

クレーム対応のための分析試験の高度化（第2報）

—集塵機に捕集された微粉末の分析—

山口貴嗣*

Advanced analytical testing for complaint handling (II)

Analysis of fine powder collected in dust collector

YAMAGUCHI Takashi*

溶接は金属と金属を溶かして接合しているが、この際に発生する火花の中には熔融金属の粒が混ざっており、近くの物質への接触、または空気中で冷却されることにより球状の「スパッタ」と呼ばれる微粒子が発生する。また、溶接部付近には金属が冷却したときに生成した酸化膜や、溶接時に金属から分離したスラグなども発生している。このような作業現場において、「発生した微粒子を集塵機で捕集して作業環境を改善するが、通常よりも早くフィルターが詰まる現象が発生した」という内容の相談を受け、複数の分析手法による解析を共同研究として実施した。X線回折法により主な組成を推定し、エネルギー分散X線分光法により含有元素を把握、フーリエ変換赤外分光法によって含有していた有機物質の調査を行った結果、今まで以上の詳細な情報を得ることができ、フィルターの目詰まりの原因を推定することができた。

1. はじめに

岐阜県では企業からの依頼に応じて、さまざまな分析・試験を実施しており、この中の事例の一つとして、集塵機を製作している県内企業と共同で実施した試験内容を報告するものである。

金属と金属を接合する手法の一つに、金属同士に熱や圧力を加えて溶かし合わせ一体化する、溶接という手法がある。この際に金属蒸気が空気中で冷却されることにより球状の「スパッタ」と呼ばれる微粒子が発生するが、微細な粒子の粉塵は人間の鼻や口から吸引され、体内に蓄積されてしまう。このような溶接ヒュームについては、労働者に神経障害等の健康障害を及ぼすおそれがあることが明らかになったため、特定化学物質（第2類物質）に加えられる等の労働安全衛生法の改正が令和3年4月1日から施行されている。

本研究では、このような溶接現場に設置されていた集塵機のフィルターが早期に詰まってしまうという相談が持ち込まれたことから、共同研究を立ち上げ調査することにより、その原因を特定し製品の改良につなげようとするものである。

2. 微粉末の分析方法

2. 1 測定機器および条件

X線回折の測定は、微粒子粉末をガラス板製の試料ホルダー（試料部：幅20mm×高さ18mm×深さ0.2mm）に充填し、株式会社リガク製『自動X線回折装置 SmartLab』で測定を実施した。X線源はCu封入管球で管電圧、管電流はそれぞれ40kVおよび30mAとした。検出器は高速一次元検出器（D/teX Ultra）を用い集中光学系にて測定した。

測定条件は、測定角度範囲 $2\theta = 20 \sim 90^\circ$ 、ステップ幅 0.020° 、スキャンスピード $1^\circ/\text{min}$ のステップスキャンで測定した。

フーリエ変換赤外分光分析には、株式会社島津製作所『IRPresige-21』を利用し、DuraSampliR IIを用いた1回反射ATR法で分析を行った。

電子顕微鏡観察、およびエネルギー分散X線分光測定には、日本電子株式会社製『集束イオンビーム高分解能走査電子顕微鏡複合装置 JIB-4600F』を利用し、加速電圧15kVの条件で測定をおこなった。

粒度分布測定には、マイクロトラック株式会社製『マイクロトラック MT3000 II シリーズ』を用い、780nmの半導体レーザーを用いた、レーザー回折・散乱法による測定を行った。

2. 2 測定用試料の調整

X線回折測定、粒度分布測定、およびエネルギー分散X線分光測定には、微粒子サンプルをそのまま試験に供した。また、フーリエ変換赤外分光分析には、発振周波数40kHzの超音波洗浄器を用いて微粒子粉末をヘキサンの分散することによって有機性物質を溶出させ、ろ過した後、ヘキサンを除去した粘性液体を使用した。

3. 結果及び考察

3. 1 粒度分布測定

微粒子粉末の測定データを図1に示す。

粒径は、おおそ $1\mu\text{m}$ から数十 μm の範囲で分布しており、左側が欠けたような正規分布の結果となっている。きれいな正規分布でないことから、凝集によるものであると考え、種々の分散剤を用い、超音波併用や、pH調整、いくつかの溶剤を組み合わせで測定を行ってみたが、測定結果に変化が見られず、どのような条件であっても同様のグラフとなった。

*技術支援部

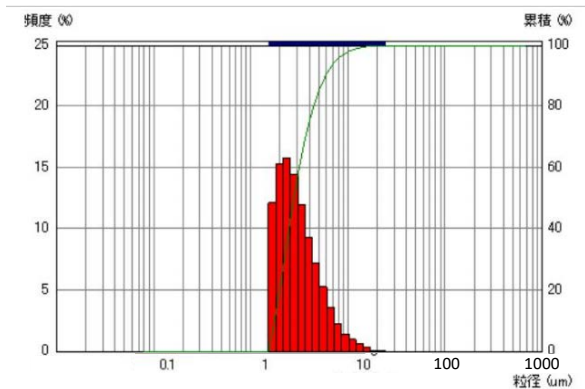


図1 微粒子粉末の粒度分布測定

3. 2 X線回折測定

微粒子粉末のX線回折測定の結果を図2に示す。

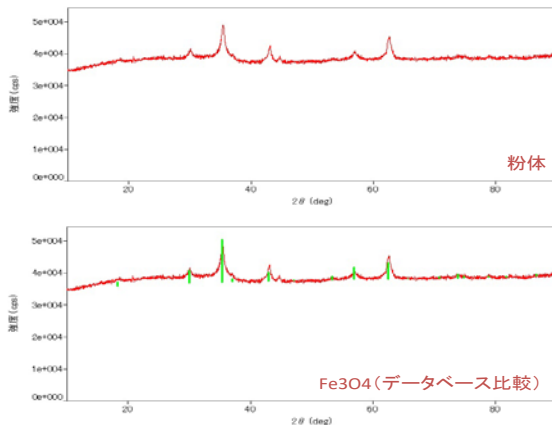


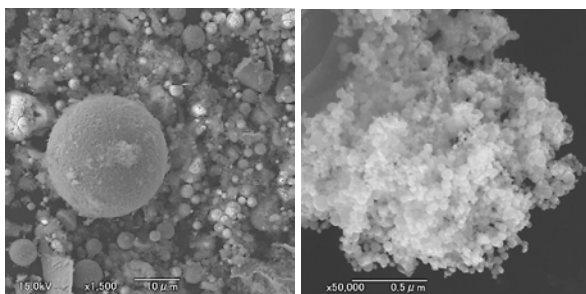
図2 微粒子粉末のX線回折測定結果

ICDDが刊行している粉末X線回折データベースを用いて、全てのピークについて帰属を試みたところ、微粒子粉末は Fe_3O_4 のみで構成されていた。

3. 3 電子顕微鏡観察

電子顕微鏡観察の画像を図3に示す。

左側の画像では微粒子の全体像をみることができ、全ての粒子が球状であり、数 μm から数十 μm 程度の分布であることがわかる。

図3 微粒子の電子顕微鏡観察画像
1,500倍(左)、50,000倍(右)

また、右側の画像ではさらに拡大した画像を示しており、100nm以下の粒子が凝集していることがわかる。
この画像から粒度分布測定で、正規分布の測定結果が

得られなかった原因は、微小な粒子が凝集したためであり、通常の方法では分散できなかったことがわかる。

3. 4 エネルギー分散X線分光測定

電子顕微鏡を用いたエネルギー分散X線分光測定の結果を図4に示す。

主要な構成元素として、Fe, Mn, Si, O, Cが見られる。溶接ヒューム由来のものが多いこと、およびX線回折の結果から酸化鉄、大気中の粉塵またはスパッタから生じたスラグの成分と考えられる SiO_2 、および油のような有機化合物が混在していると考えられる。

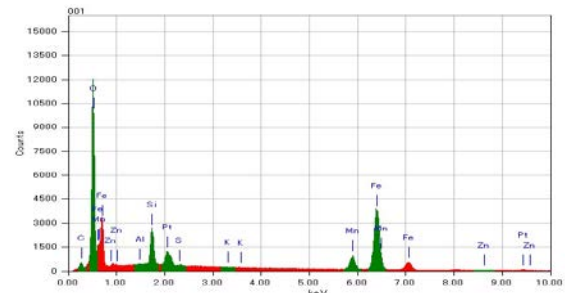


図4 微粒子粉末のエネルギー分散X線分光測定

3. 5 フーリエ変換赤外分光分析測定

フーリエ変換赤外分光分析の測定結果を図5に示す。

微粒子粉末からヘキサン抽出した粘性液体は、パラフィン類であると推測される。

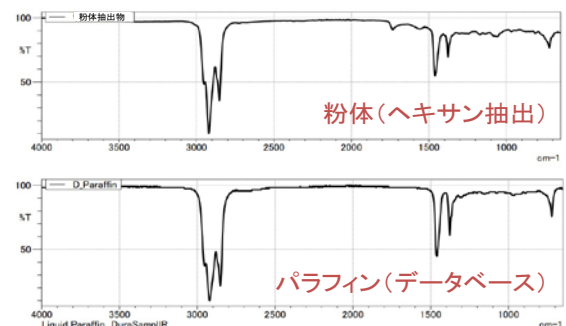


図5 フーリエ変換赤外分光分析によるヘキサン抽出物の測定結果

4. まとめ

フィルターに捕集された、微粒子粉末は僅かにパラフィン類を含んでいたことがわかった。

このことから溶接現場にはパラフィン類を含む切削機等からのミストが存在しており、溶接ヒュームと同時期に集塵機に吸入されたと考えられる。さらに、微粒子が凝集した後に水分が失われることで、このパラフィン類による接着効果が発現し、フィルターからの離脱を妨げたのではないかと考えられる。

【謝 辞】

本研究を遂行するにあたり、共同研究を実施したユーエスウラサキ株式会社の吉田達史さんに感謝します。