

2.5 ヒュームドシリカ粒子測定実験

2.5.1 使用した試料

本実験で使用したヒュームドシリカ粒子（比重：50、分子量：60）は、メーカーサイズで約 70nm で、非結晶質性のものを使用した。ヒュームドシリカ粒子の外観を図 2.36 に、FE-SEM による観察像を図 2.37 に示す。



図 2.36 ヒュームドシリカ粒子の外観



図 2.37 ヒュームドシリカ粒子の FE-SEM 観察像（×50,000）

図 2.38 のように、ヒュームドシリカ粒子単体は約 60～70nm の大きさに、実際は粒子が凝集して、600nm を超える粒子が形成されていた。

2.5.2 使用機器

- (1) LD-5
- (2) GT-526
- (3) CPC
- (4) WPS
- (5) 粒子バルク分散器
- (6) アトマイザー

2.5.3 実験方法

(1) バルク分散実験

実験方法は、「4.3 フィルター選定実験」と同様である。

(2) 超音波分散実験（試料懸濁液調製）

試料懸濁液調製の操作は、「4.3. 炭化ケイ素測定実験」と同様である。
以上の操作より、濃度の違う試料懸濁液を3つ調製した。

(3) 超音波分散実験

実験方法は、「4.3. 炭化ケイ素測定実験」と同様である。

2.5.4 実験条件

(1) バルク分散実験

バルク分散実験の測定条件を表 2.9 に示す。

表 2.9 バルク分散実験の測定条件

| | |
|---------|----------------------------------|
| 送気流量 | 直接:2.0L/min 粒子バルク分散器:5.0L/min |
| 測定時間 | 15 分 |
| チューブ | トアロンチューブ |
| WPS 分解能 | 10~500nm 内で 12ch |

(2) 超音波分散実験

超音波分散実験の測定条件を表 2.10 に示す。

表 2.10 超音波分散実験の測定条件

| | |
|----------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 送気流量 | 5.5L/min |
| 測定時間 | 15 分 |
| ヒーター温度 | 125℃ |
| チューブ | トアロンチューブ |
| SMPS 分解能 | 10~500nm 内で 96ch |
| 試料懸濁液濃度 | 原液 3 滴: 1.477×10^{-5} mol/L 原液 15 滴: 7.384×10^{-5} mol/L 原液 30 滴: 1.477×10^{-4} mol/L |

2.5.5 測定結果

(1) バルク分散実験

(a) WPS による粒度分布

WPS による粒度分布を図 2.38 に示す

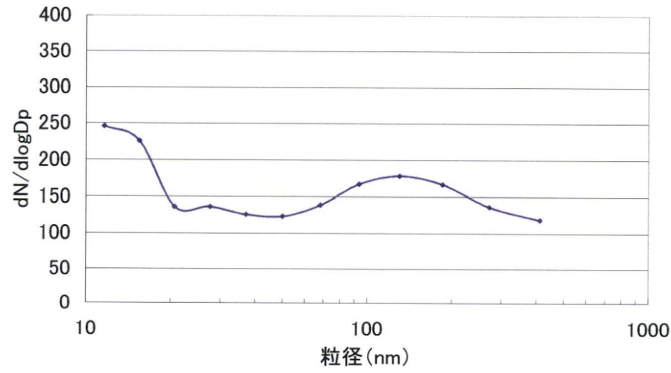


図 2.38 WPS による粒度分布 (バルク分散)

(b) 市販の粉じん計による測定結果

GT-526 による測定結果、GT-526($0.3\ \mu\text{m}$)と LD-5 の測定結果の比較、GT-526($0.3\ \mu\text{m}$)と CPC の測定結果の比較、LD-5 と CPC の測定結果の比較をそれぞれ、図 2.39 ~2.42 に示す。

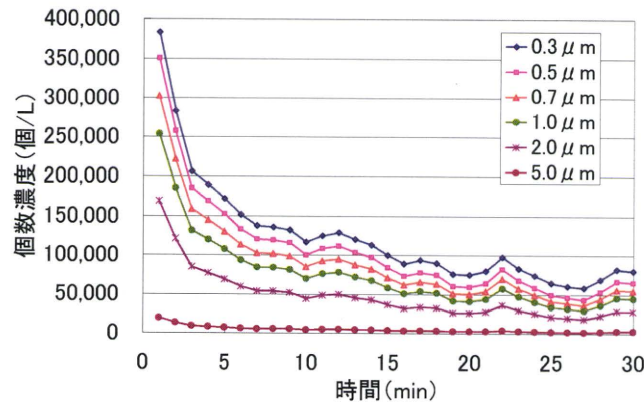


図 2.39 GT-526 の測定結果 (バルク分散)

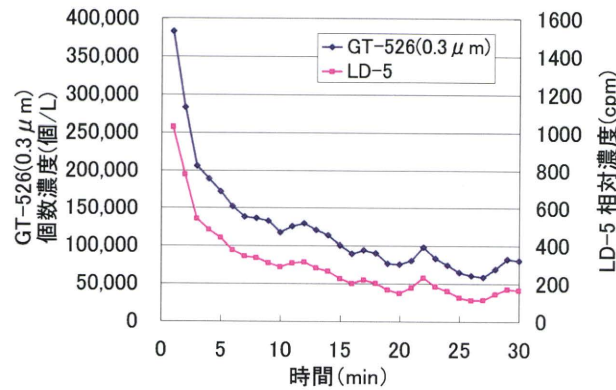


図 2.40 GT-526($0.3\ \mu\text{m}$)と LD-5 の比較 (バルク分散)

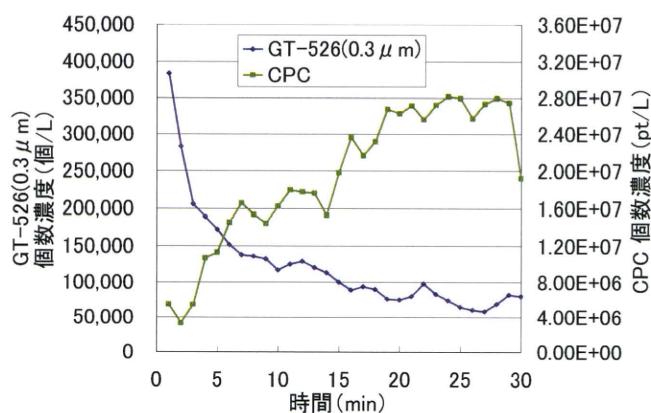


図 2.41 GT-526(0.3 μm)と CPC の比較 (バルク分散)

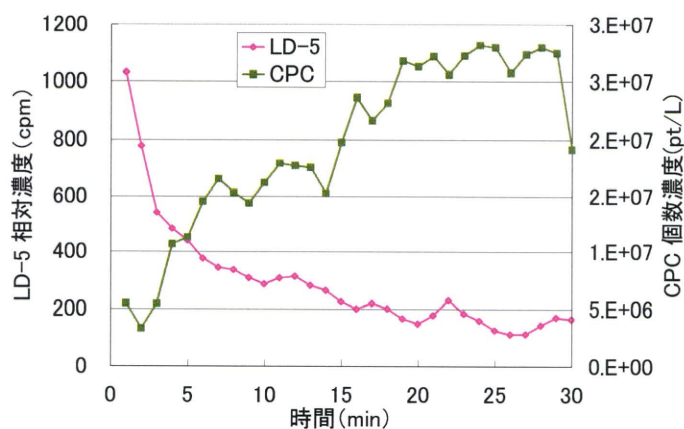


図 2.42 LD-5 と CPC の比較 (バルク分散)

(2) 超音波分散実験

(a) WPS による粒度分布

WPS による粒度分布を図 2.43 に示す。

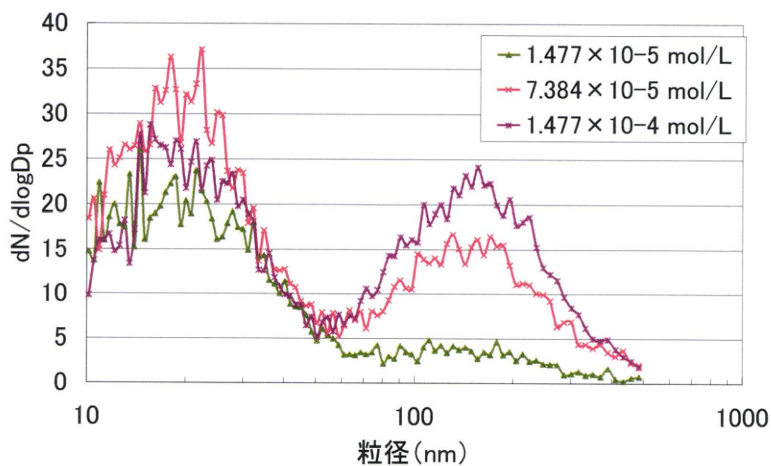


図 2.43 WPS による粒度分布(超音波分散)

(b) 市販の粉じん計による測定結果

GT-526 の測定結果(濃度: 1.477×10^{-4} mol/L)、濃度: 1.477×10^{-4} mol/L での GT-526($0.3 \mu\text{m}$)と LD-5 および、CPC の測定結果の比較それぞれ図 2.44~2.46 に示す。

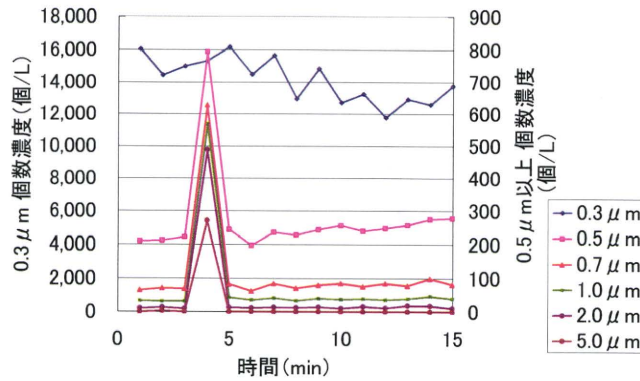


図 2.44 GT-526 の測定結果 (超音波分散、濃度: 1.477×10^{-4} mol/L)

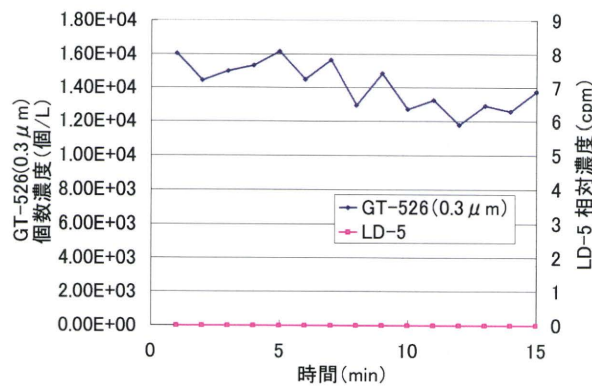


図 2.45 GT-526 ($0.3 \mu\text{m}$) と LD-5 の比較 (超音波分散、 1.477×10^{-4} mol/L)

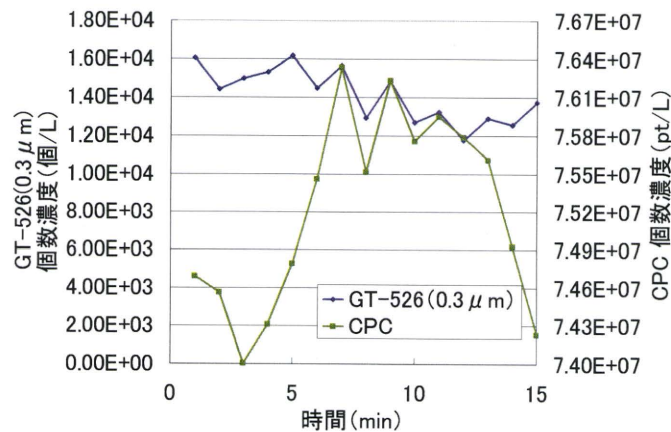


図 2.46 GT-526 ($0.3 \mu\text{m}$) と CPC の比較 (超音波分散、濃度: 1.477×10^{-4} mol/L)

4.5.6 考察

(1) バルク分散

(a) WPSによる粒度分布

図 2.37 より凝集体を形成しているナノ粒子の粒径は約 60~70nm であったが、図 42.38 によると、約 10nm と約 130nm の粒径でピークが見られた。約 130nm の方は、フュームドシリカの凝集体であると考えられるが、約 10nm の方は、フィルター上にも 10nm の粒子らしきものは確認できなかったため、信頼性に欠けるデータであると考えられる。もう一つは、フィルター上に見られる約 60~70nm の粒子がすでに凝集体である可能性が考えられた。

(b) 市販の粉じん計による測定結果

図 2.39 より、0.3、0.5、0.7、1.0、2.0 μm の粒径全てが同じような挙動を示していたため、これらの粒径の粒子を管理する場合は、どれか一つの粒径を測定すれば、他の粒径の挙動も推定できると考える。さらに、図 2.40 においても GT-526(0.3 μm)と LD-5 の挙動が類似しているため、0.3 μm 以上の粒子は LD-5 によって管理できると考える。一方で、図 2.41 および図 2.42 を見ると、GT-526(0.3 μm)と LD-5 が減少する挙動を示しているに対し、CPC の挙動は時間経過とともに増加する傾向を示した。すなわち、凝集体が減少して、ナノ粒子が増加したということが、考えられるが、測定値の差が 2 桁以上あるので、CPC の測定値に対して、GT-526 および LD-5 の変動の大きさは非常に小さいので、影響していないと考えられる。以上より、ヒュームドシリカ粒子のバルク分散において、炭化ケイ素の時と同様に 0.3 μm の粒子濃度が大きく異なるため、GT-526 および LD-5 の CPC に対する相関性を判断するには、さらなるデータ収集が必要と考える。

(2) 超音波分散

(a) WPSによる粒度分布

図 2.43 より、濃度を高くしても約 10~50nm のピークは大きな変化が見られなかったため、これは濃度とは関係のないミストの残渣であると思われる。一方で、約 60~400nm に見られるピークの高さが、濃度が高くなるにつれて、大きくなっている。このことから、約 60~400nm の粒子がヒュームドシリカのものであると思われるので、高濃度になるのに伴って、粒子数が増加し、凝集体を形成したことで、ピークが大きくなったと考えられる。

(b) 市販の粉じん計による測定結果

図 2.44 を見ると、0.3 μm と 0.5 μm 以上の粒径の挙動が、異なるものとなった。カウント数で見れば、0.3 μm が支配的であるが、緩やかに減少する傾向を示しているのに対し、0.5 μm 以上の挙動は 4 分後を除けば、終始安定したものとなった。図 2.45 で示されている通り、LD-5 は一切カウントしなかった。これは、炭化ケイ素測定実験と異なり、炭化ケイ素の 0.3 μm 以外の粒子濃度が高い(図 4.32 参照)のに比べて、図 4.43

の様に $0.3\mu\text{m}$ 以上の粒子が著しく低いため、LD-5 はカウントを打てなかったと考える。図 2.46 において、GT-526($0.3\mu\text{m}$)と CPC の間で、6~12 分にかけては、同じような挙動を示しているが、それ以外の点で関係性が確認しにくい。総合的にヒュームドシリカ粒子の超音波分散においても炭化ケイ素と同様に、個数濃度が 4 桁も違うため、GT-526 および LD-5 の CPC に対する相関性を判断するのはと考える。

2.6 CNT 測定実験

2.6.1 使用した試料

使用した試料は、フィルター選定実験と同様である。

2.6.2 使用機器

- (1) LD-5
- (2) GT-521
- (3) CPC
- (4) 粒子バルク分散器

2.6.3 実験方法

実験方法は、フィルター選定実験と同様である。なお、SMPS および WPS は、繊維状に長く凝集する CNT が高濃度に存在すると考えられる環境では、DMA 内で壁面に付着して長く連なり、対面に届いてしまうと、ショートして故障の原因となるので、使用しなかった。

2.6.4 実験条件

実験条件は、フィルター選定実験と同様である。

2.6.5 実験結果

GT-521 の測定結果、GT-521 と LD-5 の測定結果の比較、GT-521 と CPC の測定結果の比較、LD-5 と CPC の測定結果の比較をそれぞれ図 2.47~2.50 に示す。

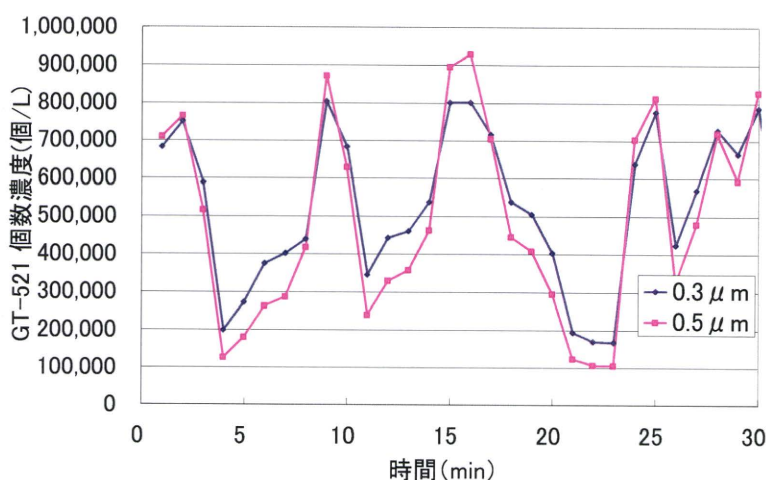


図 2.47 GT-521 の測定結

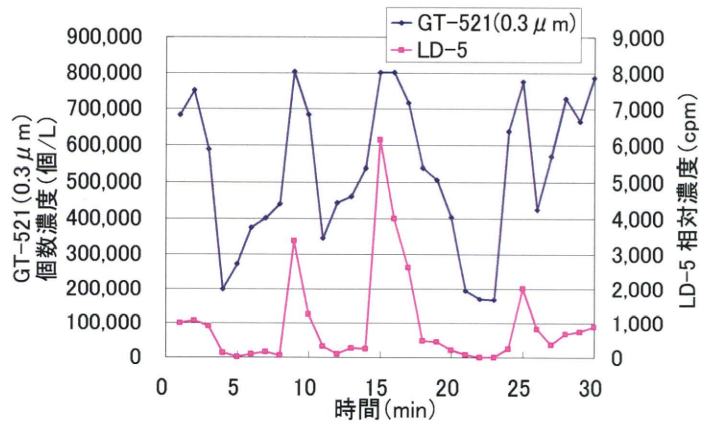


図 2.48 GT-521(0.3 μm)と LD-5 の測定結果の比較

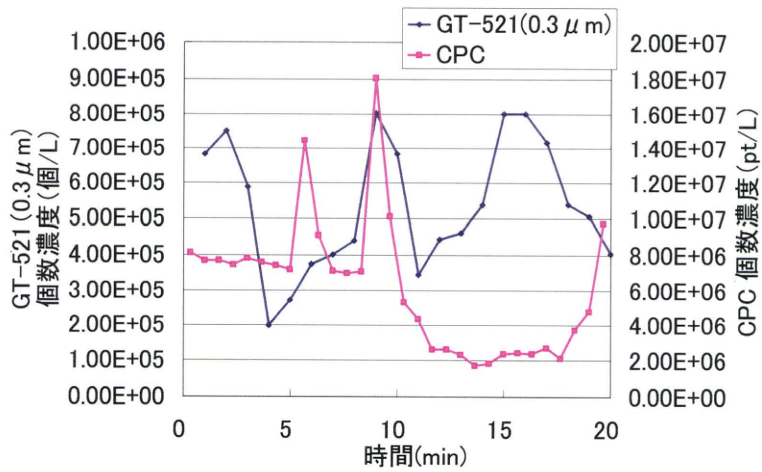


図 2.49 GT-521(0.3 μm)と CPC の測定結果の比較

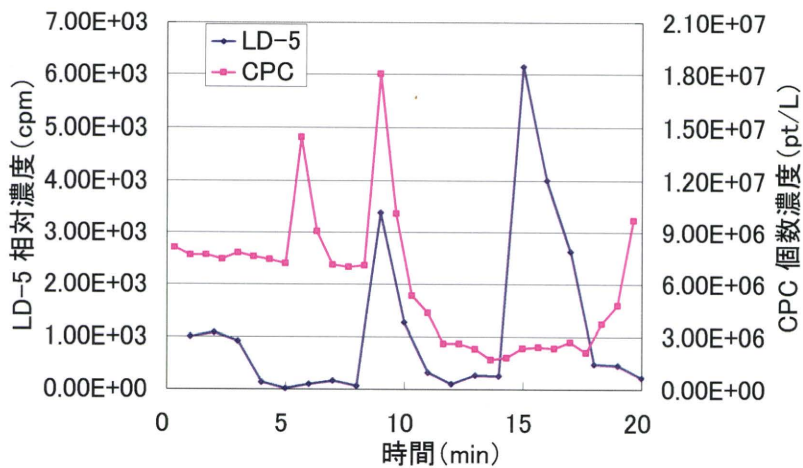


図 2.50 LD-5 と CPC の測定結果の比較

2.6.6 考察

図 2.47 より、GT-521 における $0.3\ \mu\text{m}$ と $0.5\ \mu\text{m}$ のチャンネルの CNT に対する挙動は、非常に似た変動をしていた。このことから、CNT が凝集して、 $0.3\sim 0.5\ \mu\text{m}$ の粒子を形成していたと考えられる。よって、これ以降の実験では、さらに広範囲の粒径範囲をもつ GT-526 を使用して、挙動を確認していくこととした。さらに、図 2.48 より、GT-521 の測定値の信頼性を確認する上で、 $0.3\ \mu\text{m}$ のステアリン酸粒子を校正粒子としている LD-5 の測定結果との比較を行うと、高さは違うものの、ピーク位置、特に 9、15、23、25 分後のピークが類似しているため、どちらの測定器も検出方法が違っても、非常に高い信頼性をもっていると思われる。これをふまえて、GT-521 による $0.3\ \mu\text{m}$ 粒子の測定結果と CPC による測定結果を比較してみると、図 2.49 のようになった。まず、0~5 分において、GT-521 の測定値が下降しているのに対し、CPC の測定値は多少下向きではあるものの、平行線となっている。このことから、 $0.3\ \mu\text{m}$ ないし $0.5\ \mu\text{m}$ が減少しているのは、チャンバー内で、CNT に分解されたわけではないことが考えられるが、その後の 7 分後にかけて CPC の測定値が GT-521 の挙動に関係なく、増加している。この挙動の原因として考えられるのは、粒子の大気中の滞留時間である。粒径が小さくなるのに比例して、粒子の大気中滞留時間は長くなる。よって、0~5 分にかけてバルク分散器によって、分散された粒子が、チャンバー内で単分散して、ナノ粒子となり、マイクロオーダーの粒子よりも大気中滞留時間が長いために、時間が遅れて検出されたのではないかと考えられる。しかし、2.3 のフィルター選定において、図 2.18 を参照すると、CNT は単分散していない様子が確認できる。よって、これはおそらく、フィルター上に捕集されたとき、後からくる CNT が捕集された凝集体、または単分散して捕集された CNT とフィルター上で凝集した可能性、もしくは孔径が $0.8\ \mu\text{m}$ であることから、フィルターから抜けてしまっている可能性が考えられる。フィルターからの抜けおちを検証するために、別実験としてバックアップにバグフィルターなどといった捕集方法の違うフィルターを使って、捕集実験をする必要があると考える。

8~11 分にかけては、GT-521 の測定値と CPC の測定値のピークが類似している。また、図 2.50 でも、LD-5 の測定値と CPC の測定値が類似している。これは、CPC の測定範囲が $50\sim 1,000\text{nm}$ であることから、CPC も $0.3\sim 0.5\ \mu\text{m}$ の粒子を計測しているからであろうと思われる。そして、11 分以降は $0.3\sim 0.5\ \mu\text{m}$ の粒子が増加し、CPC の測定値が減少していることから、CNT が、チャンバー内で凝集して、凝集体として測定器に計測されたからであろうと考えられる。

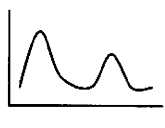
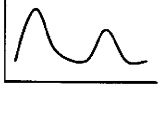

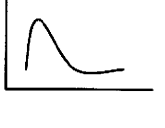
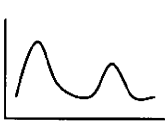
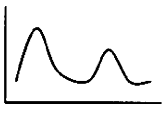
炭化ケイ素粒子、ヒュームドシリカ粒子の場合と同様、 $0.3\ \mu\text{m}$ と $0.5\ \mu\text{m}$ 粒子の濃度とは 2 桁の違いがあるが、それ以上に粒度分布に関する情報が $0.3\ \mu\text{m}$ と $0.5\ \mu\text{m}$ しかなく、CPC の測定範囲の粒径の情報が無いため、つまり、 $0.3\ \mu\text{m}$ と $0.5\ \mu\text{m}$ 以外の粒子を多くカウントしている可能性があることから、相関性を議論するのは難しいと考える。

2.7 総括

SEM、FE-SEM 観察試料用のフィルターとして、銀メンブラン及びニュークリポアを使用することが、ナノマテリアルを観察する上で優れている事が明らかになった。

二種の分散法によって、ナノ粒子を発生させ、測定を行ったが、市販の相対濃度粉じん計であるデジタル粉じん計 LD-5 と個数濃度測定器であるパーテクルカウンター GT-526 は、 $0.3\mu\text{m}$ 粒径に関して相関性があることが分かった。しかし、発生させ試料のチャンバー内での粒度分布が不明なため、CPC の測定範囲と LD-5 および GT-526 測定範囲の共通部分の粒径別濃度が分からないため、LD-5 および GT-526 と CPC の関係性についてが総合的に判断するのは難しいことがわかった。表 2.11 に、基礎実験で得られた結果のまとめとして、測定器のカウンットの有無を示す。

表 2.11 測定器のカウンットの有無

| | 炭化ケイ素 | | ヒュームドシリカ | | CNT |
|--------|-------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------|-------|
| | バルク分散 | 超音波分散 | バルク分散 | 超音波分散 | バルク分散 |
| GT-526 | ◎ | ○ | ◎ | ○ | ◎ |
| LD-5 | ◎ | × | ◎ | × | ◎ |
| CPC | ○ | ○ | ○ | ○ | ◎ |
| WPS | — | — |  |  | — |
| SMPS |  |  |  |  | — |

注 ◎=互いに相関性あり、

○=他の◎、○に対して相関性はないが、カウントはあり

×=カウントなし、

WPS および SMPS の結果は粒度分布の簡略図

表 2.11 を見ると、3 種の試料において、バルク分散の場合、LD-5 と GT-526 の測定値に関係性があるとき、粒度分布においてナノ粒子は凝集して存在しており、逆に LD-5 がカウントせず、GT-526 にカウントが見られる場合、ナノ粒子は単分散している可能性が見られた。よって、これらの結果から、以下のようなナノ粒子を管理するための一次スクリーニングとしての測定における測定器の組み合わせを示す。

- 1) LD-5 にカウントが見られない場合、その環境におけるナノ粒子は低濃度、もしくは単分散している可能性がある。

- 2) LD-5、GT-526 共にカウントが見られ、互いに相関性が見られる場合、ナノ粒子は凝集して飛散している可能性がある。
- 3) LD-5、GT-526 共にカウントが見られ、互いに相関性が見られない場合、ナノ粒子は単分散している可能性がある。

以上の3点が一次スクリーニングとしての測定における測定器の組み合わせとして考えられる。

3. ナノマテリアル取扱い作業現場における測定

3.1 測定目的

ナノマテリアルを取扱っている現場では、その作業工程からナノ粒子が飛散している可能性がある。現在そうした現場において、どのように作業環境管理を実施したらよいか明確な判断基準が無いために、現場の担当者が作業環境管理に関して手探りの状態にある。

ここでは、ナノマテリアル取扱い作業現場に、ナノ粒子が測定可能な測定器および市販の粉じん濃度測定器を持ち込み、各測定機器の相関性等を検証し、基礎実験と併せて作業環境管理に必要な判断プロセスを作成することが目的である。そのために作業環境中の粒度分布を測定し、ナノ粒子の飛散状況を確認するとともに、各種粉じん濃度測定器を用いて、それぞれがどのような挙動を示すか、また、ナノ粒子測定器との相関性を確認した。現場における測定が、企業との機密保持契約により公表出来ない状況ですが、研究成果にご理解頂いた1企業で現場測定結果を公表して良い旨の許可を得て、測定結果の一部を報告する。この御行為により、研究成果の客観的評価が可能となりナノマテリアル取扱い現場の作業環境管理のためのフローの提案が可能となった。改めて、測定結果の一部公表を許可してくださいました企業に御礼申し上げます。

3.2 カーボンナノチューブ（CNT）取扱い作業現場の概要

ナノマテリアル取扱い作業現場として、カーボンナノチューブ（CNT）を樹脂に混入して新たな複合材料を射出成形機により作製する射出工程と作製された高温の複合材料を押し出し成型機から押し出し、水槽で急冷の後、切断し、製品にする押し出し工程がある。

測定対象現場は、射出工程周辺と押し出し工程周辺で測定を実施した。作業の流れは、まず押し出し機に、CNTを導入する。導入する際、作業者がCNTにばく露する恐れがあるので、作業者は防護服及び送気式防塵マスクを着用して作業を行っている。また、フード内部に設置されているCNT導入部はビニールで覆われ、二重の飛散防止対策が行われている。押し出し機に導入されたCNTは、樹脂と混合され熱を加えながら圧縮し、CNT含有複合材料となり熱を持ったまま、約2mm径の紐状に引き伸ばされ、押し出し機から、細長い金属製の水槽に導かれる。熱をもった複合材料が水槽の中を通過し、急激に冷やされて固められたのち、容器先端に接続されたカッターで、粒径約1mmの粒になるように切断され製品となる。

3.3 使用機器

本測定で使用した測定機器は下記の通りである。

- ① オープンフェイス型サンプラー：直径25mmのろ紙に、吸引流量2.5L/minで粒子を捕集し、電子顕微鏡（FE-SEM）観察用試料を作製する。
- ② シーオタス：2.5 μ m以下の粒度分布測定器、最小捕集粒度は、0.25 μ m以下の粒子
- ③ パーティクルカウンターGT-526：0.3、0.5、3、5、10 μ mの個数濃度を測定

④相対濃度計

デジタル粉じん計LD-5及びP-5H

⑤凝縮式粒子計数器（CPC）：ナノ粒子測定器、粒子測定範囲：50～100nm、

⑥走査型移動度粒径測定器（WPS）ナノ粒子の粒度分布測定器、

3.4 測定条件

測定現場における測定条件を表 3.1 に示す。また、押出機に一番近い測定点を①、②とし、複合材料の切断機周辺から遠い測定点を③、④とし、射出成形機脇の測定点を⑤、⑥として測定を行った。

表 3.1 1 回目の測定条件

| 測定時間 | 各測定点で 30 分 |
|------------------|------------------------------------------|
| シーオタス流量 | 9L/min |
| シーオタスフィルター | A～D 層:T60A20 (25mm) E 層:T60A20 (37mm) |
| シーオタス | 測定点③～⑥における総捕集量 |
| NW-354 流量及びフィルター | 20L/min、T60A20 (25mm) |
| NW-354 | 全測定点における総捕集量 |
| オープンフェイス流量 | 2.5L/min |
| オープンフェイスフィルター | ニュークリポア |

3.5 測定結果

3.5.1 市販の粉じん計による測定結果

GT-521、CPC、P-5H、LD-5 の各測定点に於ける測定結果を図 3.1 に示す。

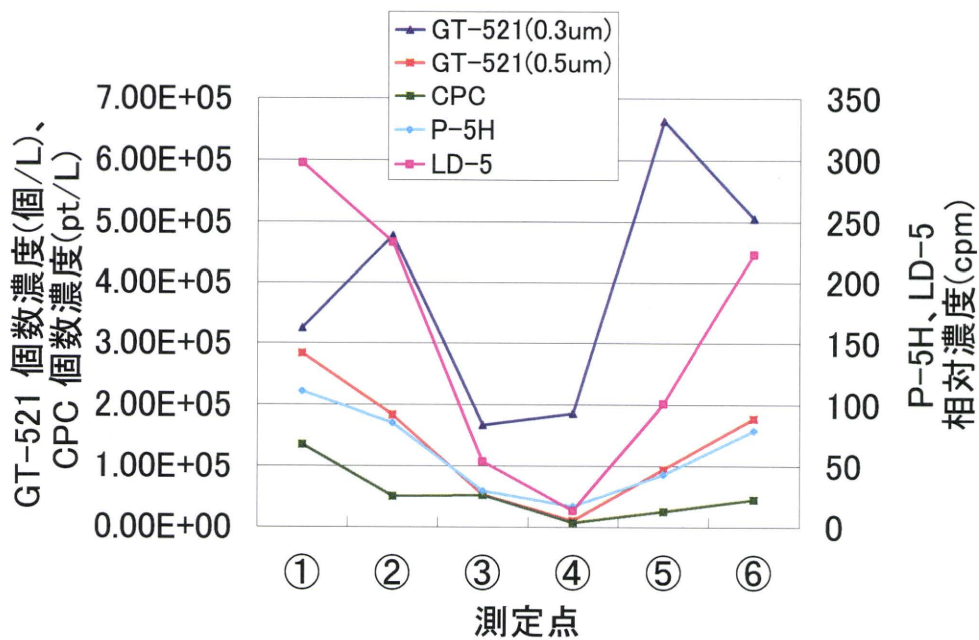


図 3.1 GT-521、CPC、P-5H、LD-5 の測定結果

3.5.2 市販の粉じん計による測定結果

測定点①における GT-526 の測定結果を図 3.2 に、GT-526(0.3 μm) と LD-5 の測定結果の比較を図 3.3 に、GT-526(0.3 μm) と CPC の測定結果の比較を図 3.4 に、LD-5 と CPC の測定結果の比較を図 3.5 にそれぞれ示す。

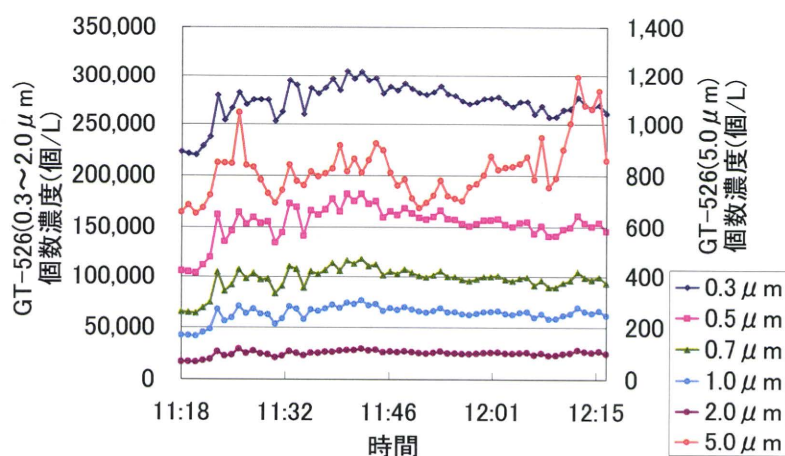


図 3.2 GT-526 の測定結果(測定点①)

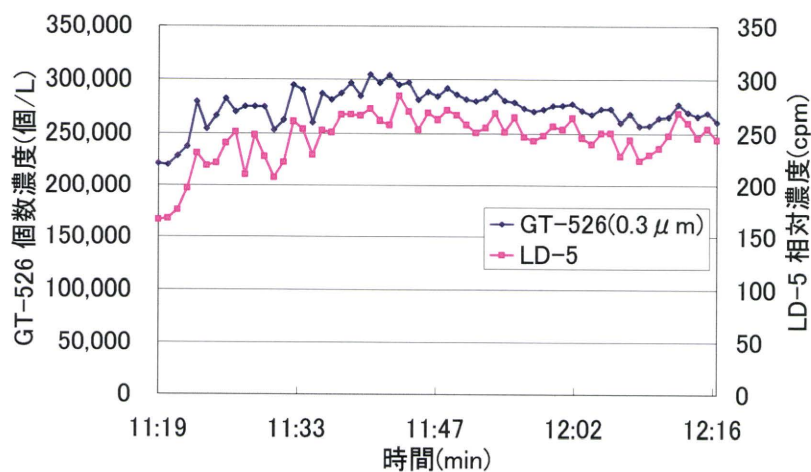


図 3.3 GT-526(0.3 μm) と LD-5 の測定結果の比較(測定点①)

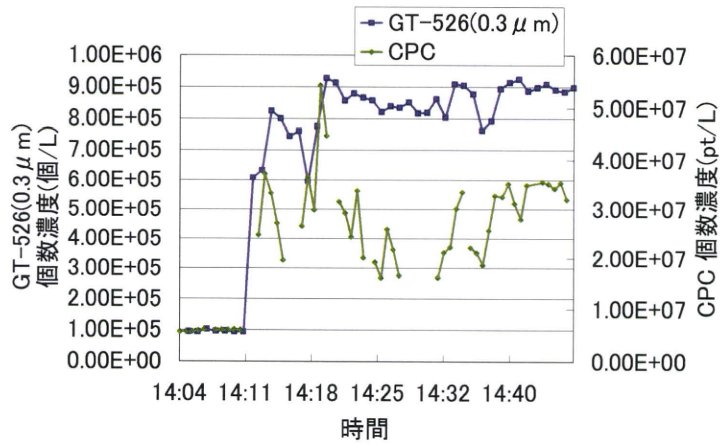


図 3.4 GT-526(0.3 μm) と CPC の測定結果の比較(測定点②)

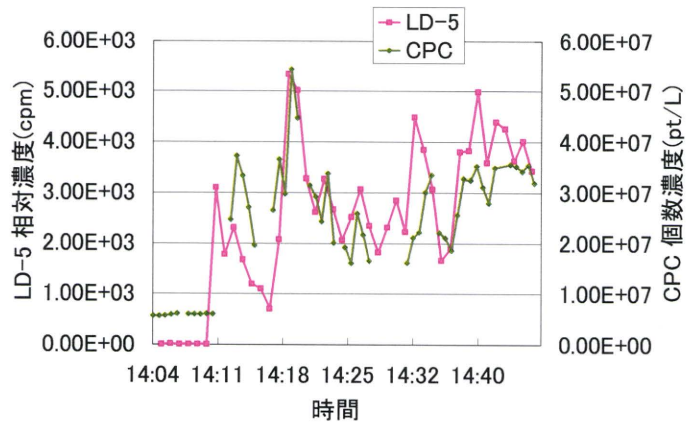


図 3.5 LD-5 と CPC の測定結果の比較(測定点②)

3.5.3 WPS による粒度分布

WPS による粒度分布を図 3.6 に示す。

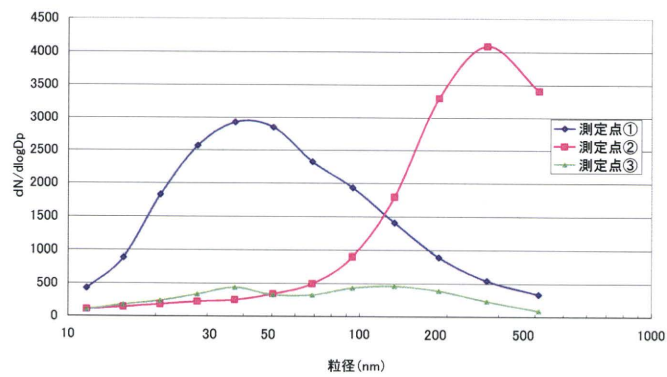


図 3.6 WPS による粒度分布

3.5.4 サンプラーによる捕集結果

シーオタスの各層における重量を表 3.2 に、NW-354 による重量を表 3.3 に示す。

表 3.2 Sioutas の各層における重量(mg)

| 各層の捕集粒径範囲 | Sioutas |
|--------------------------------------|---------|
| A 層($>2.5\mu\text{m}$) | 0 |
| B 層($2.5\text{--}1.0\mu\text{m}$) | 0.01 |
| C 層($1.0\text{--}0.5\mu\text{m}$) | 0 |
| D 層($0.5\text{--}0.25\mu\text{m}$) | 0.02 |
| E 層($<0.25\mu\text{m}$) | 0.01 |

表 3.3 NW-354 による重量(mg)

| | |
|-------|------|
| 衝突板 | 0.04 |
| フィルター | 0.26 |

3.5.5 作業環境中に浮遊する粒子の形態

オープンフェイスのフィルターに捕集された粒子をFE-SEMで観察した像をそれぞれ図 3.7 及び図 3.8 に示す。

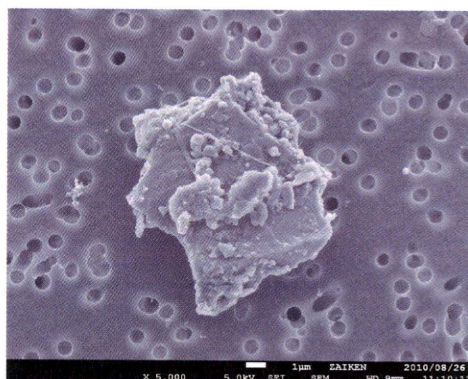


図 3.7 オープンフェイス (測定点①、 $\times 5,000$)

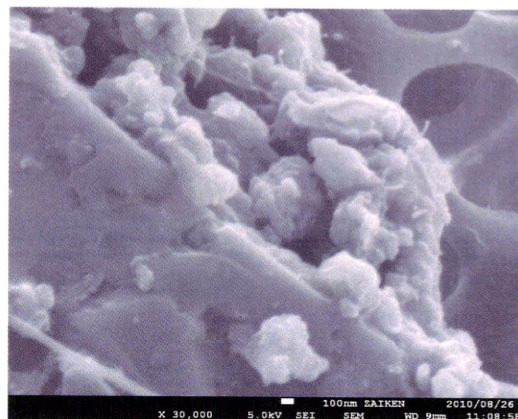


図 3.8 オープンフェイス (測定点①、 $\times 30,000$)

3.6 検証

(1) 市販の粉じん計による濃度測定結果

図 3.1 において、濃度の評価は別にして、濃度の相対比較では、どの測定器の測定結果も複合材料の切断作業から遠い測定点③、④の値に比べて、押出機に一番近い測定点①、②では高い値に、射出成形機脇の測定点⑤、⑥では高い値となった。射出成形機脇(測定点⑤、⑥)よりも押出機脇(測定点①)の方が、カウントが大きいと、複合材料切断作業の方が、粒子が飛散していたと考える。特に P-5H と GT-521 ($0.5\mu\text{m}$) の結果が類似していること、また、LD-5 でもカウントを示していることから、校正粒子径である $0.3\mu\text{m}$ 及び $0.5\mu\text{m}$ 以上の粒子が飛散していたと考えられる。さらに CPC の測定結果も他の測定結果と同じような挙動となっているため、LD-5 などで検出できないと考えられる $0.3\mu\text{m}$ 未満の粒子は非常に低濃度であろうと考えられる。

図 3.2 の GT-521 の各粒度別個数濃度は、図 3.6 の WPS による粒度分布との相関性が認められた。図 3.3 の GT-526 ($0.3\mu\text{m}$) と LD-5 では、測定対象粒径が近いことと環境中に $0.3\mu\text{m}$ 前後の粒子とそれより大きな粒子が存在していたためか、相関性の良い結果が得られた。図 3.4 及び図 3.5 より、CPC と GT-526 ($0.3\mu\text{m}$) 及び LD-5 との相関性が認められたことから $0.3\mu\text{m}$ より大きい粒子が存在していることが示唆された。

この結果より、作業環境中に浮遊する粒子の粒径によっては、ナノマテリアル取扱い現場の測定に市販の測定器により作業環境の概略の状況をする事は可能と考えられる。しかし、個数濃度での評価の場合、発生源別に相対評価は可能であるが、健康影響を考慮した環境管理までは難しいと考えられる。

(2) サンプラーによる濃度測定結果

表 3.2 より、シーオタスに捕集された重量が電子天秤の最小感度と同じ桁数になる結果となった。特に $0.25\mu\text{m}$ 以下のナノ粒子を含む質量濃度は、 $0.0093\text{ (mg/m}^3\text{)}$ で、産業技術総合研究所詳細リスク評価書の CNT の許容曝露濃度 $0.21\text{ (mg/m}^3\text{)}$ に比べて 2桁小さい低い濃度であった。この結果と図 3.1 から、相対濃度計等の測定器によってカウントは認められるものの、ナノ領域の粒子は極端に低いと考えられる。その事は、図 3.7 及び図 3.8 の FE-SEM による観察結果からも言える。図 3.7 より、写真中央左にあるような $1\mu\text{m}$ よりも小さな凝集体から、写真中央の $4\mu\text{m}$ を超える大きさの粒子も捕集された。図 3.8 は、その拡大図である。ところどころに、細い繊維状物質が確認できるが、その形状および大きさから、これが CNT であると思われる。このように CNT は、それが単体で飛散しているのではなく、樹脂と混合した混合粒子として環境中に飛散していると考えられる。また、混合粒子も大小の混合粒子が凝集体を形成して飛散していると考えられる。

また、表 3.3 から吸入性粉じんの質量濃度は、 $0.072\text{ (mg/m}^3\text{)}$ と著しく低い濃度を示した。ナノ粒子に相当する濃度も吸入性粉じん濃度も著しく低く何の問題もない作業環境であるが、ナノ粒子に比べて吸入性粉じんが多く浮遊している環境と考えられる。

3.7 計数粒子の検討

質量濃度として著しく低いにもかかわらず相対濃度計 LD-5 が測定点①で、300 カウント近い値を示した原因を見つけるために計測粒子の検証を行った。

測定対象作業現場において、ミストが発生し、そのミストの影響によって、光学系の測定器のカウントに影響を与えることが考えられる。そこで、発生したミストの粒度分布を把握すること、測定現場で相対濃度計がカウントした相対濃度が、ミストによるものなのか、あるいは粒子そのものなのかを把握する目的で、2種類の方法によりミストを発生させ、WPS を用いて粒度分布測定を行った。2種類のミスト発生方法は、噴霧式ミスト発生法と加熱式ミスト発生法である。

3.7.1 噴霧式ミスト発生法によるミストの粒度分布測定

1) 噴霧式ミスト発生法

超音波式ペットボトル加湿器 Model kx-50UP(以下、ネブライザーと称す。)を使用して、ミストを発生させた。ネブライザーの外観を図 3.9 に示す。

全量 300mL のペットボトルに、約 250mL の超純水を入れ、ネブライザーとの接続プラグキャップを取り付け、ネブライザー本体と接続する。電源を入れることで、水面下数 cm に設置されたセラミック製の振動子が超音波振動を始め、その力により、水の表面に噴水状の水柱が形成され、その先端部から水が霧化し、霧状の水が散布される。

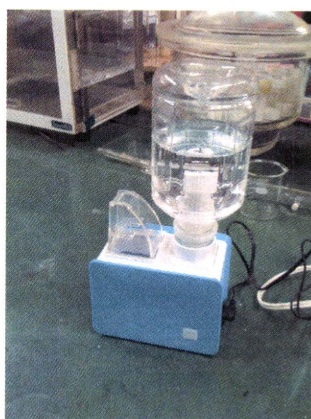


図 3.9 ネブライザーの外観

2) 実験方法

各辺約 1m のビニール製チャンバーを作成した。このチャンバー内にネブライザーのみを置き、さらに WPS に接続したチューブをチャンバーに差し込んで、10 分間測定を行った。ネブライザーを運転させる前に、チャンバー内のバックグラウンド粒子(以下、BG 粒子と称す。)も測定した。

3) 実験結果

WPS による BG 粒子および噴霧式ミストの粒度分布を図 3.10 に、GT-526 の結果を図 3.11 に、CPC の結果を図 3.12 に示す。

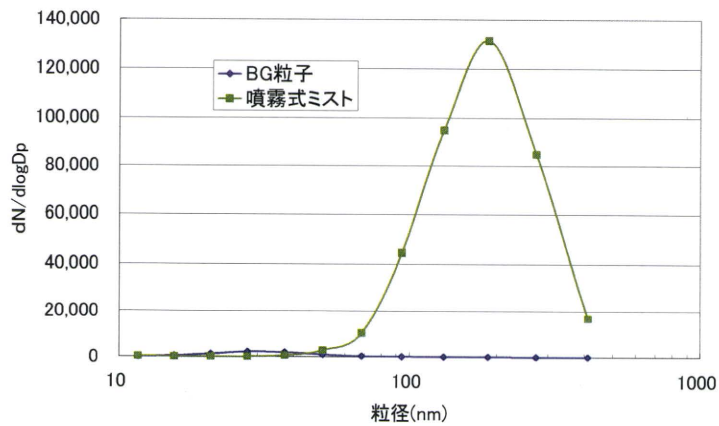


図 3.10 WPS による BG 粒子および噴霧式ミストの粒度分布

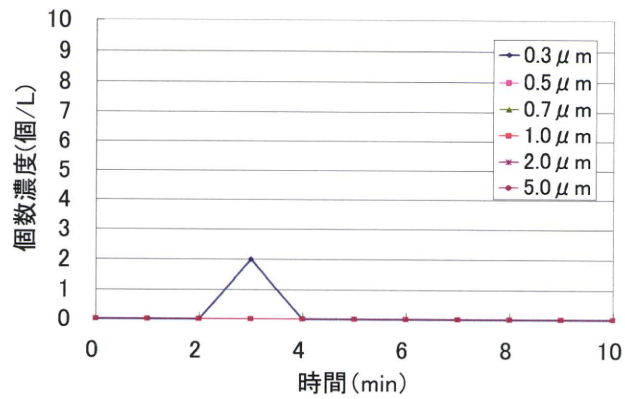


図 3.11 GT-526 の噴霧式ミスト測定結果

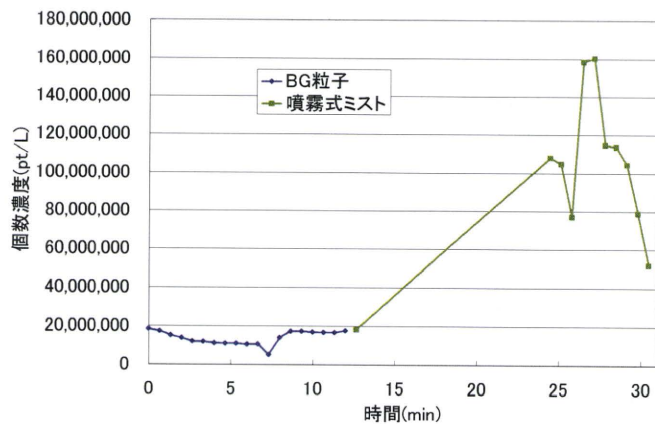


図 3.12 CPC による BG 粒子と噴霧式ミストの各測定結果

図 3.10 において、噴霧式ミスト発生法によってミストを発生させると、BG 粒子と比較して、明らかに 100nm 以上の粒子が著しく増加していた。187.17nm でピークが

見られ、超純水が噴霧式ミスト発生法によって、100nm～400nm の粒径のミストとなることが分かった。図 3.11 より、GT-526 のブランク結果では、どの粒径においても、カウントを示していたが、ミストを発生させると、どの粒径においても粒子を一切カウントしなくなった。これは、ミストによって、チャンバー内の湿度が増加し、GT-526 の検出器の一部で、散乱光を検出するレンズが曇り、計測をしなくなったと考えられる。図 3.12 より、CPC はブランク値に比べて、ミスト発生後にカウント数が増加しているため、また、そのカウント数も CPC の測定上限を超えるほどであるため、CPC はミストの影響を強く受けることが分かった。

3.7.2 加熱式ミスト発生法によるミストの粒度分布測定

1) 加熱式ミスト発生法

現場の状況に近い状況を再現するため、比較的大きな容器に水を張り、十分に加熱した石をその中に投入することで、瞬間的に激しく水蒸気を発生させる方法である。以下、このミストを加熱式ミストと称す。

2) 実験方法

使用する料理用の鍋と石を超音波洗浄機で 5 分洗浄する。その後、電気炉にて十分に乾燥させた後、鍋に約 1L の超純水を張り、チャンバーにいれ、密閉する。石を料理用ガスコンロで 3 分加熱し、 tong でつかんで、鍋に投入し、すぐにチャンバーを密閉し直す。発生したミストを、チューブを通じて WPS で粒度分布を測定した。

3) 実験結果

WPS による加熱式ミストの粒度分布を図 3.14 に示す。

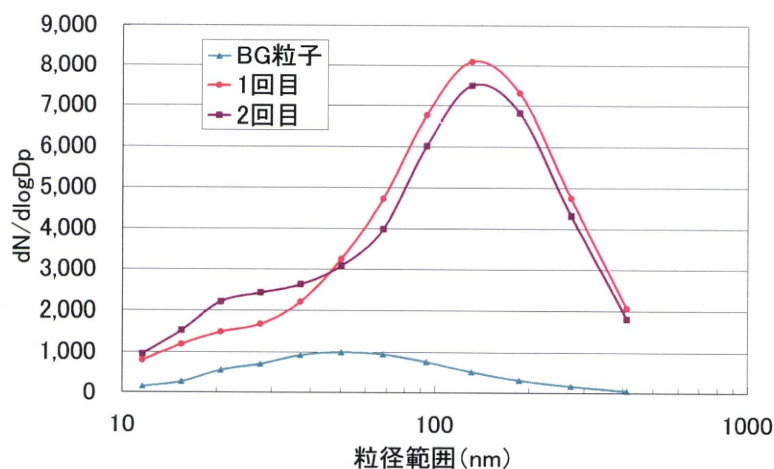


図 3.13 WPS による加熱式ミストの粒度分布

図 3.13 より、加熱式ミストは広い範囲に粒径をもつことが分かった。特に 2 回とも 131.43nm にピークが見られた。さらに、BG 粒子に比べ、10～100nm の範囲でも、個数が増加していることから、水粒子がナノ粒子となって飛散していたと考えられる。