

表 4.14 検討フィルター

検討試料	防じんマスクフィルター 品番		
	RL3	RL2	RL1
ポリスチレンラテックス粒子	S4N	C2,R2,U2,L2W,U2W,P2W	R1,L
二酸化チタン	S4N	C2,R2,U2,L2W,U2W,P2W	R1,L
銀ナノ粒子	S4N,N3,L4N	C2,R2,U2,L2W,U2W,P2W	R1,L

4.4.2 実験方法

実験装置概略図を図 4.31 に示す。各防じんマスクフィルターを直径 25mm の円形に切り取り、ディスポーサブルサンプラーに装着し、アトマイザー発生部、CPC(No.1,No.2)、WPS を図 4.31 のように接続する。超音波分散法により各検討試料を発生させ、CPC(No.1)で防じんマスクフィルター通過前濃度として発生粒子の個数濃度を、CPC(No.2)で防じんマスクフィルター通過後濃度として通過粒子の個数濃度を測定し、式(4.3)より捕集効率を算出した。WPS に関しては、通過粒子の粒度分布を測定し、防じんマスクフィルターを装着しない状態で測定した発生粒子の粒度分布から式(4.3)より、粒径ごとの捕集効率を算出した。実験風景を図 4.32 に示す。

$$\text{捕集効率}[\%] = \frac{(\text{通過前個数濃度} - \text{通過後個数濃度})}{\text{通過前個数濃度}} \times 100 \quad (4.3)$$

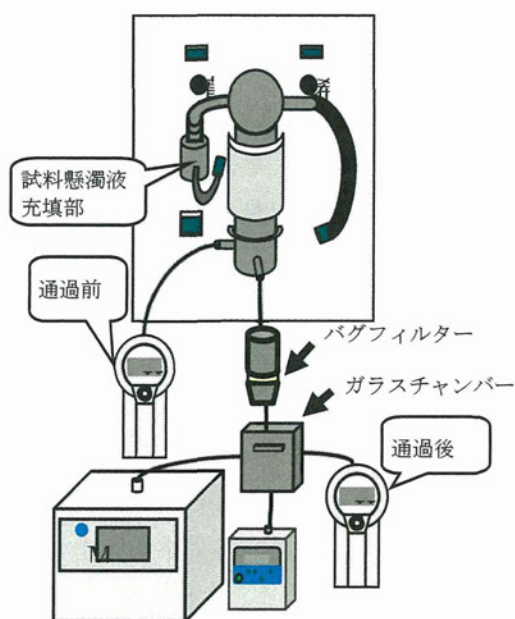


図 4.31 実験概略図

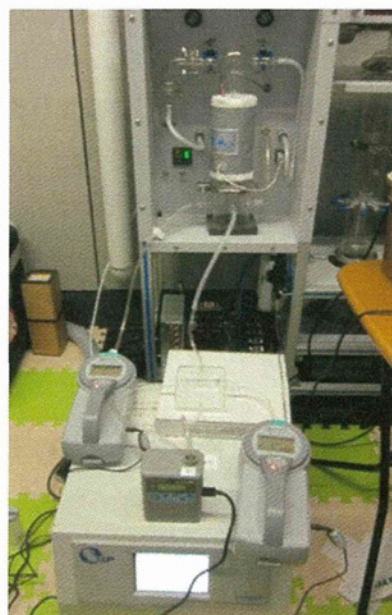


図 4.32 通過粒子測定実験の実験風景

主な実験条件を表 4.15 に示す。試料調整は、防じんマスクフィルター通過粒子確認試験とほぼ同様であるが、二酸化チタンについては、さらに分散性を得るために分散剤を使用した。その条件を表 4.16 に示す。

表 4.15 通過粒子測定条件

測定時間		20 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 測定範囲		10nm~500nm で 12ch
CPC 測定範囲		15nm~1000nm (15nm~50nm:カウント効率 50%以上)
吸引流量		2.9L/min

表 4.16 二酸化チタン調整条件

二酸化チタン	TiO ₂ -4	薬さじ小 1/4
分散剤	りん酸水素二ナトリウム	0.05g

4.4.3 実験結果

(a) ポリスチレンラテックス粒子

検討試料をポリスチレンラテックス粒子として、CPC 測定値より算出した各防じんマスクフィルターの捕集効率を区分ごとに図 4.33~図 4.35 に示す。

図 4.33~図 4.35 より、全フィルターにおいて 20 分間ほぼ一定の捕集効率を保っていた。また、フィルターによって多少のばらつきは見られるものの、区分に関係なく高い捕集効率を示していた。

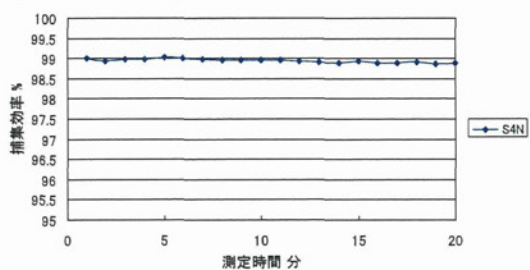


図 4.33 区分 RL3 フィルターの捕集効率 (試験粒子：ポリスチレンラテックス粒子)

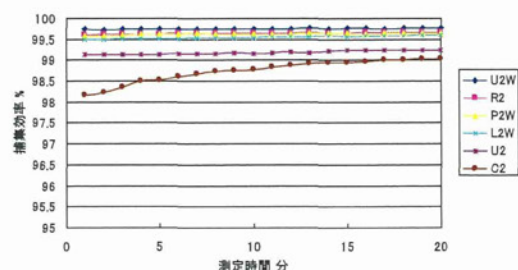


図 4.34 区分 RL2 フィルターの捕集効率 (試験粒子：ポリスチレンラテックス粒子)

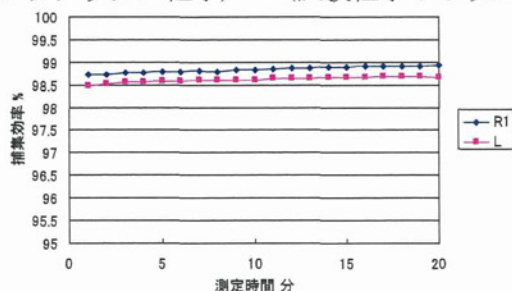


図 4.35 区分 RL1 フィルターの捕集効率(試験粒子：ポリスチレンラテックス粒子)

発生粒子の粒度分布を図 4.36 に、WPS 測定値より算出した各防じんマスクフィルターの各粒径における捕集効率を図 4.37～図 4.39 に示す。

図 4.36 から、発生粒子は約 100nm のほぼ単分散であった。また図 4.37～図 4.39 から約 70nm を除いてどの粒径でも全てのフィルターの捕集効率はほぼ 100%近い値であった。なお 50nm においては、発生粒子が 0 であったため、捕集効率は算出できなかった。

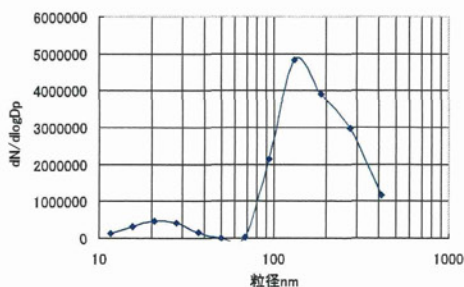


図 4.36 発生粒子粒度分布
(試験粒子：ポリスチレンラテックス粒子)

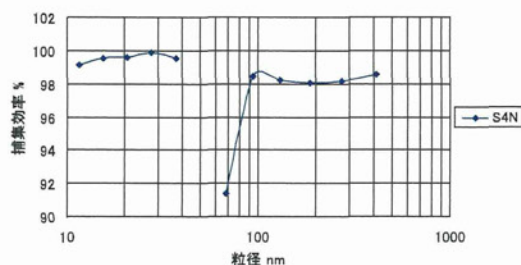


図 4.37 各粒径における捕集効率(区分 RL3)
(試験粒子：ポリスチレンラテックス粒子)

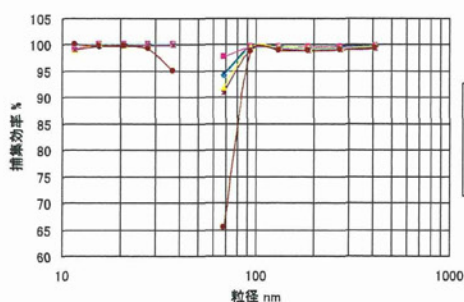


図 4.38 各粒径における捕集効率(区分 RL2)
(試験粒子：ポリスチレンラテックス粒子)

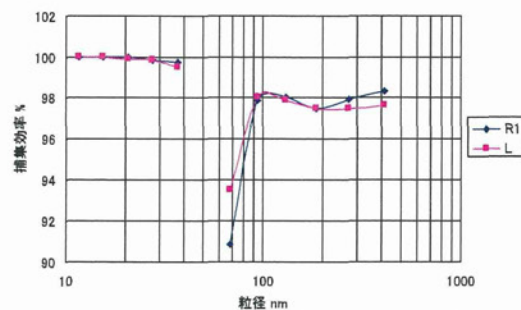


図 4.39 各粒径における捕集効率(区分 RL1)
(試験粒子：ポリスチレンラテックス粒子)

(b) 二酸化チタン

検討試料を二酸化チタンとして、CPC 測定値より算出した各防じんマスクフィルターの捕集効率を区分ごとに図 4.40～図 4.42 に示す。

図 4.40～図 4.42 より、フィルターの種類によって多少の違いは見られるものの、全てのフィルターで 20 分間ほぼ一定の高い捕集効率を保っていた。

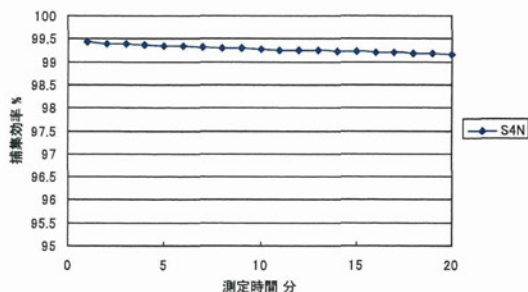


図 4.40 区分 RL3 フィルターの捕集効率
(試験粒子：二酸化チタン)

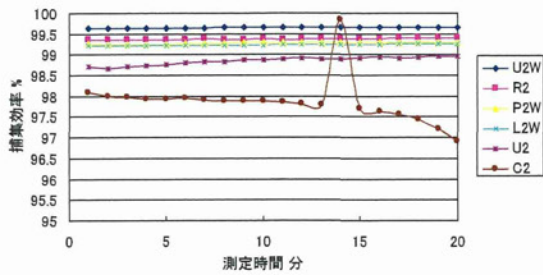


図 4.41 区分 RL2 フィルターの捕集効率
(試験粒子：二酸化チタン)

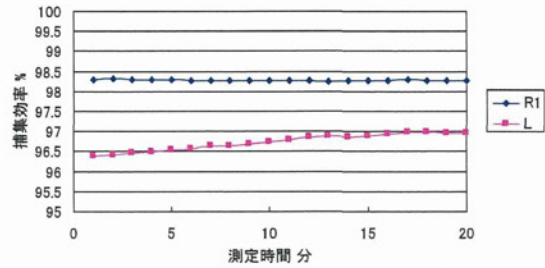


図 4.42 区分 RL1 フィルターの捕集効率
(試験粒子：二酸化チタン)

発生粒子の粒度分布を図 4.43 に、WPS 測定値より算出した各防じんマスクフィルターの各粒径における捕集効率を図 4.44～図 4.46 に示す。

図 4.43 より、発生粒子では 50～70nm 付近にピークが見られた。また、図 4.44～図 4.46 より、全てのフィルターが 200～300nm 付近で捕集効率が低下していた。

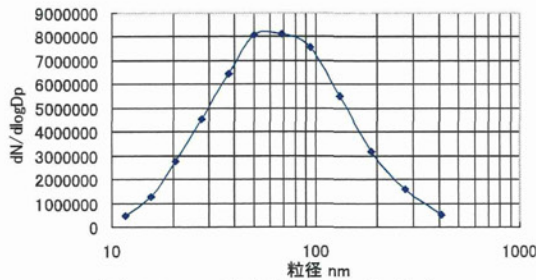


図 4.43 発生粒子粒度分布
(試験粒子：二酸化チタン)

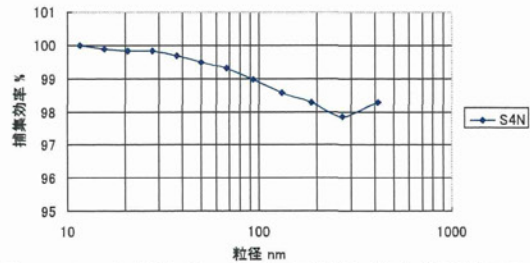


図 4.44 各粒径における捕集効率(区分 RL3)
(試験粒子：二酸化チタン)

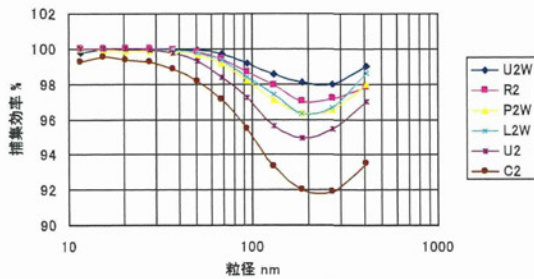


図 4.45 各粒径における捕集効率(区分 RL2)
(試験粒子：二酸化チタン)

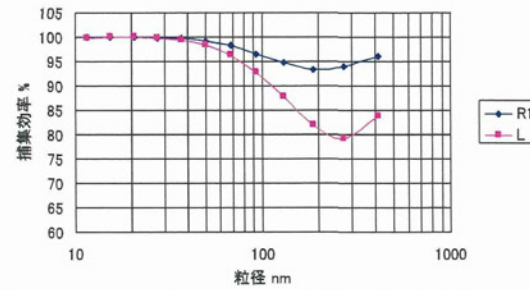


図 4.46 各粒径における捕集効率(区分 RL1)
(試験粒子：二酸化チタン)

(c) 銀ナノ粒子

検討試料を銀ナノ粒子として、CPC 測定値より算出した各防じんマスクフィルターの捕集効率を区分ごとに図 4.47～図 4.49 に示す。

図 4.47～図 4.49 より、区分 RL3 の N3、L4N の捕集効率は極めて高く、その他のフィルターについてもかなり高い捕集効率を示し、20 分間においてほぼ一定の捕集効率を保っていた。

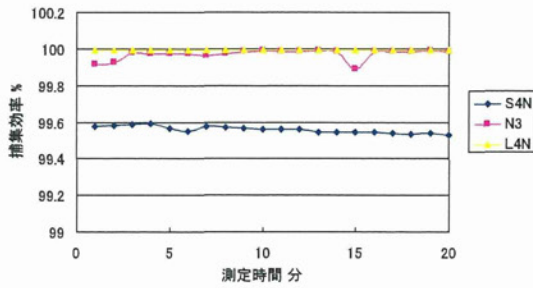


図 4.47 区分 RL3 フィルター捕集効率
(試験粒子：銀ナノ粒子)

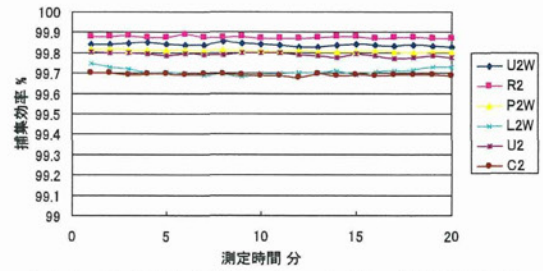


図 4.48 区分 RL2 フィルター捕集効率
(試験粒子：銀ナノ粒子)

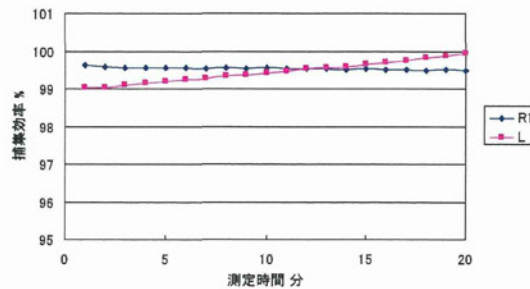


図 4.49 区分 RL1 フィルター捕集効率(試験粒子：銀ナノ粒子)

発生粒子の粒度分布を図 4.50 に、WPS 測定値より算出した各防じんマスクフィルターの各粒径における捕集効率を図 4.51～図 4.53 に示す。図 4.50 から、約 40nm に粒度分布のピークがあり、図 4.51～図 4.53 より、どの粒径に対しても高い捕集効率を示していた。

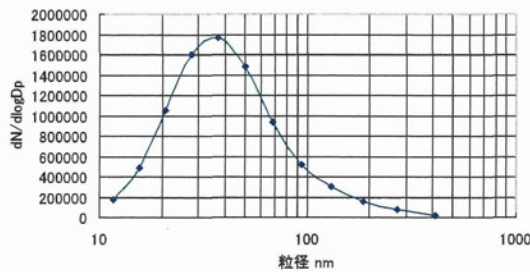


図 4.50 発生粒子粒度分布
(試験粒子：銀ナノ粒子)

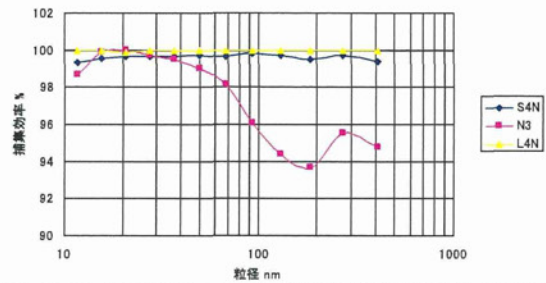


図 4.51 各粒径における捕集効率(区分 RL3)
(試験粒子：銀ナノ粒子)

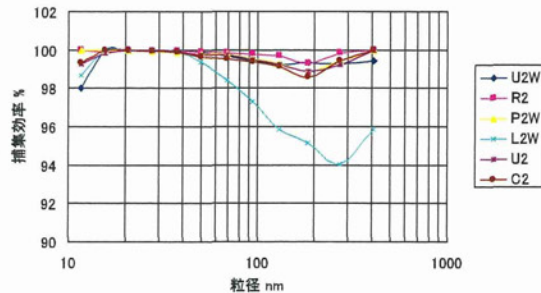


図 4.52 各粒径における捕集効率(区分 RL2)
(試験粒子：銀ナノ粒子)

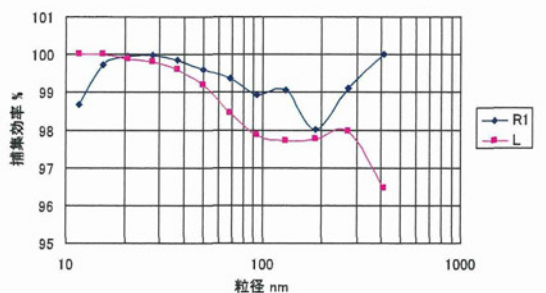


図 4.53 各粒径における捕集効率(区分 RL1)
(試験粒子：銀ナノ粒子)

4.4.4 考察

(a) ポリスチレンラテックス粒子

図 4.37～図 4.39 において、全フィルターについて約 70nm で捕集効率が低くなっていた。これは、捕集効率算出時の誤差によると考えられる。すなわち、70nm の発生粒子の個数濃度測定値は、その次に測定値の低い粒径 10nm の発生粒子の測定値よりも 10 分の 1 以下とかなり小さいため、捕集効率を算出する際の誤差による影響が大きいと考えられる。発生粒子の粒度分布から、約 30nm 付近は超純水または分散剤の残渣で約 100nm のピークは試料の分散によると考えられる。

区分 RL2 のフィルターでどの粒径に対しても 100% 近くの高い捕集効率を示していた。区分 RL3 の S4N と区分 RL1 の R1、L は、約 200～300nm で捕集効率が少し下がっているが、それにおいても約 98% と高い捕集効率を示していた。最も区分の低い RL1 の R1、L については DOP による捕集効率が 82% であるのに対し、約 98% とかなり高い値であった。この事から全フィルターにおいて、単分散のナノ粒子に対し高い捕集効率を示す事が確認できた。

(b) 二酸化チタン

発生粒子の粒度分布では、約 50～70nm にピークが見られ、単粒子が多く発生していると考えられる。図 4.44～図 4.46 より、全フィルターについてフィルターの種類によって程度は異なるものの、約 200～300nm で捕集効率が最も低下しており、200nm 以下では、粒径が小さくなる程捕集効率が高くなっていた。これは、ナノ粒子のような粒径が小さい粒子に有効である拡散効果によるものと考えられる。S4N、U2、C2、L は、粒径によっては DOP による捕集効率よりも低い値を示していたが、全粒径に対する捕集効率はほぼ 100% 近くであり、ナノ粒子に対して高い捕集効率を示す事が確認できた。

(c) 銀ナノ粒子

二酸化チタンの結果と同様、粒径が小さくなる程捕集効率は上昇し、約 100% の高い値を示していた。N3、L2W については、粒径によっては DOP による捕集効率よりも低い値ではあるが、全粒径に対する捕集効率はかなり高い値を示しており、銀ナノ粒子に対しても高い捕集性能を示す事が確認できた。

4.5 まとめ

本実験で検討を行った国家検定区分 RL3、RL2、RL1 の 13 種類の防じんマスクフィルターについては、検討を行った粒径や粒子形状の異なる全てのナノ粒子に対して高い捕集効率を示し、ナノ粒子に対する捕集性能は有効であった。

区分やフィルターによって捕集効率は異なるが、全粒径に対する捕集効率は全フィルターにおいて 96% 以上と高い値を示しており、国家検定に使用されているフタル酸ジオクチルよりもそれ以上にナノ粒子を捕集する事が出来る事が分かった。

また、約 200～300nm の粒子に対する捕集効率は低下するが、ナノ粒子の拡散効果によって粒径が小さくなるほど、捕集効率が上昇する。

多層カーボンナノチューブのような繊維状のナノ材料については、球形粒子に比べて、フィルターに捕集されやすいと考えられ、形状が異なる事による捕集性能の違いが考えられる。

4.6 防じんマスクフィルター捕集性能評価

「4.2.2 試験フィルター」で取り扱った以外のマスクメーカーで市販されている 6 種類の防じんマスクについて、ナノ材料に対する捕集特性及びその性能評価を行った。

4.6.1 実験目的

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う事を目的とした。

4.6.2 ナノ粒子分散方法

NANO AEROSOL GENERATOR (柴田科学株式会社製) の外観を図 1.1 に示す。図 1.1 において、右側がバイブレータ式発生器、左側がアトマイザー式発生器となっている。本実験では、アトマイザー式発生器を使用した。

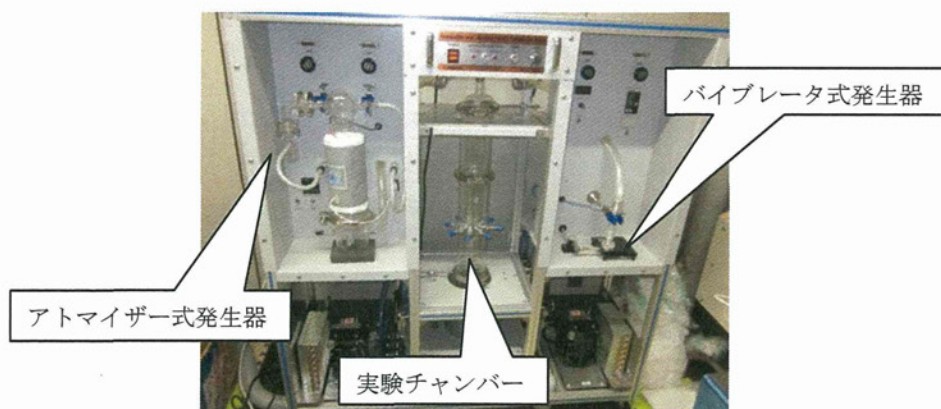


図 4.54 NANO AEROSOL GENERATOR

4.6.3 実験概要

1) 実験フロー

4.2 の実験フローと同様である。

2) 試験フィルター

本実験において検討を行ったフィルターは、興研株式会社製の電動ファン付き呼吸用保護具と防じんマスクの取替え式フィルター 5 種類と、使い捨て式防じんマスクフィルター 1 種類の計 6 種類である。各フィルターの詳細を表 4.17、表 4.18 に示す。捕集効率は、製品カタログに記載されている平均値を示している。

表 4.17 各フィルターの仕様

品番		BRD-8U	RD-5U	LAS-52
国家検定区分		PL100	RL3	RL2
フィルター種類		メカニカルフィルター		
		取替え式		
性能	試験粒子	DOP		
	捕集効率[平均値]	99.999%	99.999%	98.6%

表 4.18 各フィルターの仕様

品番		350	MF1005	MF1010
国家検定区分		DS2	RL2	RL1
フィルター種類		メカニカルフィルター	静電フィルタ	
		使い捨て式	取替え式	
性能	試験粒子	NaCl	DOP	
	捕集効率 [平均値]	98.4%	99.1%	94.8%

4.6.4 試験に使用した試料

1) ナノ粒子

(1) ポリスチレンラテックス(PSL)粒子

本実験で使用したポリスチレンラテックス粒子は JSR 株式会社製の STADDEX SC-0100-D と STADDEX-SC-0050-D を使用した。平均粒径はそれぞれ 100nm、48nm で、粒子径が非常に揃った真球状ポリスチレンラテックス粒子の水分散体であり、AIST((独)産業技術研究所)、NIST(米国立標準技術研究所)に対して、トレーサビリティを有している。

(2) 二酸化チタン

本実験で使用した二酸化チタンは、日本エアロジル株式会社製の TiO₂-4 を使用した。平均粒径は 50nm であった。

(3) 多層カーボンナノチューブ(MWCNT)

本実験で使用した多層カーボンナノチューブは、シグマアルドリッチ製の 659258-2G を使用した。粒子径が 110-170nm、長さが 5-9μm であった。

(4) 銀ナノ粒子

本実験で使用した銀ナノ粒子は、シグマアルドリッチ製の 576832-5G を使用した。粒径は 100nm 未満であった。

4.6.5 使用試料

(1) TritonX-100

本実験で用いた多層カーボンナノチューブ用の分散剤は、関東化学株式会社製の 21568-1A を使用した。

(2) リン酸水素二ナトリウム・12水

本実験で用いた二酸化チタン用の分散剤は、関東化学株式会社製の 37240-00 を使用した。

4.6.6 防じんマスクフィルター通過粒子確認試験

1) 使用装置、器具

- ・ NANO AEROSOL GENERATOR：柴田科学株式会社
- ・ FE-SEM：S-4500S 日立ハイテクノロジーズ
- ・ WPS：MODEL 1000XP, MSI Inc.
- ・ ディスポーザブルサンプラー：柴田科学株式会社
- ・ ニュークリポアフィルター：SKC 社
- ・ ポンプ：MP-Σ300,MP-Σ500,柴田科学株式会社
- ・ タイゴンチューブ：サンゴバン株式会社

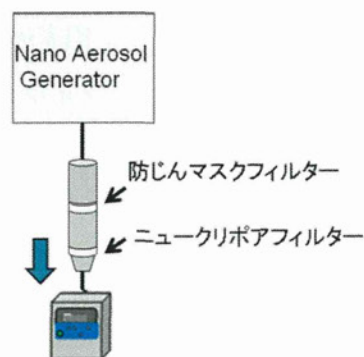


図 4.55 実験装置概略図

2) 実験方法

実験概略図を図 4.55 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 を用いて、アトマイザー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 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 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。そこで、この値を用いて吸引流量を式(4.1)より算出した。

実験条件を表 4.19 に、FE-SEM での観察条件を表 4.20 に示す。なお、表 4.20 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、繊維長が長いいため 5,000 倍と設定した。

表 4.19 通過粒子捕集実験の実験条件

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
吸引流量		2.9L/min

表 4.20 FE-SEM 観察条件

FE-SEM	倍率	x30,000、x5,000
	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

4.6.7 防じんマスクフィルター通過粒子測定試験

防じんマスクフィルター通過粒子確認試験において、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、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。

1) 使用装置、器具

- ・ NANO AEROSOL GENERATOR：柴田科学株式会社
- ・ WPS：MODEL 1000XP, MSI Inc.
- ・ CPC(No.1, No.2)：MODEL 3800, KANOMAX
- ・ ディスポーサブルサンプラー：柴田科学株式会社
- ・ ニュークリポアフィルター：SKC 社
- ・ ポンプ：MP-Σ 300, MP-Σ 500, 柴田科学株式会社
- ・ タイゴンチューブ：サンゴバン株式会社
- ・ ガラスチャンバー：三基科学工業株式会社

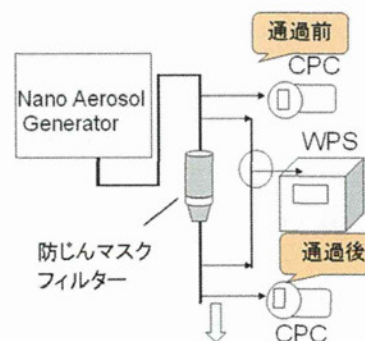


図 4.56 実験装置概略図

2) 実験方法

実験装置概略図を図 4.56 に示す。各防じんマスクフィルターを直径 25mm の円形に切り取り、ディスポーサブルサンプラーに装着し、CPC、WPS を図 4.56 のように接続する。アトマイザーにより各検討試料を発生させ、CPC で防じんマスクフィルターの通過前濃度と通過後濃度として通過粒子の個数濃度を測定し、捕集効率を算出した。WPS に関しては、通過粒子の粒度分布を測定し、防じんマスクフィルターを装着しない状態で測定した発生粒子の粒度分布から、粒径ごとの捕集効率を算出した。

3) 実験条件

実験条件を表 4.21 に示す。

表 4.21 通過粒子測定条件

測定時間	20 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 測定範囲	10nm～500nm で 12ch	
CPC 測定範囲	15nm～1000nm(15nm～50nm:カウント効率 50%以上)	
吸引流量	2.9L/min	

4.6.8 実験結果

1) ニュークリポアフィルター ブランク

ブランクのニュークリポアフィルターの観察画像を図 4.57 に示す。図 4.57 より、約 60nm の正方形の粒子のみが観察された。この正方形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。

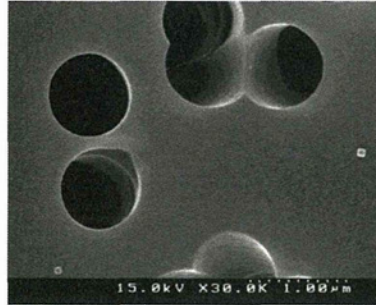


図 4.57 ニュークリポアフィルター ブランク(×30,000)

2) ポリスチレンラテックス粒子(100nm)

(1) 防じんマスクフィルター通過粒子確認試験

アトマイザーにより、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 4.58 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 4.59 に示す。

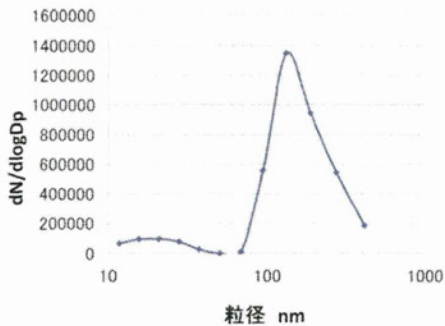


図 4.58 WPS による粒度分布
(試験粒子：ポリスチレンラテックス 100nm)

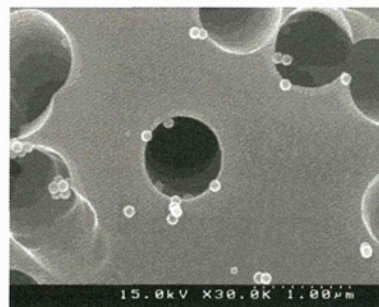


図 4.59 ポリスチレンラテックス粒子
100nm (×30,000)

また、6 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について 20 視野観察し、通過した粒子数を計数した。その結果を表 4.22 に示す。発生させた粒子は、20 視野中 242 個であった。

表 4.22 通過粒子計数結果

品番	国家検定区分	通過粒子数(20 視野中)
BRD-8U	PL100	0
RD-5U	RL3	0
LAS-52	RL2	3
350	DS2	2
MF1005	RL2	0
MF1010	RL1	0

区分 PL100 と RL3 の BRD-8U と RD-5U では粒子の通過は確認されなかった。また、静電フィルターの MF1005 と MF1010 においても粒子の通過は確認されなかった。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、区分 PL100 の BRD-8U と区分 RL2 の LAS-52、区分 DS2 の 350、区分 RL1 の MF1010 についてそれぞれ図 4.60(a)~(e)に示す。区分 RL2 の LAS-52 については 100,000 倍の画像も図 4.60(c)に示す。

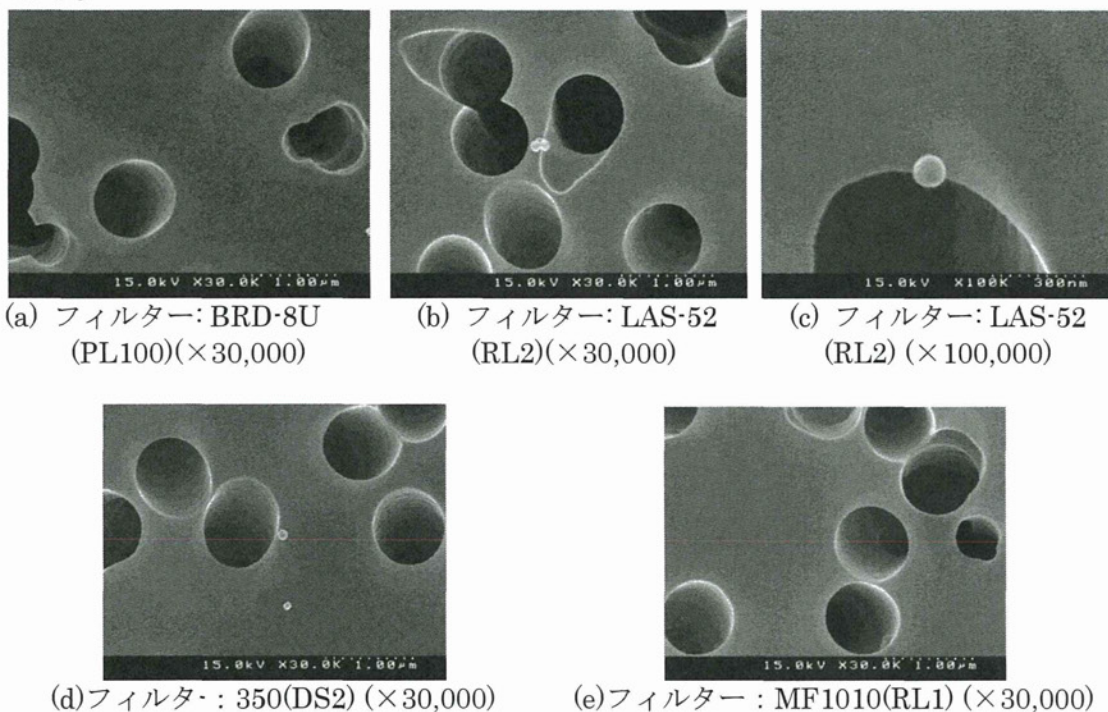


図 4.60 各フィルターを通過した粒子の FE-SEM 観察画像

(2) 防じんマスクフィルター通過粒子測定試験

「6.2.1 防じんマスクフィルター通過粒子確認試験」の結果より、BRD-8U, RD-5U では粒子の通過が確認されなかったため、通過粒子の測定試験は行わない事とした。MF1005 と MF1010 に関しても粒子の通過は確認されなかったが、昨年度に静電フィルターに関する検討は行っていないため、LAS-52, 350 と同様に試験を行う事とした。

CPC 測定値より算出した各防じんマスクフィルターの捕集効率を表 4.23 に示す。CPC は 1 分間の個数濃度を測定する。20 分間測定しているの、算出した 20 個の捕集効率の内、最低値を示している。

表 4.23 CPC 測定値による捕集効率算出結果

品番	国家検定区分	捕集効率最低値[%]
LAS-52	RL2	99.7
350	DS2	99.8
MF1005	RL2	100
MF1010	RL1	100

WPS測定値より算出した各防じんマスクフィルターの各粒径における捕集効率を図4.61に示す。

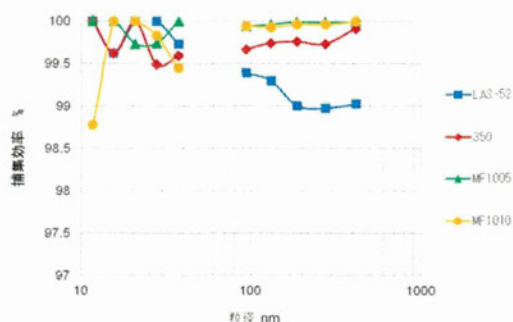


図 4.61 WPS 測定値による各粒径における捕集効率

3) 二酸化チタン

(1) 防じんマスクフィルター通過粒子確認試験

発生させた二酸化チタンの粒度分布を図 4.62 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 4.63 に示す。

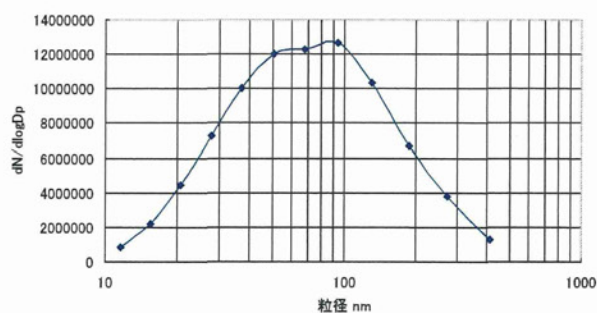


図 4.62 WPS による粒度分布
(試験粒子：二酸化チタン)



図 4.63 二酸化チタン粒子 (×30,000)

また、6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について20視野観察し、通過した粒子数を計数した。その結果を表4.24に示す。発生させた粒子は、20視野中86個であった。

表 4.24 通過粒子計数結果

品番	国家検定区分	通過粒子数 (20 視野中)
BRD-8U	PL100	0
RD-5U	RL3	1
LAS-52	RL2	1
350	DS2	2
MF1005	RL2	2
MF1010	RL1	3

区分 PL100 の BRD-8U では粒子の通過は確認されなかった。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 4.64 に示す。区分 PL100 の BRD-8U、区分 RL2 の LAS-52、区分 DS2 の 350、区分 RL1 の MF1010 の結果をそれぞれ(a)~(e)に示す。

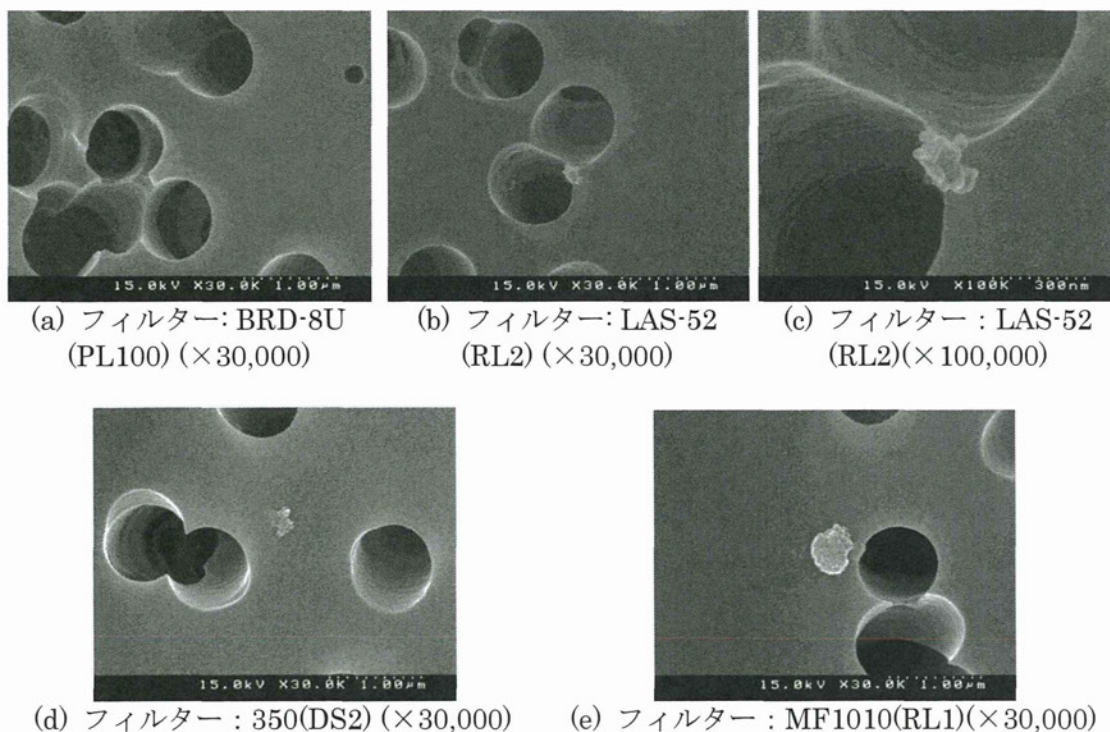


図 4.64 各フィルターを通過した粒子の FE-SEM 観察画像

(2) 防じんマスクフィルター通過粒子測定試験

「6.3.1 防じんマスクフィルター通過粒子確認試験」の結果より、BRD-8U では粒子の通過が確認されなかったため、通過粒子の測定試験は行わない事とした。CPC 測定値より算出した各防じんマスクフィルターの捕集効率を表 4.25 に示す。

表 4.25 CPC 測定値による捕集効率算出結果

品番	国家検定区分	捕集効率最低値[%]
RD-5U	RL3	100
LAS-52	RL2	99.7
350	DS2	99.4
MF1005	RL2	99.8
MF1010	RL1	99.9

WPS 測定値より算出した各防じんマスクフィルターの各粒径における捕集効率を図 4.65 に示す。

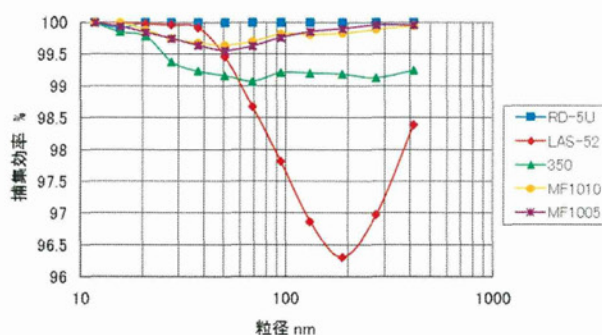


図 4.65 WPS 測定値による各粒径における捕集効率

図 4.65 より、LAS-52 のメカニカルフィルターは粒径が約 200nm で捕集効率が低下しているのに対し、MF1005 や MF1010 の静電フィルターでは、約 50nm において捕集効率が低下している事が確認された。これは、粒子捕集理論に一致する結果である。そこで、静電フィルターについて捕集効率の低下する 50nm に対する性能の更なる検討を行うために、ポリスチレンラテックス粒子(50nm)を用いて実験を行った。

4) ポリスチレンラテックス粒子(50nm)

(1) 防じんマスクフィルター通過粒子確認試験

二酸化チタンの結果から、静電フィルターの捕集効率が約 50nm において低下する事が確認された事から、その粒径での静電フィルターの性能を検討するために 50nm のポリスチレンラテックス粒子を用いて試験を行った。比較用として、RD-5U と LAS-52 についても同様の検討を行った。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 4.66 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 4.67 に示す。

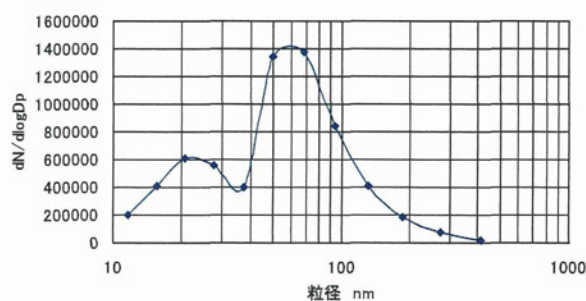


図 4.66 WPS による粒度分布
(試験粒子：ポリスチレンラテックス 50nm)

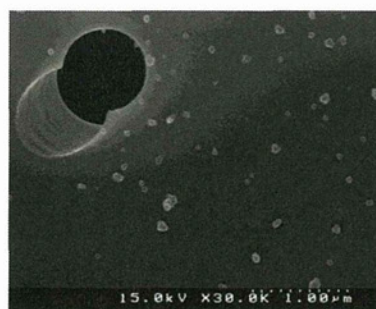


図 4.67 ポリスチレンラテックス粒子 50nm
(×30,000)

また、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について 20 視野観察し、通過した粒子数を計数した。その結果を表 4.26 に示す。発生させた粒子は、20 視野中 294 個であった。その内、単体粒子は 181 個であり、単分散率は 62%であった。

表 4.26 通過粒子計数結果

品番	国家検定区分	通過粒子数 (20 視野中)
MF1005	RL2	0
MF1010	RL1	0
RD-5U	RL3	0
LAS-52	RL2	1

静電フィルターの MF1005 と MF1010 ではメカニカルフィルター RD-5U, LAS-52 と比較して多くの粒子の通過が確認される事が予想されたが、どちらのフィルターについても粒子は確認されなかった。

各フィルターの 30,000 倍における FE-SEM 観察画像を図 4.68 に示す。区分 RL2 の MF1005、区分 RL1 の MF1010、区分 RL2 の LAS-52 の結果をそれぞれ(a)~(c)に示す。

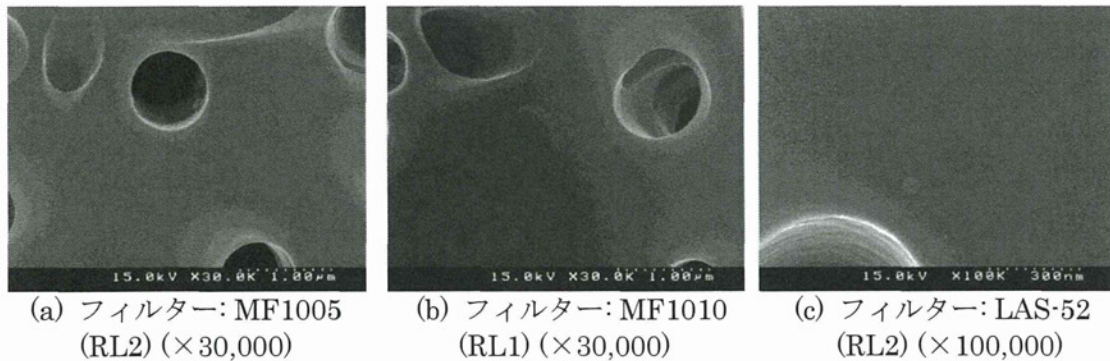


図 4.68 各フィルターの FE-SEM 観察画像

5) 多層カーボンナノチューブ(MWCNT)

(1) 防じんマスクフィルター通過粒子確認試験

発生させた多層カーボンナノチューブ(以下、MWCNT)を、ニュークリポアフィルターに捕集し、その FE-SEM 観察画像を図 4.69 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。

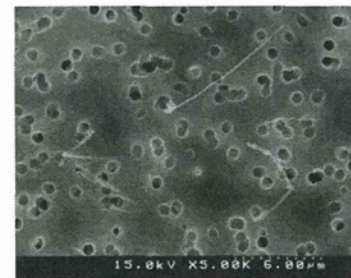


図 4.69 MWCNT(×5,000)

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 4.27 に示す。

表 4.27 発生粒子

20 視野中通過粒子数	18 本
換算濃度	1.3×10^4 本/L

また、6 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4.70に示す。区分PL100のBRD-8U、区分RL2のLAS-52、区分DS2の350、区分RL1のMF1010の結果をそれぞれ(a)~(d)に示す。

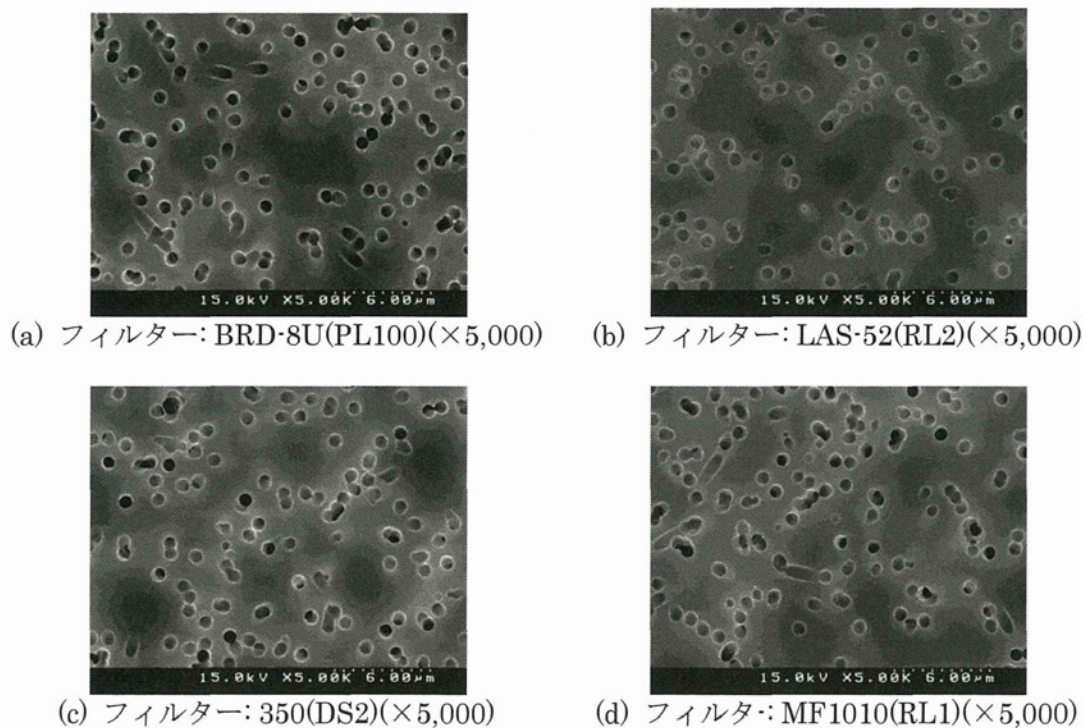


図4.70 各バックアップフィルターのFE-SEM観察画像

6) 銀ナノ粒子

(1) 防じんマスクフィルター通過粒子確認試験

銀ナノ粒子の粒度分布を図4.71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4.72に示す。

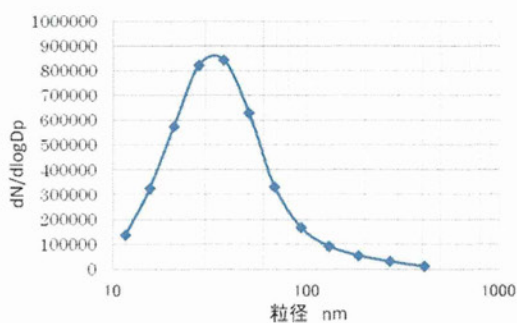


図4.71 WPSによる粒度分布
(試験粒子: 銀ナノ粒子)

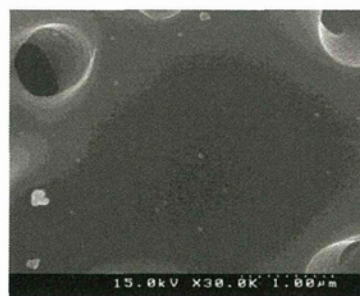


図4.72 銀ナノ粒子(×30,000)

また、6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について20視野観察し、通過した粒子数を計数した。その結果を表4.28に示す。発生させた粒子は、20視野中121個であった。

表 4.28 通過粒子計数結果

品番	国家検定区分	通過粒子数(20視野中)
BRD-8U	PL100	1
RD-5U	RL3	2
LAS-52	RL2	3
350	DS2	2
MF1005	RL2	0
MF1010	RL1	1

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 4.73 に示す。区分 PL100 の BRD-8U、区分 RL2 の LAS-52、区分 DS2 の 350、区分 RL1 の MF1010 の結果をそれぞれ(a)~(e)に示す。

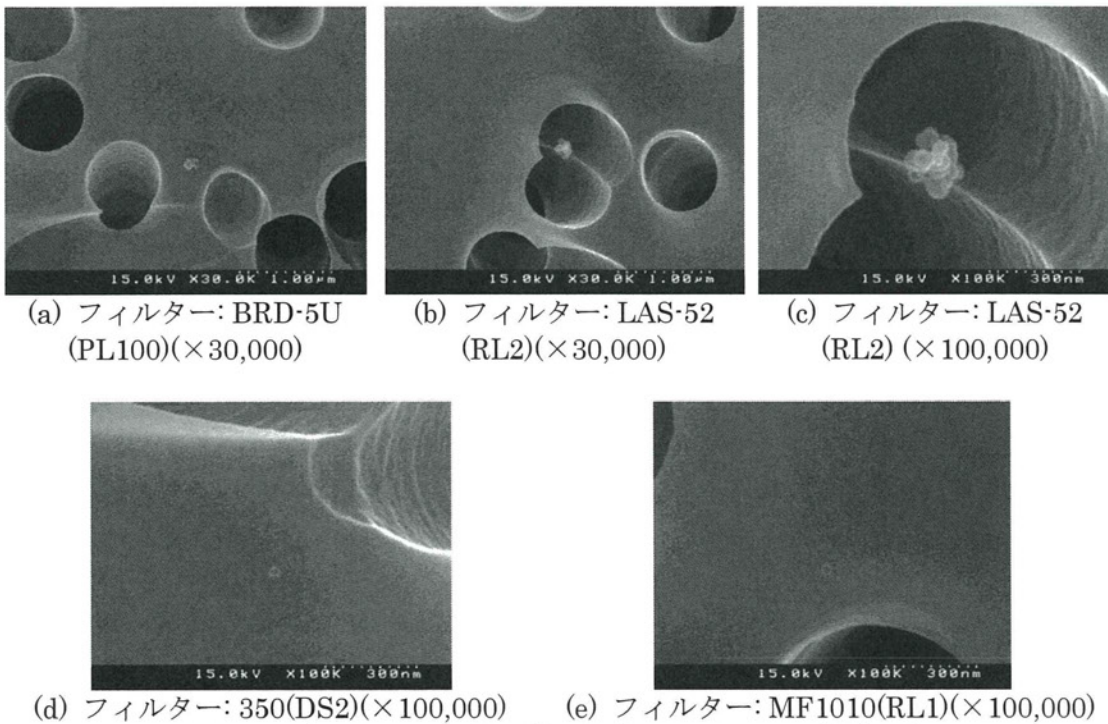


図 4.73 各フィルターを通過した粒子の FE-SEM 観察画像

4.6.9 考察

区分 PL100、RL3 の BRD-8U と RD-5U は全ての粒子に対して極めて高い捕集性能を示していた。

メカニカルフィルターである LAS-52(RL2)は、ポリスチレンラテックス粒子(100nm)と二酸化チタンの結果から粒径が約 200nm において捕集効率の低下が確認された。また、二酸化チタンについては、粒径が 200nm より小さくなる程、捕集効率が高くなっている事がわかる。これはメカニカルフィルターの捕集理論に一致するような結果であると言える。図 4.74 にメカニカルフィルターの捕集理論における粒子径と捕集効率の関係図を示す。沈降、慣性、さえぎり、拡散の、4つの効果が組み合わされて捕集がなされる。そして、約

300nm において捕集効率が低下し、ナノ粒子については拡散効果によって捕集され、粒径が小さいほど拡散効果が有効であるとされている。このことから、今回の結果においても粒径が小さくなるほど捕集効率が上昇している事から、拡散効果によってナノ粒子は捕集される事が示唆される。

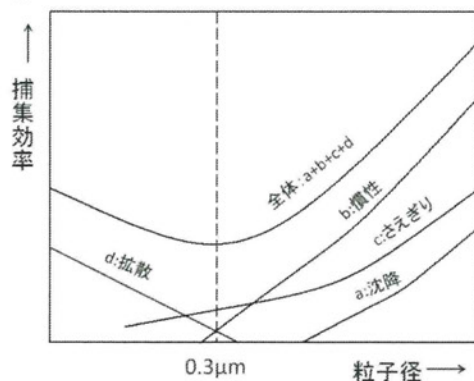


図 4.74 メカニカルフィルター捕集理論

静電フィルターについては、二酸化チタンの結果から約 50nm において捕集効率の低下が確認された。しかし、ポリスチレンラテックス粒子(50nm)を用いた試験では、FE-SEM 観察において MF1005, MF1010 の両フィルターにおいて粒子の通過が確認されなかった。静電フィルターは静電気力によって粒子の捕集を行う事から、粒子の帯電性の違いによって捕集性能に違いが出る事が示唆される。また、静電気力は粒子だけが帯電している状態でも働くため、メカニカルフィルターにおいても粒子の帯電性の違いによって捕集性能に違いが出る事が考えられる。今後、ポリスチレンラテックス粒子(50nm)を用いて捕集効率の算出を行い、試験粒子を増やす等して、粒子の帯電性の違いによる検討を行う予定である。また、静電フィルターは、メカニカルフィルターにおいて捕集効率の低下がおこる粒径約 200nm においては極めて高い捕集効率を示していた。

4.7 総括

多層カーボンナノチューブのような繊維長の長い粒子については、全てのフィルターで通過が確認されなかった事から、球形の粒子に比べて捕集されやすい事が示唆される結果であった。

なお、銀ナノ粒子の捕集効率の算出は検討中である。今後は、粒子の帯電性の違いによる静電フィルターの捕集性能の検討、300nm ポリスチレンラテックス粒子に対するメカニカルフィルターの捕集性能の検討を行い、更なる解明を行っていく予定である。

5. ナノマテリアル粒子捕集用サーマルプレシピテーターの開発

5.1 はじめに

近年、新たな機能性を持ったナノマテリアルの開発が盛んであるが、その一方でこれまでと異なる性質を持ったナノサイズの微粒子が生体へ与える悪影響が懸念されている¹⁾。日本においても、厚生労働省、経済産業省、環境省等が安全性の評価や対策の検討を行っている。これらの中で、曝露する可能性のある作業員や利用者への対策の一環として、ナノサイズの粒子の測定が求められている。

従来の作業環境中の粉じん濃度測定では重量測定が基本であり、主に数百 nm から数 μm の粒子が中心として測定されており、数十 nm サイズの粒子は重量に占める割合が小さいことから重要視されてこなかった。そのため、ナノサイズの粒子を測定するためにはそれに特化した測定機器が必要となる。しかしながら、現在市販されている 100nm 以下まで測定できる機器の多くはもともと一般大気やクリーンルーム等比較的汚染の少ない環境において測定することを前提としている面があり、作業環境のような汚染物質濃度の高い状況も想定される環境での使用には向いていないことが多い様に思われる。また、作業環境中には作業由来の粒子の他に一般大気中に存在するナノサイズの粒子も混在しているため、それらを区別して評価する必要がある。そのため、粒子を捕集して走査型顕微鏡による形態観察や透過型電子顕微鏡による組成分析を行うことが重要となる。

粒子の捕集方法としてはろ過捕集法や慣性力を利用した方法、静電気力を利用した方法等もあるが、本研究では熱泳動力を利用した方法に着目した。温度勾配による粒子の運動については、すでに 19 世紀に Tyndall²⁾や Aitken³⁾により観察されているが、粒子の捕集に用いられたのは 1935 年のことである。熱泳動を利用した粒子捕集装置であるサーマルプレシピテーターは、Whytlaw-Gray と Lomax により開発され、Green と Watson により粉じん捕集機器としての性能が調査され、標準の粉じん捕集機器として改良された⁴⁾。その後、粉じんや大気中エアロゾル以外にも、バイオエアロゾル^{5), 6)}や放射性物質⁷⁾等の測定に利用されるようになり、それを利用した報告も多数に上るため、粒子の捕集方法としては主要な 1 つということが出来る。近年では、ナノサイズの粒子の捕集への適用した例が報告されている⁸⁾が、主に大気中の新粒子生成の研究等に利用されており、作業環境中への適用例はほとんど無いのが現状である。

サーマルプレシピテーターの利点として、ろ過捕集や静電捕集と比較して、沈着速度が緩やかであるため、粒子の形状・凝集状態が保たれたまま捕集が可能である点が挙げられる。環境中のナノ粒子は単分散しているとは限らず、むしろその多くは凝集していることが予想される。捕集の際に凝集状態が変化することにより、実際に浮遊している状態と異なって観察されることを防ぐために、サーマルプレシピテーターは有効な捕集手段となり得る。

そこで、本研究では、現場適用可能な小型でかつ安価なナノ粒子捕集装置の開発を目的として、従来型のサーマルプレシピテーターをナノ粒子用に改良したサーマルプレシピテ