



HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	水中の微粒子計測
Author(s)	財津, 靖史; 大戸, 時喜雄; 平岡, 睦久 他
Description	第1回衛生工学シンポジウム (平成5年11月17日 (水) -18日 (木) 北海道大学学術交流会館) . 4 計測手法 . 4-4
Citation	衛生工学シンポジウム論文集, 1, 133-136
Issue Date	1993-11-01
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/7436
Type	departmental bulletin paper
File Information	1-4-4_p133-136.pdf



4 - 4

水中の微粒子計測

(株) 富士電機総合研究所 財津靖史, 大戸時喜雄, 平岡陸久, 井上公平

1. はじめに

衛生工学の分野での懸濁性と溶解性の境を、微粒子の大きさで考えると、ろ過に用いるフィルタの孔径から、 $0.45 \mu\text{m}$ 付近に境界があると考えられる。水中の微粒子を測る時、我々は暗に、この程度の粒径以上の粒子を想定し、濁度やSSといった尺度での測定を行ってきた。

一方、衛生工学以外の分野で、関心となる水中の微粒子の大きさを考えてみると、例えば半導体分野ではLSIの回路寸法から決まる関心粒径が1970年代半ばに $0.5 \mu\text{m}$ 、80年代初頭に $0.2 \mu\text{m}$ 、80年代末には $0.1 \mu\text{m}$ を切り、現在は $0.03 \mu\text{m}$ となっている。

このように、懸濁性とされる粒子の大きさに対する認識は、微粒子に関心を向ける側の立場や時代によって変わる。衛生工学の分野でも新しい処理プロセスの導入や、水質への関心の高まりにつれ、色々な局面で、この変化が生じる。微粒子の計測技術に対しても、従来の尺度である濁度・SSだけでなく多様な要求が寄せられつつある。

本文では、水中の微粒子の大きさをリアルタイムで測る方法を紹介する意味で、半導体・医薬・上水道などの分野で筆者らが開発してきた3種類の光学的微粒子計測装置について、装置の概要と応用例を報告する。

2. レーザ走査光散乱型微粒子計測装置¹⁾ (粒径： $0.07 \sim 10 \mu\text{m}$)

1) 原理

フローセル内を通過する試料にレーザー光を照射し、微粒子の通過によって生じるパルス状の散乱光を受光する。このパルス数で微粒子の数を、パルスの波高からMieの散乱理論にしたがって粒径を測定する。 図-1 に示す原理のポイントは以下の点である。

- ①微粒子を照射するレーザービームを、フローセル内で、できるだけ細く絞り、照射光強度を上げて散乱光を強くする。(検出感度の向上)
- ②絞ったビームを、試料流を横切る広い範囲で高速に走査することで、流路を絞ることなく、流路断面に対する照射領域の断面積比を大きく保つ。(単位時間当たり測定試料量の増加)
- ③微粒子の流過速度より十分に速いスピードでビームを走査することにより、微粒子が照射領域を通過する間に複数回の照射を行ない、照射によって生じた散乱光のパルス列の最大波高値を通過微粒子の散乱光パルス波高値とする。(粒径分解能の向上)

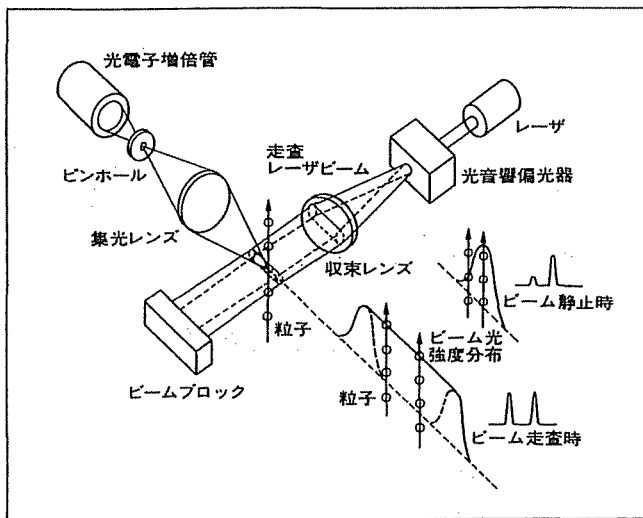


図-1 レーザ走査光散乱型装置の原理

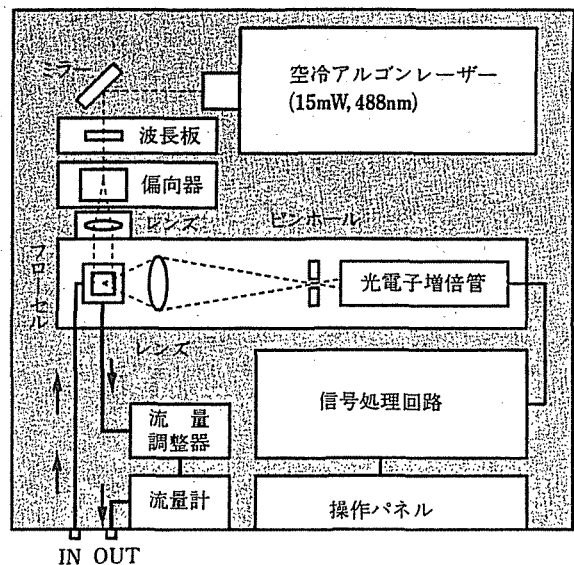


図-2 レーザ走査光散乱型装置の構成

2) 構成

図-2に装置構成を示す。走査ビームの径は $10\mu\text{m}$ 、ビーム走査幅は $200\mu\text{m}$ 、最小検出粒径は $0.07\mu\text{m}$ 、試料流量は $10\text{ml}/\text{分}$ 、 1ml の試料の測定に要する時間は10分である。レーザービームの走査は超音響偏向器で行う。 TeO_2 の光学結晶に $50\sim 100\text{MHz}$ の超音波を作用させ、疎密波による回折効果により、レーザービームを $20\sim 50\text{kHz}$ で高速走査する。波長板は、レーザービームの偏光方向を変化させることで、装置の粒径対散乱光特性を最適化するために用いている。

3) 測定例

図-3には、1個の微粒子が走査ビームの照射領域を通過する際に生じる散乱光パルス列を示す。微粒子はガウス分布状のビーム内光強度分布を、照射毎にサンプリングするようなかたちで、散乱光パルスを出しながらビームを通過する。装置は、この中の最大パルスの波高を、その微粒子の散乱光強度としてMieの散乱理論に基づく換算を行い、ビームを通過した1個の微粒子の大きさを測定・記憶する。単位試料量の測定後、個々の微粒子のデータを集計し、粒子個数濃度、粒径分布を出力する。

図-4には、標準粒子の粒径分布の測定結果を示す。

図-5には、超純水製造ラインでの個数濃度測定結果を示す。

3. 光遮断型微粒子計測装置²⁾

(粒径： $1\sim 50\mu\text{m}$)

1) 原理と構成

図-6に、光学系の構造図を示す。

発光ダイオードから出た光をマイクロレンズで平行光束とし、フローセルの中の約 $60\times 60\times 1000\mu\text{m}$ の有効視野領域を通過させる。光遮断型の名前が示す通り、平行光束を横切る1個の微粒子の「影」による透過光量変化をフォトダイオードで検出して遮光パルスの高さから微粒子の大きさと数を測定する。最小検出粒径は $1\mu\text{m}$ で、試料 1ml あたりの測定時間は6秒、粒子個数濃度と粒度分布の出力ができる。

装置は、光学系を含む検出部とデータ処理部(パソコン)からなり、内蔵のポンプが、 $10\text{ml}/\text{分}$ の流量で試料をフローセルに送る。

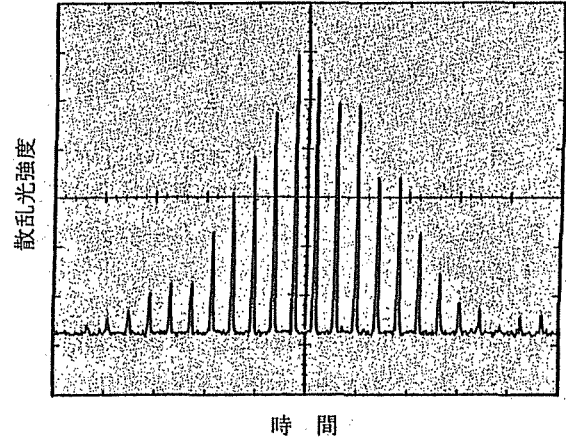


図-3 単一粒子通過時の散乱光パルス

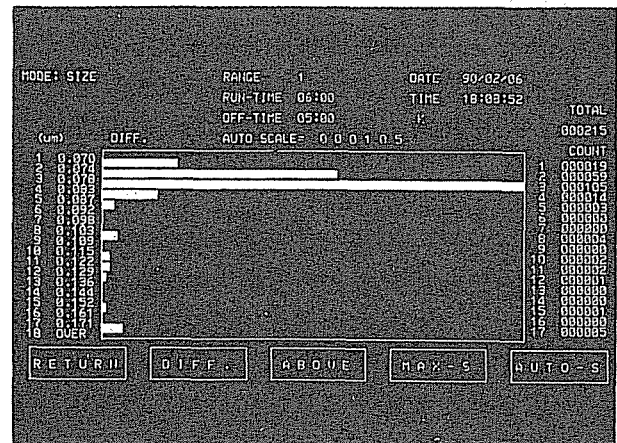


図-4 標準粒子($0.079\mu\text{m}$, 約200個)の測定

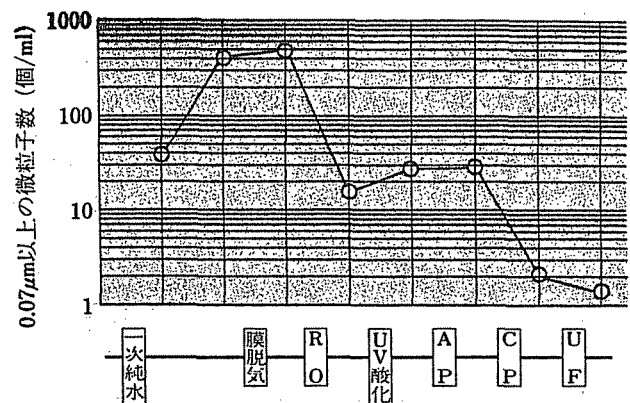


図-5 超純水製造ラインでの粒子数測定

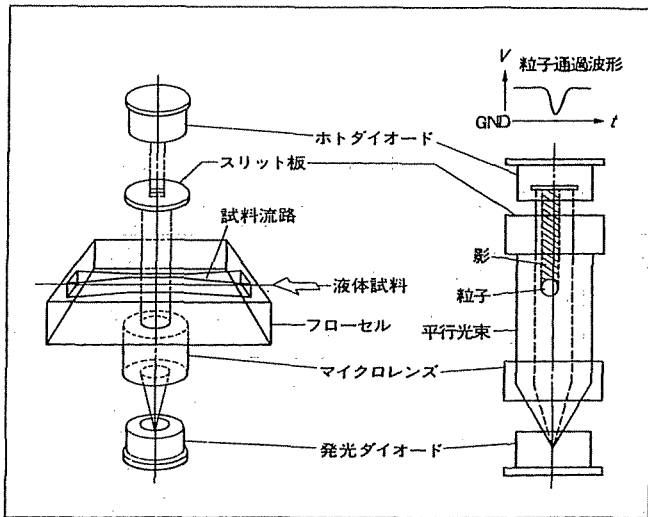


図-6 光遮断型装置の原理と構成

2) 測定例

図-7は粒径のわずかに異なる3種の標準粒子を混合して測定したときの遮光パルス波高の度数分布である。3種の粒子が3群のパルス波高(横軸)に分離されて検出されることがわかる。

図-8は、カオリン濁度標準液の測定例で、従来の濁度計に比べると低濁領域の測定性能が優れている。濁度1度は $1\mu\text{m}$ 以上の総粒子数で約 $3.7\text{万個}/\text{mL}$ にあたり、従来は不可能であった 0.01 度以下の濁度も安定して連続測定できる。

本来は、UF膜の2次側に設置して、膜異状の早期検知を行う目的に開発したが、水道水レベルの水質でも十分測定可能である。

図-9は、本装置を使った丹保らの実験結果で、凝集過程における各粒径の粒子の増減をリアルタイムで測定できることが示された。³⁾

4. 凝集センサ^{4) 5)} (粒径: $2\sim 500\mu\text{m}$)

丹保・松井らの2波長吸光度変動解析法に基づき、粒子個数濃度の高い用途に適した微粒子計測装置として、凝集プロセス用センサを開発した。前述の2つの装置と大きく異なる点は、光路に複数の粒子(フロック)が存在する状態で測定を行う点である。

1) 原理と構造

図-10に装置の構成図を示す。

複数の粒子が平行光束をランダムに横切る時、光束断面に対して粒径が小さい場合には、透過光量は減衰するが時間的変動は小さい。

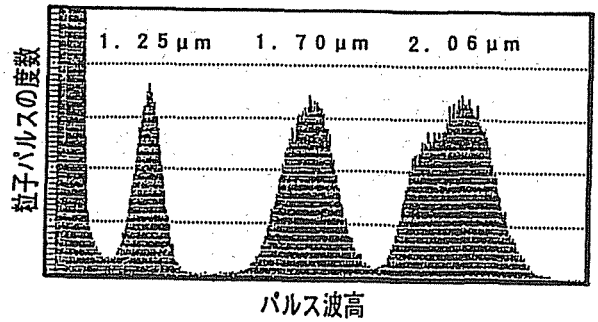


図-7 標準粒子の遮光パルス波高分布

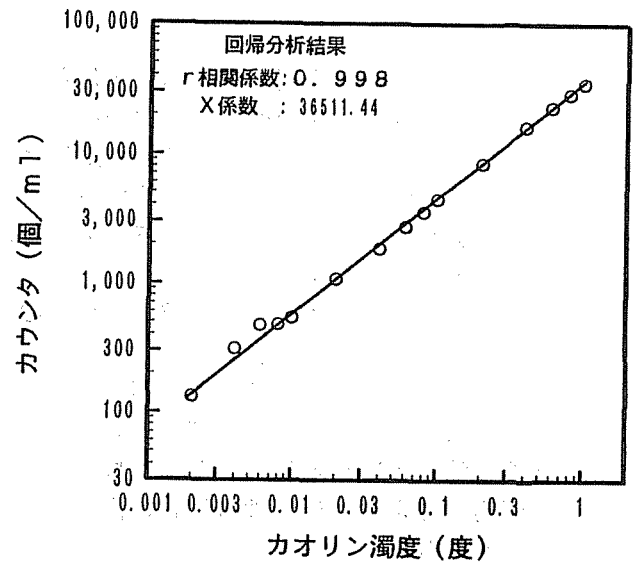


図-8 カオリン濁度と粒子数の相関

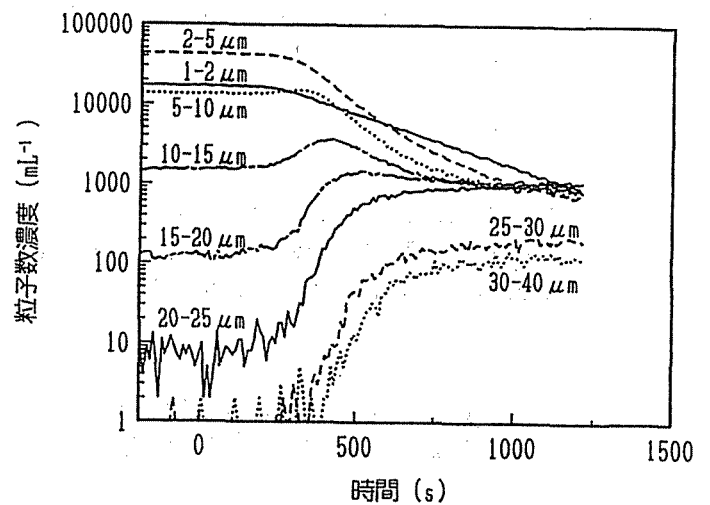


図-9 凝集過程の計測

粒径が大きい場合には、透過光量は時間的に大きく変動する。懸濁成分のみにより減衰される長波長の光（860nm）と、溶解成分によっても減衰を受ける短波長の光（254nm）について一定時間の透過光量データを、時間的に変動する成分と変動しない成分とに分けて解析すると、懸濁粒子の平均粒径、平均個数濃度、溶解成分による吸光度などの情報を推算することができる。

装置は、混和池やフロック形成池内に設置する検出部と光学系主要部を含む制御部とからなる。フロックは池での攪拌によって、検出部の光路を自由に通過する。粒径測定範囲は2～500μmである。

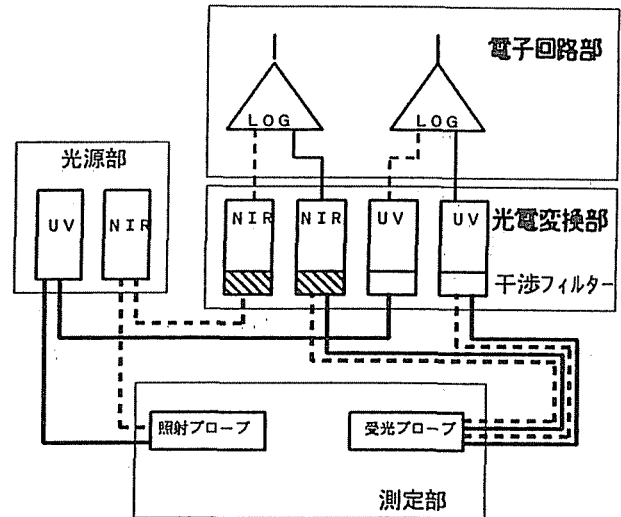


図-10 凝集センサの構成

2) 測定例

図-11には凝集剤の注入率を変化させたときのフロック粒径の変化をリアルタイムで測定した例を示す。測定値は写真撮影によるフロックの実測粒径ともよく一致する。

図-12には懸濁粒子の存在下での溶解成分濃度の測定例を示す。

凝集プロセスについて、本装置は以下のような応用が考えられる。

- ①混和池でのフロック粒径を、凝集剤の注入率を操作量として自動制御する。
- ②混和池での凝集過程で、トリハロメタン前駆物質のような溶解性有機物の内、フロックへ取り込まれるものと、取り込まれないものを分離してリアルタイムで計測する。
- ③フロック形成池でのフロック平均径を監視する。
- ④原水水質とフロック平均粒径を指標にフロッキュレータのパドル速度制御を行う。

5. まとめ

水中の微粒子の数と大きさを光学的にリアルタイムで計測する装置について報告した。衛生工学の分野で、お役にたてれば幸いである。

引用文献

- 1) 財津ほか, 応用物理, Vol.61, No.6, 1992
- 2) 財津ほか, 富士時報, Vol.63, No.8, 1990
- 3) 丹保ほか, 文部省試験研究(B)(1)報告書
- 4) 松井ほか, 水道協会誌, Vol61, No.9, 1992
- 5) 大戸ほか, 電気学会研究会資料 (IIC-93-35)

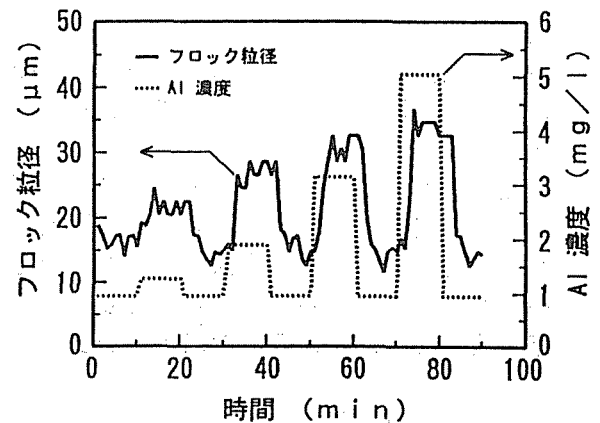


図-11 フロック粒径変化の計測

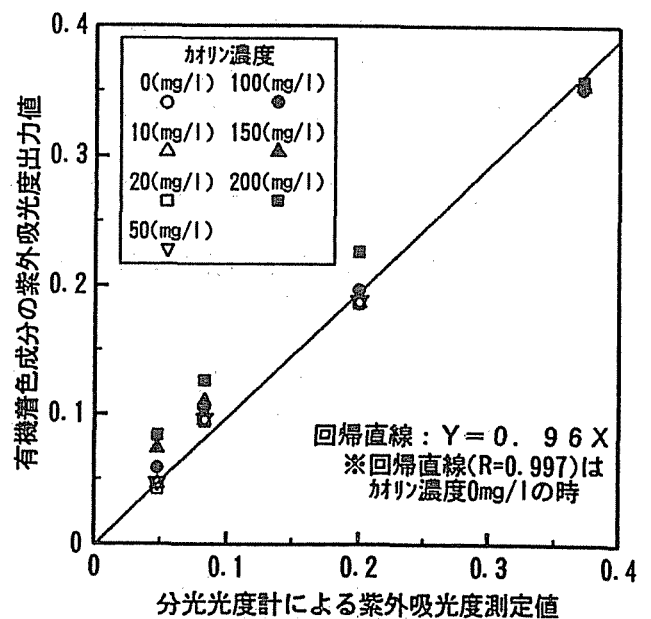


図-12 懸濁試料での溶解成分濃度計測