

板間隔に関しては、装置が故障および修理に伴い最も狭い間隔が 0.5cm から 0.3cm になってしまったが、両者の実験結果を比較したところ捕集状況に大きな差異が認められなかったため、今回は 0.5cm と 0.3cm を同条件下とみなし考察する。なお、流量の調整は ESP-01 とサーマルプレシピテーターの間に流量計を挟んで確認した。

・観察方法

SEM による計測は、観察倍率を 30,000 倍として、スライドガラスの端から中心に向かって行った。粒子の計数条件として、視野内に粒子の中心が含まれているかないかで計数対象とするかどうかを判断した。これは JIS Z 8827-1 粒子径解析—画像解析法—を参考に視野内に粒子の中心が含まれているかないかで計数対象とするかどうかを判断した。スライドガラスの寸法を図 2.3.4 に示す。

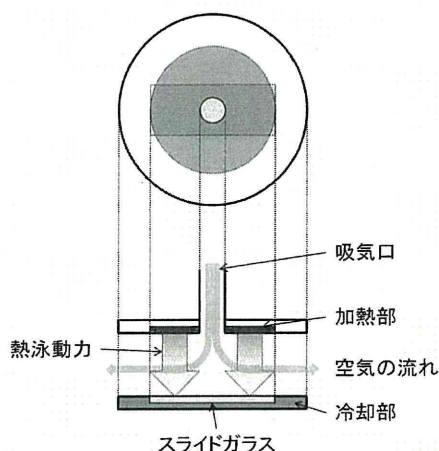


図 2.3.3 サーマルプレシピテーター捕集部分の模式図

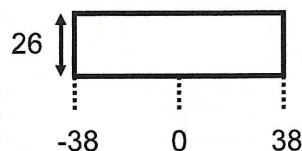


図 2.3.4 スライドガラス寸法(mm)

2.3.2 実験結果

まず FE-SEM による観察画像を図 2.3.5 に示す。図 2.3.5 の通り、スライドガラス上に直径 100 nm 程度の粒子が多く捕集されていることが確認された。次に、実際に今回の計数時に観察された粒子の SEM 像を図 2.3.6 に示す。一般に、SEM の性能として 30,000 倍での観察は困難であるが、調整次第では 100nm の PSL 標準粒子を観察することが可能であり、いくつかの試料について観察結果を得ることが出来たので、以下にそれらについて述べる。

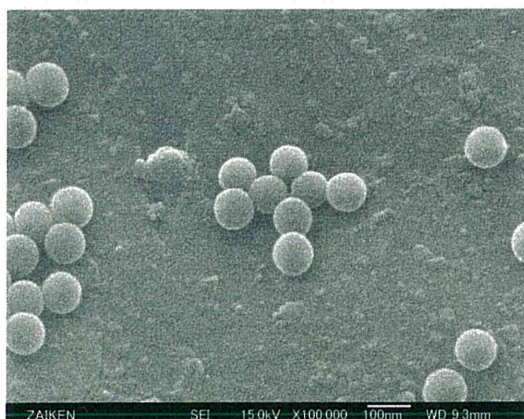


図 2.3.5 FE-SEM 観察画像(×100,000)



図 2.3.6 PSL 粒子(×30,000)

平板間の温度差を検討した実験の条件を表 2.3.1 に、流量の変化を検討した実験の条件を表 2.3.2 に示す。また、実験結果として得られた個数分布のグラフをそれぞれ図 2.3.7、図 2.3.8 に示す。ただし、横軸はスライドガラスの観察幅を示し、0 mm はスライドガラスの中心を、38 mm はスライドガラスの右端を示している。装置の形状から捕集部分では空気は同心円状に広がって吸引されると考えられるため、粒子はスライドガラス全面に同心円状に広がって捕集される。そのすべてを観察することは困難であるので、円の中心から直径方向への捕集状況が全方向で均等であると仮定して、代表して中心から右方向を取って観察を行った。

表 2.3.1 平板間温度差の実験条件

実験	流量 L/min	平板間温度差 ℃	平板間隔 cm
I	0.5	200	0.5
II	0.5	100	0.5

表 2.3.2 流量変化の実験条件

実験	流量 L/min	平板間温度差 ℃	平板間隔 cm
I	0.5	100	0.5
II	0.3	100	0.3
III	0.5	200	0.5
IV	0.3	200	0.3

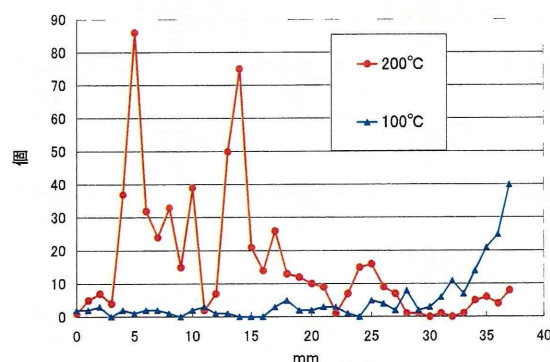
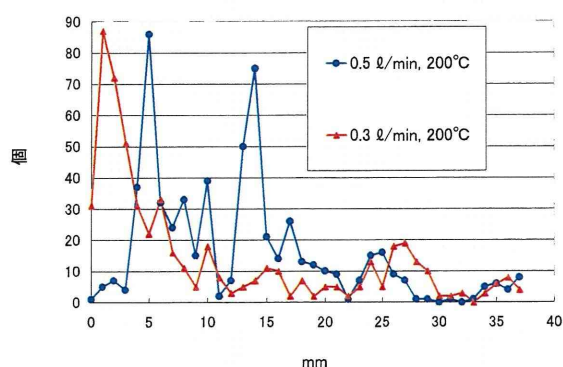
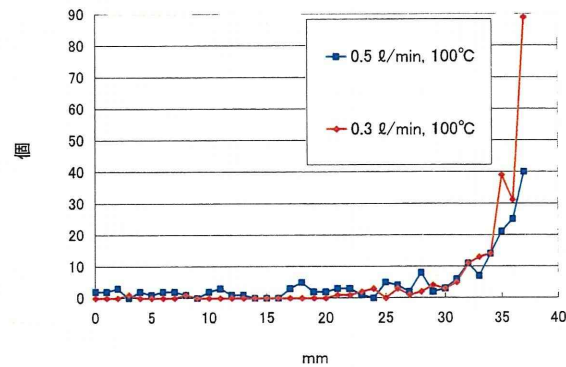


図 2.3.7 平板間温度差実験結果



(a) (200℃)



(b) (100℃)

図 2.3.8 流量変化実験結果

2.3.3 考察

熱泳動の原理から、温度差が大きく、流量が小さく、平板間隔が狭い条件下において、粒子はスライドガラス表面上に速く沈着すると予想される。実際に、実験 I と実験 II を比較してみると、温度差を 100℃ から 200℃ に変化させたことで、粒子がより中心に近い範囲に沈着することが確認された。ま

た、実験Ⅰと実験Ⅱ、実験Ⅲと実験Ⅳを比較してみると、流量を低下させることで、粒子がより中心に近い範囲に沈着することが確認された。このことから、本実験系での最適条件は、実験Ⅳの流量 0.3 L/min、温度差 200℃、平板間隔 0.3cm の条件が最適といえる。

しかしながら、今回の実験から、SEM で確認可能とはいえ調整が難しく観察できない試料が多くあったことや、観察可能であっても時間が掛かり過ぎることなどから、より容易に鮮明な観察が可能な FE-SEM の使用を検討する必要があることが示唆された。

2.4 サーマルプレシピテーターのナノ粒子捕集条件の検証

前項の検討では調整された標準粒子を使用して行ったが、実際に使用されているナノ粒子に対してもこの条件で捕集が可能か、捕集特性に変化がないか検討した。

2.4.1 実験方法

ナノ粒子捕集実験の実験系は、送気、発生、捕集、観察の4つの段階により構成されている。送気、発生はNANO AEROSOL GENERATORを用いて行った。送気部分では室内大気の空気をフィルターに通して清浄空気として発生部に導入し、破裂分散にて実験対称のナノ粒子を含んだミストを発生させる。発生部では、発生させたミストは水分を加熱除湿し、目的のナノ粒子を発生させる。その後、ナノ粒子を含んだ空気を送り出し、サーマルプレシピテーターで捕集する。サーマルプレシピテーターのバックアップとして、オープンフェイスサンプラーにニュークリポアフィルターを挟み、サーマルプレシピテーターで捕集し切れなかったナノ粒子を回収した。使用した試料を表2.4.1に、実験状況を図2.4.1に示す。このようにして捕集されたナノ粒子を、FE-SEMを用いて観察した。また発生粒子の粒度分布をWPSを用いて測定した。なおMWCNTについては、繊維状の形状であるためにWPSの装置内部を短絡させ、故障の原因となるため、粒度分布は測定しなかった。

・捕集条件

サーマルプレシピテーターの平板間隔は0.3cm、平板間の温度差は200℃、流量は0.3L/minとした。使用した捕集板は図2.4.2に示すような、表面にアルマイト処理を施したアルミ板で、寸法は17mm×17mmである。アルミニウム板をグリッドの上に装着し、グリッドをサーマルプレシピテーターに装着することにより固定した。

・観察方法

捕集したアルミ板をFE-SEMにより観察した。加速電圧は5～15kVとした。また、ニュークリポアフィルターも同時に観察し、サーマルプレシピテーターからの捕集漏れの確認を行った。

表 2.4.1 実験試料

試料名	一次粒子径	メーカー
二酸化チタン	50nm	日本エアロジル
炭化ケイ素	50nm	現場より
ヒュームドシリカ	30nm	現場より
銀	<100nm	シグマアルドリッチ
MWCNT	110-170nm	シグマアルドリッチ



図 2.4.1 実験状況

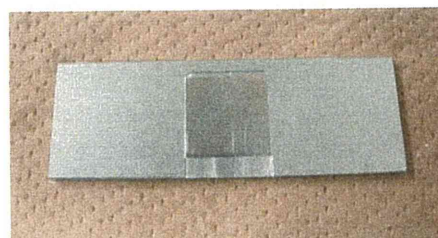


図 2.4.2 捕集板

2.4.2 実験結果

各種ナノ粒子の粒度分布及びFE-SEM像を図2.4.3～図2.4.16に示す。通常のSEMでは明瞭な観察画像を得ることは困難であるが、FE-SEMを用いることにより各種ナノ粒子の観察が可能となった。この観察の結果、使用したすべての粒子で捕集が確認された。またサーマルプレシピテーターによる捕集の漏れとして、バックアップに使用したニュークリポアフィルター上に存在する粒子については、二酸化チタン、MWCNTについて確認されたが、ごく少量の漏れであった。

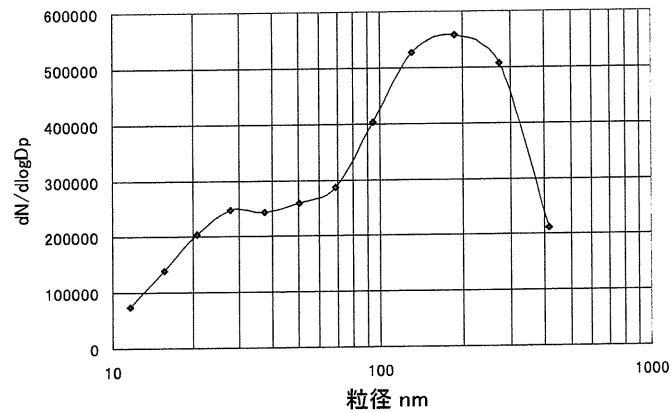
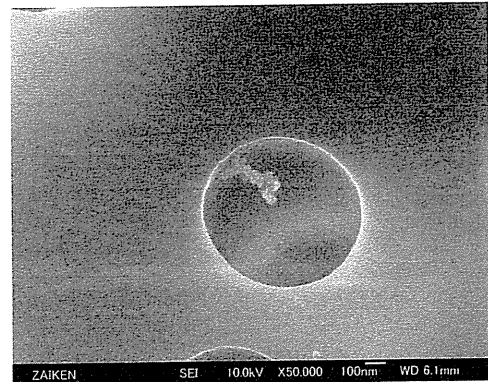


図 2.4.3 二酸化チタン発生粒子の粒度分布



アルミ板上(×100,000)



ニュークリポアフィルター(×50,000)

図 2.4.4 捕集された二酸化チタン粒子

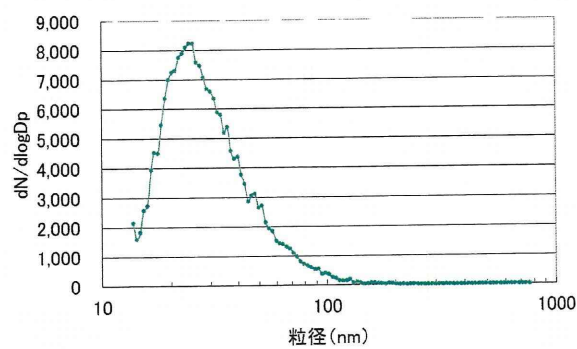
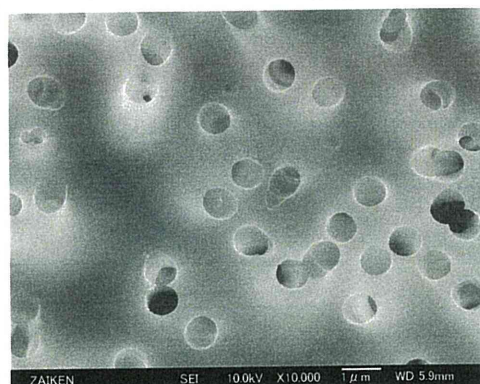


図 2. 4. 5 炭化ケイ素発生粒子の粒度分布



アルミ板上 (×100,000)



ニュークリポフィルター (×10,000)

図 2. 4. 6 捕集された炭化ケイ素

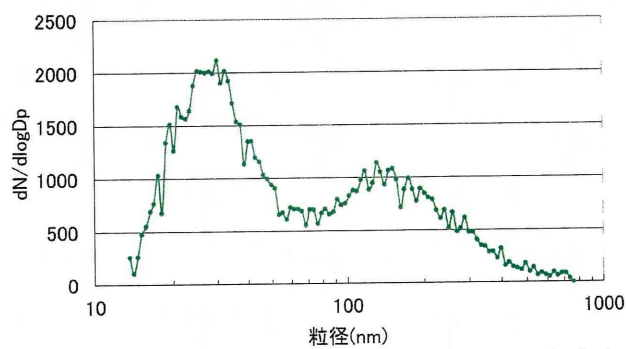
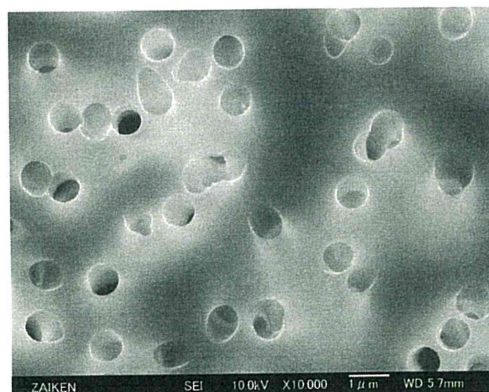


図 2. 4. 7 ヒュームドシリカ発生粒子の粒度分布



アルミ板上 (×100,000)



ニュークリポフィルター (×10,000)

図 2. 4. 8 捕集されたヒュームドシリカ粒子

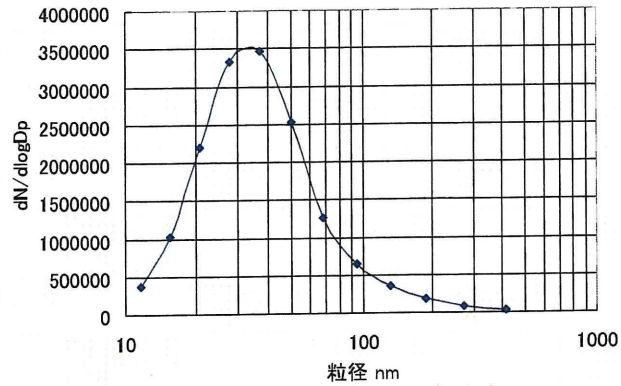
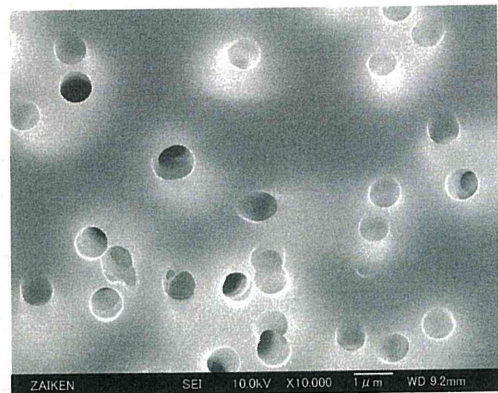


図 2.4.9 銀粒子の粒度分布



アルミ板上 (×100,000)

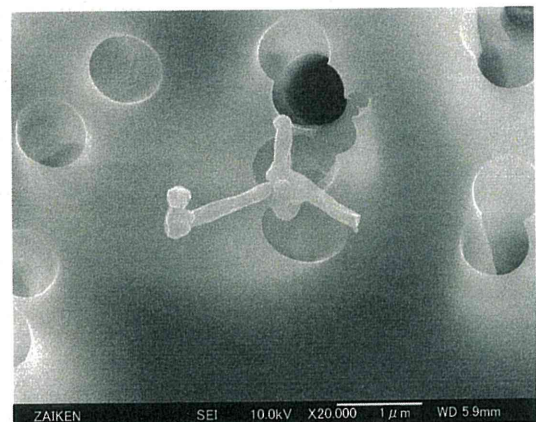


ニュークリポアフィルター(×10,000)

図 2.4.10 捕集された銀粒子



アルミ板上(×10,000)



ニュークリポアフィルター(×20,000)

図 2.4.11 捕集された MWCNT

2.4.3 考察

いくつかの粒子に対しては捕集漏れが確認されたがきわめて少量の漏れであり、使用したすべての粒子で捕集が確認されたことから、前章の結果から導いた最適捕集条件は標準粒子だけでなく、実際に使用されているナノ粒子に対しても適用できる条件であると考えられた。

2.5 捕集条件と捕集効率の関係

前項のサーマルプレシピテーターの粒子捕集実験により、その捕集特性をよく理解できる結果が得られた。そこでさらに数値計算により、流量や平板間温度差、平板間隔、粒径を変えた時の捕集効率の変化を確認した。粒子の沈着は鉛直方向の速度と水平方向の速度の合成で規定される。鉛直方向の速度は熱泳動力で決まり、水平方向の速度はポンプの流量で決まるとする。

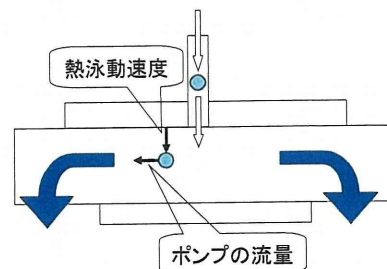


図 2.5.1 粒子の沈着の様子

2.5.1 数値計算

・鉛直方向速度¹⁾

以下で使用したパラメーターをまとめて表 2.5.1 に示す。なお定数の値は 1atm、25℃の時のものを使用した。

表 2.5.1 使用した文字と値

記号	名前	単位	値
η	粘性係数	pa · s	0.0000182
C_c	すべり補正係数		式(5.2)
ρ_g	気体密度(空気)	g/cm ³	0.0012929
H	係数		式(5.3)
ΔT	温度勾配	K/cm	設定による
T	絶対温度	K	300
κ_a	空気の熱伝導率	W/(mK)	0.02614
κ_p	粒子の熱伝導率	W/(mK)	0.12
d	粒径	nm	設定による

熱泳動速度 V_{th} の基本式は、粒子の粒径が気体分子の平均自由行程以上の場合、以下の式(2.5.1)で規定される。なお平均自由行程は、分子が他の粒子に妨害されることなく進むことが出来る平均距離で、大気圧では約 68nm である。

$$V_{th} = \frac{-3\eta C_c H \Delta T}{2\rho_g T} \quad (2.5.1)$$

ここで、すべり補正係数 C_c は、粒子が他の分子の間を通るときに、その表面でのすべりの影響を受けて速くなるのを補正する係数で、

$$C_c = 1 + \frac{2\lambda}{d_p} \left[\alpha + \beta \exp\left(-\gamma \frac{d_p}{2\lambda}\right) \right] \quad (2.5.2)$$

と定義される。 α 、 β 、 γ は定数であり、 $\alpha=1170$ 、 $\beta=0.525$ 、 $\gamma=0.780$ を使用した。

また、 H は定数で

$$H = \left(\frac{1}{1 + \frac{6\lambda}{d}} \right) \left(\frac{\frac{\kappa_a}{\kappa_p} + 4.4 \frac{\lambda}{d}}{1 + \frac{2\kappa_a}{\kappa_p} + 8.8 \frac{\lambda}{d}} \right) \quad (2.5.3)$$

である。なお平均自由行程以下の粒径では、

$$V_{th} = \frac{-0.55\eta\Delta T}{\rho_g T} \quad (2.5.4)$$

となる。

・水平方向速度

水平方向の速度は、流量と断面積で規定される。水平方向の速度を V とすると、

$$V = \frac{Q}{A} \quad (2.5.5)$$

となる。ここで、 Q は流量(mL/min)、 A は速度に対して垂直な断面積(cm²)である。断面積は時間の経過と共に増加するので、次第に速度は遅くなる。

2.5.2 シミュレーション結果

図 5.19 に示すように水平方向 x 軸は右向きを正に、鉛直方向 y 軸は上向きを正とし、タイムステップは 0.001s として、それぞれ鉛直方向速度と水平方向速度を計算した。粒子の移動距離のシミュレーションを行った結果を、流量または平板間温度差、平板間隔、粒径だけを変化させて、それぞれ図 2.5.3 から図 2.5.6 に示す。なお基本条件を表 2.5.2 に、計算範囲を表 2.5.3 に示す。

今回実験を行った条件の中では、図 2.5.3 に見られる様に流量が沈着へ与える影響が大きいことがわかった。サーマルプレシピテーターによる捕集実験では、より低流量で実験を行うことで、より多くの粒子を中心付近に捕集出来ると考えられる。また、図 2.5.4 より平板間の温度差も捕集位置に大きく影響することが示された。温度差の場合、低温側でより影響が大きかったことから、温度差を小さく設定する際には注意が必要である。サーマルプレシピテーターによる捕集において、捕集粒子に対する変質等の影響を考慮すると温度差は小さい方が望ましいため、この点は重要である。

図 2.5.5 より、平板間隔も同様に重要であることが示された。今回は 0.3cm が限界であったが、他の報告²⁾では 0.01cm の例もあるため、平板間隔をさらに狭める工夫を行うことは非常に有効であろう。最後に粒径についてであるが、70nm から 200nm の間でほぼ差が見られなかった。すなわち熱泳動力に関しては、粒径は大きく寄与しないと考えられる。ただし、粒径が大きくなると重力沈降等、その他の影響が大きくなるため、その点には留意する必要がある。また平均自由行程以下では式(5.4)に従うとされている。今回は捕集実験と同条件で感度実験を行ったため、平均自由行程以下の粒子についてはシミュレーションを行わなかったが、実際のナノ粒子の捕集を行う際には、より小さな粒子の挙動をシミュレーションすることで有用な情報が得られるであろう。

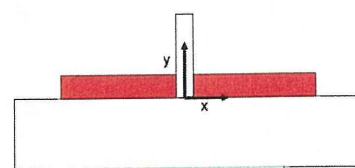


図 2.5.2 サーマルプレシピテーター内の軸の取り方

表 2.5.2 基本条件

流量	100 mL/min
平板間温度差	150 °C
平板間隔	0.25 cm
粒径	100 nm

表 2.5.3 計算範囲

流量	100~1000 mL/min
平板間温度差	100~250 °C
平板間隔	0.05~0.25 cm
粒径	70~200 nm

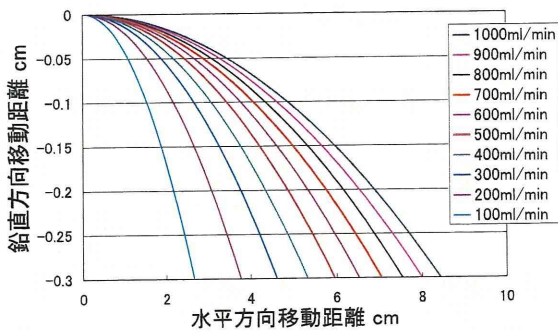


図 2.5.3 流量のシミュレーション結果

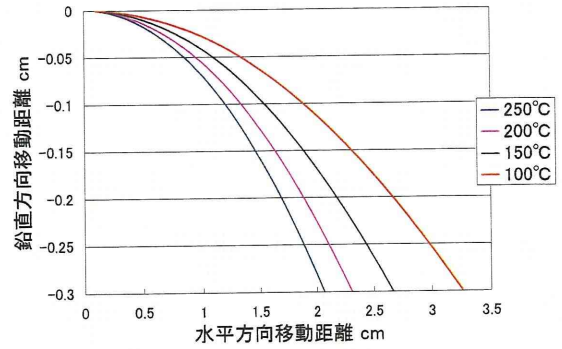


図 2.5.4 平板間温度差のシミュレーション結果

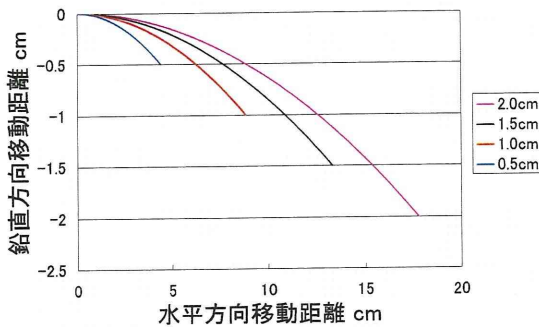


図 2.5.5 平板間隔のシミュレーション結果

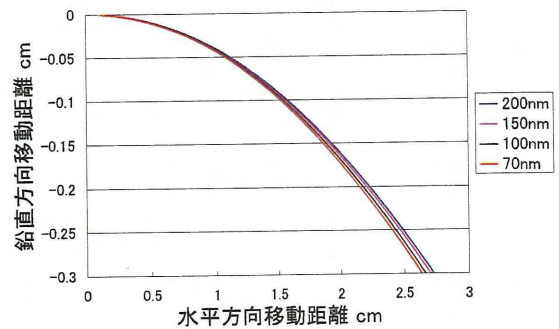


図 2.5.6 粒径のシミュレーション結果

2.5.3 ハーゲン・ポアズイユ流れ

ハーゲン・ポアズイユ流れの概略図を図 5.24 に示す。

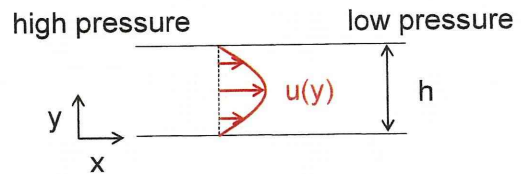


図 2.5.7 ハーゲン・ポアズイユ流れの概略図

静止している 2 枚の平行平板で挟まれた流体が一定の圧力勾配 ($\partial p / \partial x \neq 0$) で流れる場合を考えると、速度場が十分に発達した状態での流速は

$$\text{[Diagram of parabolic velocity profile]} \quad (5.6)$$

のように放物線分布となる。

このとき、最大流速 U_{max} 、流量 Q 、平均流速 U_{mean} はそれぞれ以下のように表される。

$$U_{max} = -\frac{1}{8} \rho \nu \times \frac{dP}{dx} \times h^2 \quad (5.7)$$

$$\text{[Diagram of parabolic velocity profile]} \quad (5.8)$$

$$U_{mean} = \frac{2}{3} U_{max} \quad (5.9)$$

流れの向きと垂直な面の断面積を S とすると平均流速 U_{mean} と最大流速 U_{max} は以下のように表わされる。

$$U_{mean} = \frac{Q}{S} \quad (5.10)$$

$$(5.11)$$

すなわち、 Q と S が既知であれば、 U_{max} が計算可能であり、 U_{max} を頂点とする放物線の方程式は

$$U(y) = \frac{4}{h^2} U_{max} \left(\left(y - \frac{h}{2} \right)^2 - \frac{h^2}{4} \right) \quad (5.12)$$

となる。

2.5.4 ポアズイユ流れを導入したシミュレーション

今回は粒子流入位置を鉛直方向に等間隔に仮定した。このときの軸の取り方は、図 2.5.2 の通りである。表 2.5.4 にシミュレーション条件を示し、図 2.5.8 に結果を示す。

表 2.5.4 シミュレーション条件

流量	0.5L/min
温度差	200°C
平板間隔	0.5mm
粒径	100nm

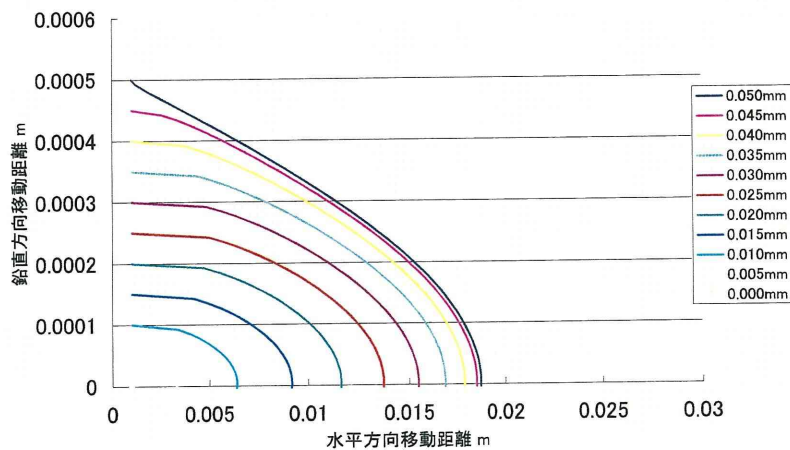


図 2.5.8 シミュレーション結果

また、流入してくる個数分布がポアズイユ流れの影響を受けて、図 2.5.9 のようになっていると仮定し、図 2.5.8 のグラフと x 軸の交点を X の値とし図 2.5.3 の個数を Y の値とすると、図 2.5.10 のようになった。縦軸はその地点に落下する確率であり、横軸は落下位置である。

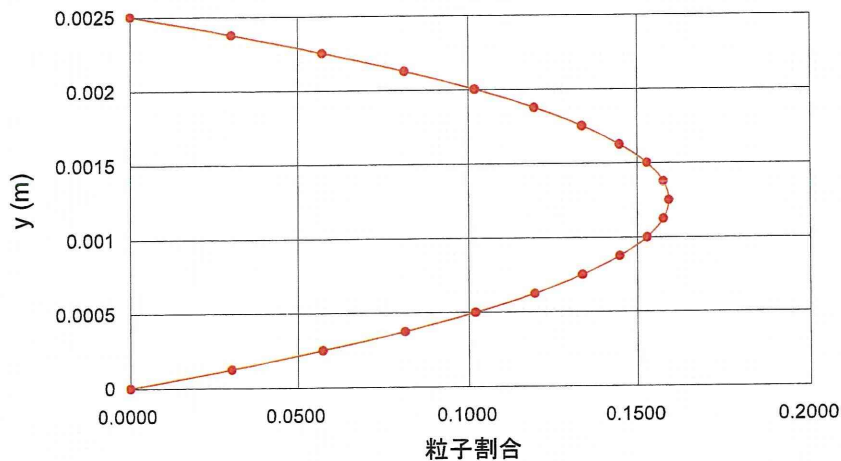


図 5.26 個数分布の仮定

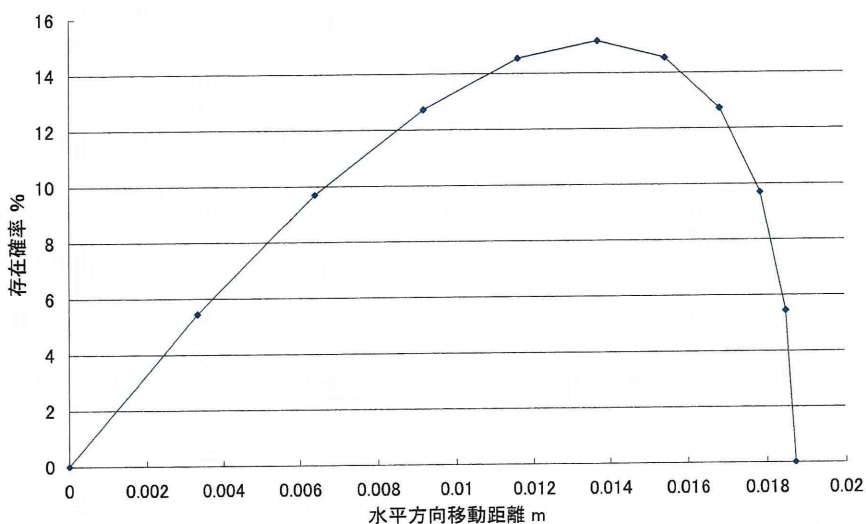


図 5.27 ポアズイユ流れを導入したシミュレーション結果

新たにポアズイユ流れを仮定し、捕集実験Ⅲと同条件でシミュレーションを行ったが、同じような分布は得ることが出来なかった。その原因としては、平行平板間ではある程度の助走区間を経て図 5.24 のような分布に達すると言われているため、捕集実験ではまだ助走区間の間に捕集されていた可能性が考えられる。また、空気の流れが層流よりは乱流に近い可能性や、温度勾配が均一でなかった可能性が考えられる。今回は均一な温度勾配を仮定しているが、熱伝達の理論から今回のような流れのある条件下ではそうとは限らない。平板と温度差がある場合、速度分布と同様に温度分布が存在し、このことはシミュレーション結果に影響を与える。より精度の高いシミュレーションには温度分布を考慮することが考えられる。

感度実験としては流量のファクターが最も影響があると分かったが、実験では検証出来ない要因もシミュレーションにより、一応の情報は提供してくれるので、それらの知見をサーマルプレシピテーターの実験にも適応することにより、より精度の良いサーマルプレシピテーターの開発に役立てる予定である。

2.6 サーマルプレシピテーター捕集特性検証実験

2.6.1 実験方法

サーマルプレシピテーターの利点として、ナノ粒子が凝集することにより、粗大粒子となったものと、単分散体のようなナノオーダーの粒子が同時に捕集できるという利点がある。粗大粒子は、慣性力により中央にインパクトされ、ナノオーダーの粒子は内部の気流の流れに沿って沈着する。すなわち中心にはインパクトされた凝集体が、端にはナノ粒子が捕集されることが予想される。このときの予想図を図 2.6.1 に示す。このことは現場で飛散している粒子の動態を解析することに大変有効である。そのため、粒子を発生させ、サーマルプレシピテーターで捕集することにより検証実験を行った。

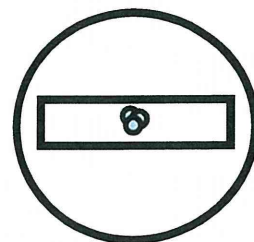


図 2.6.1 サーマルプレシピテーター内粒子捕集状況の予想概念図

一般大気中粒子と、NANO AEROSOL GENERATOR を用いて粒子を発生させ、グリッドを取り外し、アルミニウム板を中心から端に向かって並べ、FE-SEM で観察することにより、比較した。このとき、粒子はサーマルプレシピテーター内で同心円状に拡散していくため、片側半面のみアルミニウム板を設置することとした。使用した試料を表 2.6.1 に示し、実験状況を図 2.6.2 に示す。

表 2.6.1 実験試料

試料名	粒子径	メーカー
二酸化チタン	50nm	日本エアロジル
銀	<100nm	シグマアルドリッチ

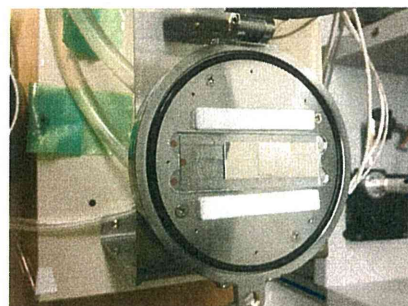


図 2.6.2 実験状況

2.6.2 実験結果

実験前の予想通り、中心付近にはナノ粒子の凝集体が、端側にはナノオーダーの粒子の捕集が確認された。実験結果を図 2.6.3～図 2.6.8 に示す。



図 2.6.3 一般大気中粒子(中央)(×80,000)

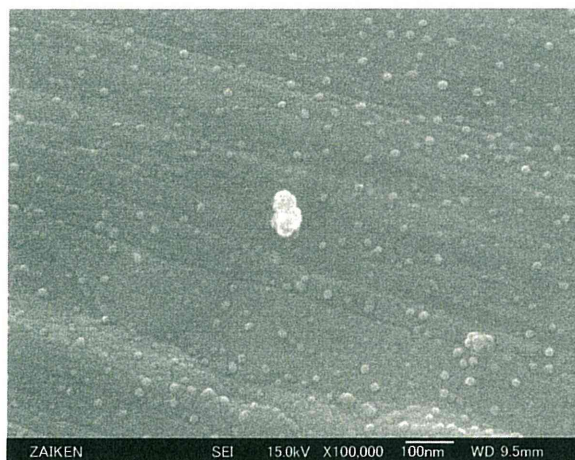


図 2.6.4 一般大気中粒子(端側)(×100,000)

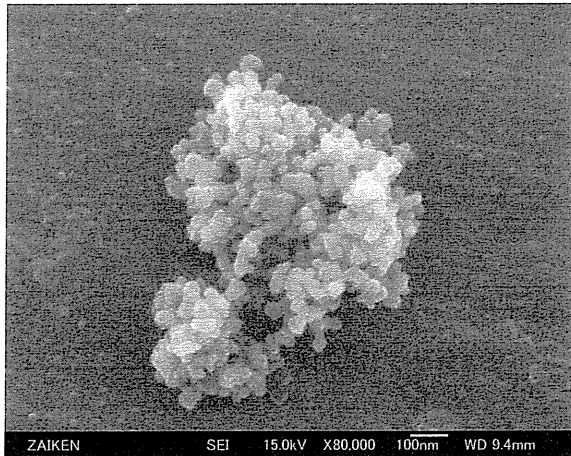


図 2.6.5 二酸化チタン(中心) (×80,000)



図 2.6.6 二酸化チタン(端側) (×80,000)

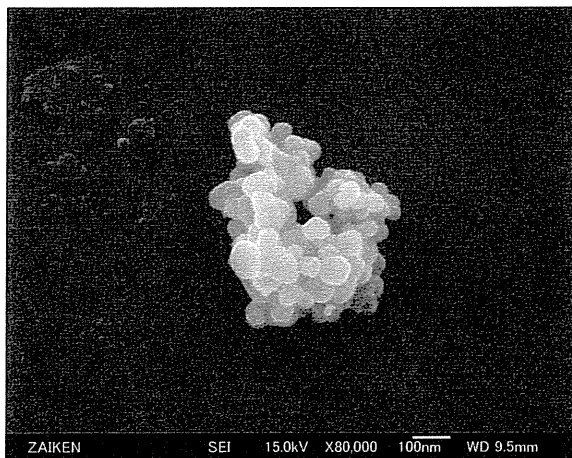


図 2.6.7 銀(中心) (×80,000)



図 2.6.8 銀(端側) (×100,000)

2.6.3 考察

20 視野以上観察したところ、予想していた通り、中心にはナノ粒子の凝集体が、端側にはナノオーダーの粒子が確認された。このことから、ナノ粒子の凝集体と単分散体が混在している作業現場においても、同時に捕集でき、観察が可能であると推測される。しかし、FE-SEM での観察ではナノ粒子の存在は確認できるものの、そのナノ粒子が既知でなかった場合、EDX では分析できないという欠点がある。SEM-EDX では表 5.7 のように、分析可能な粒子サイズがあり、ナノオーダーの分析には SEM-EDX が適応可能範囲外であることが分かる³⁾。作業環境において飛散している粒子の確認・同定のためには、TEM-EDX による分析は必須といえる。そこで次章において、分析のための手法を検討した。

表 2.6.1 分析の空間分解能の比較³⁾

装置	分析手法	分析分解能
FE-SEM	EDX	1-3 μ m
FE-AES	AES	30nm
FE-TEM	EDX、EELS	1nm

2.7 透過型電子顕微鏡によるナノ粒子の観察及び分析

2.7.1 概要

ナノ粒子の組成分析は様々な方法が取られるが、非破壊で分析可能なものとして、透過型電子顕微鏡(Transmission Electron Microscope: TEM)とエネルギー分散型蛍光 X 線分析装置(Energy Dispersive X-ray Spectroscopy: EDX)を組み合わせた、TEM-EDXがある。そのため、TEMによるナノ粒子の観察及び分析に関して検討した。はじめに TEM の性能を確かめ、後に実際にサーマルプレシピテーターを用いて捕集した試料について観察を行った。

・使用 TEM

使用した TEM は早稲田大学物性計測センター所有の日本電子製 JEM-1011 である。図 2.7.1 に外観を示す。また、FE-STEM として早稲田大学各務記念材料技術研究所所有の日本電子製 JEM-2100F を用いた。図 2.7.2 に外観を示す。

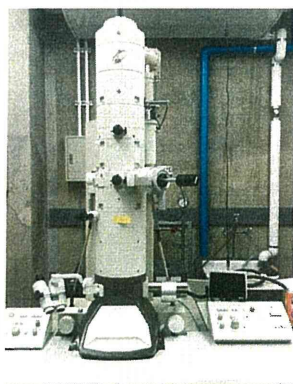


図 2.7.1 JEM-1011



図 2.7.2 JEM-2100F

JEM-1011 は通常の TEM のため、画像はデジタルデータとしては得られず、フィルムとして保存される。また、JEM-2100F はデジタルデータで画像を保存でき、EDX も付属しているため、元素分析も可能である。

・捕集板(グリッド)

JEM-1011、および JEM-2100F による観察においてはどちらも、TEM 用グリッド上に試料を載せる必要がある。グリッドにはメッシュ部と支持膜部があり、通常は銅メッシュ、炭素支持膜が用いられるが、EDX を用いる場合には、分析に適したグリッドの選定が必要となる。例えば炭素成分が入っている物質を EDX 分析する時に炭素支持膜を使用すると、支持膜由来の炭素成分が検出されてしまうので、ゲルマニウム支持膜を用いる。メッシュ部も、Cu、Mo、Pt 等様々な種類が存在し、分析に合わせ、適宜適切なグリッドを使用する。本実験で使用したグリッドは、図 2.7.3 に示す応研商事株式会社製マイクログリッド A タイプ STEM150Cu 仕様銅メッシュ炭素支持膜である。また、Mo メッシュ C 支持膜のグリッドを図 2.7.4 として示す。

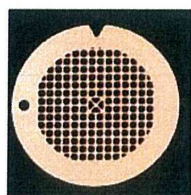


図 2.7.3 Cu メッシュ C 支持膜

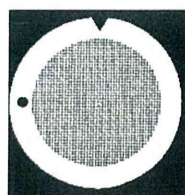


図 2.7.4 Mo メッシュ C 支持膜

2.7.2 TEM によるナノ粒子の観察

ナノ粒子を水中に懸濁させ、30分間超音波攪拌した後、グリッドを溶液中に浸した後引き上げ、デシケーター内で保存することにより、試料作成を行った。使用した粒子を表 2.7.1 に示す。観察には JEM-1011、JEM-2100F を用いて行った。

表 2.7.1 実験試料

試料名	粒子径	メーカー
二酸化チタン	50nm	日本エアロジル
銀	<100nm	シグマアルドリッチ
SWCNT	10nm	シグマアルドリッチ
MWCNT	110-170nm	シグマアルドリッチ
フラーレン	0.8nm	シグマアルドリッチ

観察結果、また比較用として、FE-SEM による観察画像を図 2.7.5～図 2.7.21 に示す。なお JEM-1011 については、画像をデータとして得ることができずフィルム像をスキヤナで保存したため、一部の画像が不鮮明となった。SEM では立体的な画像が得られるのに対し、TEM では透過電子を検出するので、立体的な画像は得ることはできなかったが、フラーレンの画像に代表されるように、図 2.7.19 ではフラーレンの粒子が小さすぎるため、FE-SEM では観察限界となってしまう、観察することができなかったが、図 2.7.20 のように、FE-STEM を用いることにより、フラーレンを特定することが可能となった。

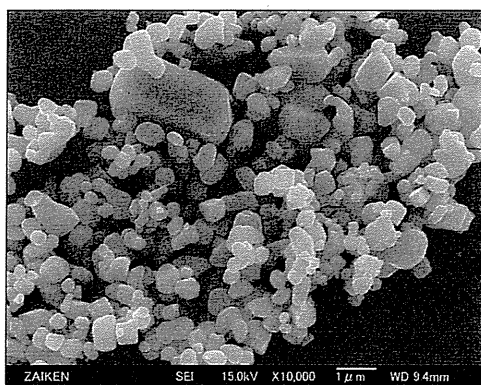


図 2.7.5 二酸化チタン(FE-SEM×10,000)



図 2.7.6 二酸化チタン(TEM×100,000)

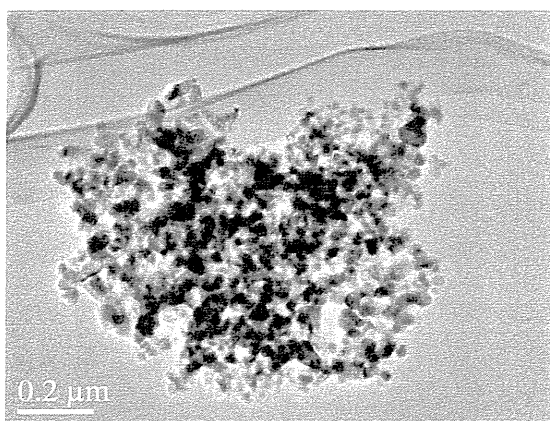


図 2.7.7 二酸化チタン(FE-STEM×100,000)

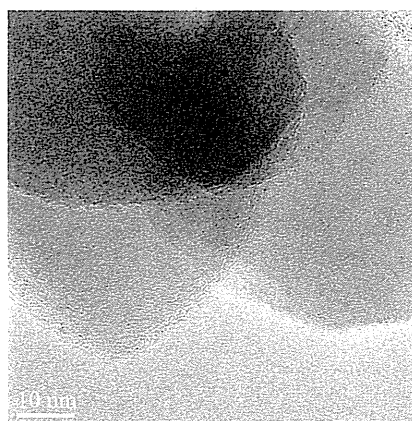


図 2.7.8 二酸化チタン(FE-STEM×200,000)



図 2.7.9 銀(FE-SEM×50,000)

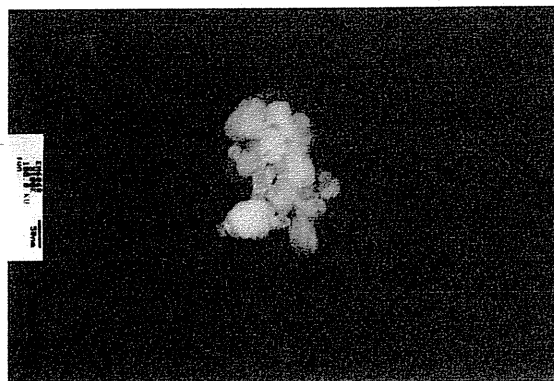


図 2.7.10 銀(TEM×100,000)

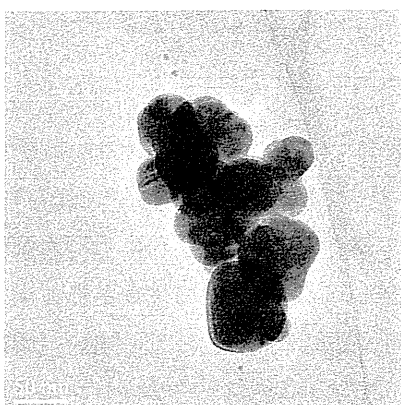


図 2.7.11 銀(FE-STEM×150,000)

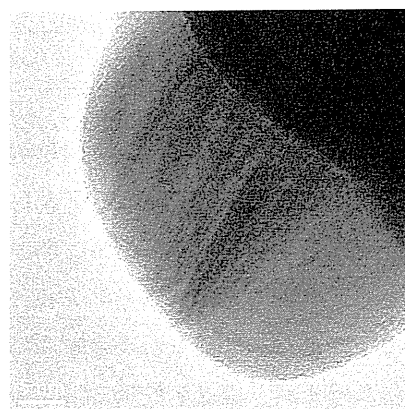


図 2.7.12 銀(FE-STEM×300,000)

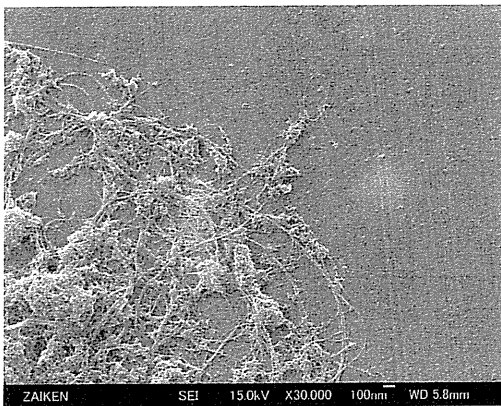


図 2.7.13 SWCNT(FE-SEM×30,000)

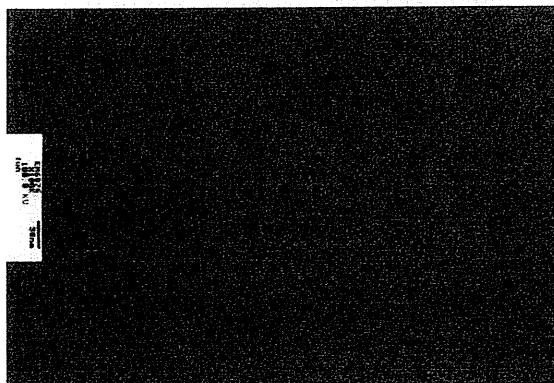


図 2.7.14 SWCNT(TEM×100,000)

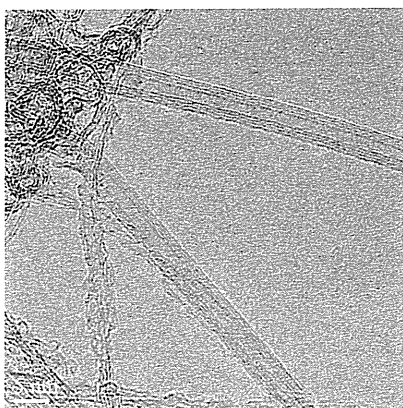


図 2.7.15 SWCNT(FE-STEM×300,000)

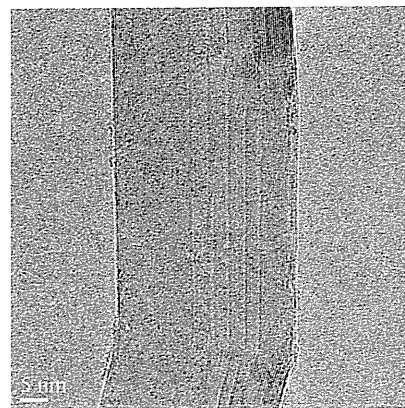


図 2.7.16 SWCNT(FE-TEM×300,000)

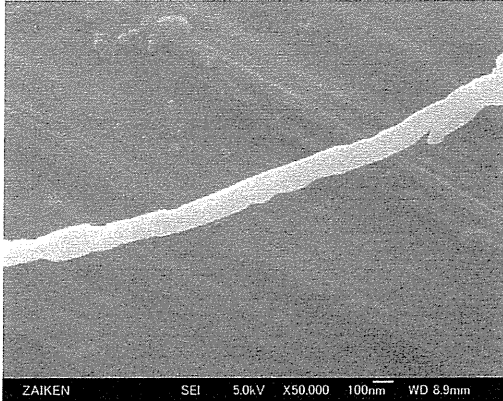


図 2.7.17 MWCNT(FE-SEM×50,000)

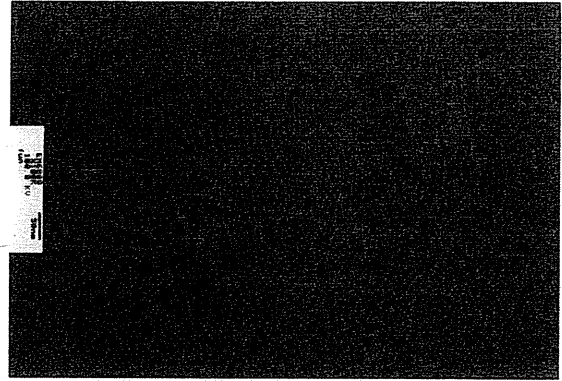


図 2.7.18 MWCNT(TEM×100,000)



図 2.7.19 フラーレン(FE-SEM×50,000)

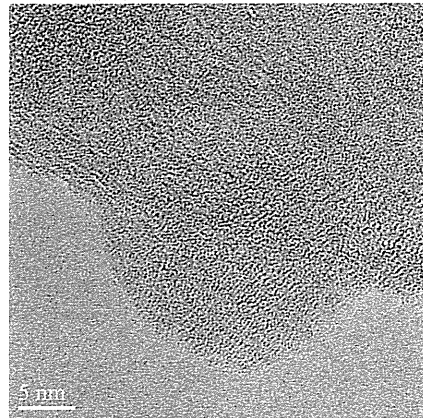


図 2.7.20 フラーレン(FE-STEM×300,000)



図 2.7.21 フラーレン(TEM×100,000)

2.7.3 FE-STEM-EDS を用いた粒子組成分析実験

前項のナノ粒子観察実験の結果から、TEMでの粒子観察が可能であることが示された。ナノオーダーの分析にはTEM-EDXが必要不可欠であることから、先ほどと同条件で、二酸化チタン、銀の二種類の粒子について、EDX分析を行った。

二酸化チタンの分析結果を図 2.7.22 に、銀の分析結果を図 2.7.23 に示す。

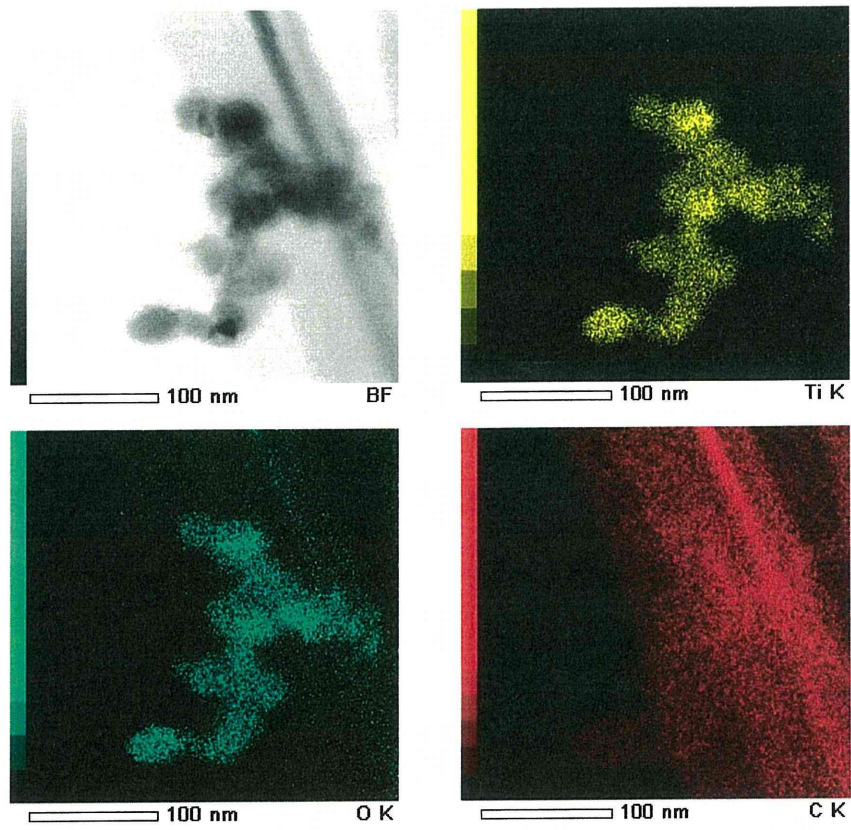


図 2.7.22 二酸化チタン分析結果

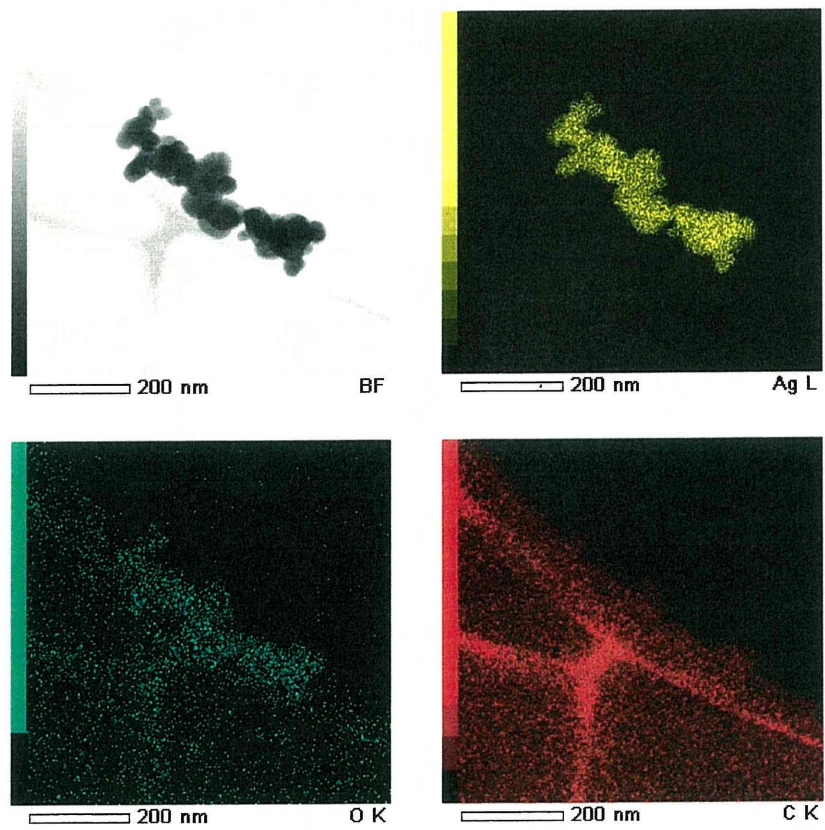


図 2.7.23 銀分析結果

図の中で、白黒の画像が観察された像を示しており、図 2.7.22 では黄色が Ti を、図 2.7.23 では黄色が Ag を示し、緑色が O を、赤色が C を示している。このことから、TEM のグリッドに粒子を載せる、または捕集することによって、組成分析が可能になることが確認された。

2.7.4 サーマルプレシピテーターを用いた TEM 試料作製

サーマルプレシピテーターは、非常に弱い力(熱泳動力)によって粒子を非破壊で沈着させるという利点がある。この性質を利用し、TEM 用の試料を作製することに着目した。TEM 用グリッドを図 2.7.24 のように設置し、一般大気中粒子および NANO AEROSOL GENERATOR を用いて発生させた二酸化チタン粒子を、サーマルプレシピテーターにて捕集した。観察は日本電子製 JEM-1011 を用いて行った。

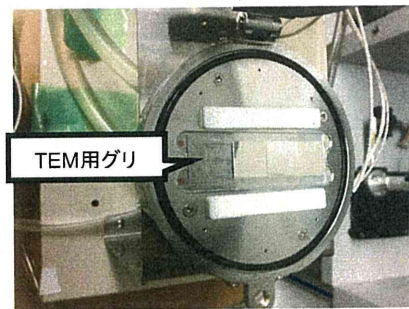


図 2.7.24 実験概要

一般大気中粒子を捕集し、観察したものを図 2.7.25 に、二酸化チタンを観察したものを図 2.7.26 に示す。

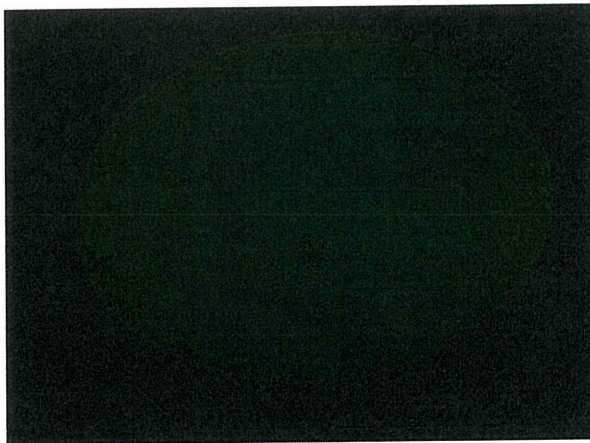


図 2.7.25 一般大気中粒子

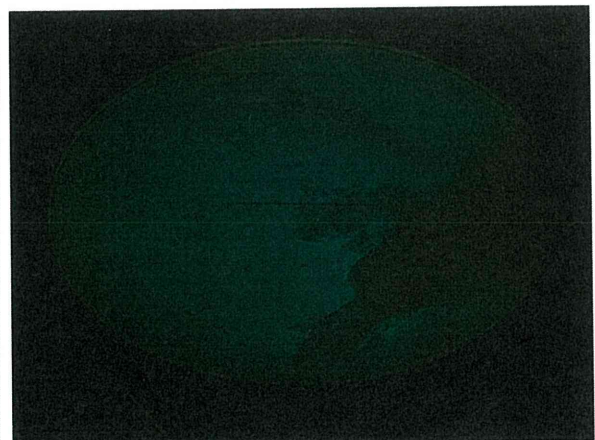


図 2.7.26 二酸化チタン

JEM-1011 はフィルムとして保存されるため、スキャナで取り込んだ時に、一部不鮮明になってしまったため、蛍光板の画像を示した。この観察実験の結果、一般大気中粒子、二酸化チタンともに、粒子を捕集することができた。

TEM で粒子の確認ができたことから、サーマルプレシピテーターにより、SEM 用の試料だけでなく、TEM 用の試料としても捕集できることが分かった。本実験では FE-STEM-EDX による元素分析は行っていないが、EDX を用いることにより、粒子の組成分析が可能となることが期待される。この