

り、その溶融処理においても未だ実証試験の段階にある。今後、それらの無害化処理方法が確立した際に問題となるのが、無害化処理施設における作業者の石綿曝露や、施設からの石綿の漏洩、ならびに除じん装置として設置されたバグフィルターや無害化溶融炉の煙道などから石綿が排出されることによる近隣環境への飛散である。現在、曝露防止対策およびそれに関連した測定法は確立しているが、バグフィルターや無害化溶融炉の煙道を通して排出される石綿濃度測定法は定められていない。また、環境省においては、溶融処理以上に溶融施設からの石綿の飛散、特にバグフィルターを通して石綿が漏洩することについて懸念している⁴⁾。

そこで本研究では、石綿無害化処理施設に設置されるバグフィルターや無害化溶融炉の煙道などにおいて石綿濃度を測定する方法の検討を行った。本来であれば実際に石綿を用いて測定を行うべきであるが、現在、石綿障害予防規則により石綿の使用が禁止されており、石綿を用いた測定を行うことはできない状況にある。そこで、石綿の代わりにセラミックファイバー（以下 CF）を測定対象の繊維状物質として、バグフィルターを通して排出される繊維状物質の測定方法について、ばい煙濃度測定法として定められている JIS Z 8808⁴⁾を応用した測定の可能性について、現場測定を行い、検討を行った。また、バグフィルターの捕集特性に関して、バグフィルターによる繊維状物質の捕集に関する報告例はほとんど見受けられない。そこで、バグフィルターによる CF の捕集特性に関する検証も行ったのであわせて報告する。

3.9.2 排出セラミックファイバー繊維数濃度測定方法

バグフィルターの排出口から排出される CF 濃度測定法として、今回は JIS Z 8808「集じん装置の排ガス中のダスト濃度の測定方法」を応用し、捕集部分を繊維状粒子捕集用に改良したものを CF の測定に用いた。測定時に使用したダスト捕集部の外観を図 3.36 に示す。捕集部の構成として、メンブランフィルター（ミリポア製；ポアサイズ 0.8 μm 、直径 35 mm）を金属製クリップに固定し、それをダスト捕集部の底部に固定している。また円筒ろ紙を吸引ノズルと円筒ろ紙ホルダーの間に挟み、パッキンの役割として使用している。

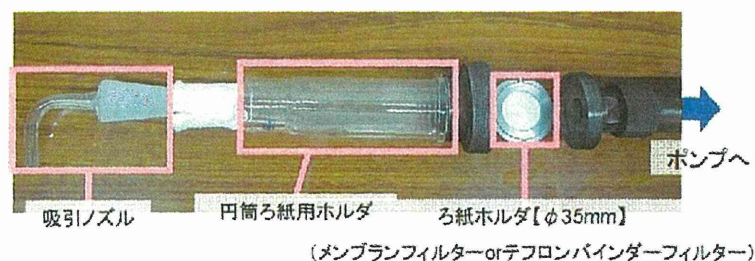


図 3.36 ダスト捕集部の外観

次に、測定の概略図を図 3.37 に示す。JIS Z 8808 ではダクト径に応じたダクト内測定点の決め方が詳細に決められているが、本測定においては、実際の工場における測定であり自由にダクトに測定孔を設定することができないことと、ダクト断面積が約 0.25 m^2 と小さ

いことなどから、各ダクトにおける中心点を測定点とした。また、今回の測定では燃焼工程がないので、SO₂吸収瓶は使用しなかった。また、ばいじん濃度のように乾き質量濃度を求めるものでないので、水分補正及び温度補正は行わなかった。測定時は、ダスト捕集部を測定孔から中に差しこみ、捕集部の先端（吸引ノズルの吸引口）をダクトの中心付近に、ノズルの向きをダクト内の気流の向きに合わせ、捕集装置とダクト孔の隙間を埋めるようにふたをした後、ポンプでダクト内の空気を吸引する。吸引ノズル及び吸引流量は、求められるダクト内流速から、等速吸引になるように設定した。使用したポンプは Gilian 社製の AirCon2 である。

また、測定対象が CF 繊維であるため、捕集したサンプルは位相差顕微鏡法（PCM 法）により計数を行った。なお、本測定において捕集される繊維状物質としては、ほとんどが CF と考えられるため、計数した繊維は全て CF として扱うこととする。使用した顕微鏡は、株式会社ニコン製の DS カメラコントロールユニット付位相差顕微鏡 ECLIPSE 80i である。

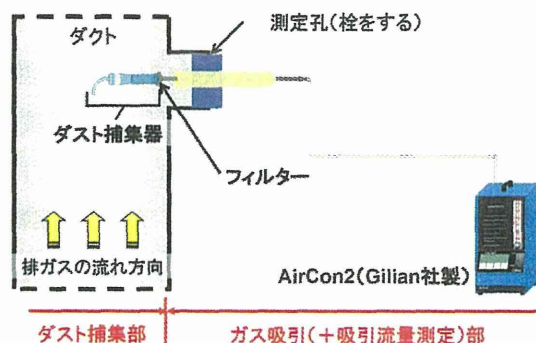


図 3.37 ダクト内濃度測定概略図

3.9.3 繊維長および繊維径分布測定方法

顕微鏡に接続された DS カメラコントロールユニットに、顕微鏡画像上の 2 点間距離の測定を行う機能があるため、この機能を用いて、フィルター上に捕集した CF 繊維についての繊維長（長さ）および繊維径（太さ）の測定を行い、繊維長分布および繊維径分布を調べた。測定対象としたのは、5 μm 以上かつアスペクト比 3 以上のものとした。今回は、繊維の幅について、3 μm 以上のものも測定対象とした。各バグフィルターにつき数サンプルずつ選択し、各サンプルについて 500 本以上の測定を行った。なお、500 本としたのは、一般に測長しにくい粒子について、1000 本程度計測すると相対誤差が $\pm 3\%$ 以内となり、測長しやすい粒子では、100 個程度計測すると $\pm 1\%$ 以下になることから⁵⁾、繊維形状が比較的直線的である CF については、500 本程度の計測で偏差がほとんどないデータを得ることができると考えたためである。また、サンプル No.IV については、捕集量が十分でなく、信頼性のあるデータにならなかったため省略した。

3.9.4 測定条件

今後、必要となる石綿含有廃棄物処理施設に設置されるバグフィルターおよび熔融炉に

おける煙道測定を想定して、今回は CF を取り扱う 2 つの工場に設置されている 4 機のバグフィルターの排出口から排出される CF 繊維数濃度測定を行った。それぞれのバグフィルターの仕様を表 3.19 に示す。なお、全てのバグフィルターについて、吸引流量は 10 L/min に設定し、吸引ノズルの吸引口面の直径 $\phi=4$ mm のものを使用した。ただし、ダクト内流速が速いダクトに関しては、圧力損失等の関係から吸引流量を優先したため、等速吸引ではないダクトも存在する。

表 3.19 測定したバグフィルターの仕様

集じん No.	ろ過風速 [m/min]	ろ布材質	洗浄方式	取扱製品、作業内容等
I	2.42	テトロンフェルト	シェーキング	バルク等、ライン
II	1.23	テトロンフェルト	パルスジェット	CF ボード、研削作業
III	1.73	ポリエステル	パルスジェット	バルク等
IV	1.92	シェーキング	テトロンフェルト	バルク等

3.9.5 結果と考察

(1) バグフィルターを通過して排出されるセラミックファイバー濃度測定

測定時間および測定結果について表 3.20 に示す。平均排出濃度については No. I では 27.50 f/L、No. II では 171.50 f/L、No. III では 68.63 f/L、No. IV では 17.82 f/L となった。現在、日本において CF の許容濃度等は示されていないが、米国衛生専門家会議 (ACGIH) が示しているリフラクトリーセラミックファイバー (RCF) の許容濃度⁶⁾ (0.2 f/cm³) 等を考慮しても高い濃度とはいえ、排出口から拡散・希釈していくことを含めて考えると、設置されている装置に関して、現状で対策を必要とする濃度ではないと考えられる。

表 3.20 測定時間および測定結果

集じん No.	回数	測定時間	CF 繊維数濃度 [f/L]	平均値 [f/L] (変動係数 [%])
I	1	30	24.54	27.50 (16.94)
	2	30	34.72	
	3	30	23.61	
	4	20	25.00	
	5	30	29.63	
II	1	30	147.57	171.50 (25.20)
	2	30	135.58	
	3	22	232.64	
	4	20	170.22	
III	1	30	79.63	68.63 (20.07)
	2	20	48.61	
	3	15	71.30	
	4	15	75.00	
IV	1	60	15.28	17.82 (20.20)
	2	30	20.37	

バグフィルターを通過して排出される CF 繊維数濃度が大きく異なることに関して、その要因としては①バグフィルターに用いられているろ布の種類と性質、②バグフィルターのろ過速度、③発生源となる CF の量と性質などが挙げられる。

まず、①に関しては、ろ布の種類は把握しているが、製造会社や製品などの詳細は分かっていない。そのことを踏まえたうえで、表 3.19 をみると、集じん No.Ⅲだけがポリエステル製のろ布を使用しており、その他はテトロン製のものを使用している。しかしながら、濃度および後述の繊維長・繊維径分布に関して、集じん No.Ⅲとその他のバグフィルターを比較したところ、大きな違いは見られないため、捕集性能に大きな差はないと思われる。

次に②に関して、ろ過速度と CF 濃度の関係を図 3.38 に示す。図 3.38 から、全体的にろ過速度が上昇すると排出濃度が減少していることが分かる。バグフィルターについて、一般的にろ過速度が上昇すると捕集効率が悪くなるといわれており、今回の測定ではそれに反した結果となった。これは、バグフィルターの仕様や運転条件、発生源の CF などの条件が一定でないために起きたものと考えられる。

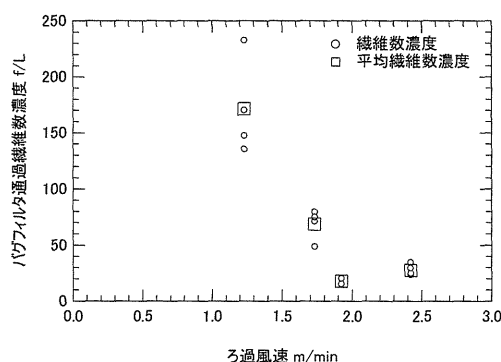


図 3.38 ろ過速度と CF 排出濃度の関係

そして③に関して、装置の設計上、発生源となる部分においては CF が飛散しないようになっており、発生源での CF 濃度測定は困難であった。そのため、発生源となる CF に関する詳細なデータは得られていない。取り扱っている製品および作業内容から考えると、排出濃度が一番高い集じん No.Ⅱでは CF ボードの研削加工を行っているのに対し、その他はバルク製品などを取り扱っていることから、バルク製品等を扱っているところに比べ、研削加工作業ではより細かい粒子が発生していることが推測され、それが排出濃度が高くなった原因のひとつであると考えられる。ただし、排出源での測定が行えないため、詳細は、今後、別の方法によって解明していく必要がある。

3.9.6 バグフィルターを通過し排出されるセラミックファイバーの繊維長及び繊維径分布

バグフィルターによる繊維状物質の捕集特性に関するデータはほとんど見受けられない。そこで、今回捕集したサンプルを用いて、排出された CF の繊維長および繊維径分布をとり、バグフィルターによる CF の捕集特性について検討を行った。各バグフィルターを通過して

排出された CF 繊維の繊維長分布についてまとめて図 3.39 に、繊維径分布についてまとめて図 3.40 に示す。

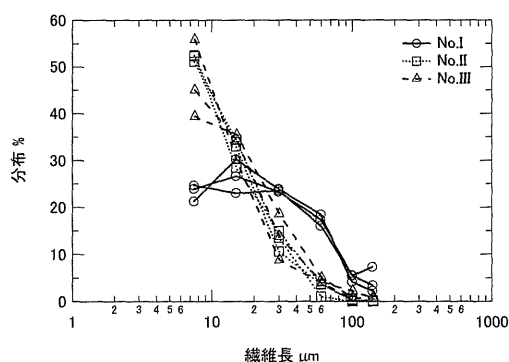


図 3.39 バグフィルターを通過して排出される CF の繊維長分布

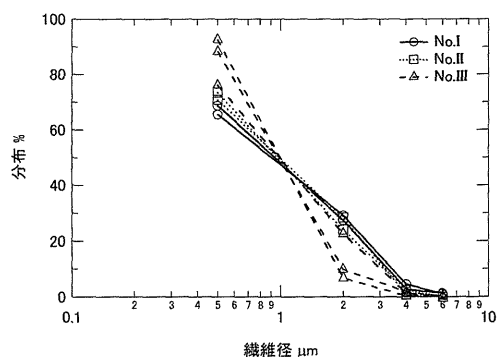


図 3.40 バグフィルターを通過して排出される CF の繊維径分布

排出された CF の繊維長および繊維径分布については、全体として、繊維長が短いほど、また繊維径が細いほど分布が多いという結果になった。ただし、集じん No. I の繊維長分布では、その他のとは違い、5~10 μm、10~20 μm、20~40 μm と繊維長が増加しても分布はあまり減少していない。この理由について詳しく調べるためには、今後、各繊維長ならびに繊維径における部分捕集効率を調べる必要がある。

また、排出された CF の中には、非常に少ないものの、繊維長が 100 μm を超えるような繊維も排出していることが分かった。このように非常に長い繊維が排出してくる原因は、現在のところ詳しく分からないため、今後さらに詳しく調べていく必要がある。

3.9.7 まとめ

本研究では、JIS Z 8808 を応用し、CF 取扱作業場に設置されたバグフィルターを通過して排出される CF 繊維数濃度測定を初めて実施した。その結果、次のようなことが分かった。

- ・ 燃焼工程などが無い集じん装置の場合、JIS Z 8808 を応用した簡易的な方法で測定することが可能と考える。ただし、この場合、出来るだけ等速吸引を行うが、水分補正等の補正は必要ないと考える。
- ・ 装置の仕様、取り扱う製品の種類や作業内容により、排出濃度および排出される繊維の特徴（繊維長および繊維径分布）に影響する。

バグフィルターを通過して排出される繊維のうち、繊維長が 100 μm 程度という長い繊維も存在するという新しい知見を得たことから、今まで知られていた粒子状物質に関する知見と繊維状物質とは、バグフィルターの捕集特性が異なることが考えられる。今後これについては、さらなる検討の必要があると考えられる。また、無害化処理工程においてバグフィルターを設置する場合には、どの処理工程に設置し、そこではどのような粒子が発生するのか考慮したうえで、装置の設計を行い、近隣に飛散しないよう排出濃度について注意していく必要がある。

4. 防じんマスクのナノマテリアルに対する捕集特性及び性能

ナノマテリアルを連続発生させる装置を用いて、そこで発生させたナノ粒子を用いて防じんマスクに使用されているメカニカルフィルターによるナノ粒子の捕集効率と捕集特性の把握を行った。

4.1 試験に用いた防じんマスク

本実験では、Sample1、Sample2、Sample3の3種類の取替え式防じんマスクに使用されているフィルターと、比較用としてサージカルマスク及びNIOSH（米国労働安全衛生研究所）が認定するN95基準に適合した医療用マスクを使用した。本実験で検討を行った各フィルターの仕様を表4.1に、各フィルターの外観を図4.1に示す。また、各フィルターの表面形状のFE-SEM観察画像を図4.2～図4.6に示す。

表 4.1 試験フィルターの仕様

フィルター	フィルター種類	メーカー	用途
Sample1	メカニカルフィルター	興研	作業環境
Sample2	メカニカルフィルター 捕集効率 82%	重松製作所	オイルミスト 土石に適応
Sample3	静電フィルター 捕集効率 95%	興研	溶接作業
サージカルマスク	メカニカルフィルター	アゼアス	ハウスダスト、花粉
N95 マスク	メカニカルフィルター 捕集効率 95%(0.3 μ m)	Tecnol	医療現場で使用 微生物、血液に適応

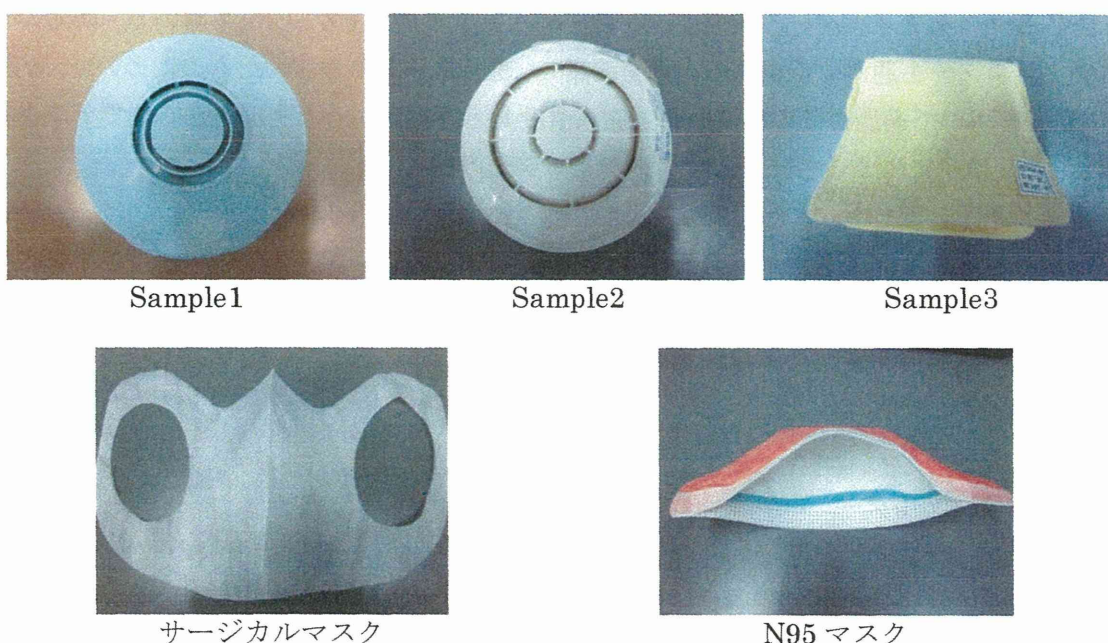


図 4.1 防じんマスクフィルター外観

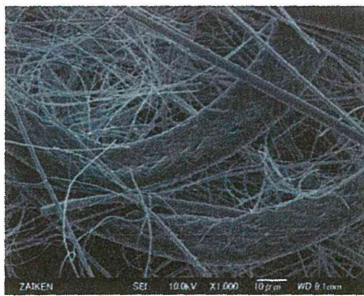


図 4.2 Sample1 表面形態
(×1,000)

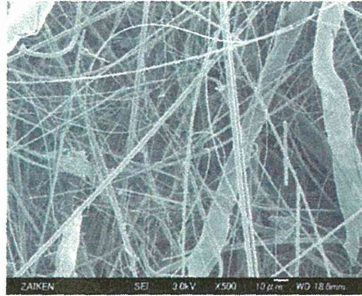


図 4.3 Sample2 表面形態
(×500)



図 4.4 Sample3 表面形態
(×500)



図 4.5 サージカルマスク表面形態(×500)

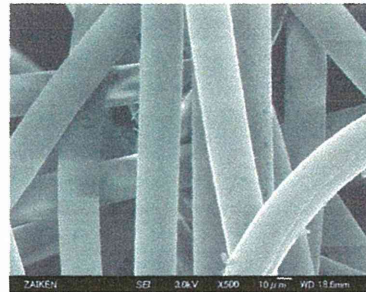


図 4.6 N95 マスク表面形態 (×500)

4.2 実験概要

実験室において、粒径や粒子形状の異なるナノ粒子に対する、防じんマスクフィルターの捕集性能の評価を行った。

4.2.1 実験フロー

防じんマスクフィルターの捕集性能評価を行う上で、まず FE-SEM を用いて、防じんマスクフィルターを通過する粒子の有無を確認し、通過粒子が確認されたものについて、WPS と CPC を用いて通過粒子の粒度分布と個数濃度測定を行い、その測定値から捕集効率を算出し、ナノ粒子に対する各防じんマスクフィルターの捕集性能の評価を行った。また、試料を変えて同様に実験した際の各防じんマスクフィルターの捕集性能を比較することにより試料の粒径や粒子形状が防じんマスクフィルターの捕集性能に与える影響を検討した。実験フローを図 4.7 に示す。

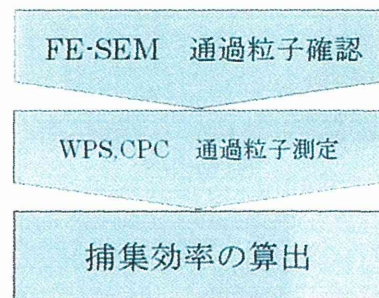


図 4.7 実験フロー

4.2.2 試験フィルター

本実験において検討を行った防じんマスクフィルターは、重松製作所製の取替え式防じんマスクフィルター12種類と、比較用として、電動ファン付き呼吸用保護具用取替え式フィルター1種類の、計13種類のフィルターである。各フィルターの詳細を表 4.2～表 4.5 に示す。前章の Sample2 として検討を行ったフィルターは、本章で使用した品番 L のフィルターと同じものである。

表 4.2 各フィルターの仕様(その 1)

品番	V3	T4	S4N
国家検定区分	PL100		RL3
フィルター種類	メカニカルフィルター		
性能	DOP		
試験粒子	DOP		
捕集効率	99.97%以上	99.99%以上	99.9%以上
対象粉じんの種類と作業例	石綿作業(呼吸用保護具区分 1)、ナノ粒子、インジウム・スズ酸化物取扱作業、土壌汚染第 2 種特定有害物質(一部除く)、各種粉体取扱作業(製薬・化学薬品工場等)	ナノ粒子、放射性粉じん、ダイオキシン類(レベル 1)、石綿作業(呼吸用保護具区分 3)、重金属含有粉じん	ダイオキシン類(レベル 1)、放射性粉じん、重金属含有粉じん

表 4.3 各フィルターの仕様(その 2)

品番	L4N	N3	P2W
国家検定区分	RL3		RL2
フィルター種類	メカニカルフィルター		
性能	DOP		
試験粒子	DOP		
捕集効率	99.9%以上	99.9%以上	96.0%以上
対象粉じんの種類と作業例	放射性粉じん、ダイオキシン類(レベル 1)、重金属含有粉じん、石綿作業(呼吸用保護具区分 3)	オゾン、不快臭、金属ヒューム、タールミスト、オイルミスト、水ミスト	

表 4.4 各フィルターの仕様(その 3)

品番	C2	L2W	U2W	R2	U2
国家検定区分	RL2				
フィルター種類	メカニカルフィルター				
性能	DOP				
試験粒子	DOP				
捕集効率	96.0%以上				
対象粉じんの種類と作業例	石綿作業呼吸用保護具区分 4、重金属含有粉じん、金属ヒューム(溶接・溶断溶解作業)、タールミスト、オイルミスト、水ミスト(湿式研磨作業等)				

表 4.5 各フィルターの仕様(その 4)

品番	R1	L
国家検定区分	RL1	
フィルター種類	メカニカルフィルター	
性能	DOP	
試験粒子	DOP	
捕集効率	82.0%以上	
対象粉じんの種類と作業例	掘削粉砕作業	オイルミスト、タールミスト、水ミスト、掘削粉砕作業

4.3 防じんマスクフィルター通過粒子確認試験

4.3.1 試験試料等について

1) 試験試料

- (a) ポリスチレンラテックス (PSL) 粒子 : JSR 株式会社製、STADDEX SC-0100-D、平均粒径 100nm

- (b) 二酸化チタン：日本エアロジル株式会社製、TiO₂-4、平均粒径 50nm
 - (c) 多層カーボンナノチューブ(MWCNT)：シグマアルドリッチ製、659258-2G 粒子径 110-170nm、長さ 5-9 μ m。
 - (d) 銀ナノ粒子：シグマアルドリッチ製、576832-5G、粒径<100nm
 - (e) 分散剤 (MWCNT 用)：TritonX-100、関東化学株式会社製、21568-1A,
- 2) 分散剤 (その他粒子)：りん酸水素二ナトリウム・12 水、関東化学株式会社製、37240-00
- 3) 試料調製法

超音波分散法で発じんさせる場合、試料懸濁液調製は以下の手順に従った。表 4.6 に調製条件を示す。

- ① 50ml 三角フラスコに超純水を充填する。分散剤を添加する場合は、この時点で分散剤を添加し、超音波振とう器で 5 分間攪拌する。
- ② 試料を加え、ふたをする。
- ③ 超音波振とう器で 30 分間攪拌する。

なお、多層カーボンナノチューブについては、30 分間アトマイザーを稼働する間に試料が沈殿してしまう事から、各捕集実験毎に 30 分間超音波振とう器にかけた試料に交換した。

表 4.6 試料懸濁液調製条件

調製試料	試料量	溶媒
ポリスチレンラテックス粒子	1ml	超純水 50ml
二酸化チタン	薬さじ小 1/4	
多層カーボンナノチューブ	薬さじ小 1/5 (TritonX-100 : マイクロシリンジ 1 滴)	
銀ナノ粒子	薬さじ小 1/5	

4.3.2 実験方法

実験装置の概略図を図 4.8 に示す。防じんマスクフィルターを通過する粒子を調べるため、ディスポーザブルサンプラーに直径 25mm の円形に切り取った各防じんマスクフィルターを装着し、さらにその後ろにバックアップとしてニュークリポアフィルター (SKC 社製) をセットした。このディスポーザブルサンプラーを実験チャンバーに接続し、ポンプで吸引する事により、ニュークリポアフィルターに通過粒子を捕集した。試験粒子の発生は、NANO AEROSOL GENERATOR (柴田科学株式会社製) を用いて、超音波分散法により各試料を実験チャンバー内に発生させた。このディスポーザブルサンプラー内のニュークリポアフィルターを、一定倍率に設定した FE-SEM (日立ハイテクノロジーズ製 S-4500S) を用いて 20 視野観察し、20 視野中の通過粒子数の計数を行った。

なお、防じんマスクフィルター通過粒子捕集実験を行う前に、WPS (MSI Inc.製 MODEL 1000XP) を用いて発生粒子の粒度分布の測定を行った。また、ニュークリポアフィルターのみを装着したディスポーザブルサンプラーを用いて発生粒子を捕集し、FE-SEM を用いてこのフィルターを観察した。

フィルターを通過する吸引流量について、防じんマスクの国家検定の試験流量 85L/min で吸引した際に、防じんマスクフィルターを通過する気流の速度は、有効ろ過面積の違いのためマスクによって異なるが、概ね 0.1m/s と言われている²⁾。そこで、この値を用いて吸引流量を式(4.1)より算出した。

$$\frac{X[1/\text{min}] \times 10^3}{60[\text{s}] \times \pi r^2[\text{cm}^2]} = 10[\text{cm}/\text{s}] \quad \dots (4.1)$$

ここで、X：吸引流量、r：1.25[cm]（防じんマスクフィルター半径）

WPS による発生粒子の粒度分布測定の実験条件を表 4.7 に、通過粒子捕集実験の実験条件を表 4.8 に、FE-SEM での観察条件を表 4.9 に示す。なお、表 4.9 の FE-SEM での観察倍率は、ポリスチレンラテックス粒子、二酸化チタン、銀ナノ粒子については 30,000 倍に倍率設定を統一して観察を行ったが、多層カーボンナノチューブについては、繊維長が長いため 5,000 倍と設定した。

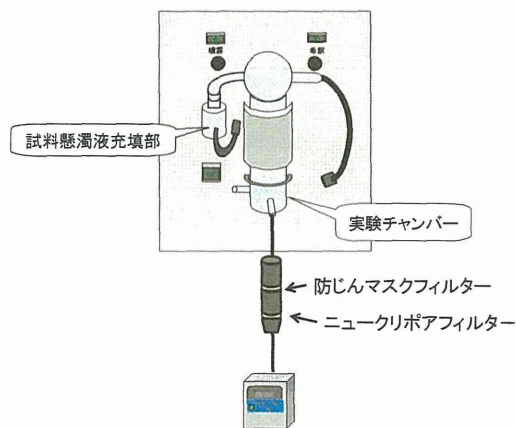


図 4.8 実験装置概略図

発生粒子粒度分布測定の実験風景を図 4.9 に、通過粒子捕集実験の実験風景を図 4.10 に示す。

表 4.7 発生粒子粒度分布測定の実験条件

測定時間		30 分
アトマイザー	希釈流量	7L/min
	噴霧流量	3L/min
	ヒーター温度	80°C
WPS 分解能		10nm～500nm で 12ch

表 4.8 通過粒子捕集実験の実験条件

捕集時間		30 分
アトマイザー	希釈流量	7L/min
	噴霧流量	3L/min
	ヒーター温度	80°C
吸引流量		2.9L/min

表 4.9 FE-SEM 観察条件

FE-SEM	倍率	30,000、5,000
	視野数	20 視野
	加速電圧	15kV
	作動距離(W.D)	15mm
蒸着	蒸着試料	Pt-Pd
	膜厚	12nm

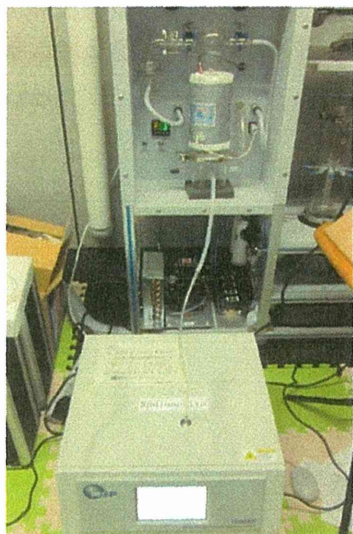


図 4.9 発生粒子粒度分布測定の実験風景

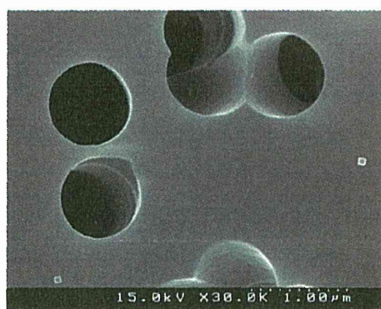


図 4.10 通過粒子捕集実験の実験風景

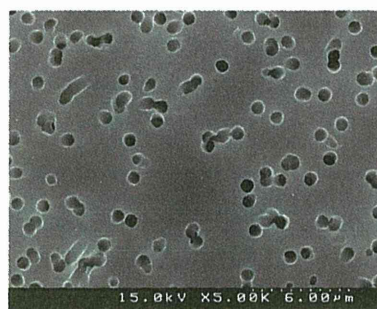
4.3.3 防じんマスクフィルター通過粒子の観察

(1) ニュークリポアフィルター

ブランクのニュークリポアフィルターの 30,000 倍、5,000 倍における観察画像を図 4.11 に示す。図 4.11 より、この正形状の粒子はフィルター製造時に付着したと考えられるが、他の粒子と明らかに形状が違うので計数しないこととした。



(×30,000)



(×5,000)

図 4.11 ニュークリポアフィルター (ブランク)

(2) ポリスチレンラテックス粒子

まず、超音波分散法により、発生させたポリスチレンラテックス粒子の粒度分布を図 4.12 に、ニュークリポアフィルターに捕集されたポリスチレンラテックス粒子の FE-SEM 観察画像を図 4.13 に示す。

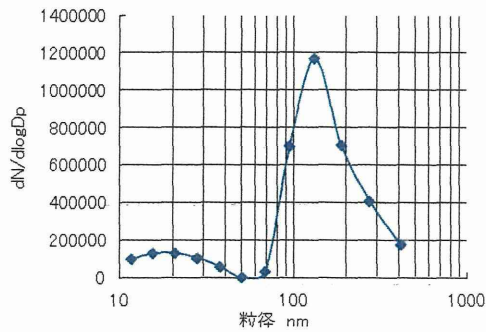


図 4.12 WPS による粒度分布
(試験粒子：ポリスチレンラテックス)

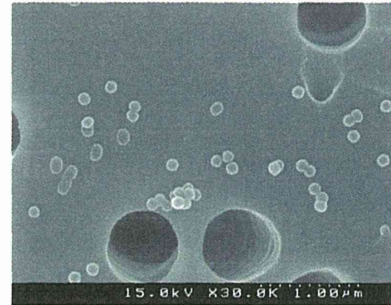


図 4.13 ポリスチレンラテックス粒子
(×30,000)

また、13種類の防じんマスクフィルターをそれぞれ通過した粒子を捕集した、各ニュークリポアフィルターを観察したところ、まず区分 RL3 のフィルターである T4、L4N、N3 と、区分 PL100 の V3 では粒子の通過は確認されなかった。また、S4N(RL3)については、少量の粒子の通過が確認された。区分 RL2、RL1 のフィルターは、全てのフィルターについて粒子の通過が確認された。

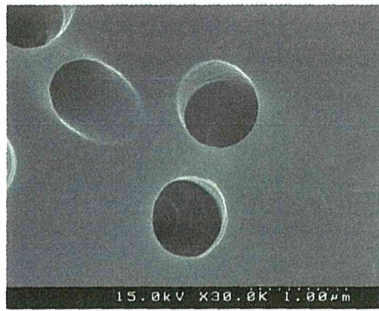
各フィルターについて 20 視野観察し、通過した粒子数を計数した結果を表 4.10 に示す。

表 4.10 通過粒子数計数結果

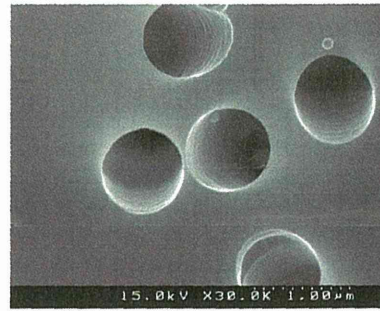
国家検定区分	品番	通過粒子数(個) 20 視野中
PL100	V3	0
RL3	T4,L4N,N3	0
	S4N	2
RL2	R2	2
	L2W	4
	U2W	24
	U2	12
	P2W	8
	C2	20
RL1	R1	107
	L	13

また、各フィルターを通過した粒子の 30,000 倍における FE-SEM 観察画像を図 4.14 に示す。区分 RL3 の T4、S4N、区分 RL2 の L2W、区分 RL1 の L の結果をそれぞれ(a)~(d) に示す。

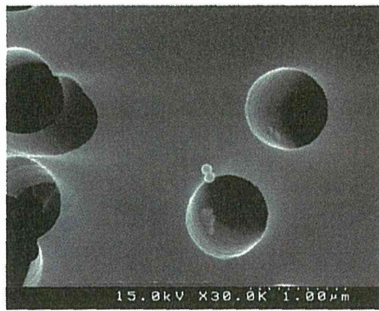
なお通過粒子には単体粒子と凝集体が確認され、凝集体には約 300nm のものが多く観察された。区分 RL2 の L2W を通過した凝集体の FE-SEM 観察画像を図 4.15 に示す。



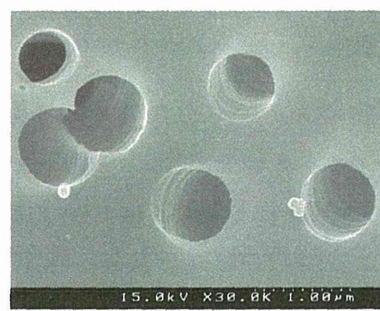
(a) フィルター：T4(RL3)



(b) フィルター：S4N(RL3)



(c) フィルター：L2W(RL2)



(d) フィルター：L(RL1)

図 4.14 各フィルターを通過した粒子の FE-SEM 観察画像 (ポリスチレンラテックス粒子)

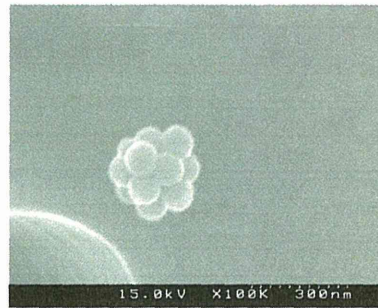


図 4.15 L2W(RL2)を通過した粒子(凝集体)(ポリスチレンラテックス粒子)

(3) 二酸化チタン

まず、超音波分散法により発生させた二酸化チタンの粒度分布を図 4.16 に、ニュークリポアフィルターに捕集された二酸化チタンの FE-SEM 観察画像を図 4.17 に示す。

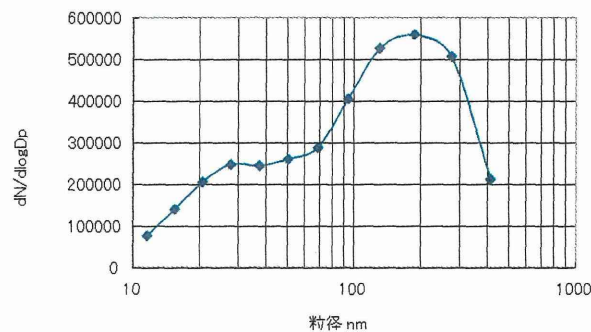
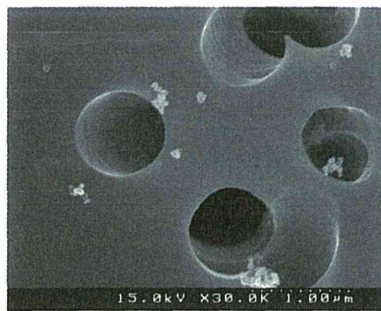


図 4.16 WPS による粒度分布(試験粒子：二酸化チタン)



(×30,000)



(×100,000)

図 4.17 二酸化チタン粒子

また、13種類の防じんマスクフィルターをそれぞれ通過した粒子を捕集した、各ニュークリポアフィルターを観察したところ、まず区分RL3のフィルターであるT4、L4N、N3と、区分PL100のV3では粒子の通過は確認されなかった。S4N(RL3)については、少量の粒子の通過が確認された。

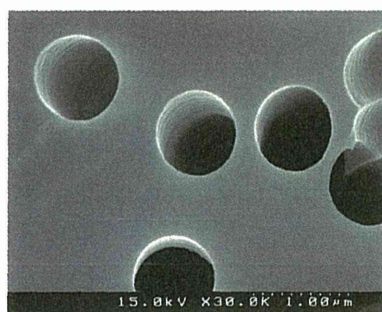
区分RL2、RL1のフィルターは、全フィルターについて粒子の通過が確認された。各フィルターについて、20視野観察し、通過した粒子数を計数した結果を表4.11に示す。

表 4.11 通過粒子数計数結果

国家検定区分	品番	通過粒子数(個) 20 視野中
PL100	V3	0
RL3	T4,L4N,N3	0
	S4N	6
RL2	C2,P2W	1
	R2,U2,L2W	2
	U2W	4
RL1	L	2
	R1	8

さらに、各フィルターを通過した粒子の30,000倍におけるFE-SEM観察画像を図4.18に示す。区分RL3のT4とS4N、区分RL2のL2W、区分RL1のLの結果をそれぞれ(a)～(d)に示す。

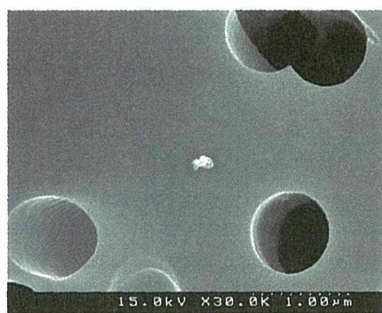
また、区分に関係なく、単体粒子と凝集体の通過が観察され、凝集体については約300nmのものも確認された。区分RL2のR2とC2、区分RL1のLを通過した単体粒子と凝集体のFE-SEM観察画像を図4.19、図4.20及び図4.21に示す。



(a) フィルター：T4(RL3)



(b) フィルター：S4N(RL3)



(c) フィルター：L2W(RL2)



(d) フィルター：L(RL1)

図 4.18 各フィルターを通過した粒子の FE-SEM 観察画像(試験粒子：二酸化チタン)



図 4.19 R2(RL2)を通過した
単体粒子
(試験粒子：二酸化チタン)



図 4.20 C2(RL2)を通過した
粒子(凝集体)
(試験粒子：二酸化チタン)



図 4.21 L(RL1)を通過した
粒子(凝集体)
(試験粒子：二酸化チタン)

(4) 多層カーボンナノチューブ

まず、超音波分散法により多層カーボンナノチューブを発生させ、ニュークリポアフィルターに捕集された多層カーボンナノチューブの FE-SEM 観察画像を図 4.22 に示す。なお、WPS の測定については、繊維状の多層カーボンナノチューブは 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、粒度分布の測定は行わなかった。

参考として、ニュークリポアフィルター上に均一に捕集されていると仮定して、5,000 倍観察画像の 20 視野中の発生粒子数カウント値と吸引流量、フィルター面積から、発生粒子の換算濃度を算出した。その結果を表 4.12 に示す。

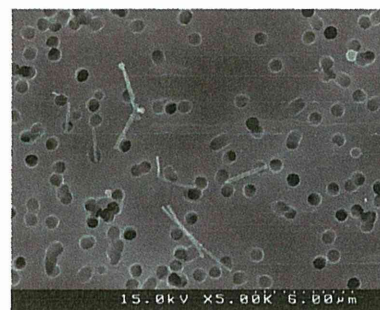


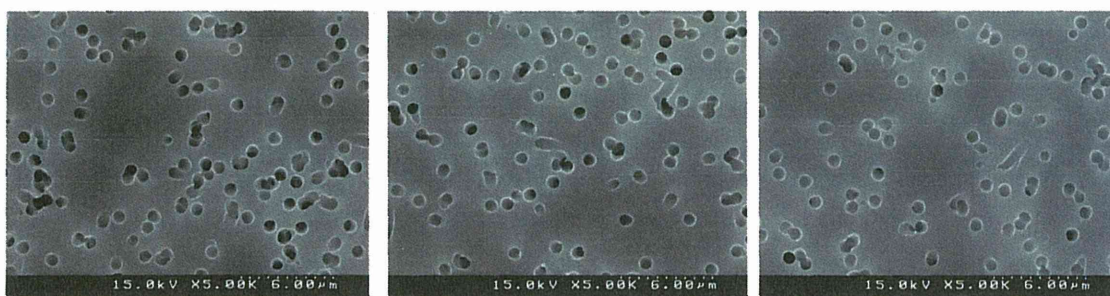
図 4.22 多層カーボン
ナノチューブ(×5,000)

表 4.12 発生粒子

20 視野中通過粒子数	23 本
換算濃度	1.6×10^4 本/L

また、13 種類の防じんマスクフィルターをそれぞれ通過した粒子を捕集した各ニュークリポアフィルターを観察したところ、全フィルターについて粒子の通過は確認されなかった。

各防じんマスクフィルターのバックアップフィルターの 5,000 倍における FE-SEM 観察画像を図 4.23 に示す。区分 RL3 の T4、区分 RL2 の L2W、区分 RL1 の L の結果をそれぞれ(a)~(c)に示す。



(a) フィルター：T4(RL3) (b) フィルター：L2W(RL2) (c) フィルター：L(RL1)

図 4.23 各バックアップフィルターの FE-SEM 観察画像
(試験試料：多層カーボンナノチューブ)

(5) 銀ナノ粒子

まず、超音波分散法により発生させた銀ナノ粒子の粒度分布を図 4.24 に、ニュークリポアフィルターに捕集された銀ナノ粒子の FE-SEM 観察画像を図 4.25 に示す。

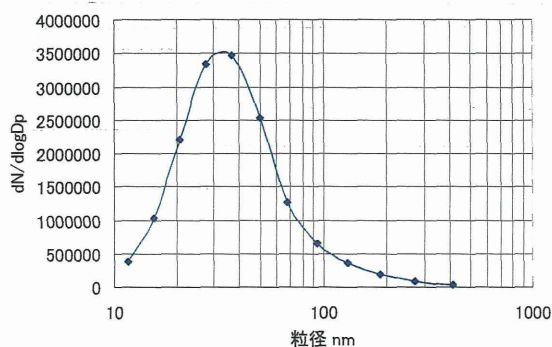


図 4.24 WPS による粒度分布
(試験粒子：銀ナノ粒子)

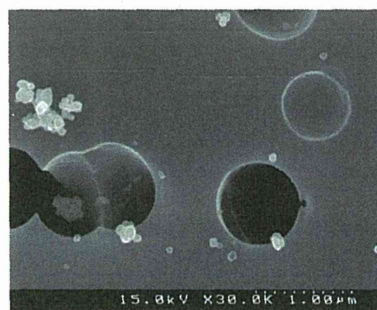


図 4.25 銀ナノ粒子($\times 30,000$)

また、13 種類の防じんマスクフィルターをそれぞれ通過した粒子を捕集した各ニュークリポアフィルターを観察したところ、まず区分 RL3 の T4 と区分 PL100 の V3 では全く粒子の通過が確認出来なかった。また、区分 RL3 の N3、L4N、S4N のフィルターについて

は、少量の粒子の通過が観察され、区分 RL2、RL1 は全フィルターについて粒子の通過が確認された。

各フィルターについて、20 視野観察し、通過した粒子数を計数した結果を表 4.13 に示す。

表 4.13 通過粒子数計数結果

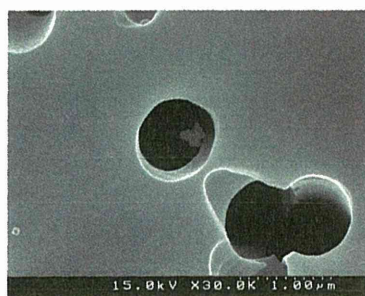
国家検定区分	品番	通過粒子数(個) 20 視野中
PL100	V3	0
RL3	T4	0
	N3	1
	L4N,S4N	3
RL2	U2W,U2,L2W	2
	R2,C2	3
	P2W	4
RL1	R1	4
	L	9

さらに、各フィルターを通過した粒子の 30,000 倍における FE-SEM 観察画像を図 4.26 に示す。区分 RL3 の T4、N3、S4N、区分 RL2 の L2W、区分 RL1 の L の結果をそれぞれ (a)～(e) に示す。

なお区分 RL3、PL100 のフィルターについては、凝集体は確認されなかったが、区分 RL2、RL1 のフィルターについては単体粒子と凝集体が確認された。凝集体については、約 300nm のものも確認された。区分 RL2 の R2 を通過した凝集体の FE-SEM 観察画像を図 4.27 に示す。



(a) フィルター：T4(RL3) (b) フィルター：N3(RL3) (c) フィルター：S4N(RL3)



(d) フィルター：L2W(RL2)



(e) フィルター：L(RL1)

図 4.26 各フィルターを通過した粒子の FE-SEM 観察画像(試験試料：銀ナノ粒子)

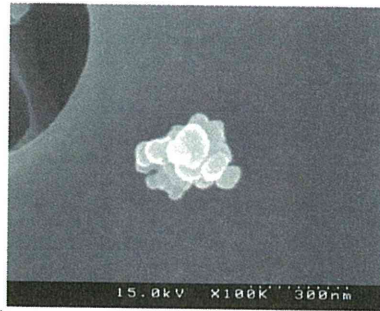


図 4.27 R2(RL2)を通過した粒子(凝集体)(試験粒子：銀ナノ粒子)

4.3.4 防じんマスクフィルターの捕集粒子の観察

防じんマスクフィルターにはどのように粒子が捕集されているのかを調べるため、捕集実験後に防じんマスクフィルターに捕集された粒子についても FE-SEM 観察を行った。区分 RL2 の L2W と区分 RL1 の L のブランクをそれぞれ図 4.28、図 4.29 に示す。各試料における区分 RL2 の L2W、区分 RL1 の L の観察結果を図 4.30 に示す。ポリスチレンラテックス粒子、二酸化チタン、多層カーボンナノチューブ、銀ナノ粒子の観察結果をそれぞれ(a)～(h)に示す。

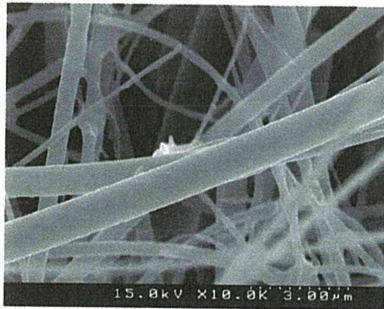


図 4.28 L2W(RL2) ブランクの FE-SEM 観察画像

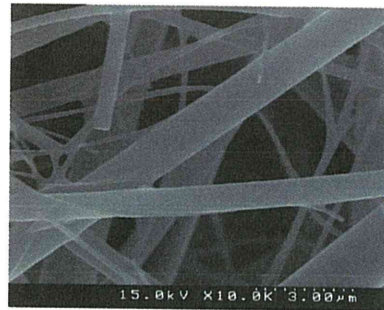
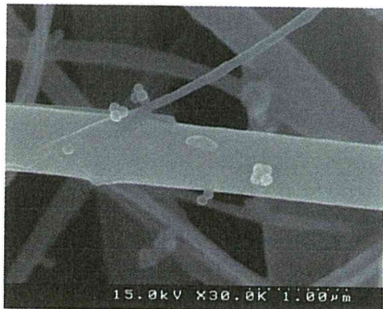
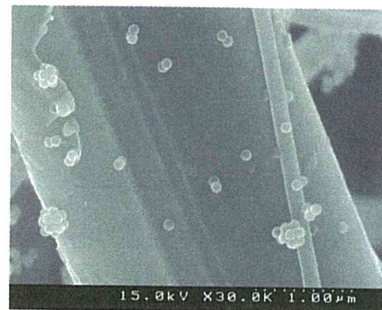


図 4.29 L(RL1) ブランクの FE-SEM 観察画像



(a) フィルター：L2W

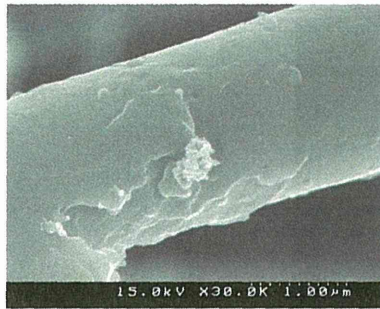


(b) フィルター：L

試験粒子：ポリスチレンラテックス粒子

試験粒子：ポリスチレンラテックス粒子

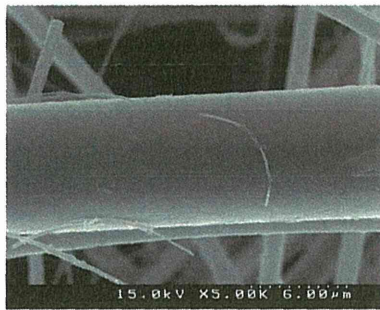
図 4.30 各フィルターに捕集された粒子の FE-SEM 観察画像(その 1)



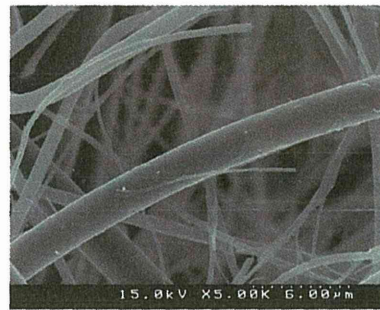
(c) フィルター：L2W
試験粒子：二酸化チタン



(d) フィルター：L
試験粒子：二酸化チタン



(e) フィルター：L2W
試験粒子：多層カーボンナノチューブ



(f) フィルター：L
試験粒子：多層カーボンナノチューブ



(g) フィルター：L2W
試験粒子：銀ナノ粒子



(h) フィルター：L
試験粒子：銀ナノ粒子

図 4.30 各フィルターに捕集された粒子の FE-SEM 観察画像(その 2)

4.3.5 考察

(1) ポリスチレンラテックス粒子

発生粒子の粒度分布は約 100nm にピークがあり、図 4.13 より FE-SEM 観察では、少量の凝集体も見られるがほとんどが単一の粒子であることからほぼ単分散の粒子が発生していたと考えられる。このような粒子に対し、区分 RL3、PL100 のフィルターの場合、通過した粒子が少量確認された S4N を除いて、通過は観察されず、発生したナノ粒子に対する捕集性能が確認されたと考える。区分 RL2、RL1 の場合、フィルターを通過した粒子の個数は発生粒子と比較してかなり少量であったことから発生粒子はほぼ捕集されていたと考えられる。

図 4.15 については、メカニカルフィルターの最も捕集されにくいとされる粒径が約 300nm であるため、約 300nm の凝集体の通過が多く観察されたと考えられる。

(2) 二酸化チタン

図 4.16 より、粒度分布では、約 150~200nm にピークがあり、試料は平均粒径約 50nm であるので、主に凝集体が多く発生していたと考えられる。図 4.17、図 4.18 より、FE-SEM 観察においても約 200nm や約 100nm 以下の凝集体も観察された。区分 RL3、PL100 のフィルターの場合、通過した粒子が少量確認された S4N を除いて、通過は確認されず、発生したナノ粒子に対する捕集性能が確認できたと考ええる。区分 RL2、RL1 の場合、フィルターを通過した粒子の個数は発生粒子と比較してかなり少量であったことから、このような発生粒子もほぼ捕集していたと考えられる。図 4.19 より、メカニカルフィルターの最も捕集効率が悪いとされる粒径が約 300nm であるため、約 300nm の凝集体の通過が比較的多く確認されたと考える。

(3) 多層カーボンナノチューブ

図 4.20 より、ほぼ単分散の状態が発生していたと考えられる。全フィルターについて、通過粒子は観察されず、表 4.12 に示す発生濃度では、国家検定区分に関係なくどのフィルターにおいても、多層カーボンナノチューブに対して有効である事が確認できた。繊維状の形状を持つナノ材料は、球形粒子に比べて、フィルターに捕集されやすい事が示唆される。

(4) 銀ナノ粒子

FE-SEM 観察より、検討試料の単粒子の粒径はばらつきが見られるが、約 40~50nm が多く観察された。粒度分布では、約 40nm にピークがあり、図 4.23 の FE-SEM 観察画像では単粒子と約 500nm 以下の凝集体が観察された。区分 PL100 の V3 と RL3 の T4 の場合、粒子の通過は確認されず、発生粒子に対する有効性が示せた。その他の全フィルターでは、粒子の通過が確認されたが、発生粒子と比較するとかなり少量であった。約 100nm の凝集体の通過が観察された。

また、約 300nm の凝集体の通過が観察されたのは、ラテックス粒子、二酸化チタン同様、メカニカルフィルターの捕集特性によるものであると考える。

4.4 防じんマスクフィルター通過粒子測定試験

通過粒子が確認された防じんマスクフィルターについて、WPS と CPC を用いて通過粒子の粒度分布と個数濃度の測定を行い、防じんマスクフィルターの捕集効率を算出した。

4.4.1 試験フィルター

前節で、各検討試料において通過粒子が確認された防じんマスクフィルターについて検討を行った。それを、表 4.14 に示す。検討試料は、前節と同様である。多層カーボンナノチューブについては、全フィルターにおいて通過粒子が確認されなかったため、検討は行わない事とした。