口からの Xe, Kr 濃度を質量分析計により連続測定することにより、活性炭の吸着・脱着特性を広い温度範囲で取得してきた。

昨年までの試験では、-180°Cから 200°Cまでの温度範囲で活性炭の吸脱着特性試験を行うことのできる装置の製作と試験方法の確立、試料ガスを用いる濃縮基礎試験および各種活性炭の吸着性能と細孔組織の関連などを明らかにし、その結果から高吸着性能を有する活性炭を選定することができた。本年度はそれらの結果をもとに、アルゴン中の微量 Xe, Kr 成分を濃縮するための最適な運転条件を把握することを目的に、以下の内容を含む試験を行った。

### (1) 吸脱着特性試験装置の改造と活性炭による希ガス濃縮方法の検討

より幅広い昇温条件で特性試験を行うための試験装置の改造、ならびにこれまでの吸脱着特性に関わる基礎試験結果からの知見の整理と、濃縮手順の検討。

### (2) Ar ガス希ガス分離特性確認試験

試料ガス (Ar ガスをベースとした、希ガス混合ガス) を活性炭吸着床に通気させると、希ガス (Kr, Xe) とともに、Ar ガスも活性炭吸着床に吸着する。そのため、活性炭に吸着された Ar ガスと希ガスを上手に分離させないと、活性炭吸着床昇温脱着後の希ガス分析に、影

響を及ぼす可能性がある。

Ar ガスと Kr、Xe を良好に分離できる条件を確認するために、Ar ガスをベースとした希ガスを活性炭に吸着させた後、昇温脱着時に通気させる掃気ガス(He ガス)の流量および、脱着時の活性炭吸着床昇温速度を変化させることで、Ar ガスと希ガスの分離特性を確認し、最適な Ar ガスと希ガスの分離条件を把握する。

### (3) 希ガス濃縮度確認試験

低温状態に冷却した活性炭吸着床に Xe、Kr を含んだ試料ガスを通気させ活性炭に深冷吸着させたあと、吸着床を加熱し脱着してくる濃縮ガスの濃度を質量分析計で測定する。

活性炭吸着床に吸着した希ガス(Kr、Xe)を脱着させる時は、活性炭吸着床の昇温操作とともに、掃気ガス(He ガス)も通気させる。Kr と Xe の濃縮度を高くする条件を確認するために、Ar ガスをベースとした希ガスを活性炭に吸着させた後、一定温度(昇温到達温度)まで活性炭吸着床を昇温し Ar ガスを分離させた後、さらに一定温度まで昇温させる。この状態において掃気ガス(He ガス)を通気させ、昇温到達温度と掃気ガス流量を変化させた場合の希ガス濃縮度を確認し、高濃縮にするための条件を把握する。

### (4) 希ガス昇温脱着条件確認試験

Ar ガス希ガス分離特性確認試験結果、ならびに希ガス濃縮度確認試験結果に基づき、Ar ガスの分離特性が良好で、希ガスの濃縮度が高い運転条件を検討し試験する。

### (5) 評価・検討

活性炭動的特性基礎試験データを分析し、データの妥当性を評価する。具体的には、試験の生データに対して、試験装置の特性や質量分析計の特性を考慮して試験データの妥当性を分析し、必要に応じて修正を施し、破過曲線等として整理する。濃縮ピーク時間あるいは濃縮分離度合いを概略計算して、設計上のデータとしての評価を行う。また、過年度の取得データと併せ、総合的なまとめをおこなう。

## 2. 吸脱着特性試験装置の改造

### 2.1 改造作業の内容

本研究では -180°C から 200°C まで温度を変えて希ガスの吸脱着特性のデータ取得を行なってきた。その際、昨年度までは活性炭吸着床の昇温速度を 1~3°C/min まで変えて試験を行なったが、今年度は昇温速度を最大 15°C/min まで変えて、幅広い昇温速度条件で吸脱着特性と濃縮試験を行うこととなった。そのため吸脱着特性試験装置内クライオスタート（恒温槽）のヒーター容量を、従来はカートリッジヒーター 50W × 3 本の合計 150W で昇温速度の制御を行なったが、今回 200W のヒーターを 5 本追加し、1 kW 加熱容量を増強する改造作業を行なった。

また、従来活性炭等の温度データは、温度計をマニュアルで読み、手作業で記録していたが、昇温速度の高速化にともない、温度変化を希ガス濃度変化に合わせ迅速かつデータ収集間隔を小刻みにする必要が生じたため、データを自動的にコンピューターに取り込んで、記録・解析・評価できる自動汎用データ収集システムを導入した。

これに用いた装置はキーエンス社製のデータ収集システムであり、主な仕様を以下に示す。

#### 1) 信号入力

- (1) 入力点数 : 16 チャンネル
- (2) アナログ電圧入力 : ±10V • ±5V • ±2.5V • ±1V • ±0.5V • ±0.25V
- (3) 熱電対入力 : 熱電対 K • J • E • T (非接地型)
- (4) 入力インピーダンス : 1 MΩ 以上
- (5) 最大入力電圧 : ±30V

#### 2) 測定精度

- (1) アナログ入力 : ±0.1%
- (2) 熱電対入力 : ±0.1% of rdg ±1°C

#### 3) データ変換

- (1) 分解能 : 14bit
- (2) サンプリング速度 : 最大 100ms

### 3. 試料ガスを用いた濃縮試験計画の立案

#### 3.1 吸脱着特性に関する基礎試験結果からの知見

活性炭のような吸着剤でガスを濃縮する方法の一つにサーマルスイシング方式がある。この方法に基づき、Ar ガスまたは He ガスの中に Kr および Xe がそれぞれ微量混入している試料ガスを、-170°C 程度の低温に設定された活性炭充填層(活性炭塔)に通気させると、Kr、Xe が選択的に活性炭に吸着され、主成分ガスから分離、濃縮される。その後、活性炭塔を常温以上に昇温させ、吸着性の乏しい He ガスで掃気すると、Kr、Xe が濃くなつた混合ガスが得られる。この濃縮装置の設計に必要なデータを取得すべく、2001 年度から試験を続けてきた。

昨年度までの試験結果から、これまでに得られた知見を整理すると以下のようになる。

##### (1) 活性炭について

目的に適った活性炭を選定するための試験では、活性炭粒径の違い、メーカ(製作方法)による違い、細孔構造の違い等によって、これが吸脱着特性にどのように影響するか試験した。その結果、同一銘柄の活性炭であれば粒子径が小さいほど破過曲線の傾きが小さく、同一メーカの活性炭であれば、比表面積が大きいほど破過時間が長く、比表面積は約 1,600 m<sup>2</sup>/g、粒子サイズは 20~50 mesh 相当の活性炭が良好であることが判った。試験で使用した活性炭の中では、以下の 2 種類が良いデータを示した。

クラレコール GW-HH24/42 比表面積 1,700 m<sup>2</sup>/g 24~42 mesh  
ダイアソープ ZH28-48 比表面積 1,654 m<sup>2</sup>/g 28~48 mesh

##### (2) 吸脱着破過特性について

活性炭塔に試料ガスを通し、出口から流出するガスの Kr、Xe 濃度の時間変化曲線(破過曲線)を取得し、破過特性(破過時間、破過曲線傾向)から以下の特性を把握した。

① He ガス、Ar ガス中の Kr、Xe 濃度が 10 ppm 以下では、破過特性は変わらない。このことは、吸着等温線(活性炭に対する吸着量を平衡分圧に対しプロットした曲線)が直線に維持されていることを意味する。

② 同一試験条件(活性炭種類・量、温度、圧力、Kr、Xe 濃度、ガス流量)の下では、主成分ガスが Ar ガスの場合の破過時間は、He

ガスの場合に比べ短くなり、これは試験温度が低温になるほど、差が大きくなる。これは、He ガスの吸着性が極めて乏しいのに対し、Ar ガスには吸着性があり、活性炭に吸着サイトを覆い Kr、Xe の吸着を妨げるからである。

③-180°Cにおいて、Ar ガスに 1 ppm の Kr、Xe を含む試料ガスで、吸脱着破過特性を取得した結果、大気圧では良好な破過曲線が得られるが、試験圧力 112kPa[gage]では、Ar ガスが凝縮し、活性炭の吸着性能を著しく低下させる。

④-180°Cにおいて、Ar ガスに 1000ppm の Kr、Xe を含む場合は、大気圧であっても、Xe が飽和蒸気圧を上回り凝縮が起り、脱着破過曲線が波打つ現象が生じる。但し、Xe の量が僅かであるため、吸着時にはほとんど影響しない。

⑤-170°Cにおいては、112kPa[gage]の場合、あるいは Kr や Xe の濃度が 1000ppm であっても、通常の良好な破過特性が得られる。濃縮対象ガスの飽和蒸気圧と運転条件との兼ね合いが条件設定の際、重要である。

### (3) 濃縮特性について

低温条件で活性炭塔に試料ガスを流し吸着させた後、活性炭塔を昇温させつつ He ガスで掃気すると、Kr、Xe が濃縮されて流出してくれる。この昇温脱着試験では、脱着時の He 掃気流量が小さいほど濃縮率が上昇する。この結果、掃気ガスを流さないで昇温のみの工程を設けることによって、濃縮度が大きくなることが期待される。但し、掃気開始の温度が高いと、Ar と Kr の分離が悪くなる。

## 3.2 濃縮手順の検討

微量成分の Kr、Xe の濃縮には、低温活性炭に試料ガスを通気させた後、昇温脱着させる際、

- ①He ガスの掃気流量が少ないほど、Kr、Xe の濃度が高くなる。
- ②昇温速度が大きいほど、Kr、Xe の濃度が高くなる。
- ③He 掃気流量が大きいほど、Kr、Xe と主成分の Ar ガスとの分離は、良好になる。
- ④昇温速度が小さいほど、Kr、Xe と主成分の Ar ガスとの分離は、良好になる。
- ⑤脱着温度が低いほど、Kr、Xe は脱着し難く、Ar が脱着しやすい。

従って、濃縮を優先させるなら、低温活性炭に試料ガスを通気させた後、昇温脱着させる際、昇温のみでできるだけ高温まで到達させ、その後に He で掃気するべきである

例えば、次のようにする。

(ケース 1)

- ・-170°C、112kPa の活性炭塔に、Kr、Xe が各 1 ppm 混合された Ar ガス(試料ガス)を所定時間導入する。
- ・試料ガスを止め、活性炭塔を速やかに 100°Cまで昇温する。
- ・He ガスで活性炭塔を掃気して、塔内に留まる Kr、Xe を脱着させる。

しかし、この場合、大量に吸着されている Ar ガスが残留しており、Kr、Xe の分離は良くない。これに対し、Ar ガスの分離を優先させるなら、昇温させつつ最初から He 掃気を実施するケース 2 が考えられる。

(ケース 2)

- ・-170°C、112kPa の活性炭塔に、Kr、Xe が各 1 ppm 混合された Ar ガス(試料ガス)を所定時間導入する。
- ・活性炭塔をゆっくり 100°Cまで昇温させつつ、He ガスで活性炭塔を掃気する。

ケース 2 では、Kr、Xe と Ar との分離はよくなるものの、濃度はそれほど高くはなりにくい。低温領域では、Kr、Xe が脱着されにくいくから、ケース 1 と 2 の折衷案として、温度が低い領域で昇温させつつ He 掃気をして、まず Ar ガスのみを脱着させ、その後 He を止め、昇温のみで一気に高い温度に上げ、その後に再度 Kr、Xe を He で掃気させるケース 3 が考えられる。

(ケース 3)

- ・-170°C、112kPa の活性炭塔に、Kr、Xe が各 1 ppm 混合された Ar ガス(試料ガス)を所定時間導入する。
- ・活性炭塔を-120°Cまで昇温させつつ He で掃気する。
- ・-120°C 到達後、He 掃気を止め、速やかに 100°Cまで昇温する。
- ・He ガスで活性炭塔を掃気して、塔内に留まる Kr、Xe を脱着させる。

以上の結果を総合して、今年度の試験では上記 3 ケースについて優劣を判断すべくデータを取得することとした。

### 3.3 試料ガスを用いた濃縮試験

活性炭動的吸脱着方式による希ガス濃縮特性試験方法の検討と、試験条件ならびに操作手順を含めて以下の試験計画を立てた。

#### ①Ar ガス希ガス分離特性確認試験

掃気ガス流量、昇温脱着速度等の条件を変化させ、主成分の Ar ガスと微量成分の Kr、Xe の分離特性を、小型活性炭吸着床出口濃度変化の曲線の重なり具合、質量分析計感度への Ar ガスの影響等から把握する。

#### ②希ガス濃縮度確認試験

掃気ガス流量、昇温脱着速度等の条件を変化させ、小型活性炭吸着床を昇温掃気し脱着する出口ガス濃度変化の曲線ピークから、Kr、Xe の濃縮特性を把握する。

#### ③希ガス昇温脱着条件確認試験

分離特性、濃縮特性を最適に出来る設定条件、運転手順を検討するため試験する。

①～③のいずれの試験も、装置は添付資料 1 の図 1 と図 2 に示す昨年度と同じ装置を使用し、日本電子製質量分析計 (JMS-700) で分析するが、データ収集に関しては 2 章に記載した自動汎用データ収集システムを導入した。今年度の試験では、昨年度の結果を踏まえ、活性炭はクラレコール GW-HH24/42 (比表面積 1,700 m<sup>2</sup>/g 24～42 mesh) に統一して試験するものとした。試験に使用する試料ガスは、He ガスまたは Ar ガス中に 1 ppm の Kr、Xe を含む混合ガスを基本とする。

試験は、所定条件のもとで試料ガスを活性炭塔に流入吸着させた後、活性塔炭を昇温、He ガスで掃気し、出口から流出する Kr、Xe を分析する。手順は従来通りであり、詳細を添付資料 2 に示す。

#### 3.3.1 Ar ガス-希ガス分離特性確認試験

選定した活性炭に関し、主成分の Ar ガスと、濃縮対象となる微量成分の Kr、Xe の分離特性を試験する。試験条件を以下に示す。

##### (1) 活性炭塔の昇温速度の違いによる脱着特性の変化

昇温脱着開始と同時に He ガスで掃気する試験であるが、吸着時の温度から 150°Cまで、連続的に昇温させつつ He 掃気を続ける場合と、-80°Cまで昇温させた後、温度を保持したまま He 掃気を続ける場合について特性を把握し、運転手順の違いによる分離特性への影響を比較する。

### ①活性炭昇温速度一定で 150°Cまで連続昇温

試料ガスの活性炭への通気は  $10\text{ l}_N/\text{min}$  で 10 分間、脱着時の掃気流量は  $0.122\text{ l}_N/\text{min}$  とする。試料ガスの主成分は、Ar ガスのケースと He ガスのケースとを試験するが、前者の場合は  $-170^\circ\text{C}$ 、 $112\text{kPa}$ 、後者の場合は  $-180^\circ\text{C}$ 、大気圧で吸着させる。昇温脱着の際、昇温速度は  $2^\circ\text{C}/\text{min} \sim 10^\circ\text{C}/\text{min}$  の範囲で試験毎に一定に設定し、 $150^\circ\text{C}$ まで連続昇温させつつ、昇温開始から脱着終了まで He 掃気を断続なしに続ける。試験条件を表 3-1 に示す。

### ②活性炭昇温速度一定で $-80^\circ\text{C}$ まで連続昇温

試料ガスの活性炭への通気時間は流量  $10\text{ l}_N/\text{min}$  で 10 分間、脱着時の掃気流量は  $0.122\text{ l}_N/\text{min}$  または  $1\text{ l}_N/\text{min}$  とする。試料ガスの主成分は Ar ガスとする。昇温脱着の際、昇温速度は  $3^\circ\text{C}/\text{min} \sim 9^\circ\text{C}/\text{min}$  の範囲で試験毎に一定に設定し、 $-80^\circ\text{C}$ まで連続昇温させつつ、昇温開始から脱着終了まで He 掃気を断続なしに続ける。昇温は  $-80^\circ\text{C}$  到達後そのまま温度を一定に保持するが、2 時間経過後、 $150^\circ\text{C}$ まで再度昇温させる。試験条件を表 3-2 に示す。

### (2) 昇温脱着時 He 掃気流量の違いによる脱着特性の変化

試料ガスの活性炭への通気時間は流量  $10\text{ l}_N/\text{min}$  で 10 分間、試料ガスの主成分は Ar ガスとする。脱着時の掃気流量を  $0.122\text{ l}_N/\text{min} \sim 1\text{ l}_N/\text{min}$  の範囲で試験毎に一定に設定し、約  $10^\circ\text{C}/\text{min}$  の昇温速度で、吸着時温度から  $150^\circ\text{C}$ まで連続的に昇温させつつ、昇温開始から脱着終了まで He 掃気を断続なしに続ける。試験条件を表 3-3 に示す。

### (3) 昇温脱着開始時、He 掃気をしない場合の脱着特性

試験条件を表 3-4 に示す。試料ガスの活性炭への通気時間は流量  $3\text{ l}_N/\text{min}$  で 60 分間、試料ガスの主成分は Ar ガスとする。脱着開始時は He 掃気をせずに、吸着時温度から表 3-4 に示される He 掃気開始温度まで  $7.5^\circ\text{C}/\text{min}$  の昇温速度で連続的に活性炭塔を昇温させる。He 掃気開始温度は、 $-170^\circ\text{C} \sim 100^\circ\text{C}$  の範囲で試験毎に一定に設定する。脱着時の掃気流量は  $0.324\text{ l}_N/\text{min}$  とする。

### 3.3.2 希ガス濃縮度確認試験

選定した活性炭に関し、濃縮対象となる微量成分の Kr、Xe の濃縮特性を試験する。試験条件を以下に示す。ここでは、昇温脱着の際、He 掃気をせず昇温のみで脱着させる工程を設定し、その濃縮効果を把握

することを目的とする。手順として、以下の2つの方程式が考えられる。

- ①昇温脱着開始時、He 掃気をせず、活性炭塔温度上昇後、He ガスで掃気を開始する方式
- ②昇温脱着開始と同時に、He ガス掃気を開始するが、昇温途中で、昇温または He 掃気を一時的に中断させ、Ar ガスの脱着を促進し、さらに高い温度で再度 He ガスで掃気する方式

なお、①については、3.1.1(3)で試験した結果から、評価できるので、ここでは、②について試験する。

#### (1) 昇温脱着 He 掃気の途中で昇温を一時停止する場合の脱着特性

低温条件では Kr、Xe の脱着はわずかで、Ar が脱着しやすい。この確認のため、昇温開始と同時に He ガスで掃気を続け、途中で温度上昇を止め、He 掃気のみで Ar ガスを約1時間45分脱着させる。その後再度昇温させ 150°Cまで到達させ、脱着特性を把握する。試験条件を表 3-5 に示す。昇温を止める温度は到達保持温度として、-140°C～-100°Cの範囲で試験毎に温度を定める。試料ガスの活性炭への通気時間は、流量約 10 l<sub>N</sub>/min で 10 分間、試料ガスの主成分は Ar ガスとする。脱着時昇温速度は 10°C/min とし、脱着時の掃気流量は 1 l<sub>N</sub>/min、吸着させる。

#### (2) 昇温脱着時、He ガス掃気を一時停止する場合の脱着特性

試料ガスの活性炭への通気時間は流量 10 l<sub>N</sub>/min で 10 分間、試料ガスの主成分は Ar ガスとする。掃気脱着流量は 0.122 l<sub>N</sub>/min～1 l<sub>N</sub>/min の範囲で試験毎に一定の流量に定める。昇温速度は約 10°C/min とする。昇温脱着と同時に He 掃気を開始するが、-120°C 到達後、He 掃気を止め昇温のみで 150°Cまで到達させる。その後、再度 He で掃気し特性を把握する。試験条件を表 3-6 に示す。

### 3.3.3 希ガス昇温脱着条件確認試験

分離特性、濃縮特性を最適に出来る設定条件、運転手順を検討するため、再確認を含め、試験条件を定める。

#### (1) 活性炭塔の昇温速度の違いによる脱着特性の変化

試料ガスの活性炭への通気は 3 l<sub>N</sub>/min で 60 分間、脱着時の掃気流量は 0.122 l<sub>N</sub>/min とする。試料ガスの主成分は、Ar ガスのケースと He ガスのケースとを試験するが、いずれも -170°C、112kPa で吸

着させる。昇温脱着の際、昇温速度は $2^{\circ}\text{C}/\text{min} \sim 10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ の範囲で試験毎に一定に設定し、 $150^{\circ}\text{C}$ まで連続昇温させつつ、昇温開始から脱着終了まで He 掃気を断続なしに続ける。

試験条件を表 3-7 に示す。3.3.1(1)①の試験条件との違いは、試料ガスの吸着流量と時間、試料ガスの主成分が He の場合も、 $112\text{kPa}$ と弱正圧に設定したことである。

## (2) 昇温脱着時 He 掃気流量の違いによる脱着特性の変化

試料ガスの活性炭への通気時間は流量 $3\text{l}_N/\text{min}$ で 60 分間、試料ガスの主成分は、Ar ガスのケースと He ガスのケースとを試験するが、いずれも $-170^{\circ}\text{C}$ 、 $112\text{kPa}$ で吸着させる。脱着時の掃気流量は、 $0.122\text{l}_N/\text{min} \sim 1\text{l}_N/\text{min}$ の範囲で試験毎に一定に設定し、昇温速度約 $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ で、吸着時温度から $150^{\circ}\text{C}$ まで連続的に昇温させつつ、昇温開始から脱着終了まで He 掃気を断続なしに続ける。

試験条件を表 3-8 に示す。3.3.1(2)の試験条件との違いは、試料ガスの吸着流量と時間、試料ガスの主成分が He の場合も、 $112\text{kPa}$ と弱正圧に設定したことである。

表3-1 試験条件：昇温脱着開始と同時にHeガス掃気—試験毎に昇温速度を変化  
(活性炭昇温速度一定で150°Cまで連続昇温、150°Cで保持)

No.	吸着温度	吸着流量	昇温速度	Kr, Xe濃度	キャリアガス	吸着時圧力	脱着時圧力
	°C	l <sub>N</sub> /min	°C/min	ppm		kPa(gage)	kPa(gage)
1	-170	10	2	1	Ar-He	112.000	0.000
2	-170	10	6	1	Ar-He	112.000	0.000
3	-170	10	8	1	Ar-He	112.000	0.000
4	-170	10	10	1	Ar-He	112.000	0.000
5	-180	10	2	1	He-He	0.000	0.000
6	-180	10	6	1	He-He	0.000	0.000
7	-180	10	8	1	He-He	0.000	0.000
8	-180	10	10	1	He-He	0.000	0.000

吸着時間：10min

脱着時流量：0.122l<sub>N</sub>/min

表3-2 試験条件：昇温脱着開始と同時にHeガス掃気—試験毎に昇温速度を変化  
(活性炭昇温速度一定で-80°Cまで連続昇温、-80°Cで保持、He掃気継続、  
2時間後再度昇温)

No.	吸着温度	脱着流量	昇温速度	Kr, Xe濃度	キャリアガス	吸着時圧力	脱着時圧力
	°C	l <sub>N</sub> /min	°C/min	ppm		kPa(gage)	kPa(gage)
1	-170	0.122	3	1	Ar-He	112.000	0.000
2	-170	0.122	7	1	Ar-He	112.000	0.000
3	-170	0.122	9	1	Ar-He	112.000	0.000
4	-170	1	3	1	Ar-He	112.000	0.000
5	-170	1	8	1	Ar-He	112.000	0.000

吸着時間：10min

吸着時流量：10l<sub>N</sub>/min

表3-3 試験条件：昇温脱着開始と同時にHeガス掃気—試験毎にHe掃気流量を変化  
(活性炭昇温速度一定で150°Cまで連続昇温、150°Cで保持)

No.	吸着温度	脱着流量	昇温速度	Kr, Xe濃度	キャリアガス	吸着時圧力	脱着時圧力
	°C	l <sub>N</sub> /min	°C/min	ppm		kPa(gage)	kPa(gage)
1	-170	0.122	10	1	Ar-He	112.000	0.000
2	-170	0.244	10	1	Ar-He	112.000	0.000
3	-170	0.5	10	1	Ar-He	112.000	0.000
4	-170	0.75	10	1	Ar-He	112.000	0.000
5	-170	1	10	1	Ar-He	112.000	0.000

吸着時間：10min

吸着時流量：10l<sub>N</sub>/min

表3-4 試験条件：昇温脱着開始時にHeガス掃気なし—試験毎にHe掃気開始温度を変化  
(He掃気開始温度まで、He掃気せず)

No.	吸着温度	脱着流量	He掃気開始	Kr, Xe濃度	キャリアガス	吸着時圧力	脱着時圧力
	°C	l <sub>N</sub> /min	°C	ppm		kPa(gage)	kPa(gage)
1	-170	0.324	-170	1	Ar-He	112.000	0.000
2	-170	0.324	-80	1	Ar-He	112.000	0.000
3	-170	0.324	0	1	Ar-He	112.000	0.000
4	-170	0.324	100	1	Ar-He	112.000	0.000

活性炭昇温速度： 7 °C/min

吸着時間：60min

吸着流量：3 l<sub>N</sub>/min (-170°Cで1cm/s相当)

表3-5 試験条件：昇温脱着開始と同時にHeガス掃気  
 (活性炭昇温速度一定で到達保持温度まで連続昇温、温度保持後もHe掃気継続、  
 1時間45分後再度昇温)

No.	吸着温度	到達保持	昇温速度	Kr, Xe濃度	キャリアガス	吸着時圧力	脱着時圧力
	°C	°C	°C/min	ppm		kPa(gage)	kPa(gage)
1	-170	-140	10	1	Ar-He	112.000	0.000
2	-170	-120	10	1	Ar-He	112.000	0.000
3	-170	-100	10	1	Ar-He	112.000	0.000

吸着時間：10min、吸着時流量：10l<sub>N</sub>/min、脱着時流量：1l<sub>N</sub>/min

表3-6 試験条件：昇温脱着開始と同時にHeガス掃気—試験毎にHe掃気流量を変化  
 (活性炭昇温速度一定で150°Cまで連続昇温、150°Cで保持、  
 -120°Cで、一時He掃気を中断、150°C到達後He掃気再開)

No.	吸着温度	脱着流量	昇温速度	Kr, Xe濃度	キャリアガス	吸着時圧力	脱着時圧力
	°C	l <sub>N</sub> /min	°C/min	ppm		kPa(gage)	kPa(gage)
1	-170	0.122	10	1	Ar-He	112.000	0.000
2	-170	0.244	10	1	Ar-He	112.000	0.000
3	-170	0.5	10	1	Ar-He	112.000	0.000
4	-170	0.75	10	1	Ar-He	112.000	0.000
5	-170	1	10	1	Ar-He	112.000	0.000

吸着時間：10min、吸着時流量：10l<sub>N</sub>/min、He掃気中断温度：-120°C

表3-7 試験条件：昇温脱着開始と同時にHeガス掃気—試験毎に昇温速度を変化  
 (活性炭昇温速度一定で150°Cまで連続昇温、150°Cで保持\*)

No.	吸着温度	吸着流量	昇温速度	Kr, Xe濃度	キャリアガス	吸着時圧力	脱着時圧力
	°C	l <sub>N</sub> /min	°C/min	ppm		kPa(gage)	kPa(gage)
1	-170	3	2	1	Ar-He	112.000	0.000
2	-170	3	6	1	Ar-He	112.000	0.000
3	-170	3	8	1	Ar-He	112.000	0.000
4	-170	3	10	1	Ar-He	112.000	0.000
5	-170	3	2	1	He-He	112.000	0.000
6	-170	3	6	1	He-He	112.000	0.000
7	-170	3	8	1	He-He	112.000	0.000
8	-170	3	10	1	He-He	112.000	0.000

吸着時間：60min、脱着時流量：0.122l<sub>N</sub>/min

\* 表3-1との違いは、吸着時流量を小さくし、吸着時間を長く探っている点にある

表3-8 試験条件：昇温脱着開始と同時にHeガス掃気—試験毎にHe掃気流量を変化  
 (活性炭昇温速度一定で150°Cまで連続昇温、150°Cで保持\*)

No.	吸着温度	脱着流量	昇温速度	Kr, Xe濃度	キャリアガス	吸着時圧力	脱着時圧力
	°C	l <sub>N</sub> /min	°C/min	ppm		kPa(gage)	kPa(gage)
1	-170	0.122	10	1	Ar-He	112.000	0.000
2	-170	0.5	10	1	Ar-He	112.000	0.000
3	-170	0.75	10	1	Ar-He	112.000	0.000
4	-170	1	10	1	Ar-He	112.000	0.000
5	-170	0.122	10	1	He-He	112.000	0.000
6	-170	0.5	10	1	He-He	112.000	0.000
7	-170	0.75	10	1	He-He	112.000	0.000
8	-170	1	10	1	He-He	112.000	0.000

吸着時間：60min、吸着時流量：3l<sub>N</sub>/min

\* 表3-3との違いは、吸着時流量を小さくし、吸着時間を長く探っている点にある

## 4. 試験結果と評価

活性炭動的吸脱着特性試験データを分析し、データの妥当性を評価した。具体的には、試験の生データに対して、試験装置の特性や質量分析計の特性を考慮して試験データの妥当性を検討し、破過曲線等として整理した。そして濃縮ピーク時間あるいは濃縮分離度を概略計算して、データとしての評価を行った。以下にその結果を示す。

### 4.1 Ar ガス-希ガス分離特性確認試験結果と評価

#### (1) 活性炭塔の昇温速度の違いによる脱着特性の変化

##### ① 活性炭昇温速度一定で 150°Cまで連続昇温

###### 試験結果

Ar ガスを主成分とした試料ガスを約  $10 \text{ l}_N/\text{min}$  で活性炭塔に 10 分間通気させた後、昇温させつつ He ガスを  $0.12\sim0.14 \text{ l}_N/\text{min}$  で掃気脱着させた結果を図 4.1-1～図 4.1-4 に示す。各図は昇温速度を変化させている。このうち、図 4.1-1(a) と 図 4.1-1(b) は、昇温速度  $2.41^\circ\text{C}/\text{min}$  の同じ試験の結果であるが、前者は活性炭塔出口から流出する成分の時間変化特性、後者は時間とともに変化する活性炭塔の温度に対する特性である。図 4.1-2(a) に示すように、温度が時間に対してほぼ比例して上昇しているので、両者は似たような曲線を描いている。

図 4.1-1(a) の Kr(Ar) 80 で示す曲線は質量数 80 の曲線であり、Ar40 の 2 量体と Kr80 を含んでいる。最初に鋭いピークを示しているのは、試験手順において「吸着」から「脱着」へ移る試験ガス切り替え調整の際、系統配管のデッドスペースに溜まっていた Ar ガスが流出してくるため生じたピークである。その後のなだらかなピークが、活性炭塔に大量に吸着して溜まっていた Ar が流出してきたものであり、Kr が出し始めると Ar の流出はほぼ終了していることがわかる。それより後に見られる Kr84 のピークと重なる小さなピークは、Kr80 の流出によるピークである。Kr80 と Ar40 の 2 量体は厳密には質量がわずかに異なるが、分析計に設定した分析条件では誤差の範囲で区別が付かない。しかし、Kr と Ar は吸着特性の違いから、活性炭層内の移動速度が異なるので、このように質量数 80 の曲線で見ると Ar と Kr の流出ピークが区別ができる。

なお、昇温速度が  $13.1^\circ\text{C}/\text{min}$  の場合の、温度の時間による変化を図 4.1-2(b) に示す。傾向は昇温速度が小さい  $2.41^\circ\text{C}/\text{min}$  (図

4.1-2(a))の場合と同様、時間に対してほぼ比例して上昇している。

図4.1-3、図4.1-4は、昇温速度を各々 $7.0^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 、 $13.1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ に上げた時の、温度上昇に対する曲線である。前者で、Xe132のピークの形が不自然なのは、温度上昇を $170^{\circ}\text{C}$ で止め、その後は $170^{\circ}\text{C}$ に保持したためである。

図4.1-5、図4.1-6に、試料ガスの主成分ガスをHeに変えた場合の結果のうち、昇温速度 $2.38^{\circ}\text{C}/\text{min}$ の場合を示す。この場合はArが介在していない。昇温速度を変化させたが、通気試料ガスの主成分がArの場合に比較して、同一昇温速度における、Kr、Xeの脱着曲線の頂点の温度に、顕著な違いはなかった。

### 評価

全体として、脱着曲線の曲線形の傾向は変わらないが、昇温速度の小さい時に比べて昇温速度の大きい方が、ピークの頂点の温度が高くなっている。これは、昇温速度が大きくなり活性炭粒子内の脱着量が増えても、粒子外へ拡散する速度が律速であるためで、温度上昇を速めても、比例して脱着が促進されるわけではないものと考える。

各ピークの濃度を分析した結果を表4.1-1に示す。表中の計算総量は吸着させたKr、Xeの総量であり、これは流量と通気時間、濃度が記録されているので、ほぼ正確である。これに対して、脱着総量は、検量線を使ってピーク面積から算出した数値である。両者は本来一致するはずであるが誤差を生じている。特にKrの場合の差が大きい。この理由は、Arガスの影響と考える。Arガスが存在すると、その量によっては質量分析計内での他の成分のイオン化を妨げる傾向があることが、従来から指摘されている。Arガスが、KrやXeの成分が流しはじめる前に、影響のない程度まで流出しきれば良いが、そうでない場合は影響を受ける。従って、Xeに比べ早く流出するKrのピークの方が、Arガスの影響は大きいはずである。表の右端に脱着総量と計算総量との比(実測/計算比)を記したが、両者の昇温速度が小さい時に比べ大きい場合の方が比が小さくなってしまい、Krの場合はより顕著であることから、Arの影響が裏付けられる。この結果、昇温速度が小さいほど、Kr、XeのArガスからの分離が良好になると見える。

試料ガスの主成分ガスをHeに変えた場合の、脱着曲線の各ピーク濃度を分析した結果を表4.1-2に記したが、昇温速度が違っても、

実測/計算比に顕著な違いは見出せず、前述の Ar ガスによる分析計感度への影響が裏付けられる結果となった。昇温速度が大きいほど、この比が小さくなる傾向には見えるが、Ar ガスが主成分の場合、Kr の実測/計算比が昇温速度に対して変化が著しいが、Xe の場合には変化は小さい。それに比べ、He ガスが主成分の場合には、Kr、Xe との同様で、変化は小さいので、Ar ガスが主成分の場合の Kr への影響に比べ有意差はないと考える。

なお、吸着総量が分かっており、これと脱着ピークの半値幅と掃気流量から計算で理論濃度を求められる。理論濃度による濃縮結果を図 4.3-5 に示した。これによれば、Xe は、特に昇温速度が 8 °C/min 以下では、試料ガスの主成分が Ar の場合と He の場合でほとんど結果が変わらず、Ar の吸着特性への影響は無視できると考える。しかし、昇温速度がさらに大きくなれば、差が出ている。また、Kr は吸着特性に対し Ar の影響を大きく受けていることが分かる。なお、図の矢印をつけたデータは、実測/計算比から、残留 Ar の存在が分析結果に影響していると思われるデータである。

この結果、Ar 分離の観点からは、昇温速度 8 °C/min 以下が望ましく、濃縮の点では、昇温速度が大きいほど良いが、5 °C/min 以上では有意差はないものと見なせる。

## ②活性炭昇温速度一定で-80°Cまで連続昇温

### 試験結果

Ar ガスを主成分とした試料ガスを活性炭塔に流量約 8 l<sub>N</sub>/min で 10 分間通気し、昇温させつつ He で掃気して脱着した時の結果を図 4.1-7、図 4.1-8 に示す。前者は He ガスの掃気流量が 0.122 l<sub>N</sub>/min、後者は 1 l<sub>N</sub>/min であり、それ以外の条件はほぼ同じである。前者は、昇温後-80°Cまで、Ar ガスのみが脱着していて、Kr、Xe はほとんど流出しているように見えないが、Kr がごくわずか流出しているように見える。掃気を 180 分継続してから、再度昇温を開始すると、Kr の大きな脱着ピークが現れる。

これに対して後者は、Ar の脱着の後半から Kr が少しづつ脱着しているのが判る。Kr は、温度が-80°Cに保持されている間に大半が流出していると考えられ、180 分後に再度昇温しても大きなピークは現れない。なお、掃気流量がいずれの場合も、Xe のピークは-80°C では現れず、再度昇温させないと流出しなかった。

## 評価

図 4.1-7、図 4.1-8 の比較から、He 掃気流量を小さく探れば、Ar ガスと Kr は良く分離するものと考える。なお、濃度を分析した結果を、表 4.1-4 に示す。ここでの濃度は、表 4.1-1～表 4.1-3 とは異なり、計算総量を使い、ピークの半値幅と掃気 He 流量を使って算出した数値を使用している。同じデータを図 4.3-6 に示した。掃気流量が大きいと濃度が著しく低下している。これに対し、掃気流量が小さい場合は濃度が高いが、ほぼ同一条件で昇温を途中で止めなかった表 4.1-1(図 4.3-5)の試験結果と比較すると、低いことが分かる。

### (2) 昇温脱着時 He 掃気流量の違いによる脱着特性の変化

#### 試験結果

Ar ガスを主成分とした試料ガスを約  $10\text{ l}_N/\text{min}$  で活性炭塔に 10 分間通気させた後、約  $10^\circ\text{C}/\text{min}$  で昇温させつつ掃気 He ガス流量を  $0.122\text{ l}_N/\text{min} \sim 1\text{ l}_N/\text{min}$  の範囲で変化させ、流量の違いの影響を見た。結果を図 4.1-9(a)、図 4.1-9(b)に示す。いずれも、He 掃気流量  $0.23\text{ l}_N/\text{min}$  の同じ試験の結果であるが、前者は活性炭塔出口から流出する成分の時間変化特性、後者は時間とともに変化する活性炭塔の温度に対する特性である。この曲線の形の傾向は、He 掃気流量を変えてても同様であった。各成分の脱着曲線の頂点の温度は、掃気流量が小さいほど高く、流量が大きいほどより低い温度でピークが現れた。しかし、図 4.1-10(a)、図 4.1-10(b)に示すように、掃気流量が  $0.56\text{ l}_N/\text{min}$  以上では、有意差がでなかつた。

## 評価

濃縮度を表 4.1-3 に示す。実測/計算比で見ると、最も流量の小さい  $0.13\text{ l}_N/\text{min}$  の場合に Kr のピークが Ar の影響を受けているようであるが、昇温速度の違いの場合ほどには差が顕著ではなかつた。計算で求めた理論濃度でプロットした結果を図 4.3-7 に示す。この結果からは、掃気流量の違いによる結果の差が大きい。濃縮の観点からは、 $400\text{ Nml}/\text{min}$  以下が望ましいと考える。なお、図の矢印をつけたデータは、実測/計算比から、残留 Ar の存在が分析結果に影響していると思われるデータである。濃縮の観点からは、He 掃気流量が小さいほど良いが、分離の観点からは、 $120\text{ Nml}/\text{min}$  近辺まで下がると、Ar の影響を免れない。しかし、この一連の試験では昇温速度が  $9.5 \sim 13^\circ\text{C}/\text{min}$  と高いので、(1)①の結果に基づけば、昇温速度を

下げれば、120Nml/min でも Ar の影響がなくなる可能性もある。

### (3) 升温脱着開始時、He 掃気をしない場合の脱着特性

#### 試験結果

活性炭塔に Ar 主成分の試料ガスを、流量  $2.8\text{ l}_\text{N}/\text{min}$  で 60 分通気し、通気後、He 掃気をせずに、吸着時温度から  $-80^\circ\text{C} \sim 100^\circ\text{C}$  まで、約  $9^\circ\text{C}/\text{min}$  で活性炭塔を升温させ、その特性の違いを把握した。脱着時の He 掃気流量は  $0.324\text{ l}_\text{N}/\text{min}$  とした。ここでは、Ar の影響を見るために、Ar40、Ar36 も検出した。結果を図 4.1-11～図 4.1-14 に示す。

図 4.1-11 は、試料ガス通気終了後、升温開始と同時に He ガスで掃気を開始した場合の特性であるが、Ar ガスの脱着曲線が複雑な形になっている。最初のピークは試験開始前の試料ガス調整時にデッドスペースに溜まったガスである。このピークが下がり始めると、今度は活性炭に吸着されていた Ar ガスが流出し始め、再びピークが高くなる。ところが、ピークが途中でやや下がり平坦になる。これは、Ar ガスが質量分析計検出部でのイオン化を妨げているためで、平坦な部分では Ar の量によらずイオン化の割合が変わらなくなる。Ar の量が低下するに従い、Ar のイオン化が再度促進されるようになり、ピークが再び上昇する。その後は、Ar の量そのものが著しく低下していく。Kr(Ar)80 と記したの Ar40 の 2 量体は Ar40 に比べはるかに量が少ないので、ピークの形がそれほど複雑ではないが、双方を比較すると挙動が理解しやすい。

図 4.1-12 は、升温脱着時、 $-47^\circ\text{C}$  近辺まで、He 掃気をせずにいた場合の特性である。図 4.1-11 の場合と比較的似ている。Ar の影響は同程度と考える。図 4.1-13、図 4.1-14 に、 $35^\circ\text{C}$ 、 $120^\circ\text{C}$  近辺まで升温してから He 掃気を開始した場合の結果を示す。Kr ピークが出る時点まで Ar ガスがかなり残留しており、Kr のピークの形が大きく異なる。

#### 評価

図 4.1-11～図 4.1-14 の結果から、高い温度まで升温後 He 掃気をした場合は、Kr のイオン化を Ar ガスが妨げているものと考えられるので、Ar ガスの分離の観点からは好ましくないことが理解できる。

濃縮度を、表 4.1-5 に示す。これによると、一見、升温開始と同時に He 掃気をする方が、濃縮度が大きいように見える。しかし、実

測/計算比を見ると、昇温後 He 掃気をした場合の比がいずれも 1 以下であり、Ar の影響により実測値が低い値になっている事が分かる。吸着総量が分かっているので、ピークの半値幅からピーク濃度を算出した結果を、図 4.3-8 に示すが、これによれば、Xe については高温まで昇温させてから He 掃気する方が濃くなるものと思われる。しかし、Kr については -100~0°C で最大になる温度があると考えられ、その差は、掃気流量の違いほど顕著ではない。ただし、ピークの形が通常の形と異なるので、必ずしも濃度の値が正しく反映されているとは限らない。この中で、-47°C まで昇温後 He 掃気した試験結果は、ピークが安定しており、このケースは、濃度を、実測/計算比で割った数値で比較すると、有意差がないので、Ar の影響は比較的少ないものと考える。なお、図の矢印をつけたデータは、実測/計算比から、残留 Ar の存在が分析結果に大きく影響していると思われるデータである。

なお、これまでに同様の運転手順で試験をした場合のデータを図 4.1-15、図 4.1-16 に示す。これらの図では、Kr、Xe いずれのピーク曲線とも形状が自然であり、少なくとも、Xe については Ar の影響を余りうけていないものと考える。この時の試験では、試料ガスの通気を Kr が飽和するまで流しつづけ、昇温速度が 1.6°C/min と小さかった。今回の試験でも Kr はほぼ飽和しているものと考えられ、また掃気流量や掃気開始温度もほぼ同じである。しかし、今回の試験では昇温速度が約 9°C/min と大きく、この差が大きい。即ち、昇温速度が小さければ、低温での時間がより長くなるので、Ar が主として脱着される時間を長くとれる。温度が上昇してきた時には Ar は掃気が進んでいて、その分 Kr、Xe のイオン化への影響を低減する事が出来る。このことから、昇温速度と He 掃気流量とを適切に選べば、Ar の影響を緩和することも出来ると考える。従来の試験結果では、濃縮倍率は、Kr で 200~300 倍、Xe では 300~800 倍近くの値が得られていたが、試験条件次第では、濃度をさらに高く出来る可能性もある。

#### (4) Ar ガス-希ガス分離特性の評価結果

Kr、Xe の Ar ガスからの分離の観点からは、昇温速度を小さくし、He 掃気流量は大きい方が良い結果が出た。また、昇温速度が大きいほど、脱着曲線の頂点の現れる活性炭塔温度は、高くなる傾向が見られた。

He 掃気せずに、昇温脱着させる場合も、0 °Cまでに He 掃気を開始するべきである。また、昇温速度が小さい方が望ましく、He は停止せず常時掃気する方が好ましいと考える。

#### 4.2 希ガス濃縮度確認試験の結果と評価

選定した活性炭に関し、濃縮対象となる微量成分の Kr、Xe の濃縮特性を把握した。以下、結果と評価を記す。

##### (1) 昇温脱着 He 掃気の途中で昇温を一時停止する場合の脱着特性

###### 試験結果

Ar 主成分の試料ガスを活性炭塔に約 10 l<sub>N</sub>/min、10 分間通気後、昇温を開始し同時に 1 l<sub>N</sub>/min で He 掃気するが、-100°C～-140°C の所定の温度で昇温を止め、温度一定で約 1 時間 45 分間 He 掃気を続ける。その後、昇温を再開し、特性を把握した。

図 4.2-1、図 4.2-2 に結果を示す。前者は、昇温掃気の際-140°C まで、後者は-100°C までそれぞれ昇温した時点で温度を 1 時間 45 分間保持し、その後再度昇温した結果である。その間、He 掃気は継続していた。前者では、Kr のピークの直前に小さなピークが見えるが、後者では、そのピークは目立たない。

###### 評価

図 4.2-1 で、再昇温後、Kr のピーク直前にある小さなピークは、最初の昇温後の保持温度が-140°C と低かったため、Ar の脱着が十分ではなく、再昇温後、残留していた Ar が脱着したものと考える。図 4.2-2 では保持温度が-100°C で比較的高く、Ar の残存量が少なくなっていたため、同様のピークが出なかつたものと考える。表 4.2-1 に、ピークの濃度を整理した。計算総量とピーク幅、脱着流量から求めた計算濃度にもとづき、濃縮濃度を昇温停止温度に対して比較し、図 4.3-9 に示す。これによると、濃縮度は昇温停止温度-140°C でやや低いものの、-120～-100°C では有意差はないものと考える。

##### (2) 昇温脱着時、He ガス掃気を一時停止する場合の脱着特性

###### 試験結果

Ar 主成分の試料ガスを 10 l<sub>N</sub>/min、10 分間活性炭塔に通気後、昇温開始と同時に 0.122 l<sub>N</sub>/min～1 l<sub>N</sub>/min で He ガスで掃気するが、-120°C で He を止め昇温のみで 150°C まで到達させる。その後、再度

He で掃気し特性を把握する。試験毎に He ガスの掃気流量を変化させ、その特性の違いを把握した。

図 4.2-3～図 4.2-4 に結果を示す。条件の違いは、掃気流量が、前者が  $0.125 \text{ l}_N/\text{min}$ 、後者が  $1 \text{ l}_N/\text{min}$  であるのみで、その他の条件はほぼ同じである。前者は、Ar40 の 2 量体(または Kr80)のピークがテーリングを起こし、掃気停止後の再掃気の時に再度ピークを示す特徴がある。後者ではテーリングは目立たない。

### 評価

図 4.2-3 で、Ar40 の 2 量体(または Kr80)のピークは Kr84 のピーク位置と重ならないので Kr80 とは明らかに異なる。しかし、図 4.2-4 では Kr84 のピーク位置と重なり、Kr80 のピークと見なせる。後者は He 流量が大きいので、He 掃気流量が大きいほど Ar の脱着を促進できるものと考える。

表 4.2-2 に、昇温掃気後の Kr、Xe のピーク濃度を整理した。全体に、計算総量と脱着総量の間に差があるが、特に掃気流量の小さい  $0.2 \text{ l}_N/\text{min}$  以下で差が極端に大きい。このことからも、He 流量が小さくなると Ar の影響が大きくなることが判る。しかし、Xe で比べれば、掃気流量の小さい場合の方が昇温後のピーク濃度が大きいことが分かる。計算で推算した濃度を He 掃気流量に対して比較し、図 4.3-10 に示すが、He 流量が小さい方が濃縮には良好であることが判る。なお、矢印をつけたデータは、実測/計算比から、残留 Ar の存在が分析結果に影響していると思われるデータである。

### (3) 希ガス濃縮度の評価結果

昇温脱着開始と同時に He ガス掃気を開始し、途中で昇温を停止する場合は、濃縮度は昇温停止温度  $-140^\circ\text{C}$  でやや低いものの、 $-120$ ～ $-100^\circ\text{C}$  では有意差はないものと考える。

昇温脱着開始と同時に He ガス掃気を開始し、途中で He ガス掃気を停止する場合は、昇温速度  $9.5^\circ\text{C}/\text{min}$  で掃気流量が  $120 \text{ Nm}^3/\text{min}$  (線速度  $1 \text{ cm}/\text{min}$ ) まで小さくなると、分析上 Ar ガスの影響を避けられない。He 掃気流量が大きいほど、Ar の脱着を促進でき、Ar の影響を緩和できるものと考える。また、He 流量が小さい方が濃縮には良好である。

#### 4.3 希ガス昇温脱着条件確認試験の結果と評価

分離度、濃縮度を最適に出来る設定条件、運転手順を検討するため、再確認を含め、試験条件を定めた。

##### (1) 活性炭塔の昇温速度の違いによる脱着特性の変化

###### 試験結果

Ar ガスまたは He ガスを主成分とした試料ガスを、約  $3 \text{ l}_N/\text{min}$  で 60 分間、活性炭塔に通気後、吸着時温度から  $150^\circ\text{C}$  まで連続的に  $2^\circ\text{C}/\text{min} \sim 10^\circ\text{C}/\text{min}$  で昇温しつつ、同時に流量  $0.122 \text{ l}_N/\text{min}$  で He 掃気した。吸着時の温度、圧力は、試料ガス主成分がいずれであっても  $-170^\circ\text{C}$ 、 $112\text{kPa}$  で統一し比較した。昇温脱着の際は、昇温開始から停止する事なく常時 He ガスで掃気した。

Ar ガスを主成分とした試料ガスの場合の結果を、図 4.3-1(a)、図 4.3-1(b)に示す。これは、昇温速度  $2.4^\circ\text{C}/\text{min}$  の同じ試験の結果であるが、前者は活性炭塔出口から流出する成分の時間変化特性、後者は時間とともに変化する活性炭塔の温度に対する特性を示した。図 4.3-1(c)に示すように、温度上昇が時間に対してほぼ比例しているので、両者は似たような曲線を描いている。図 4.3-2 に昇温速度  $13.7^\circ\text{C}/\text{min}$  の場合の結果を示す。昇温速度を変更しても、ピーク形の傾向は大差なく、Ar のピークが Kr ピークの開始まで尾を引いている。「4.1 Ar ガス-希ガス分離特性確認試験結果と評価」の節で述べた結果と同様、昇温速度が大きい場合は、Kr、Xe の脱着曲線での頂点の温度が高くなり、Ar も高い温度まで残留することがわかる。

###### 評価

図 4.3-3 に、脱着曲線の頂点の現れる温度を昇温速度に対して整理した結果を示す。図から、試料ガスが He ガス、Ar ガスのいずれを主成分とした場合であっても、脱着曲線ピークの温度は、昇温速度に対して、ほぼ同じ特性を示す事が分かった。この結果から、昇温速度の効果は Ar の関与の有無に関係ないものと考える。

表 4.3-1 に、脱着ピークの濃度を記した。濃度は昇温速度が大きいほど高くなっている。また、Ar 主成分の試料ガスによる試験では昇温速度が大きいほど、総量比(計算総量/脱着総量)が小さくなる傾向があり、Ar の存在が分析計のイオン化に影響している事が分かる。なお、この脱着データからの理論濃度は、表 4.1-1、表 4.1-2 の結果とともに図 4.3-5 に示した。

## (2) 升温脱着時 He 掃気流量の違いによる脱着特性の変化

### 試験結果

Ar ガスまたは He ガスを主成分とした試料ガスを、約 3 l<sub>N</sub>/min で 60 分間、活性炭塔に通気後、吸着時温度から 150°C まで連続的に約 10°C/min で昇温しつつ、同時に He 掃気した。He 掃気流量は 0.122 l<sub>N</sub>/min～1 l<sub>N</sub>/min まで、異なる流量で試験した。吸着時の温度、圧力は、試料ガス主成分がいずれであっても -170°C、112kPa で統一し比較した。

この試験の結果、掃気流量が大きいほど、各成分の脱着曲線の頂点の温度が若干下がる傾向が見られた。図 4.3-4 に整理した。

### 評価

脱着ピーク濃度を表 4.3-2 に整理したが、掃気流量が小さいほど濃度は高くなっているが、総量比(計算総量/脱着総量)は小さくなる傾向があり、Ar の影響についてこれまでの試験結果と一致している。各成分の脱着曲線の頂点温度は、He 掃気流量の影響を受けるが、図 4.3-3 と図 4.3-4 との比較から、流量 1 桁に対して、昇温速度を 1 桁上げる効果の方が大きいものと考える。

## (3) 希ガス昇温脱着条件の評価結果

脱着曲線の頂点が生じる活性炭温度は、昇温速度が大きいほど高くなり、He ガス掃気流量が大きくなるほど低くなる。前者の効果の方が顕著である。

脱着ピーク濃度は、昇温速度が大きいほど高く、He ガス掃気流量が小さいほど高くなる。但し、Ar ガスの影響は、掃気流量が小さい場合、また昇温速度が大きい場合ほど顕著である。

大まかには、昇温速度 8 °C/min 以下、He 掃気流量 120NmL/min(線速度 1 cm/s)以上が良いと考える。昇温速度が大きくなると、He 掃気流量も大きくしないと分析上 Ar の影響が避けられない。

なお、濃縮の観点からは、昇温速度は大きい方が良く、5 °C/min 以上、He 掃気流量は小さく、400NmL/min(線速度 4 cm/s)以下が良いと考える。

#### 4.4 まとめ

今回の試験結果をまとめると以下の通りである。

##### (1) Kr、Xe と Ar ガスとの分離

Kr、Xe の Ar ガスからの分離の観点からは、昇温速度を小さくし、He 掃気流量は大きい方が良い。掃気流量は 1 cm/s 以上、昇温速度は 8 °C/以下が良好である。昇温速度が大きいほど、Ar ガスの影響は大きくなる。

##### (2) Kr、Xe の濃縮

脱着ピーク濃度は、昇温速度が大きいほど高く、He ガス掃気流量が小さいほど高くなる。掃気流量は 4 cm/s 以下、昇温速度は 5 °C/以上が良好である。

##### (3) 脱着温度

脱着曲線の頂点が生じる活性炭温度は、昇温速度が大きいほど高くなり、He ガス掃気流量が大きくなるほど低くなる。前者の効果の方が顕著である。

##### (4) 升温脱着の過程で掃気ガスを停止する効果

Ar ガスからの分離の観点からは、He 掃気なしで昇温のみの工程を設定する場合は、掃気流量、昇温速度の選び方が複雑になるので、常時掃気する方式が好ましい。濃縮の観点からは、-100~0 °C で He 掃気を開始する場合に最適値が見込まれるが、大きな差はなかった。これまでの試験ではより高温まで昇温させてから He ガスの掃気を開始する方が高い濃度が得られたが、それは昇温速度の小さい場合であって、今回の試験のように昇温速度が大きいと、Ar ガスの影響を受け、0 °C 以上まで掃気を待つ場合は特に Kr のピークが大きく乱れることが判った。

昇温脱着開始と同時に He ガス掃気を開始し、途中で掃気を停止する場合は、-140 °C ~ -100 °C の範囲で、脱着ピークの濃度に有意差は見られなかった。しかし、-140 °C で掃気を止めた場合は、Ar の脱着が十分でなくかなりの量が活性炭塔内に残留しており、分析への影響が出る。

##### (5) 濃縮の手順について

濃縮の手順としては、活性炭塔を 2 塔用意し、各々専ら濃縮に重点を置く塔と、Ar 等試料ガスの主成分ガスの分離に重点を置く塔とに役割を分担させ、2 段階で実施するべきである。しかし、実機設計で、運転時間、スペースなどの制約を受けるので、その時の状況

に応じて、手順を考える必要がある。通常第1塔で濃縮、第2塔でAr等の分離とする。Ar分離を徹底するなら、脱着時の掃気ガスは常に通気するべきであるが、影響が無視できるなら、濃縮段階の塔では、掃気を停止する期間を設定する方が、大きな濃縮効果が期待できる。いくつか考えられる手順につき、以下に比較する。

①昇温脱着時、所定温度に到達後、He 掃気

He 掃気開始温度が-170°C(昇温開始と同時)～50°Cで濃縮効果に大きな差がない。Arの分離の観点からは、好ましくない。但し、掃気ガスとしてのHe節約の観点からこの方式を探るのであれば、-100～0°CからHe掃気するのが良いと考える。

②昇温脱着開始と同時に He 掃気

Ar分離の観点から良好。濃縮の観点からは①に譲る。

③昇温開始と同時に He 掃気をするが、所定温度で一時掃気停止、高温到達後再開

Ar分離の観点からは、①より良いが、濃縮の観点からは、①と同一条件で比較しても有意差はないと考える。

④昇温開始と同時に He 掃気をするが、所定温度で一時昇温停止、2時間後再開

Ar分離の観点からは良好。濃縮の観点からは、①と同一条件で比較しても有意差はないと考える。

以上から、Ar分離を優先するなら②が最善であるが、濃縮を優先しつつArの分離も考慮するなら③か④になる。活性炭塔の台数や、役割の考え方によって、最善と考えられる手順を選択すればよい。

表 4.1-1 希ガスの昇温脱着結果とピークの濃度(昇温速度の違い：連続昇温、連續 He 掃気、掃気流量をほぼ固定、試料ガス主成分は Ar)

Test No.	吸着条件						脱着条件						実験結果	
	吸着温度 (°C)	平均流 量 (mL/min)	吸着時間 (min)	吸着圧 力 (kPa)	ガス濃度 含有率 (ppm)	計算総量 (mL)	昇温速度 (°C/min)	掃気流 量 (mL/min)	半価幅時間 (min)	脱着終量 (mL)	積算添量 (mL)	同位体濃度 (ppm)	濃度 (ppm)	実測/計算比
Run-121	84Kr	-170	9900	10	1.12	1.02	0.57	Ar	0.0576	2.4	120	8.9	1068	59.6
Run-121	132Xe	-170	9900	10	1.12	1.01	0.27	Ar	0.0269	2.4	120	5.8	0.0324	696
Run-122	84Kr	-170	10160	10	1.12	1.02	0.57	Ar	0.0591	7.0	120	3.7	0.0382	444
Run-122	132Xe	-170	10160	10	1.12	1.01	0.27	Ar	0.0276	7.0	120	3.7	0.0297	444
Run-123	84Kr	-170	10080	10	1.12	1.02	0.57	Ar	0.0586	13.1	130	2.1	0.0311	273
Run-123	132Xe	-170	10080	10	1.12	1.01	0.27	Ar	0.0274	13.1	130	3.6	0.0253	468
													113.9	199.9
													54.1	201.0
													54.1	0.9242

表 4.1-2 希ガスの昇温脱着結果とピークの濃度(昇温速度の違い：連続昇温、連續 He 掃気、掃気流量をほぼ固定、試料ガス主成分は He)

Test No.	吸着条件						脱着条件						実験結果	
	吸着温度 (°C)	平均流 量 (mL/min)	吸着時間 (min)	吸着圧 力 (kPa)	ガス濃度 含有率 (ppm)	計算総量 (mL)	昇温速度 (°C/min)	掃気流 量 (mL/min)	半価幅時間 (min)	脱着終量 (mL)	積算添量 (mL)	同位体濃度 (ppm)	濃度 (ppm)	実測/計算比
Run-124	84Kr	-180	9250	10	0	1.04	0.57	He	0.0548	2.4	130	4.4	0.0720	572
Run-124	132Xe	-180	9250	10	0	1.06	0.27	He	0.0265	2.4	130	5.6	0.0331	728
Run-125	84Kr	-180	9480	10	0	1.04	0.57	He	0.0562	6.5	130	2.7	0.0724	351
Run-125	132Xe	-180	9480	10	0	1.06	0.27	He	0.0271	6.5	130	3.5	0.0330	455
Run-126	84Kr	-180	9560	10	0	1.04	0.57	He	0.0567	7.7	140	2.0	0.0709	280
Run-126	132Xe	-180	9560	10	0	1.06	0.27	He	0.0274	7.7	140	3.2	0.0325	448
Run-127	84Kr	-180	9520	10	0	1.04	0.57	He	0.0564	12.5	130	1.6	0.0661	208
Run-127	132Xe	-180	9520	10	0	1.06	0.27	He	0.0272	12.5	130	3.1	0.0293	403
													72.7	269.3
													403	1.0754

表 4.1-3 希ガスの昇温脱着結果とピークの濃度(掃気流量の違い：連続昇温、連續 He 掃気、昇温速度をほぼ固定、試料ガス主成分は Ar)

Test No.	吸着条件						脱着条件						実験結果	
	吸着温度 (°C)	平均流 量 (mL/min)	吸着時間 (min)	吸着圧 力 (kPa)	ガス濃度 含有率 (ppm)	計算総量 (mL)	昇温速度 (°C/min)	掃気流 量 (mL/min)	半価幅時間 (min)	脱着終量 (mL)	積算添量 (mL)	同位体濃度 (ppm)	濃度 (ppm)	実測/計算比
Run-128	84Kr	-170	11260	10	1.12	1.02	0.57	Ar	0.0655	12.4	230	1.3	0.0720	299
Run-128	132Xe	-170	11260	10	1.12	1.01	0.27	Ar	0.0307	12.4	230	2.6	0.0438	598
Run-129	84Kr	-170	11990	10	1.13	1.02	0.57	Ar	0.0697	13.6	560	1.5	0.0740	840
Run-129	132Xe	-170	11990	10	1.13	1.01	0.27	Ar	0.0327	13.6	560	2.2	0.0397	1232
Run-130	84Kr	-170	12100	10	1.13	1.02	0.57	Ar	0.0703	13.3	780	1.3	0.0712	1014
Run-130	132Xe	-170	12100	10	1.13	1.01	0.27	Ar	0.0330	13.3	780	2.1	0.0415	1638
Run-131	84Kr	-170	12480	10	1.12	1.02	0.57	Ar	0.0726	13.2	1000	1.3	0.0764	1300
Run-131	132Xe	-170	12480	10	1.12	1.01	0.27	Ar	0.0340	13.2	1000	2.0	0.0409	2000
Run-132	84Kr	-170	11770	10	1.12	1.02	0.57	Ar	0.0684	12.9	130	2.0	0.0616	260
Run-132	132Xe	-170	11770	10	1.12	1.01	0.27	Ar	0.0321	12.9	130	3.7	0.0392	481
													81.5	301.8
													58.8	103.1
													20.5	75.7
													236.9	415.7
													81.5	301.8
													54.1	1.223

表 4.1-4 希ガスの昇温脱着結果とピークの濃度(-80°Cで昇温を一時停止した場合：連續He掃気、試料ガス主成分はAr)

Test No.		吸着条件						脱着条件						実験結果		
		吸着温度 (°C)	平均流速 (mL/min)	吸着時間 (min)	吸着圧力 (kPa)	ガス濃度 (ppm)	含有率 (%)	ヘリウムガス量 計算濃度 (mL)	昇温速度 (°C/min)	掃気流量 (mL/min)	半值幅時間 (min)	計算流率 (mL)	計算濃度 (ppm)			
Run-134	84Kr	-170	9470	10	112	1.02	0.57	Ar	0.0551	9.0	110	3.2	347	278.8		
Run-134	132Xe	-170	9470	10	112	1.01	0.27	Ar	0.0258	9.0	110	3.6	391	244.9		
Run-135	84Kr	-170	9470	10	113	1.02	0.57	Ar	0.0551	7.0	130	4.2	542	178.2		
Run-135	132Xe	-170	9470	10	113	1.01	0.27	Ar	0.0258	7.0	130	3.9	503	190.1		
Run-136A	84Kr	-170	8550	10	112	1.02	0.57	Ar	0.0497	2.7	120	10.0	1200	72.7		
Run-136A	132Xe	-170	8550	10	112	1.01	0.27	Ar	0.0233	2.7	120	5.8	692	124.7		
Run-137	84Kr	-170	8050	10	113	1.02	0.57	Ar	0.0468	2.7	975	89.9	87672	0.9		
Run-137	132Xe	-170	8050	10	113	1.01	0.27	Ar	0.0220	2.7	975	3.3	3218	25.3		
Run-138	84Kr	-170	8610	10	112	1.02	0.57	Ar	0.0501	7.5	940	100.5	94498	0.9		
Run-138	132Xe	-170	8610	10	112	1.01	0.27	Ar	0.0235	7.5	940	2.3	2162	40.2		

表 4.1-5 希ガスの昇温脱着結果とピークの濃度

(昇温のみで所定温度に到達後掃気開始した場合：昇温速度、掃気流量はほぼ一定、試料ガス主成分はAr)

Test No.		吸着条件						脱着条件						実験結果		
		吸着温度 (°C)	平均流速 (mL/min)	吸着時間 (min)	吸着圧力 (kPa)	ガス濃度 (ppm)	含有率 (%)	ヘリウムガス量 計算濃度 (mL)	昇温速度 (°C/min)	掃気流量 (mL/min)	半值幅時間 (min)	計算流率 (mL)	計算濃度 (ppm)			
Run-163	84Kr	-168	2820	60	112	1.01	0.57	Ar	0.0974	8.7	330	3.1	0.1110	1023	108.5	190.3
Run-163	132Xe	-168	2820	60	112	1.07	0.27	Ar	0.0489	8.7	330	2.7	0.0589	891	66.2	245.0
Run-164	84Kr	-166	2810	60	112	1.01	0.57	Ar	0.0971	9.2	320	2.7	0.0742	864	85.9	150.7
Run-164	132Xe	-166	2810	60	112	1.07	0.27	Ar	0.0487	9.2	320	2.7	0.0420	864	48.6	179.9
Run-165	84Kr	-165	2880	60	112	1.01	0.57	Ar	0.0995	9.1	320	2.9	0.0075	928	8.1	14.2
Run-165	132Xe	-165	2880	60	112	1.07	0.27	Ar	0.0499	9.1	320	2.6	0.0396	832	47.5	176.1
Run-166	84Kr	-165	2880	60	112	1.01	0.57	Ar	0.0995	8.9	340	3.9	0.0100	1326	7.5	13.2
Run-166	132Xe	-165	2880	60	112	1.07	0.27	Ar	0.0499	8.9	340	2.4	0.0104	816	12.7	47.2

注記) Run-163 : 昇温開始と同時にHe掃気

Run-164 : -47°Cまで昇温後He掃気

Run-165 : 36°Cまで昇温後He掃気

Run-166 : 127°Cまで昇温後He掃気

表 4.2-1 希ガスの昇温脱着結果とピークの濃度(昇温を一時停止した場合：連續 He 掃気、試料ガス主成分は Ar)

Test No.	吸着条件						脱着条件						実験結果		
	吸着温度 (°C)	平均流量 (mL/min)	吸着時間 (min)	吸着圧力 (kPa)	含有率 (ppm)	計算総量 (mL)	昇温速度 (°C/min)	掃気流速 (mL/min)	半価幅時間 (min)	脱着総量 (mL)	同位体濃度 (ppm)	濃度 (ppm)	実測/計算比		
Run-139	84Kr	-155	8420	10	112	1.02	0.57	Ar	0.0490	9.6	11.00	2.00	-	2200	-
Run-139	132Xe	-155	8420	10	112	1.01	0.27	Ar	0.0229	9.6	11.00	2.20	-	2420	-
Run-140	84Kr	-153	9060	10	112	1.02	0.57	Ar	0.0527	9.5	10.10	2.00	0.0565	2020	28.0
Run-140	132Xe	-153	9060	10	112	1.01	0.27	Ar	0.0246	9.5	10.10	2.20	0.0287	2222	12.9
Run-141	84Kr	-155	8723	10	112	1.02	0.57	Ar	0.0507	9.7	10.50	1.90	0.0504	1995	49.0
Run-141	132Xe	-155	8723	10	112	1.01	0.27	Ar	0.0237	9.7	10.50	2.20	0.0284	2310	25.3
														44.3	0.99
														45.7	1.20

注記) Run-139 : -140°Cで一時昇温停止

Run-140 : -120°Cで一時昇温停止

Run-141 : -100°Cで一時昇温停止

表 4.2-2 希ガスの昇温脱着結果とピークの濃度(-120°Cで He 掃気を停止し 150°C到達後 He 掃気を再開した場合：掃気流量はほぼ一定、試料ガス主成分は Ar)

Test No.	吸着条件						脱着条件						実験結果			
	吸着温度 (°C)	平均流量 (mL/min)	吸着時間 (min)	吸着圧力 (kPa)	含有率 (ppm)	計算総量 (mL)	昇温速度 (°C/min)	掃気流速 (mL/min)	半価幅時間 (min)	脱着総量 (mL)	同位体濃度 (ppm)	濃度 (ppm)	実測/計算比			
Run-142	84Kr	-154	10143	10	112	1.01	0.57	Ar	0.0584	9.6	130	1.50	0.0004	195	2.0	3.6
Run-142	132Xe	-154	10143	10	112	1.07	0.27	Ar	0.0293	9.6	130	2.90	0.0207	377	54.9	203.4
Run-143	84Kr	-155	9930	10	112	1.01	0.57	Ar	0.0572	9.5	200	1.50	0.0021	300	7.1	12.5
Run-143	132Xe	-155	9930	10	112	1.07	0.27	Ar	0.0287	9.5	200	2.40	0.0216	480	44.9	166.4
Run-144	84Kr	-156	10103	10	112	1.01	0.57	Ar	0.0582	9.4	520	1.20	0.0324	624	51.9	91.1
Run-144	132Xe	-156	10103	10	112	1.07	0.27	Ar	0.0292	9.4	520	2.00	0.0251	1040	24.1	89.3
Run-145	84Kr	-154	10107	10	112	1.01	0.57	Ar	0.0582	9.4	790	1.20	0.0309	948	32.6	57.2
Run-145	132Xe	-154	10107	10	112	1.07	0.27	Ar	0.0292	9.4	790	1.90	0.0226	1501	15.1	55.8
Run-146	84Kr	-154	9837	10	112	1.01	0.57	Ar	0.0566	9.5	1020	1.00	0.0466	1020	45.6	80.1
Run-146	132Xe	-154	9837	10	112	1.07	0.27	Ar	0.0284	9.5	1020	1.90	0.0270	1938	13.9	51.6
														0.95		

表 4.3-1 希ガスの昇温脱着結果とピークの濃度(昇温速度の違い: 連續昇温、連続He掃気、掃気流量をほぼ固定)

Test No.	吸着条件	実験結果															
		吸着温度	平均流量	吸着圧力	吸着時間	吸着量	希ガス濃度	含有率	ベースガス計算流量	昇温速度	掃気流量	半幅時間	脱着量	同位体濃度	濃度	実測/計算比	
Run-147	84Kr	-164	2710	60	112	1.01	0.57	Ar	0.0936	2.4	1.10	13.60	0.1010	1496	67.5	118.4	1.08
Run-147	132Xe	-164	2710	60	112	1.07	0.27	Ar	0.0470	2.4	1.10	6.10	0.0578	671	86.1	319.0	1.23
Run-148	84Kr	-165	2680	60	112	1.01	0.57	Ar	0.0926	6.7	1.30	5.50	0.0869	715	121.5	213.2	0.94
Run-148	132Xe	-165	2680	60	112	1.07	0.27	Ar	0.0465	6.7	1.30	3.70	0.0539	481	112.0	415.0	1.16
Run-149	84Kr	-170	2630	60	112	1.01	0.57	Ar	0.0908	10.7	1.40	3.50	0.0859	490	175.4	307.6	0.95
Run-149	132Xe	-170	2630	60	112	1.07	0.27	Ar	0.0456	10.7	1.40	3.40	0.0541	476	113.7	421.1	1.19
Run-150	84Kr	-164	2740	60	112	1.01	0.57	Ar	0.0946	13.7	1.30	2.90	0.0788	377	209.1	366.8	0.83
Run-150	132Xe	-164	2740	60	112	1.07	0.27	Ar	0.0475	13.7	1.30	3.20	0.0634	429	147.7	547.1	1.33
Run-151	84Kr	-170	2580	60	112	1.04	0.57	He	0.0918	2.3	1.20	4.50	0.2119	540	392.5	689.5	2.31
Run-151	132Xe	-170	2580	60	112	1.06	0.27	He	0.0443	2.3	1.20	5.80	0.0918	696	131.8	488.2	2.07
Run-151A	84Kr	-170	3480	60	112	1.04	0.57	He	0.1238	2.3	1.40	4.40	0.2014	616	326.9	573.6	1.63
Run-151A	132Xe	-170	3480	60	112	1.06	0.27	He	0.0598	2.3	1.40	5.80	0.0860	812	105.9	392.2	1.44
Run-152	84Kr	-172	2710	60	112	1.04	0.57	He	0.0964	6.2	1.40	2.20	0.1524	308	494.9	868.2	1.58
Run-152	132Xe	-172	2710	60	112	1.06	0.27	He	0.0465	6.2	1.40	3.60	0.0665	504	132.0	488.8	1.43
Run-154	84Kr	-172	2700	60	112	1.04	0.57	He	0.0960	11.9	1.30	1.70	0.1238	221	569.4	999.0	1.31
Run-154	132Xe	-172	2700	60	112	1.06	0.27	He	0.0464	11.9	1.30	3.00	0.0582	390	149.3	552.8	1.26
Run-155	84Kr	-172	2590	60	112	1.04	0.57	He	0.0921	9.5	1.30	1.80	0.1325	234	566.4	993.7	1.44
Run-155	132Xe	-172	2590	60	112	1.06	0.27	He	0.0445	9.5	1.30	3.20	0.0606	416	145.6	539.2	1.36

表 4.3-2 希ガスの昇温脱着結果とピークの濃度(掃気流量の違い: 連續昇温、連続He掃気、昇温速度をほぼ固定)

Test No.	吸着条件	実験結果															
		(°C)	(mL/min)	(min)	(kPa)	(ppm)	(°C/min)	(mL/min)	(min)	(mL/min)	(min)	(mL)	(ppm)	(ppm)			
Run-156	84Kr	-172	2580	60	112	1.04	0.57	He	0.0918	9.5	490	1.20	0.1352	588	229.9	403.3	1.47
Run-156	132Xe	-172	2580	60	112	1.06	0.27	He	0.0443	9.5	490	2.20	0.0641	1078	59.5	220.2	1.45
Run-157	84Kr	-172	2570	60	112	1.04	0.57	He	0.0914	9.6	850	1.20	0.1366	1020	133.9	234.9	1.49
Run-157	132Xe	-172	2570	60	112	1.06	0.27	He	0.0441	9.6	850	2.10	0.0654	1785	36.7	135.8	1.48
Run-158	84Kr	-173	2570	60	112	1.04	0.57	He	0.0914	9.5	1060	1.20	0.1332	1272	104.7	183.7	1.46
Run-158	132Xe	-173	2570	60	112	1.06	0.27	He	0.0441	9.5	1060	2.00	0.0628	2120	29.6	109.7	1.42
Run-159	84Kr	-165	2820	60	112	1.01	0.57	Ar	0.0974	10.7	130	3.60	0.0816	468	174.4	305.9	0.84
Run-159	132Xe	-165	2820	60	112	1.07	0.27	Ar	0.0489	10.7	130	3.40	0.0572	442	129.3	478.9	1.17
Run-160	84Kr	-166	2910	60	112	1.01	0.57	Ar	0.1005	10.4	550	2.40	0.1061	1320	80.3	141.0	1.06
Run-160	132Xe	-166	2910	60	112	1.07	0.27	Ar	0.0504	10.4	550	2.30	0.0593	1265	46.9	173.6	1.18
Run-161	84Kr	-167	3030	60	112	1.01	0.57	Ar	0.1047	10.4	760	2.20	0.1058	1672	63.3	111.0	1.01
Run-161	132Xe	-167	3030	60	112	1.07	0.27	Ar	0.0525	10.4	760	2.10	0.0573	1596	35.9	133.0	1.09
Run-162	84Kr	-165	2880	60	112	1.01	0.57	Ar	0.0995	10.3	990	2.10	0.1090	2079	52.4	92.0	1.10
Run-162	132Xe	-165	2880	60	112	1.07	0.27	Ar	0.0499	10.3	990	2.10	0.0579	2079	27.9	103.2	1.16

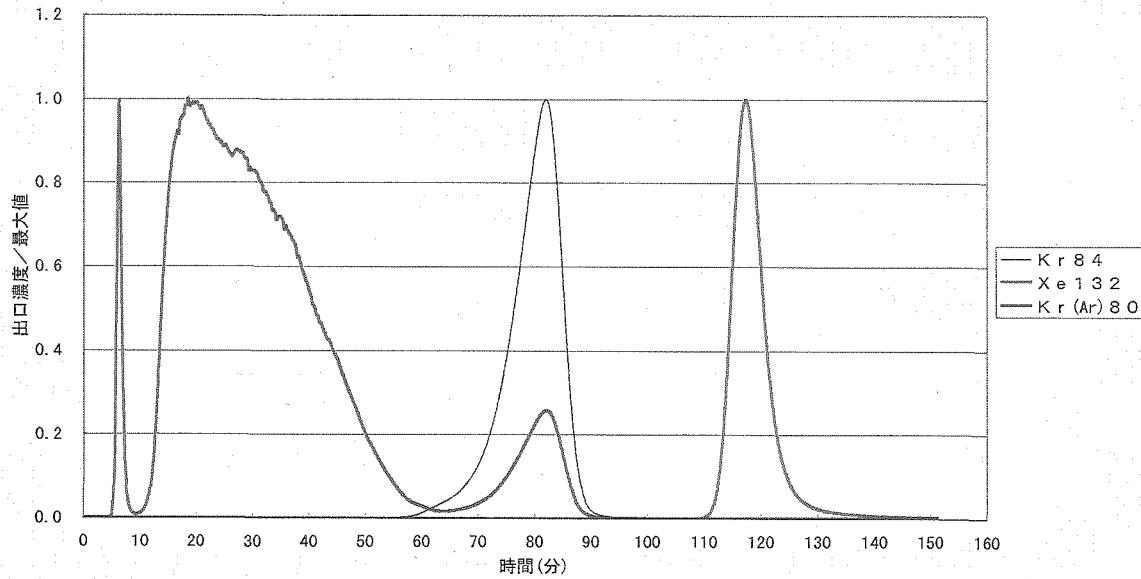


図03-03 -157.9°C, 112kPa, 1ppm/Ar, 吸着9.90NL/min-10min, 脱着0.12NL/min/He-2.41°C/min, GW-HH24/42 121

図 4.1-1(a) 脱着ピーク曲線(連続昇温・掃気、昇温速度の影響-2.41°C/min)  
出口濃度時間変化(試料ガス主成分 Ar)

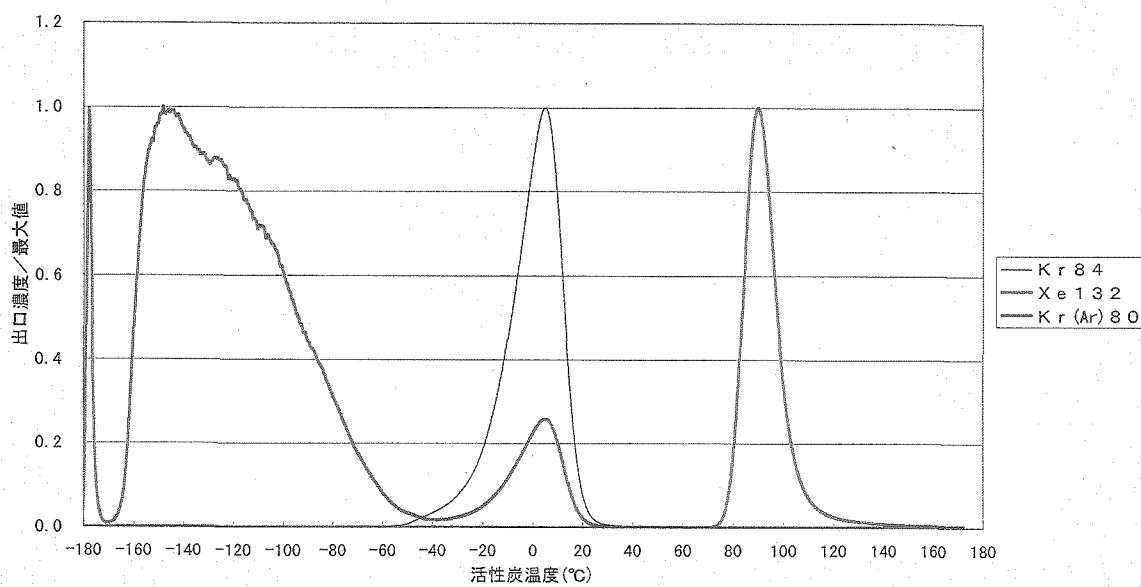


図03-03T -157.9°C, 112kPa, 1ppm/Ar, 吸着9.90NL/min-10min, 脱着0.12NL/min/He-2.41°C/min, GW-HH24/42 121

図 4.1-1(b) 脱着ピーク曲線(連続昇温・掃気、昇温速度の影響-2.41°C/min)  
活性炭温度に伴う出口流出濃度の変化(試料ガス主成分 Ar)  
(図 4.1-1(a) と同一の試験によるデータ)

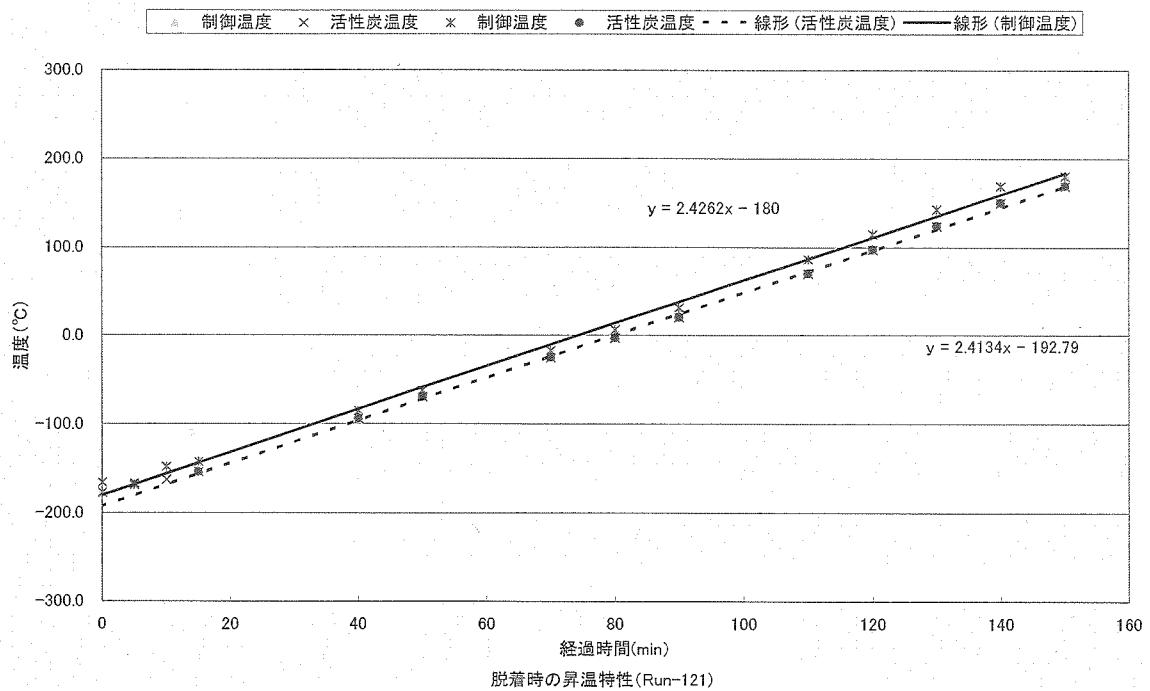


図 4.1-2(a) 昇温脱着時の活性炭温度、制御温度の経時変化  
(連続昇温・掃気、昇温速度の影響-2.41°C/min) (試料ガス主成分 Ar)  
(図 4.1-1(a)と同一の試験によるデータ)

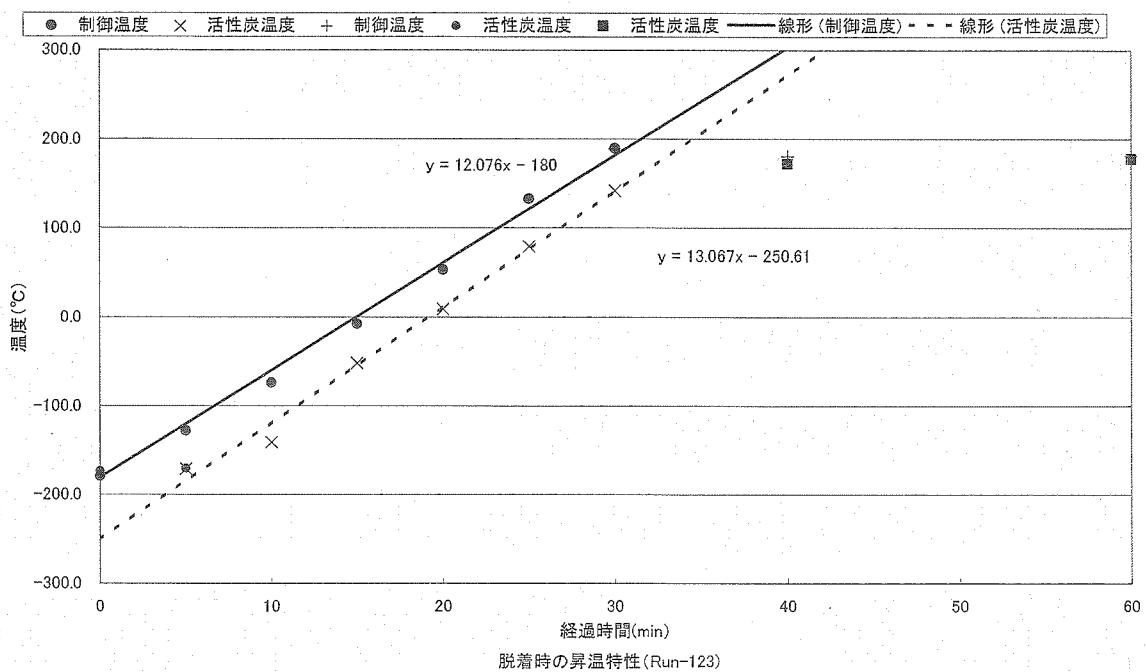


図 4.1-2(b) 昇温脱着時の活性炭温度、制御温度の経時変化  
(連続昇温・掃気、昇温速度の影響-13.1°C/min) (試料ガス主成分 Ar)  
(図 4.1-4 と同一の試験によるデータ)

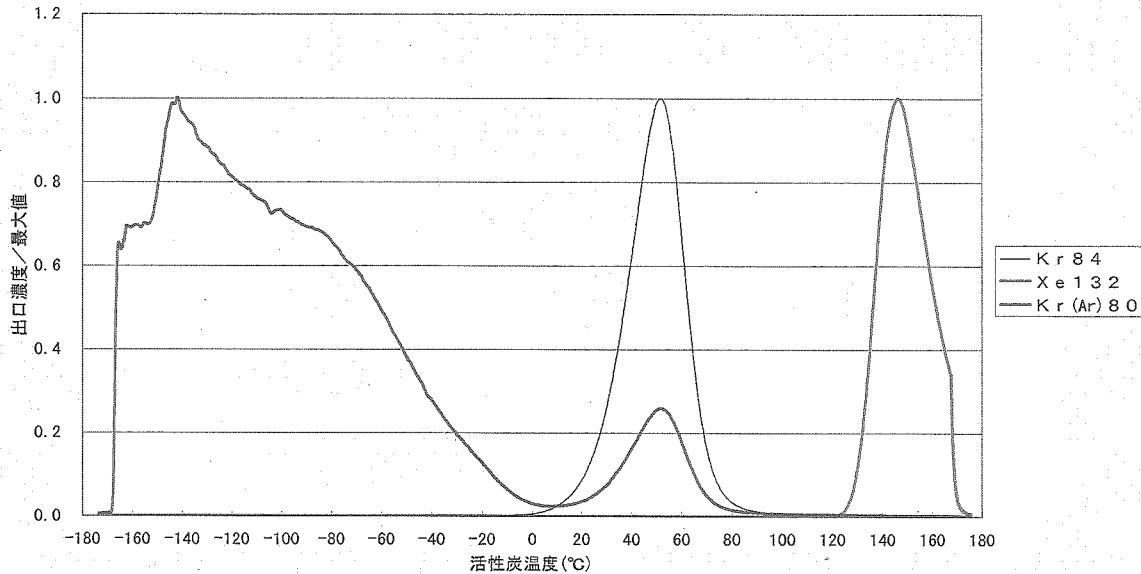


図03-04T -160.4°C, 116kPa, 1ppm/Ar, 吸着10.16NL/min-10min, 脱着0.12NL/min/He-7.02°C/min, GW-HH24/42 122

図 4.1-3 脱着ピーク曲線(連続昇温・掃気、昇温速度の影響-7.02°C/min)

活性炭温度に伴う出口流出濃度の変化 試料ガス主成分 Ar

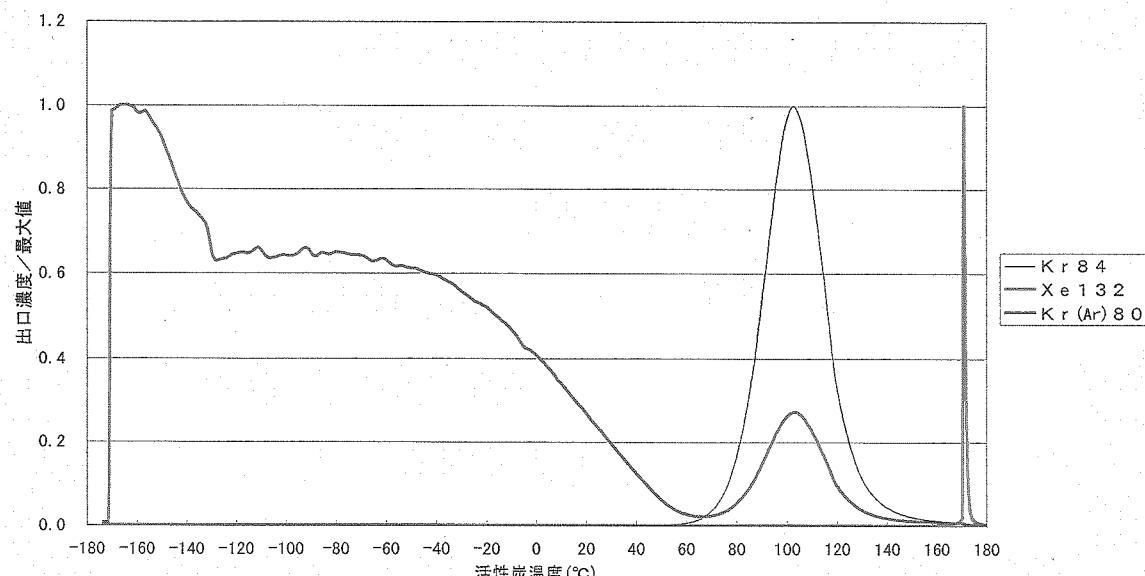


図03-05T -159.6°C, 112kPa, 1ppm/Ar,  
吸着10.08NL/min-10min, 脱着0.13NL/min/He-13.06°C/min, GW-HH24/42 123

図 4.1-4 脱着ピーク曲線(連続昇温・掃気、昇温速度の影響-13.06°C/min)

活性炭温度に伴う出口流出濃度の変化 試料ガス主成分 Ar

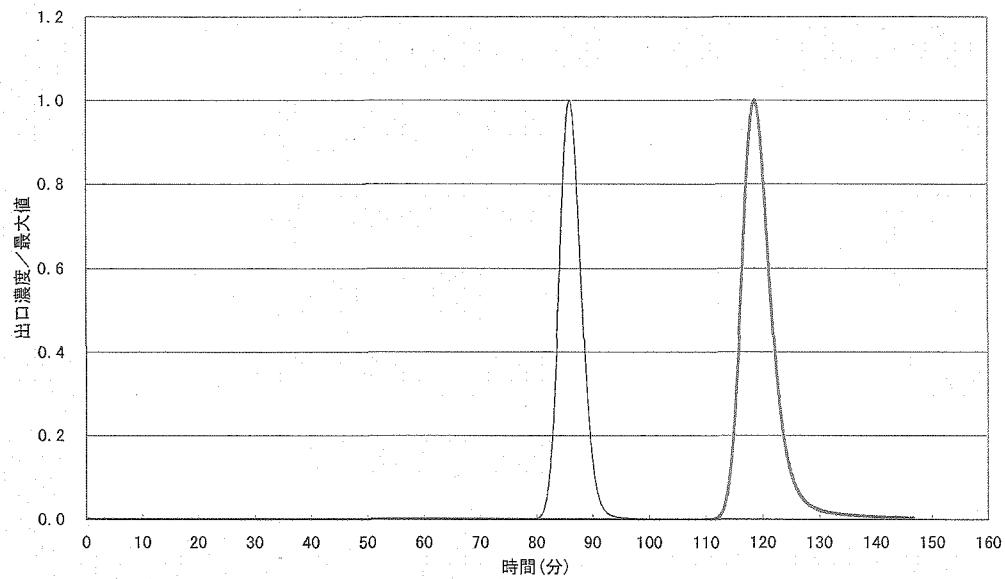


図03-06 -159.9°C, 0kPa, 1ppm/He, 吸着9.25NL/min-10min, 脱着0.135NL/min/He-2.36°C/min, GW-HH24/42 124

図 4.1-5 脱着ピーク曲線(連続昇温・掃気、昇温速度の影響-2.38°C/min)

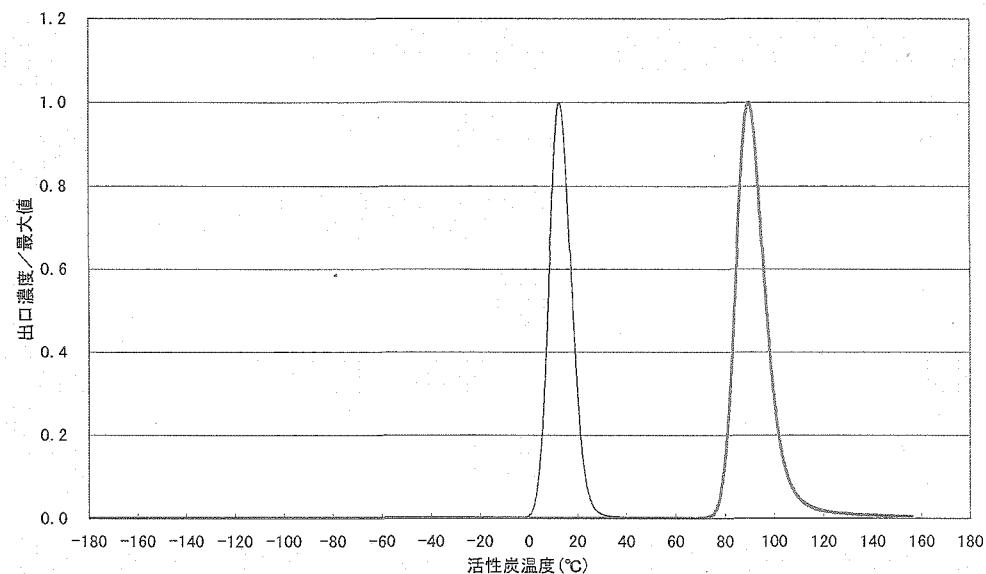


図03-06T -159.9°C, 0kPa, 1ppm/He, 吸着9.25NL/min-10min, 脱着0.135NL/min/He-2.36°C/min, GW-HH24/42 124

出口濃度時間変化、試料ガス主成分 He

図 4.1-6 脱着ピーク曲線(連続昇温・掃気、昇温速度の影響-2.38°C/min)

活性炭温度に伴う出口流出濃度の変化、試料ガス主成分 He

(図 4.1-5 と同一のデータ)

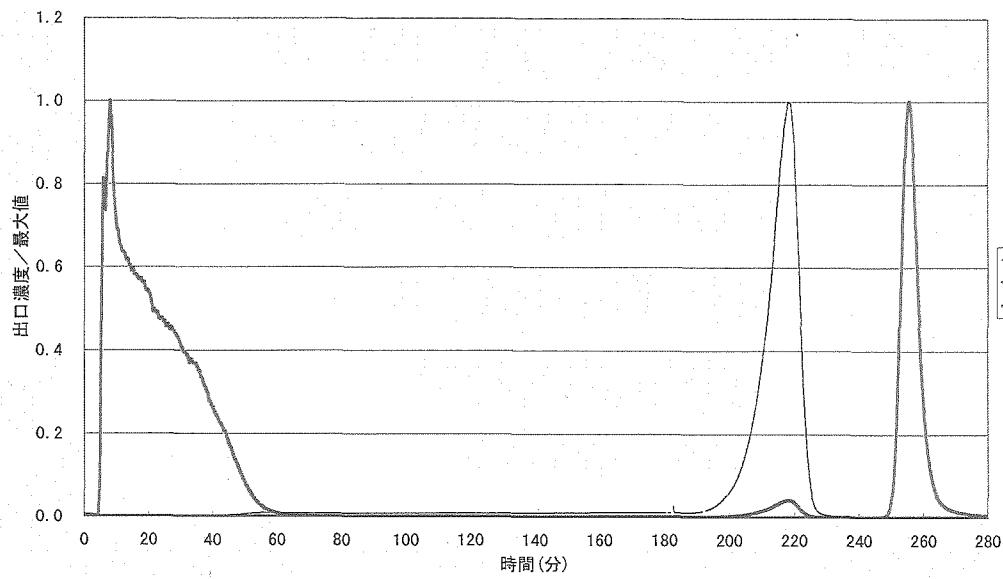


図03-17 -155.7°C, 112kPa, 1ppm/Ar, 吸着8.55NL/min-10min,  
脱着0.12NL/min/He-2.65°C/min(-154.1°C~-80.8°C), 2.48°C/min(-80.8°C~175°C), GW-HH24/42 136A

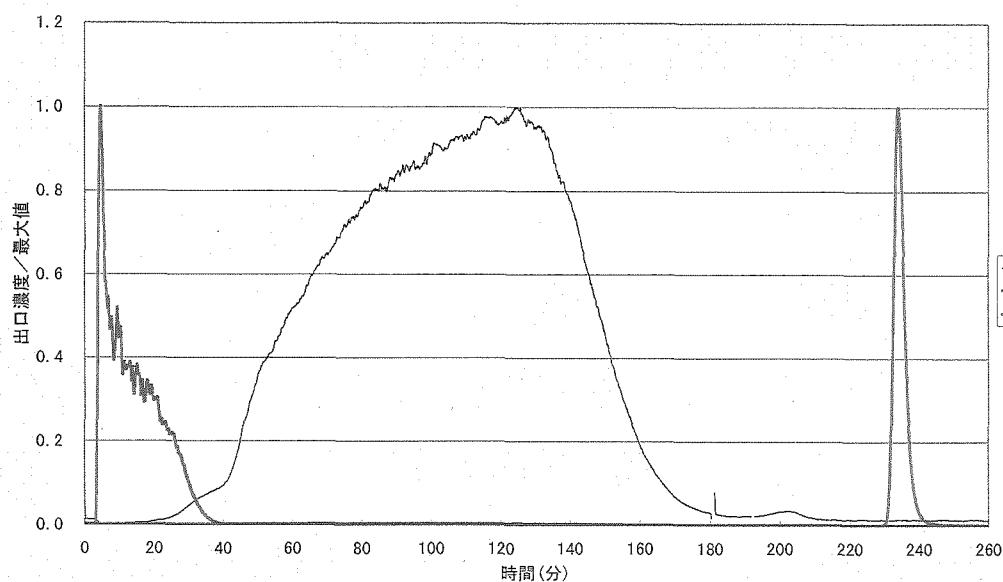


図03-18 -154.4°C, 113kPa, 1ppm/Ar, 吸着8.05NL/min-10min,  
脱着0.975NL/min/He-2.72°C/min(-154.1°C~-81.6°C), 2.51°C/min(-81.6°C~175°C), GW-HH24/42 137

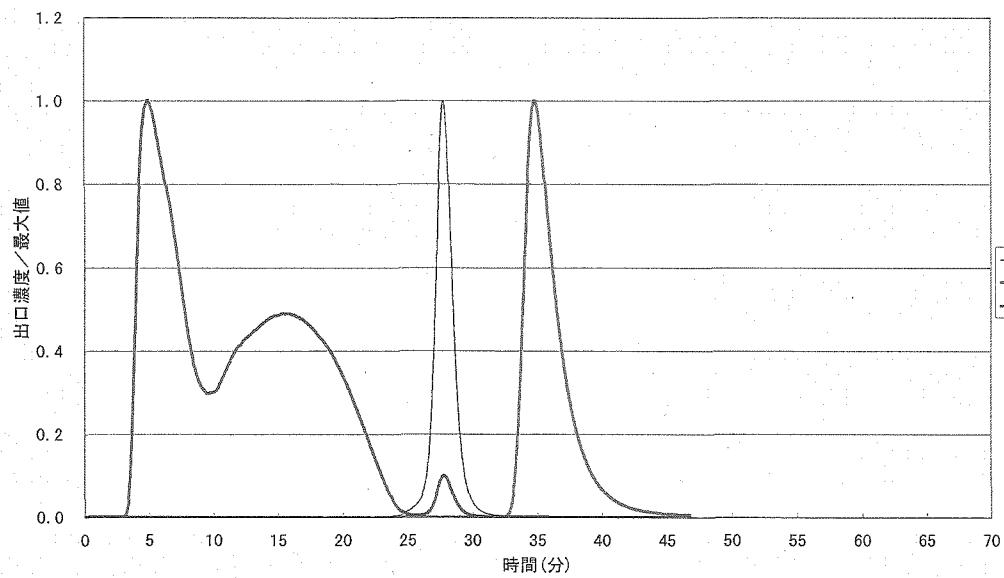


図03-10 -157.3°C, 0kPa, 1ppm/Ar, 吸着11.26NL/min-10min, 脱着0.23NL/min/He-12.40°C/min, GW-HH24/42 128

図 4.1-9(a) 脱着ピーク曲線  
(連続昇温・掃気、掃気流量の影響 0.23NL/min -12.4°C/min)

#### 出口濃度時間変化 (試料ガス主成分 Ar)

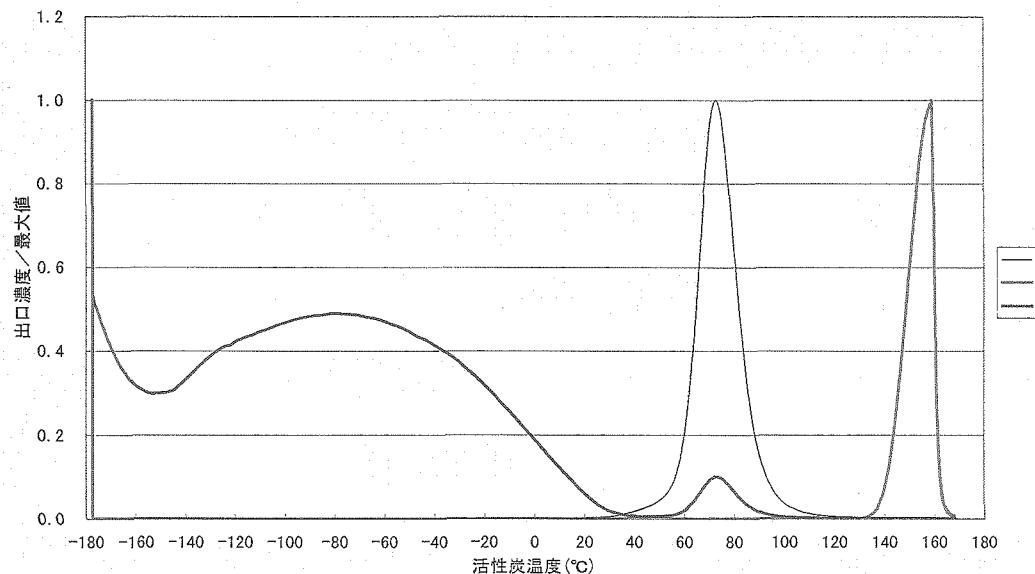


図03-10T -157.3°C, 0kPa, 1ppm/Ar, 吸着11.26NL/min-10min, 脱着0.23NL/min/He-12.40°C/min, GW-HH24/42 128

図 4.1-9(b) 脱着ピーク曲線  
(連続昇温・掃気、掃気流量 0.23NL/min の影響 -12.4°C/min)  
活性炭温度に伴う出口流出濃度の変化 (試料ガス主成分 Ar)  
(図 4.1-9(a) と同一のデータ)

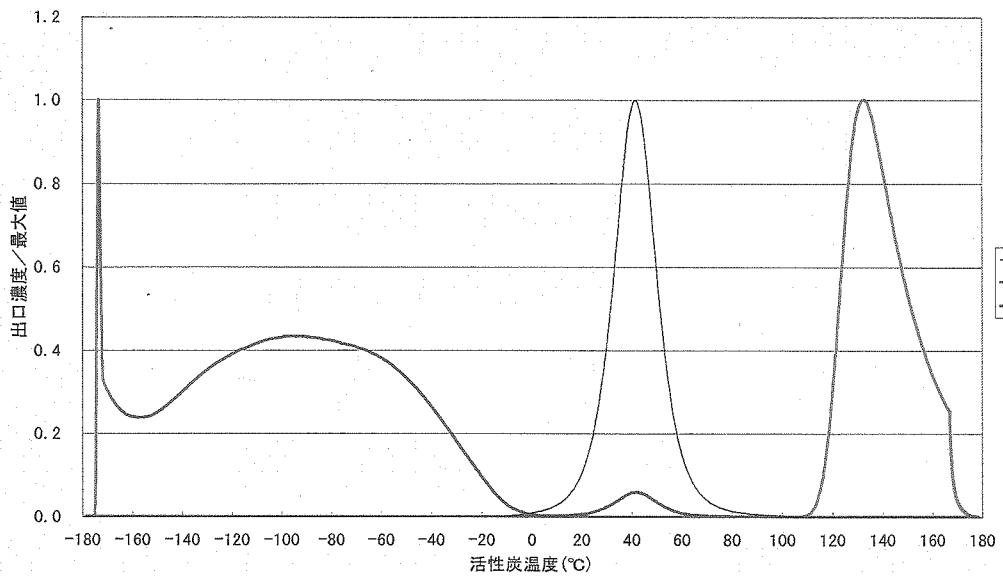


図03-11T -160.4°C, 0kPa, 1ppm/Ar, 吸着11.99NL/min-10min, 脱着0.56NL/min/He-13.59°C/min, GW-HH24/42 129

図 4.1-10(a) 脱着ピーク曲線

(連続昇温・掃気、掃気流量 0.56NL/min の影響-13.6°C/min)

活性炭温度に伴う出口流出濃度の変化 (試料ガス主成分 Ar)

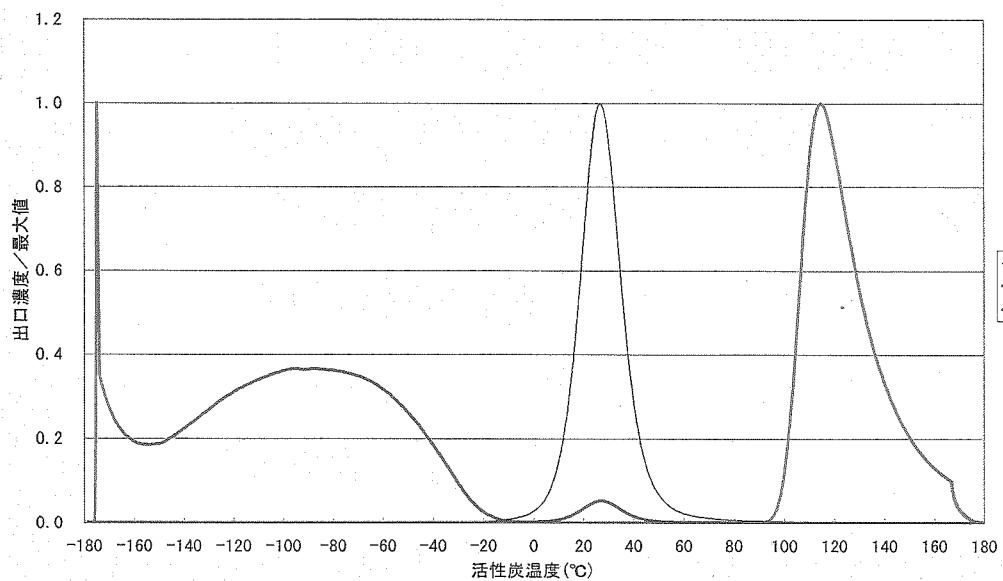


図03-13T -162.6°C, 0kPa, 1ppm/Ar, 吸着12.48NL/min-10min, 脱着1.00NL/min/He-13.23°C/min, GW-HH24/42 131

図 4.1-10(b) 脱着ピーク曲線

(連続昇温・掃気、掃気流量 1.00NL/min の影響-13.2°C/min)

活性炭温度に伴う出口流出濃度の変化 (試料ガス主成分 Ar)

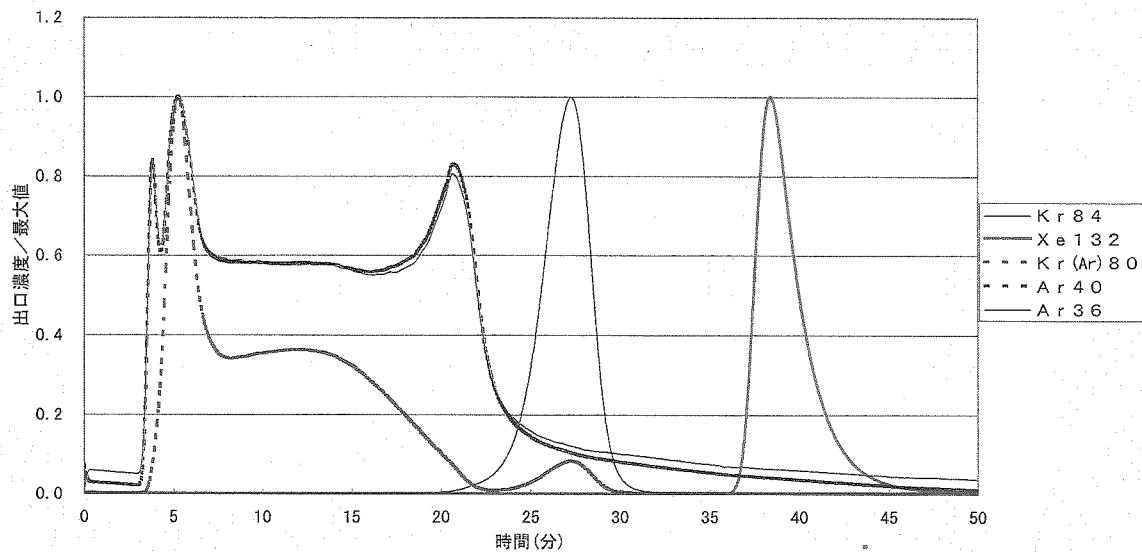


図03-44 -167.8°C, 112kPa, 1ppm/Ar,  
吸着2.79NL/min~60min, 脱着0.33NL/min/He-8.74°C/min(-172.2°C~150°C), GW-HH24/42 163

図4.1-11 脱着ピーク曲線-He掃気開始温度の影響  
(昇温開始と同時にHe掃気した場合)

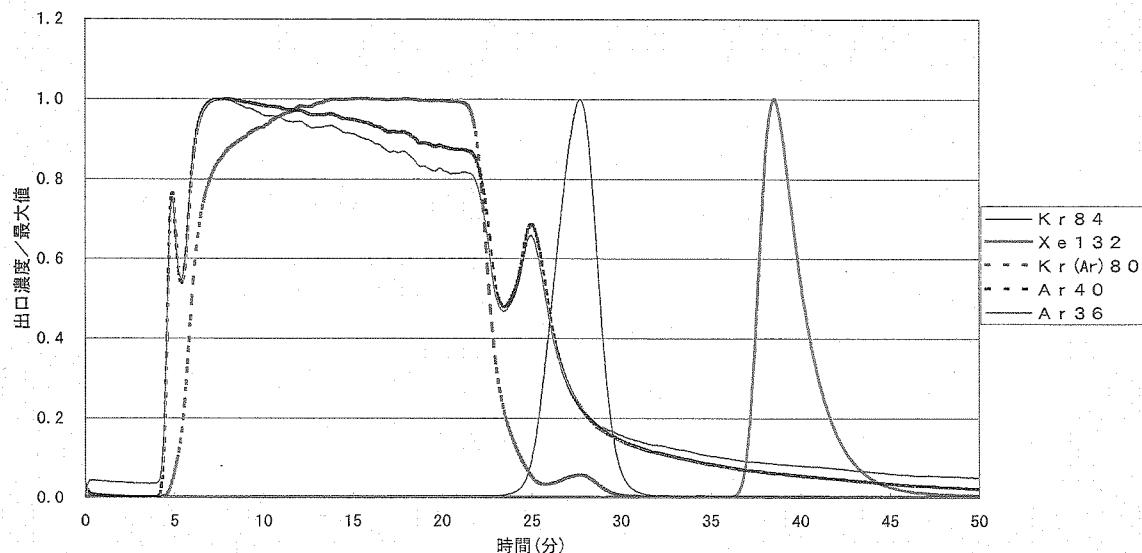


図03-45 -166.4°C, 112kPa, 1ppm/Ar,  
吸着2.78NL/min~60min, 脱着0.32NL/min/He-9.18°C/min(-46.6°C~150°C), GW-HH24/42 164

図4.1-12 脱着ピーク曲線-He掃気開始温度の影響  
(-47°C以上でHe掃気した場合)

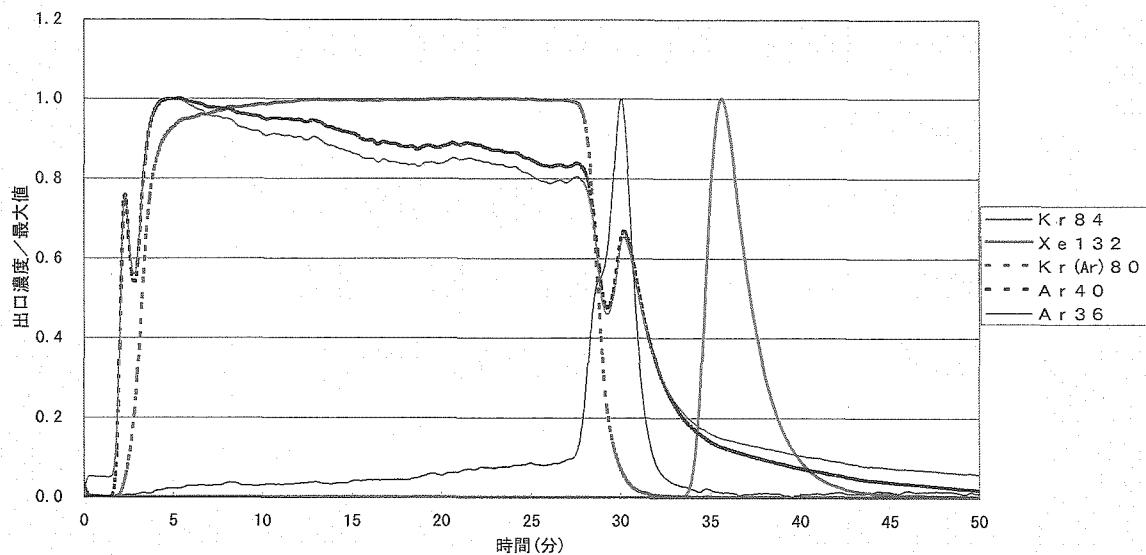


図03-46 -166.3°C, 112kPa, 1ppm/Ar,  
吸着2.76NL/min-60min, 脱着0.325NL/min/He-8.74°C/min(+36.22°C~150°C), GW-HH24/42 165

図4.1-13 脱着ピーク曲線-He掃気開始温度の影響  
(+36°C以上でHe掃気した場合)

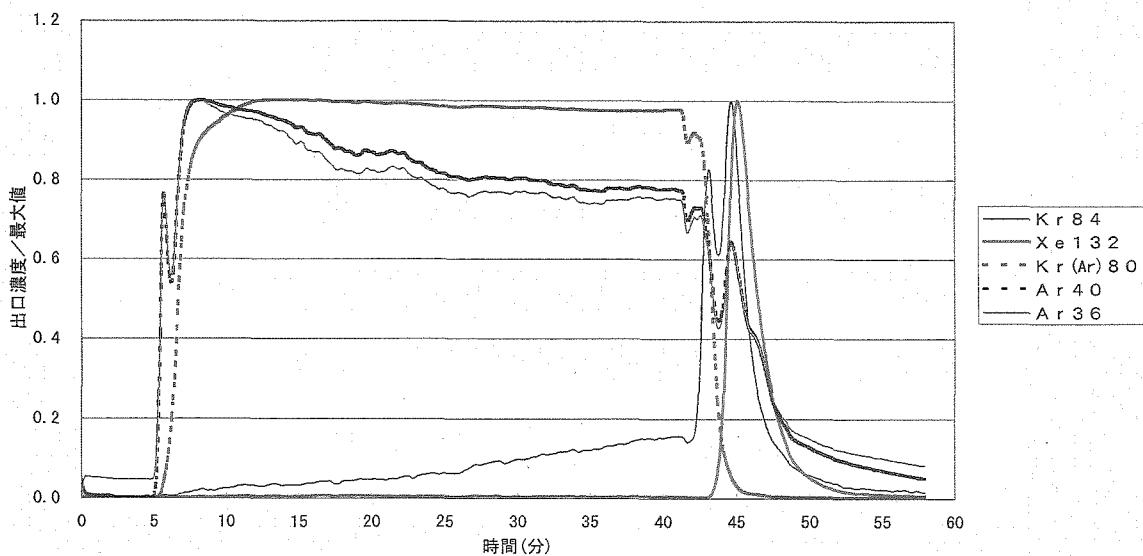


図03-47 -166.8°C, 112kPa, 1ppm/Ar,  
吸着2.74NL/min-60min, 脱着0.34NL/min/He-8.9°C/min(+127°C~150°C), GW-HH24/42 166

図4.1-14 脱着ピーク曲線-He掃気開始温度の影響  
(+127°C以上でHe掃気した場合)

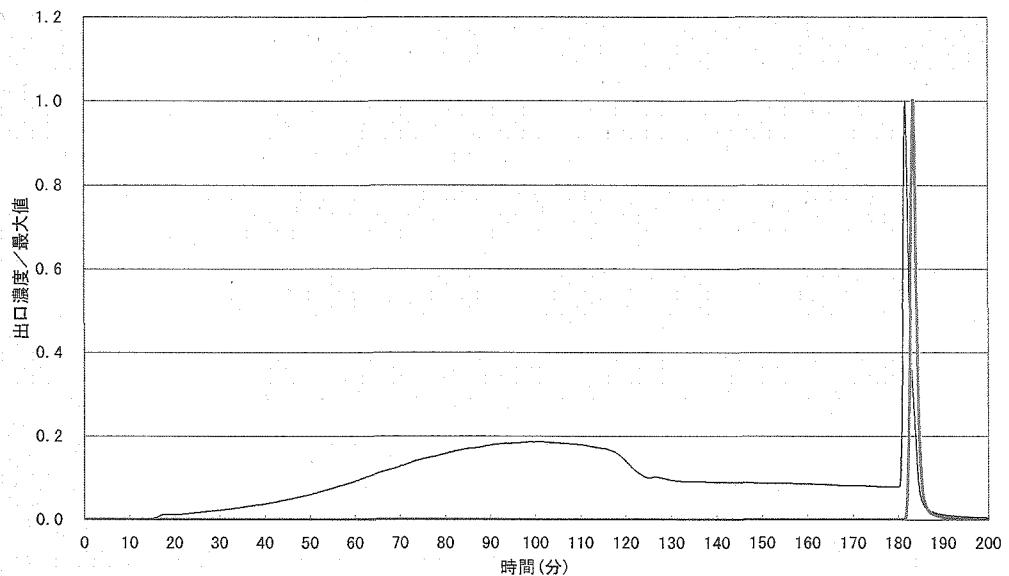


図 4.1-15 脱着ピーク曲線—He 掃気開始温度の影響  
(+88°C以上で He 掃気した場合)

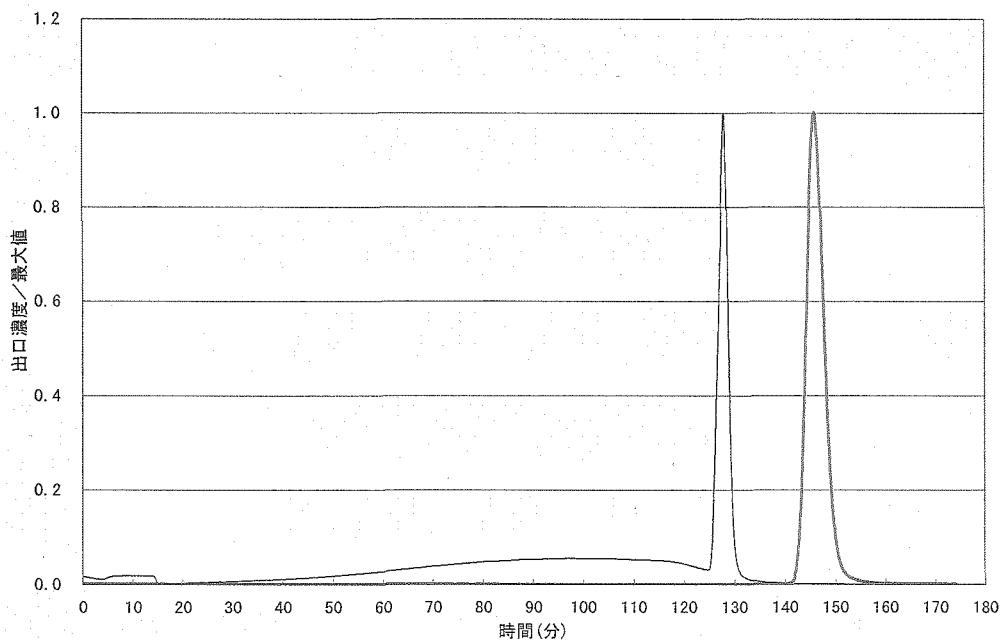


図 4.1-16 脱着ピーク曲線—He 掃気開始温度の影響  
(+0°C以上で He 掃気した場合)

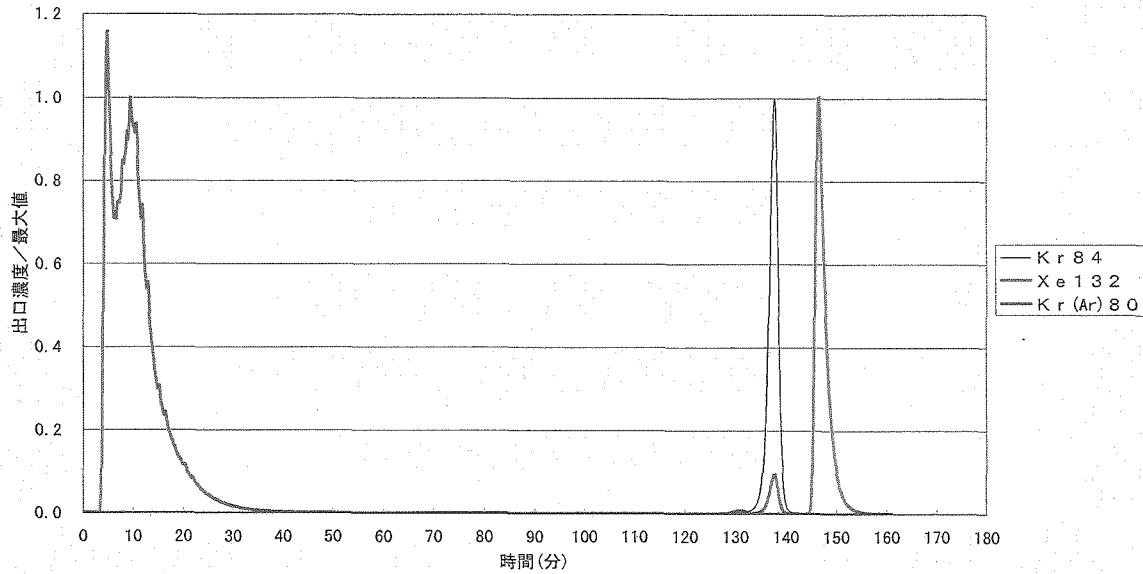


図03-20  $-155.0^{\circ}\text{C}$ , 112kPa, 1ppm/Ar, 吸着8.42NL/min-10min,  
脱着1.11NL/min/He-4.1°C/min( $-185^{\circ}\text{C} \sim -140.5^{\circ}\text{C}$ ), 9.64°C/min( $-140.5^{\circ}\text{C} \sim 150^{\circ}\text{C}$ ), GW-HH24/42 139

図4.2-1 脱着ピーク曲線—昇温停止の影響

(昇温開始と同時にHe掃気し、-140で昇温2時間停止、その後再度He掃気)

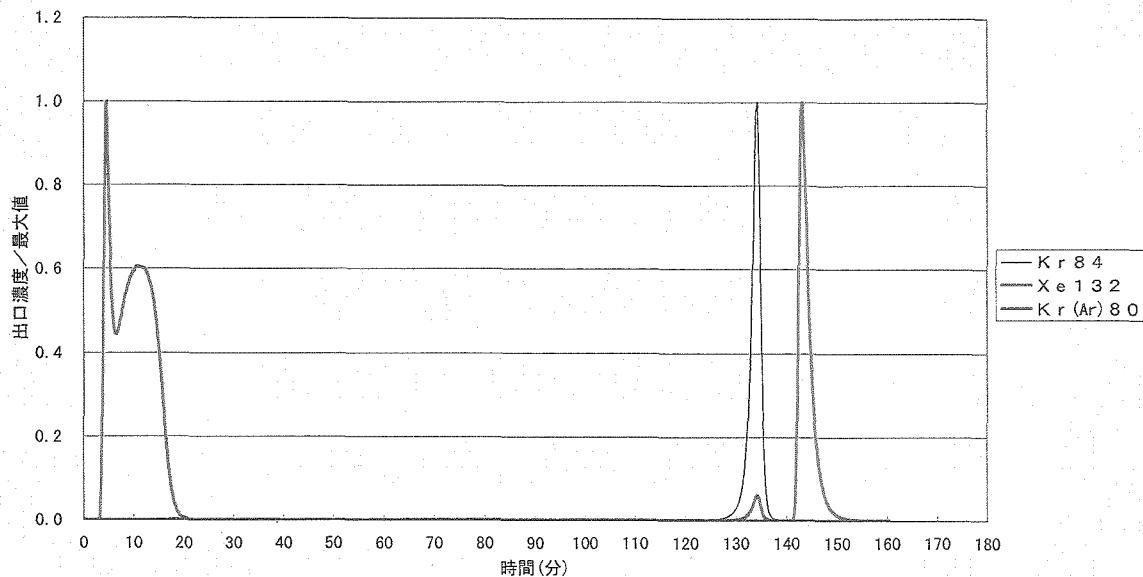


図03-22  $-155.3^{\circ}\text{C}$ , 111kPa, 1ppm/Ar, 吸着8.72NL/min-10min,  
脱着1.06NL/min/He-8.48°C/min( $-173.2^{\circ}\text{C} \sim -100.5^{\circ}\text{C}$ ), 9.71°C/min( $-100.5^{\circ}\text{C} \sim 150^{\circ}\text{C}$ ), GW-HH24/42 141

図4.2-2 脱着ピーク曲線—昇温停止の影響

(昇温開始と同時にHe掃気し、-100で昇温2時間停止、その後再度He掃気)

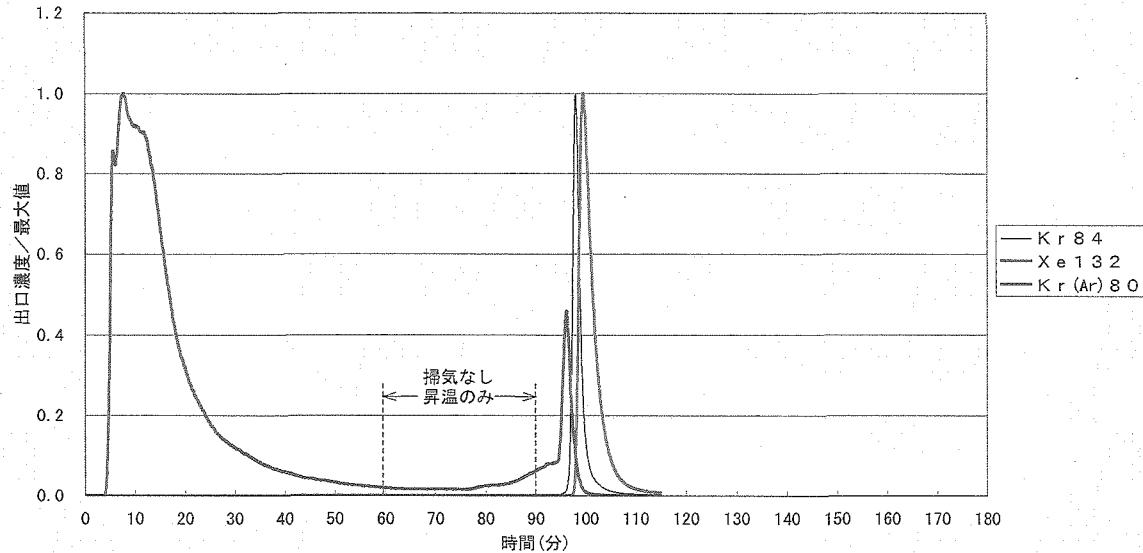


図03-23  $-154.2^{\circ}\text{C}$ , 112kPa, 1ppm/Ar, 吸着10.14NL/min-10min,  
脱着0.125NL/min/He-5.92°C/min( $-173.2^{\circ}\text{C} \sim -120^{\circ}\text{C}$ ), 30min保持, 9.61°C/min( $-120^{\circ}\text{C} \sim 150^{\circ}\text{C}$ ), GW-HH24/42 142

図4.2-3 脱着ピーク曲線 - He 掃気停止の影響  
(昇温開始と同時に He 掃気し、 $-120 \sim 150^{\circ}\text{C}$  掃気停止、  
その後再度 He 掃気 0.125NL/min)

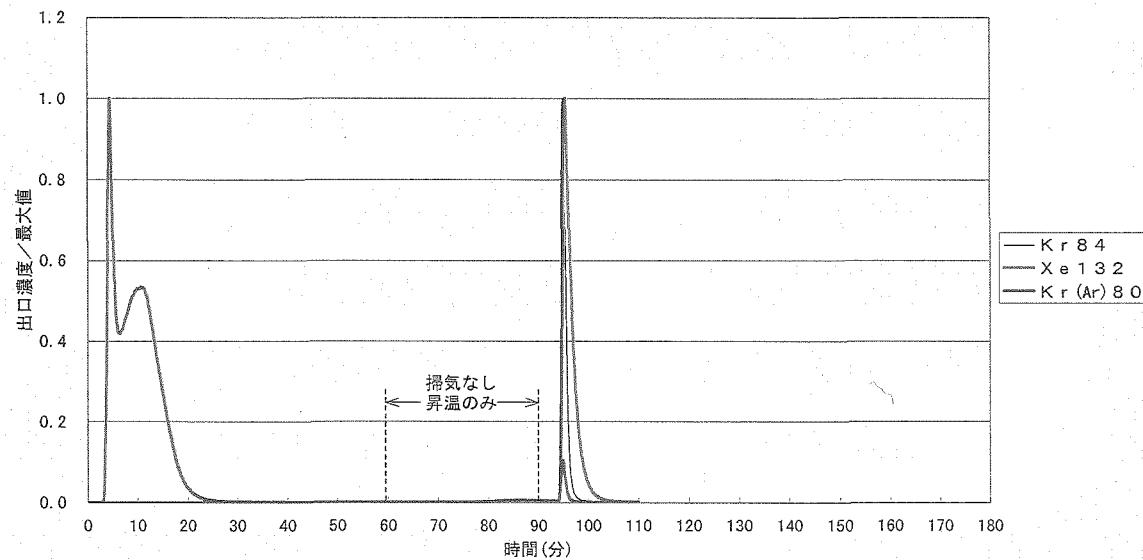


図03-27  $-154.3^{\circ}\text{C}$ , 112kPa, 1ppm/Ar, 吸着9.84NL/min-10min,  
脱着1.02NL/min/He-6.08°C/min( $-180.4^{\circ}\text{C} \sim -120^{\circ}\text{C}$ ), 30min保持, 9.54°C/min( $-120^{\circ}\text{C} \sim 150^{\circ}\text{C}$ ), GW-HH24/42 146

図4.2-4 脱着ピーク曲線 - He 掃気停止の影響  
(昇温開始と同時に He 掃気し、 $-120 \sim 150^{\circ}\text{C}$  掃気停止、  
その後再度 He 掃気 1.02NL/min)

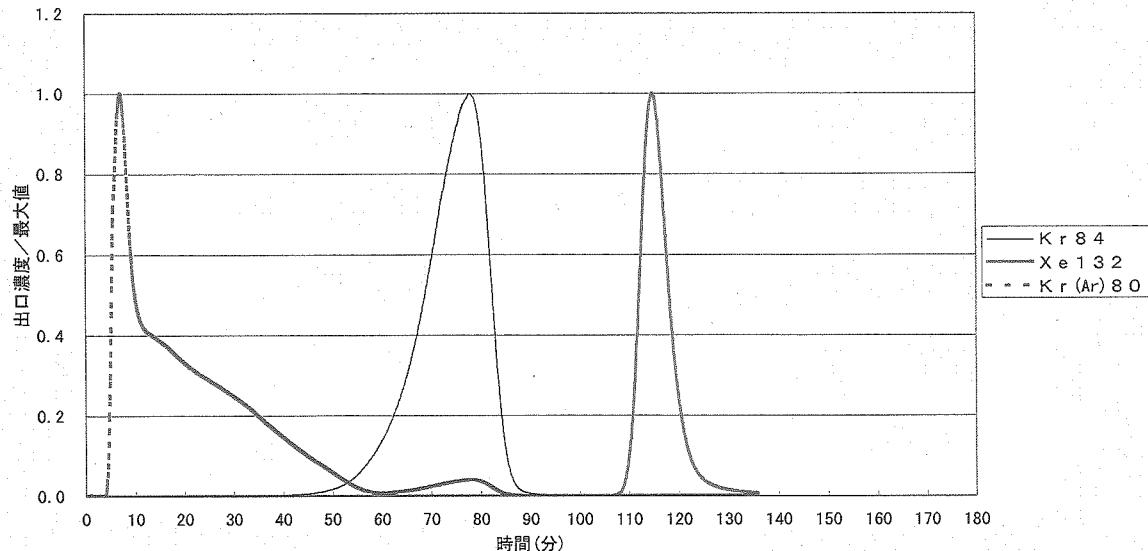


図03-28 -164.2°C, 111kPa, 1ppm/Ar,  
吸着2.695NL/min-60min, 脱着0.11NL/min/He-2.40°C/min(-176.5°C~150°C), GW-HH24/42 147

図4.3-1(a) 脱着ピーク曲線

連続昇温・掃気、昇温速度の影響-2.4°C/min) 出口濃度時間変化

試料ガス主成分 Ar 1時間吸着

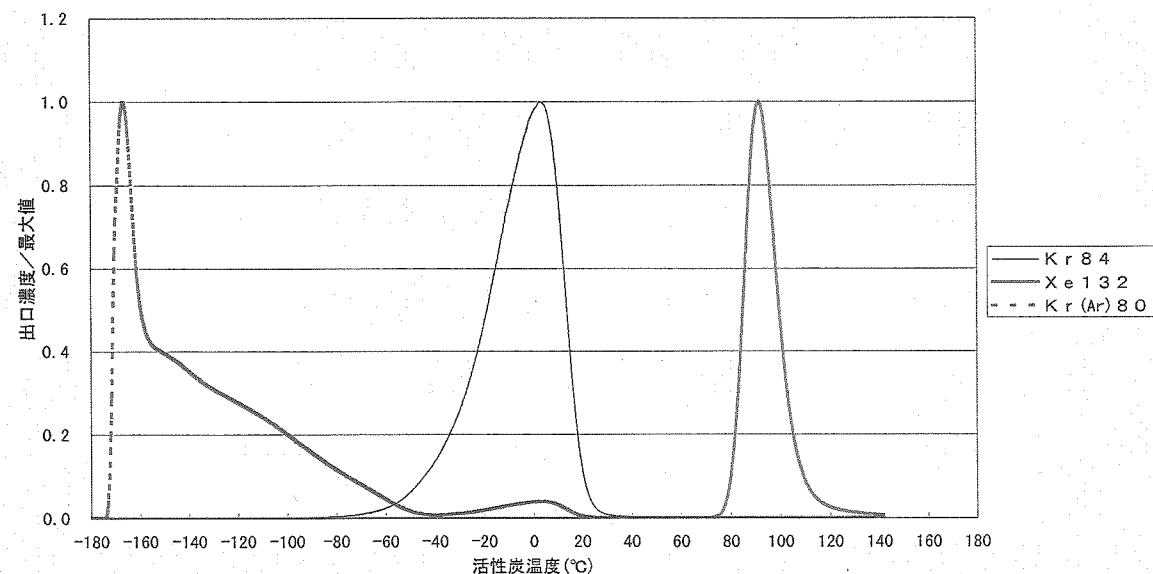


図03-28T -164.2°C, 111kPa, 1ppm/Ar,  
吸着2.695NL/min-60min, 脱着0.11NL/min/He-2.40°C/min(-176.5°C~150°C), GW-HH24/42 147

図4.3-1(b) 脱着ピーク曲線

(連続昇温・掃気、昇温速度の影響-2.4°C/min) 1時間吸着

活性炭温度に伴う出口流出濃度の変化 試料ガス主成分 Ar

(図4.3-1と同一のデータ)

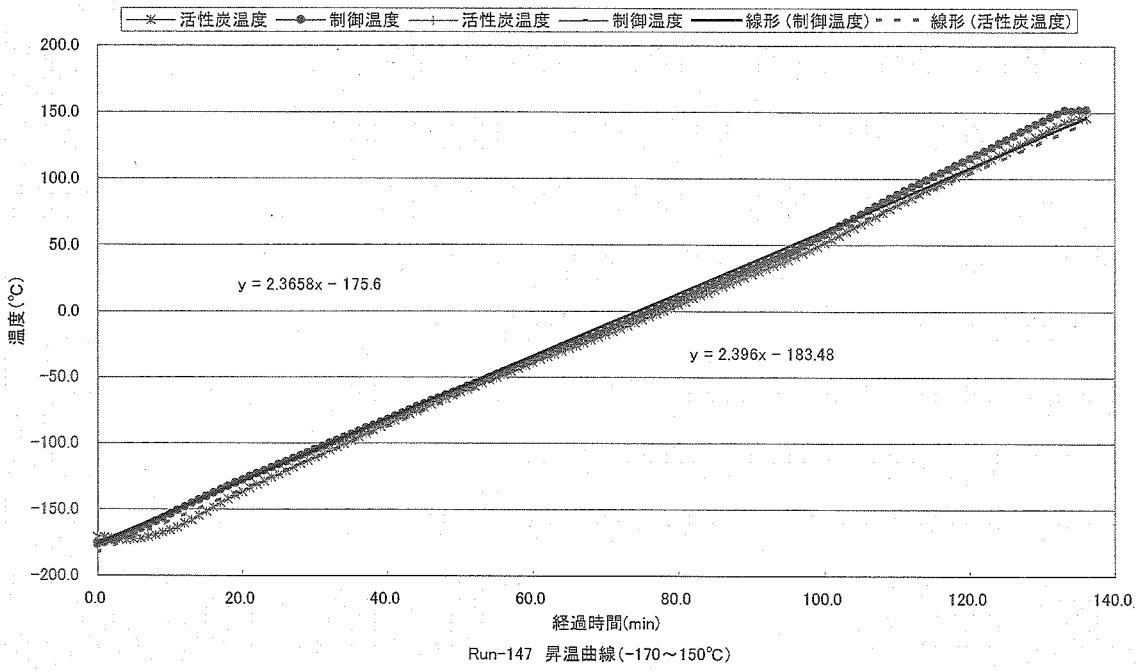


図 4.3-1(c) 昇温脱着時の活性炭温度、制御温度の経時変化  
(連続昇温・掃気、昇温速度の影響-2.4°C/min) (試料ガス主成分 Ar)  
(図 4.3-1(a) と同一のデータ)

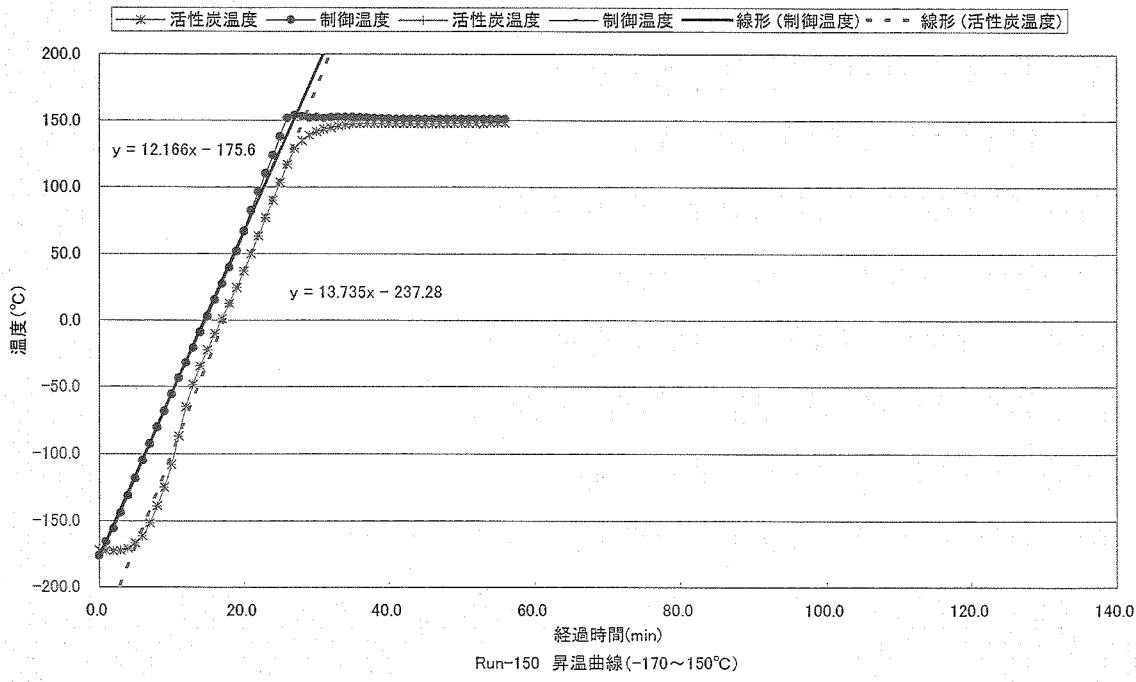


図 4.3-2 昇温脱着時の活性炭温度、制御温度の経時変化  
(連続昇温・掃気、昇温速度の影響-13.7°C/min) (試料ガス主成分 Ar)

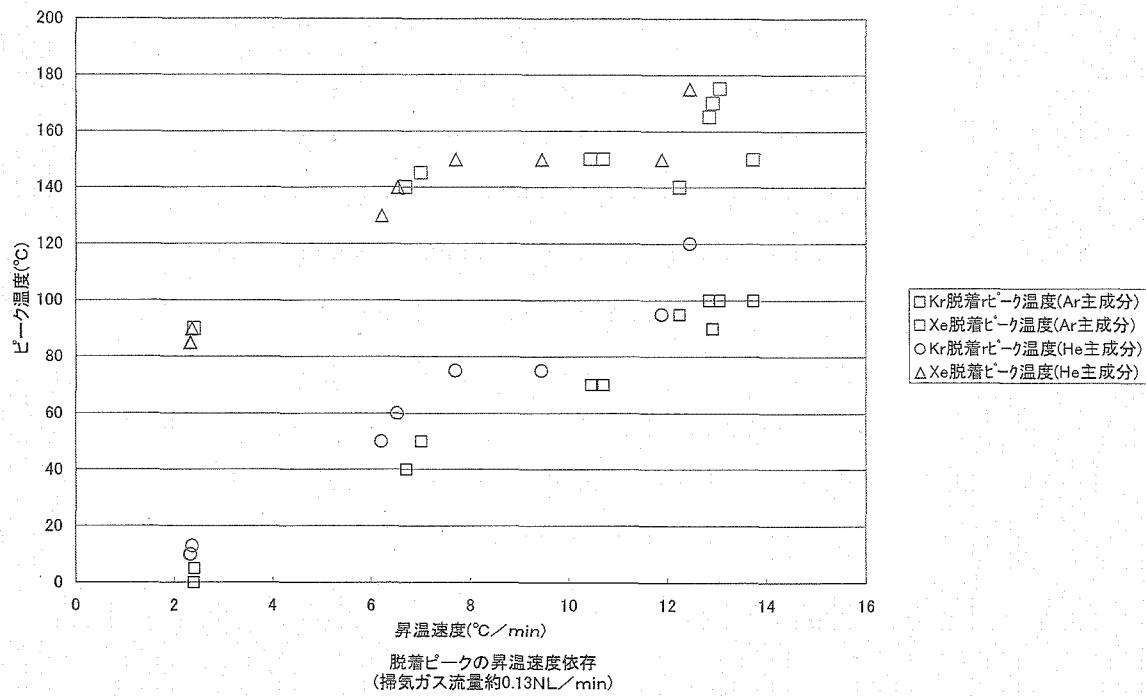


図 4.3-3 脱着ピークの昇温速度依存

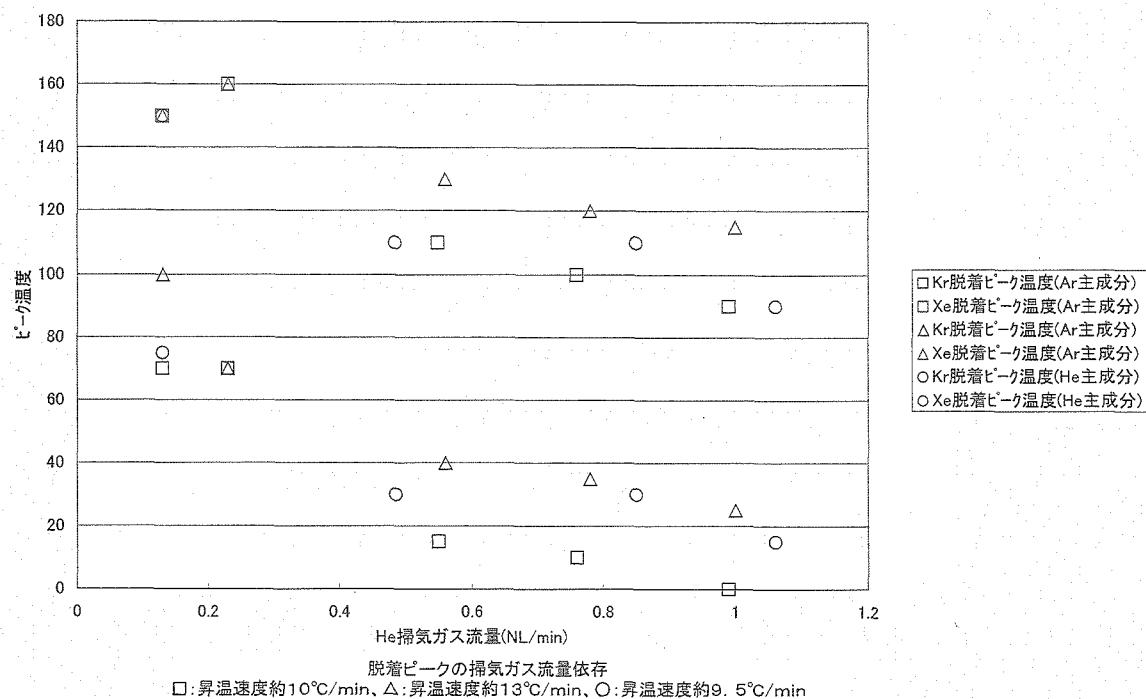


図 4.3-4 脱着ピークの掃気ガス流量依存

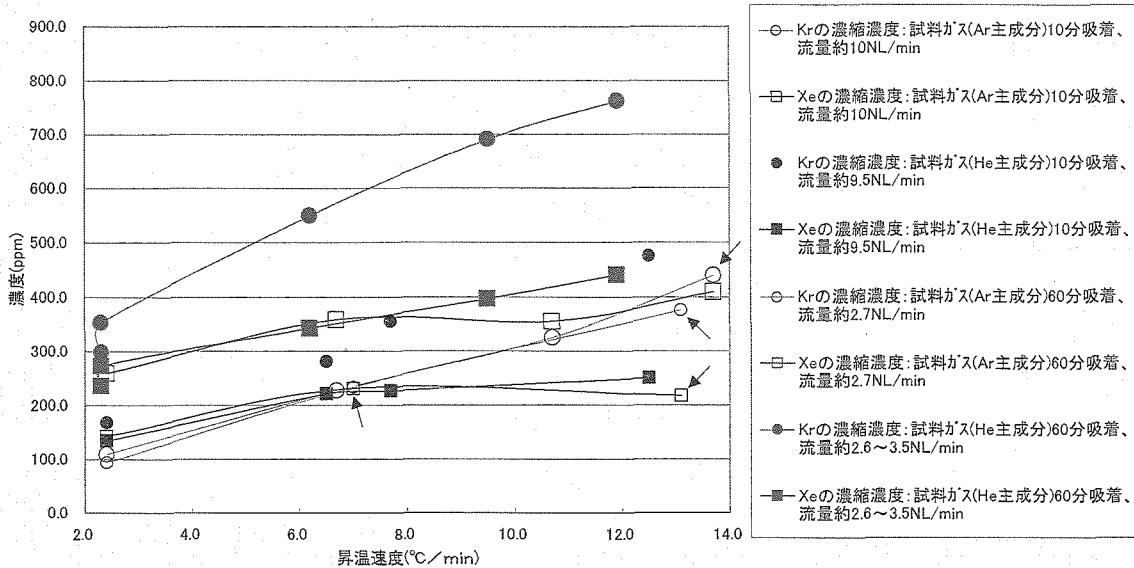
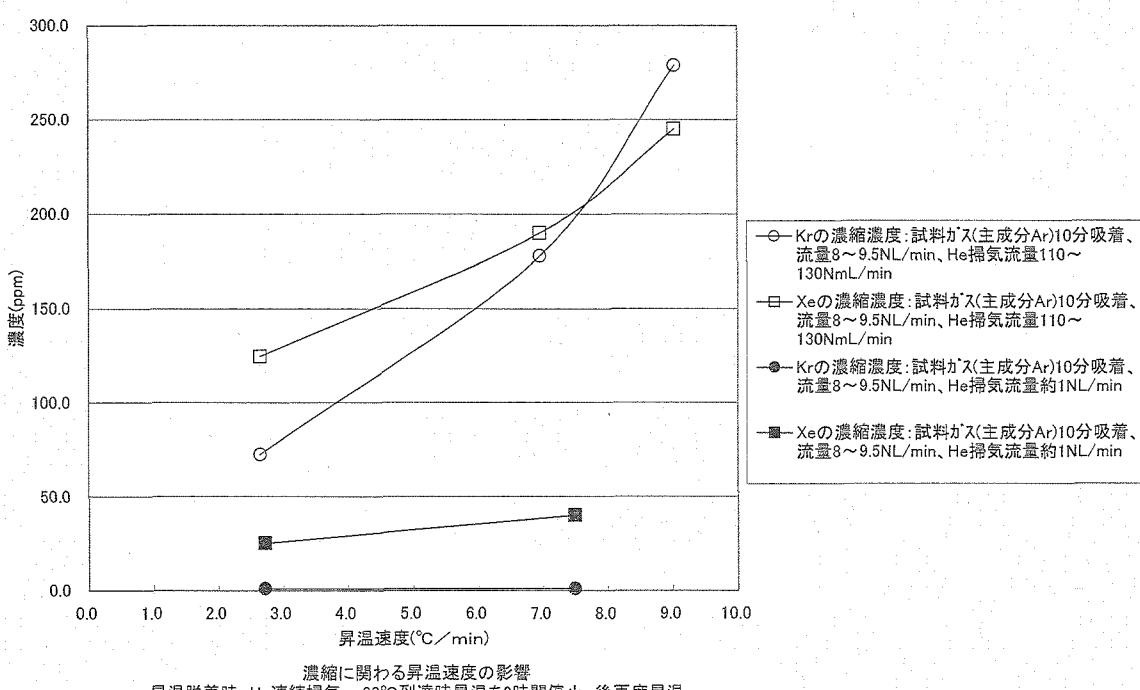


図 4.3-5 濃縮に関する昇温速度の影響(He 掃気流量約 130NmL/min)



昇温開始(150°Cまで)と同時に He 掃気

図 4.3-6 濃縮に関する昇温速度の影響

(昇温脱着時 He 連続掃気、-80°C到達時昇温を 2 時間停止、後再度昇温

(150°Cまで))

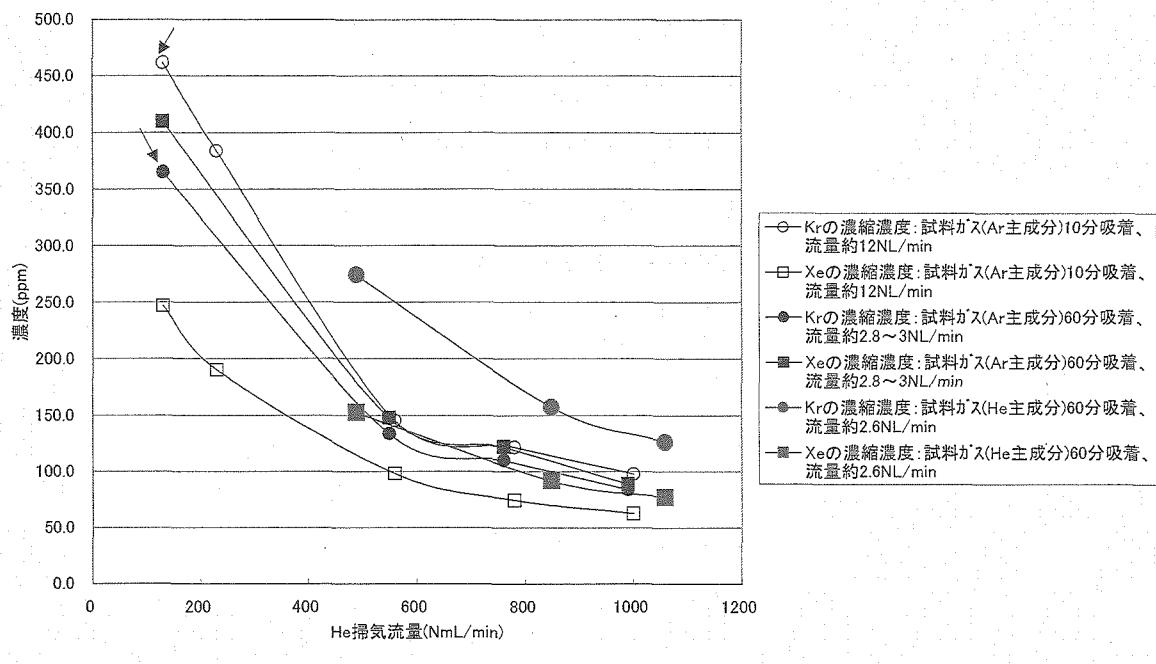


図 4.3-7 濃縮に関わる掃気流量の影響(昇温速度約 9.5~13°C/min)  
昇温開始(150°Cまで)と同時に He 掃気

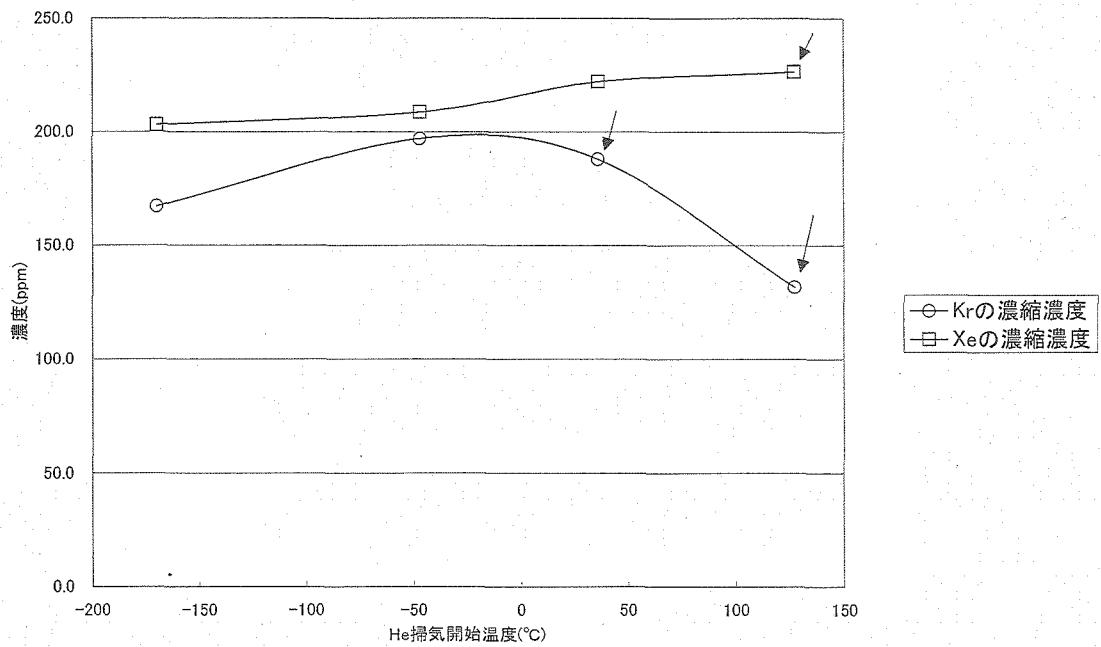
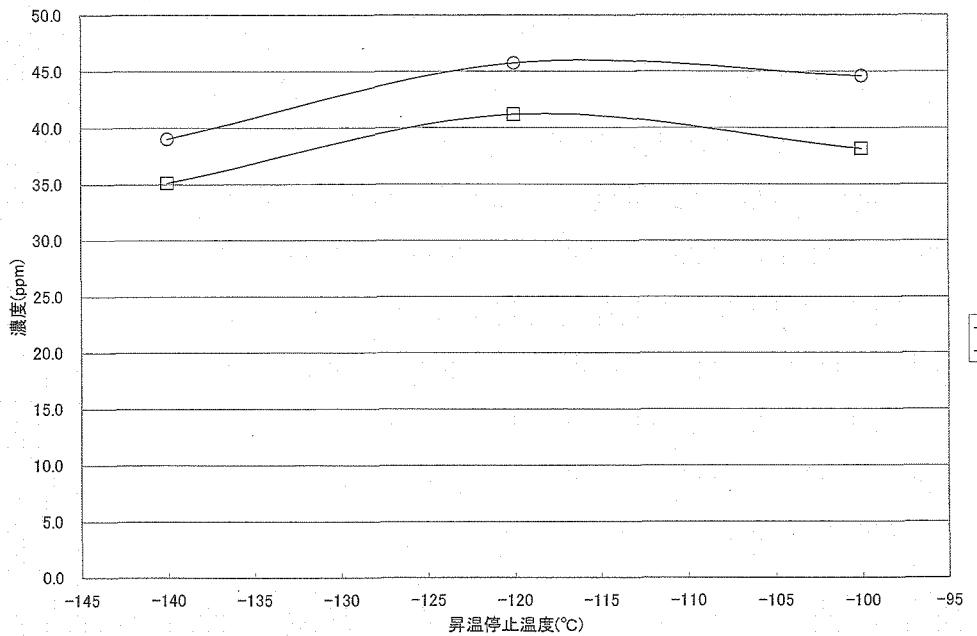
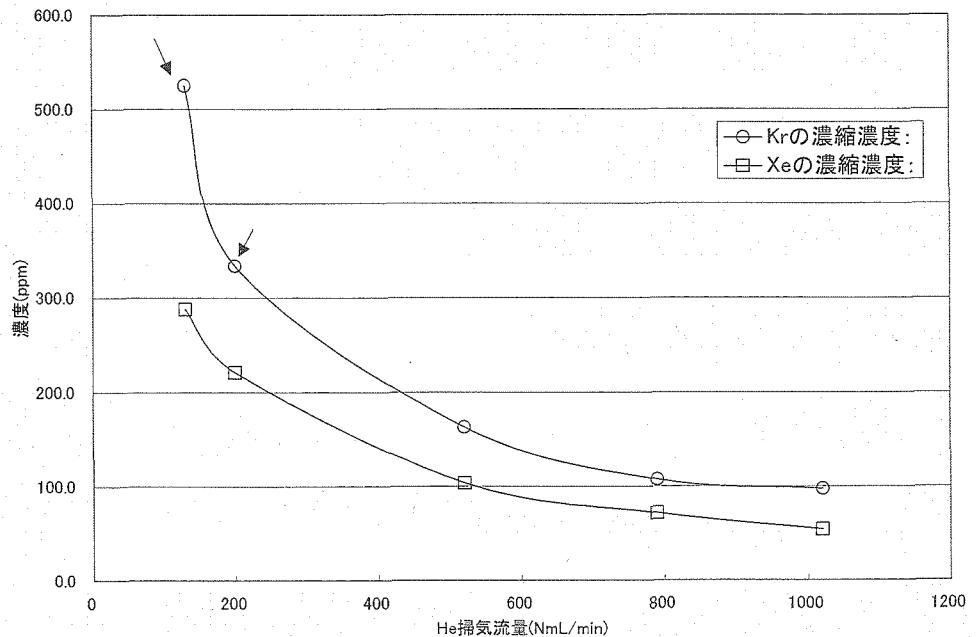


図 4.3-8 濃縮に関わる He 掃気開始温度の影響  
連続昇温(150°Cまで)



濃縮に関する昇温方法の影響—昇温の一時停止について  
試料ガス(Ar主成分)流量8.4~9NL/min、10分吸着、昇温速度約9.6°C/min、He掃気流量約1.05NL/min

図 4.3-9 濃縮に関する昇温方法の影響—昇温の一時停止  
昇温開始(150°Cまで)と同時に He 掃気



濃縮に関するHe掃気停止の影響—120°Cで掃気停止  
試料ガス(Ar主成分)流量約10NL/min、吸着時間10分、昇温速度約9.5°C/min

図 4.3-10 濃縮に関する He 掃気停止の影響—120°Cで掃気停止  
連続昇温(150°C)、150°C到達後 He 掃気再開

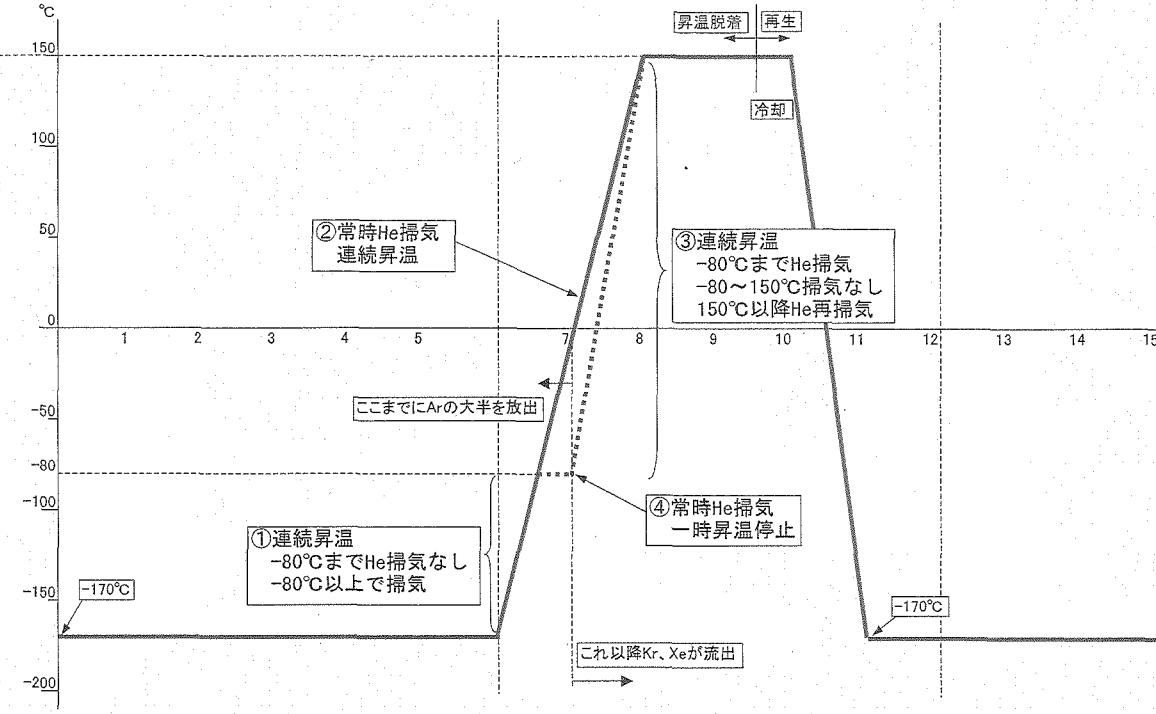


図 4.4-1 運転手順図

## 5. 総括

過去3年間半にわたり、希ガスの活性炭吸脱着特性ならびに濃縮に関する試験を実施し評価を行ってきた。試験は活性炭充填層により吸脱着の破過曲線を得る方法により行い、また、昇温脱着法による濃縮特性を得た。これまでの試験につき、試験概要と結果と評価を以下に総括する。

### 5.1 試験装置

試験装置を設計製作し試験手順を検討した。試験装置の概要を添付資料1(図5-1、図5-2、表5-1)に示す。また、試験手順を添付資料2に記載した。

### 5.2 基礎試験

-180~150°Cに調整された活性炭充填塔において、He、またはArに1ppm~1000ppmのKrおよびXeが混合された試料ガスを、0.1~1l<sub>N</sub>/min導入し、出口から流れるKr、Xe濃度の時間変化破過曲線を把握した。また、Krが飽和された後、活性炭塔に純ArまたはHeを、吸着時と同じ流量で導入することにより、脱着破過曲線を把握した。

結果は以下のようになった。関連図表を添付資料3に示した。

- ① Kr、Xe濃度10ppm以下において、0°C以上では、吸着特性に濃度の影響がないことがわかった。この場合、吸脱着破過曲線は、図5-3、図5-4のように相互に対称形になり、濃度対分圧の吸着平衡関係が直線型であることが理解できた。ただし、1000ppmでは、低濃度の場合に比べXeの破過時間が短くなった。
- ② 試料ガスの主成分がArガスの場合、Arガスの吸着がKr、Xeの吸着を妨げ、Heガスを主成分とした試料ガスでの試験結果に比べ破過時間が短くなかった。これは、低温ほど顕著で、図5-4のように、Heを主成分とした試料ガスでの試験結果に比べ、-80°Cで破過時間が約6分の1になることが分かった。これにより、低温で吸着、高温でHe掃気による脱着を繰返せば、Kr、Xeに比べ吸着性の乏しいArを漸次減らす事ができ、活性炭内に希ガスが濃縮されていくことが確認できた。
- ③ -180°Cの試験では、大気圧下において図5-5のように比較的良好な破過曲線が得られたが、112kPaの試験では、図5-6のように破過曲線に大きな乱れが生じる事を確認した。これは、試験条件が

Ar の飽和蒸気圧を超えており液化していることが原因であった。

各希ガスの飽和蒸気圧を図 5-7、図 5-8 に示した。

④Kr、Xe の動的吸着平衡係数を整理し、図 5-9、図 5-10 に示した。

### 5.3 活性炭の比較試験

活性炭の比較試験条件を、添付資料 3 の表 5-2 に、構造データなどの比較を表 5-3 に示す。試験の結果得られた動的吸着平衡係数の比較を図 5-11 に示す。低温吸着－高温脱着方式の希ガスの濃縮の観点から、今回の試験結果を整理すると以下の通り。

①活性炭の種類を変えた試験では、粒子径が小さいほど、比表面積が大きいほど、破過時間が長く、破過曲線の傾きが立ち上がっていいる(添付表 3、図 5-12)。比表面積の大きな活性炭は有機溶剤向けのもので、比表面積の小さい活性炭は、常温で軽水炉等で使われている。

②粒子サイズの小さい活性炭の方が良好な特性を示したのは、粒子内の拡散抵抗が小さいためと考える。

③メーカの違いより、比表面積の違い、原材料の違いが支配的である。

以上より、クラレコール GW-HH24/42、ダイアソープ炭はいずれも今回の目的に適った活性炭であることが判明した。

### 5.4 濃縮特性試験

試験は活性炭充填層により吸脱着の破過曲線を得る方法と同様に行い、また、昇温脱着法による濃縮特性を得た。これらの試験結果から以下の結論を得た(添付図表は添付資料 3)。

①-180°Cにおいて、1 ppm の Kr、Xe を含む Ar 主成分の試料ガスで吸脱着破過特性を取得した。この結果、大気圧では良好な破過曲線が得られるが、試験圧力 112kPa[gage]では、Ar ガスが凝縮し、活性炭の吸着性能を著しく低下させる(5.2 の③既出)。

②-180°Cの試験で、1000ppm の Kr、Xe を含む場合は、図 5-13 のように、大気圧であっても、Xe に凝縮が起こり、脱着破過曲線が波打つ現象が生じる。この場合、Xe の量がわずかであるため、吸着時にはほとんど影響がない。

③-170°Cの試験では、図 5-14 のように 112kPa[gage]、また Kr、Xe の濃度が 1000ppm であっても、通常の良好な破過曲線が得られることが分かった。濃縮対象ガスの飽和蒸気圧と運転条件との兼ね

合いが条件設定の際、重要である。

- ⑤Kr、Xe の Ar ガスからの分離の観点からは、昇温速度を小さくし、He 掃気流量は大きい方が良い結果が出た(本文図 4.3-5, 6)。Ar ガスの影響は、掃気流量が小さい場合、また昇温速度が大きい場合ほど大きいようである。なお、He 掃気なしで昇温脱着のみの場合は、0 °C以上まで昇温させることは好ましくなさそうである。(本文図 4.3-8)
- ⑥Kr、Xe の濃縮に関し、脱着ピーク濃度は、昇温速度が大きいほど高く、He ガス掃気流量が小さいほど高くなることが確認できた(本文図 4.3-5, 6)。
- ⑦脱着ピークが生じる活性炭温度は、昇温速度が大きいほど高くなり、He ガス掃気流量が大きくなるほど低くなる。前者の差の方が顕著である(本文図 4.3-3, 4)。
- ⑧昇温脱着の過程で掃気ガスを停止する効果は、昇温速度が小さい場合、より高温まで昇温させてから He ガスの掃気を開始する方が高い濃度が得られたが、昇温速度が大きいと、Ar ガスの影響を受け、0 °C以上まで掃気を待つ場合は特に Kr のピークが大きく乱れることが判った。昇温脱着開始と同時に He ガス掃気を開始し、途中で掃気を停止する場合は、-140°C～-100°Cの範囲では、脱着ピークの濃度に有意差は見られなかった。しかし、-140°Cで掃気を止めた場合は、Ar の脱着が十分でなくかなりの量が活性炭塔内に残留しており、分析への影響が出る。Ar ガスからの分離の観点からは、He 掃気なしで昇温のみの工程を設定する場合は、掃気流量、昇温速度の選び方が複雑になるので、常時掃気する方式が好ましい。

なお、結果にもとづき、濃縮手順について数ケース検討評価した。

(4.4 の 5) 参照)

## 5.5 質量分析計試料導入部材料試験

質量分析計への試料導入部に関し、孔径の極めて小さいキャピラリーチューブを使用するが、適当な材料を選定するために試験した。試験条件を、添付資料 3 の表 5-4 に示す。試験方法は、活性炭試験と同様の方式で特性を探ったが、活性炭塔はバイパスさせた。試験の結果を添付資料 3 とともに示す。

①試料導入部キャピラリーについて、フューズドシリカ、SUS316、シリコスチール、HP-5について試験した。この結果、試料ガスのキャピラリー通過時間は出入口圧力差に逆比例、温度に比例、長さに略比例することが確認でき、以下のような設計式であらわすことができた。

#### 試料ガスのキャピラリー通過時間

a. 長さに略比例(図 5-15)

$$30^{\circ}\text{C}、0.25\text{mm}\phi \text{の場合、通過時間(秒)} = 11.34 \times L^{1.168}$$

$$30^{\circ}\text{C}、0.32\text{mm}\phi \text{の場合、通過時間(秒)} = 3.311 \times L^{1.251}$$

b. 出入口圧力差に逆比例(図 5-16)

$$\text{通過時間(秒)} = L / u = \text{constant} \times L^2 / \Delta P$$

c. 温度に比例(図 5-17)

$$-75\text{kPaG} : \text{通過時間(秒)} = 1327.46 + 6.297 \times \text{温度}({}^{\circ}\text{C})$$

$$-50\text{kPaG} : \text{通過時間(秒)} = 736.817 + 4.601 \times \text{温度}({}^{\circ}\text{C})$$

$$0\text{kPaG} : \text{通過時間(秒)} = 330.283 + 2.229 \times \text{温度}({}^{\circ}\text{C})$$

$$50\text{kPaG} : \text{通過時間(秒)} = 228.587 + 1.547 \times \text{温度}({}^{\circ}\text{C})$$

$$100\text{kPaG} : \text{通過時間(秒)} = 172.204 + 1.194 \times \text{温度}({}^{\circ}\text{C})$$

②キャピラリー材料によっては、不純物を管壁に吸着していて、対象成分の分析に影響を及ぼすが、1ppm濃度の希ガス濃度の場合は、ほとんど影響が無いことが分かった。10ppb以下ガスでも明確なピークが確認できた。

#### 参考文献

- (1) 「活性炭吸脱着特性に関する試験の評価」報告書(2002年2月、東芝)
- (2) 丸山、長友、小林：活性炭の希ガスに対する吸脱着特性の研究  
(I)(II) WERC研究成果報告書(2001、2002)

## 添付資料 1

表 5-1 試験装置概略仕様

図 5-1 試験装置概略フロー図

図 5-2 シリンジ注入口

表 5-1 試験装置概略仕様

項目	取合い内容	備 考
配管径および材質	1/8BSch40、SUS304TP	スエジロック等で取合う
流量	0.1~20 l <sub>N</sub> /min	
温度	-196°C~200°C	模擬アルゴンガス除去装置において、希ガス吸着時の活性炭温度は-196°C、希ガス脱着時は100~200°Cになる。質量分析計への導入ガスは常温となるよう、試験装置では配管長を適切に設け、また保温ヒータ等が設置されるものとする。
圧力	大気圧に対し、微正圧	質量分析計へのガス導入に関して圧力調整が必要な場合は、取合部下流側に弁を設ける。
流体種類	ヘリウムガス アルゴンガス	純度は99.999%以上。

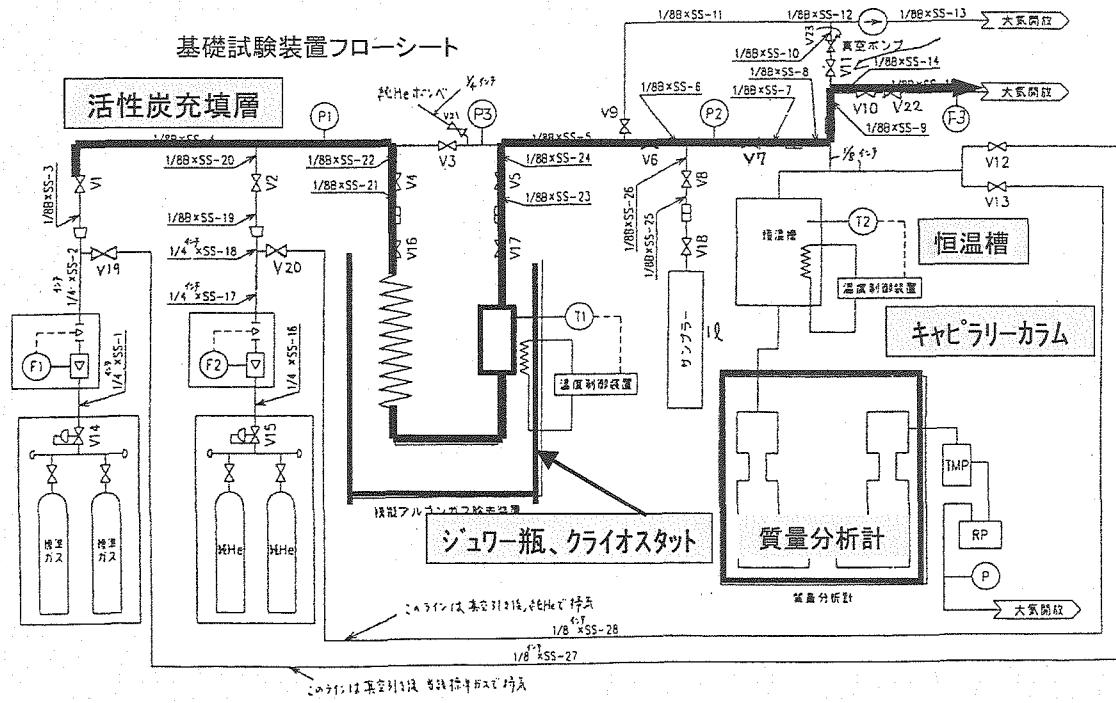


図 5-1 試験装置概略フロー図

従来の装置に、  
シリンジの注入口を追加

昇温脱着終了後、試験条件と同一の温度・圧力・He流量の下、濃度既知の標準ガスを所定量注入しピーク面積を得る。注入量を変化させ対面積の検量線を得る。

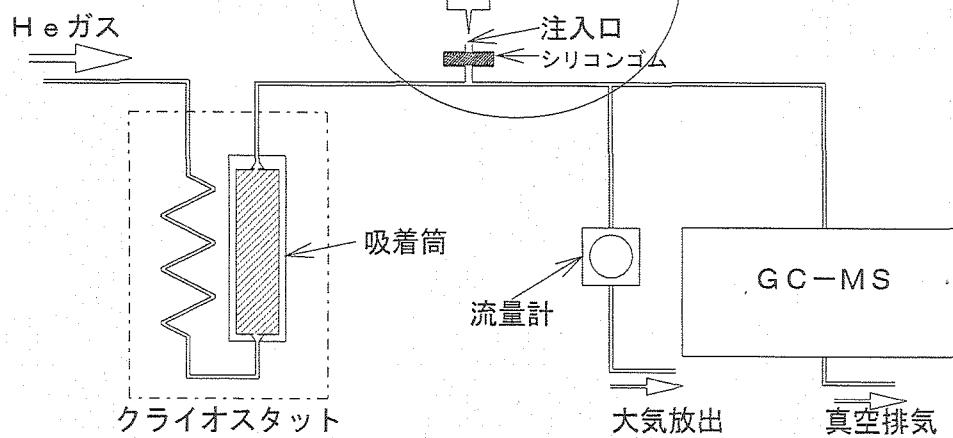


図 5-2 シリンジ注入口

## 添付資料 2

### 試験手順

## 活性炭吸脱着試験手順

### 1. 準備

- ①充填部にリボンヒータを巻き、200°Cに調節。この場合も、活性炭が燃えないよう早めに真空引きを開始する。バルブは、V3、V4を閉じ、V<sub>4</sub>、V<sub>3</sub>は連結、V5、V6、V9、V16、V17は開き、V1、V2、V7、V8、V10、V11、V14、V15は閉じる。この状態で2時間真空引き。
  - ②ヒータを外し空冷。この時、V4、V5はV<sub>4</sub>を隔離。V15、V2を開き、試験で使う標準ガスの主成分となっているガスの純ガス(純Arか純He)を少し導入し系を掃気する。V10を開き、適当なところで、V9を閉じ真空引きを停止、V7を微開。純ガスを流したままV4、V5を開放にして、活性炭充填部にも純ガスを導入する。出口流量計F3を見ながら、流れていることを確認しつつ進める。
  - ③上記操作のまま、U字充填部を所定の温度に調整をする。低温の試験になるほど、標準ガスが大量に吸着し吸着熱を発生するので、充填層内の温度が安定するまで余計に時間がかかる。この場合、ガスの導入は多く必要になる。
  - ④この間、分析系、記録計、その他の準備は並行して進めていく。
  - ⑤安定したら、入口流量計F2、入口圧力計P1、出口圧力計P2を見ながら、系統圧力が試験圧力になるように背圧弁V22またはリーク弁V23を絞り、圧力調整する。試験圧力によりV22かV23が異なる。V7は全開とする。
- (注)分析計への流路を事前に真空引きする必要があるなら、②の直前にその操作を入れる。

### 2. 吸着試験

- ①準備状況が安定したら、V4、V5を動かし、U字充填部を隔離する。V15、V2を閉じ純ガスを止め、V14、V1を開き標準ガスを導入する。入口流量計F1を見ながら、所定の流量にする。V22、V23を調節してP1を所定の試験圧力にする。
- ②全て調整が出来たら、分析系で、濃度測定し、標準ガス組成を確認しておく。V4、V5を切り替え、V<sub>3</sub>を閉じ、流れがU字充填層に流れるように切り替え、試験開始。
- ③分析系で分析を進める。出口濃度の時間変化を記録していく。室温、恒温層温度、充填層温度、各圧力、各流量も逐次記録していく。
- ④出口濃度が入口濃度に等しくなったら、V4、V5を閉じ、V3を開き、V<sub>4</sub>を隔離し試験終了。この時、V14、V1を開じ標準ガスを止めると同時に、V6も閉じる。

### 3. 脱着試験

- ①吸着試験後、V9を開き系を真空引きする。V15、V2を少しづつ開き、純ガス

を導入しながら系を掃気する。少しづつ、V6 も開き、V9 を閉じる。この時、V4、V5 の状態は変えず、U 字充填部は隔離したままバイパスラインにのみ流すこととする。

②入口流量計 F2 を見ながら、所定の流量(吸着時と同じ流量)にする。V22、または V23 を調節して P1 を所定の試験圧力にする。

③全て調整が出来たら、分析系で、濃度測定し、純ガスであることを確認しておく。V4、V5 を開け V3 を閉じ、流れが U 字充填層に流れるように切り替えて、試験開始。

④分析系で分析を進める。出口濃度の時間変化を記録していく。室温、恒温層温度、充填層温度、各圧力、各流量は逐次記録していく。

⑤出口濃度が当初の 100 分の 1 以下なったら、V4、V5 を閉じ、V3 を開き、V4を隔離し試験終了。この時、V14、V1 を閉じ標準ガスを止めると同時に、V6 も閉じる。

## 添付資料 3

表 5-2 活性炭比較試験条件

表 5-3 活性炭構造データ比較

表 5-4 分析計資料導入部 キャピラリーカラム試験内容

図 5-3 吸脱着破過曲線 (0°C)

図 5-4 吸脱着破過曲線 (-80°C)

図 5-5 吸脱着破過曲線 (-179°C、大気圧)

図 5-6 吸脱着破過曲線 (-180°C、112kPa (Gage))

図 5-7 希ガスの飽和蒸気圧曲線

図 5-8 希ガスの飽和蒸気圧曲線拡大図

図 5-9 Kr の動的吸着平衡係数

図 5-10 Xe の動的吸着平衡係数

図 5-11 Kr の動的吸着平衡係数 (-170°C) による活性炭の性能比較

図 5-12 破過曲線の活性炭による相違

図 5-13 吸脱着破過曲線 (-180°C、大気圧、Kr、Xe 1000ppm)

図 5-14 吸脱着破過曲線 (-170°C、112kPa (Gage)、Kr、Xe 1000ppm)

図 5-15 試料導入部材料試験-導入部長さと試料通過時間の関係

図 5-16 試料導入部材料試験-導入部出入口圧損と試料通過時間の関係

図 5-17 試料導入部材料試験-導入部温度と試料通過時間の関係

表 5-2 活性炭比較試験条件

ベースガス	Ar、He
含有希ガス	Kr、Xe
希ガス濃度	1 ppm
吸着試験温度	-180～-160°C
濃縮時掃気ガス	He
濃縮時昇温速度	約 2 °C/min
吸着時圧力	大気圧、弱正圧
脱着時圧力	大気圧
流量	0.1～3 l N/min

表 5-3 活性炭構造データ比較

	ダイアソーブ ZH28-48	クラレコール GW-HH24/42	クラレコール GW-HH12/20	クラレコール GA12/20	武田 LGN-066	武田 LGN-067	武田 LGN-071
充填密度 g/ml	0.362	0.415	0.395	0.542	0.631	0.602	0.522
比表面積 m²/g	1654	1700	1620	910	575	700	1008
乾燥減量 wt%	0.2	2.5	1.1	1.1	0.2	0.2	0.2
硬度 wt/%	96.5	98.4	98	99.2	92.1	94.2	94.4
ベンゼン吸着量 wt%	49	54.7	52.5	25.1	17.5	21.2	32.9
累積細孔容積 ml/g	0.75	0.59	0.53	0.27	0.244	0.298	0.441
ミクロ孔径 Å	19.4	13.5	13.5	8.1	17	17	17.5
原材料	ヤシガラ	ヤシガラ	ヤシガラ	ヤシガラ	ヤシガラ	ヤシガラ	ヤシガラ
動的吸着平衡係数 (ml N/g) Kr,-170°C	22500	24300	23600	16200	9700	13400	19900
濃縮倍率	Kr:34 Xe:64	Kr:46 Xe:72	Kr:32 Xe:55	Kr:26 Xe:41	Kr:14 Xe:27	Kr:21 Xe:29	Kr:23 Xe:54

表 5-4

## 分析計試料導入部 キャピラリーカラム試験内容

項目	
キャピラリーチ種類	フューズドシリカ SUS316L シリコスチール
口径(mm $\phi$ )	0. 25、0. 32
長さ(m)	6. 5~45
温度(°C)	30、150、250
入口圧力(kPa G)	100、50、0、-50、-75

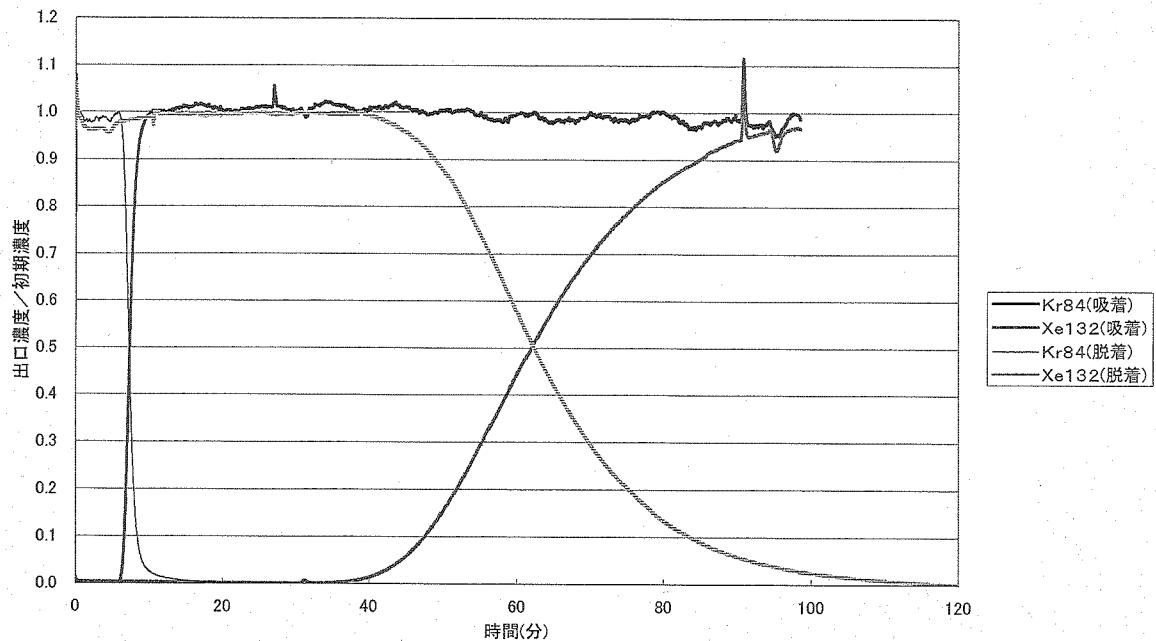
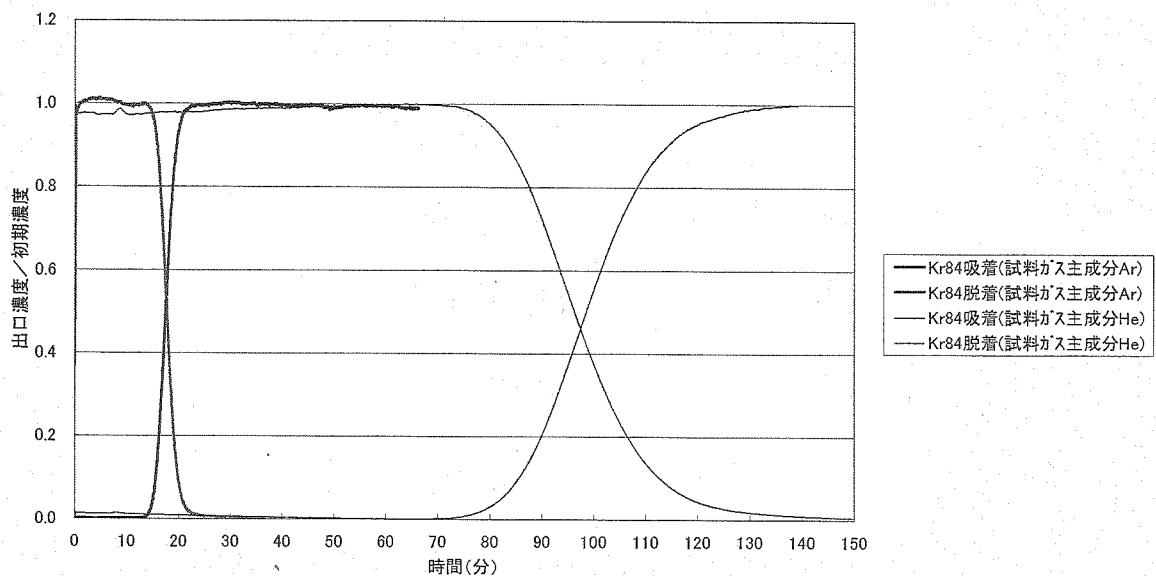


図 5.1-3 0°C, 1ppm, He-Xe, 0.333NL/min, 吸脱着, ダイアソーフZH28-48(He-He)03A

図 5-3 吸脱着破過曲線(0°C)(試料ガス主成分 He/Kr、Xe 各 1ppm 混合)  
吸脱着曲線が出口濃度/初期濃度 0.5 の線で対称形—吸着平衡が直線比例



吸脱着破過曲線の比較(-80°C, Kr、Xe 濃度各1ppm)

図 5-4 吸脱着破過曲線(-80°C)(試料ガス主成分 He または Ar/Kr、Xe 各 1ppm 混合)

吸脱着曲線が出口濃度/初期濃度 0.5 の線で対称形—吸着平衡が直線比例

試料ガス主成分が He の場合は主成分が Ar の場合に比べ破過時間が極めて長い。

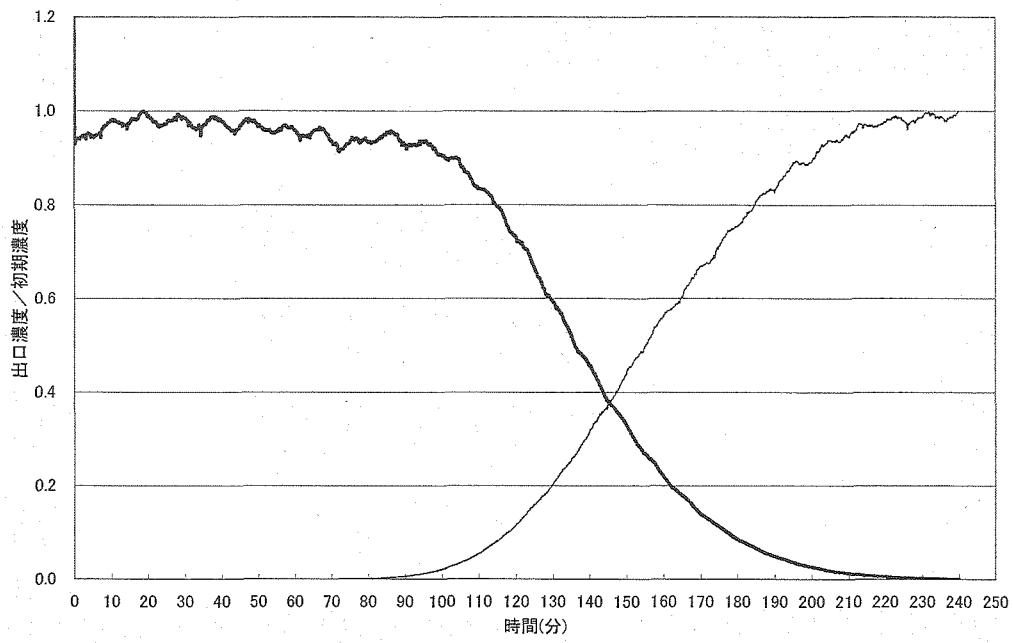
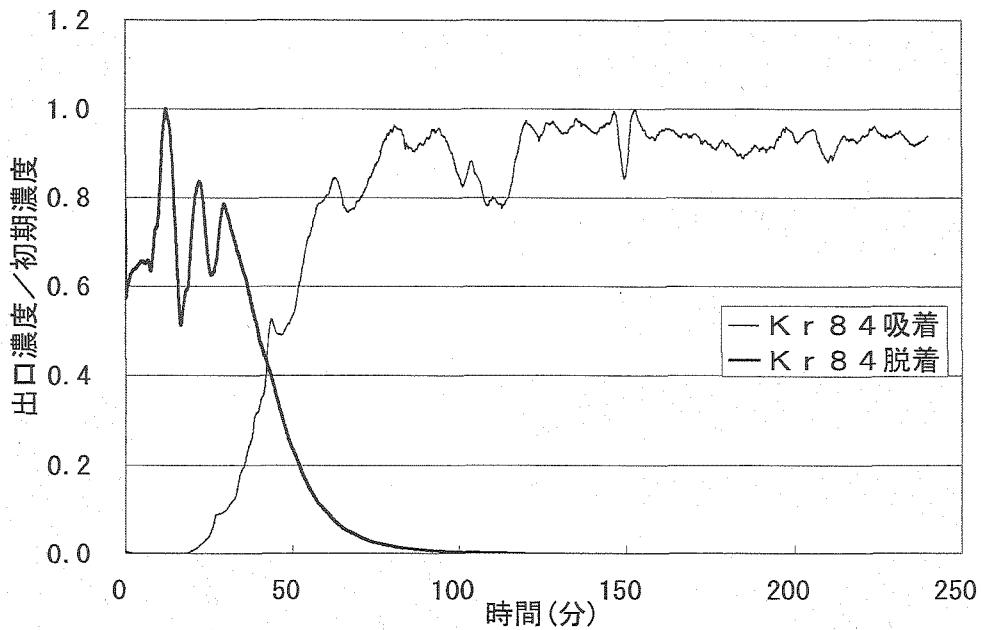


図3.3 吸脱着破過曲線  
-179°C, 0kPa, 1ppm/Ar, 吸着2.13NL/min, 脱着2.31NL/min, クラレコールGW-HH24/42 32A

図5-5 吸脱着破過曲線(-179°C、大気圧)(試料ガス主成分 Ar/Kr、Xe 各 1ppm 混合)

大気圧での試験結果、通常の破過曲線になっており、破過時間も 140 分以上と長い。



-180°C, 112kPa, 1ppm/Ar, 吸着2.07NL/min, 脱着2.28NL/min,  
GW-HH24/42 34

図5-6 吸脱着破過曲線(-180°C、112kPa(Gage))

(試料ガス主成分 Ar/Kr、Xe 各 1ppm 混合)

Ar が飽和蒸気圧を越え凝縮したため、破過曲線が乱れている。破過時間も短い。

### 希ガスの飽和蒸気圧

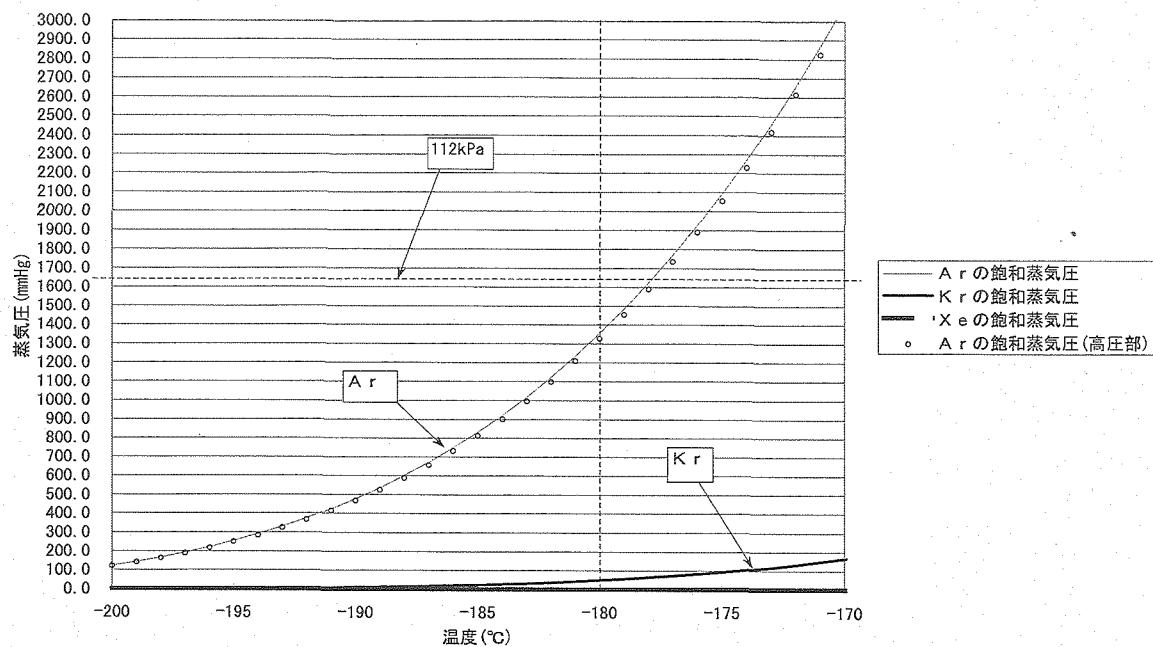


図 5-7 希ガスの飽和蒸気圧曲線(Antoine 式：化学工学便覧による)

### 希ガスの飽和蒸気圧

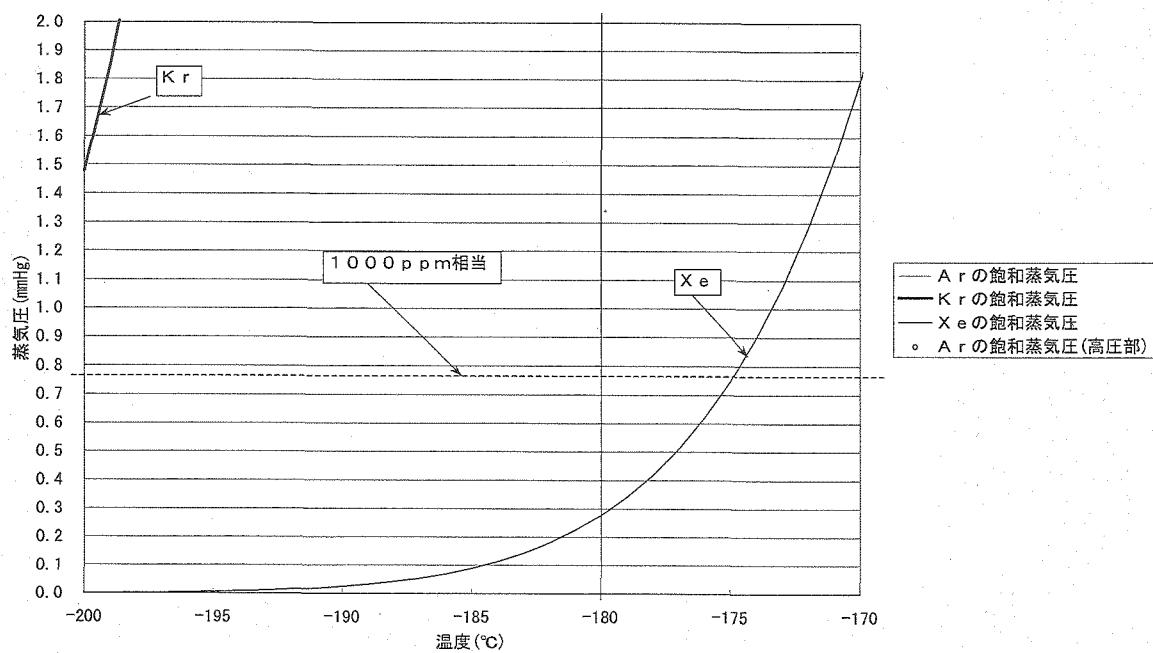
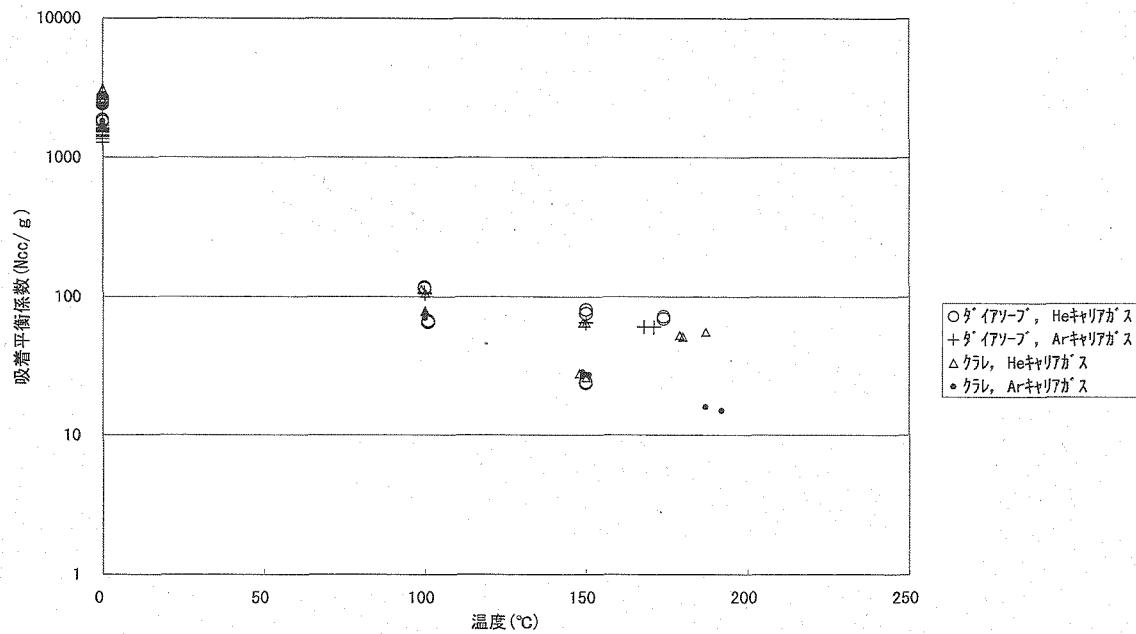
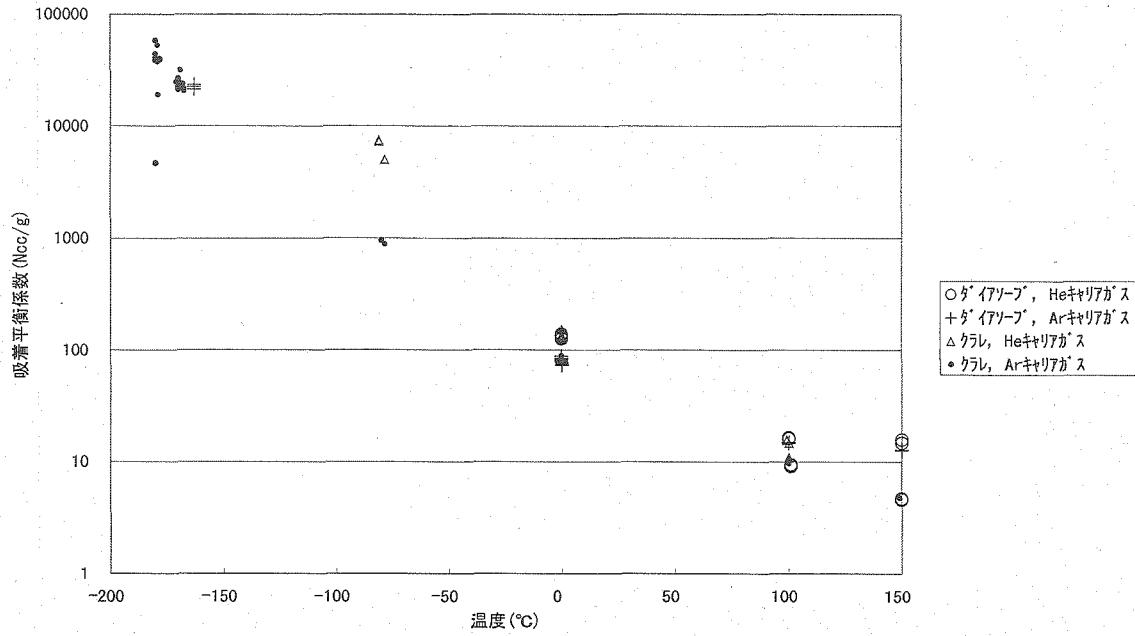


図 5-8 希ガスの飽和蒸気圧曲線拡大図(Antoine 式：化学工学便覧による)



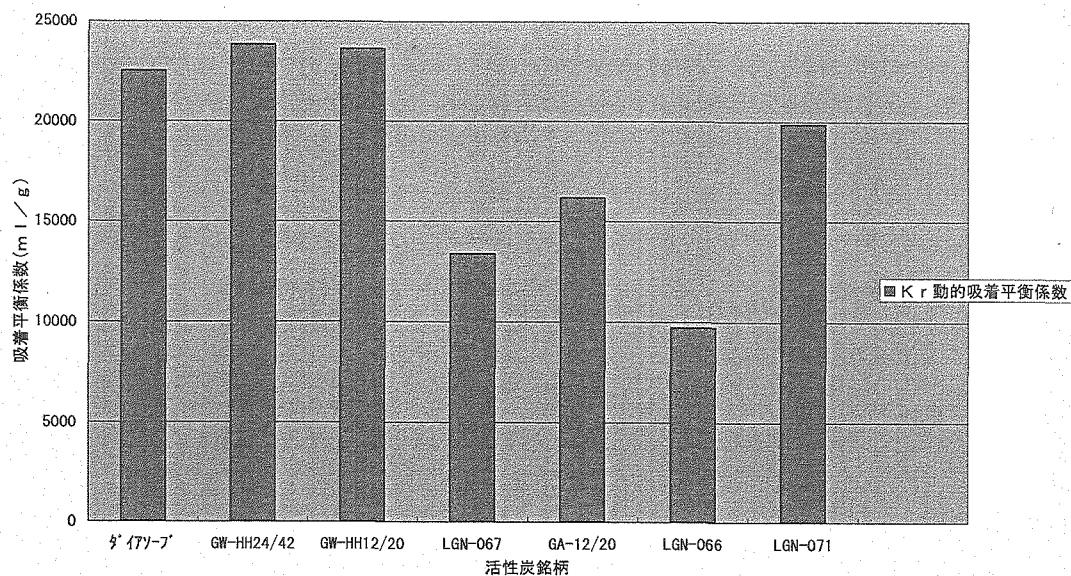
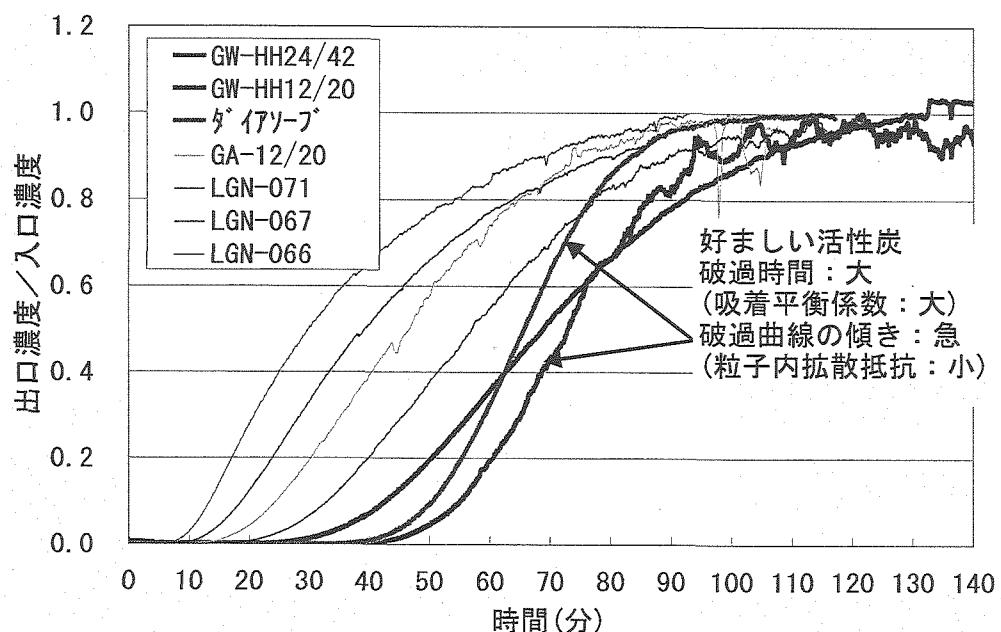


図 3-29 Kr 動的吸着平衡係数の活性炭による差違

図 5-11 Kr の動的吸着平衡係数 (-170°C) による活性炭の性能比較



吸着破過曲線の活性炭による相違 (-170°C, 0 kPa)  
活性炭量 8 g / 流量 3 l<sub>N</sub>/min 換算

図 5-12 破過曲線の活性炭による相違

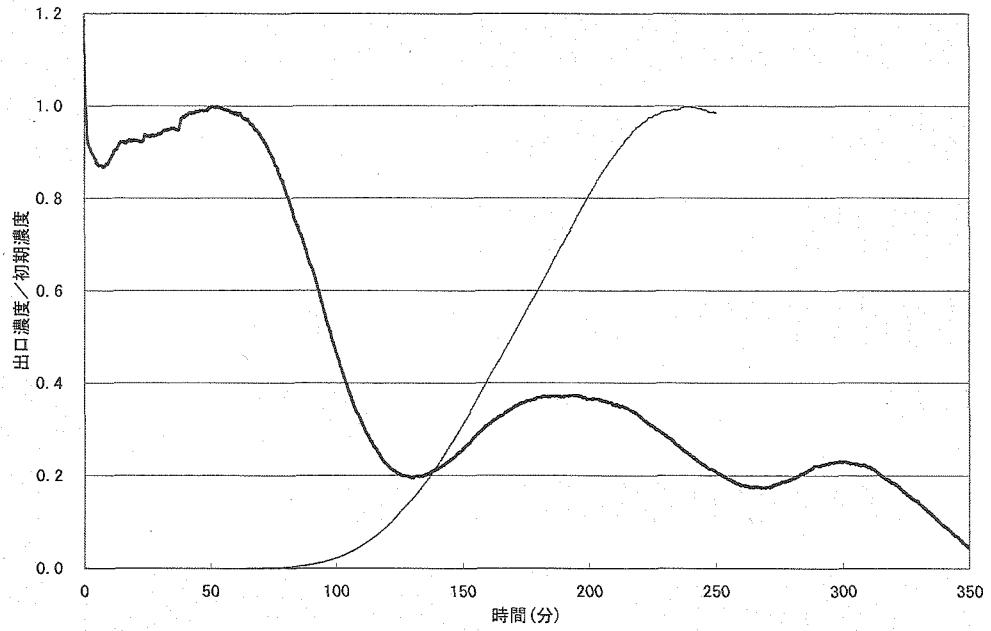


図3.6 吸脱着破過曲線  
-180°C, 0kPa, 1000ppm/Ar, 吸着2.83NL/min, 脱着3.33NL/min, GW-HH24/42 50

図 5-13 吸脱着破過曲線(-180°C、大気圧、Kr、Xe 各 1000ppm)

Xe 濃度が飽和蒸気圧を越えたため活性炭表面で凝縮、脱着曲線が乱れている。

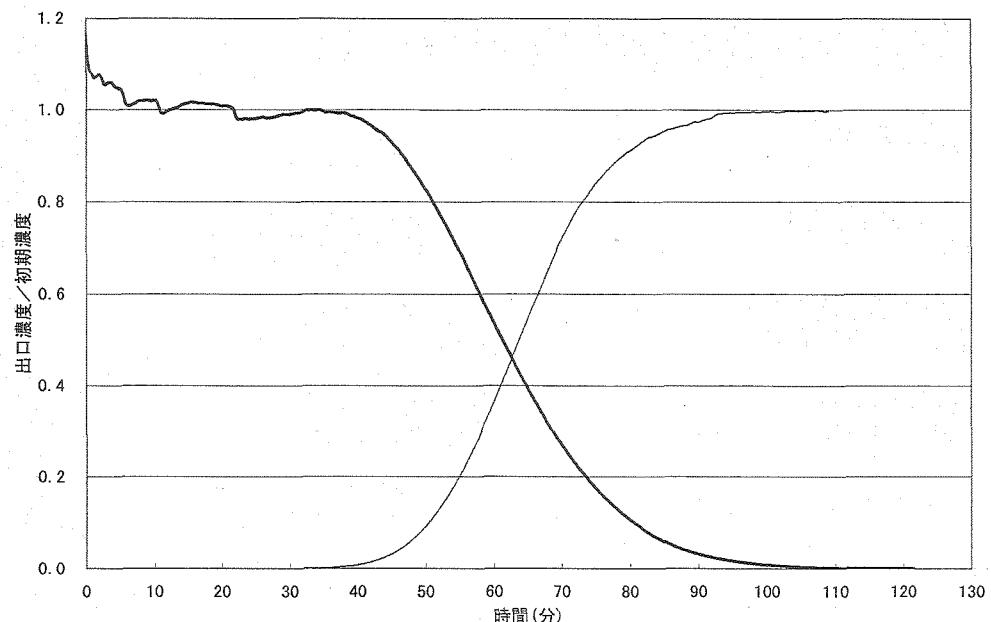


図3.4-4 -170°C, 112kPa, 1000ppm/Ar, 吸着3.02NL/min, 脱着3.00NL/min, GW-HH24/42  
52

図 5-14 吸脱着破過曲線(-170°C、112kPa(Gage)、Kr、Xe 各 1000ppm)

Xe の濃度が高くても、通常の破過曲線が得られた。

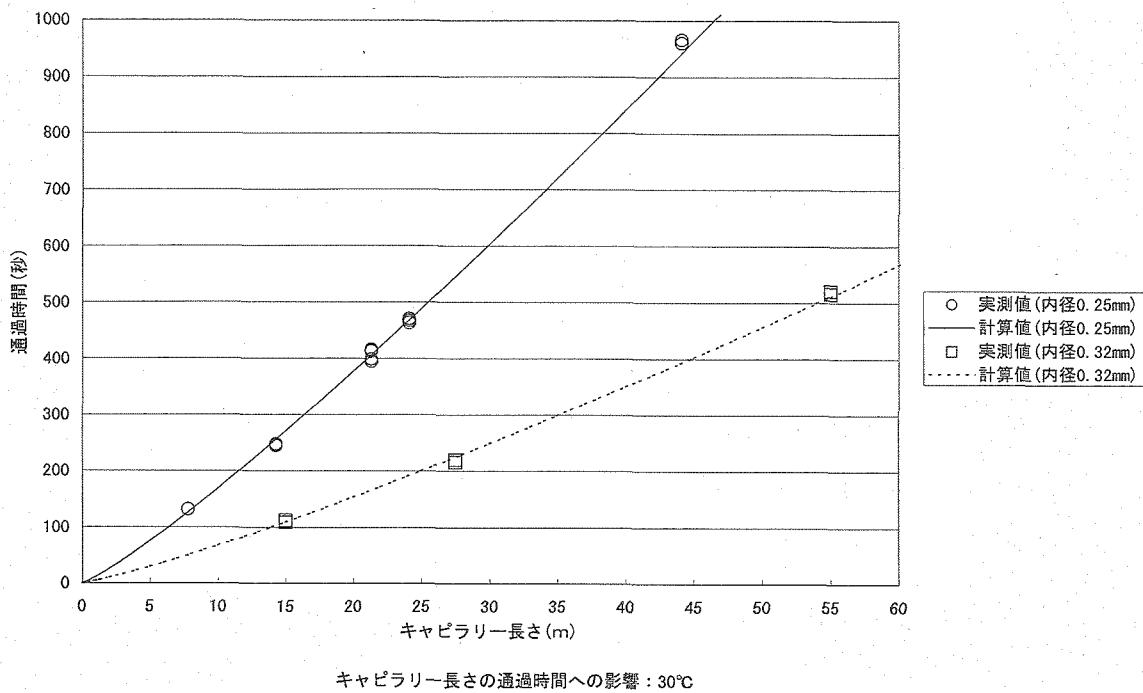


図 5-15 試料導入部材料試験－導入部長さと試料通過時間の関係

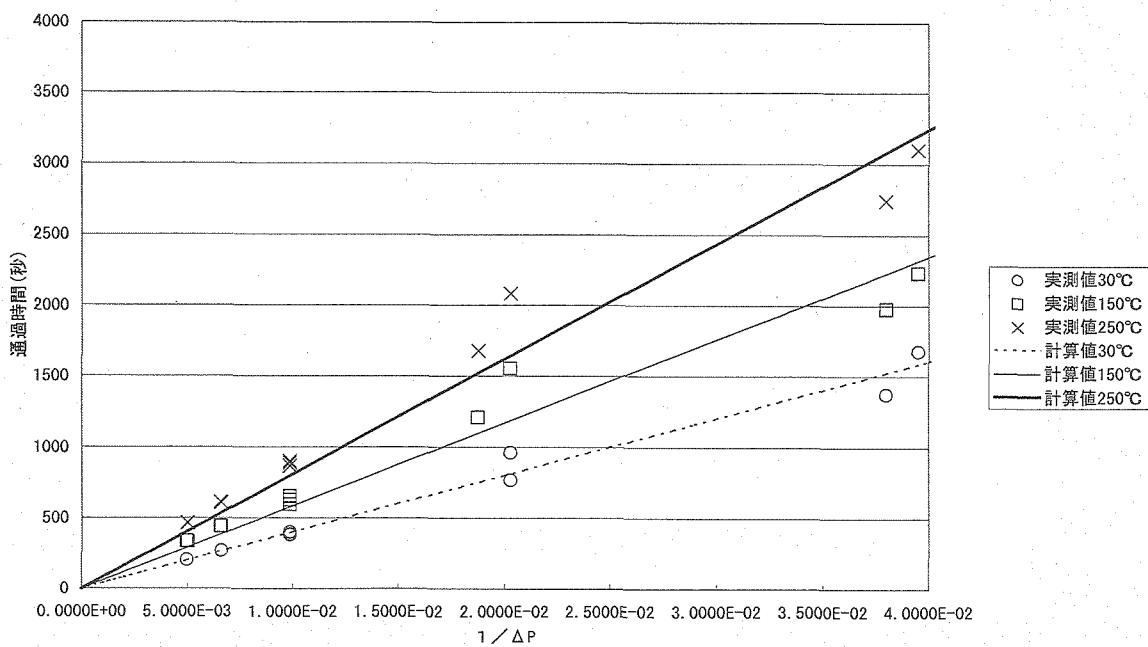


表4-4 キャビラリー通過時間への圧損の影響, 0.25mm

図 5-16 試料導入部材料試験－導入部出入口圧損と試料通過時間の関係

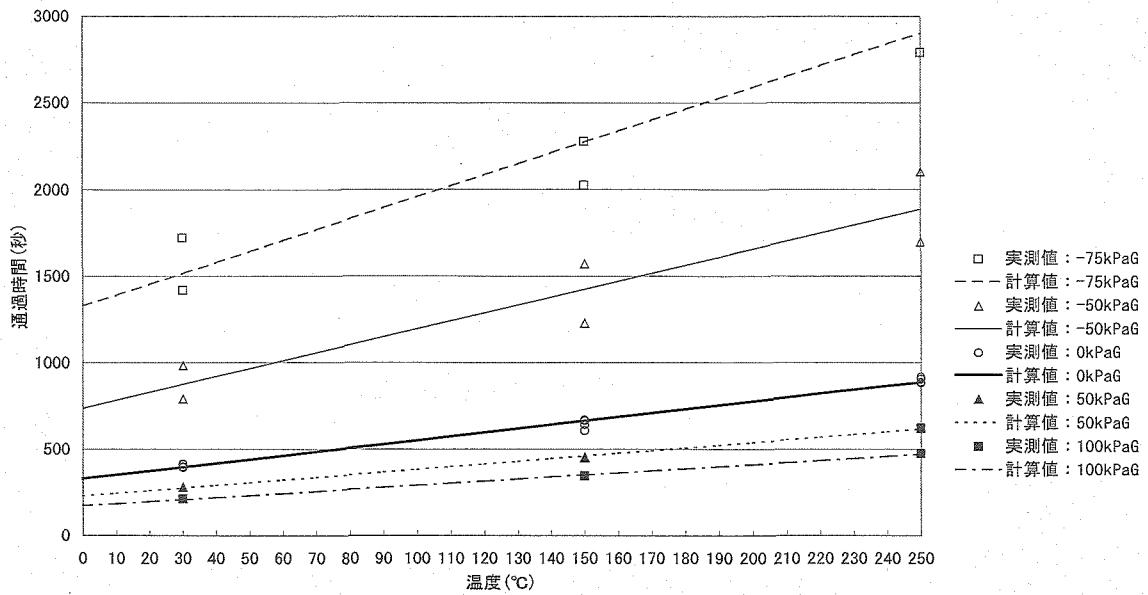


図4-2 キャビラリー(内径0.25mm $\phi$ , 21.3m)のHeガス通過時間  
(注記: キャビラリーは20mのSUS316に1.3mのフューズドシリカがつながっている)

図 5-17 試料導入部材料試験—導入部温度と試料通過時間の関係

## 添付資料 4

### 最終年度試験結果の曲線データ

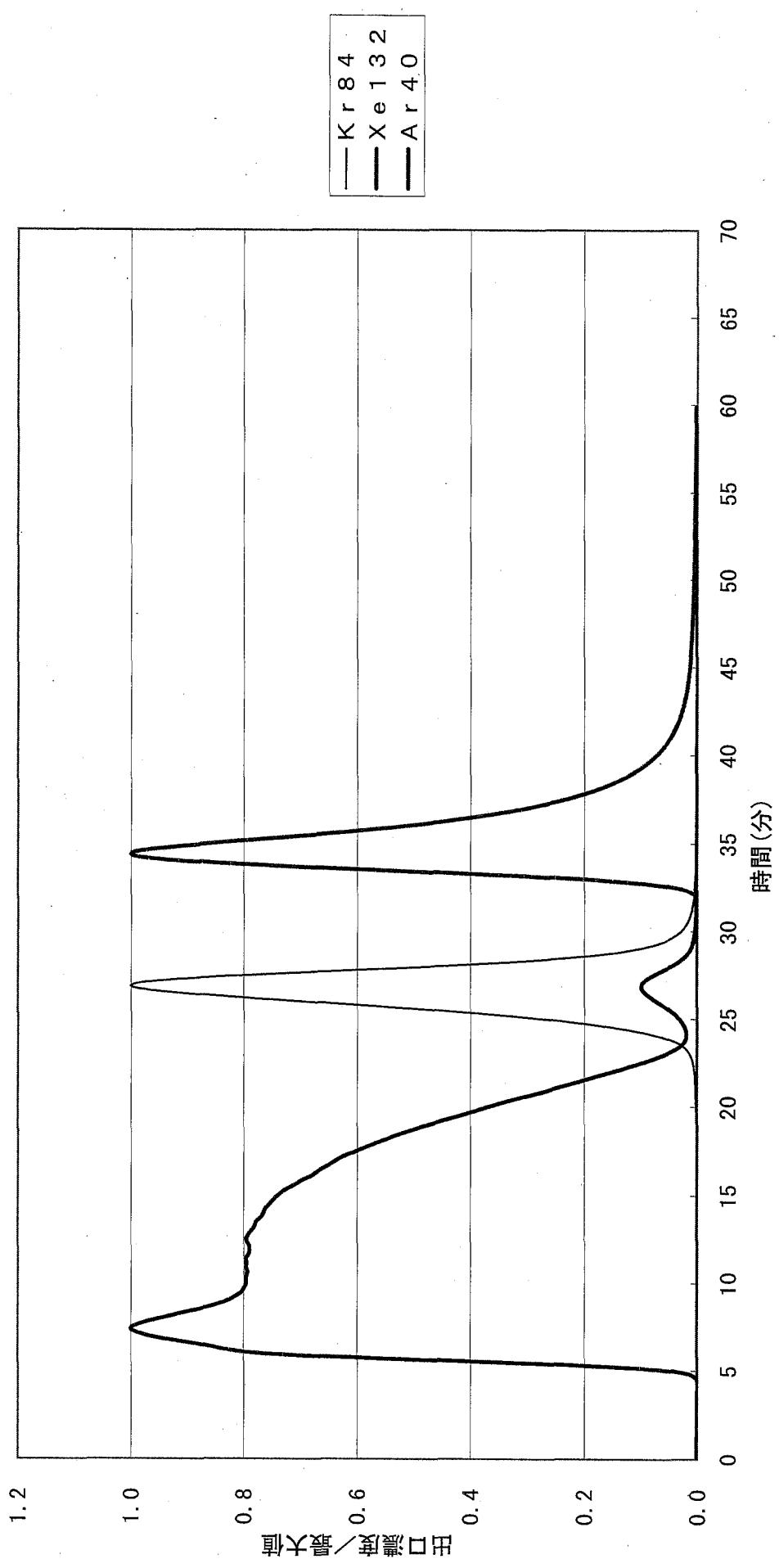


図03-01  $-154.9^{\circ}\text{C}$ , 111kPa, 1ppm/Ar, 吸着9.80NL/min~10min, 脱着0.13NL/min/He-12.92°C/min, GW-HH24/42 120

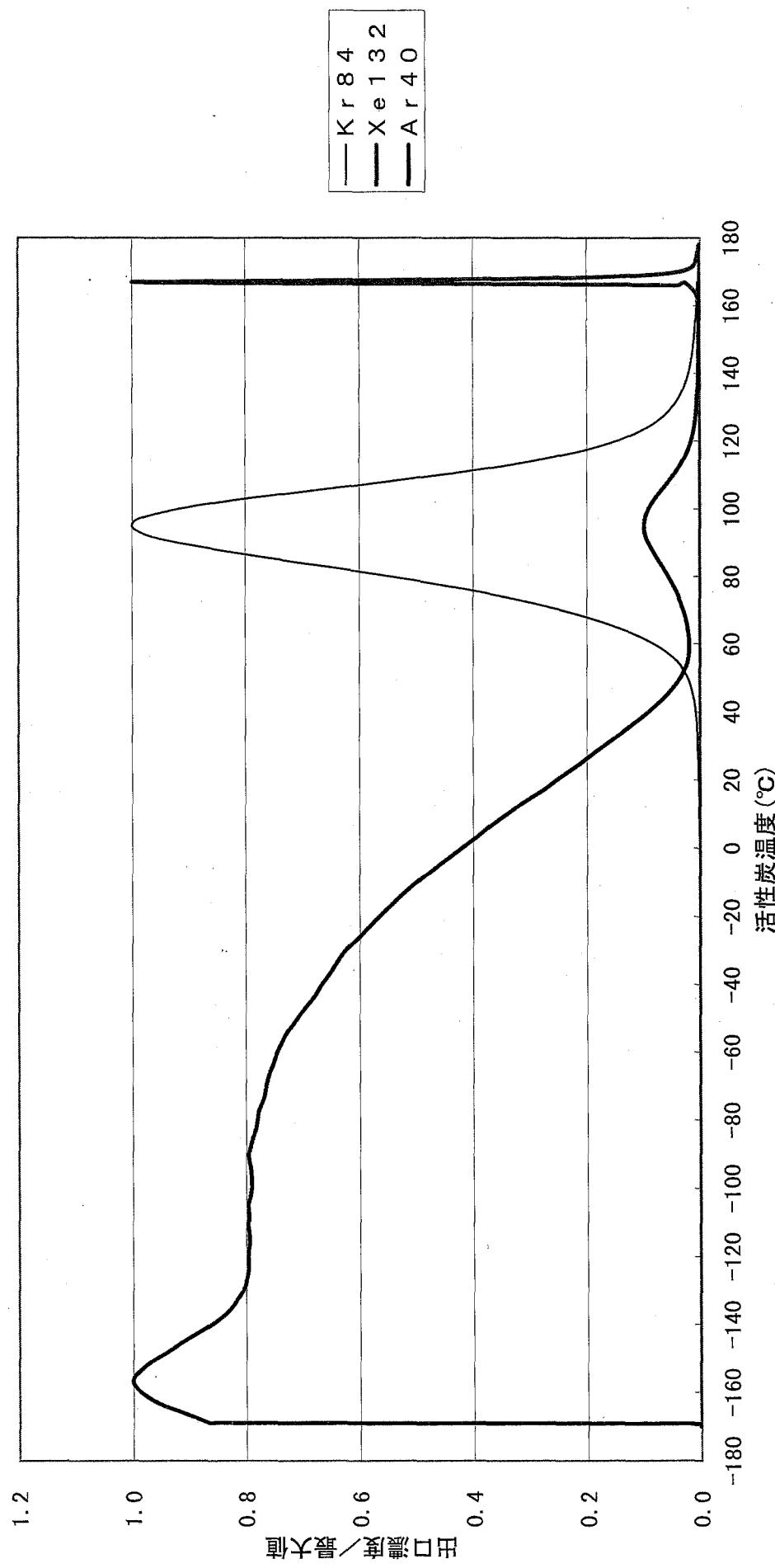


図03-01T -154.9°C, 111kPa, 1ppm/Ar, 吸着9.80NL/min~10min, 脱着0.13NL/min/He-12.92°C/min, GW-HH24/42 120

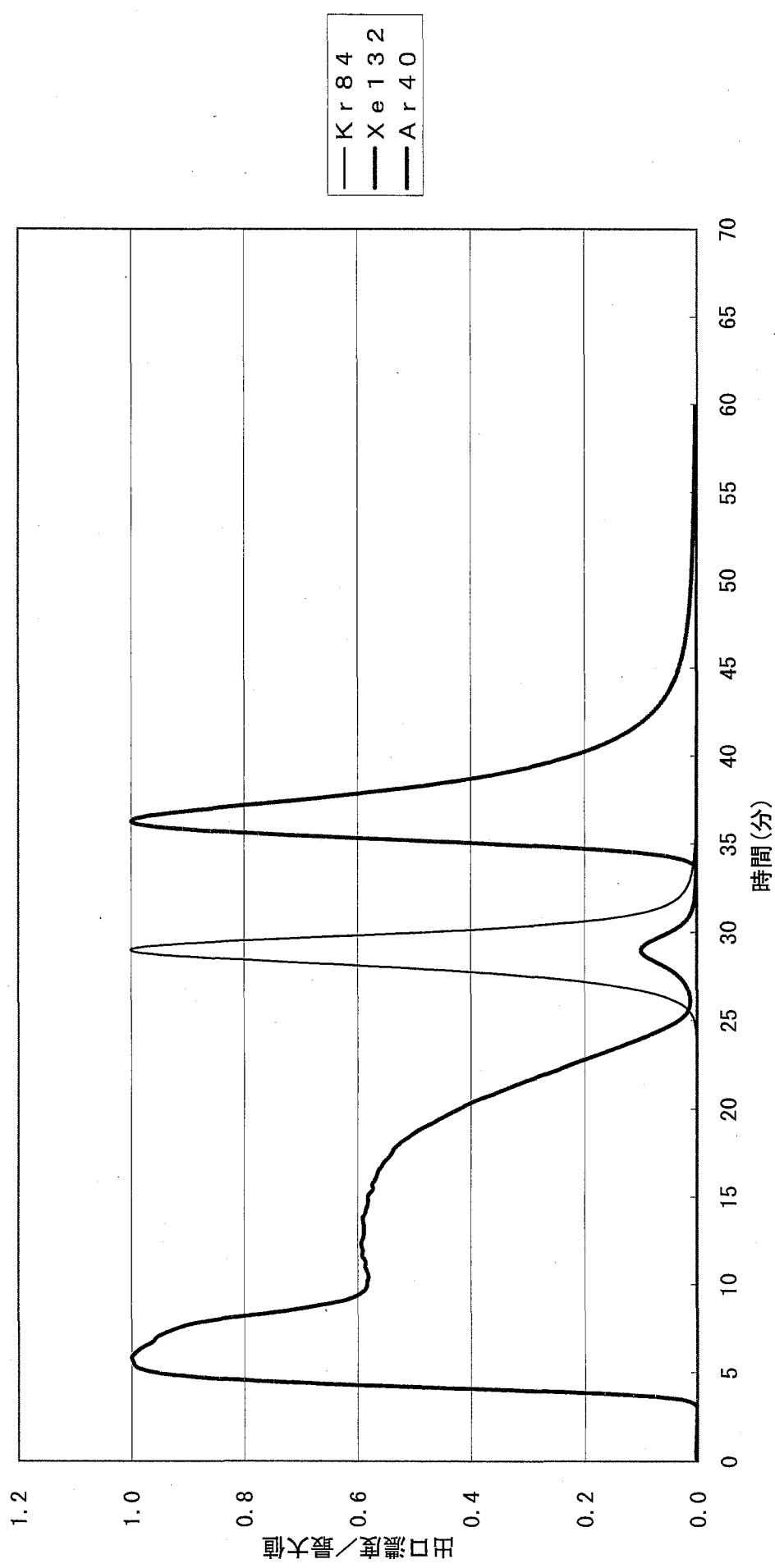


図03-02 -161.4°C, 109kPa, 1ppm/Ar, 吸着10.09NL/min-10min, 脱着0.12NL/min/He-12.25°C/min, GW-HH24/42 120A

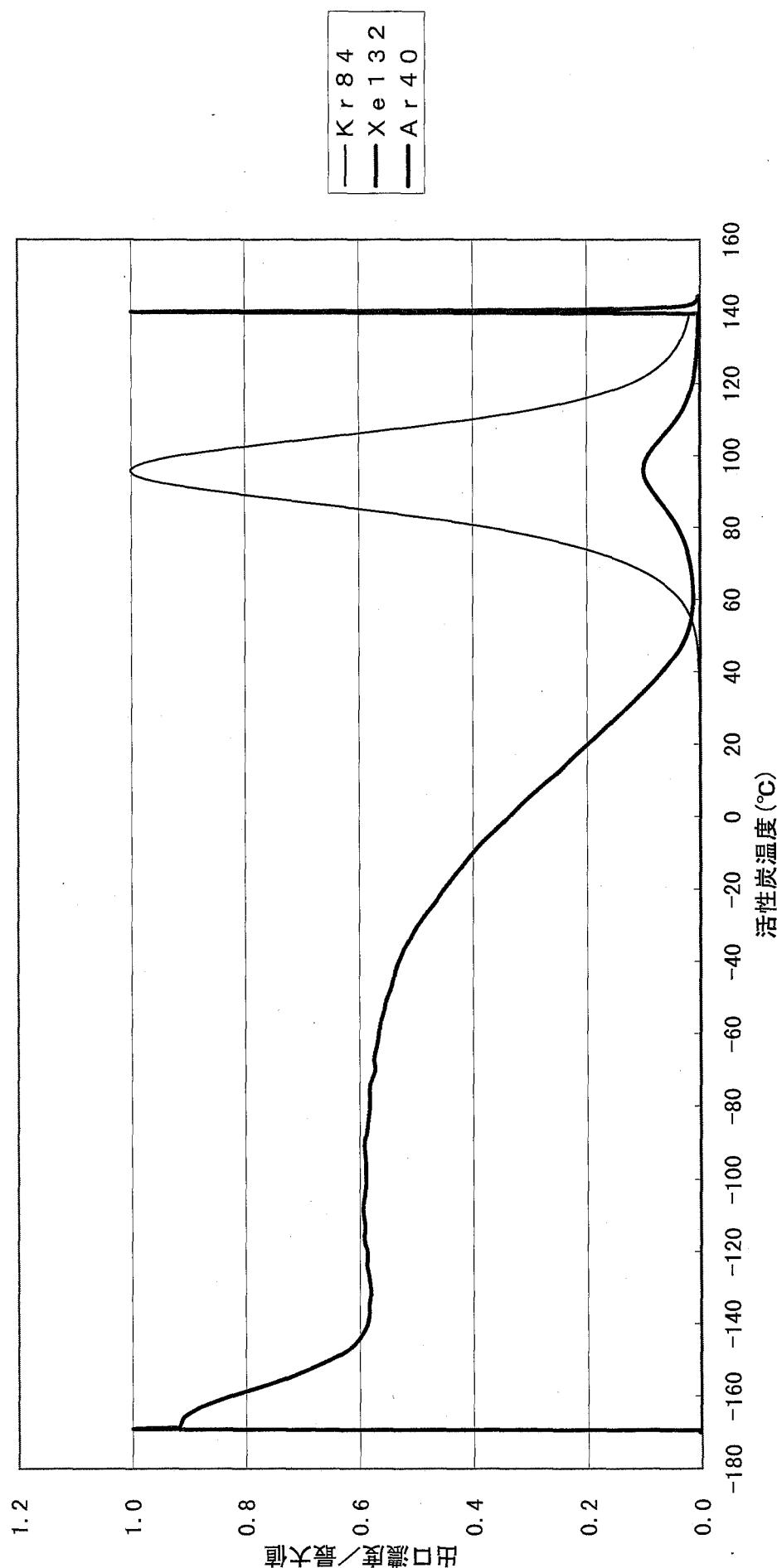


図03-02T  $-161.4^{\circ}\text{C}$ , 109kPa, 1ppm/Ar, 吸着10.09NL/min/He-12.25°C/min, GW-HH24/42 120A

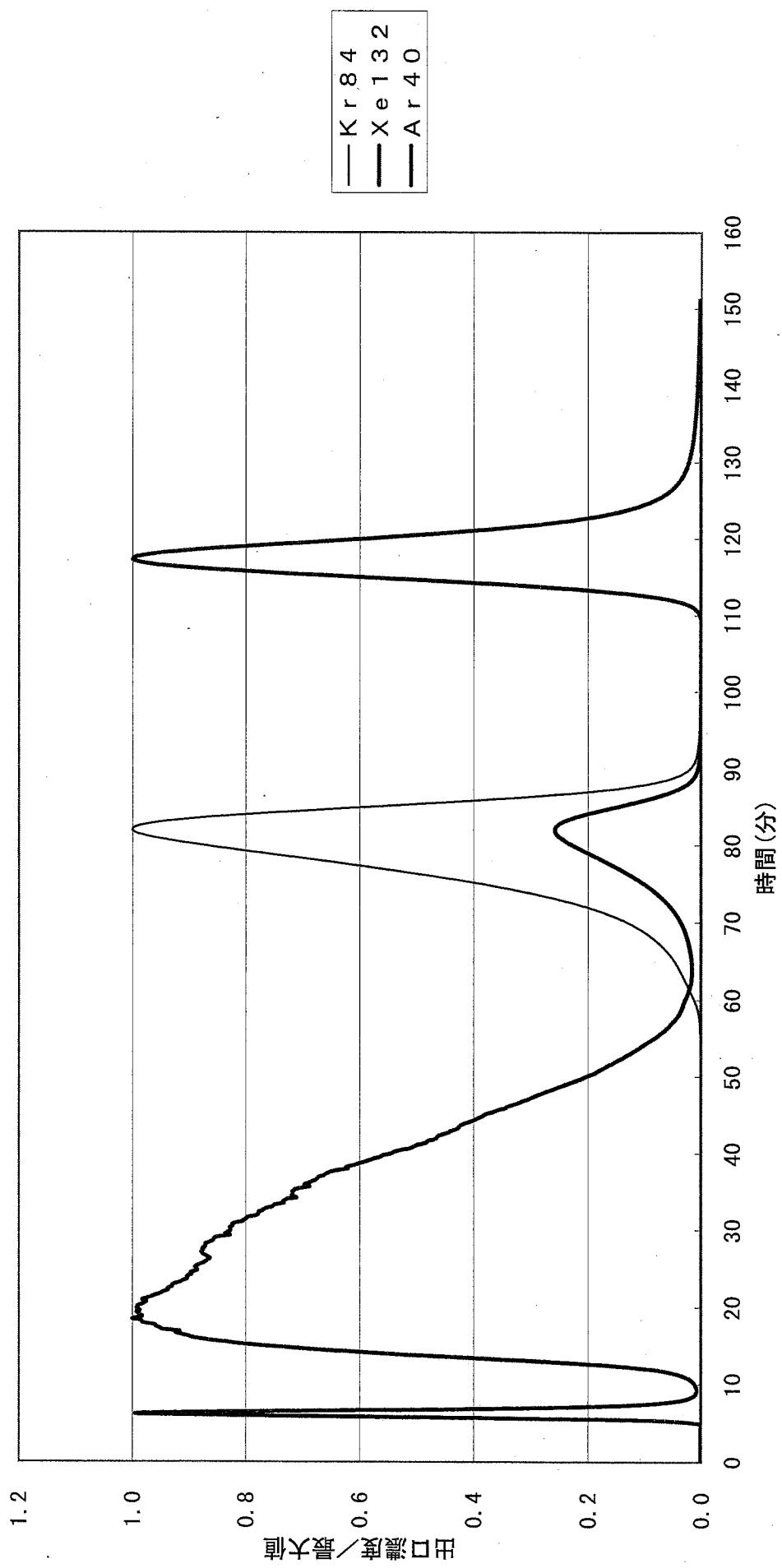


図03-03  $-157.9^{\circ}\text{C}$ , 112kPa, 1ppm/Ar, 吸着9.90NL/min-10min, 脱着0.12NL/min/He-2.41°C/min, GW-HH24/42 121

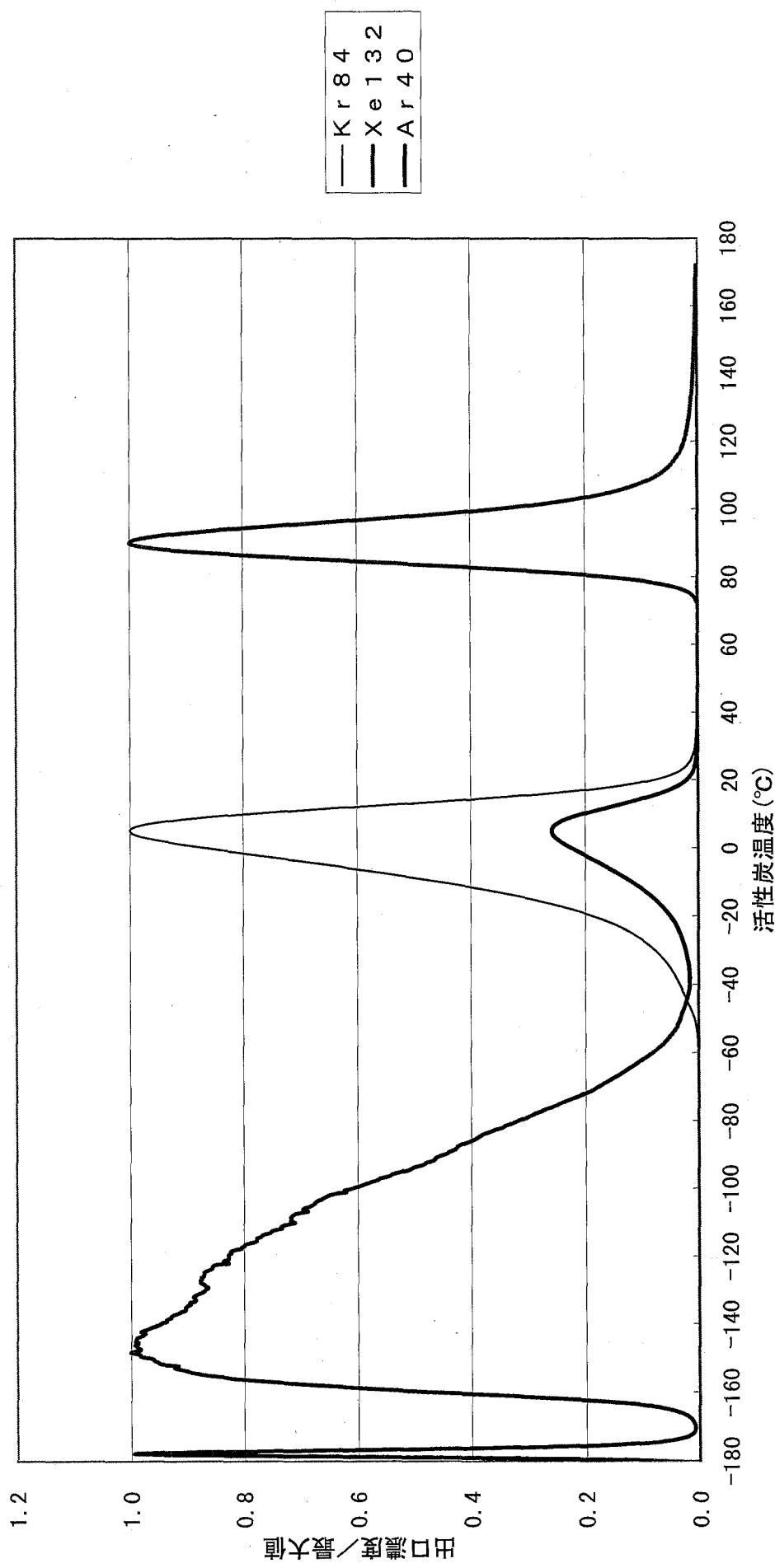


図03-03T -157. 9°C, 112kPa, 1ppm/Ar, 吸着9. 90NL/min/He-2. 41°C/min, 脱着0. 12NL/min/min/He-2. 41°C/min, GW-HH24/42 121

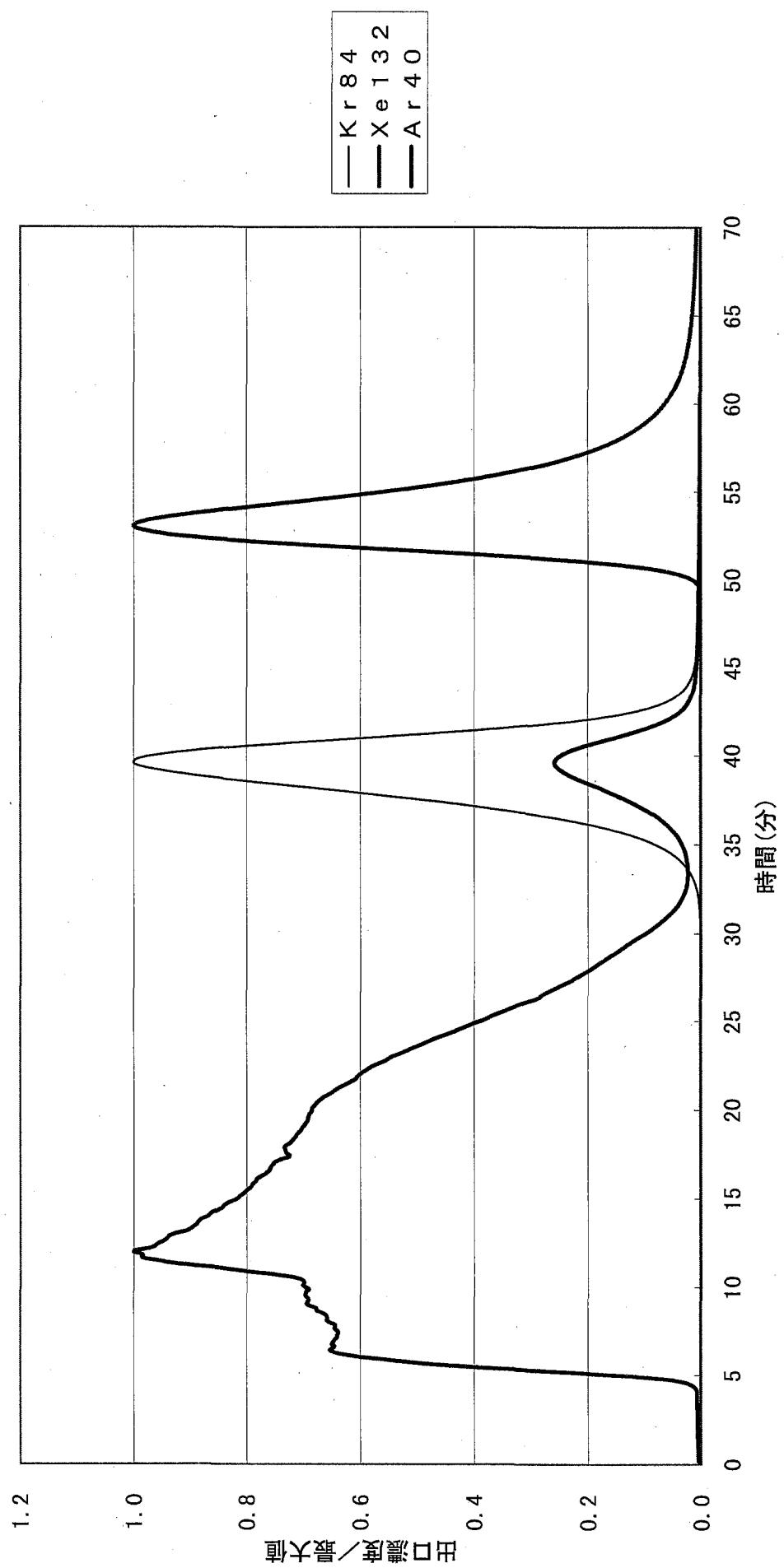


図03-04 -160. 4°C, 116kPa, 1ppm/Ar, 吸着10. 16NL/min-10min, 脱着0. 12NL/min/He-7. 02°C/min, GW-HH24/42 122

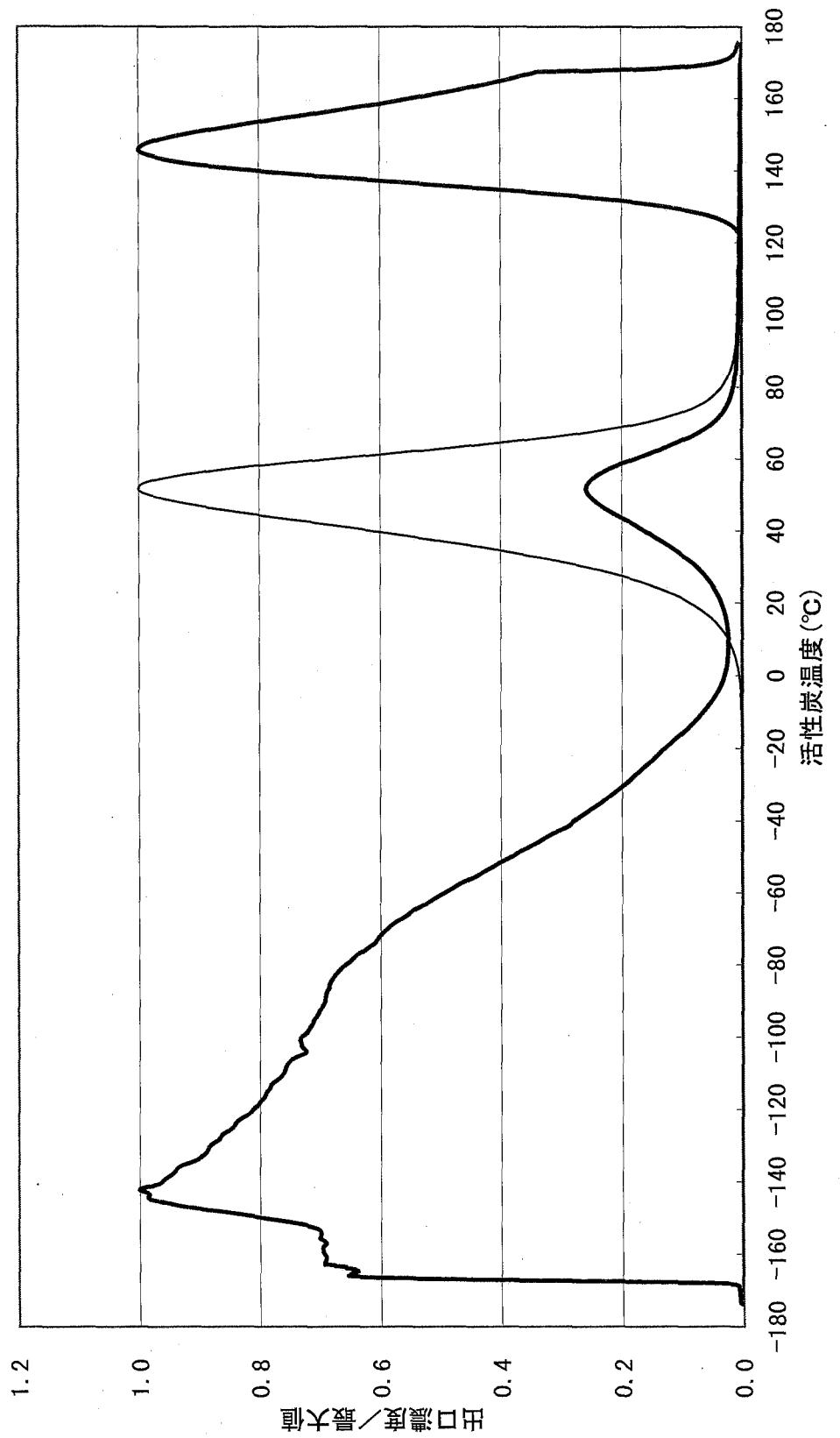


图03-04 T = -160.4°C, 116kPa, 1ppm/Ar, 吸着 10.16NL/min-10min, 脱着 0.12NL/min/He-7.02°C/min, GW-HH24/42 122

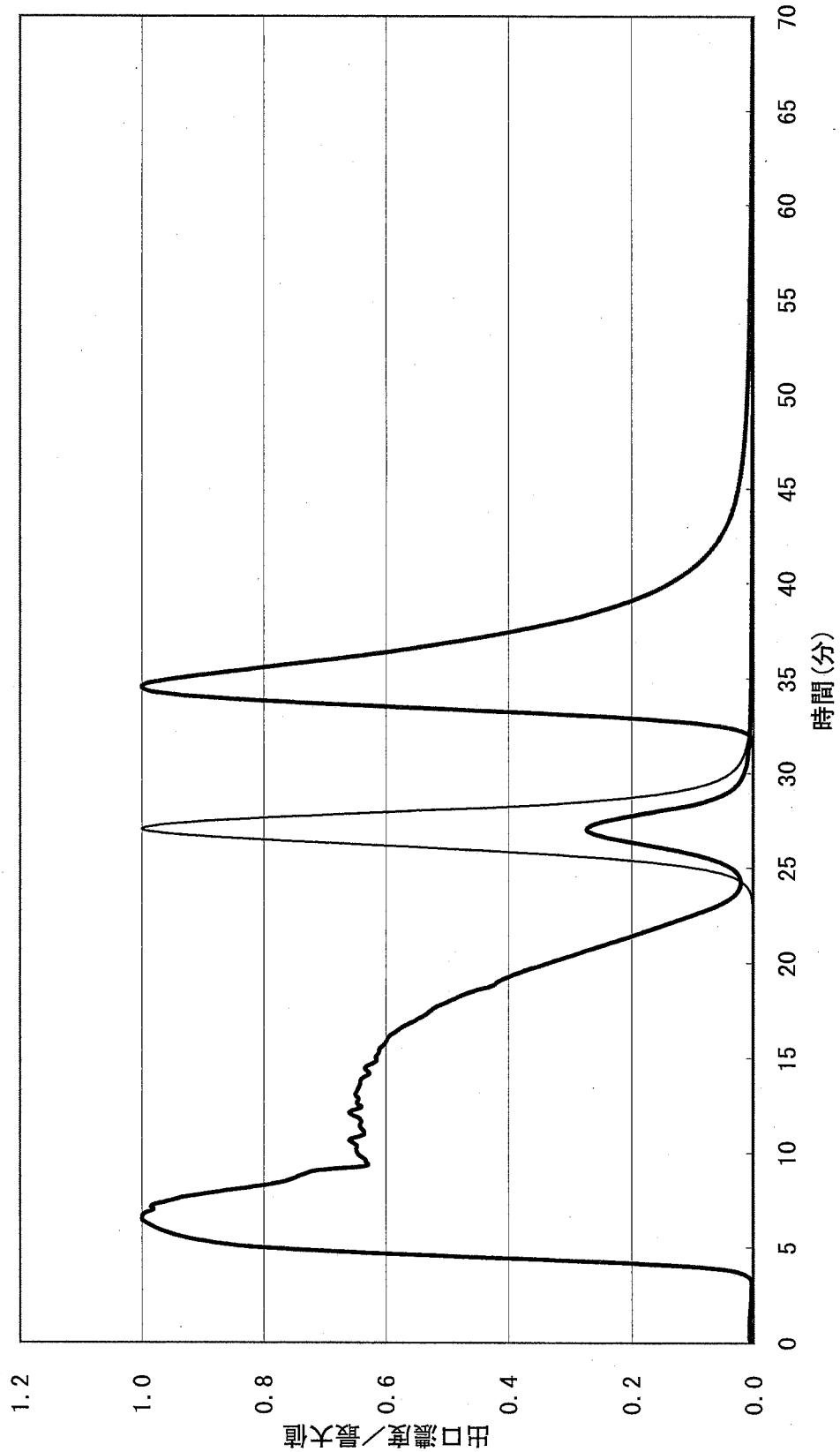


図03-05 -159.6°C, 112kPa, 1ppm/Ar,  
吸着10.08NL/min-10min, 脱着0.13NL/min/He-13.06°C/min, GW-HH24/42 123

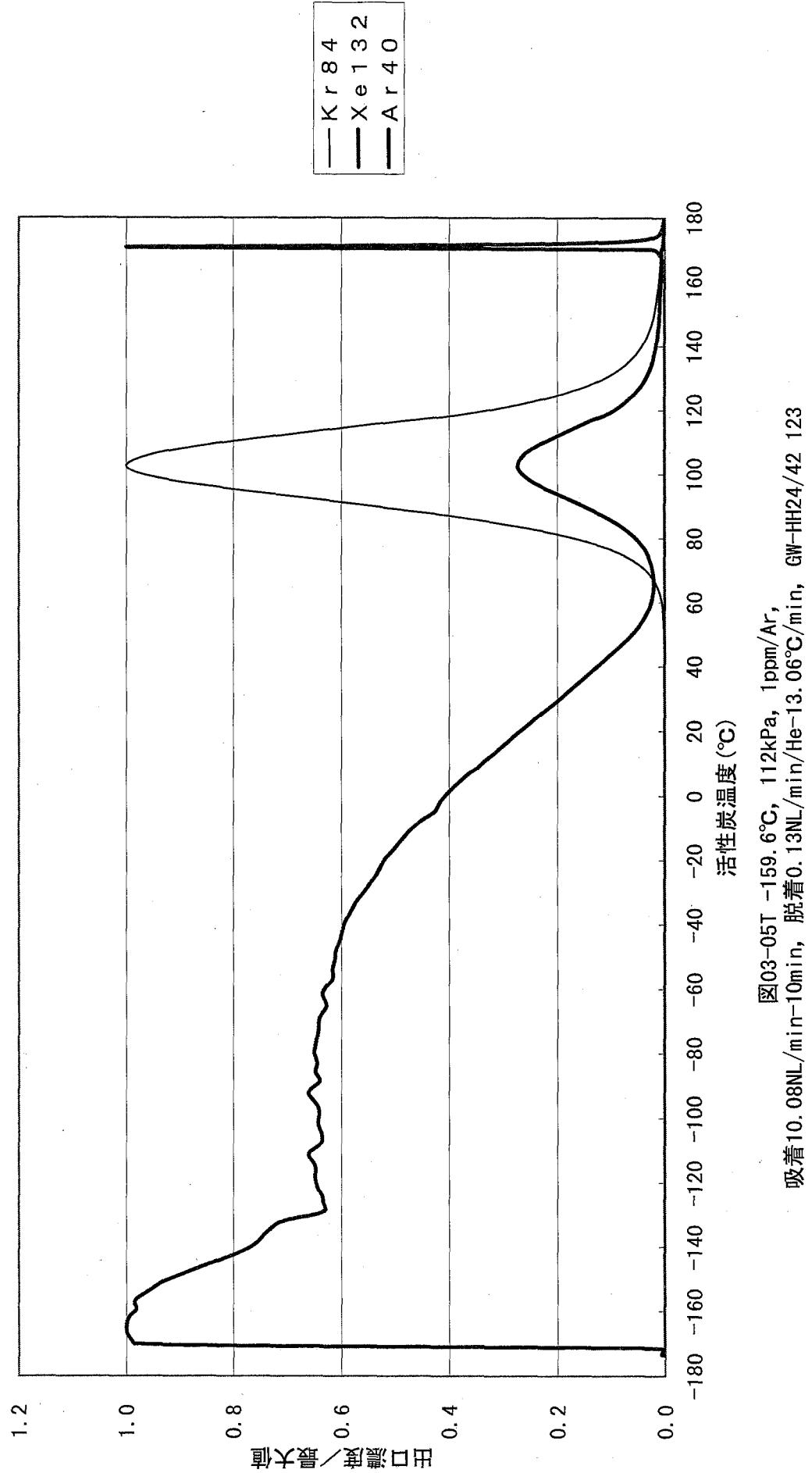


図03-05T-159.6°C, 112kPa, 1ppm/Ar,  
吸着10.08NL/min-10min, 脱着0.13NL/min/He-13.06°C/min, GW-HH24/42 123

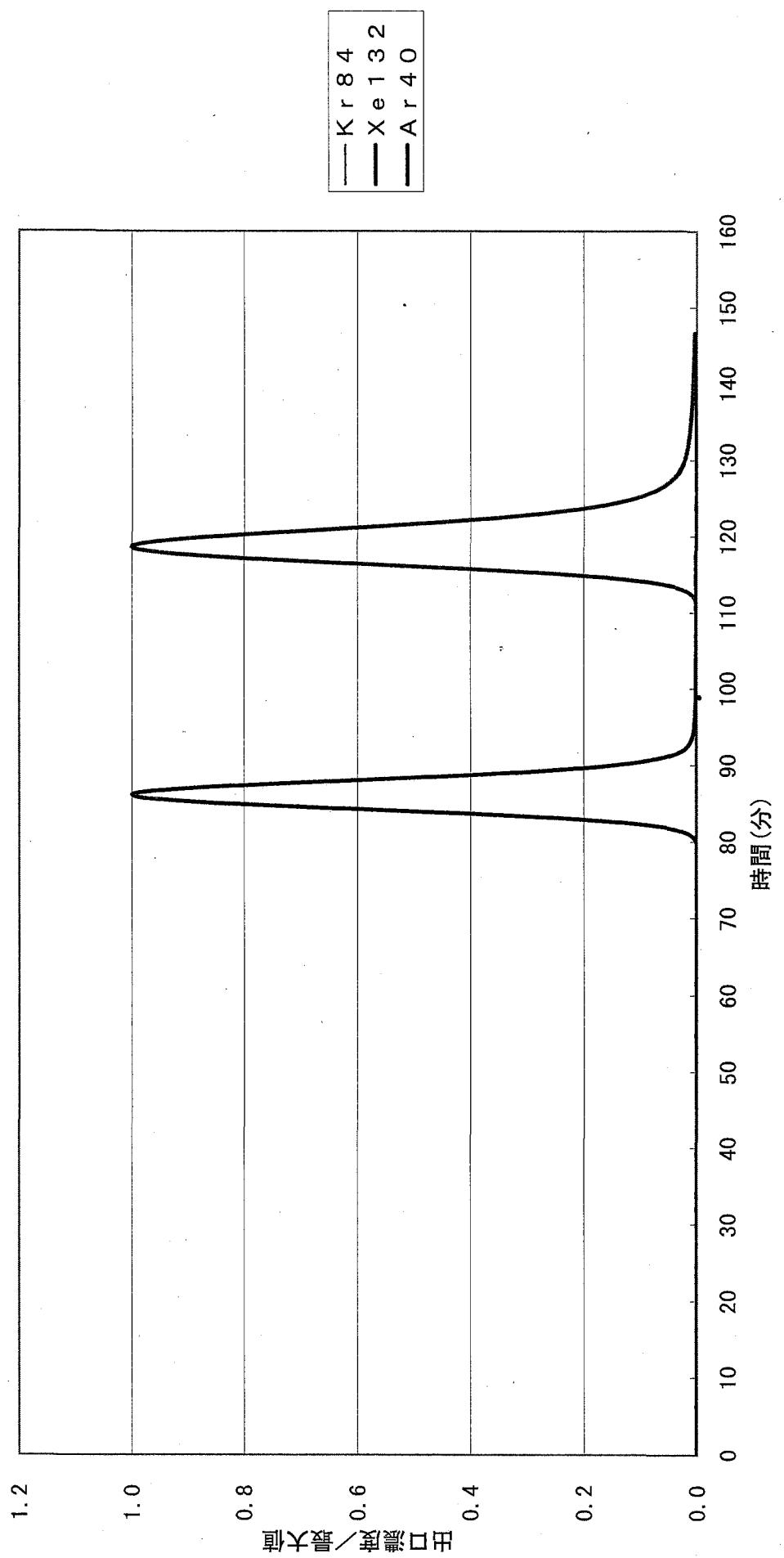


図03-06 -159.9°C, 0kPa, 1ppm/He, 吸着9.25NL/min-10min, 脱着0.135NL/min/He-2.36°C/min, GW-HH24/42 124

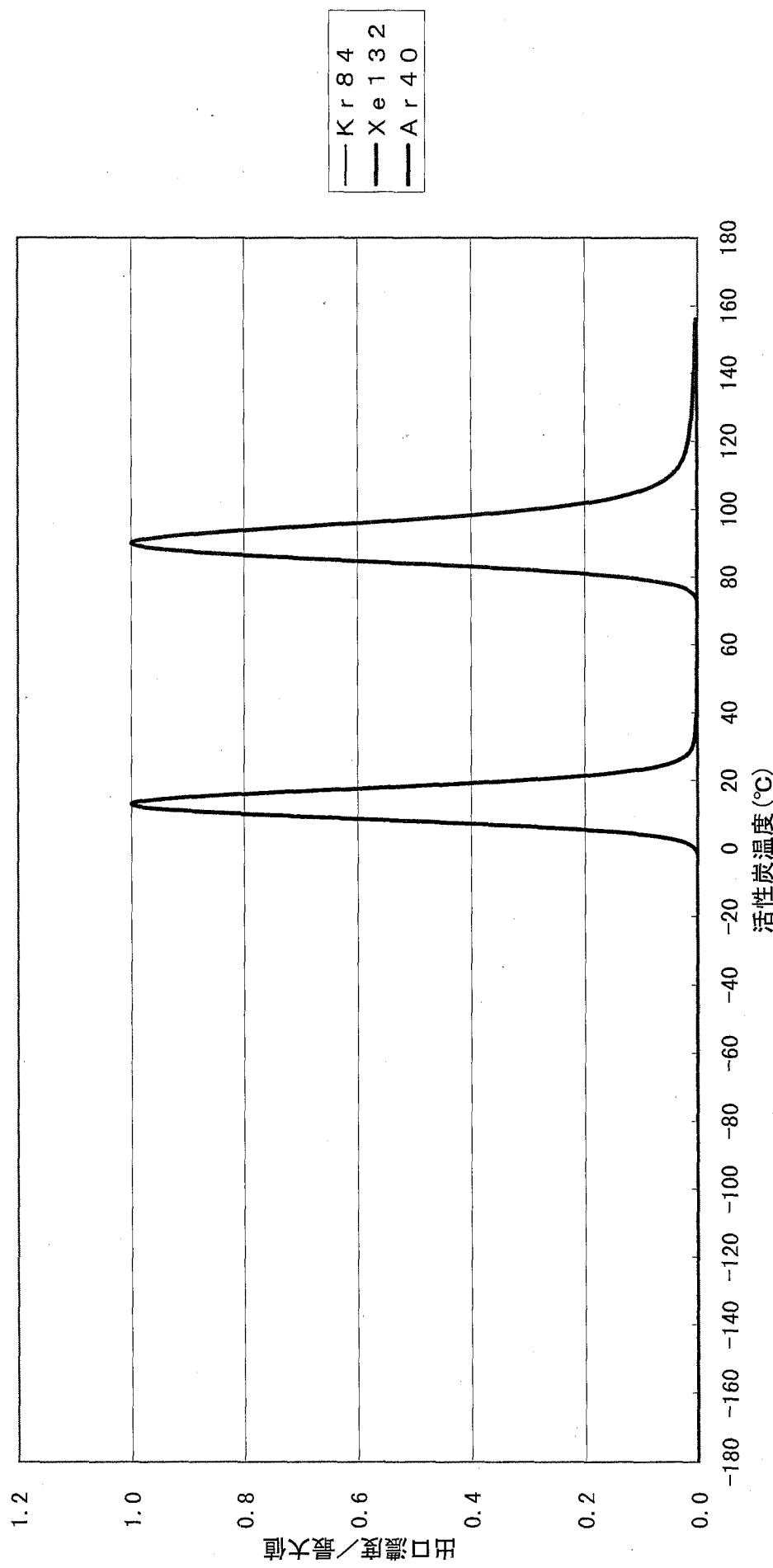


图03-06 T -159, 9 °C, 0kPa, 1ppm/He, 吸着9.25NL/min/He-2.36°C/min, 脱着0.135NL/min/He-2.36°C/min, GW-HH24/42 124

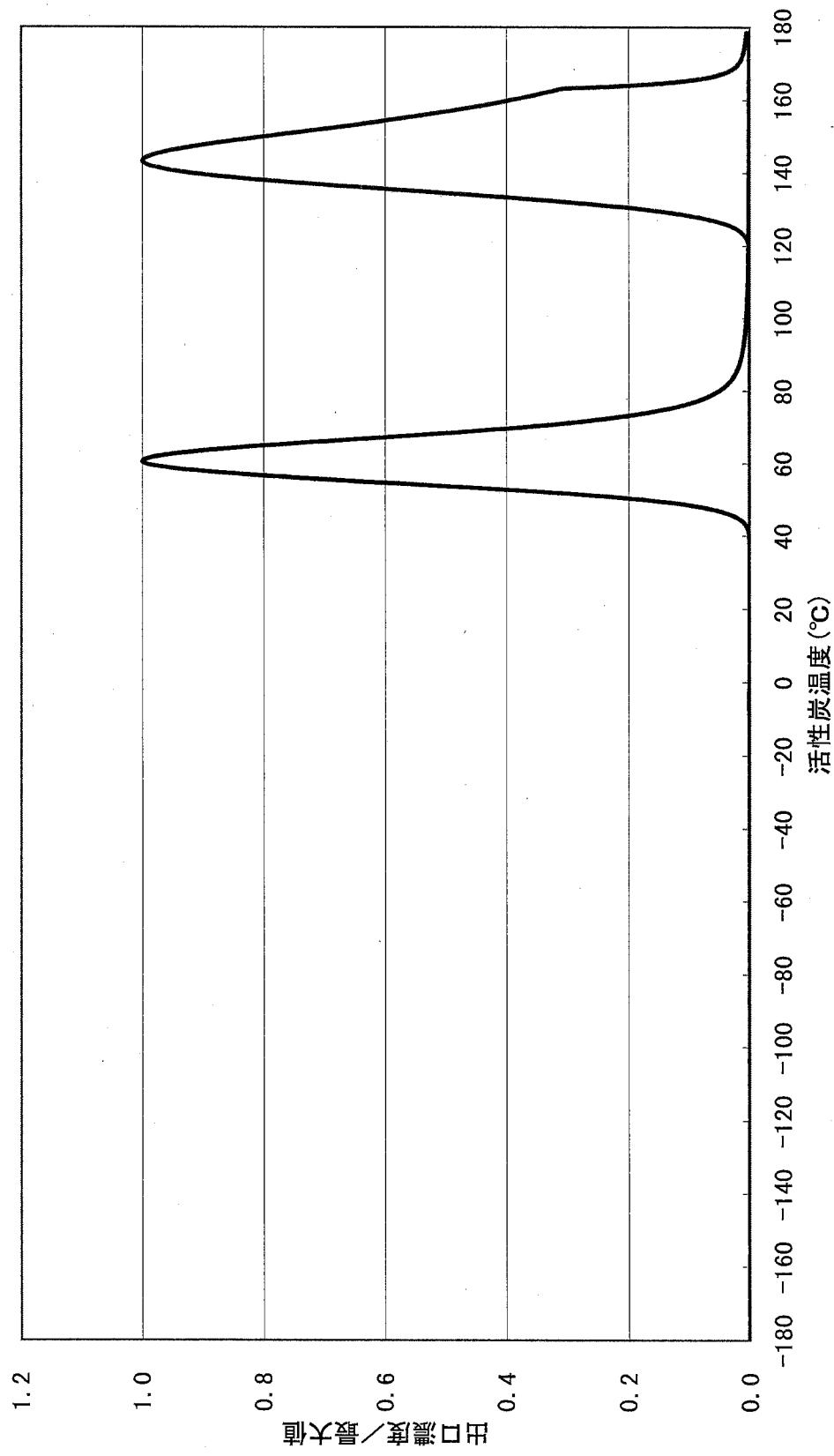


図03-07 T = -170, 7°C, 0kPa, 1ppm/He, 吸着9.48NL/min/He-6.54°C/min, 脱着0.13NL/min/He-6.54°C/min, GW-HH24/42 125

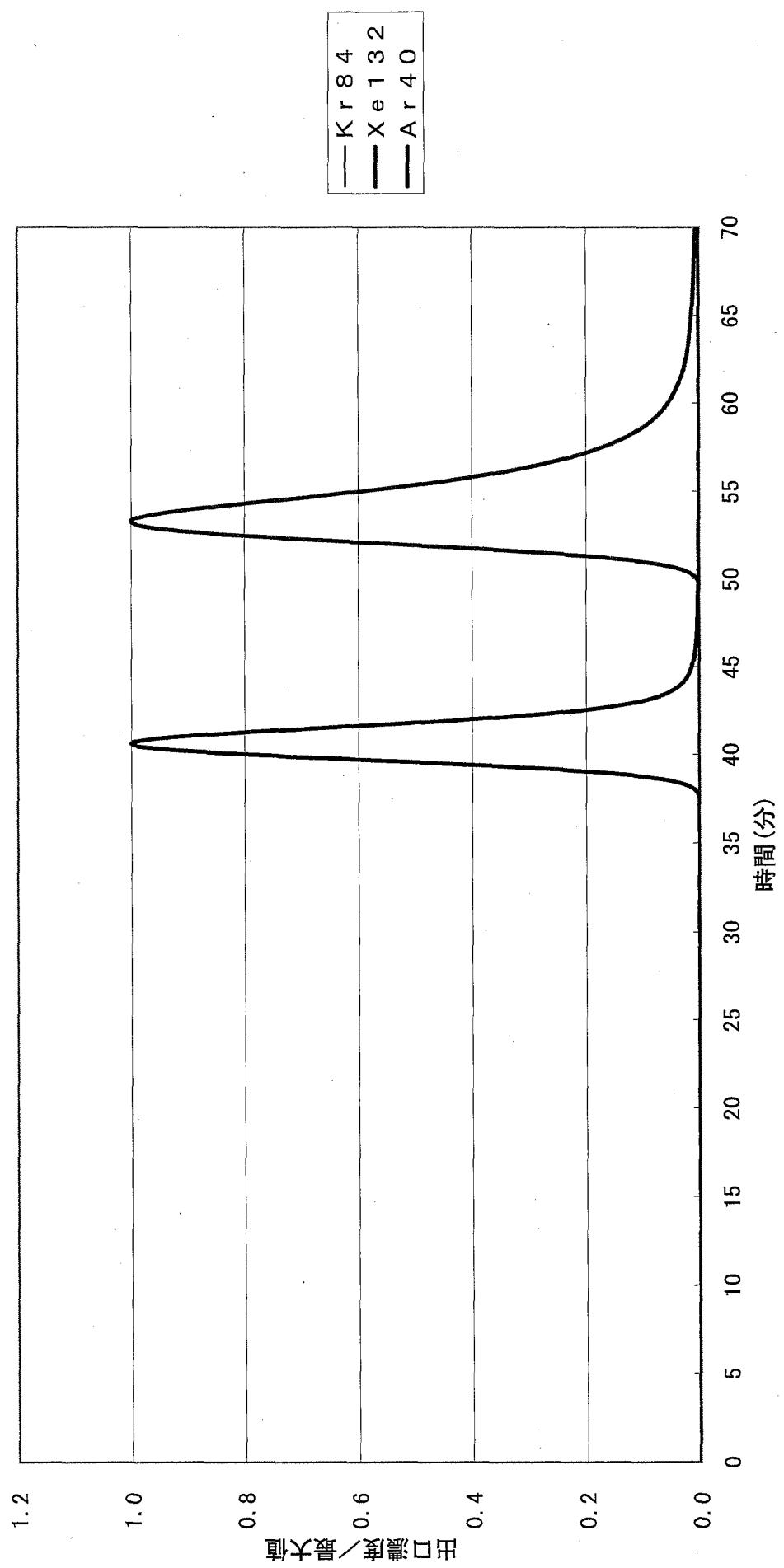


図03-07 -170.7°C, 0kPa, 1ppm/He, 吸着9.48NL/min/He-6.54°C/min, 脱着0.13NL/min/He-6.54°C/min, GW-HH24/42 125

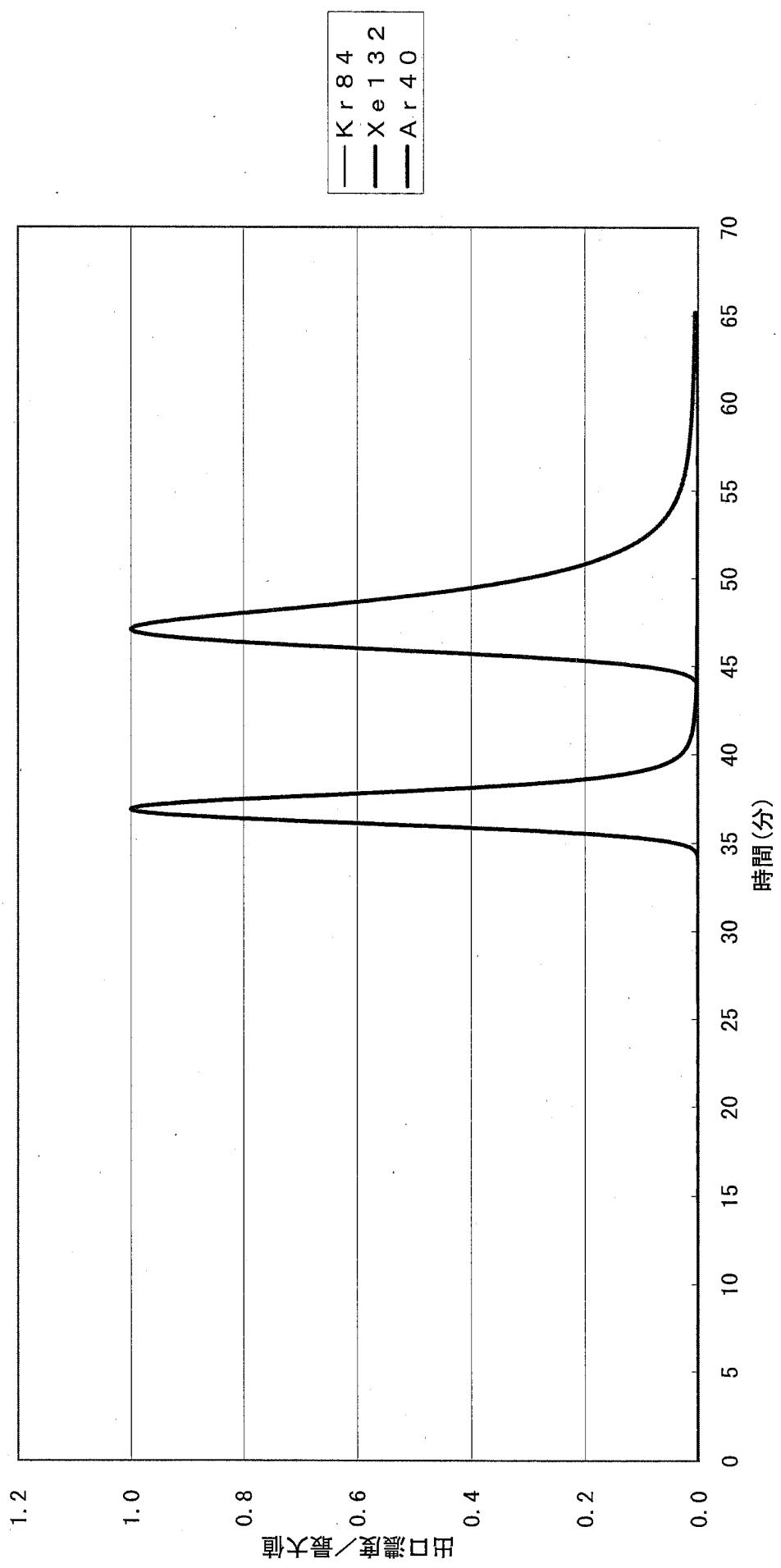


図03-08 -161.8°C, 0kPa, 1ppm/He, 吸着9.56NL/min-10min, 脱着0.13NL/min/He-7.71°C/min, GW-HH24/42 126

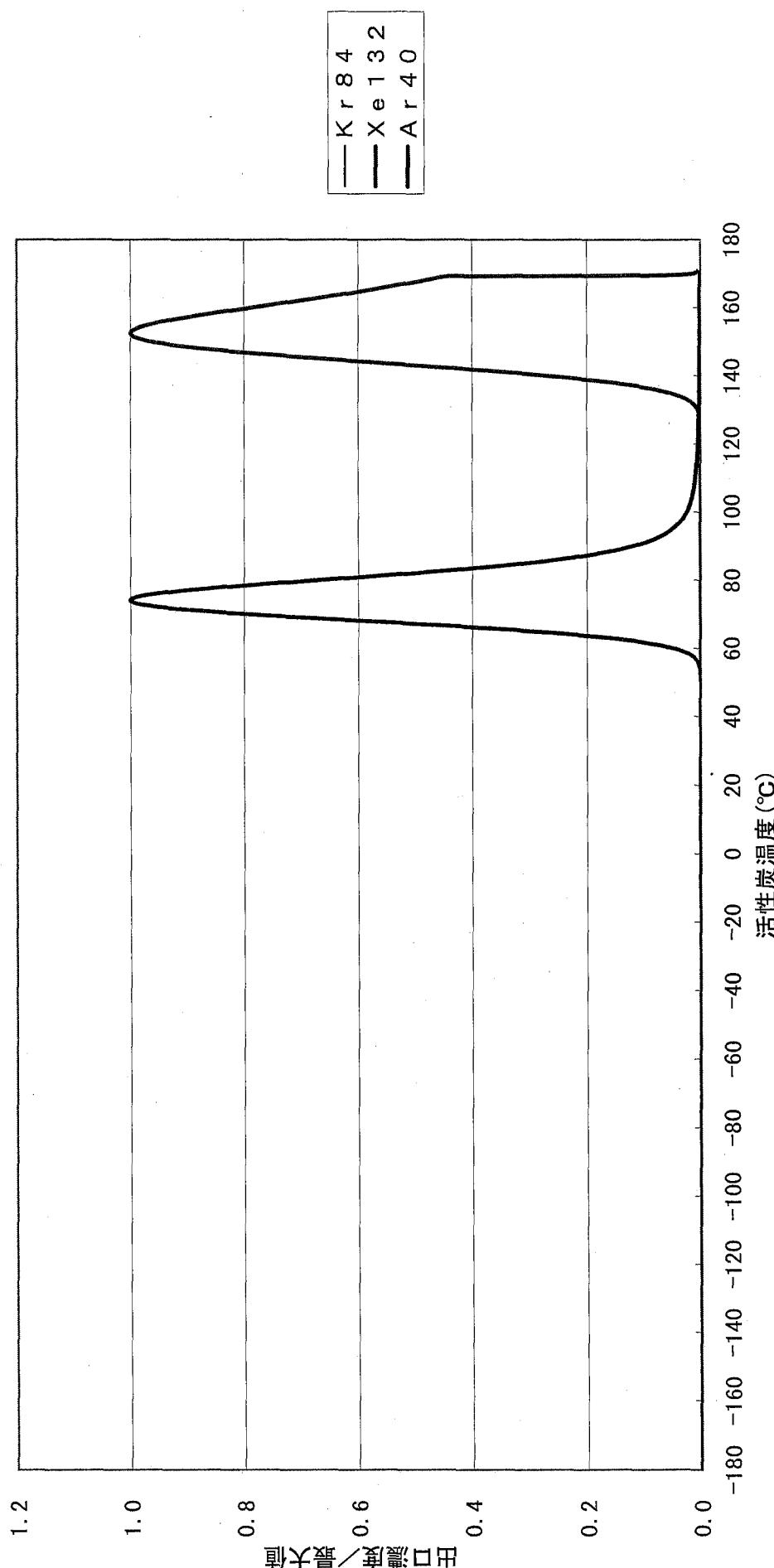
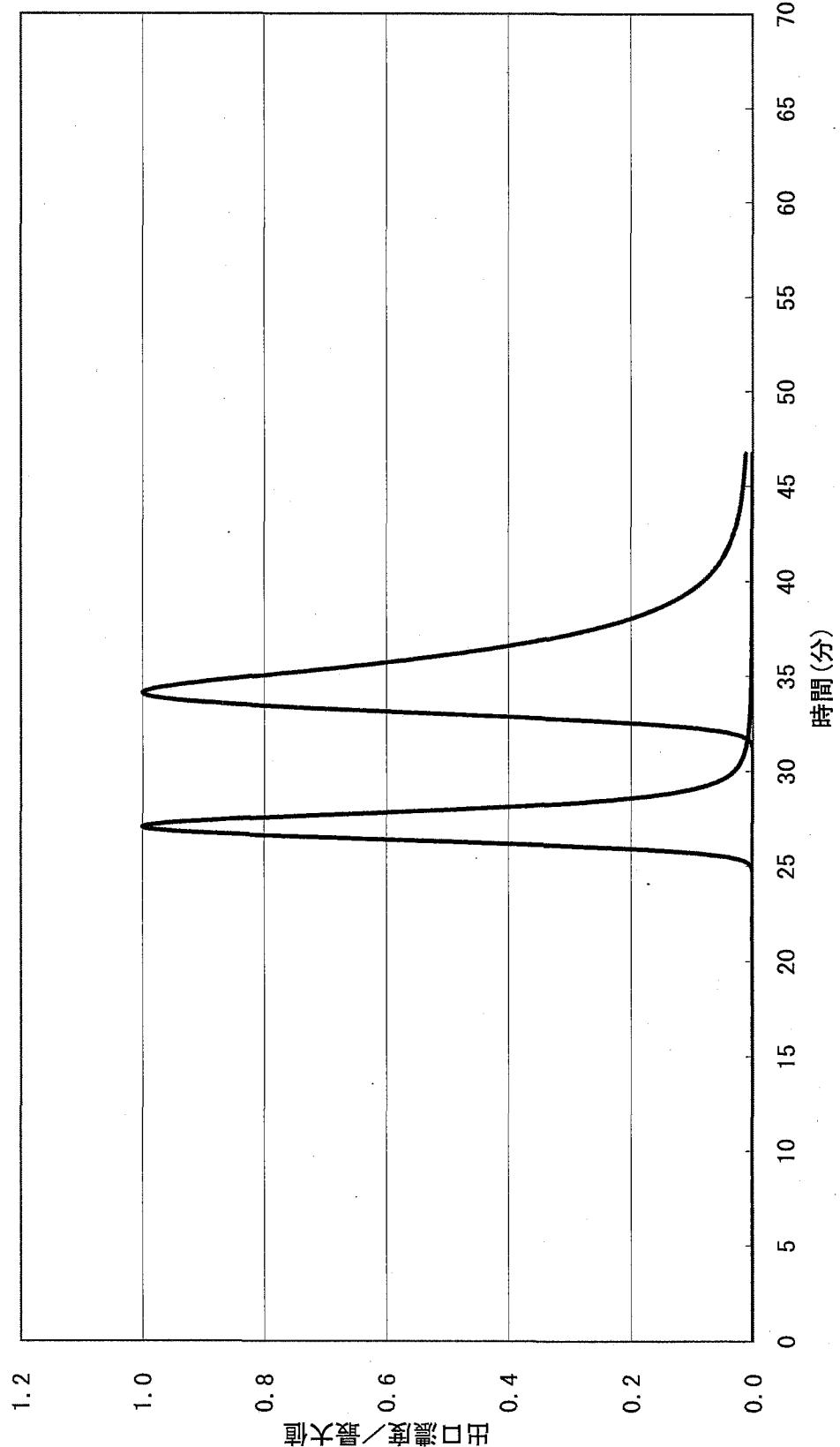


図03-08T -161.8°C, 0kPa, 1ppm/He, 吸着9.56NL/min~10min, 脱着0.13NL/min/He-7.71°C/min, GW-HH24/42 126



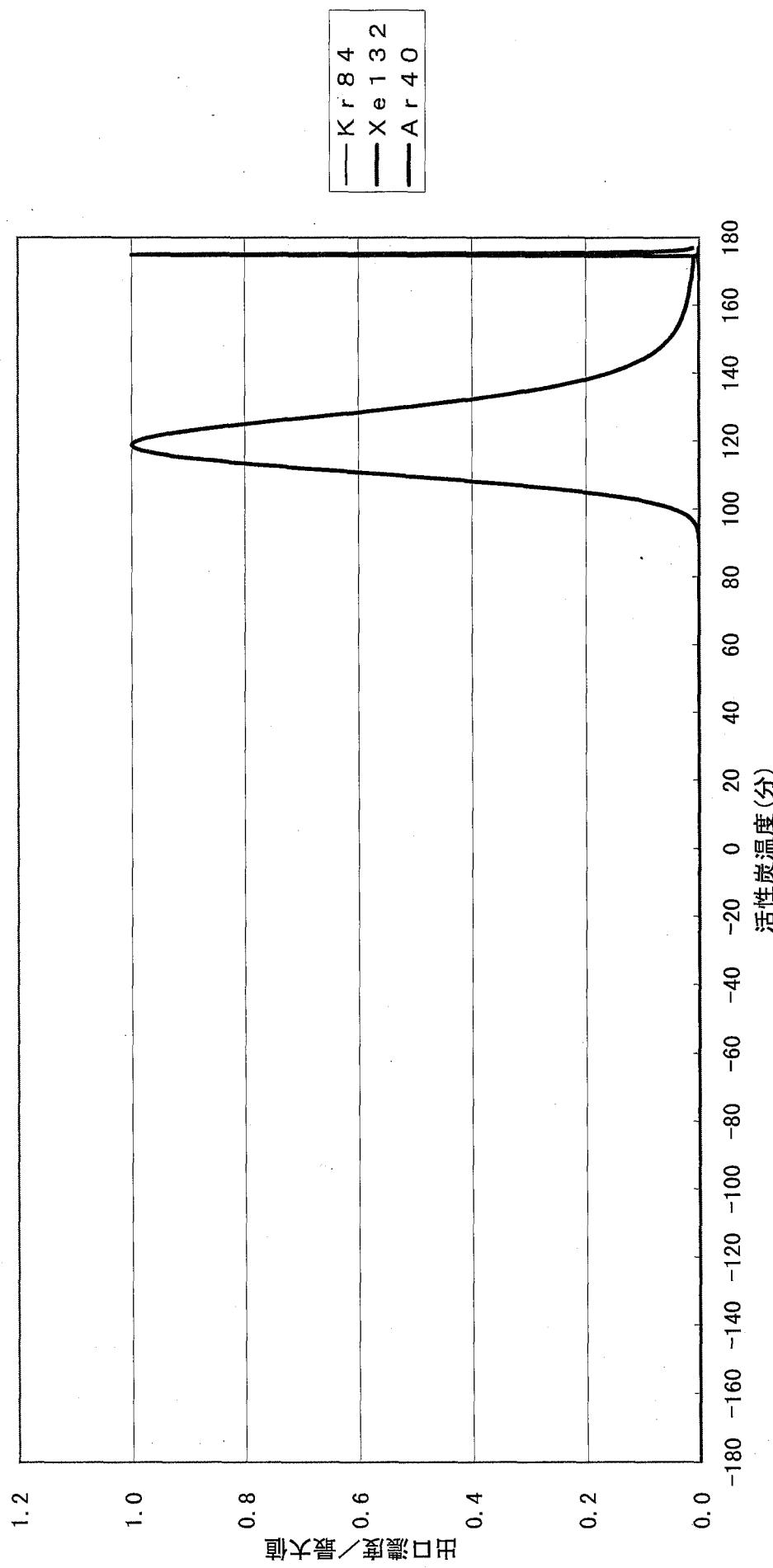


図03-09 T -170. 6°C, 0kPa, 1ppm/He, 吸着9. 52NL/min~10min, 脱着0. 12NL/min/He-12. 45°C/min, GW-HH24/42 127

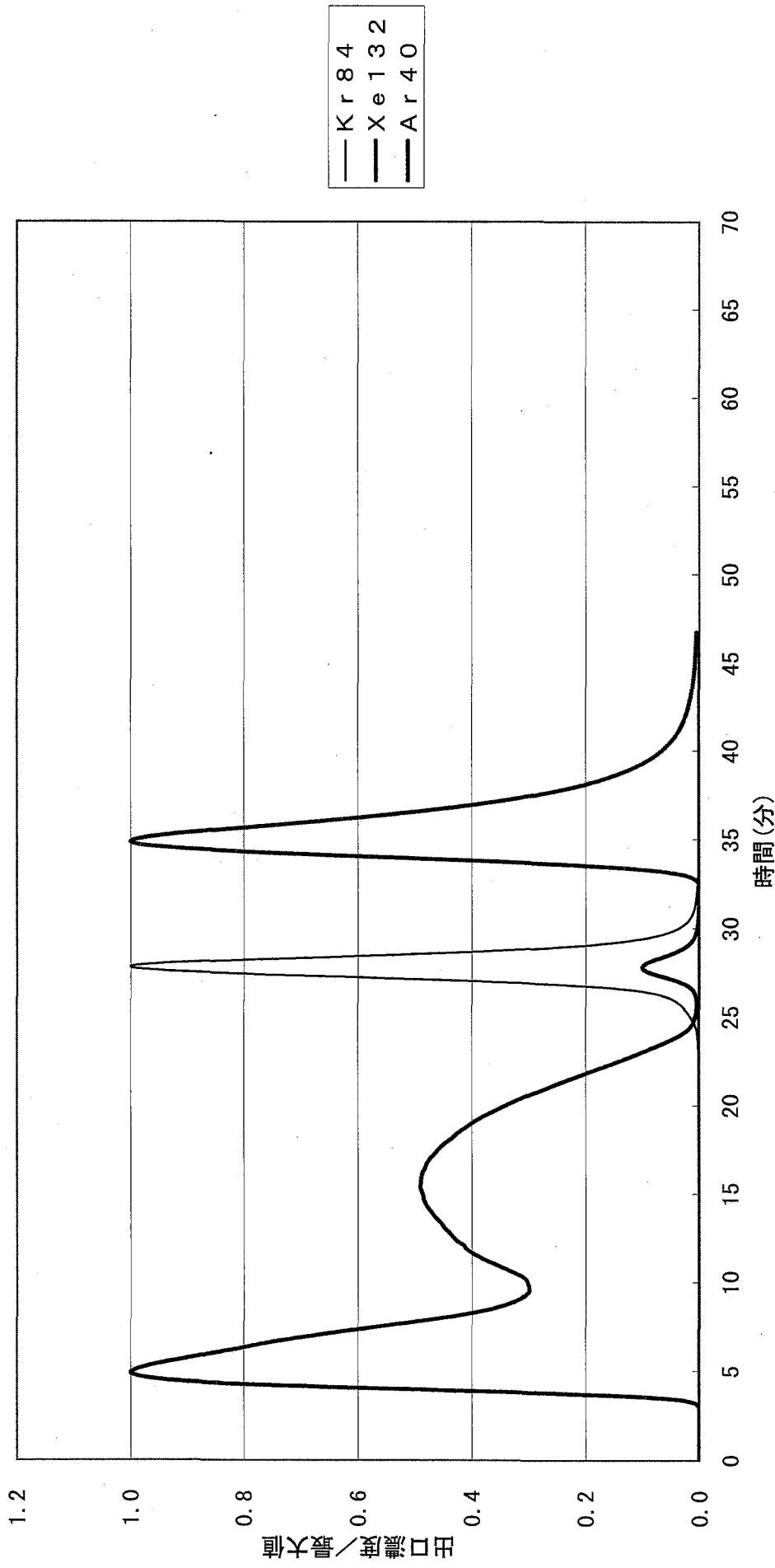


図03-10 -157.3°C, 0kPa, 1ppm/Ar, 吸着11.26NL/min-10min, 脱着0.23NL/min/He-12.40°C/min, GW-HH24/42 128

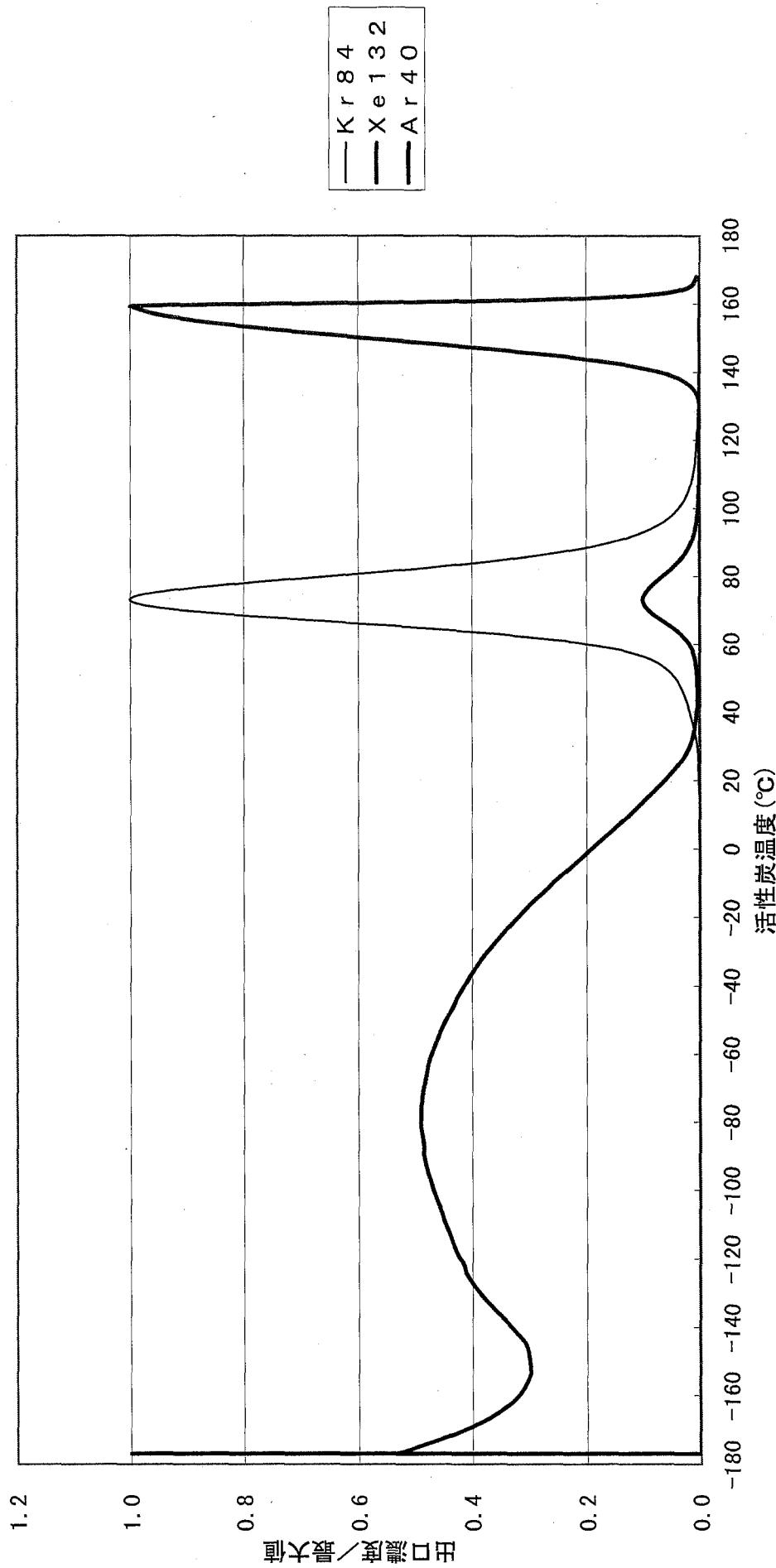


図03-10 T =157. 3°C, 0kPa, 1ppm/Ar, 吸着11. 26NL/min-10min, 脱着0. 23NL/min/He-12. 40°C/min, GW-HH24/42 128

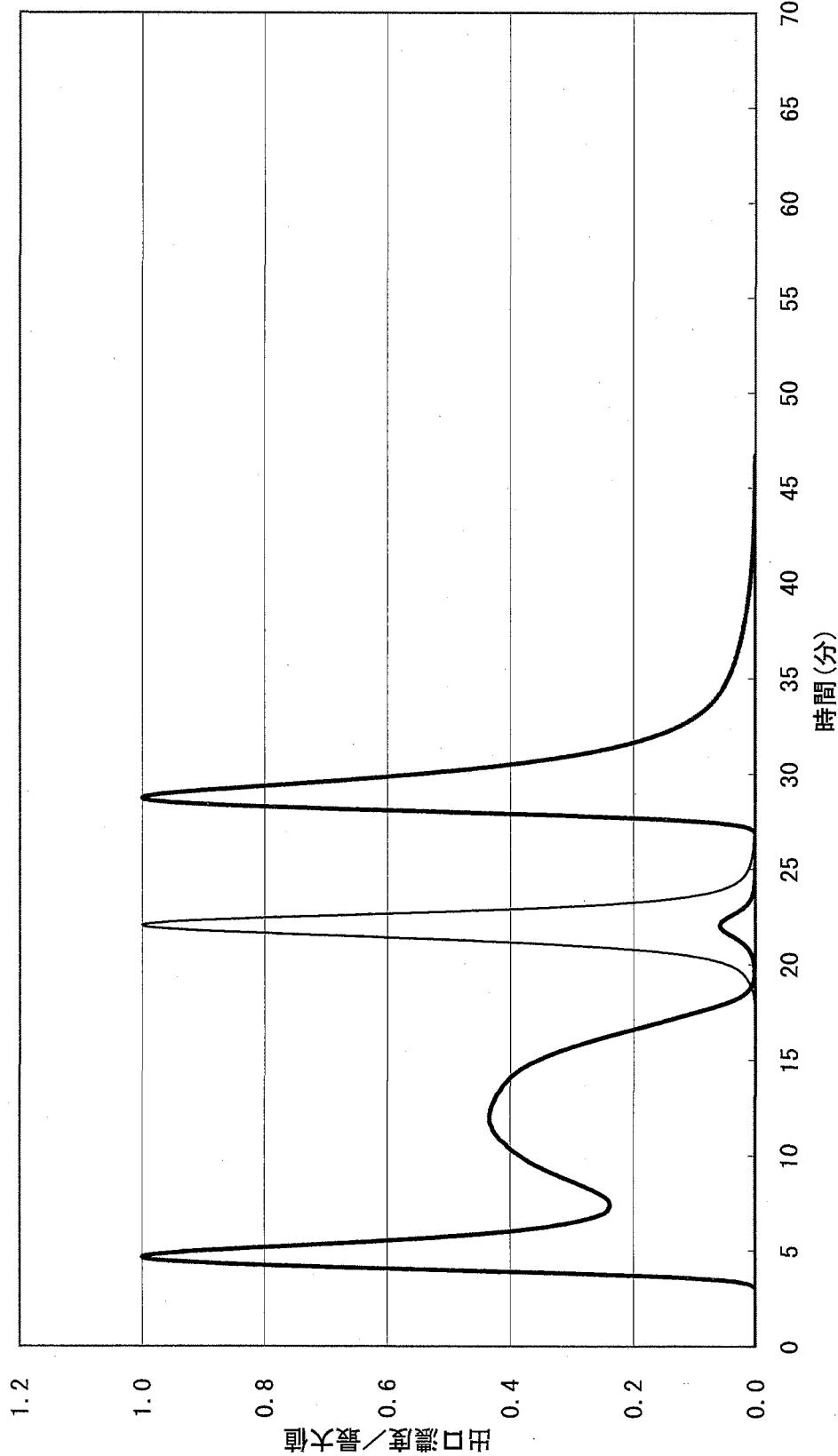


図03-11 -160.4°C, 0kPa, 1ppm/Ar, 吸着11.99NL/min-10min, 脱着0.56NL/min/He-13.59°C/min, GW-HH24/42 129

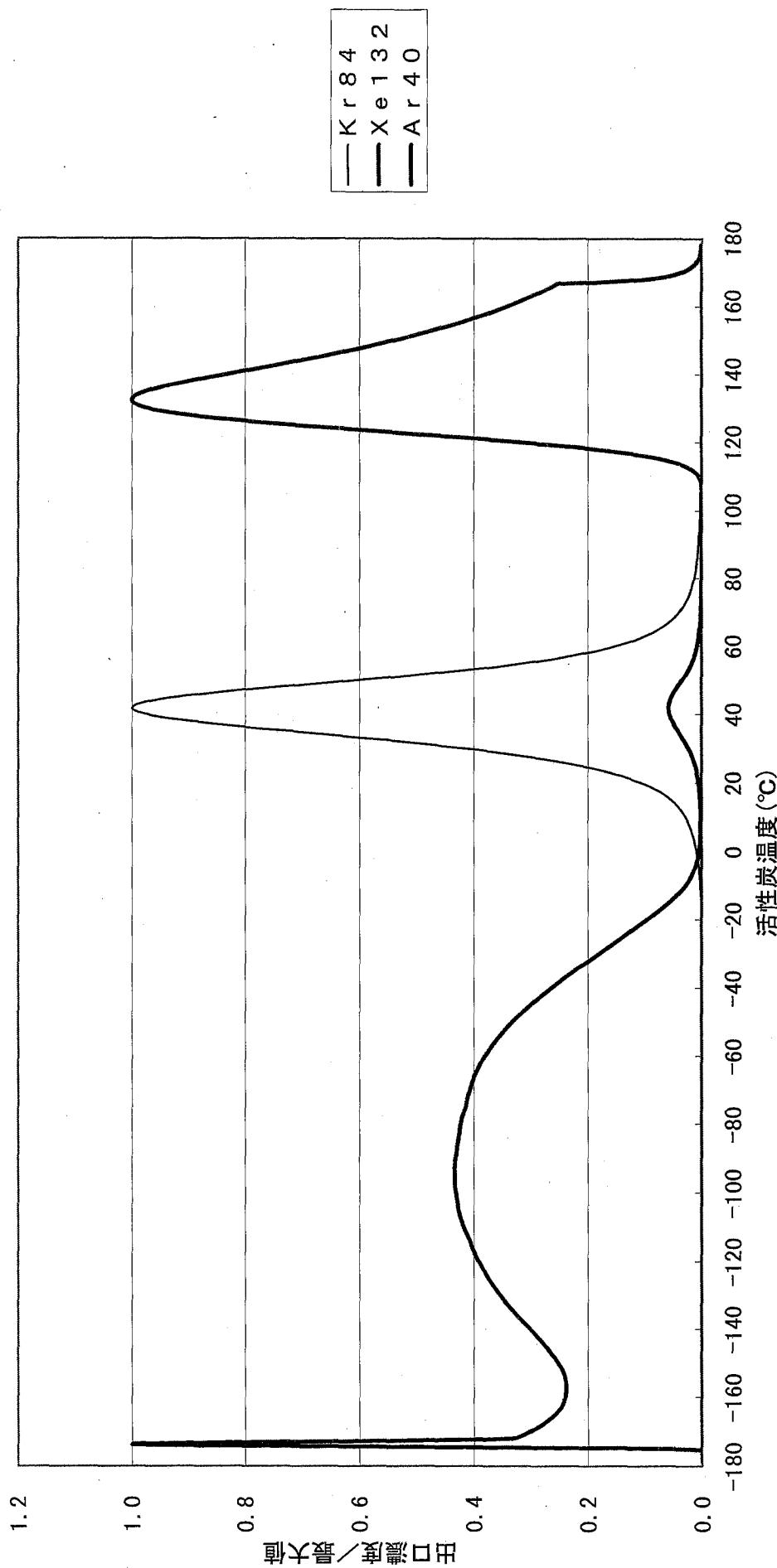


图3-11T -160.4°C, 0kPa, 1ppm/Ar, 吸着11.99NL/min-10min, 脱着0.56NL/min/He-13.59°C/min, GM-HH24/42 129

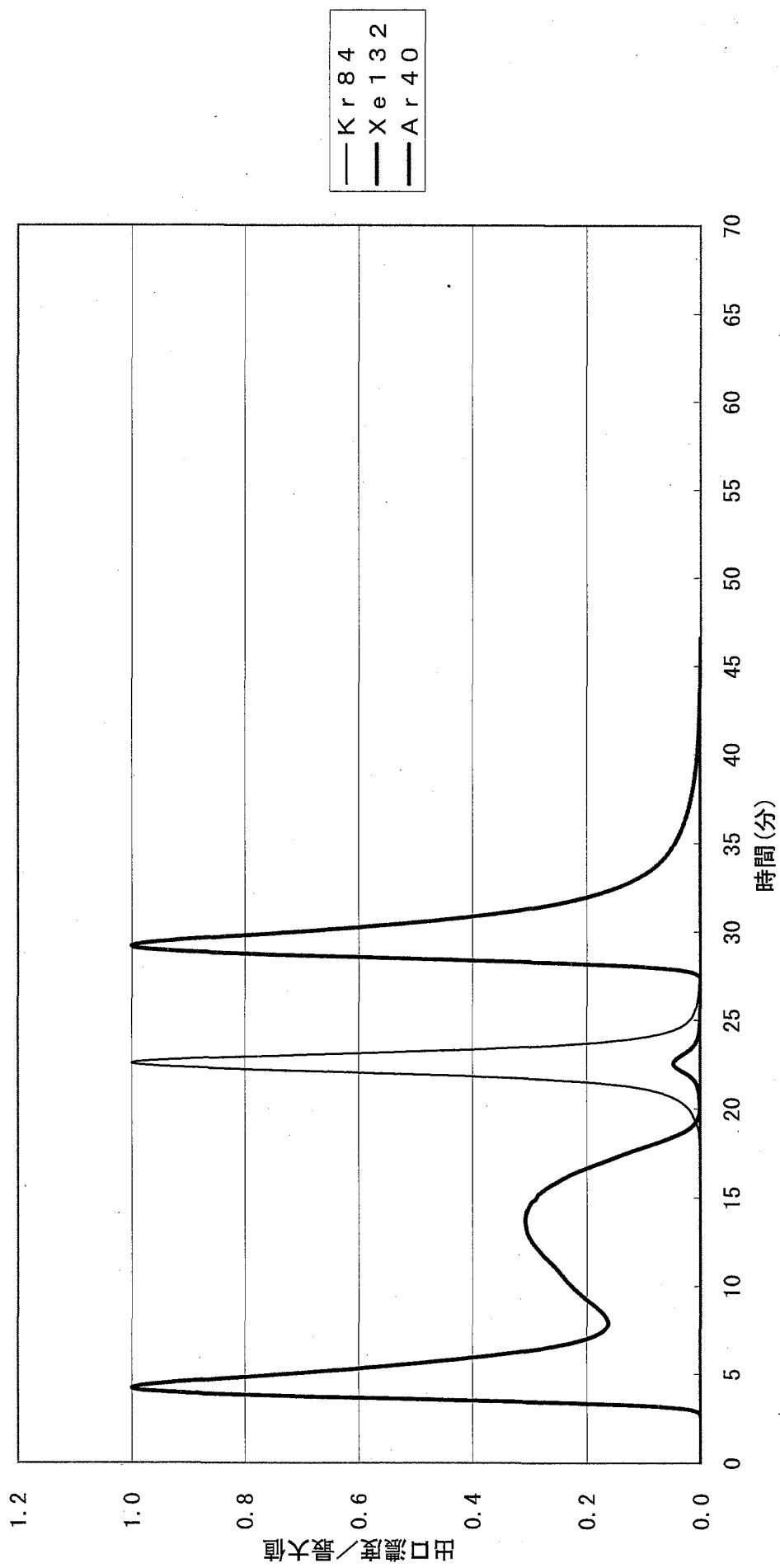
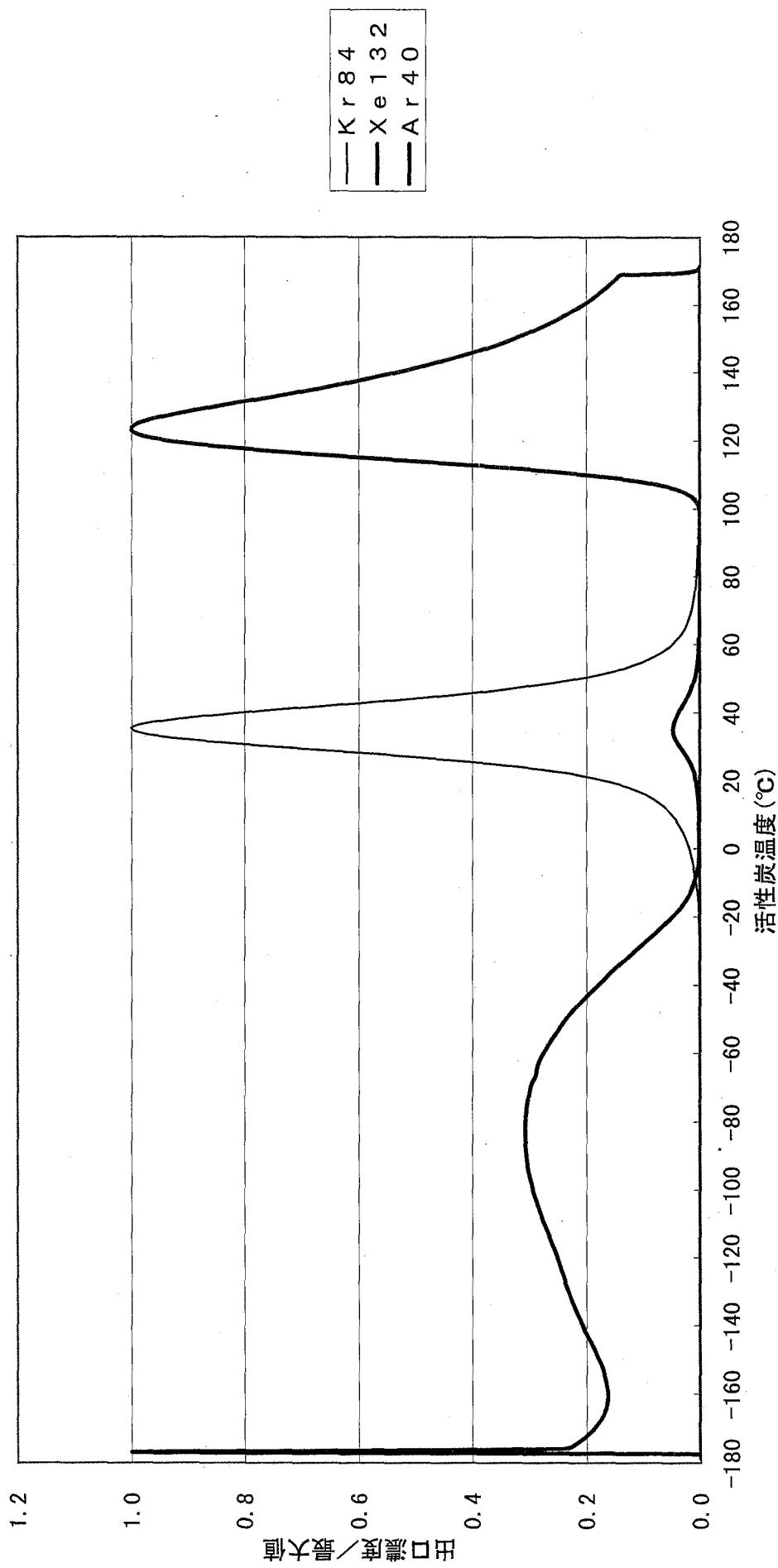


図03-12 -154.0°C, 0kPa, 1ppm/Ar, 吸着12.10NL/min-10min, 脱着0.78NL/min/He-13.33°C/min, GW-HH24/42 130



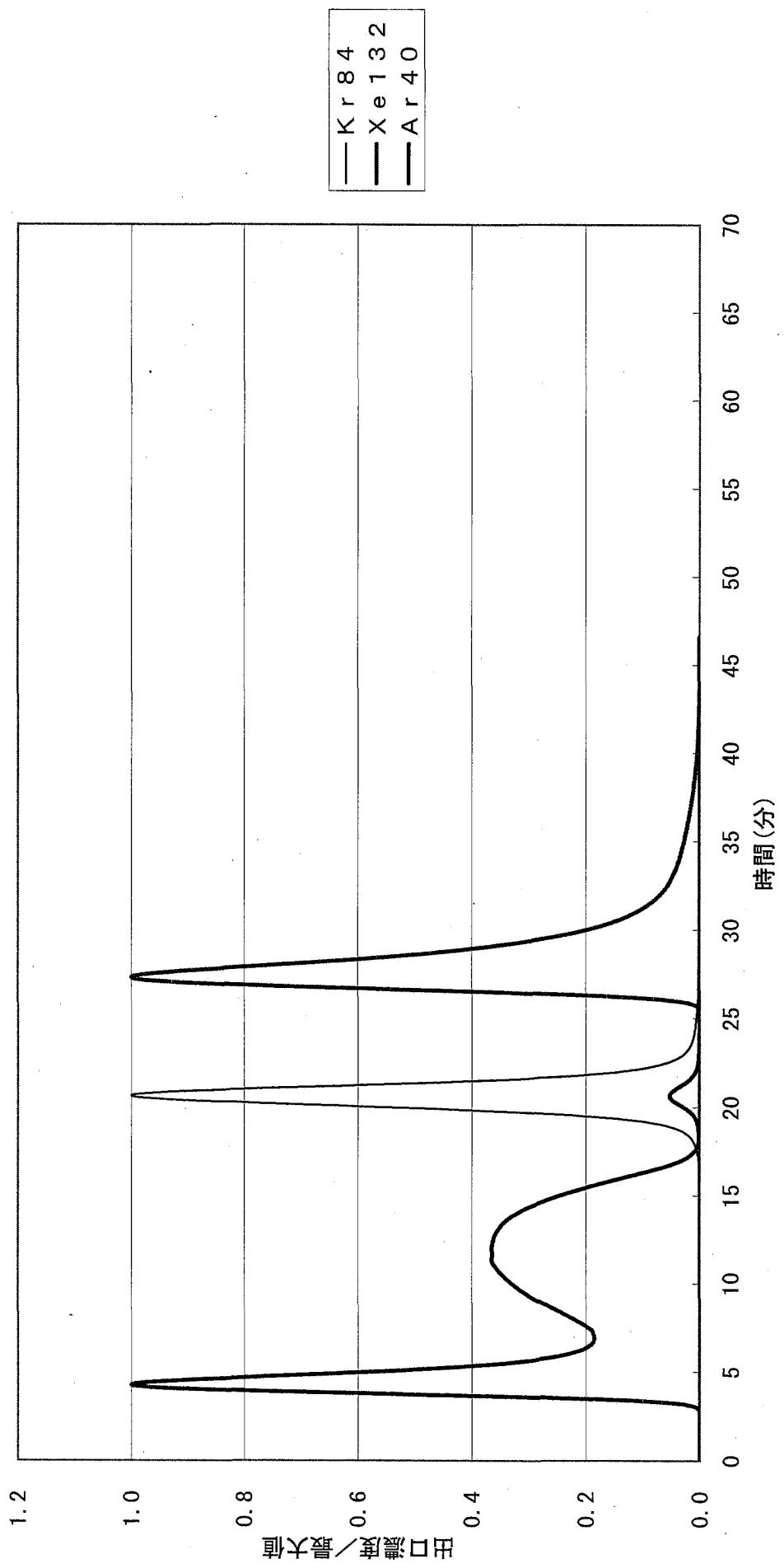


図03-13 -162.6°C, 0kPa, 1ppm/Ar, 吸着12.48NL/min-10min, 脱着1.00NL/min/He-13.23°C/min, GW-HH24/42 131

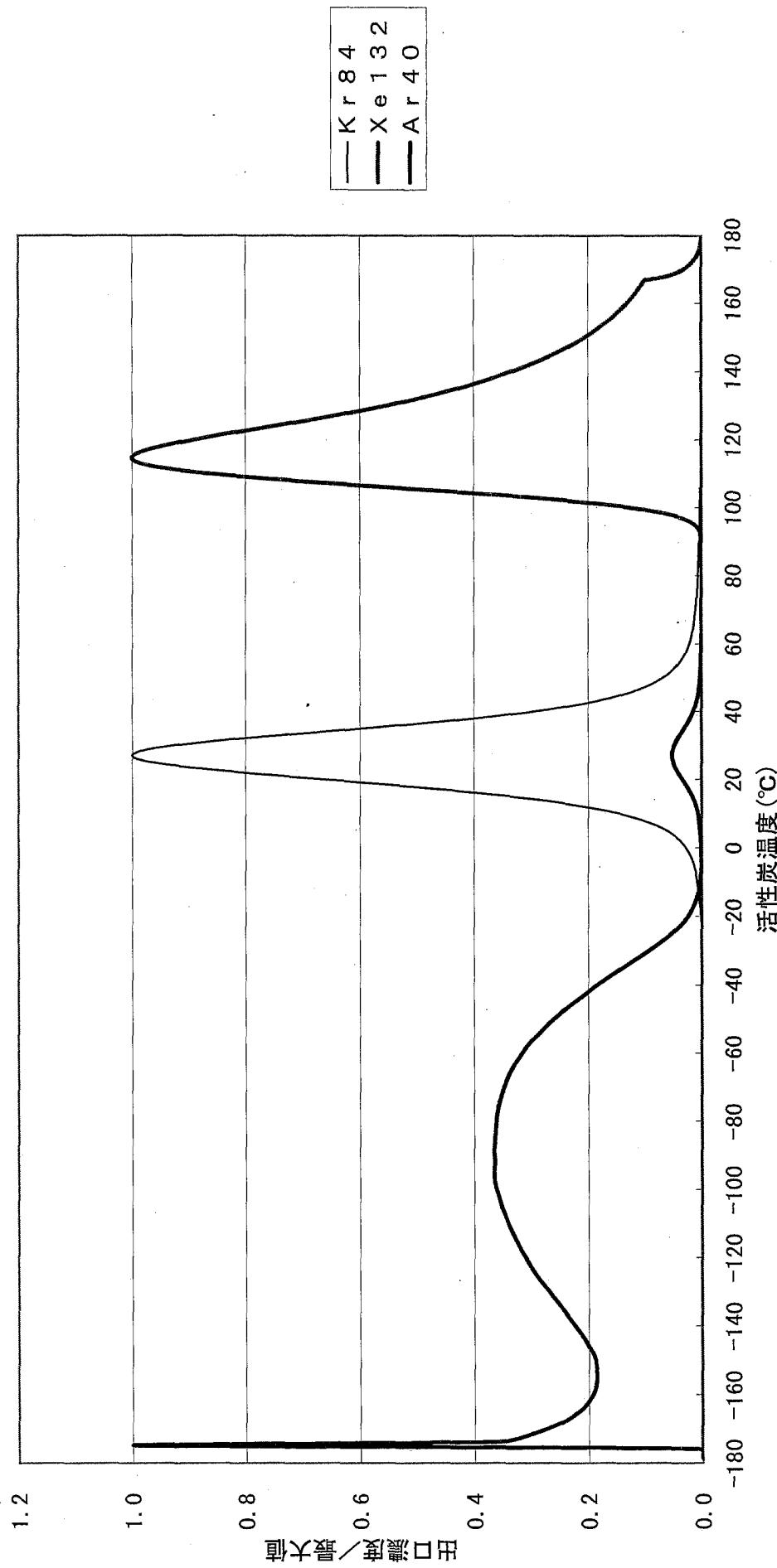


图3-13 T = 162.6°C, 0kPa, 1ppm/Ar, 吸着12.48NL/min-10min, 脱着1.00NL/min/He-13.23°C/min, GW-HH24/42 131

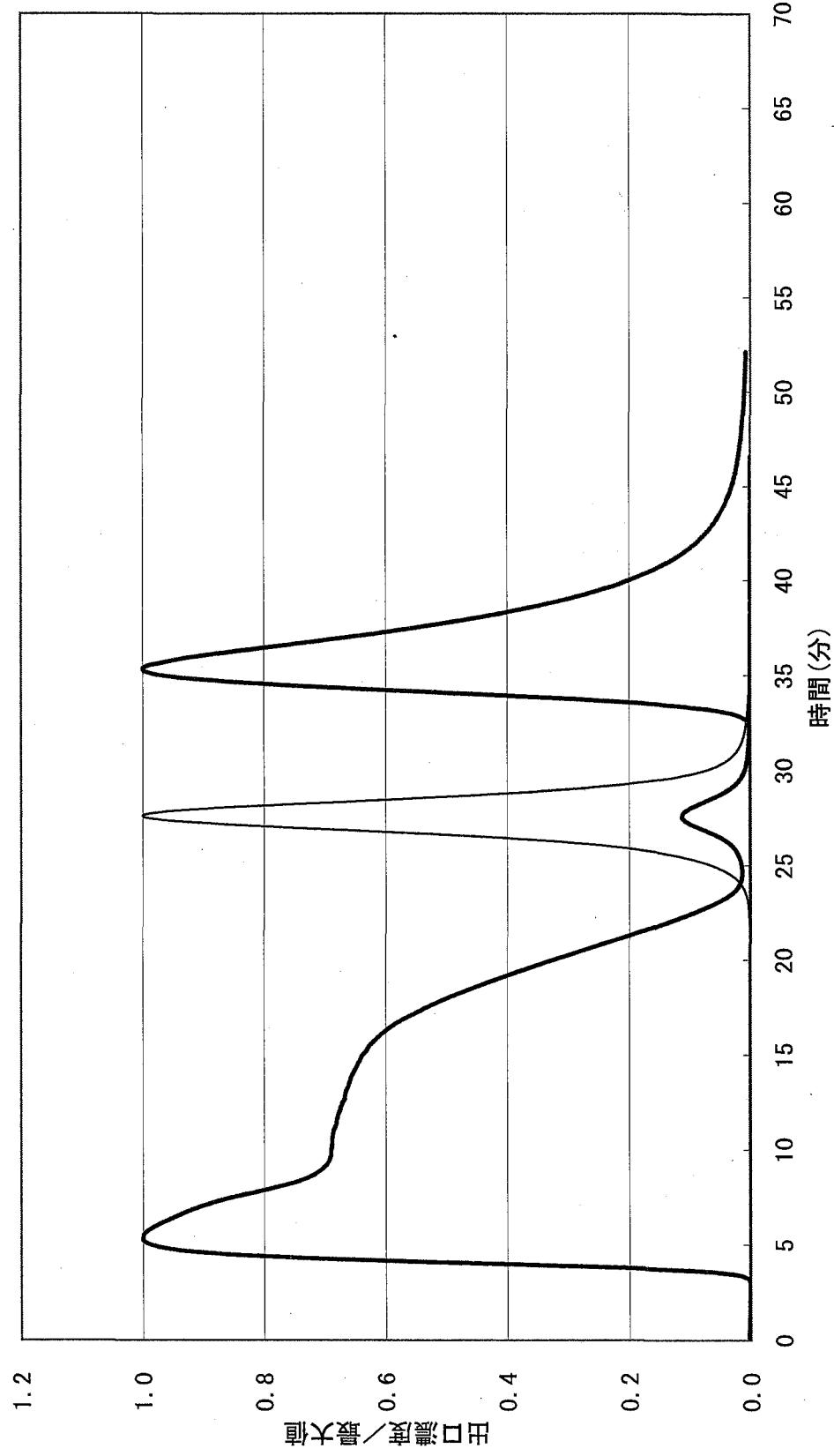
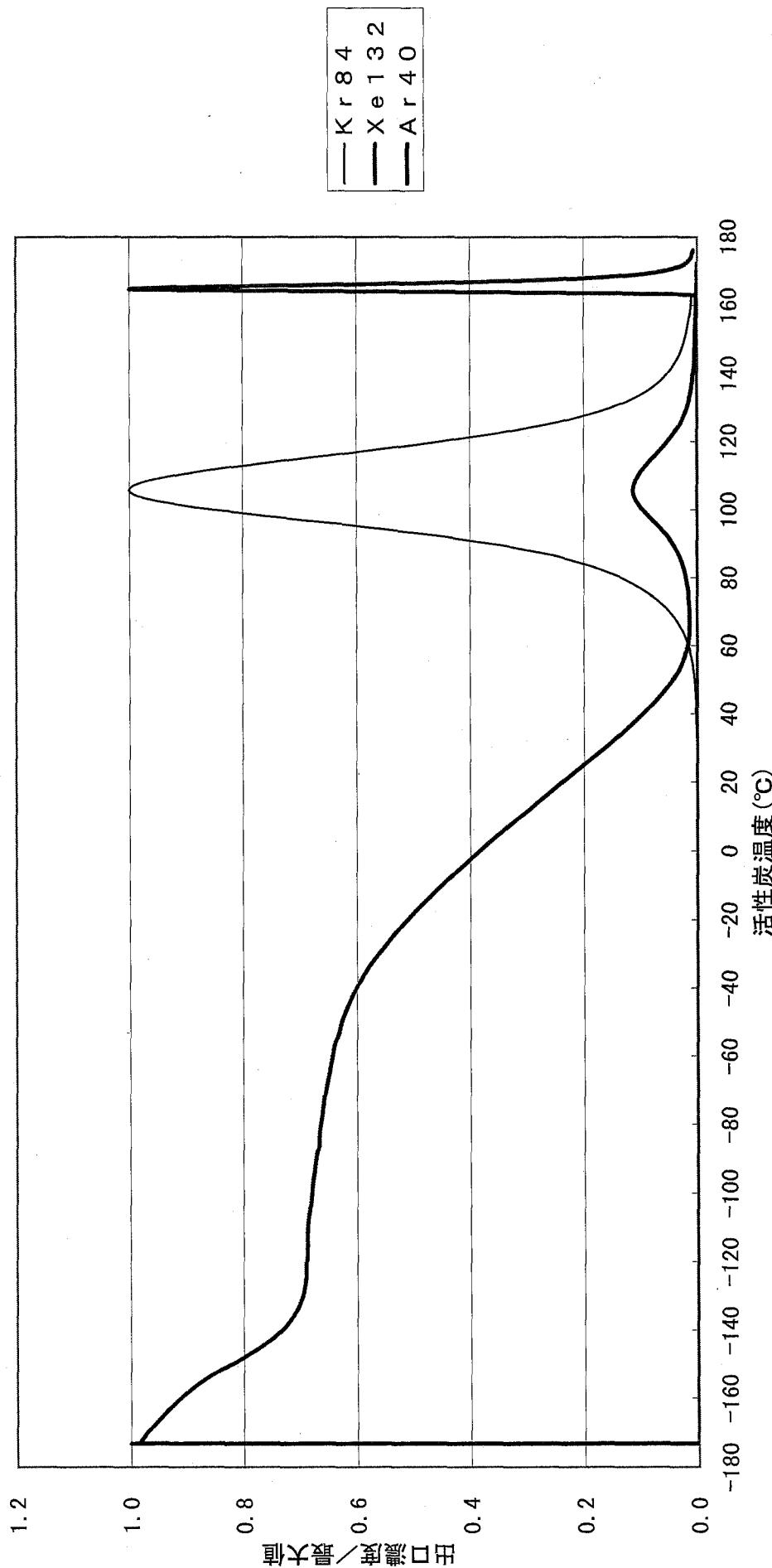


図03-14 -157.4°C, 0kPa, 1ppm/Ar, 吸着11.77NL/min/He-12.85°C/min, 脱着0.13NL/min/He-12.85°C/min, 6W-HH24/42 132



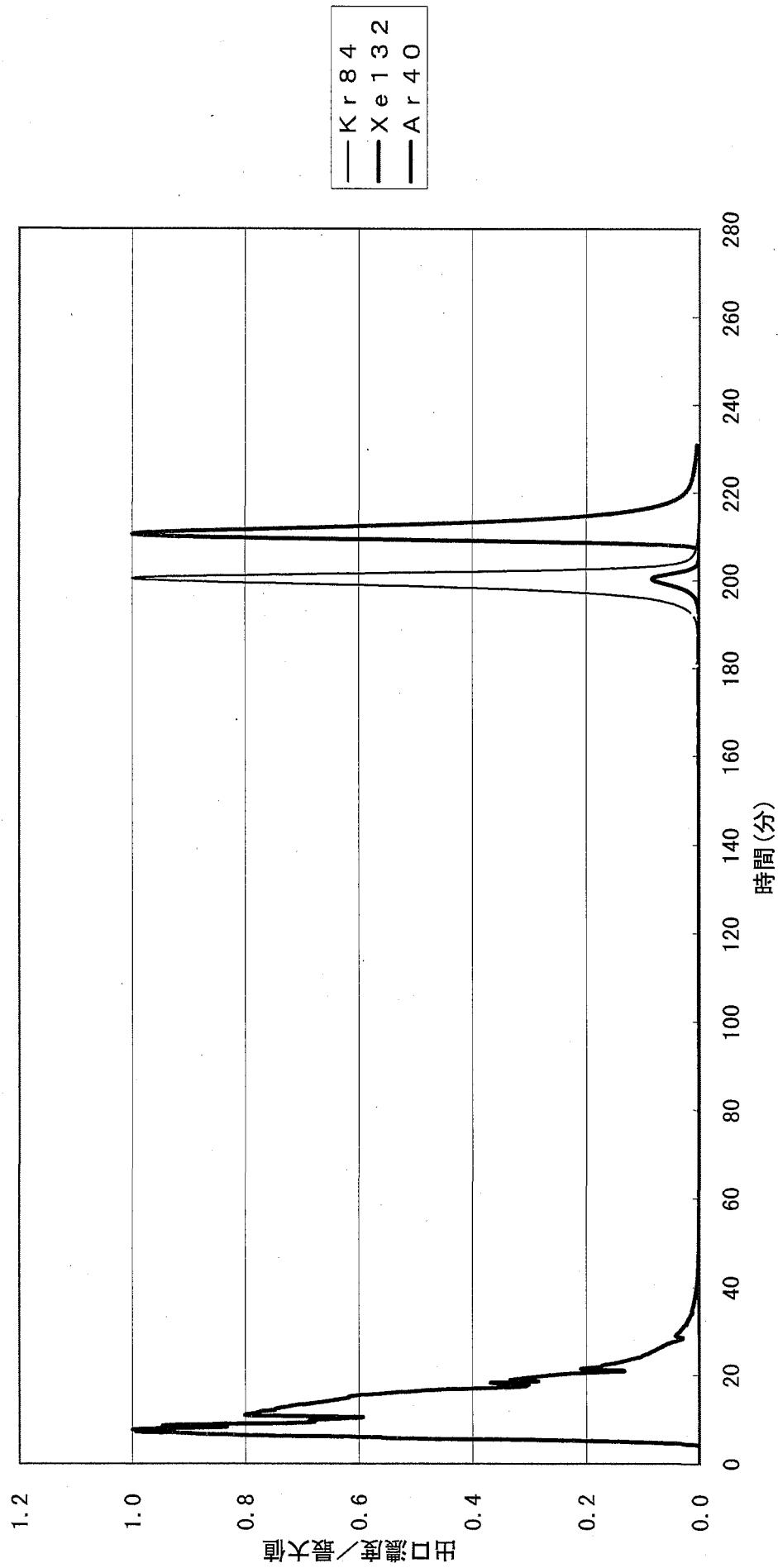


図3-15 -157.5°C, 112kPa, 1ppm/Ar, 吸着9.47NL/min~10min,  
脱着0.11NL/min/He~9.03°C/min(-154.1°C~-80.9°C), 12.9°C/min(-80.8°C~175°C), GW-HH24/42 134

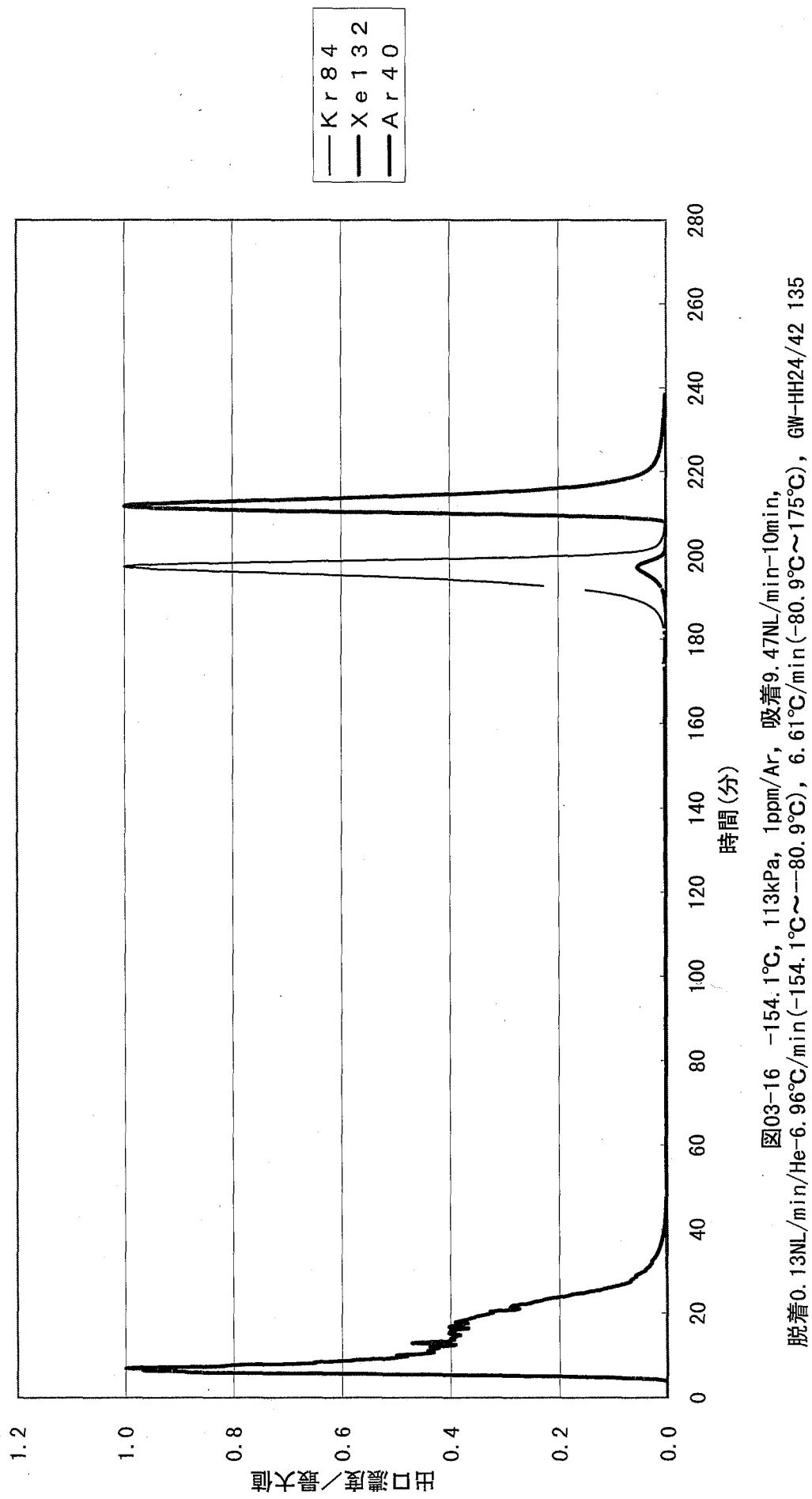


図03-16 -154.1°C, 113kPa, 1ppm/Ar, 吸着9.47NL/min-10min,  
 脱着0.13NL/min/He-6.96°C/min(-154.1°C~-80.9°C), 6.61°C/min(-80.9°C~175°C), GW-HH24/42 135

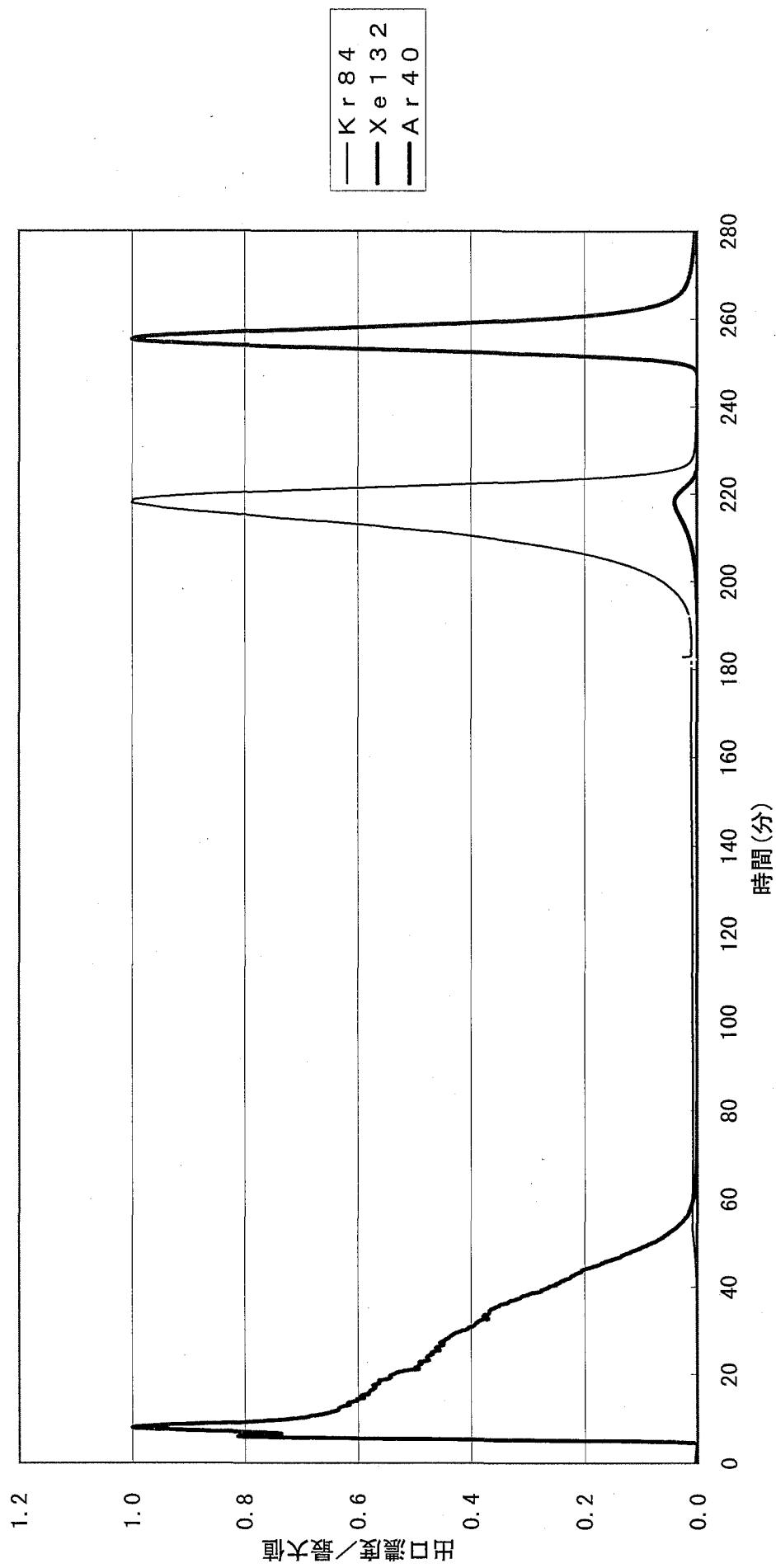


図3-17  $-155.7^{\circ}\text{C}$ ,  $112\text{kPa}$ ,  $1\text{ppm/Ar}$ , 吸着  $8.55\text{NL}/\text{min}\cdot10\text{min}$ , 脱着  $0.12\text{NL}/\text{min}/\text{He}-2.65\text{NL}/\text{min}(-154.1^{\circ}\text{C}\sim-80.8^{\circ}\text{C})$ ,  $2.48\text{^{\circ}C}/\text{min}(-80.8^{\circ}\text{C}\sim175^{\circ}\text{C})$ , GW-HH24/42 136A

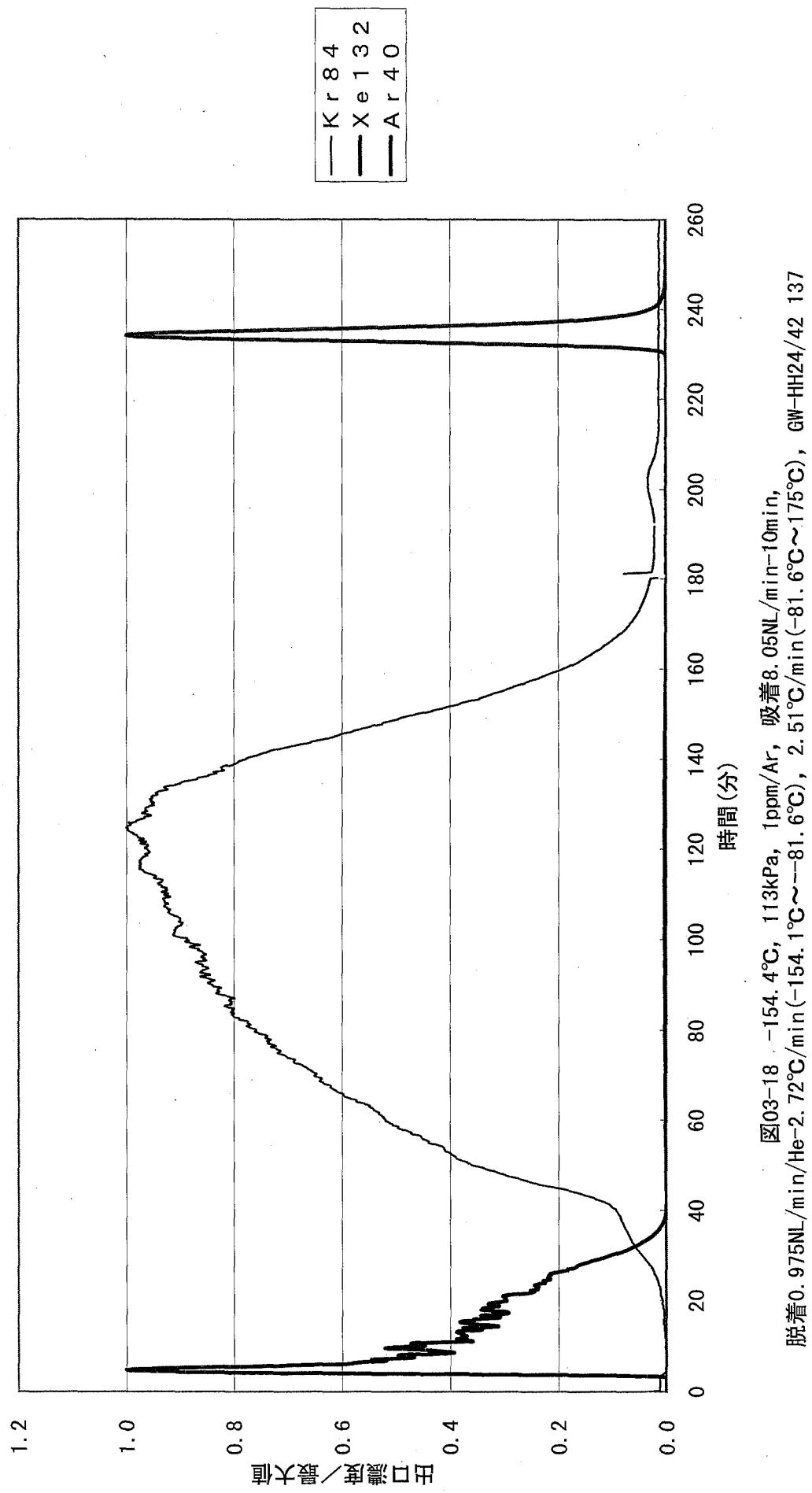


図03-18 -154.4°C, 113kPa, 1ppm/Ar, 吸着8.05NL/min-10min,  
脱着0.975NL/min/He-2.72°C/min(-154.1°C~-81.6°C), 2.51°C/min(-81.6°C~175°C), GW-HH24/42 137

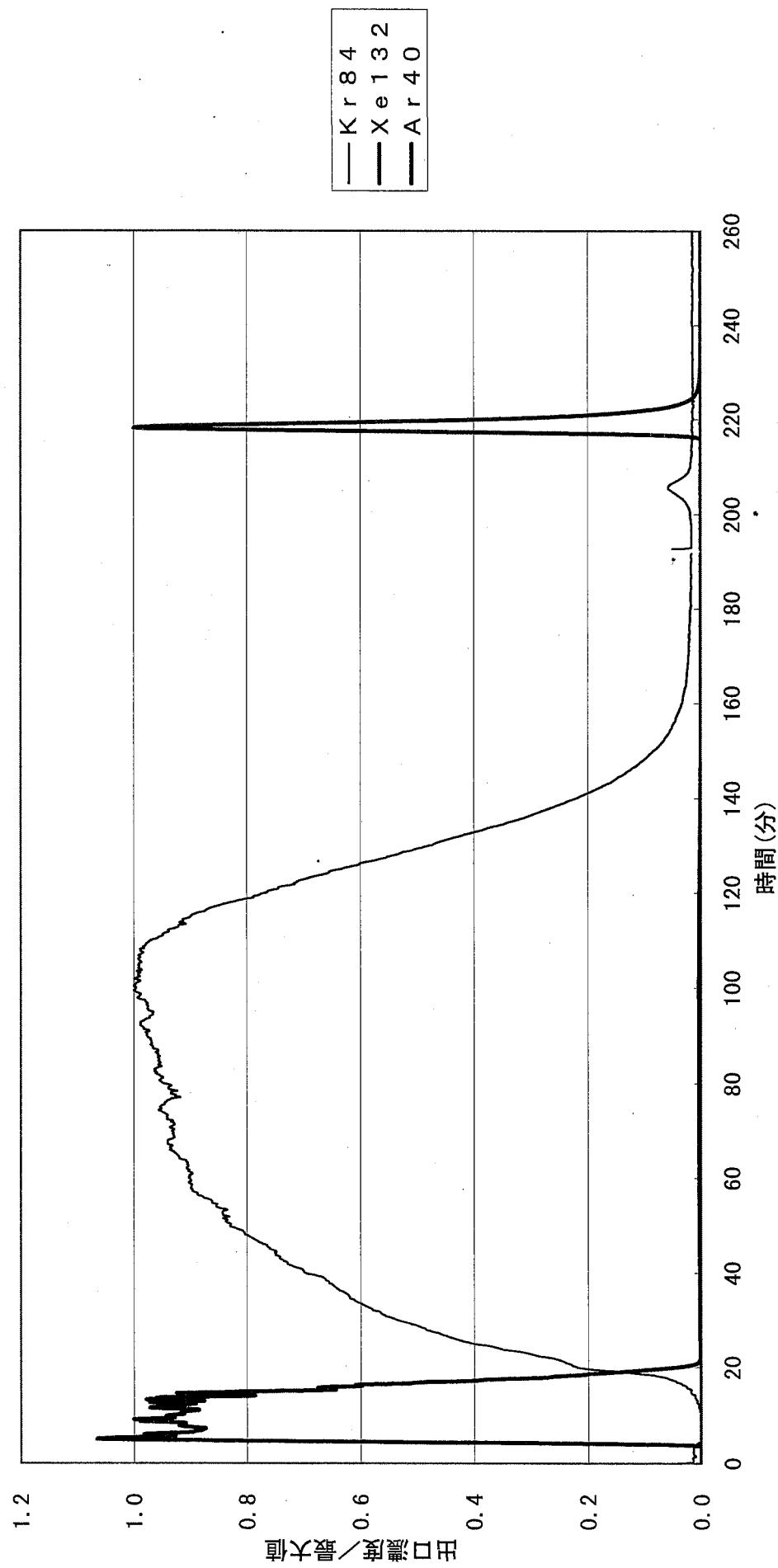
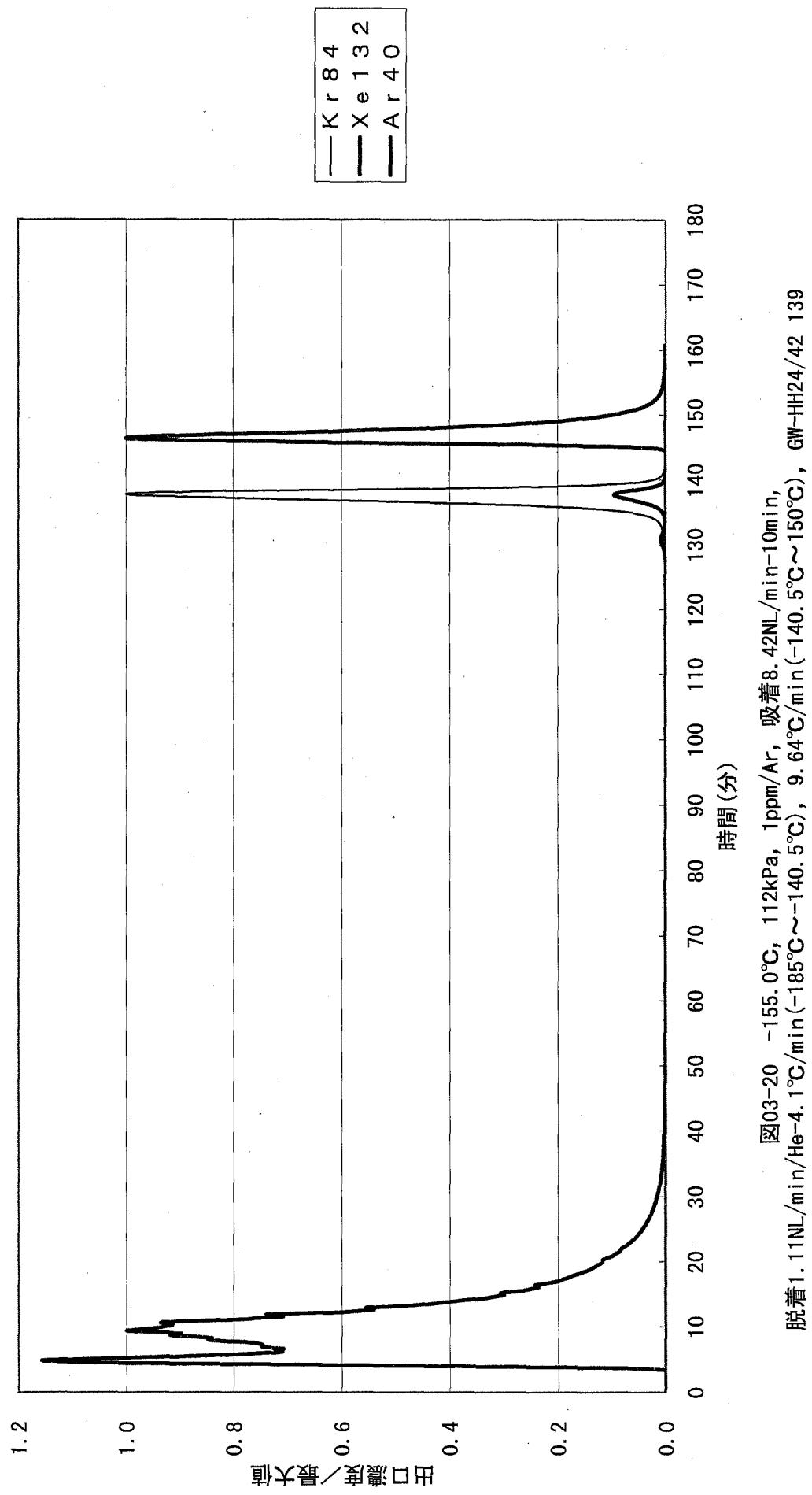


図03-19  $-154.1^{\circ}\text{C}$ ,  $112\text{kPa}$ ,  $1\text{ppm}/\text{Ar}$ , 吸着8.61NL/min-10min,  
脱着0.94NL/min/He-7.49°C/min(-154.1°C~-81.6°C), 6.81°C/min(-81.6°C~175°C), GW-HH24/42 138



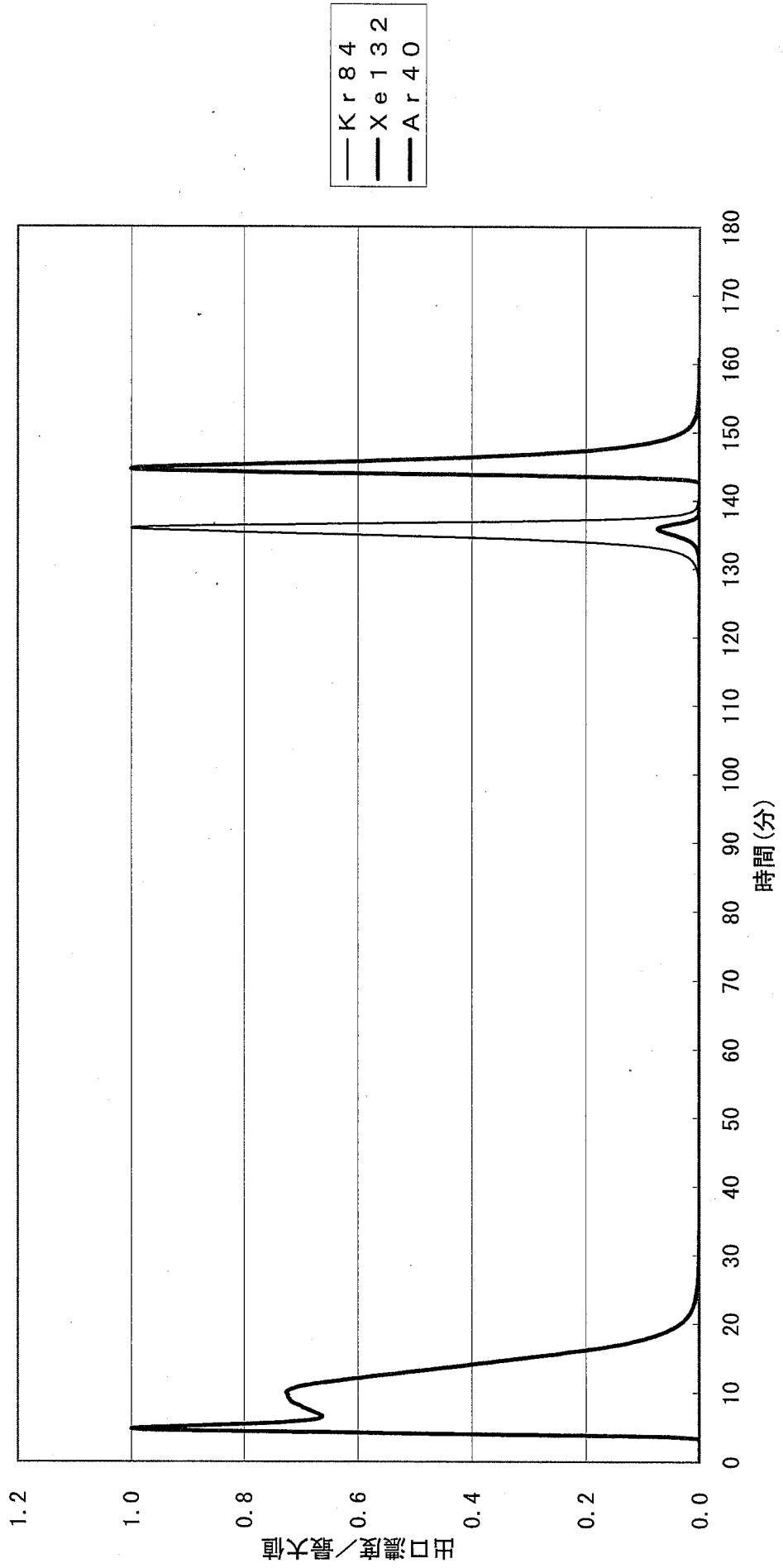


図03-21 -152.9°C, 112kPa, 1ppm/Ar, 吸着9.06NL/min-10min,  
脱着1.11NL/min/He-6.38°C/min(-178.2°C~-120.5°C), 9.48°C/min(-120.5°C~150°C), GW-HH24/42 140

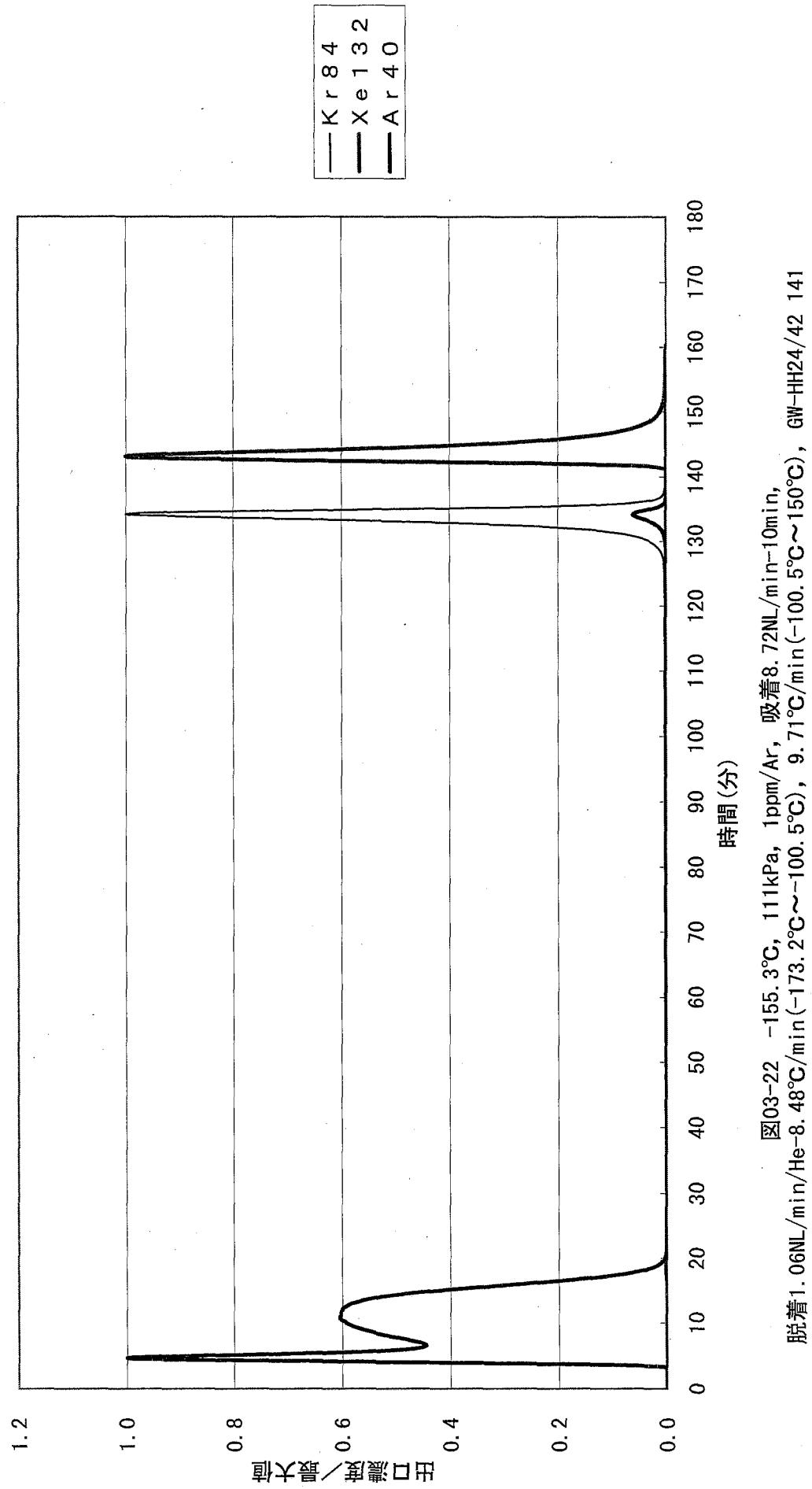


図03-22 -155.3°C, 111kPa, 1ppm/Ar, 吸着8.72NL/min~10min,  
脱着1.06NL/min/He-8.48°C/min(-173.2°C~-100.5°C), 9.71°C/min(-100.5°C~150°C), 6W-HH24/42 141

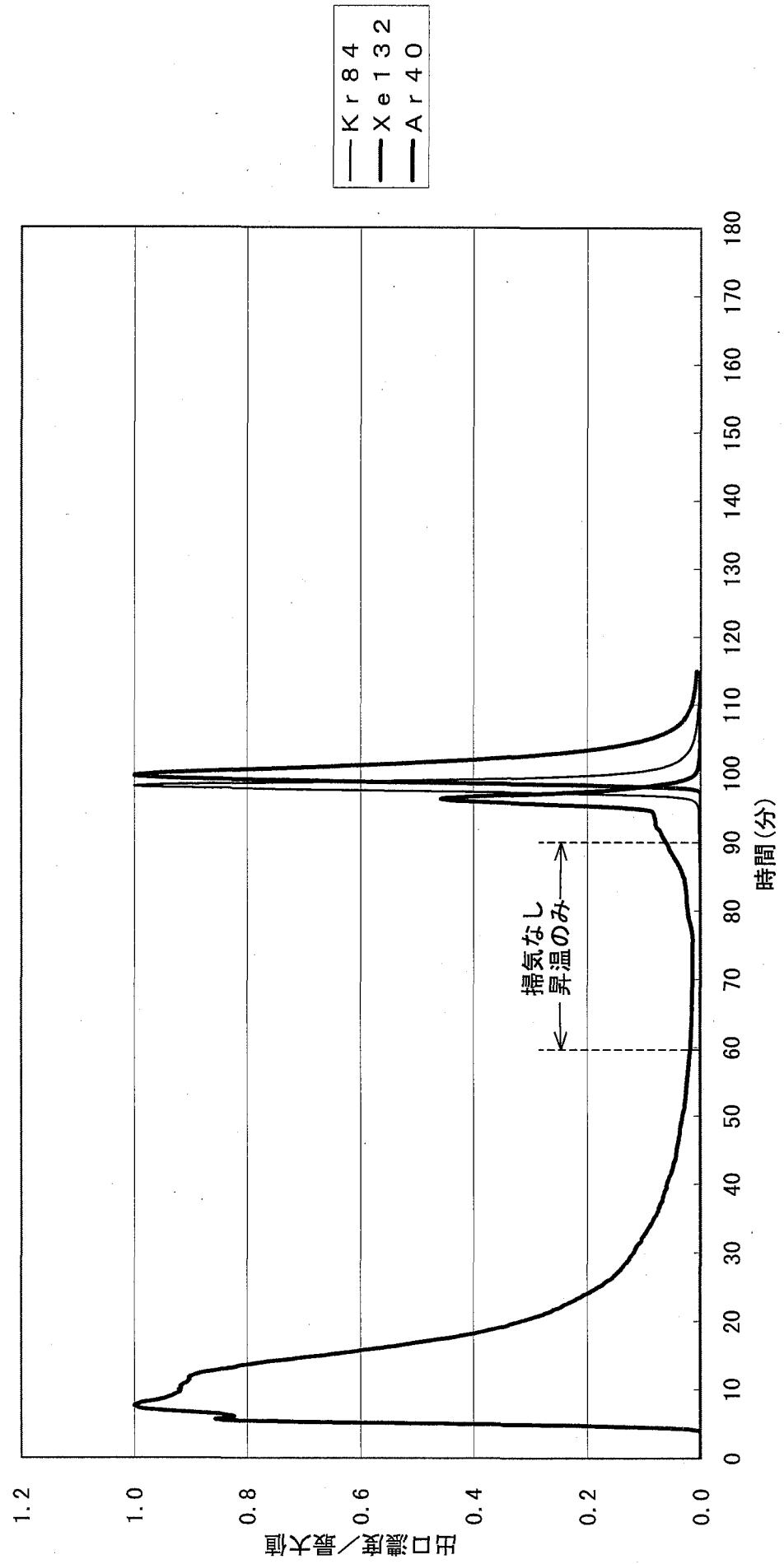


図03-23 -154.2°C, 112kPa, 1ppm/Ar, 吸着10.14NL/min-10min,  
脱着0.125NL/min/He-5.92°C/min(-173.2°C~-120°C), 30min保持, 9.61°C/min(-120°C~150°C), GW-HH24/42 142

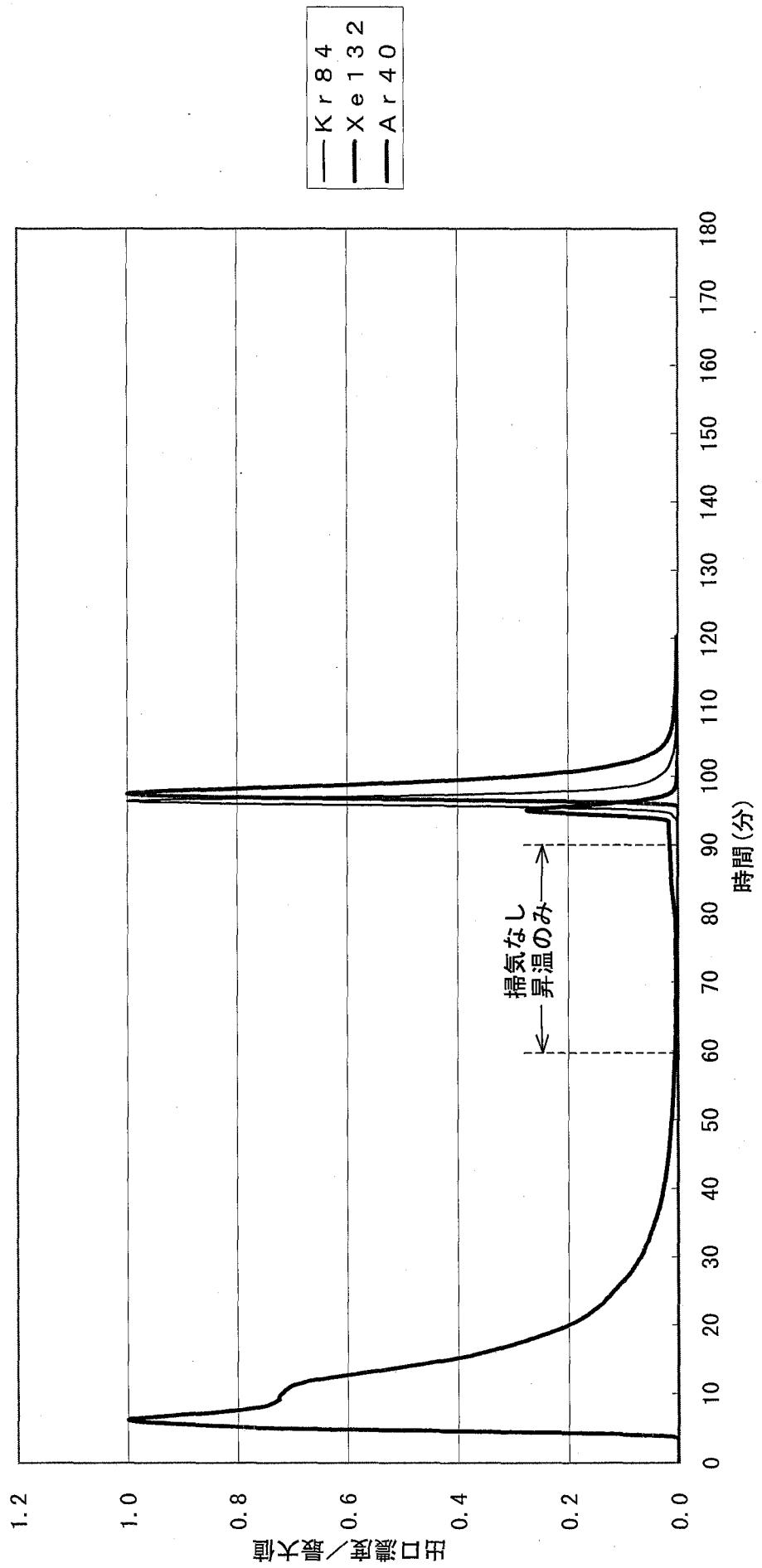


图03-24 -155. 0°C, 112kPa, 1ppm/Ar, 吸着9. 93NL/min-10min, 脱着0. 20NL/min/He-6. 64°C/min(-173. 1°C~-120°C), 30min保持, 9. 48°C/min(-120°C~150°C), GW-HH24/42 143

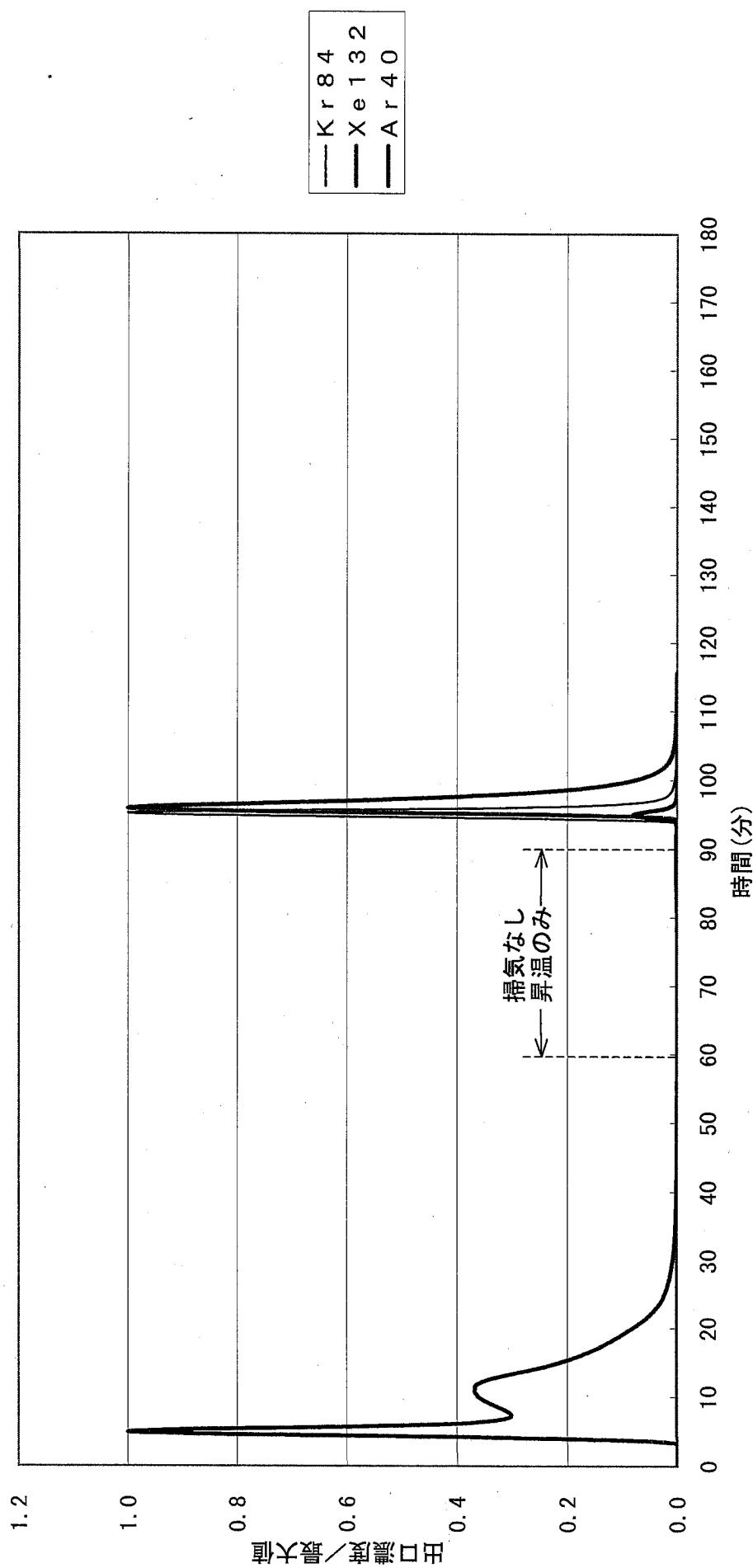


図03-25 -156.1°C, 112kPa, 1ppm/Ar, 吸着10.1NL/min-10min,  
脱着0.52NL/min/He-6.12°C/min(-176.4°C~-120°C), 30min保持, 9.44°C/min(-120°C~-150°C), GW-HH24/42 144

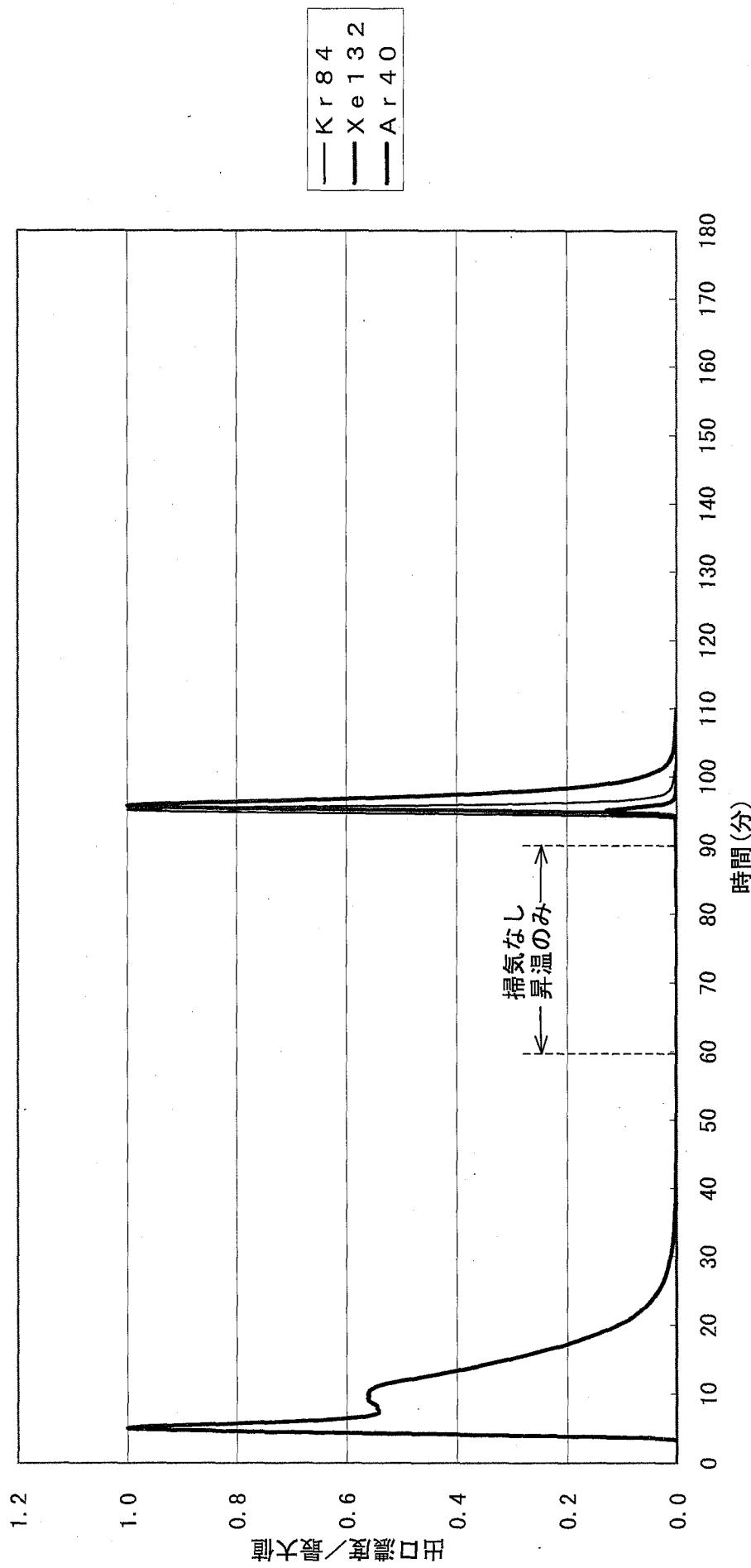


図03-26  $-154.0^{\circ}\text{C}$ ,  $111\text{kPa}$ ,  $1\text{ppm/Ar}$ , 吸着  $10.11\text{NL/min-10min}$ , 脱着  $0.785\text{NL/min/He-6.3\text{C}/min(-173.5^{\circ}\text{C} \sim -120^{\circ}\text{C})}$ ,  $30\text{min保持}, 9.43\text{C/min}(-120^{\circ}\text{C} \sim 150^{\circ}\text{C})$ , GW-HH24/42 145

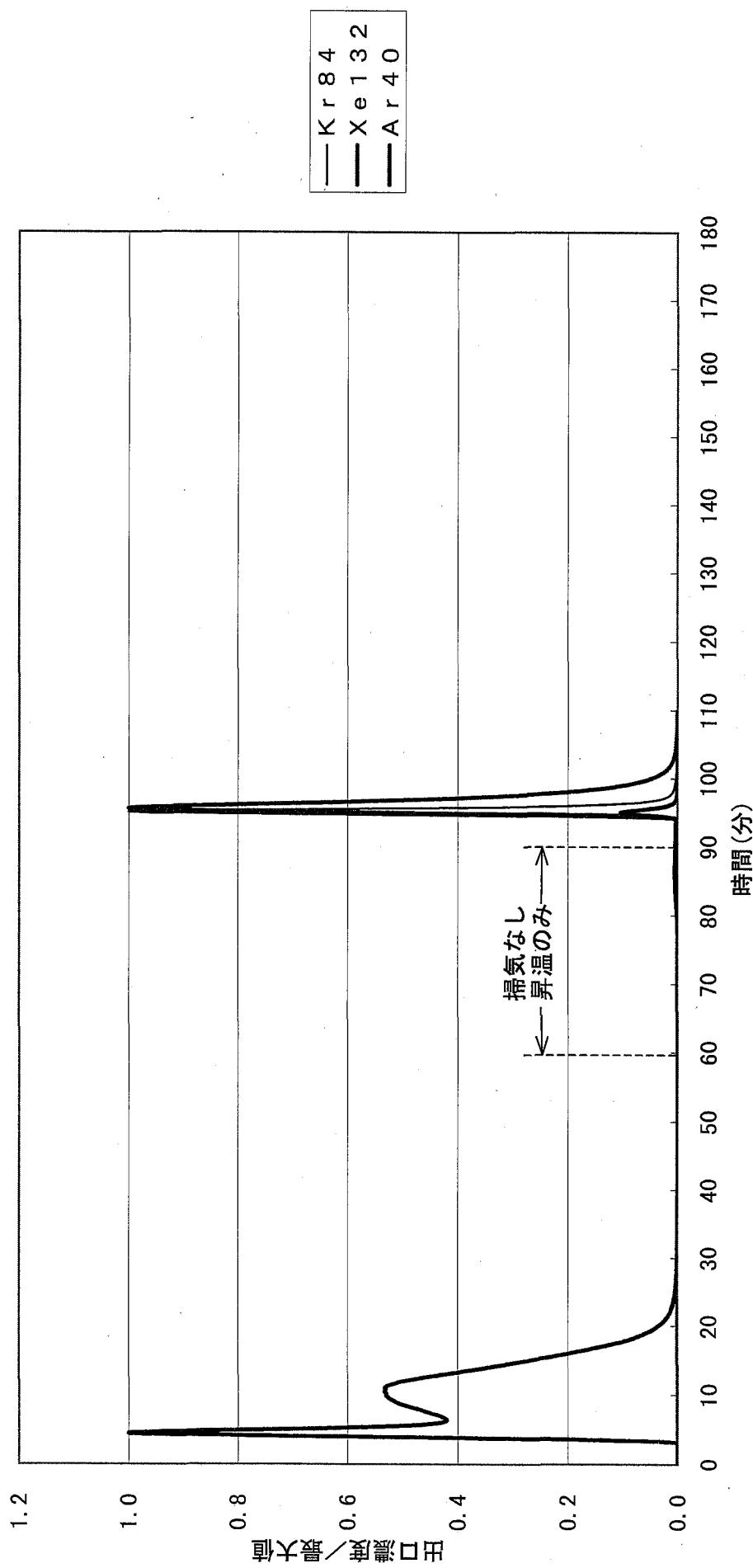


図03-27 -154.3°C, 112kPa, 1ppm/Ar, 吸着 9.84NL/min-10min,  
脱着 1.02NL/min/He-6.08°C/min(-180.4°C~-120°C), 30min保持, 9.54°C/min(-120°C~150°C), GW-HH24/42 146

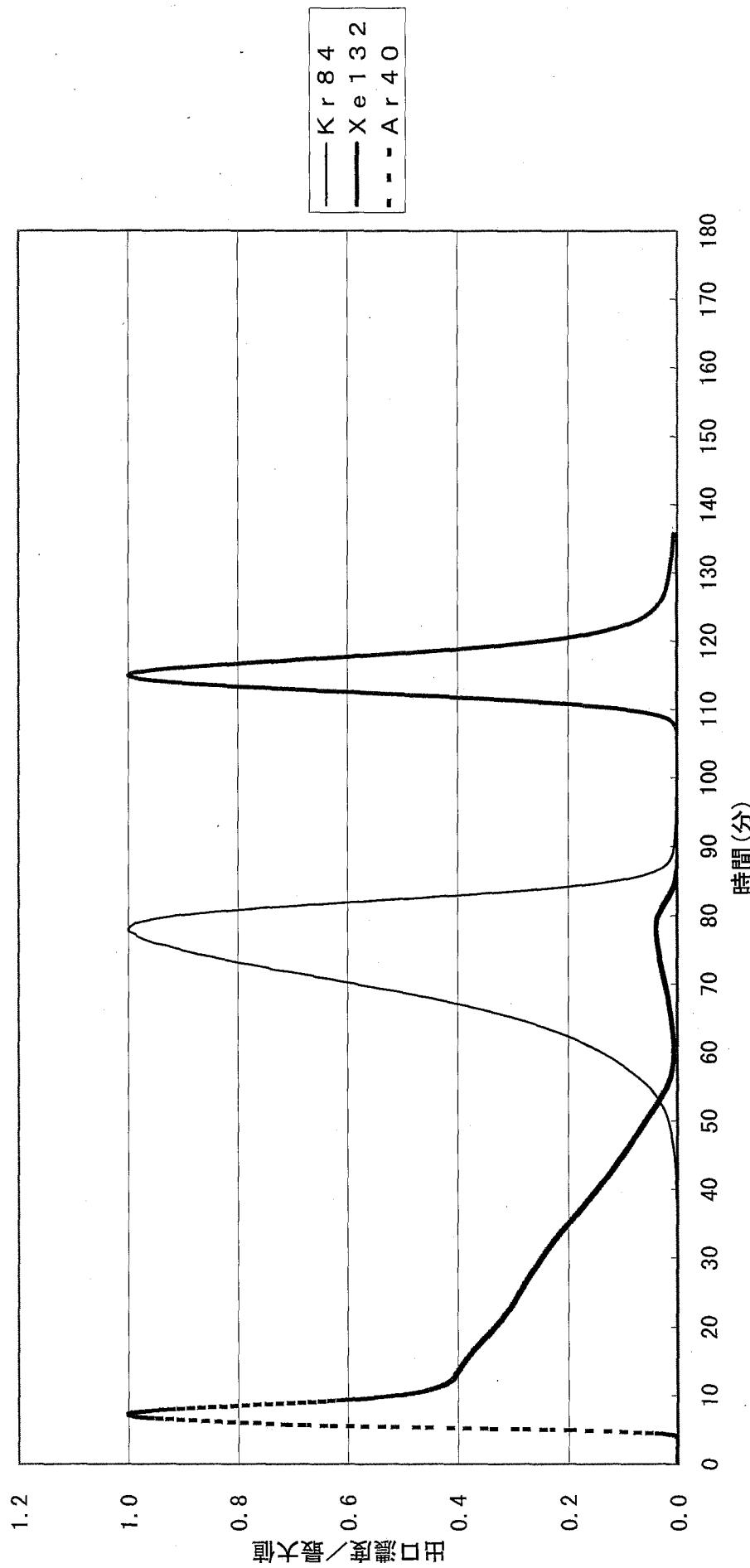


図03-28  $-164.2^{\circ}\text{C}$ , 111kPa, 1ppm/Ar,  
 吸着2.695NL/min-60min, 脱着0.11NL/min/He-2.40°C/min(-176.5°C~150°C), GW-HH24/42 147

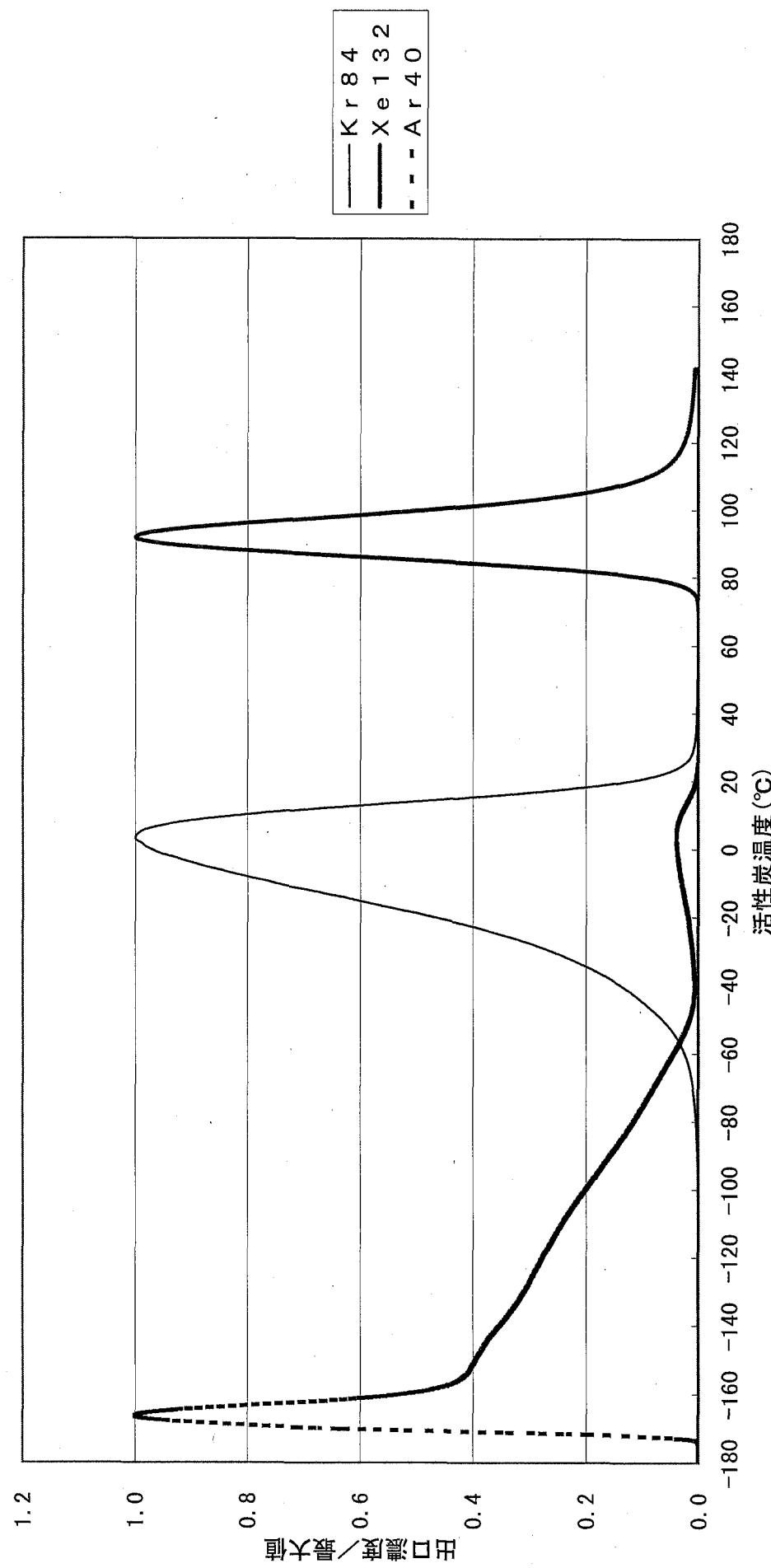


図03-28T -164.2°C, 111kPa, 1ppm/Ar,  
吸着2.695NL/min-60min, 脱着0.11NL/min/He-2.40°C/min(-176.5°C~150°C), GW-HH24/42 147

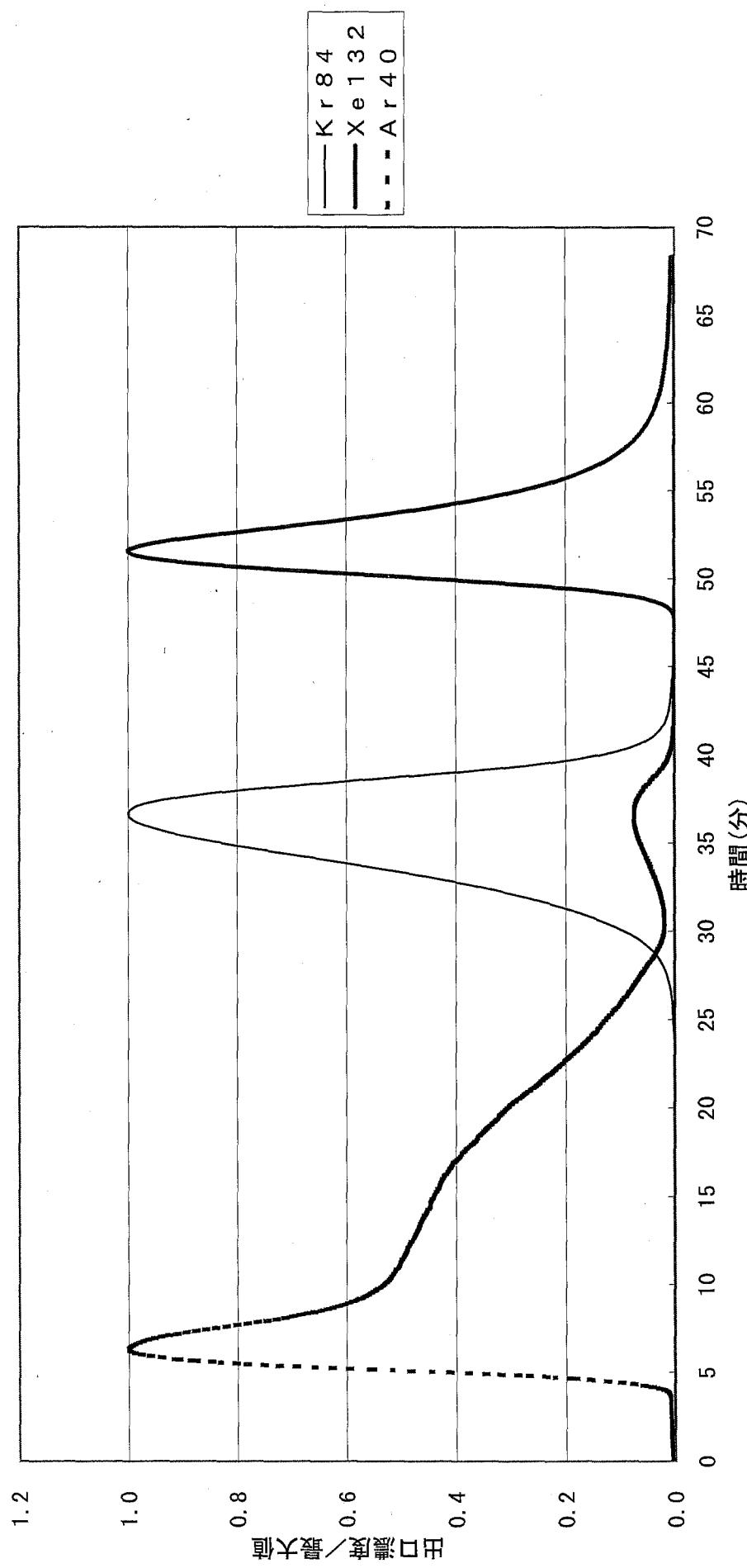
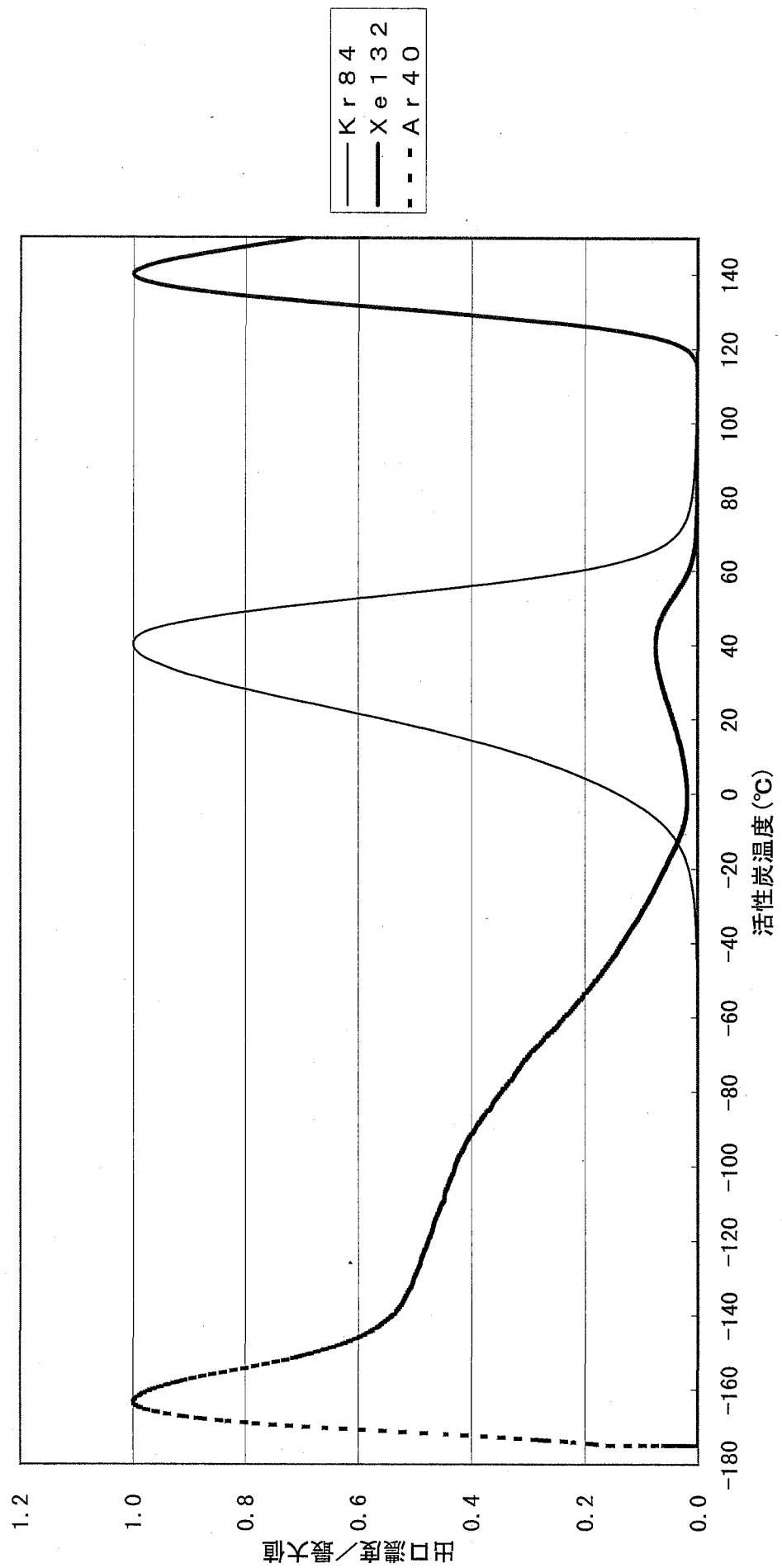


図03-29  $-164.8^{\circ}\text{C}$ ,  $111\text{kPa}$ ,  $1\text{ppm}/\text{Ar}$ , 吸着  $2.68\text{NL}/\text{min} \sim 60\text{min}$ , 脱着  $0.13\text{NL}/\text{min} \text{He} \sim 6.71^{\circ}\text{C}/\text{min}$  ( $-175.4^{\circ}\text{C} \sim 150^{\circ}\text{C}$ ), GW-HH24/42 148



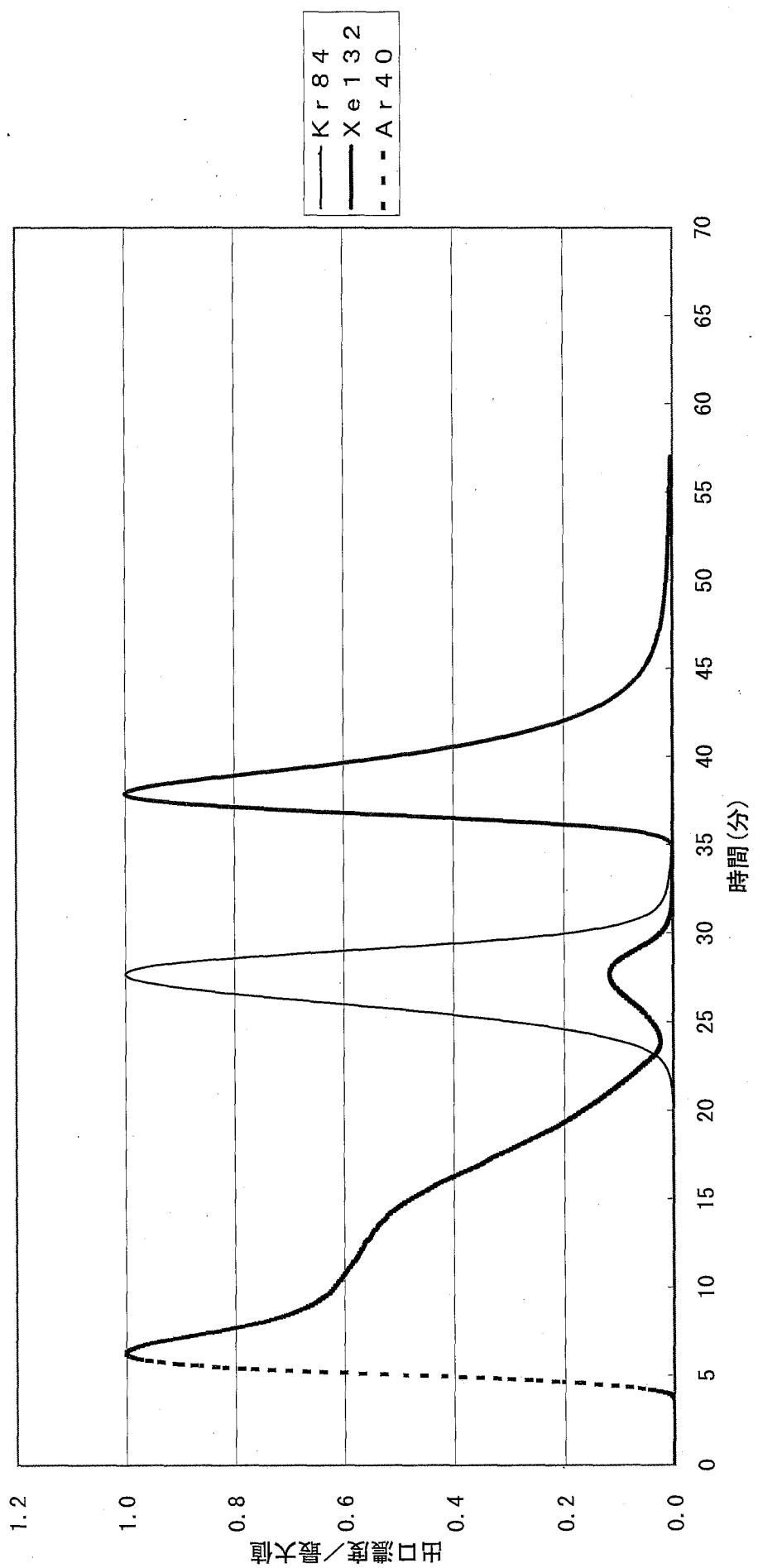


図03-30 -165, 88°C, 111kPa, 1ppm/Ar, 脱着2. 63NL/min~60min, 吸着0. 13NL/min/He~10. 704°C/min(-176. 4°C~150°C), GW-HH24/42 149

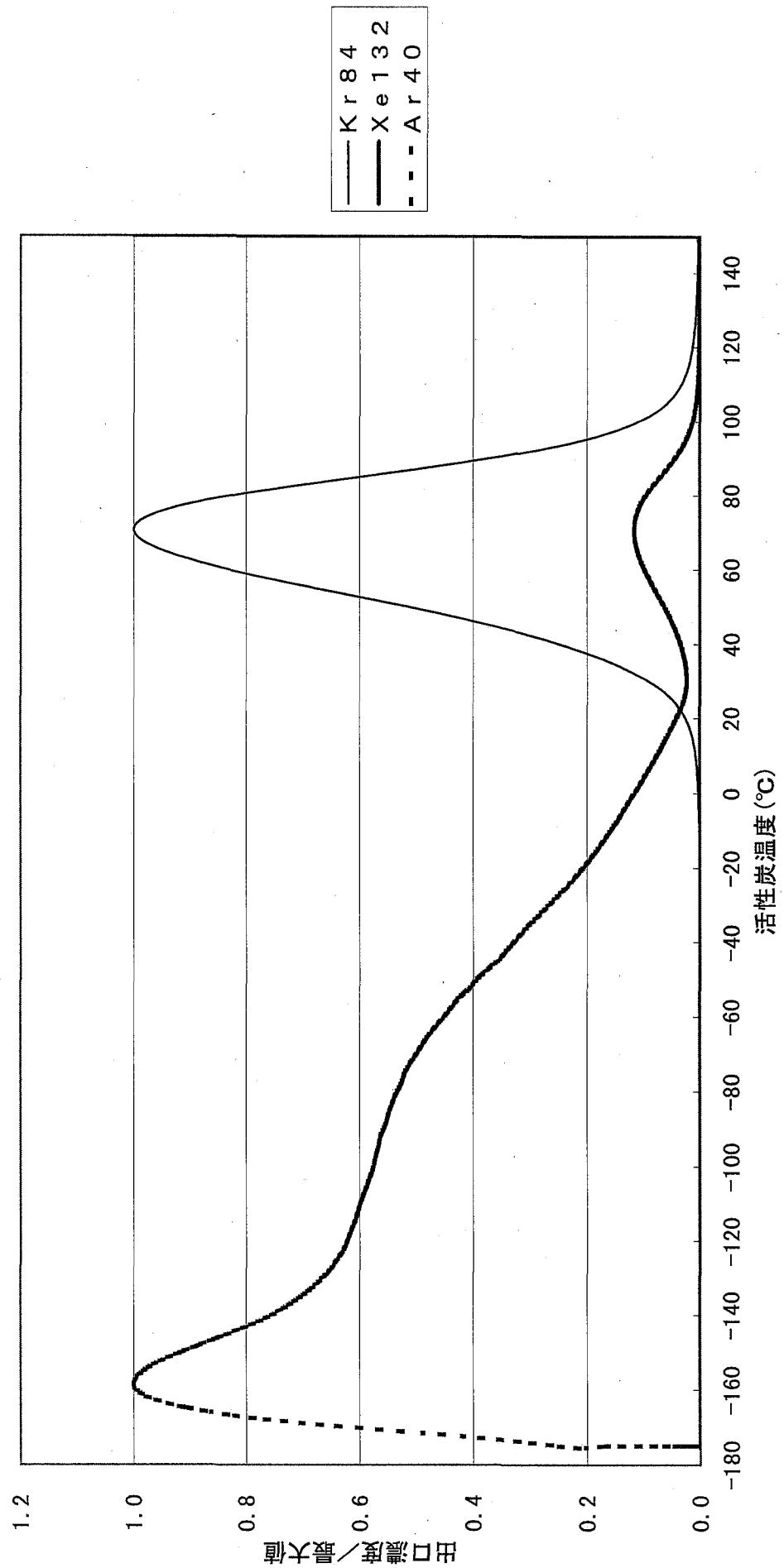


図03-30T -165.88°C, 111kPa, 1ppm/Ar,  
吸着2.63NL/min-60min, 脱着0.13NL/min/He-10.704°C/min(-176.4°C~150°C), GW-HH24/42 149

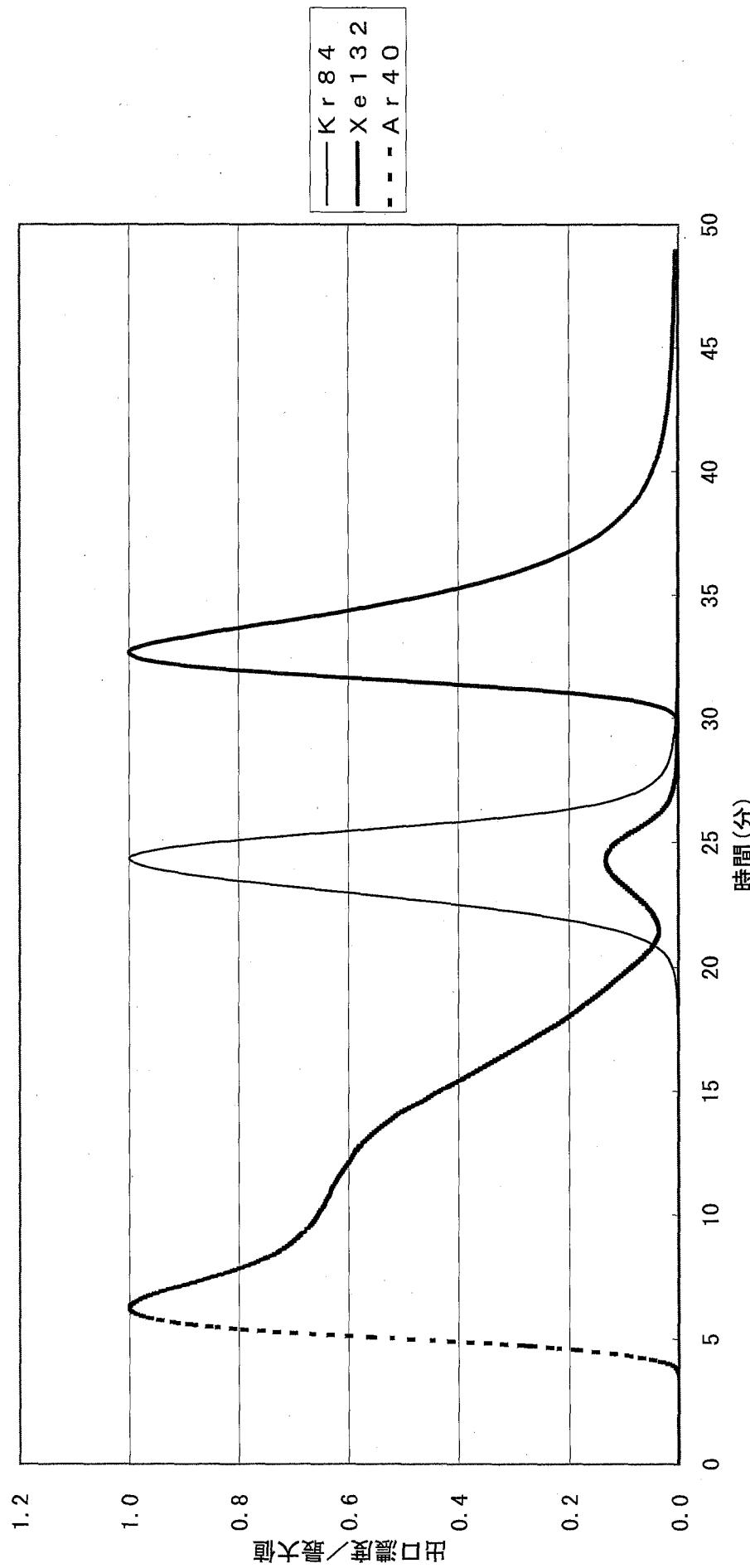
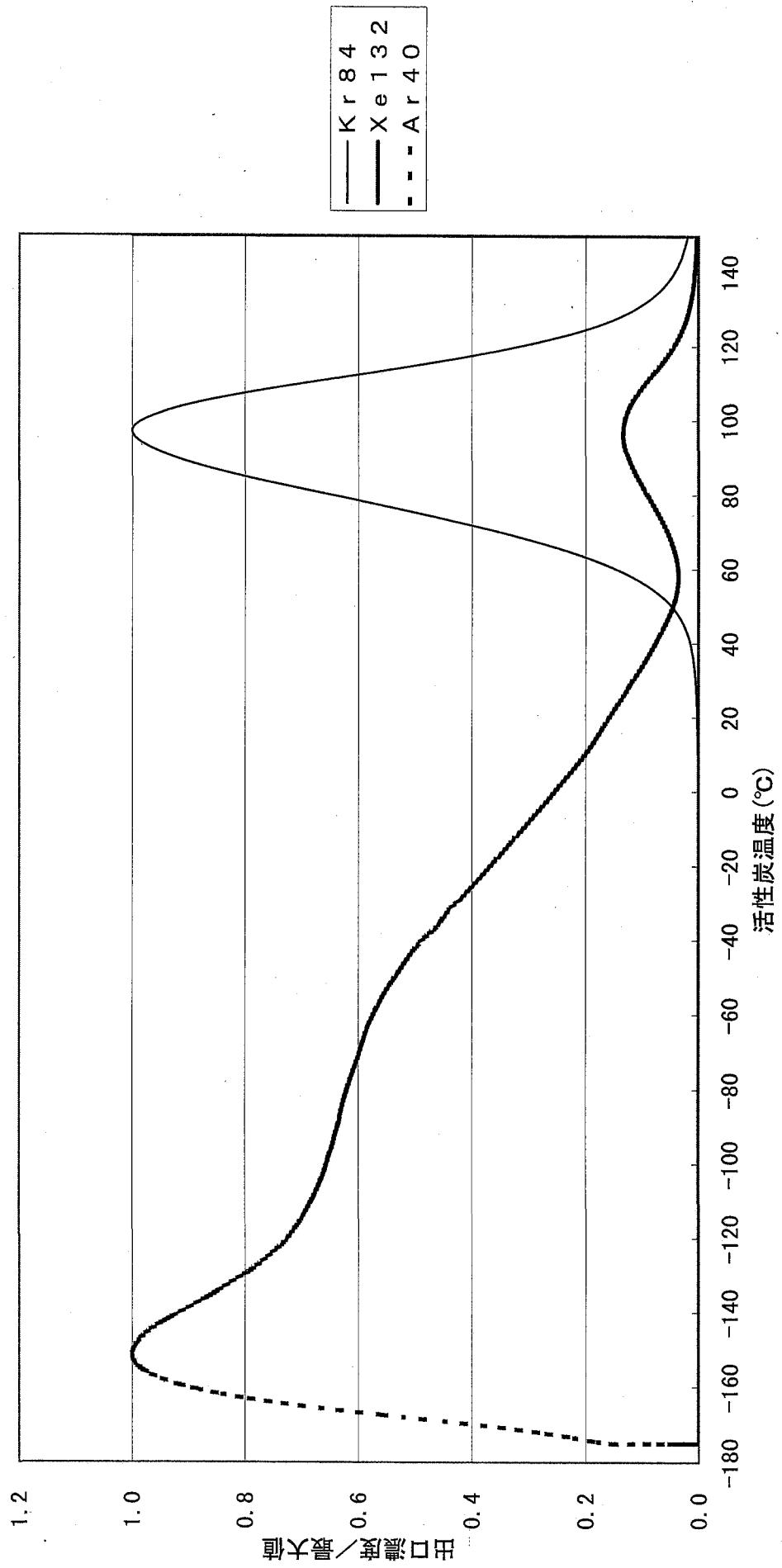


図03-31  $-164.4^{\circ}\text{C}$ ,  $111\text{kPa}$ ,  $1\text{ppm}/\text{Ar}$ ,  
吸着  $2.74\text{NL}/\text{min} \times 60\text{min}$ , 脱着  $0.13\text{NL}/\text{min}/\text{He}$   $-13.735^{\circ}\text{C}/\text{min}$  ( $-175.6^{\circ}\text{C} \sim 150^{\circ}\text{C}$ ), GW-HH24/42 150



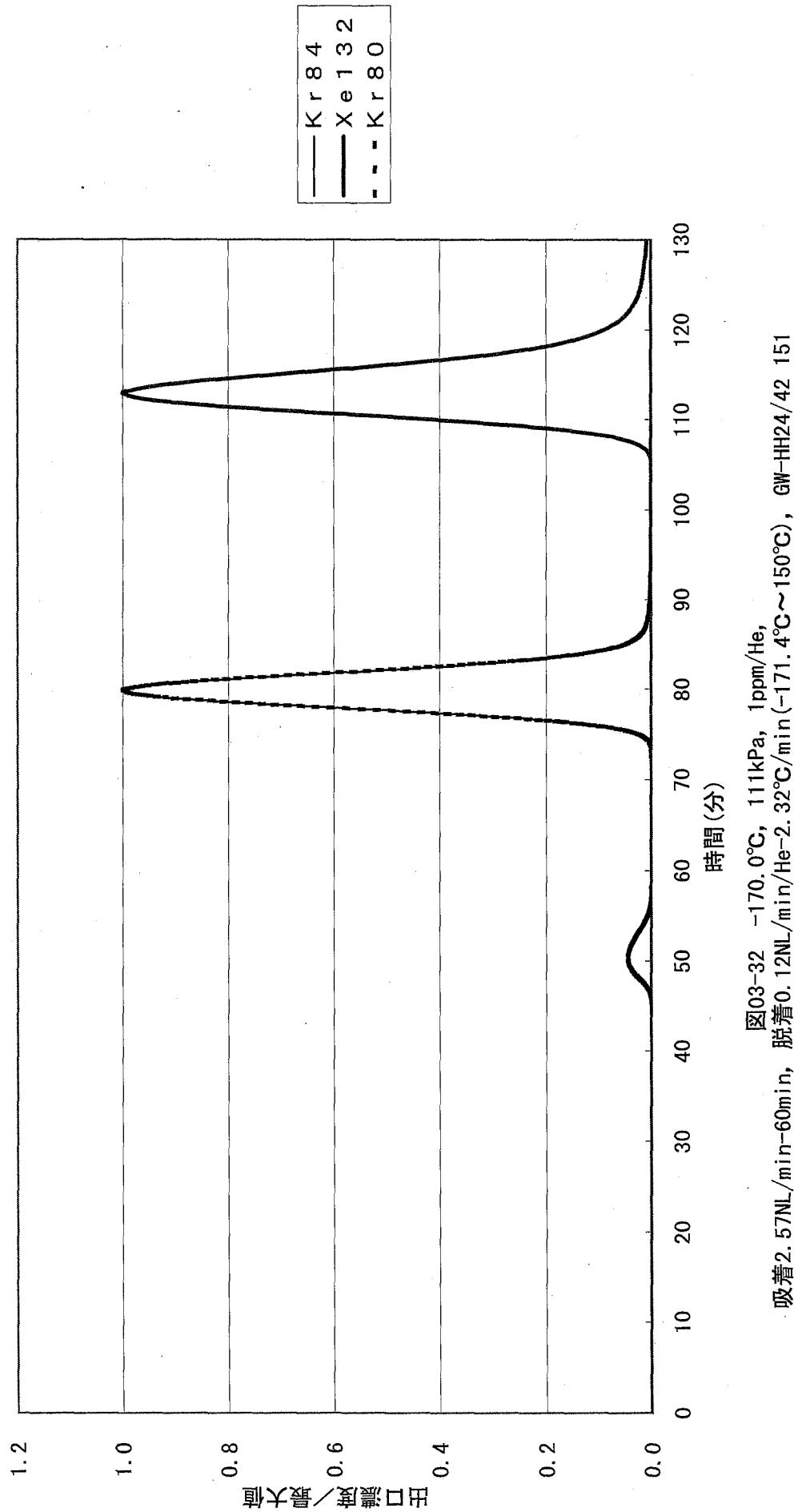


図03-32  $-170.0^{\circ}\text{C}$ ,  $111\text{kPa}$ ,  $1\text{ppm}/\text{He}$ ,  
吸着  $2.57\text{NL}/\text{min} \sim 60\text{min}$ , 脱着  $0.12\text{NL}/\text{min}/\text{He} \sim 2.32^{\circ}\text{C}/\text{min}$  ( $-171.4^{\circ}\text{C} \sim 150^{\circ}\text{C}$ ), GW-HH24/42 151

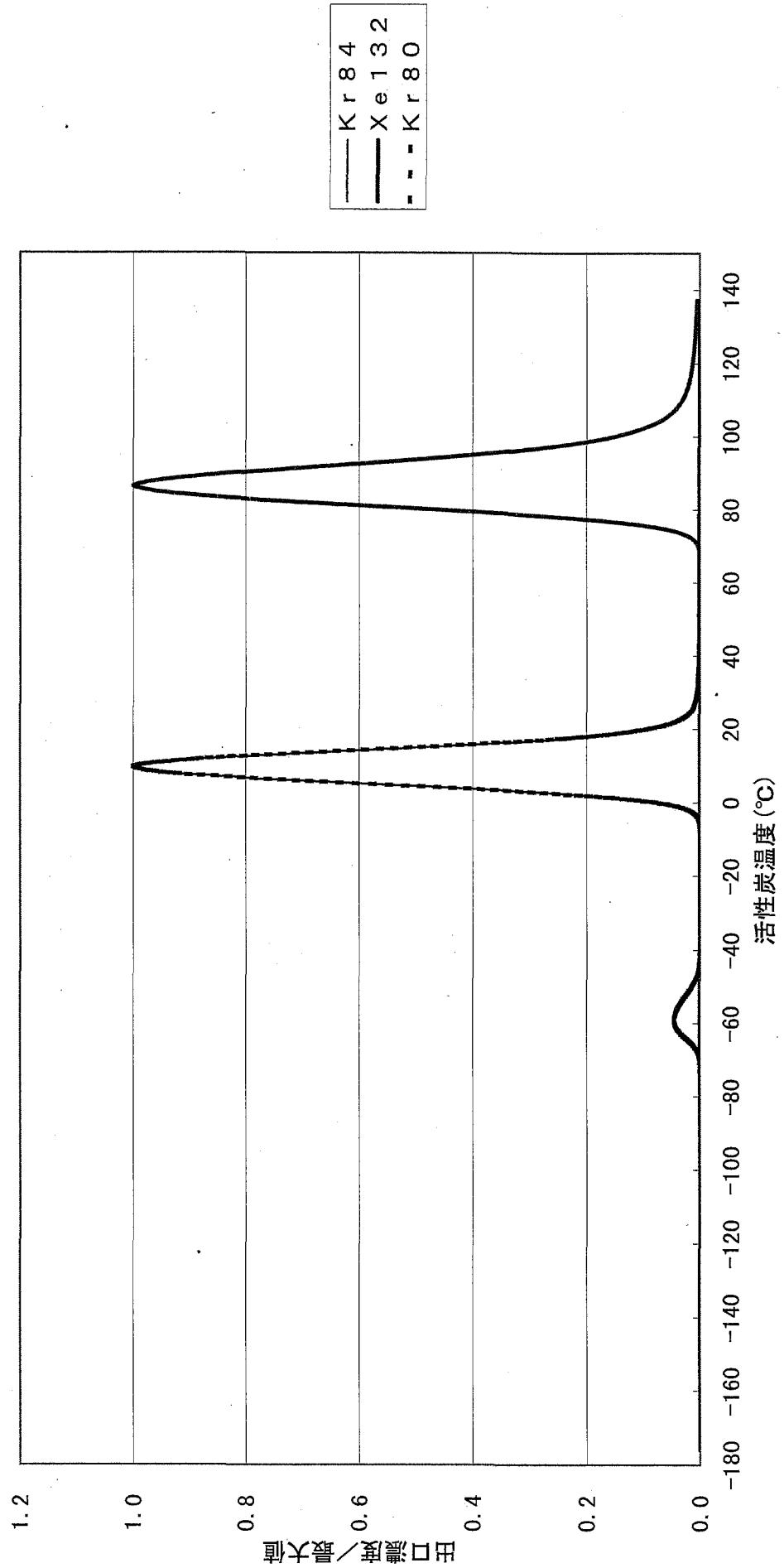


図03-32T -170, 0°C, 111kPa, 1ppm/He,  
吸着2.57NL/min-60min, 脱着0.12NL/min/He-2.32°C/min(-171.4°C~150°C), GW-HH24/42 151

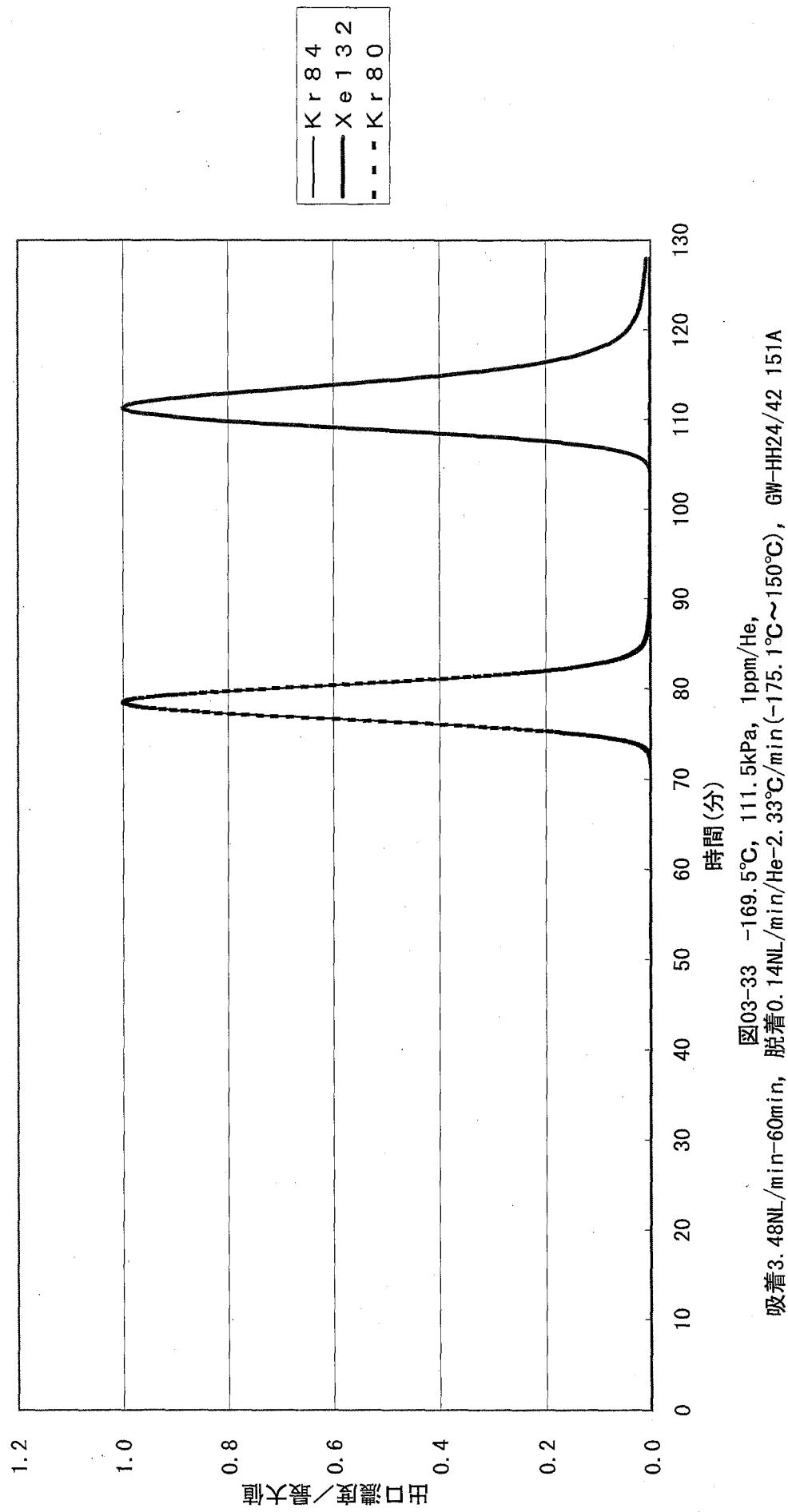


図03-33 -169.5°C, 111.5kPa, 1ppm/He,  
吸着3.48NL/min-60min, 脱着0.14NL/min/He-2.33°C/min(-175.1°C~150°C), GW-HH24/42 151A

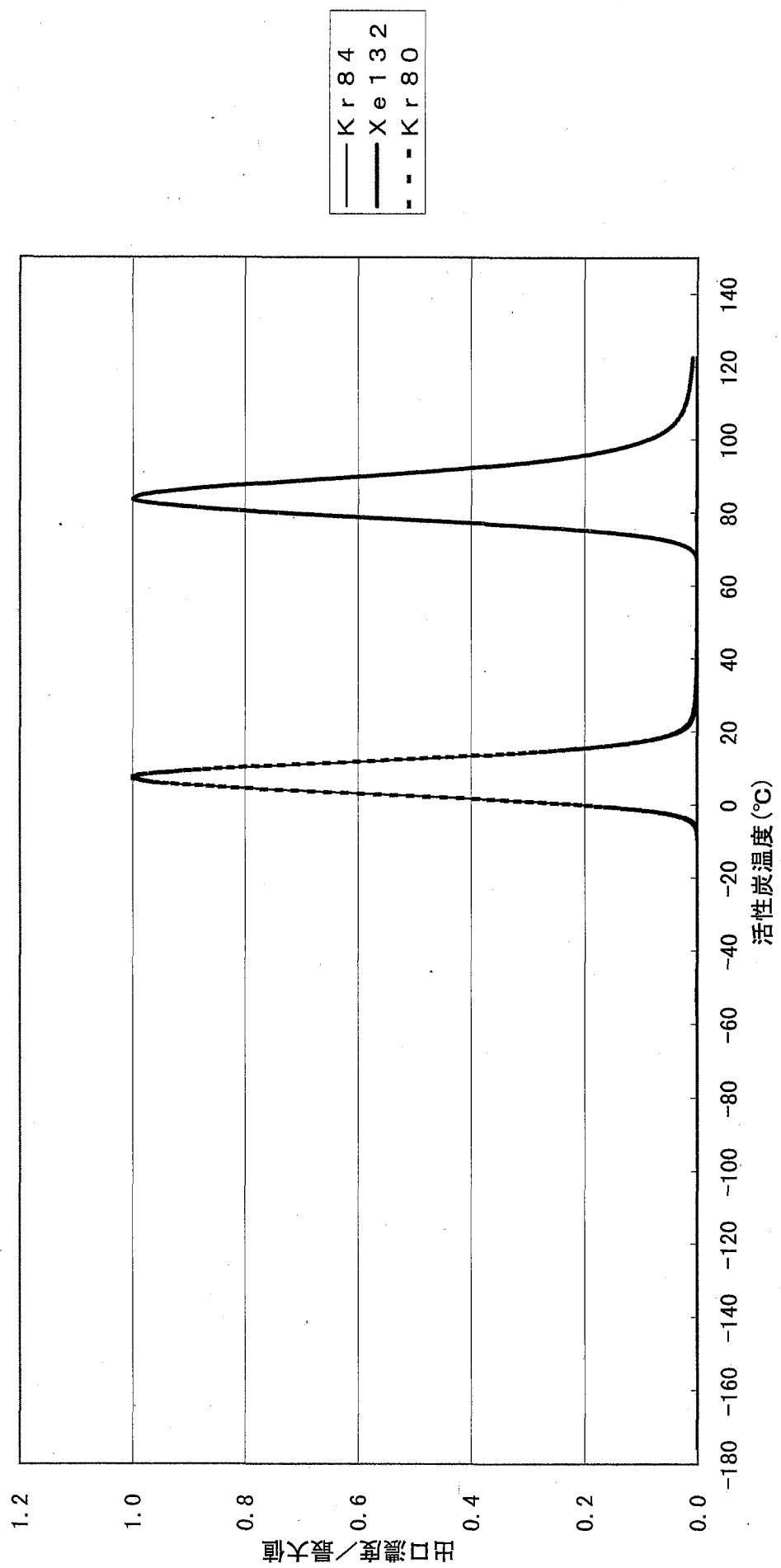


图03-33T  $-169.5^{\circ}\text{C}$ ,  $111.5\text{kPa}$ ,  $1\text{ppm}/\text{He}$ ,  
吸着  $3.48\text{NL}/\text{min} \times 60\text{min}$ , 脱着  $0.14\text{NL}/\text{min}/\text{He} \times 2$ ,  $33^{\circ}\text{C}/\text{min} (-175.1^{\circ}\text{C} \sim 150^{\circ}\text{C})$ , GW-HH24/42 151A

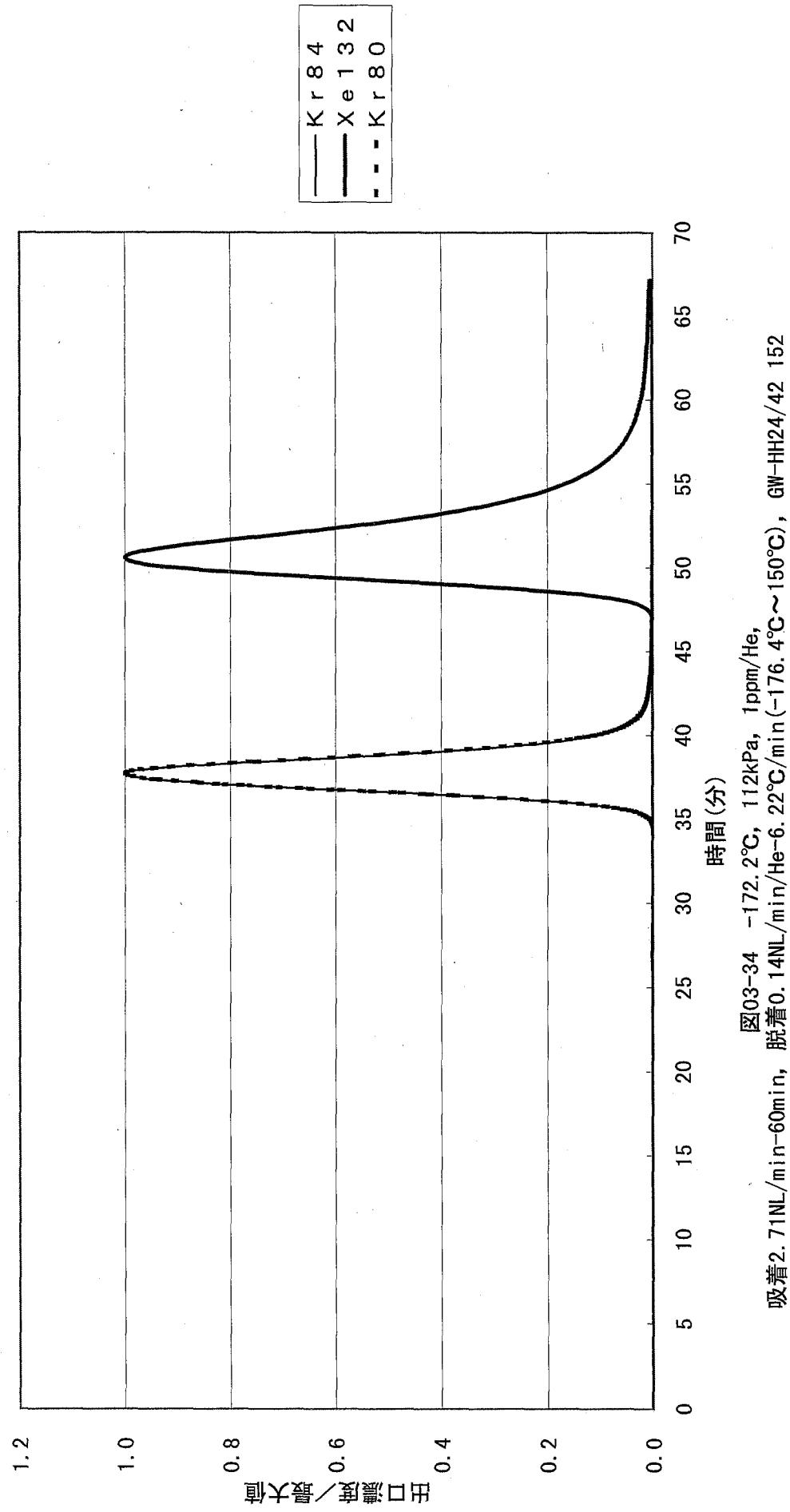


図03-34  $-172.2^{\circ}\text{C}$ , 112kPa, 1ppm/He,  
吸着2.71NL/min-60min, 脱着0.14NL/min/He-6.22°C/min(-176.4°C~150°C), GW-HH24/42 152

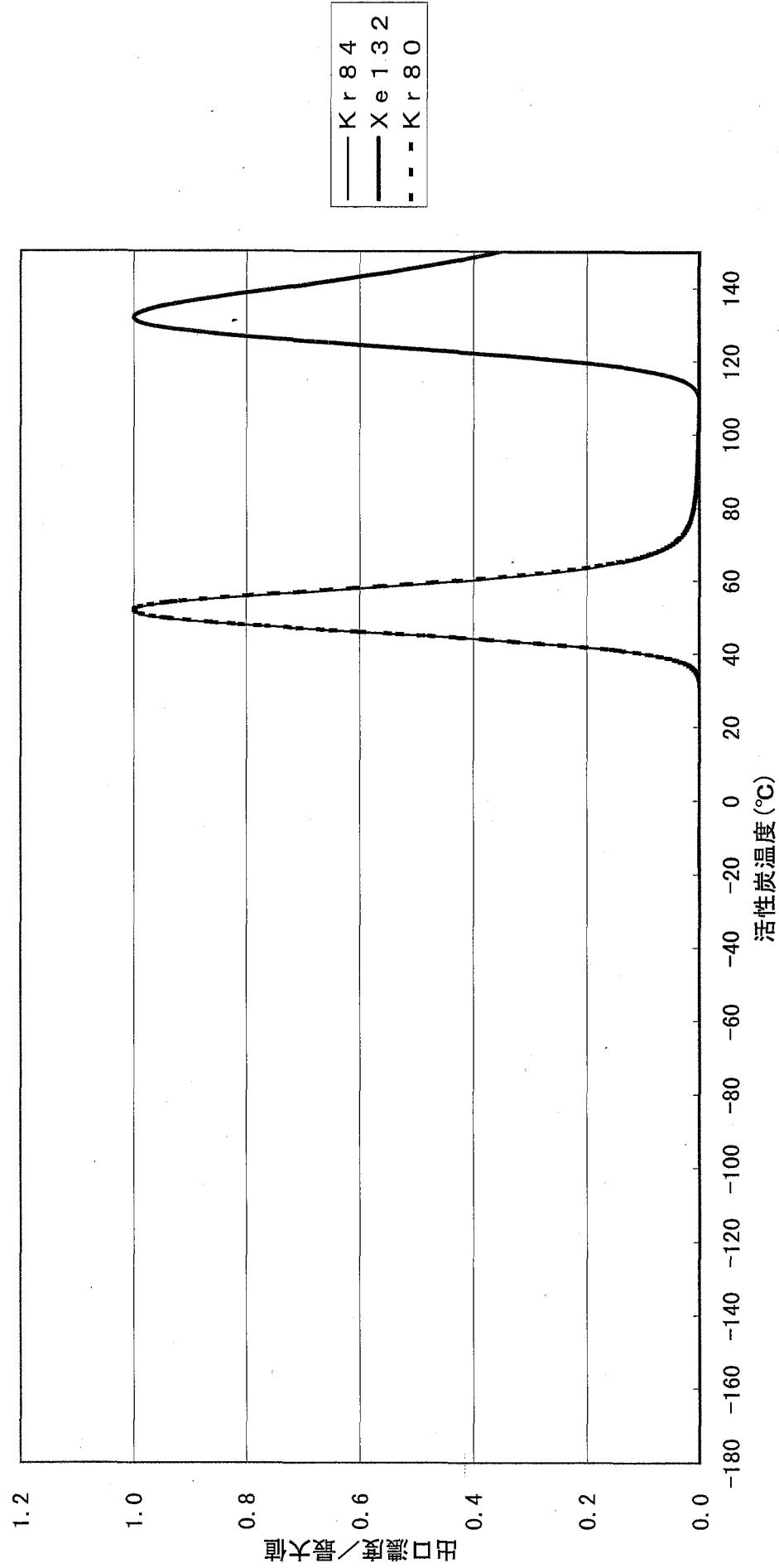


図03-34 T = -172, 2°C, 112kPa, 1ppm/He,  
吸着2.71NL/min-60min, 脱着0.14NL/min/He-6.22°C/min (-176.4°C~150°C), GW-HH24/42 152

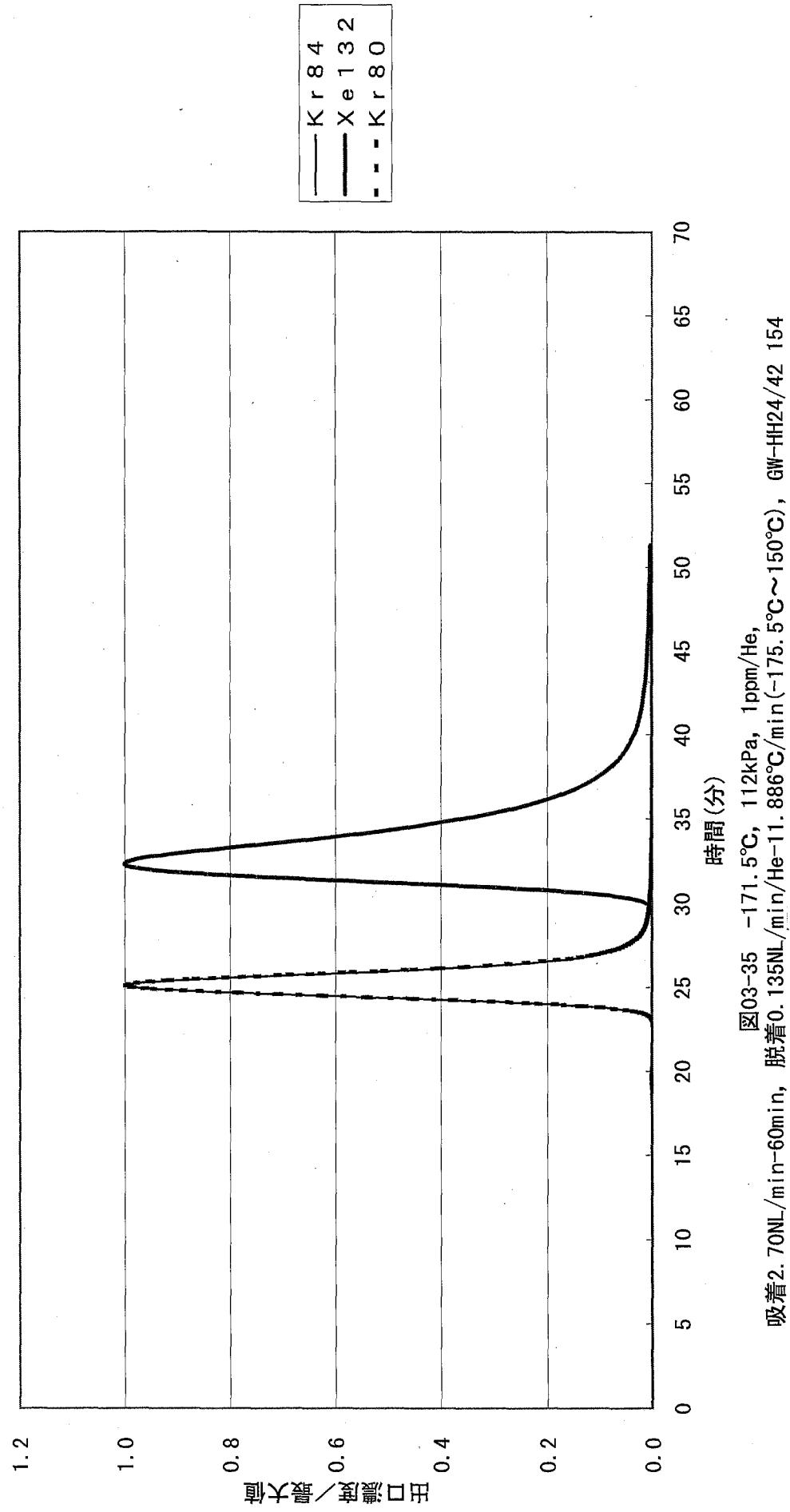
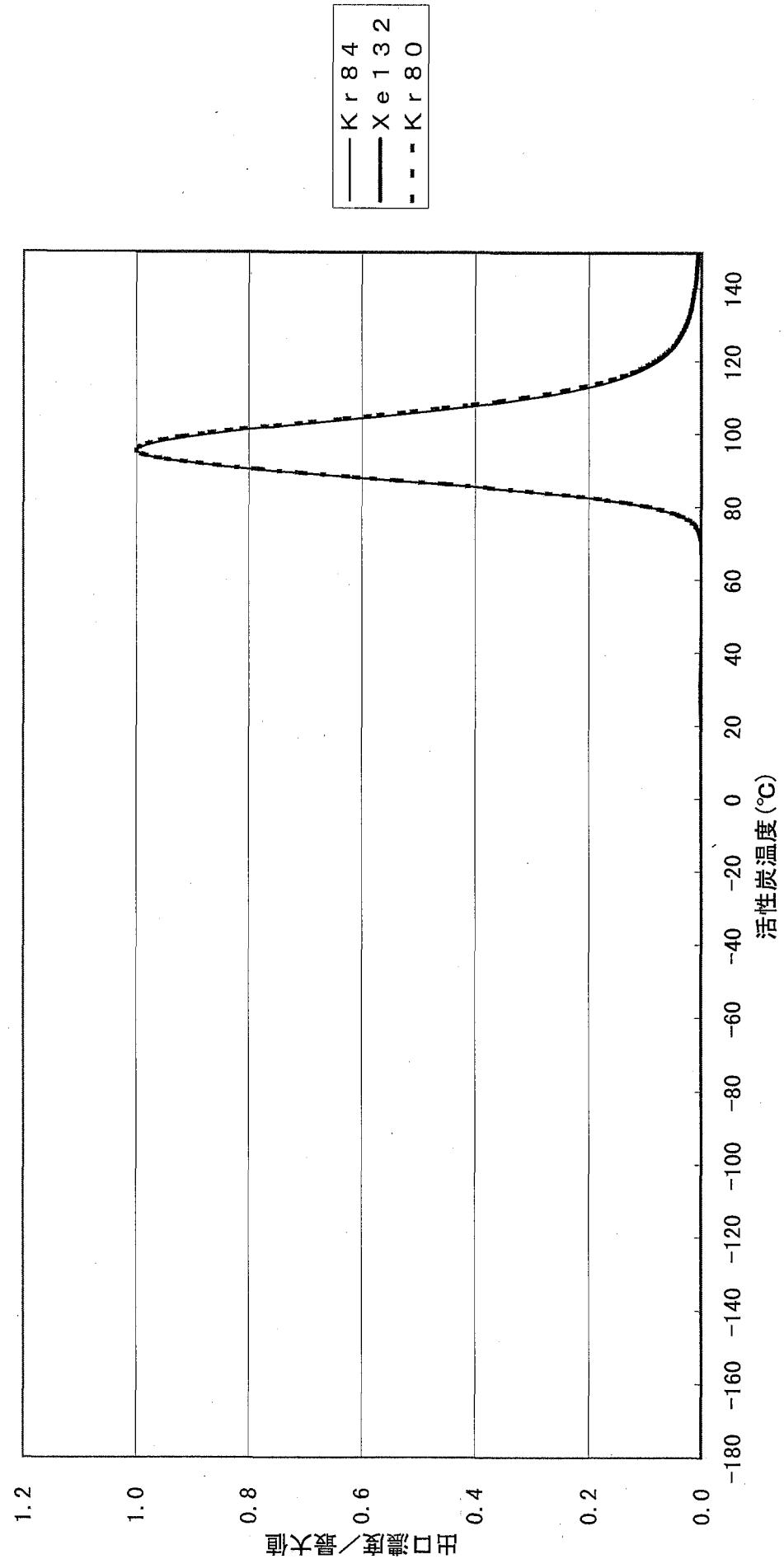


図3-35 -171.5°C, 112kPa, 1ppm/He,  
吸着2.70NL/min-60min, 脱着0.135NL/min/He-1.886°C/min(-175.5°C~150°C), GW-HH24/42 154



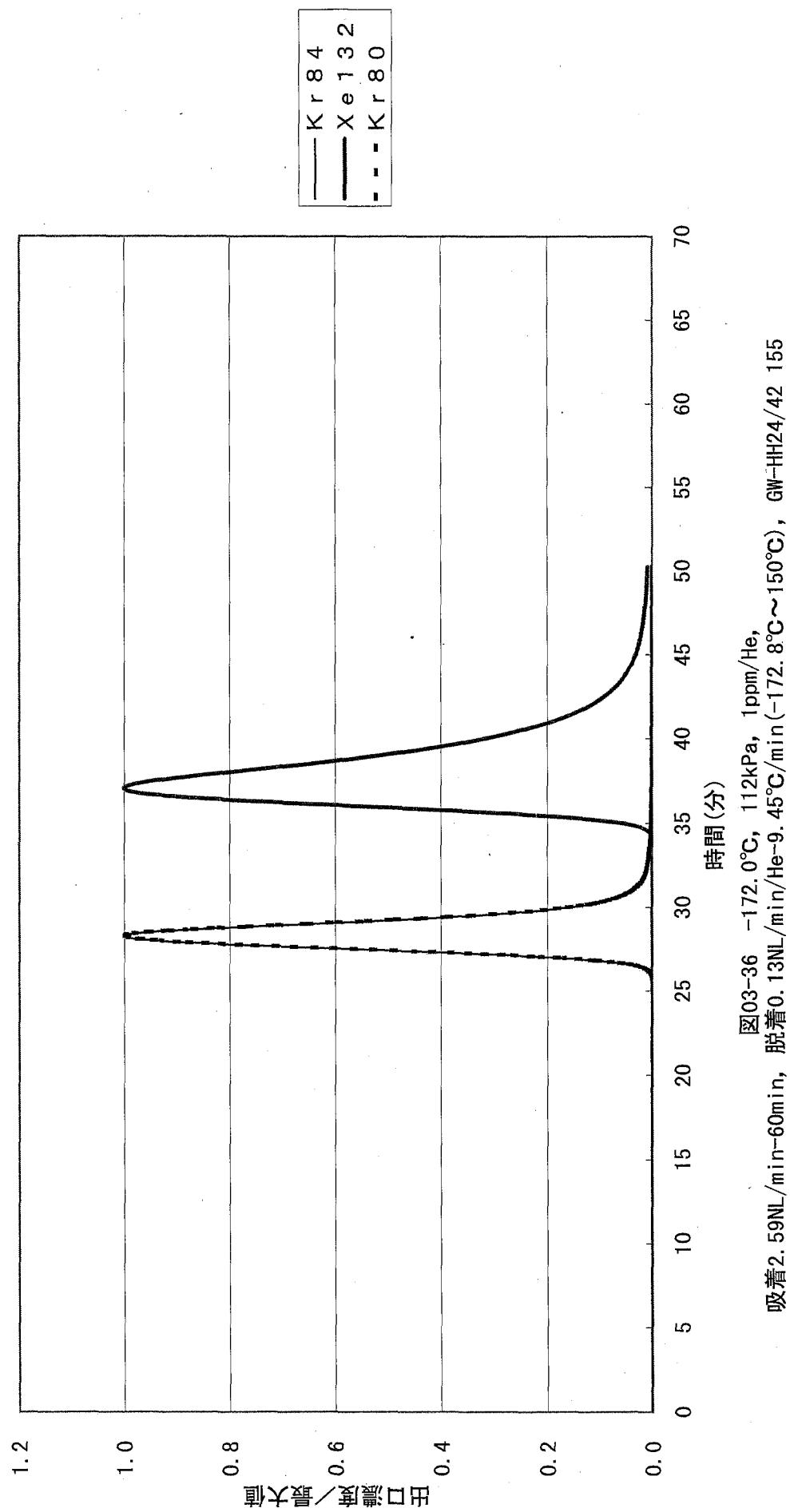


図03-36 -172.0°C, 112kPa, 1ppm/He,  
吸着2.59NL/min~60min, 脱着0.13NL/min/He-9.45G/min(-172.8°C~-150°C), GW-HH24/42 155

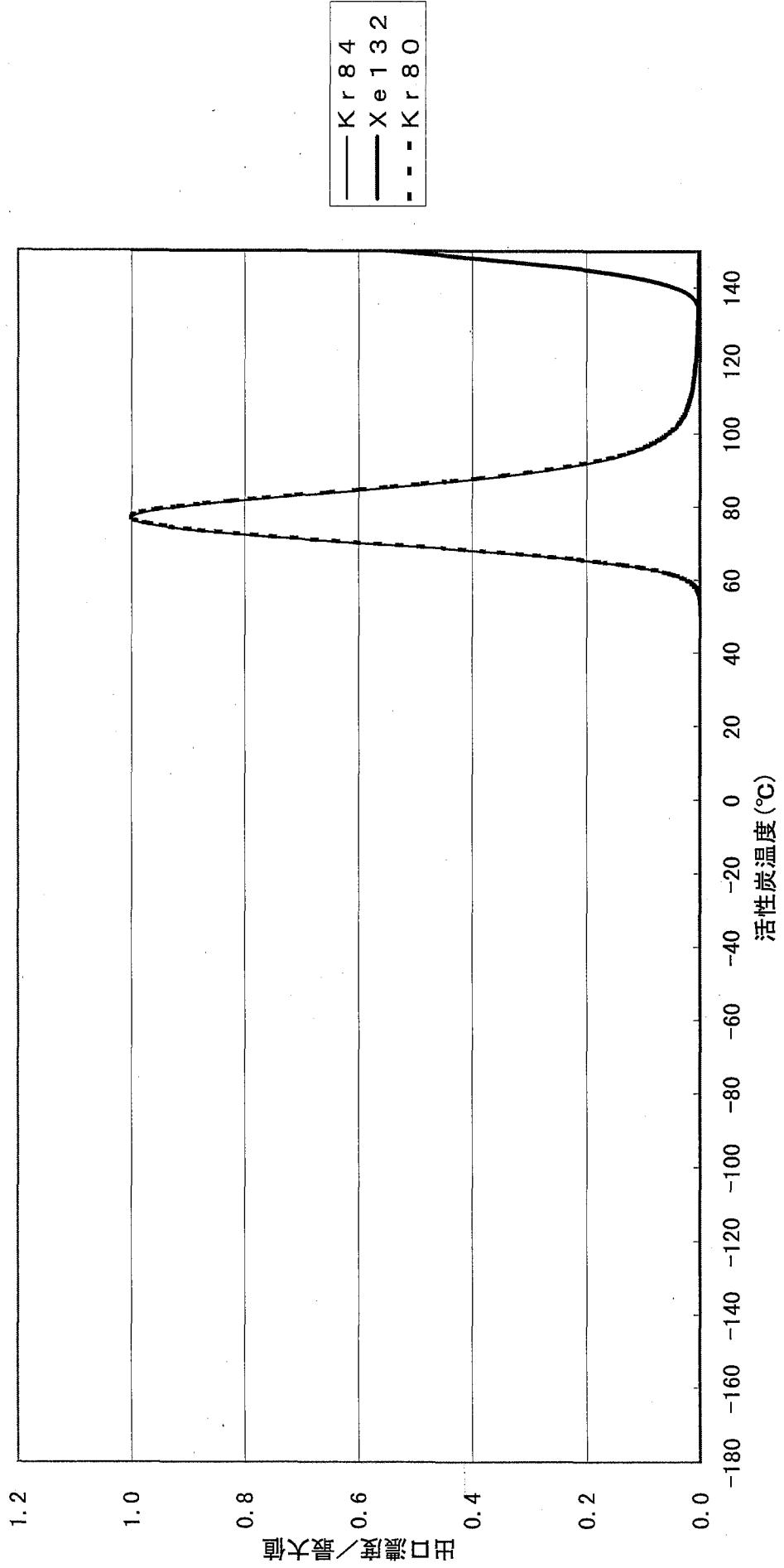


図03-36T  $-172.0^{\circ}\text{C}$ ,  $112\text{kPa}$ ,  $1\text{ppm}/\text{He}$ ,  
活性炭温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )  
脱着  $0.13\text{NL}/\text{min}/\text{He}$  ～  $9.45^{\circ}\text{C}/\text{min} (-172.8^{\circ}\text{C} \sim 150^{\circ}\text{C})$ , GW-HH24/42 155  
吸着  $2.59\text{NL}/\text{min} - 60\text{min}$ ,

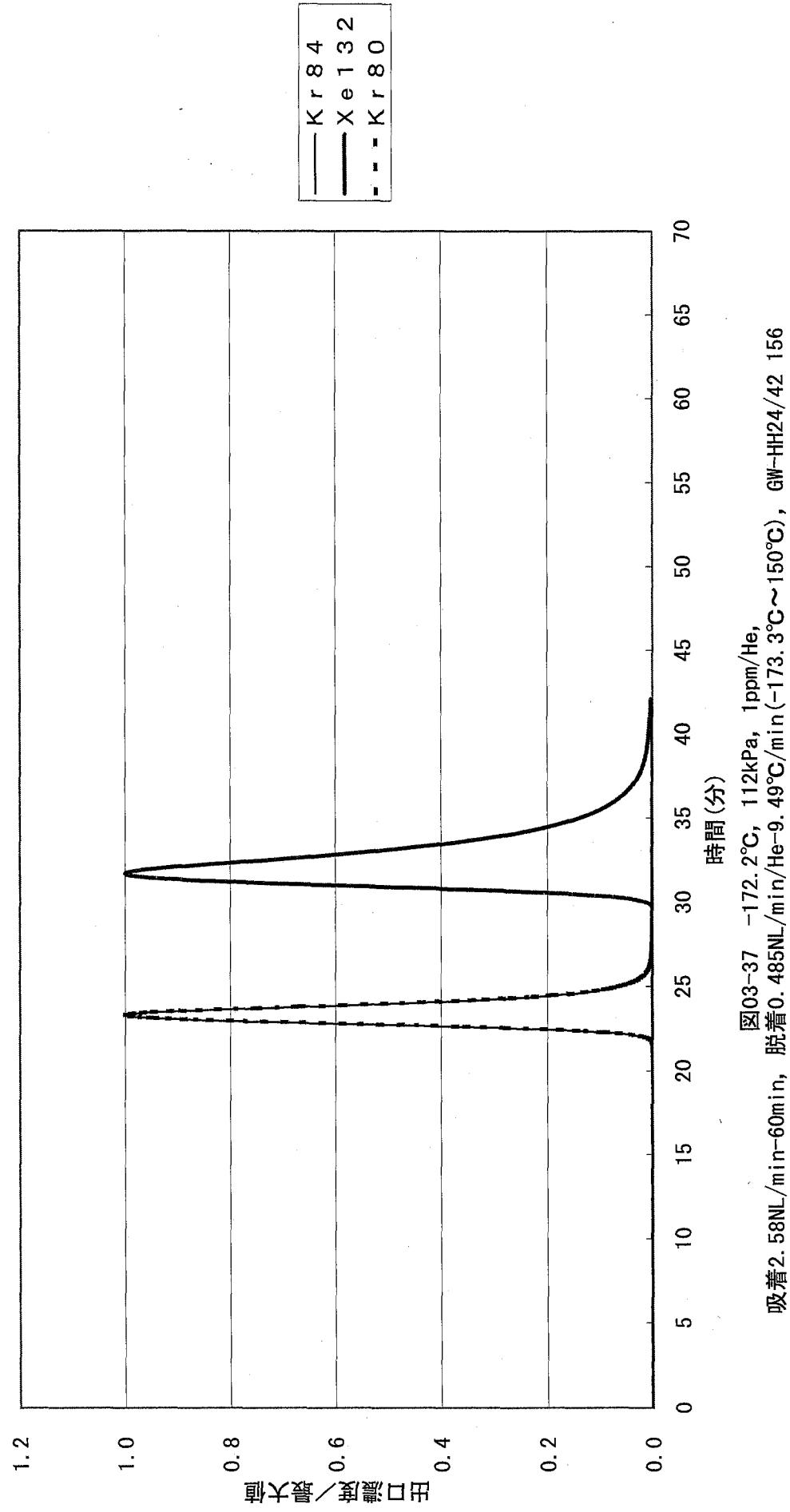


図3-37 -172.2°C, 112kPa, 1ppm/He,  
吸着2.58NL/min~60min, 脱着0.485NL/min(-173.3°C~150°C), GW-HH24/42 156

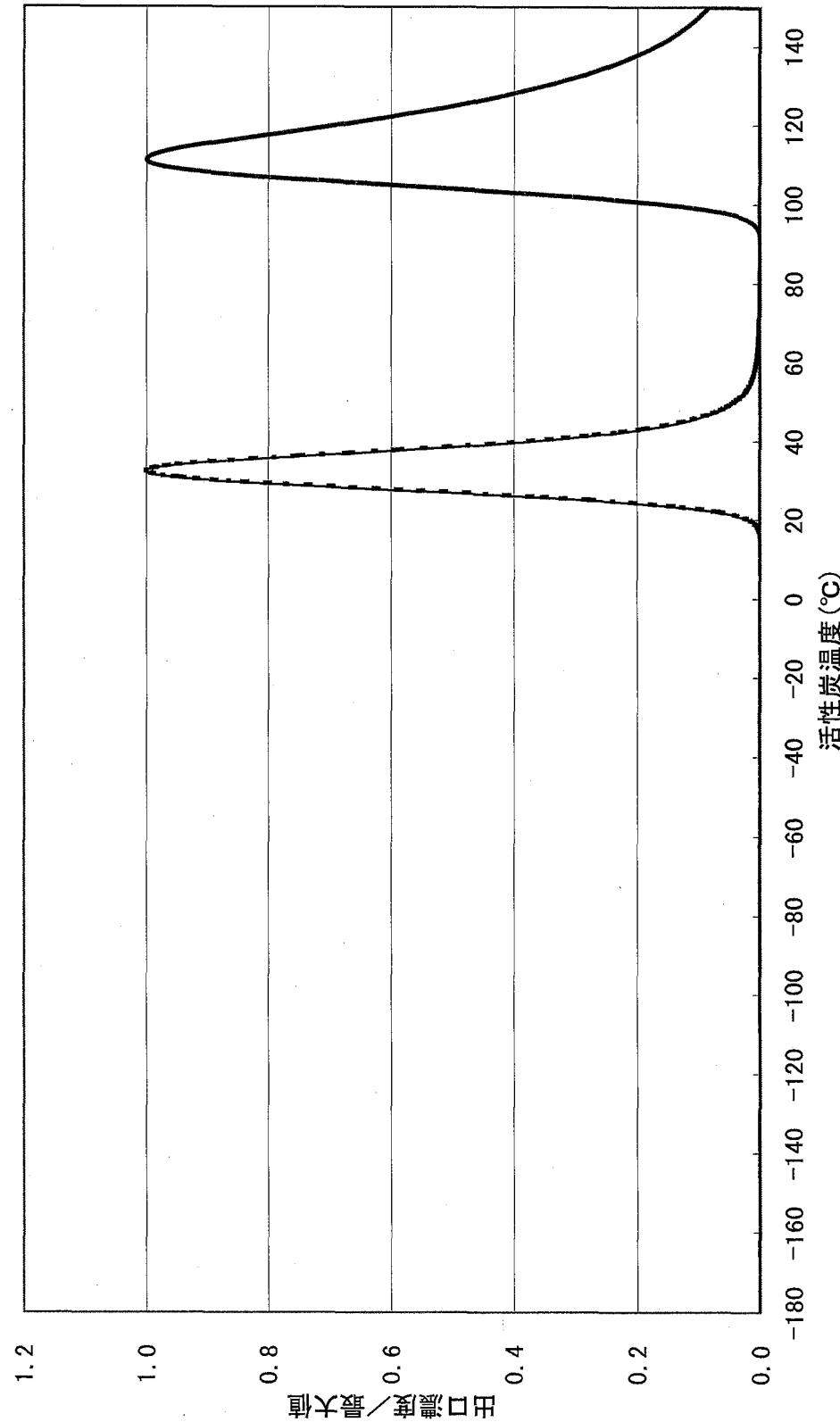


图3-37T  $-172.2^{\circ}\text{C}$ ,  $112\text{kPa}$ ,  $1\text{ppm}/\text{He}$ ,  
吸着 $2.58\text{NL}/\text{min}\sim60\text{min}$ , 脱着 $0.485\text{NL}/\text{min}/\text{He}-9.49^{\circ}\text{C}/\text{min}(-173.3^{\circ}\text{C}\sim150^{\circ}\text{C})$ , GW-HH24/42 156

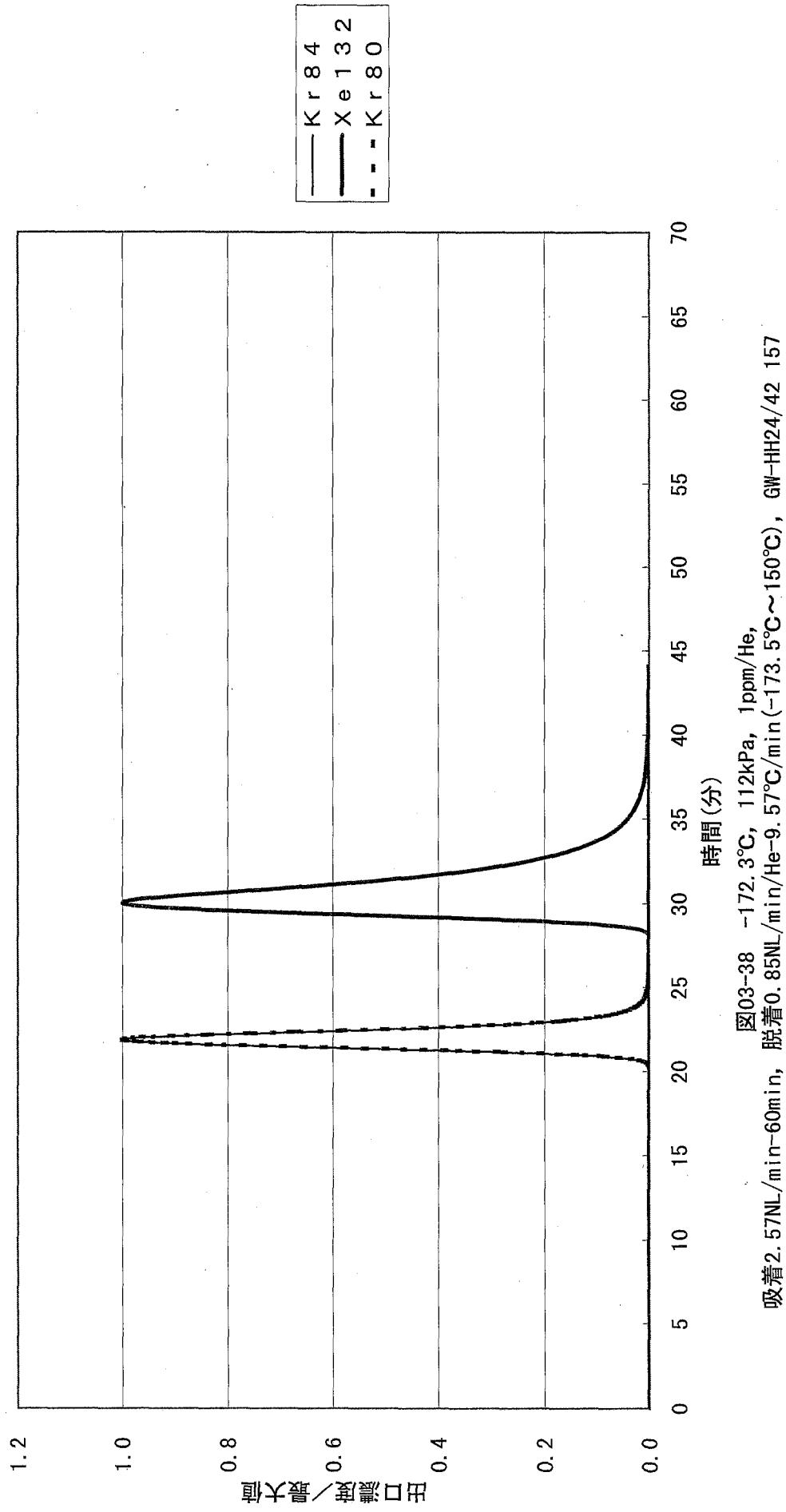


図3-38 -172.3°C, 112kPa, 1ppm/He,  
吸着2.57NL/min~60min, 脱着0.85NL/min/He-9.57°C/min(-173.5°C~150°C), GM-HH24/42 157

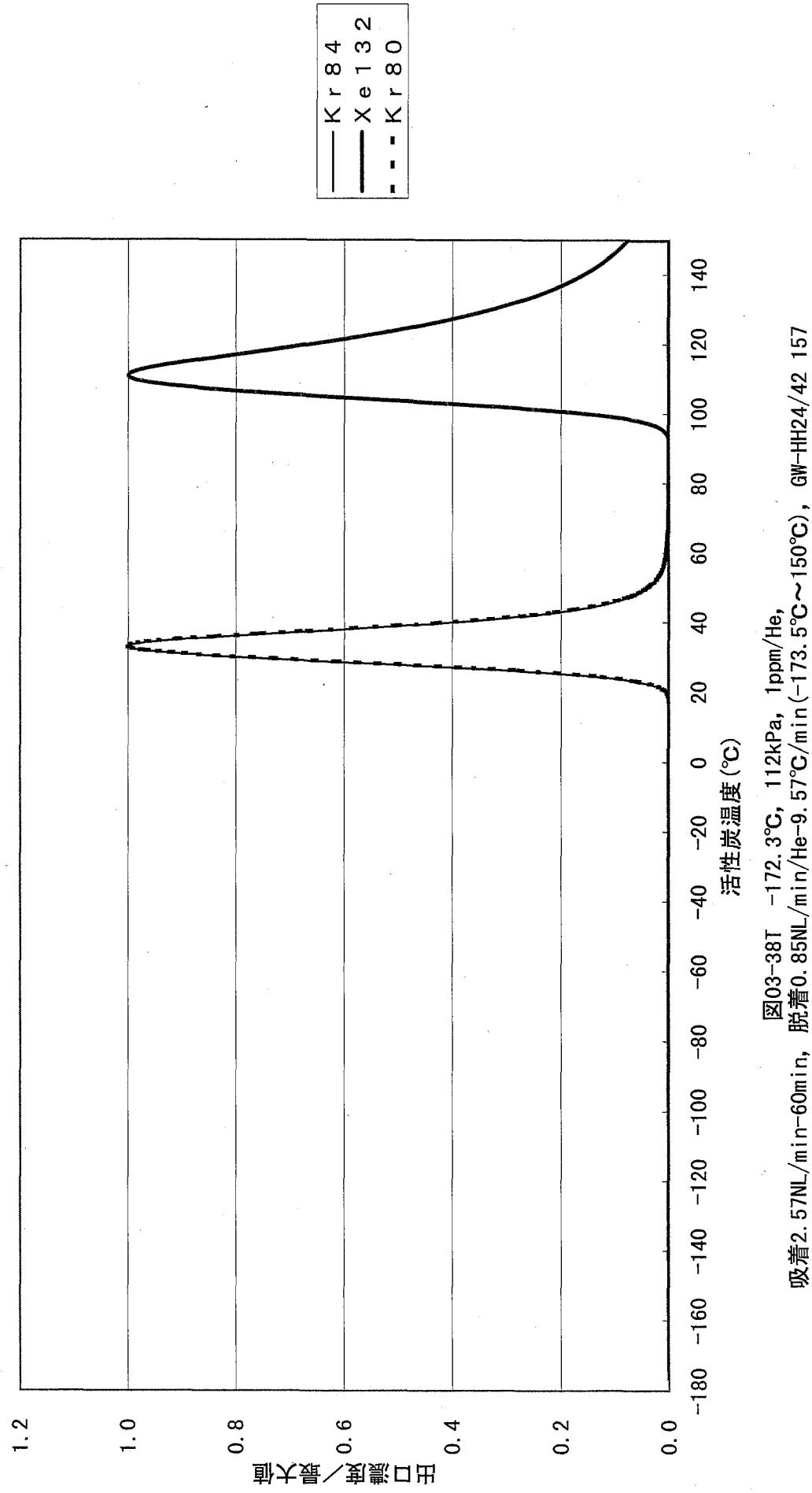


図03-38 T -172.3°C, 112kPa, 1ppm/He,  
吸着2.57NL/min-60min, 脱着0.85NL/min/He-9.57°C/min(-173.5°C~150°C), GW-HH24/42 157

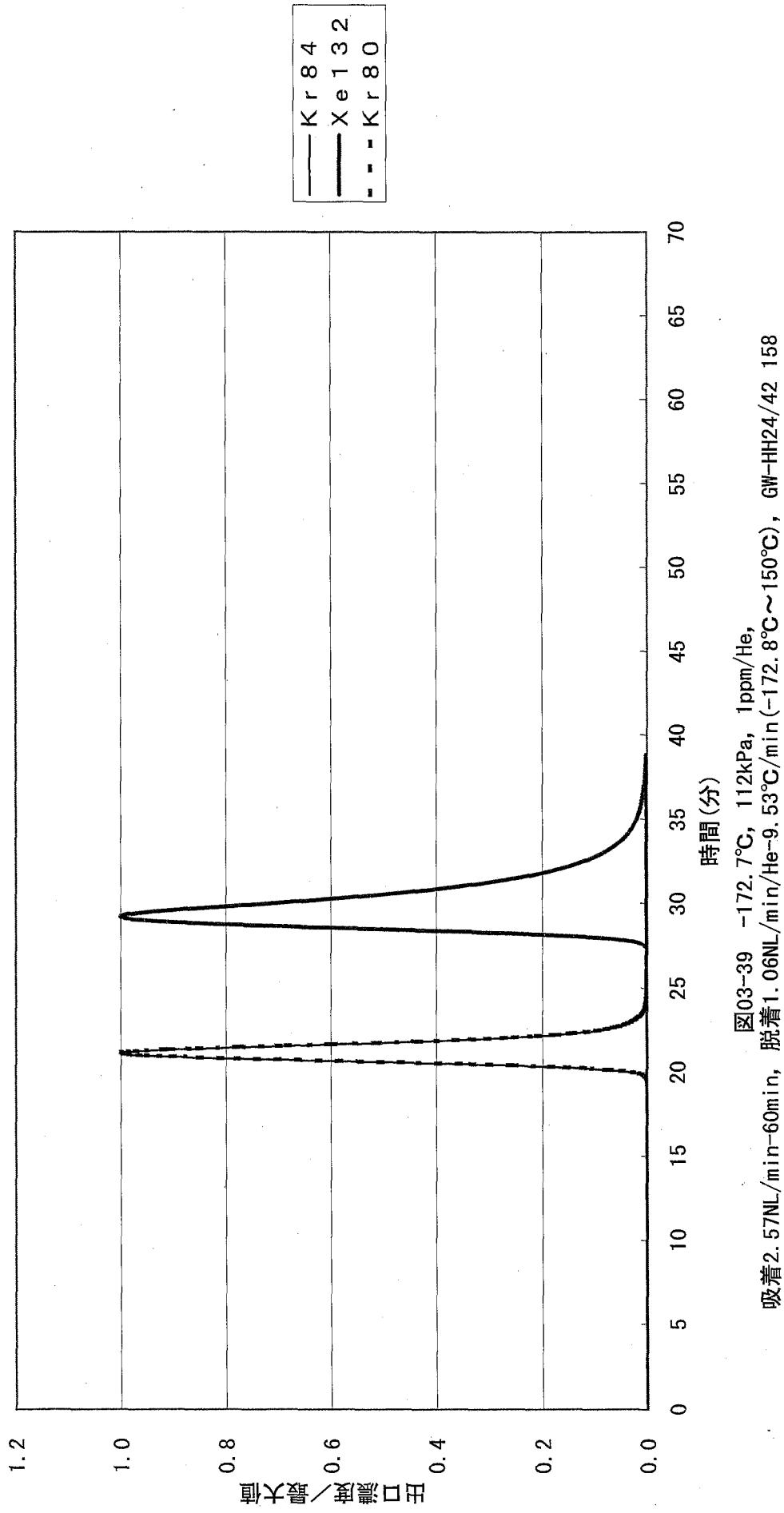
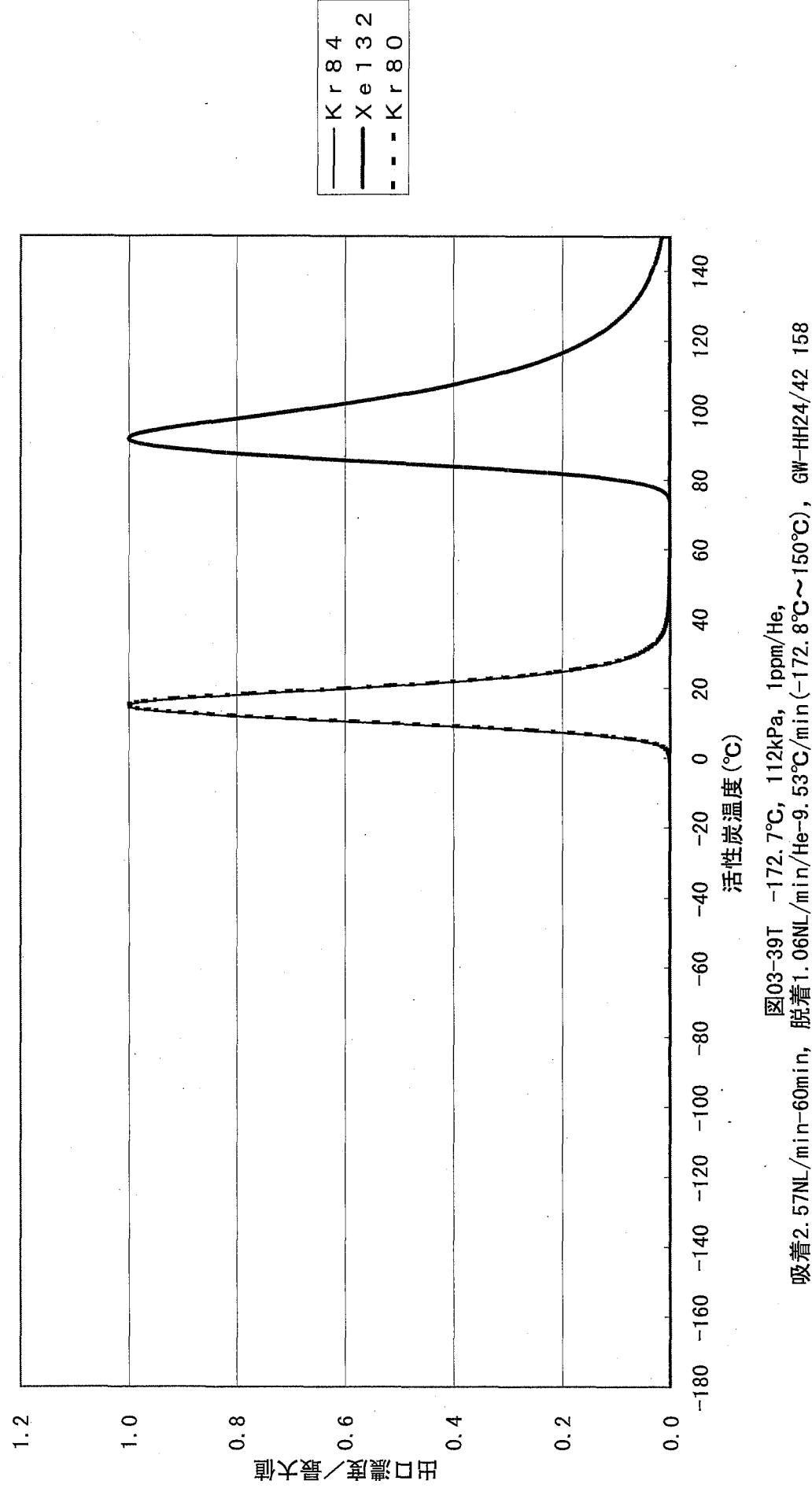


図3-39 -172.7°C, 112kPa, 1ppm/He,  
吸着2.57NL/min-60min, 脱着1.06NL/min/He-9.53°C/min(-172.8°C~150°C), GM-HH24/42 158



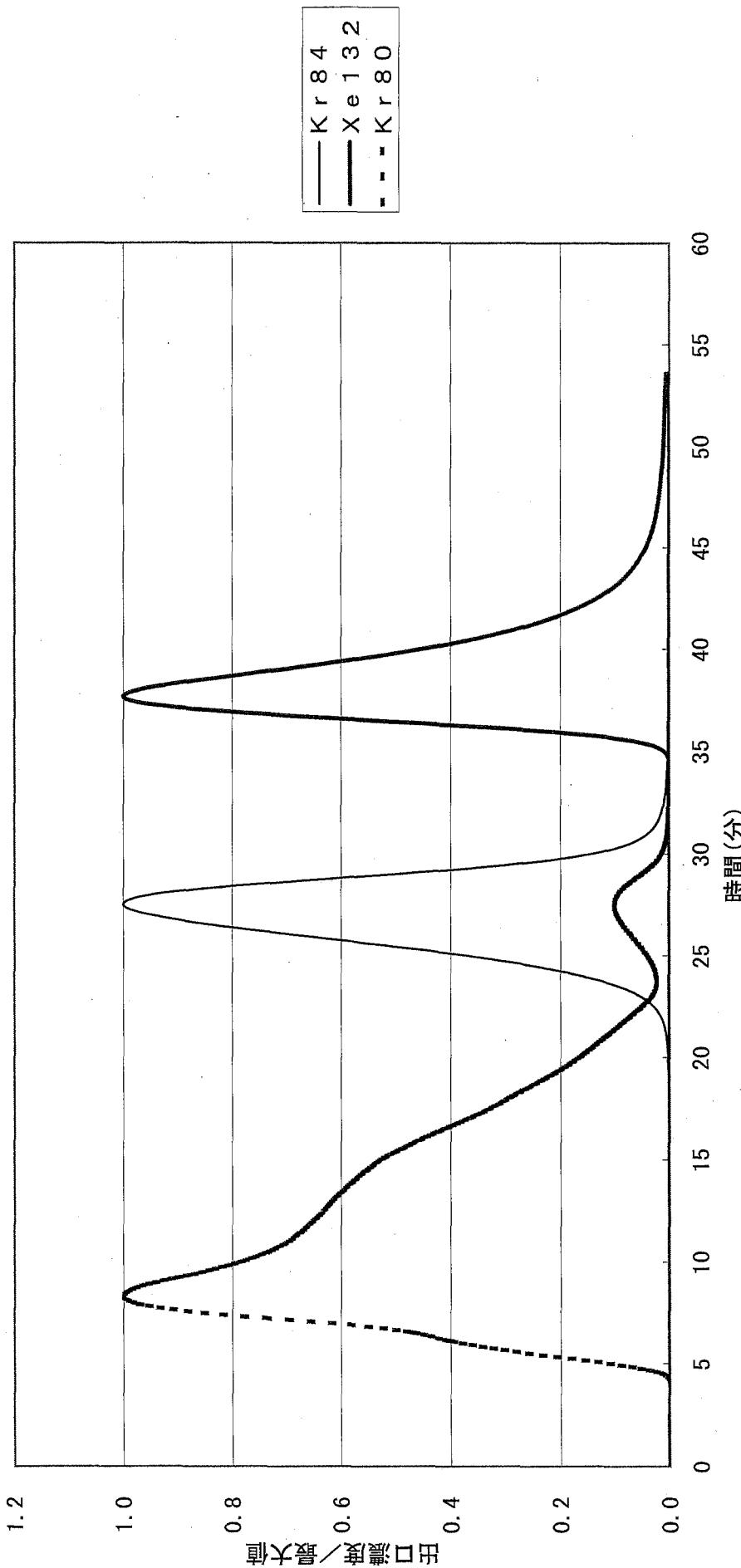


図03-40  $-164.9^{\circ}\text{C}$ , 112kPa, 1ppm/Ar,  
吸着2.795NL/min~60min, 脱着0.13NL/min/He-10.65°C/min(-170.9°C~150°C), GW-HH24/42 159

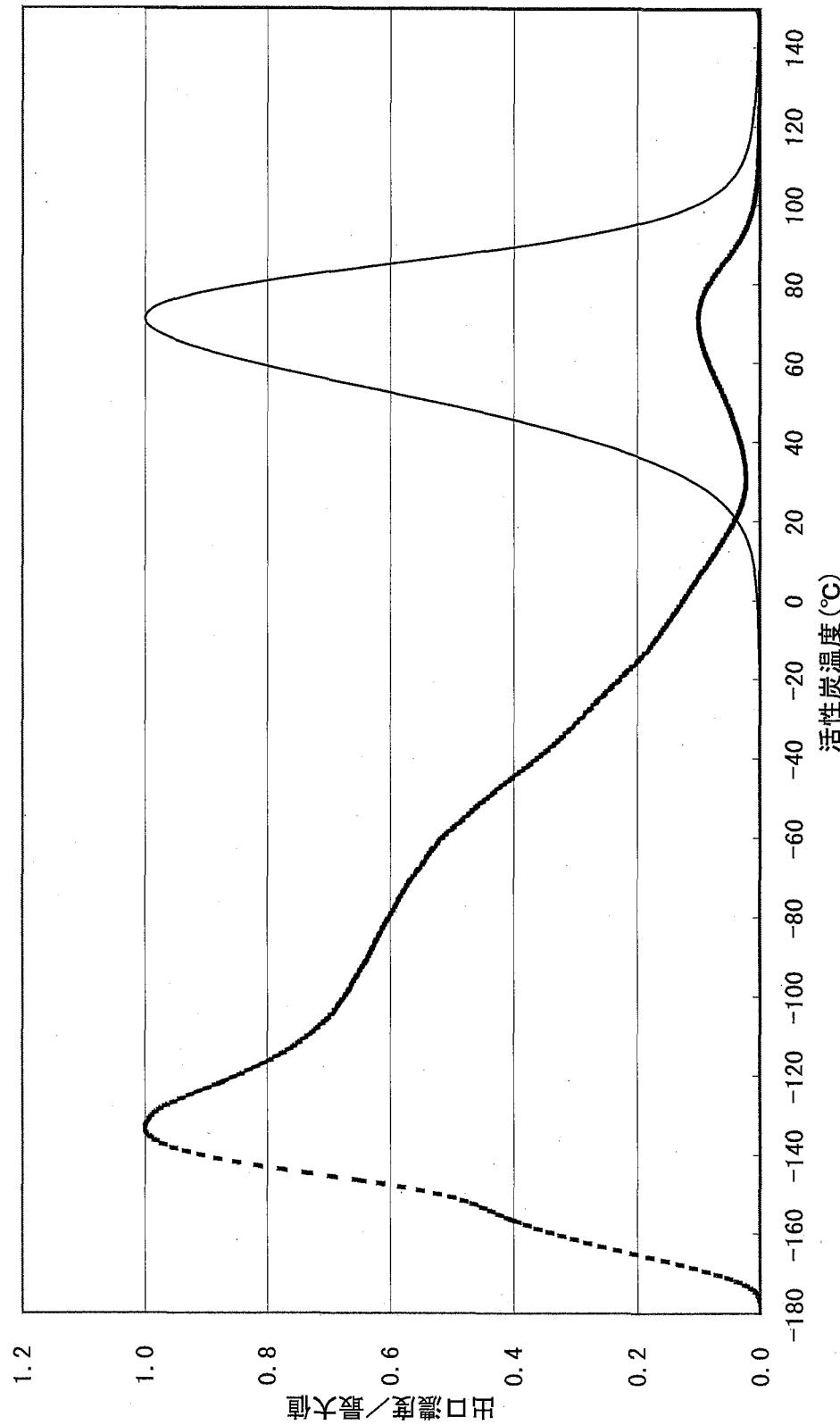


图03-40T -164.9°C, 112kPa, 1ppm/Ar,  
吸着2.795NL/min-60min, 脱着0.13NL/min/He-10.65°C/min(-170.9°C~150°C), GW-HH24/42 159

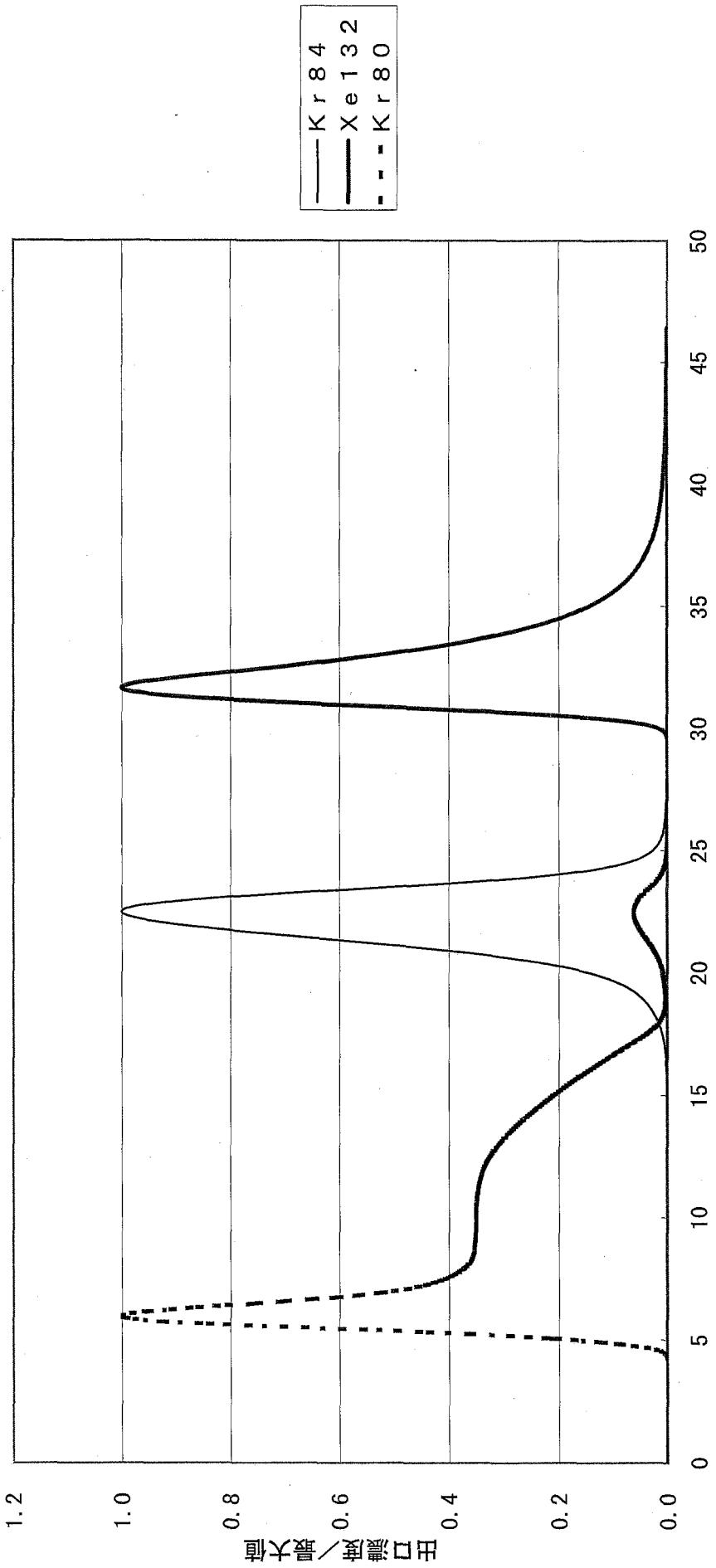


図03-41 -165.7°C, 112kPa, 1ppm/Ar,  
吸着2.88NL/min-60min, 脱着0.55NL/min/He-10.42°C/min(-171.7°C~150°C), GW-HH24/42 160

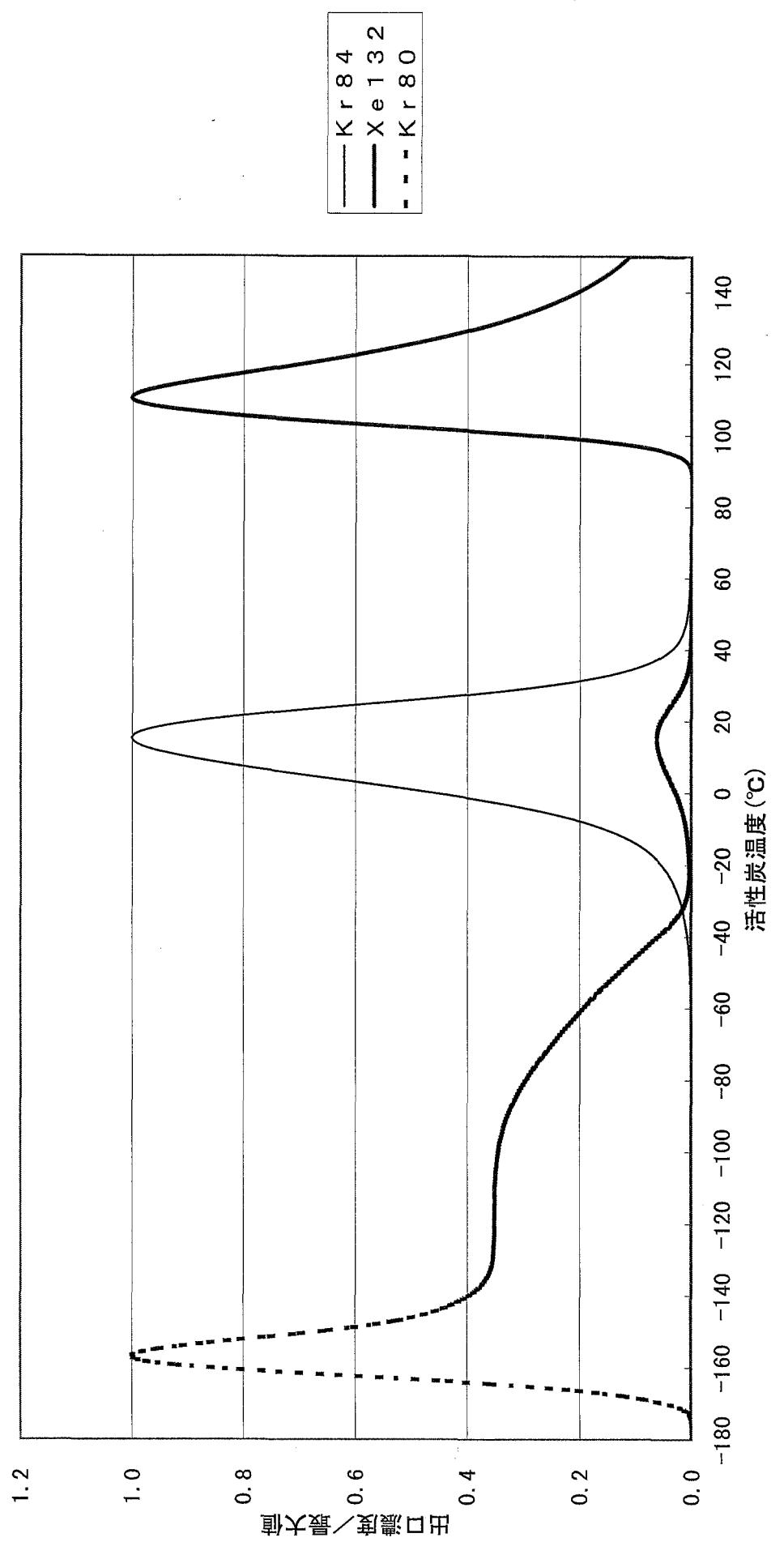
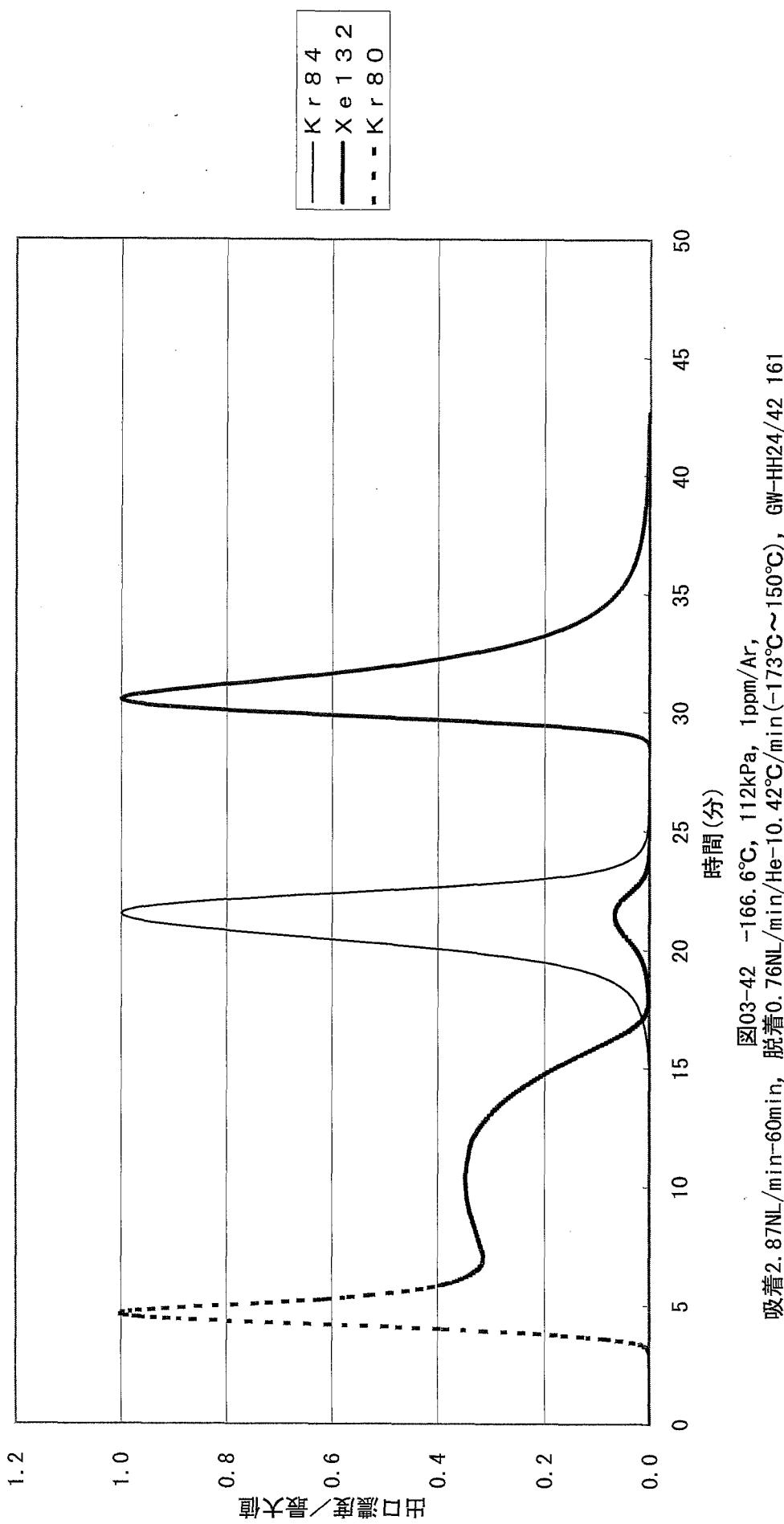
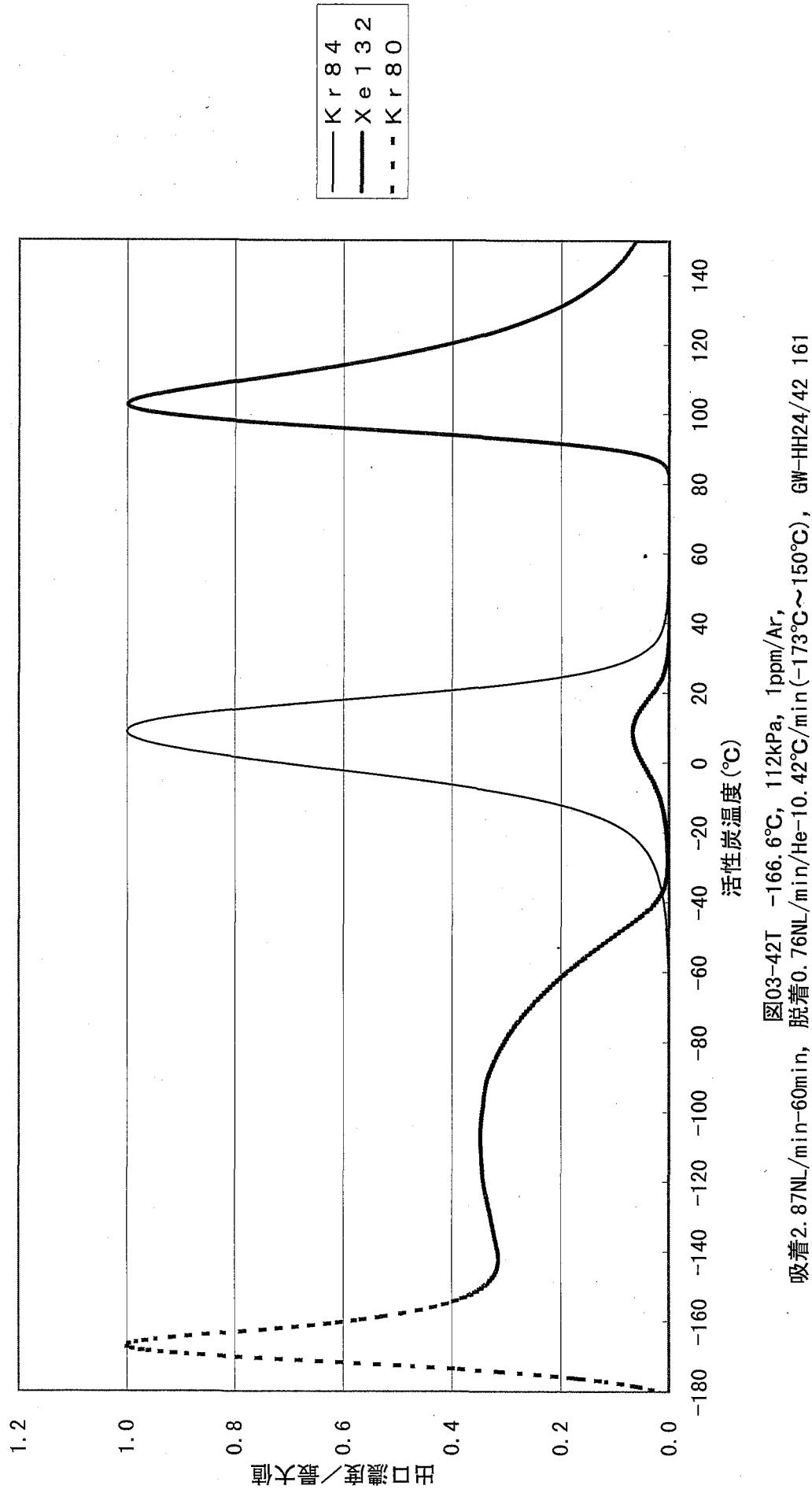


图03-41 T -165.7°C, 112kPa, 1ppm/Ar,  
吸着2.88NL/min~60min, 脱着0.55NL/min/He-10.42°C/min(-171.7°C~150°C), GW-HH24/42 160





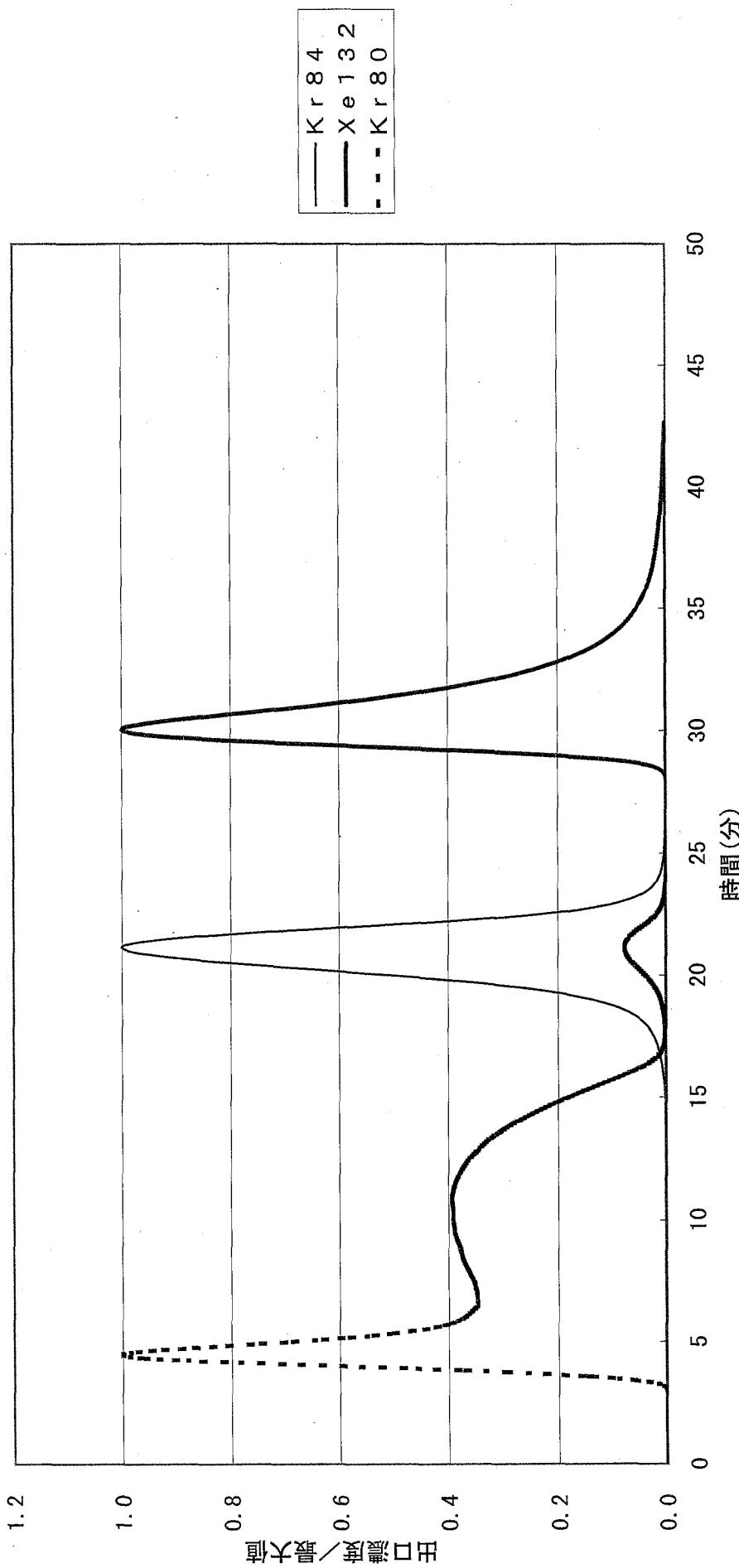


図03-43  $-165.1^{\circ}\text{C}$ , 112kPa, 1ppm/Ar,  
吸着2. 845NL/min-60min, 脱着0. 99NL/min(-175. 9°C~150°C), GW-HH24/42 162

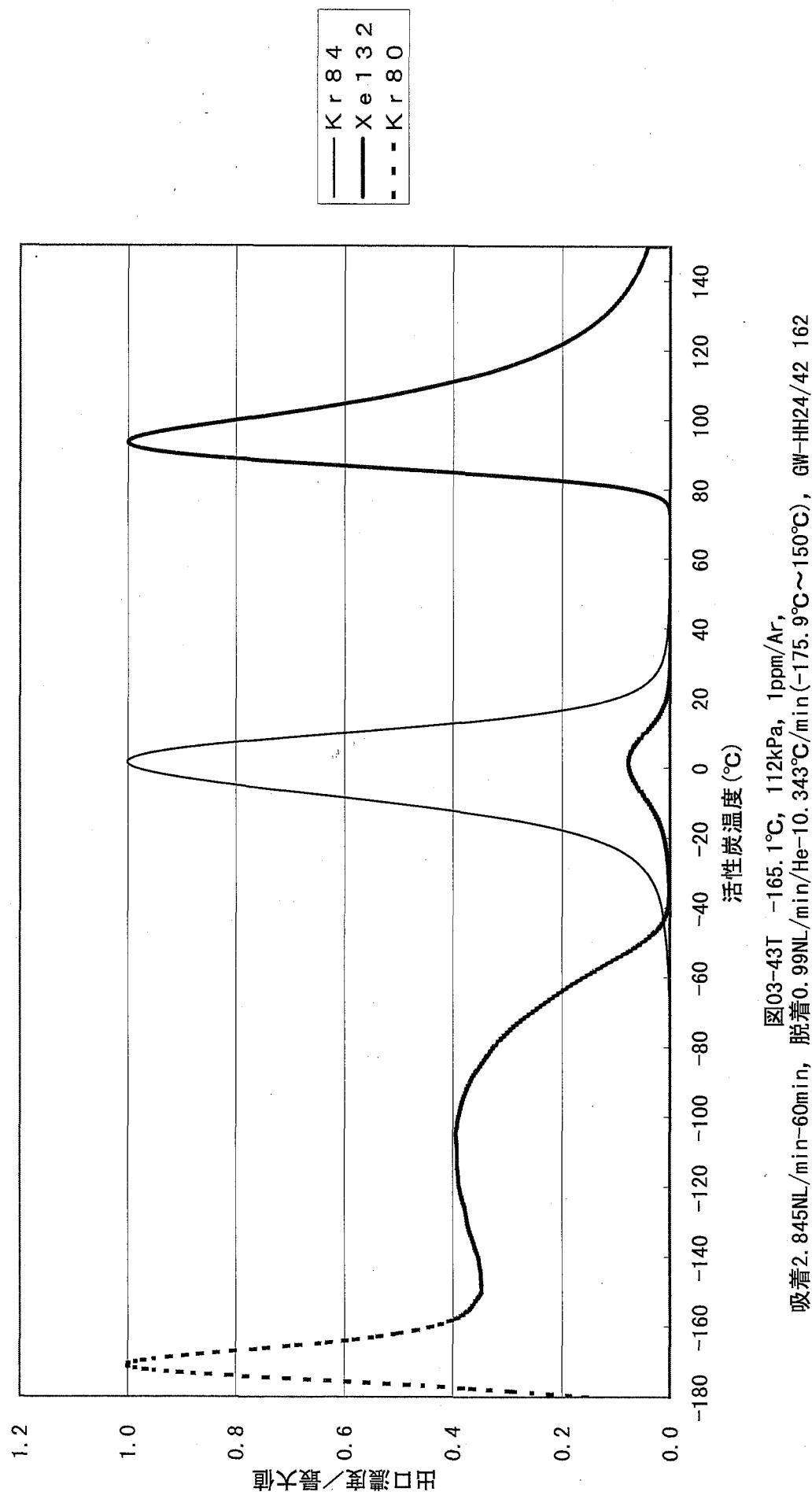


図03-43 T -165, 1°C, 112kPa, 1ppm/Ar,  
吸着2. 845NL/min~60min, 脱着0. 99NL/min/He-10. 343°C/min(-175. 9°C~150°C), GW-HI24/42 162

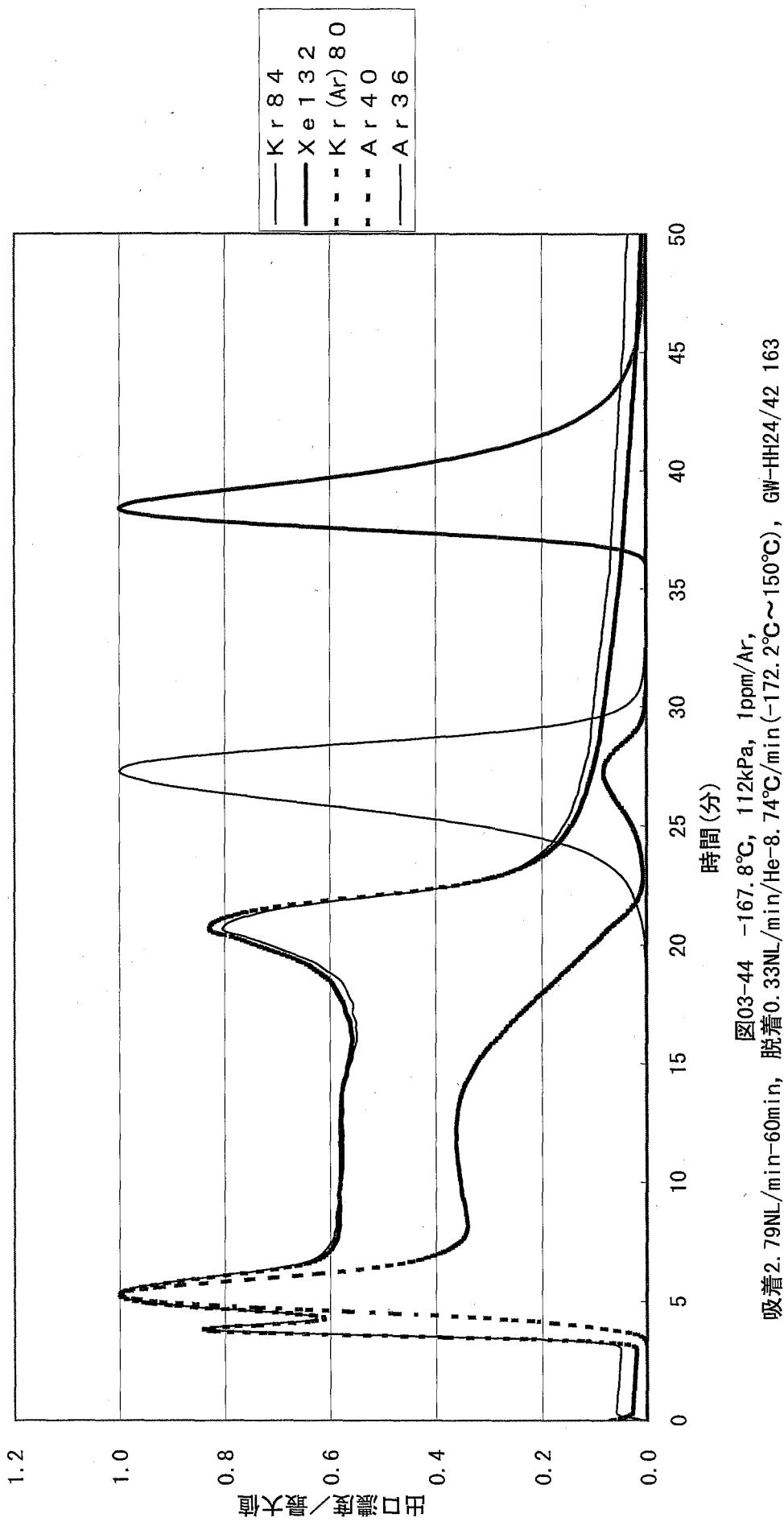
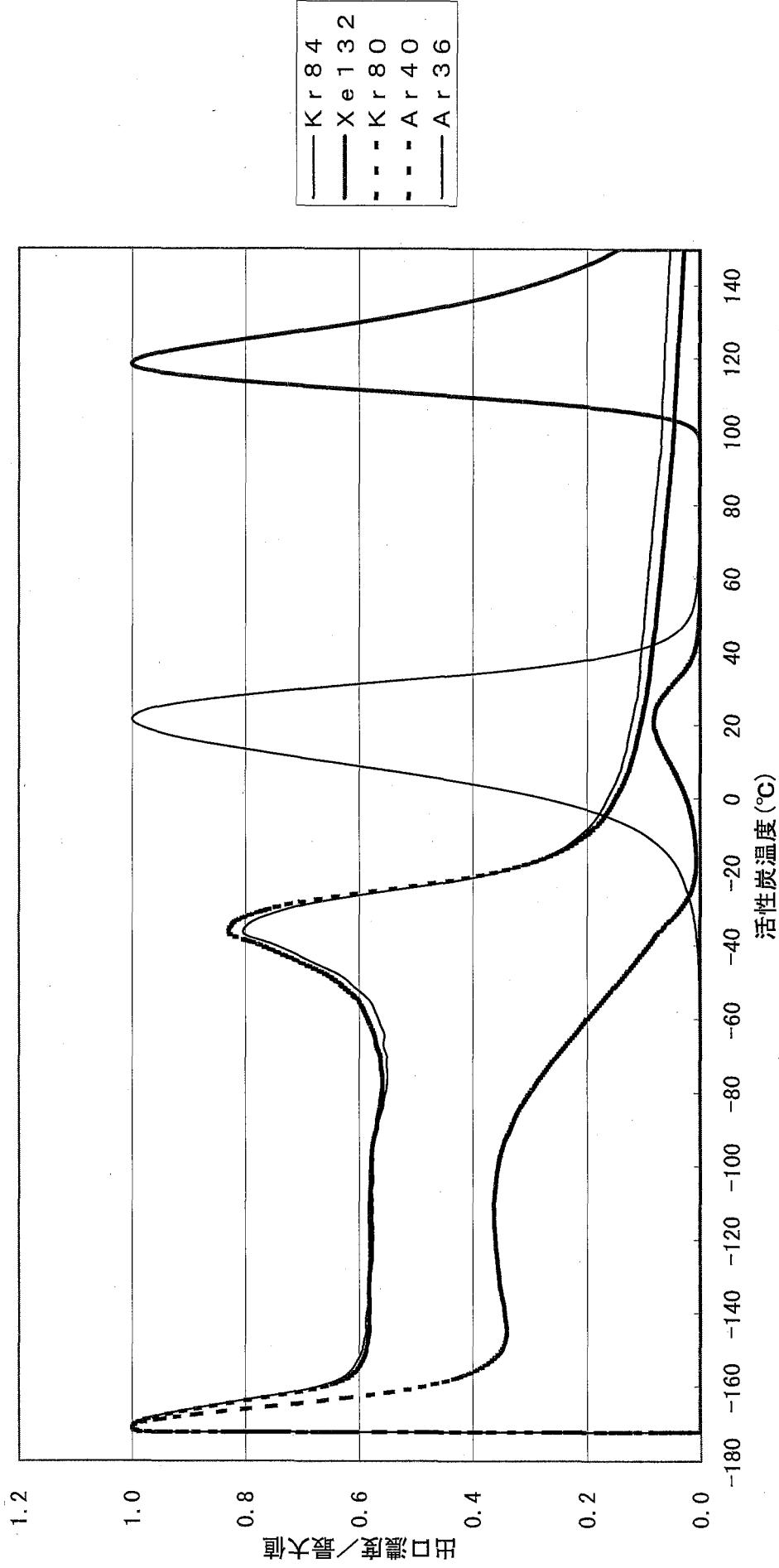


図03-44 -167.8°C, 112kPa, 1ppm/Ar,  
吸着2.79NL/min-60min, 脱着0.33NL/min/He-8.74°C/min(-172.2°C~150°C), GW-HH24/42 163



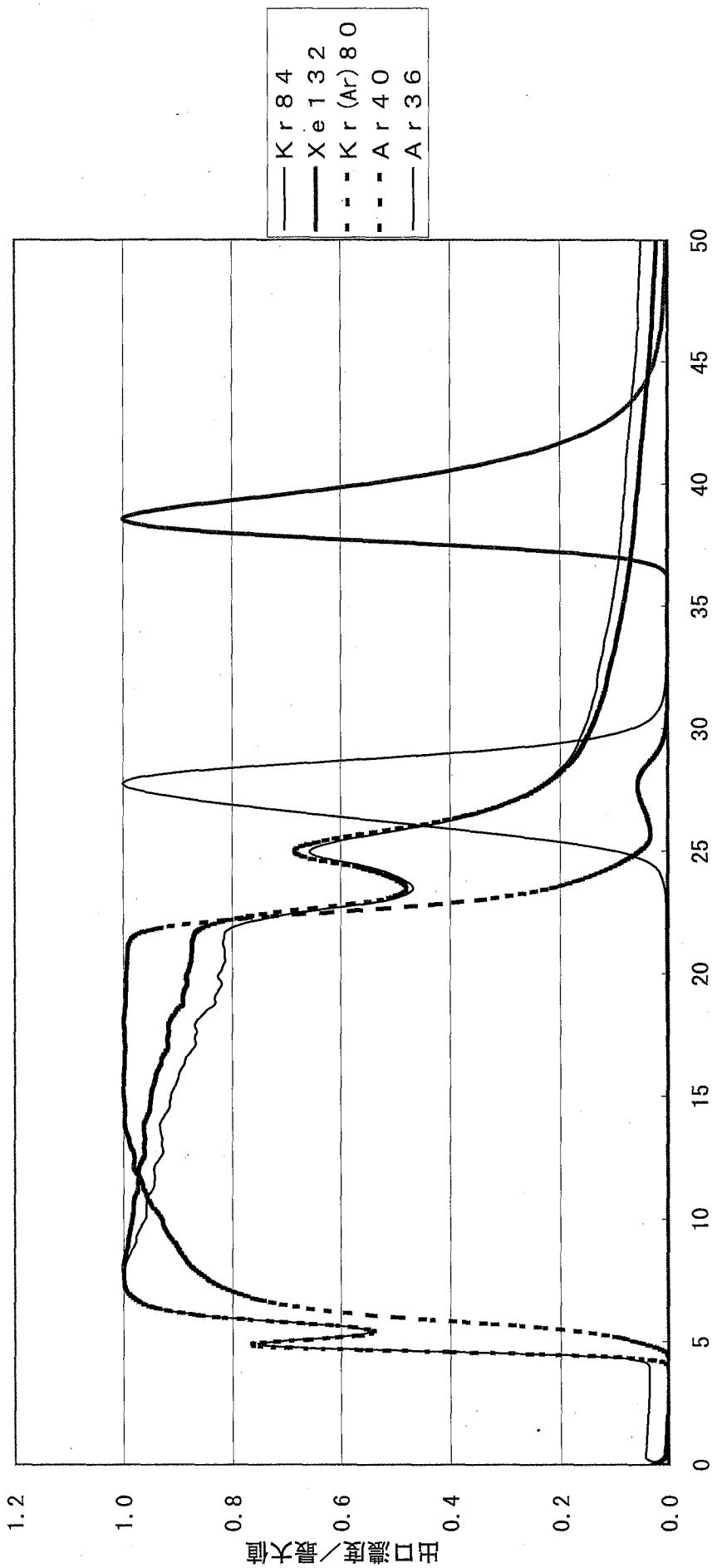


図03-45  $-166.4^{\circ}\text{C}$ , 112kPa, 1ppm/Ar,  
吸着2.78NL/min-60min, 脱着0.32NL/min/He-9.18°C/min(-46.67°C~150°C), GW-HH24/42 164

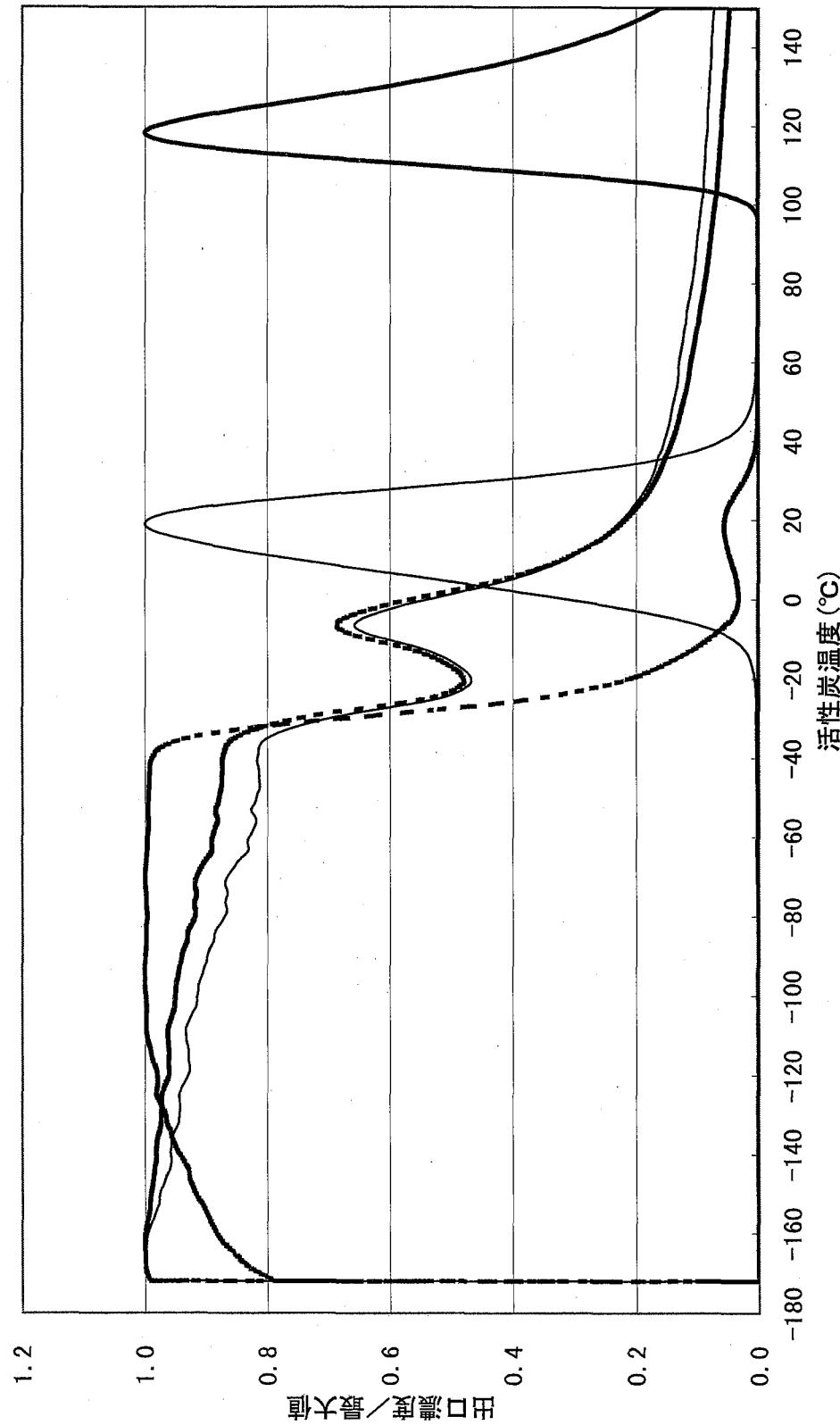


図03-45T  $-166, 4^{\circ}\text{C}$ ,  $112\text{kPa}$ ,  $1\text{ppm}/\text{Ar}$ ,  
脱着  $0.32\text{NL}/\text{min}/\text{He-9.18}^{\circ}\text{C}/\text{min}(-46.67^{\circ}\text{C} \sim 150^{\circ}\text{C})$ ,  
吸着  $2.78\text{NL}/\text{min}-60\text{min}$ ,  $\text{GW-HH24/42 164}$

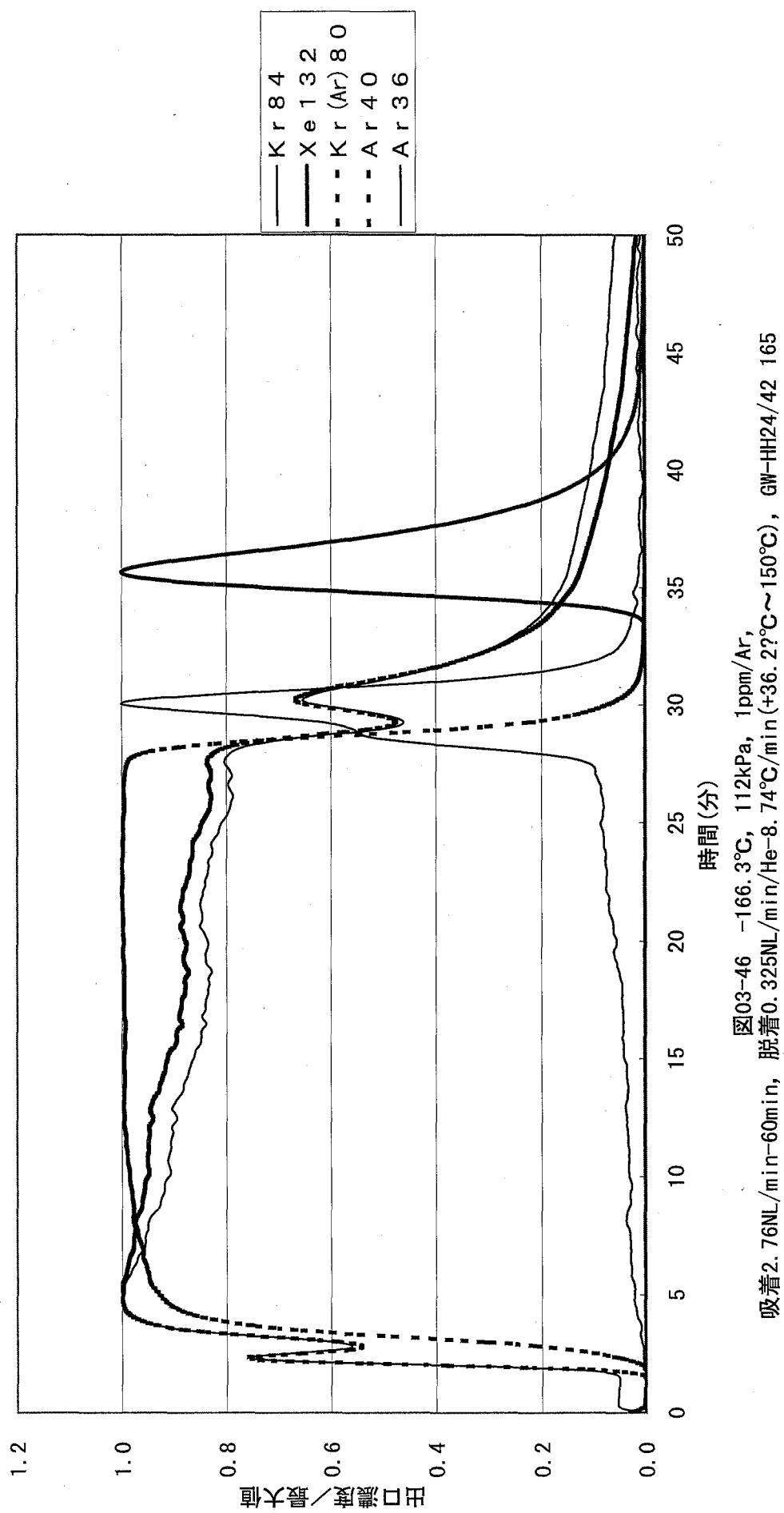


図03-46  $-166^{\circ}\text{C}$ , 112kPa, 1ppm/Ar,  
吸着2. 76NL/min-60min, 脱着0.325NL/min/He-8. 74°C/min (+36. 27°C~150°C), GW-HH24/42 165

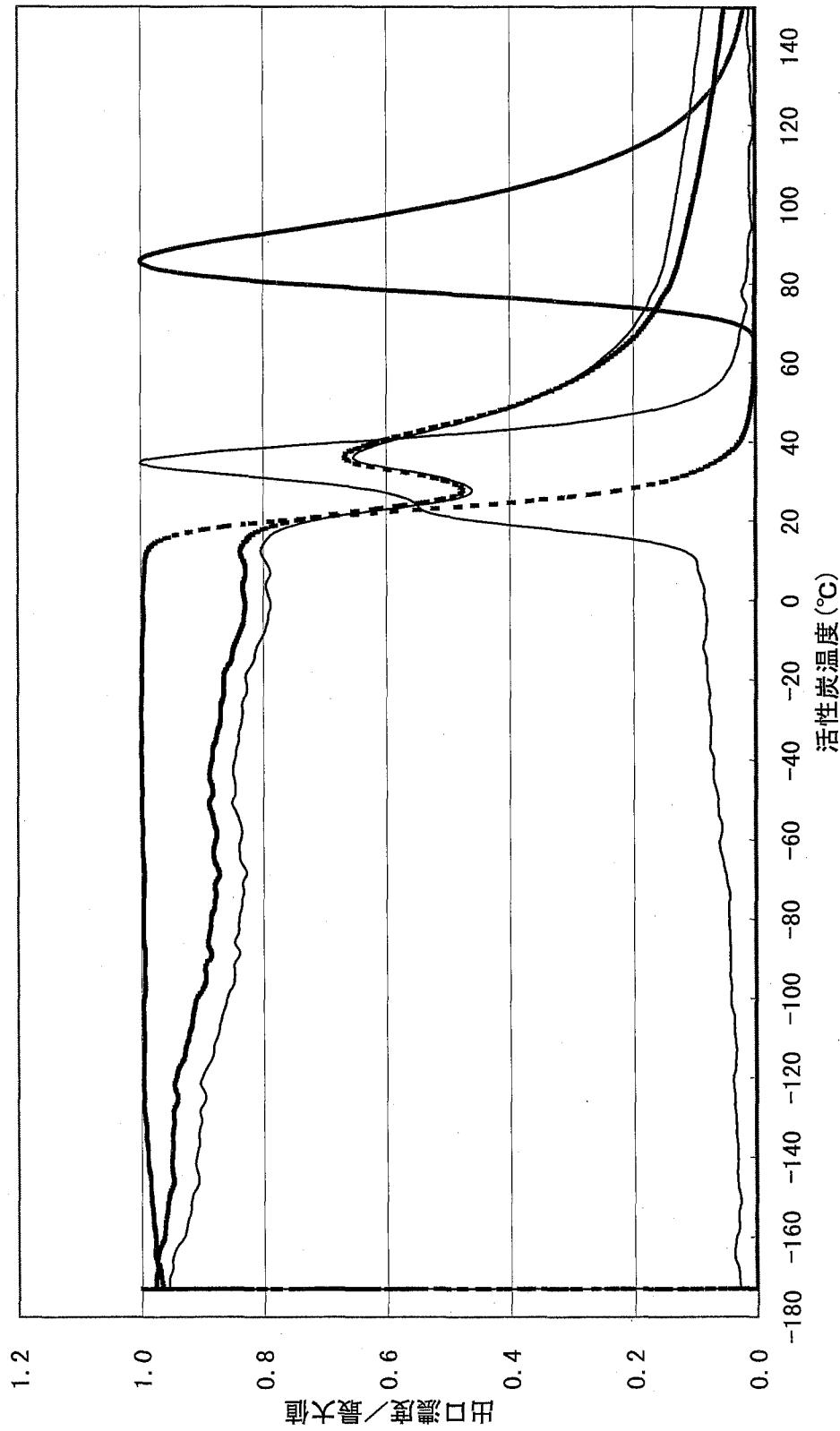


図03-46T -166, 3°C, 112kPa, 1ppm/Ar,  
吸着2.76NL/min-60min, 脱着0.325NL/min/He-8.74°C/min(+36.2°C~150°C), GW-HH24/42 165

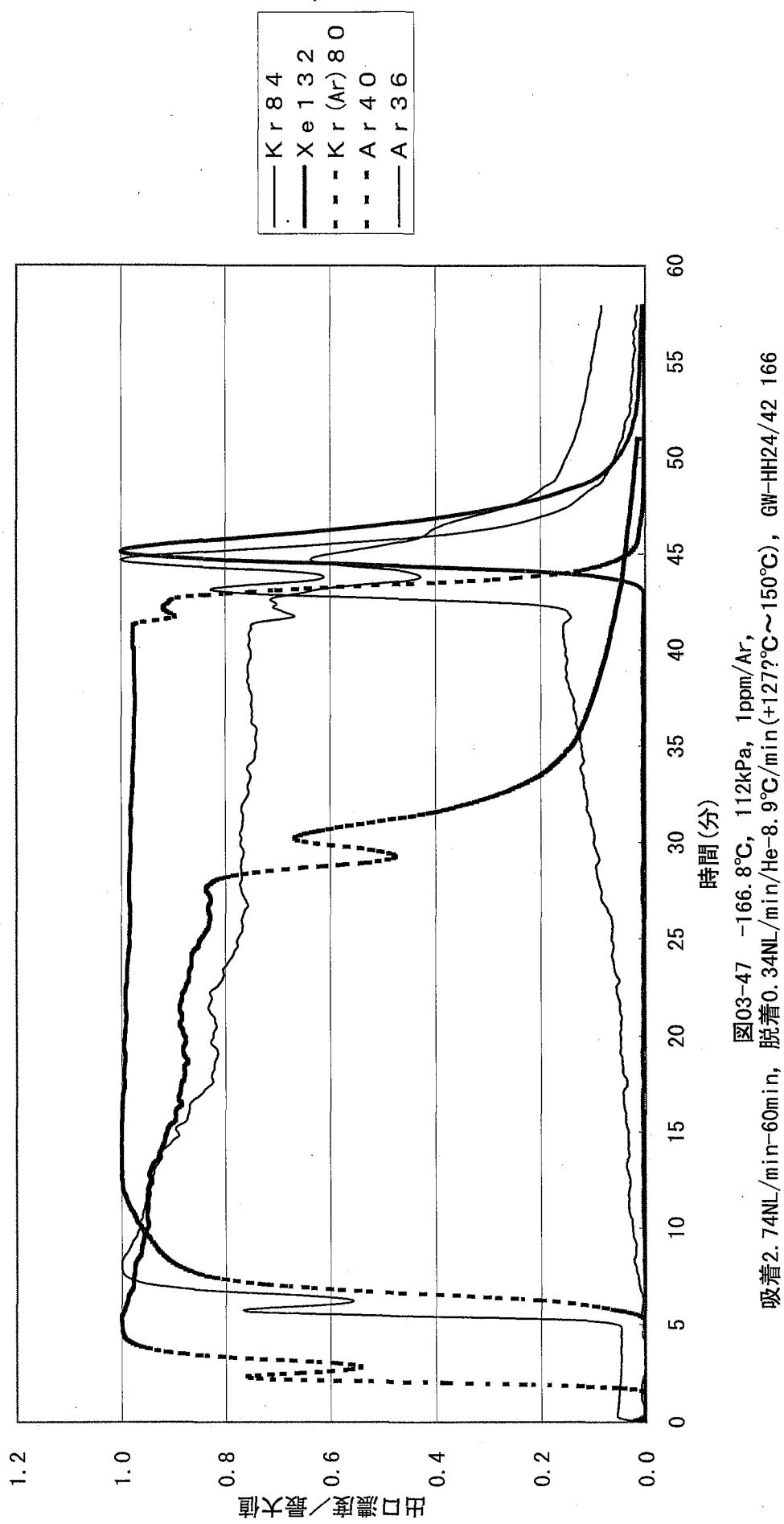


図03-47  $-166.8^{\circ}\text{C}$ ,  $112\text{kPa}$ ,  $1\text{ppm}/\text{Ar}$ ,  
吸着  $2.74\text{NL}/\text{min} \sim 60\text{min}$ , 脱着  $0.34\text{NL}/\text{min} \sim 150^{\circ}\text{C}$ , GW-HH24/42 166

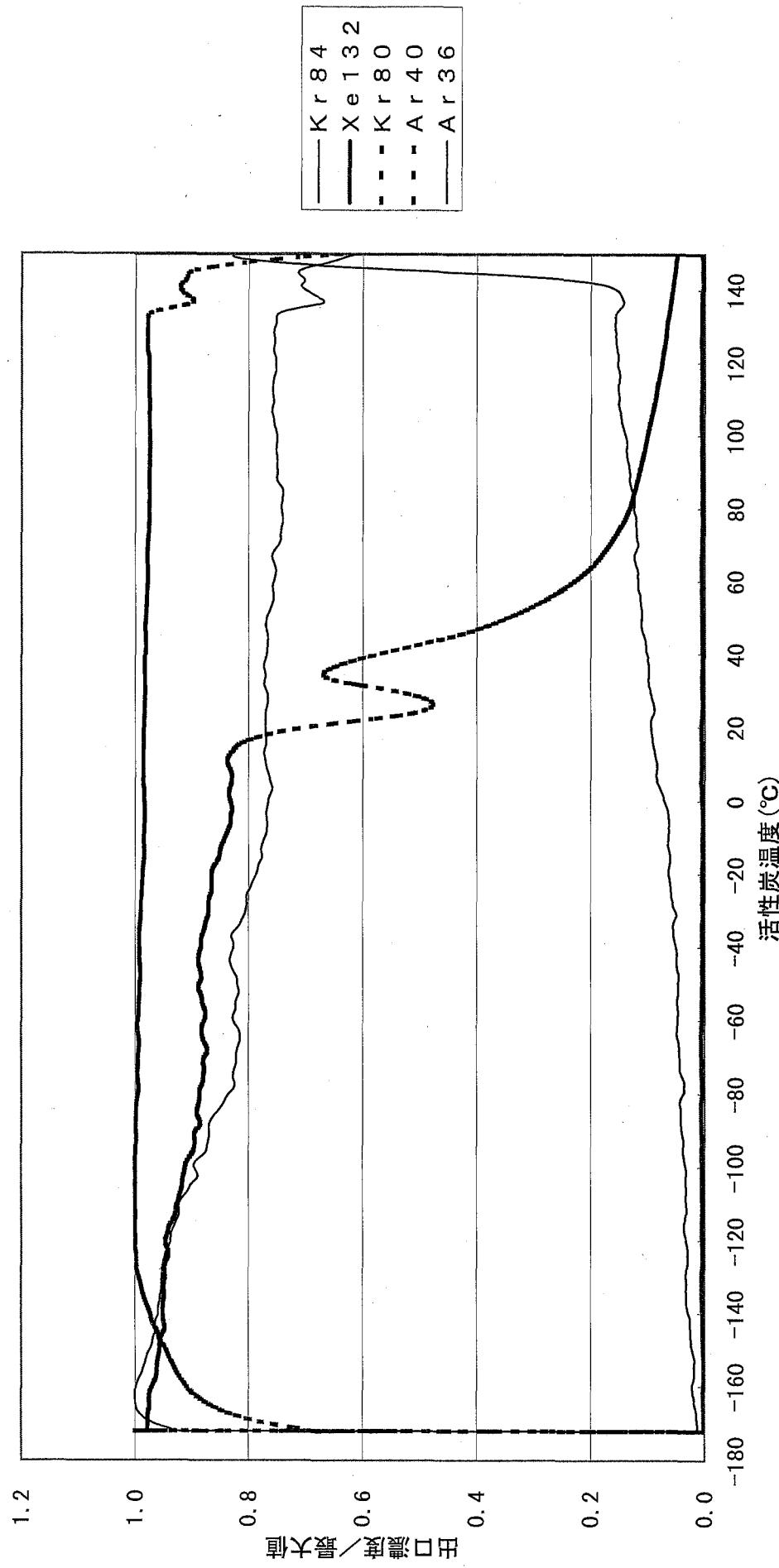


図03-47T  $-166.8^{\circ}\text{C}$ , 112kPa, 1ppm/Ar,  
吸着2.74NL/min-60min, 脱着0.34NL/min/He-8.9°C/min(+127°C~150°C), GW-HH24/42 166

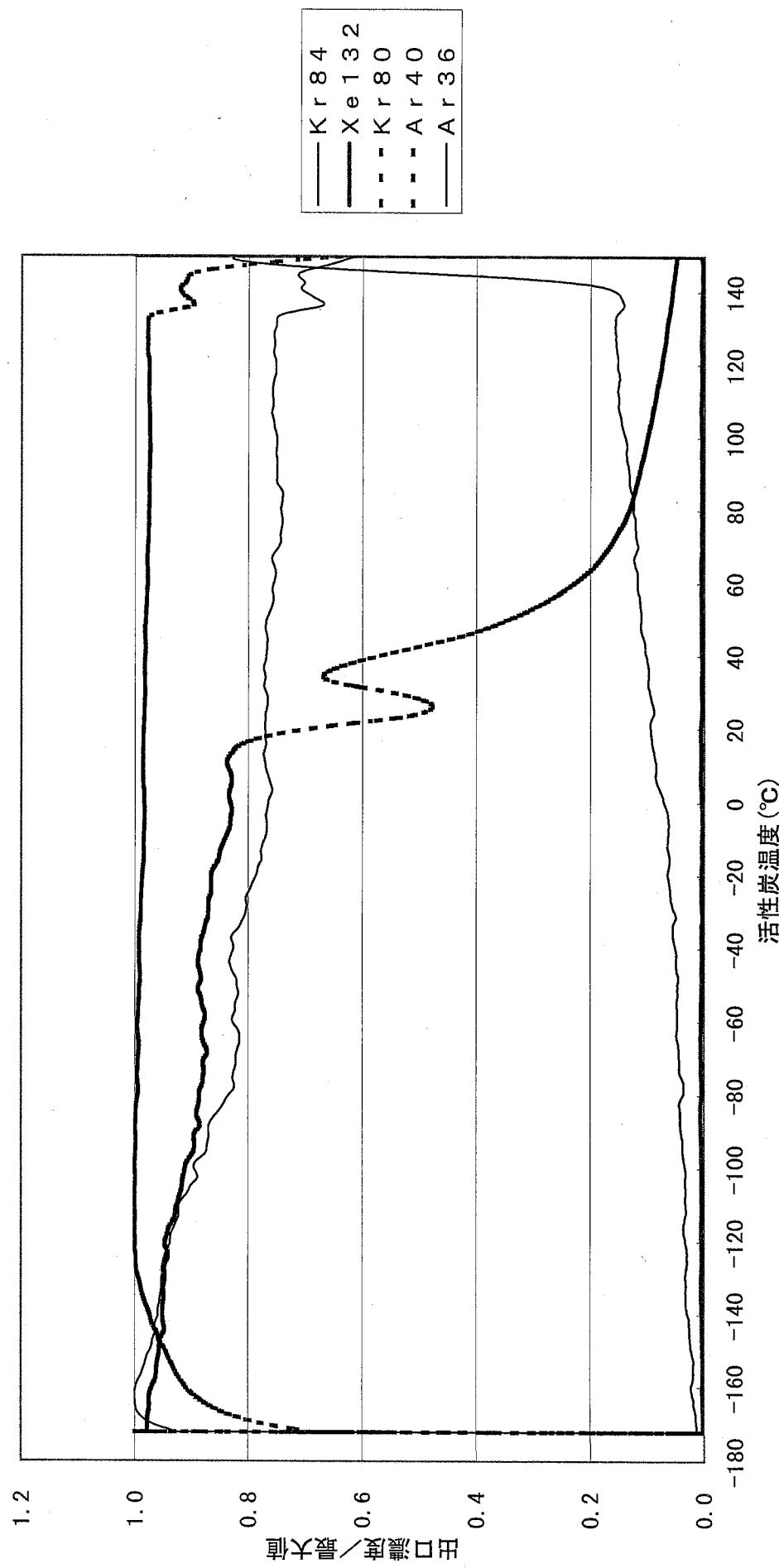


图03-47 T = 166.8°C, 112kPa, 1ppm/Ar,  
吸着 2.74NL/min - 60min, 脱着 0.34NL/min/He-8.9°C/min (+127°C ~ 150°C), GW-HH24/42 166