

# マイクロメートル粒径域に対応した 気中パーティクルカウンタの校正サービス



飯田健次郎

いだけんじろう

Email: kenjiro.iida@aist.go.jp

産業技術総合研究所  
計量標準総合センター  
物質計測標準研究部門  
粒子計測研究グループ  
主任研究員

2008年、米国州立ミネソタ大学機械工学科博士課程修了。産総研 NMIJ 応用統計研究室でのポストドク研究員としての期間を経て 2009 年に 4 月に常勤職員として入所。所属学会：日本エアロゾル学会、アメリカエアロゾル学会、日本 PDA 製薬学会。2017 年に日本エアロゾル学会より計測賞を受賞。

当該研究テーマ以外に、エアロゾル粒子への核凝縮についての研究、および核凝縮を応用した数ナノメートル粒径域でのエアロゾル粒子計数器の開発に従事。

当該テーマの共同研究者：水上敬（リオン株式会社）、下野彰夫（㈱汀線科学研究所）、伊藤文成（JAXA）、桜井博（産総研）

空気清浄度モニタリングに用いられる気中パーティクルカウンタの計数効率の校正をマイクロメートル粒径域で実施することはこれまで困難でした。しかし、産総研が開発したインクジェットエアロゾル発生器を用いることで、そうした校正が可能となりました。この技術により、製薬環境などでの気中浮遊菌モニタリングなど、サブマイクロからマイクロメートル粒径域の気中パーティクルを対象とした清浄度管理に貢献します。

## 1. 空気清浄度モニタリング

気中に浮遊する微粒子が製品に付着することは、産業活動の様々な場面で望ましくなく、これらの状況での微粒子はパーティクル（異物）と呼ばれます。パーティクルが付着すると生産効率が低下する可能性のある製品の例として、電子デバイス、医薬品、液晶、光学部品、精密加工品、食品、人工衛星などがあります。電子デバイス製造では  $0.1 \mu\text{m}$  以上、その他では  $0.3 \mu\text{m}$  以上のパーティクルを測定し清浄度管理を行うのが一般的です。

光散乱式気中パーティクルカウンタ（気中 OPC）は吸引したエアロゾル中のパーティクルがレーザー光を通過した際に発する散乱光パルスの数より濃度を測定し、各パルスの高さより粒径を測定します。気中 OPC はパーティクル計数値の正確さを追求した計測器です。

気中 OPC の世界市場は数百億円規模であり、アジア太平洋領域での医薬品・電子デバイス産業の成長が市場ポテンシャルと報告されています。今注目されている気中 OPC の測定対象は医薬品製造環境に浮遊する細菌やカビなどの微生物（以下、気中浮遊菌）です。気中 OPC が測定したパーティクル数がリアルタイムでの気中浮遊菌の指標として活用されています。

微生物の粒径は単体で浮遊していれば数マイクロメートルです。これより、日本薬局方では、気中 OPC で測定した  $0.5 \mu\text{m}$  以上および  $5.0 \mu\text{m}$  以上の粒子数濃度の上限を、各医薬品の製造で求められる清浄度のグレードによって規定しており、この測定には粒子計数効率（以下、計数効率）が校正された気中 OPC を使用することとしています。

## 2. 気中 OPC の校正

気中 OPC の計数効率の校正には、気中 OPC の規格 ISO 21501-4 (JIS B 9921) に記された手法が世界的に採用されています。この手法では、図 1(a) で示すように、試験粒子を混合チャンバー内に一様に分散させ、参照標準器と校正対象の気中 OPC と

でチャンバー内の粒子数濃度を同時に測定し、これらの粒子数濃度を比較することで計数効率を評価します。

しかし現行法を微生物（および微生物が付着したパーティクル）が属するマイクロメートルオーダーの粒径域に適用することは困難です。その理由は、マイクロメートル粒子群は、気中での慣性運動および重力によりチャンバー内や配管の壁に沈着しやすく、そのためチャンバー内にこれらの大きさの試験粒子を一様に分散することが困難だからです。

この課題を解決するため、産総研では図 1(b) で示すように、粒径が揃ったマイクロメートルオーダーの試験粒子を正確な数で発生させ、OPC を校正するための技術として、インクジェットエアロゾル発生器 (IAG) を開発しました。現在、IAG を用いた気中 OPC の計数効率の校正依頼試験を行っております。

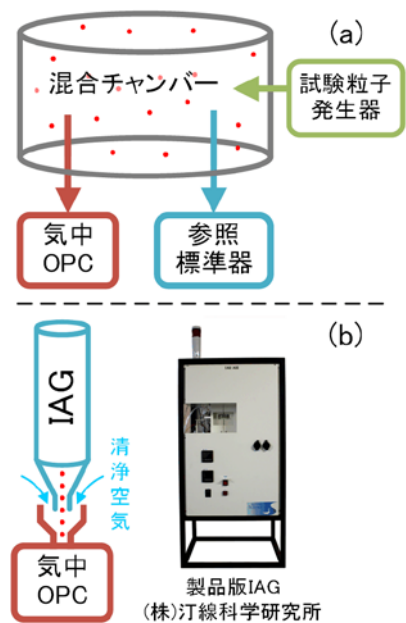


図 1. 気中 OPC の校正法。(a) 現行規格による並行測定法。(b) 産総研が開発した発生器法

### 3. インクジェットエアロゾル発生器

図2に IAG の動作原理を示します。まずインクジェットノズルにて溶液を一定の頻度で液滴として吐出します。すると、液滴中の溶剤成分が蒸発し、溶質成分がエアロゾル粒子になります。校正サービスでは 10 個/秒から 100 個/秒の範囲で、試験粒子を発生させます。この粒子発生頻度の拡張不確かさは 0.5% であり、IAG の発生粒子数の精度は、市販されているエアロゾル発生器の中で最も高いものです。

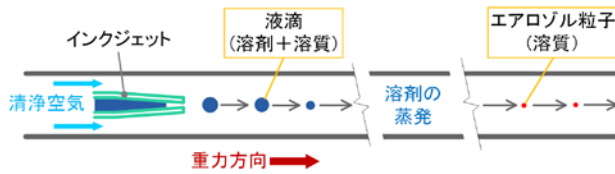


図2. IAGの動作原理

IAG の粒子発生頻度は、インクジェットヘッドに印加する矩形駆動パルスの周波数と同じです。この矩形パルスの周波数を、校正された周波数カウンタで測定することで、IAG の粒子発生頻度を国際単位系にトレーサブルにしています。

気中 OPC の校正の際に IAG で発生する試験粒子の例として、ラクトース水和物と塩化ナトリウムの粒子群の電子顕微鏡画像と、画像解析より得た粒径分布を図3に示します。ラクトースは製薬環境中のパーティクルを模擬する粒子種です。粒径分布幅は比較的狭く、粒径標準のポリスチレンラテックス球と同等の単分散性を有しています。塩化ナトリウムはラクトースに比べるとやや非球形ですが、材料密度が既知であるため、粒子の体積等価径がラクトースより正確に求まる特長があります。

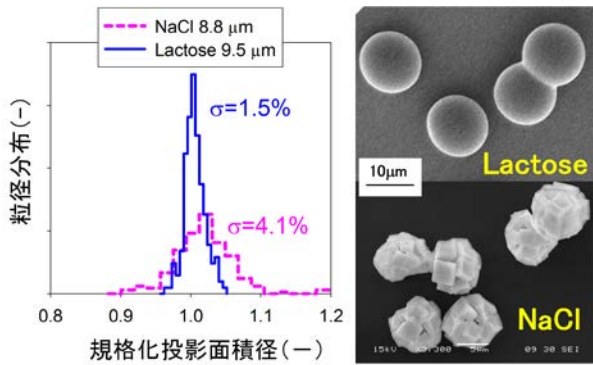


図3. IAGで発生した試験粒子の例

(出版社より許可を得て参考文献2のデータを使用)

### 4. IAGからの気中OPCへの粒子導入法

図1(b)で示した発生器法による校正では、一様に混合した実大気がOPCに等速吸引される状況を模擬します。

クリーン環境中で使用される気中OPCには、等速吸引プローブと呼ばれる図4が示すような円錐状の吸引口（インレットと呼ぶ）が取り付けられるのが一般的です。このインレットから、数リットル毎分から数十リットル毎分と比較的大きい流量でクリーン環境中の大気をサンプリングします。IAGを用いた校正では、図4が示すように、インレット上を円管で覆い、円管内に清浄シーズ流を供給します。そして清浄シーズ流の流速が気中OPCのインレットでの平均流速と同じ速度となるようにシーズ流量を調節し、等速吸引に近い気体の流れを実現します。

IAG 出口では試験粒子はエアロゾル流のほぼ中心軸上に偏在しています。これらの試験粒子を、インレット面の異なる位置に導入することで、パーティクルが一様に混合した実大気がインレットに吸引される状況を模擬します。具体的には、例えば一様分布など、インレットでの流速分布を複数想定し、それに基づいてインレット上に流量が等しい4つの領域を仮想します。そして、それぞれの領域に同じ数の試験粒子をIAG出口より導入します。

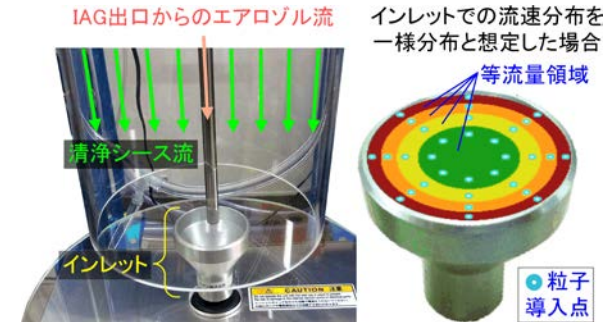


図4. IAG出口から気中OPCインレットへの粒子導入法

### 5. IAGを用いた気中OPCの校正結果の例

IAGを用いて気中OPC（オムロン ZN-PD50S）の計数効率を評価した例を図5に示します。仕様ではこの気中OPCは粒径5 μm以上のパーティクルを計数します。粒径5 μmでは、塩化ナトリウム(SC)およびラクトース水和物(LM)を試験粒子とした場合、計数効率が大きく異なります。これはSCとLMの光学的特性の違いによるものであり、この粒径ではSCの方がLMより光を強く散乱するためです。また、粒径10 μmでは13%から21%の計数損失が見られます。これは吸引された粒子が慣性によって気流から逸れ、円錐状インレットの斜面に沈着しているためと思われます。粒径10 μmでの計数効率の最も大きな不確かさ要素は、図5中の表が示すように、仮想したインレット面での流速分布によって結果が異なることによる不確かさです。

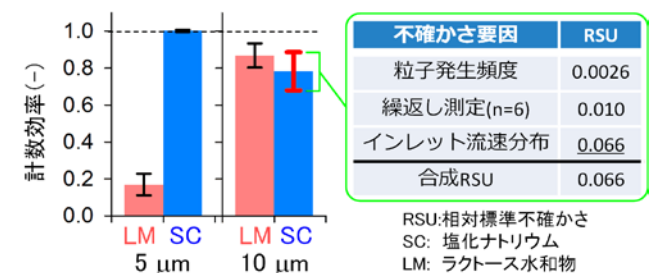


図5. IAGを用いた計数効率の校正結果の例

### 6. 今後の展望

IAGを用いた気中OPCの評価法の標準化を、リオン(株)と協力して進めています。具体的には、マイクロメートル粒径域での計数効率評価の代替的な手法として、本手法がISO 21501-4 (JIS B 9921)に採用されることを目指しています。また、気中OPCの用途がより高濃度な一般大気などでの観測に拡張していることから、IAGも現状より高濃度で試験粒子を発生できるようにすることも、今後の課題です。

### 参考文献

[1] K. Iida et al, *Aerosol Sci. Tech.*, **48**(8), 789-802 (2014).  
 [2] 水上敬, 他, *エアロゾル研究*, **32**(1), 29-36 (2017).  
 [3] 飯田健次郎, 他, *エアロゾル研究*, **27**(4), 341-349 (2012).