

光散乱式パーティクルカウンタの基礎と 測定誤差低減のための測定方法

Basic instructions for optical particle counter and construction method
for minimizing errors in measurement

大 橋 沙 季 Saki Ohashi

Abstract

An optical particle counter for airborne particle is one of the easy-to-handle measurement equipment to evaluate cleanliness of the environment. However, without handling in appropriate way, the measuring result might contain errors, and the usage causes a malfunction of the equipment. In this report a basic structure of optical particle counter and methods for constructing the fluid system are shown to achieve precise measurement.

キーワード：

光散乱式パーティクルカウンタ Optical particle counter 浮遊粒子 Airborne particle
流体系 Fluid system 光散乱 Light scattering 測定誤差 Error in measurement

1. はじめに

精密電子機器や半導体、医薬品業界において、高い製品品質を担保するためには製造現場の清浄度管理が必要不可欠である。空気中の粒子計測には電子顕微鏡、DMA（微分型電気移動度分級器）、カスケードインパクトなどの機器が用いられている。顕微鏡は粒子の幾何学的な形状の観察に役立つが、試料の前処理が必要で測定に時間がかかる。DMAは特定の粒径を分級する機器であり、複数粒径の試料濃度をリアルタイムで把握することは難しい。カスケードインパクトは測定前の機器の準備や捕集した粒子の後処理が煩雑で、測定から解析までに時間を要する。即時性に優れ、前処理が不要、かつ手軽な測定が実現できるという点において、光散乱式パーティクルカウンタ（Optical Particle Counter、以下OPC）は有用な計測器である。しかしOPCの原理上、もしくは誤った測定系によりその測定結果には誤差が生じることがあるため、取り扱い方法には注意が必要である。

本解説では、OPCの構造と粒子検出原理、基本的な使用方法について解説する。また、測定誤差を最小にするための適切な測定系の構築方法についても紹介する。

2. 粒子の光散乱特性

粒子に光が当たると、反射、屈折、回折、吸収、散乱などの現象が引き起こされる。このとき、粒径が光の波長より十分に大きい場合は反射や屈折、回折現象が支配的となり、粒径が波長と同等あるいは小さい場合には吸収と散乱現象が支配的となる。

散乱とは光の電磁波としての特性により引き起こされる現象である。電磁波は電界と磁界が直交状態で振動している。光が粒子を通過すると、電界の振動により粒子を構成する原子核と電子間に電気双極子が形成される。光の振動方向に合わせて電気双極子が振動することで、粒子を起点とした球面波が誘発され、電磁波が放出される。これが散乱光の発生原理である¹⁾。

粒径に比例して粒子内部の電子双極子の数も多くなるため、粒径が大きいほど散乱光強度も大きくなる。散乱光強度は粒径のほか、粒子の屈折率、光源波長、光源出力、散乱光の検出方向にも依存する。OPCは粒径と散乱光強度の関係を利用し、粒子数と粒径を決定する計測器である。

3. 内部構造と検出原理

OPCは主に粒子検出部と流体部から構成されている。粒子検出部は図1に示すようにレーザ、集光レンズ（照明側、受光側）、受光素子、インレットおよびアウトレットノズルから成る。インレットおよびアウトレットノズルは粒子を含んだ試料空気が通過する経路である。インレットノズル通過後の粒子に、照明側集光レンズを通して成形されたレーザ光が当たると、粒子から散乱光が誘発される。散乱光の一部は受光側集光レンズを通して集光され、受光素子に入射する。受光素子は光の強度に応じた大きさの電気信号を出力する素子であり、散乱光はパルス状の電気信号に変換される。パルス電圧が任意の閾値電圧を超えたとき、OPCは閾値電圧に対応する粒径を粒子の大きさとして判断し、その回数を粒子の個数としてカウントする。

粒子検出部を構成する部品は位置関係が崩れると測定精度に影響が出るため、厳密に配置されている。しかし極端な温度変化や強い衝撃が加わるとずれが生じる場合がある。OPCは仕様温湿度内で使用し、運搬や設置の際には強い衝撃が加わらないように十分な注意を払う必要がある。

流体部は試料吸引を目的としたエアポンプのほか、外部へ放出される試料空気をろ過するエアフィルタ、吸引時の定格流量を調節する流量計などから構成される。流体の乱れによりアウトレットノズルから排出されずに残留した粒子は、粒子検出部内で循環し光学部品や受光素子を汚染したり、偽計数の要因となることがある。OPC

のモデルによってはシースエア（インレットノズル通過後の試料を包み込む清浄空気）、パージエア（粒子検出部に常時送られる清浄空気）システムを採用し、光学部品を清浄に保てるよう工夫されているものもある。

OPCの特性として、散乱光強度が粒子の屈折率にも依存することに留意する。OPCの校正方法及び検証方法に関するISO・JIS規格（ISO 21501-4、JIS B 9921）の中で、OPCの校正時には波長589 nm（ナトリウムD線）において屈折率1.59付近を示す粒子を校正用粒子として使用することが要求されており、一般的にポリスチレンラテックス（PSL）が該当する。そのため、PSLと異なる屈折率の粒子を測定した場合、OPC上で示される粒径と物理的（幾何学的）粒径が乖離することがある。OPCが示す粒径は校正用粒子に対する光散乱相当径であることを念頭に置いたうえで使用すること。例えば、0.1 μm の球形PSL粒子から生じる散乱光に比べて、同径のAu粒子の散乱光は約25倍になる。

4. 基本的な使用方法

4.1 電源起動から測定まで

電源投入前に、インレットに取り付いているキャップを外すか、ゼロカウンタフィルタを取り付ける。OPCのモデルによっては電源投入と共に内部のポンプが動作するものがあり、インレットが封をされているとポンプへの過剰負荷となりうるためである。OPCを長期間使用していない場合には、ゼロカウンタフィルタを取り付けて日常点検を実施することを推奨する。フィルタもしくは機器内部が汚染されている場合には、計数がゼロと

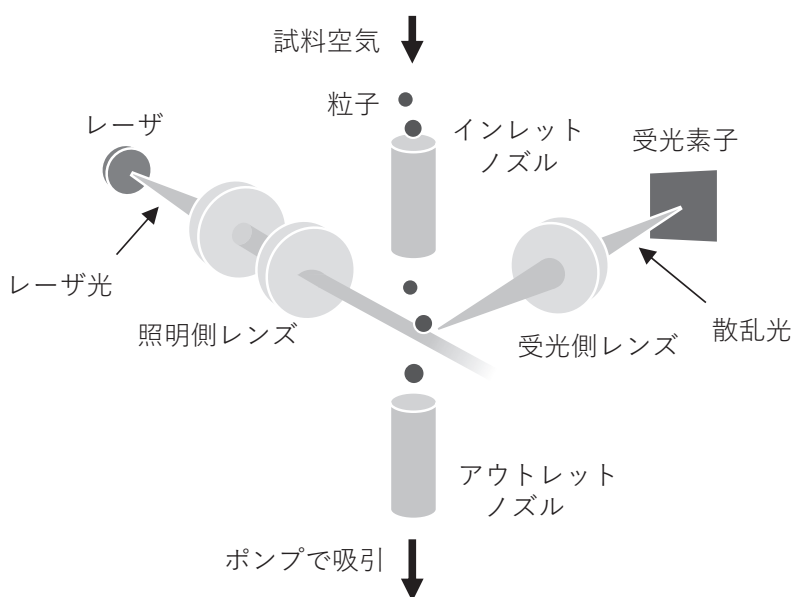


図1 粒子検出部の内部構造

ならない。

一方向気流の広い空間を測定するときは、インレットに等速吸引プローブを取り付けて測定する。測定中は気流の向きに添う角度でOPCを保持もしくは設置すること。また、測定場所の周囲に壁や障害物があると気流が乱れるため、障害物が近くに置かれてない環境での測定が望ましい。測定場所が狭く機器を設置できない環境や、機器と測定場所が離れている場合にはサンプリングチューブを取り付けて測定する。チューブの選定や配管方法には注意が必要であるため、5章にて詳細に述べる。

4.2 測定結果の確認

測定毎に測定結果に異常が発生していないかを確認する。測定中にレーザの出力低下やポンプの流量不足などが発生した場合、機器によってはエラーが表示される場合がある。エラー発生時の測定結果は信頼性に欠けるため、正式な結果として採用しないこと。OPCは繊細な計測器であるため、1年ごとにメーカーに定期校正を依頼することを推奨する。また、日常点検時に複数回繰り返し測定してもゼロカウントが得られない場合や、測定中にエラーが頻発する場合にも点検を依頼することが望ましい。

5. 測定系の構築

流体系を考慮せずにサンプリングされた試料空気は、その計数値が実環境の粒径分布や濃度と異なる可能性がある。本章では、計数損失や過剰計数により測定空間の粒子濃度を過小・過大評価することとならないよう、測定系を構築する上での注意点を測定シーンごとに紹介する。

5.1 等速吸引プローブの役割

粒径が小さい粒子に比べて、大きい粒子は慣性力や重力の影響を受けやすい。気流中の粒径が広い範囲に及ぶ場合、その粒径分布を考慮しないと大きい粒子の計数損失や過剰計数が発生する。実環境の粒子濃度および粒径分布を一定に保った状態でサンプリングするためには、気流速度とOPCの吸引速度を等しくすること（等速吸引）が必要である。図2は、粒径と流速比の関係を示している。吸引速度が気流速度を上回ると粒径の大きい粒子の計数損失が発生し、吸引速度が気流速度を下回ると粒径の大きい粒子の過剰計数が発生することが分かる²⁾。

実環境において両速度を一致させることは容易ではないが、等速吸引プローブを使用することで吸引速度を気流速度に近づけることができる。等速吸引プローブは一

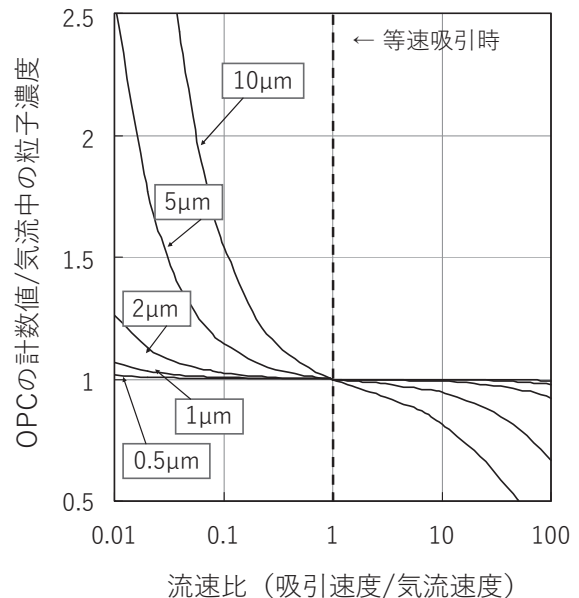


図2 計数値の流速比依存特性

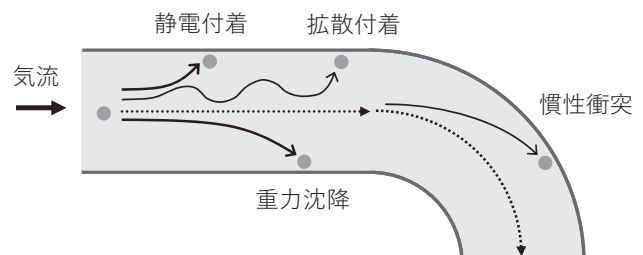


図3 配管内で発生する粒子沈着

方向気流の空間をサンプリングする場合に使用されるものだが、一般的なクリーンルームの気流速度である0.3～0.5 m/sや、無菌医薬品製造場所において推奨される0.45 m/s±20%を考慮して設計されている³⁾。なお、OPCの定格流量によって適切な等速吸引プローブの形状は異なるため、機器の流量仕様に合わせたものを使用する。

5.2 サンプリングチューブ

サンプリングチューブを使用する場合、配管内と大気内の粒子の振る舞いは大きく異なるため、それらの特性をよく理解したうえで使用することが推奨される。

図3は配管内で起こりうる粒子沈着現象を示している。粒径の小さい粒子は拡散により、また粒径の大きい粒子は重力沈降により管壁に付着する傾向がある。配管の素材や配置形状によっては静電付着や慣性衝突が起こりやすくなる。配管長、配管素材、配管方法を適切に選択することで、配管内での計数損失を最小限にすることがで

きる。

5.2.1 配管長の計数値への影響

図4は、試料流量2.83 L/min、配管内径5 mmのときの配管長と粒子の透過率の関係を示したものである。ここで、透過率は配管内に導入された粒子が管壁内で沈着せずにOPCに到達することができる割合を示す。主に0.1 μm 以下と0.5 μm 以上の粒径で、配管長と透過率は反比例の関係にある。配管が長い場合、粒径の大きい粒子は重力によりOPCに吸引される前に管壁に沈降する。粒径の小さい粒子は拡散により管壁に捕集される確率が高くなる。OPCの定格流量や配管径により透過率は変化するものの、可能な限りサンプリングチューブは短くして使用することが望ましい。

曲げ半径が小さい配管内では、気流速度が大きく粒径が大きい粒子ほど慣性衝突による沈着が起こりやすくなるため、可能な限り曲げのない配管を推奨する。設置す

る上で曲げが避けられない場合にも、計数損失を最小化するために曲げ半径を大きく保つこと。なお、チューブの折れは計数損失だけでなくポンプへの過剰負荷となり機器の故障に繋がるため厳禁である。一旦折れ跡が付いたチューブは折れた箇所に粒子が蓄積しやすくなるため、新品に交換することが望ましい。また、試料空気をサンプリングする位置よりOPCを低い位置に配置することで、重力による計数損失を減らすことができる。

5.2.2 配管素材の計数値への影響

粒子は他の粒子や固体と接触することで容易に帯電する。帯電しにくい配管素材を選定することで、配管内沈着による計数損失を小さくすることができる。OPCと組み合わせてよく使用される配管素材ごとの、電位と粒子の透過率の関係を図5に示す¹⁾。導電チューブには一般的にポリウレタン素材が使われている。エリコンは食品や医薬用途に推奨されている特殊な塩化ビニル素材

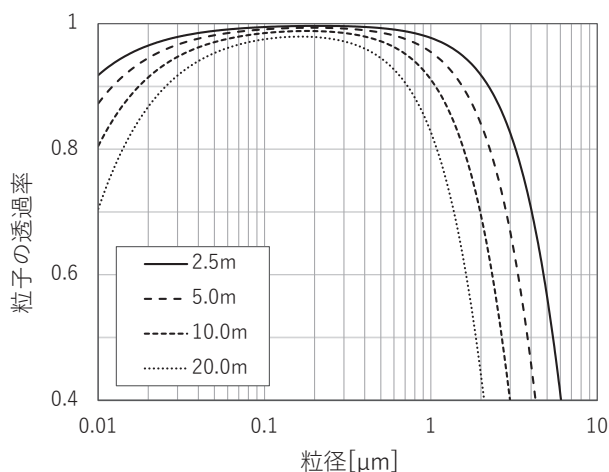


図4 配管長と粒子の透過率の関係

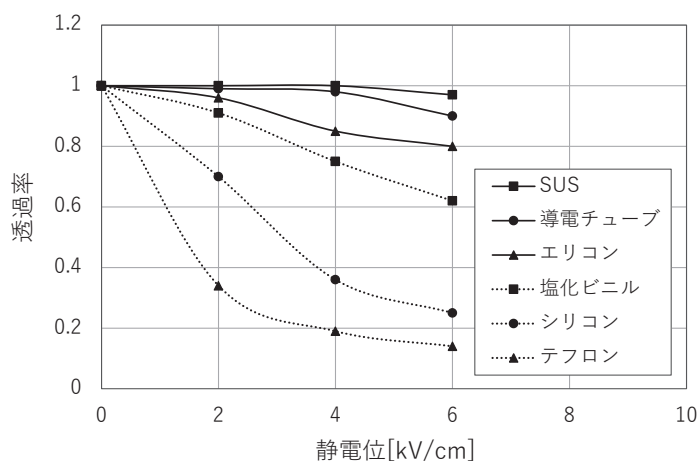


図5 配管素材と粒子の透過率の関係

のチューブである。本実験では、各素材のチューブを一对の金属板で挟みこみ、任意の電圧を印加することで配管の帯電状態を制御している。実験条件は試料流量500 mL/min、チューブ内径5 mm、チューブ長30 cmである。

シリコンやテフロンチューブは帯電しやすい傾向にある一方、SUS（ステンレス）やエリコン、導電チューブは帯電しにくく計数損失を低く抑えることができる。SUSはOPCを運搬して使用する場合には不向きであるが、長期間使用し続けても配管内への粒子の蓄積が少なく、定期的な交換が不要であるというメリットがある。

5.3 陽圧状態の試料測定

OPCは大気圧で使用することを想定して設計されているため、陰圧・陽圧状態の試料空気をOPCに直接導入することは望ましくない。圧縮空気など陽圧状態の試料空気を導入した場合、試料空気の流量とOPCの定格流量が一致している場合でも、設計時に想定されていた流体系が崩れるため、計数誤差、光学部品の汚染やポンプへの負荷の原因となる。

解決策として、図6に示すように三方継手（T字継手）やニゲのあるエアチャンバを使用し、試料空気のニゲを確保した流体系にする方法がある。このとき、試料空気の流量は流量調整バルブなどでOPCの定格流量よりも大きくすることに注意する。試料空気の流量がOPCの定格流量よりも小さい場合、外部の試料が混入し、試料空気ではない環境を測定することになる。

6. パーティクルカウンタの原理上発生する測定誤差

6.1 同時通過損失

粒子検出領域を複数の粒子が同時に通過すると、電気信号に変換された複数のパルス同士が近接し、実際より

大きい一つの粒子として計数されることがある。このときに起こる粒子の数え落としは同時通過損失と呼ばれ、試料空気中の粒子濃度が高くなるにつれて発生確率が上がる。同時通過損失の影響を小さくするための粒子濃度の目安としては、OPCの最大粒子個数濃度を参考にすればよい。ISO・JIS規格では、最大粒子個数濃度による同時通過損失は10%以下と規定されている。

高濃度試料は計数損失だけでなく、機器内部の汚染をも引き起こす。一度汚染されたOPCは清浄空気を長時間吸引させても内部の粒子を取り除くことが難しく、メーカーでの分解洗浄が必要となる場合がある。高濃度試料の測定が要求される場合には、希釈装置を使用するなどして最大粒子個数濃度を十分に下回るように処理してから測定を行うことが望ましい。

6.2 偽計数

偽計数とは、試料空気に粒子が存在しないにもかかわらず、見かけ上発生する計数値のことである。ISO・JIS規格では単位体積当たりの計数値（個/m³）として表される。偽計数の要因は光ノイズ、電気ノイズ、機器内の流路汚染など様々であり、ゼロにすることは極めて困難である。高潔浄環境下では測定結果に対する偽計数の割合が大きくなるため、使用するOPCの取扱説明書や仕様書を参照して、仕様上の偽計数を把握しておくことが望ましい。

6.3 過少計数による統計誤差

清浄度の高い環境では、サンプリングする試料の体積が小さい場合に統計的な測定誤差が引き起こされる。

任意の体積だけサンプリングした試料空気に含まれる粒子の個数はポアソン分布に従うと仮定する。例として、試料空気の粒子濃度が2個/Lの場合を考える。図7に、

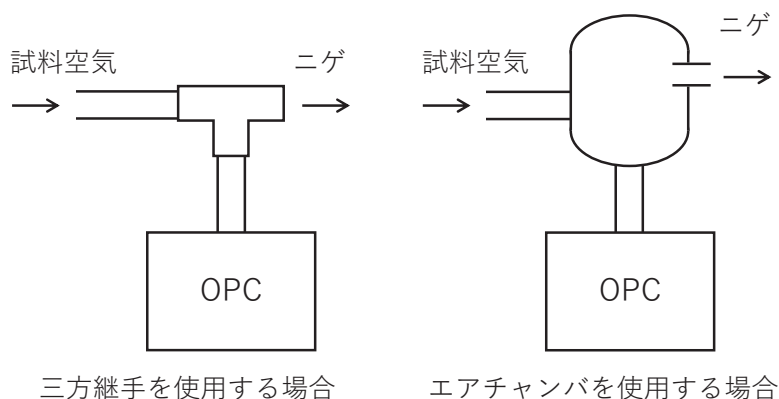


図6 陽圧状態の試料空気の測定系

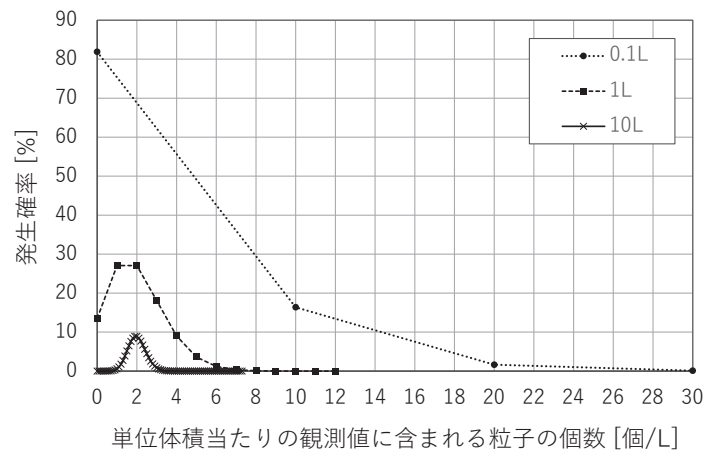


図7 サンプル体積内に含まれる粒子の個数の確率密度関数

サンプル体積を0.1 L、1 L、10 Lと変化させたときの、単位体積あたりに含まれる粒子の存在確率を示す。図中のそれぞれのグラフは確率密度関数であるから、各プロットの総和は1（発生確率100%）となる。ここで、元の試料空気を母集団、サンプリングした試料空気に含まれる粒子の個数を観測値と捉えた場合、信頼区間90%における観測値からの母集団の推定濃度区間は0.1 Lのとき0～30 個/L、1 Lのとき0.4～6.4 個/L、10 Lのとき1.3～2.9 個/Lとなる。よって、サンプル体積が大きいほど母集団の性質をよく近似することが分かる。

適切なサンプル体積を決定する方法として、ISO 14644-1、JIS B 9920-1（クリーンルームの清浄度管理規格）を参照することを推奨する。本規格内では、空気中の清浄度評価時はサンプル体積を最低2 Lとするか、1分間測定するよう規定されている。短時間で十分な計数値が得られない高清浄度環境下では、目標清浄度クラスに対して計数値が20個となるまで測定を続ける。逐次サンプリング法を利用すれば、測定時間を短縮することも可能である。

7. まとめ

OPCの構造および粒子検出原理と、基本的な測定方

法について紹介した。OPCは様々な粒子計測方法の中でも、運搬が容易であり測定から結果の確認までを現場で行えるという利点がある。しかし、手軽さゆえ、内部の構造と原理をよく理解せず使用した場合、様々な要因によって引き起こされた誤差が測定結果に反映されてしまう。OPCの性質をよく知り、使用環境や試料が機器の仕様を満たしているかを確認したうえで、測定系にも注意を払いながらOPCを活用していただきたい。

参考文献

- 1) 柴山充弘、佐藤尚弘ほか：光散乱法の基礎と応用、講談社、p.7、2014
- 2) ウィリアム C.ハインズ：エアロゾルテクノロジー、井上書院、pp.182～186、1985
- 3) 厚生労働省事務連絡：無菌操作法による無菌医薬品の製造に関する指針、平成23年4月
- 4) 蛭田陽一、白石二人：粒子計測におけるサンプリングチューブの影響について、エアロゾル科学技術研究討論会予稿集、第3回、pp.98～101、1985