

# 分析走査電子顕微鏡による多様な粉じんの解析事例

中島 寛則

## Analysis Example of Various Dusts by Analytical Scanning Electron Microscope

Hironori Nakashima

名古屋市環境科学調査センターではこれまでに、分析走査電子顕微鏡を用いて、苦情対応時に採取した粉じん、常時監視測定局のテープろ紙、当センター屋上で採取したPM2.5など、さまざまな粒子の表面構造の観察および含有成分の分析を行ってきた。

その結果、さまざまな粉じん粒子について、形状や含有成分の特徴づけを行い、分類することができた。土壌由来の粉じん粒子は、ケイ素および酸素を多く含んでおり、形状はバラエティに富んでいる。アルミニウムやカルシウムなどの金属元素を多く含む粒子も多くあった。粒径も1  $\mu\text{m}$  以下から数mmまでさまざまな大きさの粒子が観察された。

### はじめに

名古屋市では毎年多くの環境に関する苦情が市民から寄せられている。特に多いのは騒音や悪臭といった感覚公害であるが、粉じんに関する苦情も定期的に寄せられている。

これまでは粉じんに関する苦情が寄せられた場合、その状況をヒアリングなどで調査し、粉じんの採取および分析が必要かを判断し、分析する項目を決定し、機器分析を行うという煩雑な作業が必要であり、苦情の相談から原因の究明までに数ヶ月を必要とすることが多かった。

しかし電子顕微鏡を用いた表面観察および成分分析を実施することにより、苦情のあった地点での粉じん採取および電子顕微鏡による観察結果の判明まで、早ければ数日以内に可能であり、苦情対応の大幅な迅速化が可能であると考えられる。

そのため、電子顕微鏡を用いた分析は、粉じん苦情の対応において、非常に重要な手法となると考えられることから、分析担当者の熟練および判断能力の向上が不可欠である。

分析担当者の熟練のためには、なるべく多くの試料を観察し、成分分析を行い、特徴づけを行っていくことが必要であり、実際にこのような特徴づけを行った報告例も存在する<sup>1)</sup>。

名古屋市環境科学調査センターでは、平成25年度

に元素分析の可能な分析型走査型電子顕微鏡を導入し、苦情粉じん粒子に加えて、常時監視測定局のテープろ紙、当センター屋上で採取したPM2.5試料など、さまざまな粒子の表面構造の観察および含有成分の分析を行うことにより、粒子形状や含有成分の解析事例を蓄積することができたので、その結果について報告する。

### 調査方法

#### 1. 試料採取および前処理

粉じんの採取方法にはさまざまな方法があるが、今回の調査では主に、2種類の方法で採取した。

方法①・・・カーボン両面テープを直接堆積粉じんに付着させた。この方法は主に苦情粉じん採取時に行った。この方法では採取する作業員を選ばず、保健所の職員などだれにでも採取することが可能である。

採取後両面テープをカーボン製試料台に乗せ、導電性付与のため、カーボンコーティングまたは白金コーティングを行った。ただし、一部の試料はコーティングを行わずに観察した。

方法②・・・SPM計やPM2.5計などの粉じん採取装置にろ紙を設置し、ろ紙上に粉じんを採取した。採取したろ紙のうち約1cm<sup>2</sup>をカーボン製試料台に載せ、導電性付与のため、カーボンコーティングま

たは白金コーティングを行った。ただし、一部の試料はコーティングを行わずに観察した。

## 2. 走査型電子顕微鏡による分析

走査型電子顕微鏡：JSM-6510LV(日本電子製)

エネルギー分散型 X 線分析装置：

JED-2300(日本電子製)

カーボンコーティング：JEC-560(日本電子製)

白金コーティング：JEC-3000FC(日本電子製)

コーティングした試料について、電子顕微鏡の高真空モードで表面観察および含有成分の分析を行った。なお、一部の試料についてはコーティングを行わず、低真空モードで分析を行った。

表面観察時の加速電圧、スポットサイズおよび観察倍率は、試料ごとに最適条件を検討し、観察を行った。

含有成分の分析についても、解析ソフトを用いてスペクトル分析、マッピング分析等さまざまな方法で分析を行い、同時に簡易定量も行うことで、おおよその元素含有率を求めた。

## 調査結果及び考察

### 1. 苦情粉じん粒子の解析事例

苦情粉じん粒子はおもに工場近傍で申し立てられることが多いため、観察された粉じん粒子も工場由来のものおよび周辺土壌由来のものが多く観察された。図 1 に苦情粉じん粒子の一例を示す。この図では、001, 002 のような二酸化ケイ素を主成分としたさまざまな表面構造の粉じんの中に、003 に見られる球形の酸化鉄の粒子が混在していることがわかる。球形の粒子は、鉄と酸素を多く含む粒子が多く観察された。鉄を高温で燃焼すると酸素と結合し球形の酸化鉄が生成することから、製鉄工場等の近くで採取した粉じんでは、酸化鉄の球形粒子が多く観察される傾向があると考えられる。

また別の苦情粉じん粒子の例を図 2 に示す。この図ではアルミニウムやカルシウムの多い土壌粒子に混じって、硫黄とカルシウムを多く含む棒状の細かい粒子が観察された。この粒子は硫酸カルシウム(石膏)であることが確認された。

### 2. SPM テープろ紙粉じんの解析事例

環境科学調査センターでは、常時監視測定局で

SPM 高濃度事例が観測された場合、その原因究明のため、テープろ紙を電子顕微鏡で分析する場合がある。テープろ紙の観察では、苦情粉じん同様、二酸化ケイ素を多く含む土壌粉じんが多く観察されたが、海塩粒子や黄砂由来と思われるカルシウム含有率の高い粉じんも認められた。

図 3 に SPM 高濃度時に採取されたテープろ紙の観察事例を示す。この図ではろ紙の成分である炭素、酸素、ケイ素をのぞいた元素の含有率を表して示してある。この結果、鉄が約 43% と非常に大きな割合を占めていることから、SPM 高濃度の要因として鉄が考えられることがわかった。

### 3. PM2.5 採取ろ紙粉じんの観察事例

PM2.5 採取ろ紙は粒径が小さい粒子が多く、粒子ごとの成分分析は困難であった。図 4 に PM2.5 テフロンろ紙上粒子を 7000 倍で観察した際の画像を示す。ろ紙のテフロンろ紙の繊維の上に PM2.5 粒子が絡み付いている様子が観察できる。

PM2.5 粒子の平均粒径は 1  $\mu$ m 以下であるが、今回観察した画像でもそのことが確認できる。今回 1 粒子ずつ元素分析を試みたが、粒径が小さい粒子のため、バックグラウンドとの差が検出できなかった。

今後は、ろ紙の種類を変えることや、低温灰化法を行うなど、バックグラウンドの影響を低減する方法を検討する必要がある。

## まとめ

走査型電子顕微鏡およびエネルギー分散型 X 線分析装置を用いてさまざまな粉じん粒子を分析した結果、さまざまな形状や元素組成の粒子が観察された。

類似の形状をした粒子でも元素組成が一様ではないが、球形粒子には燃焼によって生じた酸化鉄が多いなど、一定の傾向も認められた。

苦情粉じんには土壌粒子のほかに酸化鉄の粒子も多く認められる傾向があった。また、硫酸カルシウムなど一般的にあまり見られない粒子が観察される場合もあった。

SPM が高濃度になる場合には、土壌粒子のほかに鉄など金属成分の割合が高くなる傾向にあることが示唆された。

PM2.5 は粒径が小さいため精確な元素分析を行うためには工夫が必要であることがわかった。

今後もさまざまな粒子の分析を行い、更なる事例の蓄積につとめるとともに、PM2.5の元素分析方法の検討なども行っていきたい。

## 参考文献

- 1) 坂東潤一，加藤三奈，梶田奈穂子，島岡豊，尾崎聡，柴田明司：大気中粒子状物質の形状と元素組成について，愛知県環境調査センター所報，43，17-24 (2015)

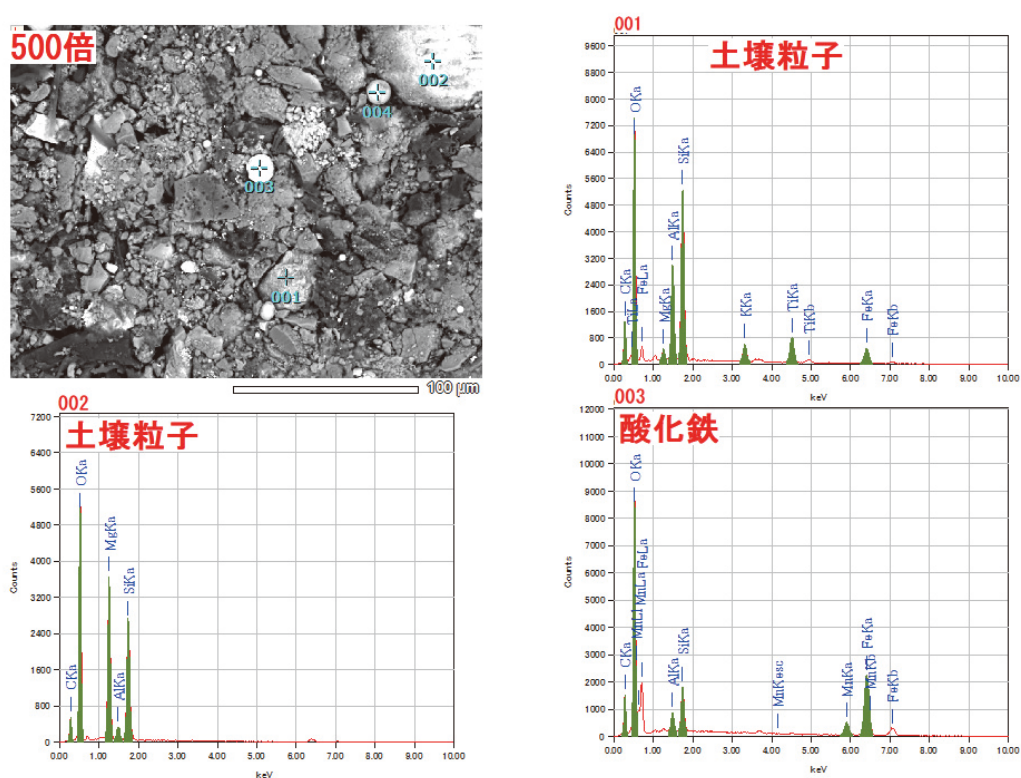


図1 苦情粉じんの解析事例（1）

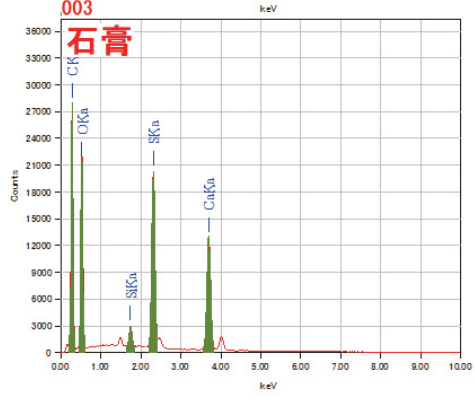
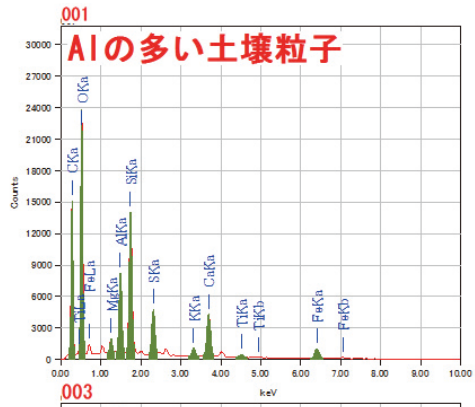
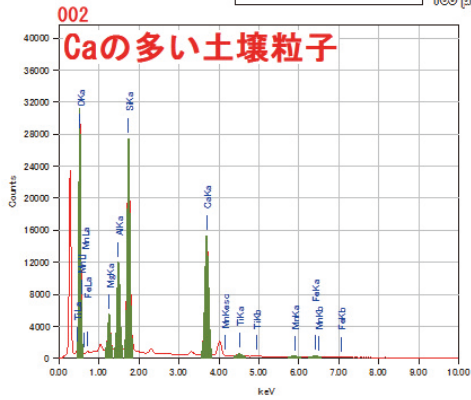
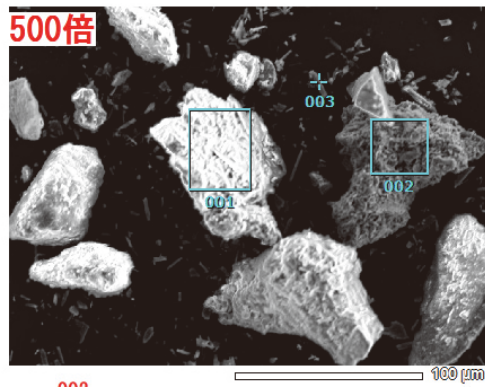


図2 苦情粉じんの解析事例(2)

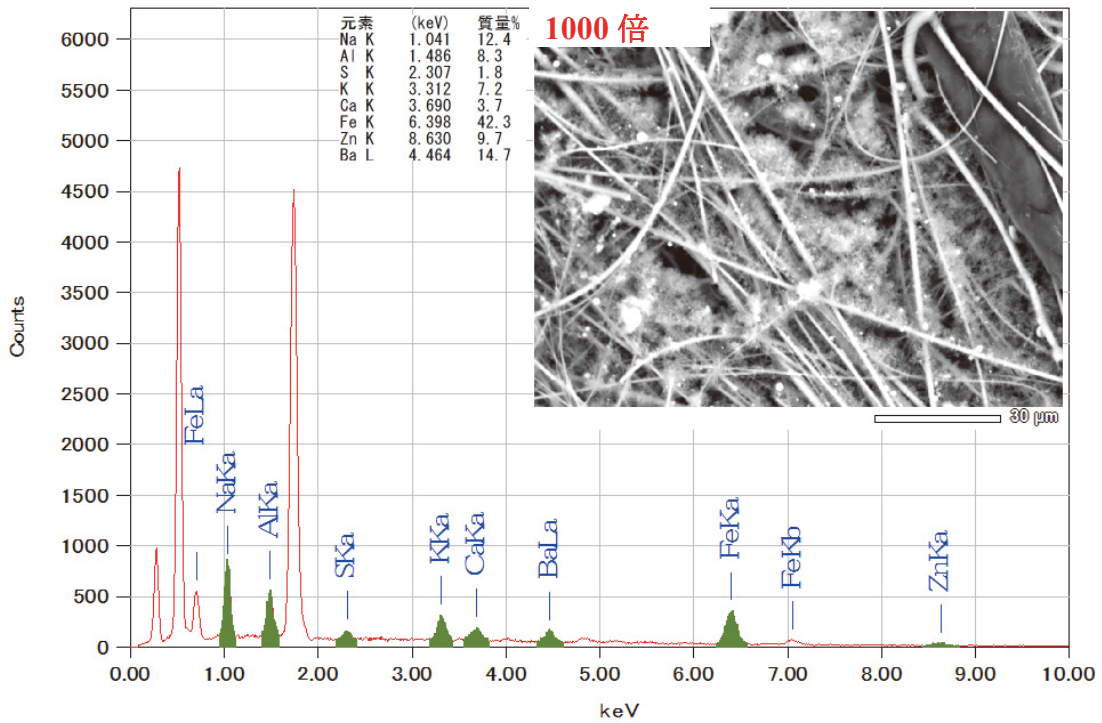


図3 SPM 高濃度時の解析事例

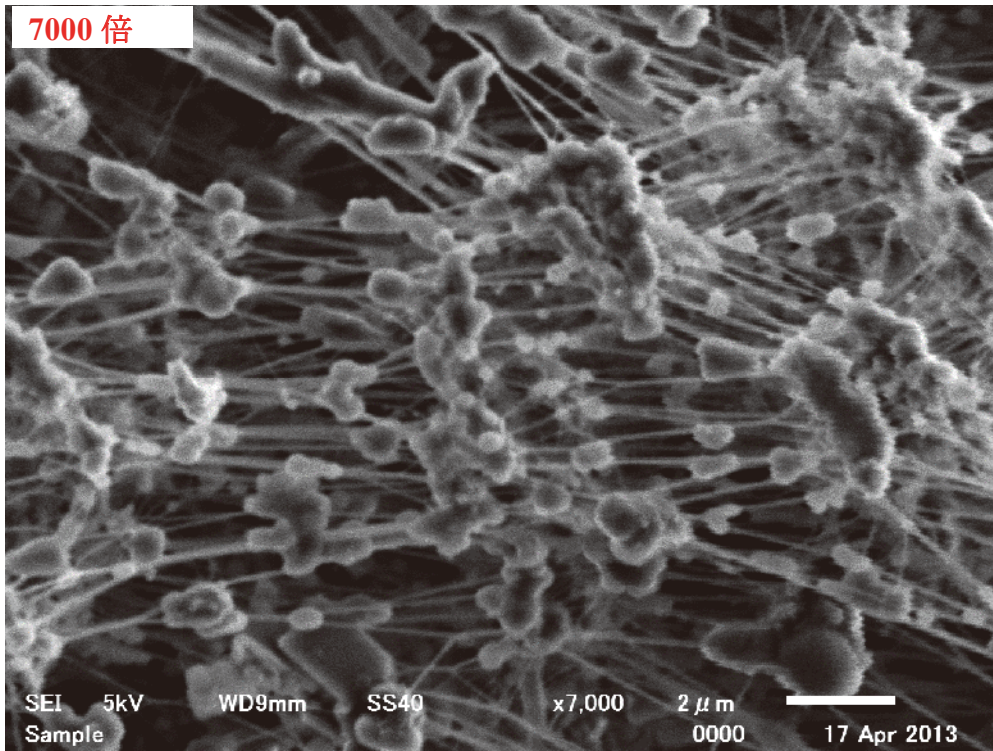


図 4 PM2.5 の SEM 写真