

# パーティクルカウンタのトレーサビリティ

リオン株式会社 計測器技術部 一条

## 1) はじめに

パーティクルカウンタには大きく分けて空気中の粒子を測定する気中パーティクルカウンタと液体中の粒子を測定する液中パーティクルカウンタがあります。気中パーティクルカウンタはクリーンルーム等の管理、施工後の清浄度検査、発塵源の特定、精密機械の発塵検査などに使用されており、製品の歩留まり向上に寄与しております。また医薬品製造においては製品の歩留まりだけでなく、厚労省、FDA などに対する製造環境の管理として記録する必要があり、測定器としてのパーティクルカウンタの管理や信頼性は重要になってきております。液中パーティクルカウンタの場合は半導体分野でみると、超純水をはじめ電子薬品メーカーと半導体メーカーで粒子個数のレベルが約束されており、電子薬品の出荷検査、受け入れ検査で使われております。パーティクルカウンタに対する器差、測定値の信頼性に要求される内容は気中パーティクルカウンタより厳しいものになっております。また、最近では使用する直前での粒子管理を行う傾向があります。医薬分野においても日本薬局では注射液中の粒子測定をパーティクルカウンタで行う場合、そのパーティクルカウンタに関する仕様、校正、性能確認方法が細かく決められております。

以上、パーティクルカウンタは測定対象とする製品の品質や作業環境を確認する測定器として使われてきており、パーティクルカウンタが正常に機能しない場合又は校正が間違っている場合は大きな問題を引き起こす可能性があります。このような理由でパーティクルカウンタのトレーサビリティについての問い合わせや、校正に関しての書類提出の要請が最近多くなっており、ここでは当社の校正方法、性能評価の方法を例にパーティクルカウンタのトレーサビリティについて説明します。

## 2) パーティクルカウンタの計数精度

パーティクルカウンタの測定値の正確さに影響を与える項目は、基本的に次の3つがあげられます。

- a) 粒径感度
- b) 計数効率
- c) 試料容量 (流量、時間)

他に応答性、偽計数、粒径分解能、等も測定精度に影響を与えますが、ここではトレーサビリティの対象となる項目のみとします。

粒径区分はパーティクルカウンタに表示されている粒径値を表します。粒径区分の校正は標準粒子を用いて行われます。光散乱方式のパーティクルカウンタの場合、粒子の大きさに対する

光散乱強度は粒子や媒質の屈折率に大きく影響するため、パーティクルカウンタの粒径表示は標準粒子相当径になります。

### a) 粒径感度の校正

粒径感度の校正は標準粒子（単分散球状粒子）を用います。その標準粒子の粒径測定は一般に下記のようにになります。

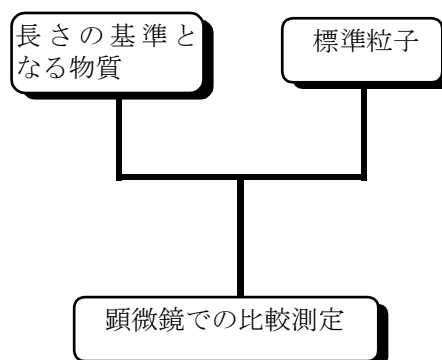


図1 標準粒子径の確認

標準粒子を製造販売している会社は、1) 日本合成ゴム株式会社 (JSR)、2) DUKE SCIENTIFIC 社 3) DYNO PARTICLES 社等があります。各社とも NIST (米国標準局) の標準物質に対してトレーサブルとしている、あるいはそのような方向で検討をしております。

標準粒子をパーティクルカウンタに導入して、センサからの電氣的パルスの大きさを波高分析器を用い解析を行います。図2にその解析結果を示します。

ある粒径の標準粒子をパーティクルカウンタに導入したとき、その波高分布を二分する電圧をその粒径の校正電圧とします。(JIS B 9921) ここで波高分析器の電圧精度、パーティクルカウンタの閾値電圧を設定する場合に使用する電圧計についてトレーサビリティ体系を確立します。

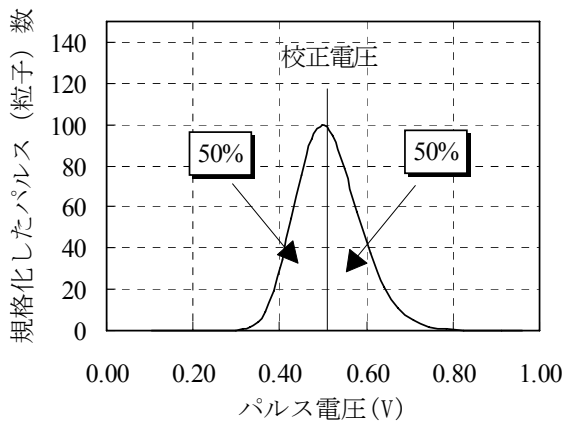


図2 標準粒子を測定したときのセンサ出力を波高分析器で解析した結果

### b) 計数効率

粒径感度を正確に校正しても導入した試料中の粒子を正確に計数していなければパーティクルカウンタの測定値の正確さが損なわれます。計数効率の確認は粒径感度とは独立して試験、確認されるべきものです。気中パーティクルカウンタの場合は JIS B 9921 に計数効率の確認方法が記載されており、最終的には粒子濃度を電荷量に換算することになっております。図1、に当社の計数効率試験の体系を示します。

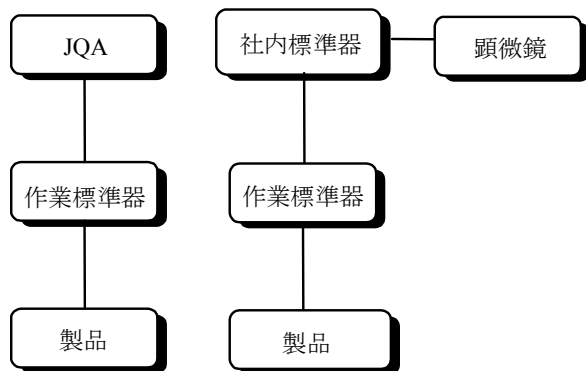


図3 気中微粒子計（左図）と液中微粒子計の計数効率試験

当社の気中パーティクルカウンタの製造現場での計数効率試験は「日本品質保証機構」で検査されたパーティクルカウンタを参照器とし、それに対してすべての製品について計数効率試験を行っております。（図3、参照）

液中パーティクルカウンタの計数効率の試験は JIS B 9925 では顕微鏡法で確認することと記載されております。当社の場合、光遮断式液中パーティクルカウンタを1台社内標準器として登録しております。この標準となるパーティクルカウンタは標準粒子を用いて顕微鏡法と測定比較を行い、統計的に95%の信頼で100%の計数効率であることを確認します。次にこの社内標

準器と光散乱式パーティクルカウンタを比較してこれを参照器とします。製品の計数効率試験は参照器を用いて行われます。（図3、参照）

### c) 流量の測定

流量と測定時間は測定容量に直接影響を与えます。流量の確認は、気中パーティクルカウンタの場合、精密膜流量計を用いており、国家標準である「工業技術院 計量研究所」にトレーサブルとなります。液中パーティクルカウンタは流した純水の重さと時間で流量を測定します。純水の重さはハカリを用いて測定しますがこれは「国際度量衡局」にトレーサブルとなります。パーティクルカウンタの測定時間の測定はパルスジェネレータを用い、これは社内標準器の周波数カウンタで校正されます。周波数カウンタは「郵政省 通信総合研究所」にトレーサブルとなります。流量の正確な測定は計数効率試験の前に行われる必要があります。

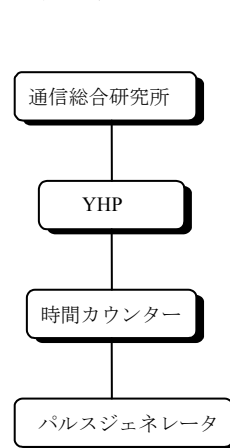


図4 時間の測定

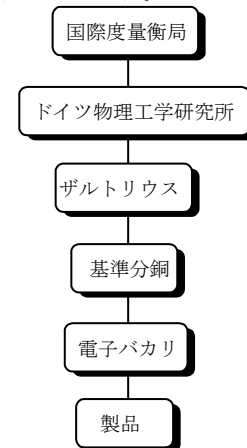


図5 重さの測定

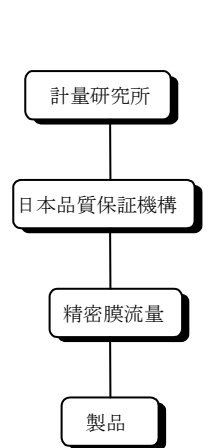


図6 試料流量の測定

### 3. おわりに

はじめにも述べましたように、パーティクルカウンタは単なる粒子検出器という立場から測定器としての地位を確立してきており、対象とする試料の粒子濃度をいかに正確に測定、評価できるかという点や器差、測定値の安定性、正確さが重視されるようになってまいりました。今後さらにこの傾向は強まることと思えます。われわれもその要求に答え、より正確な粒子計測ができるよう努力していきたいと考えます。