

ISO 21501-4の目的と用途

ニッタ株式会社
クリーンエンジニアリング事業部
技術部技術2課

技術資料 : CCSA20A2103NK01
APPLICATION NOTE CC-117

序論

ISO 21501 は「*Determination of particle size distribution – Single particle light interaction methods*」と題され、4つのパートから構成されている。*Part 4: Light scattering airborne particle counter for clean spaces* は、クリーンルームで使用されるハンディタイプ、ポータブルタイプ、リモートタイプの気中粒子計数器(パーティクルカウンタ)に適用される。この規格は2007年に発行され、ISO 21501-2 および 21501-3 とともに、ISO 13323-1:2000 に取って代わるものである。ISO 21501-4 の目的は、「パーティクルカウンタによる測定結果の不正確さや、器差による測定結果の違いを最小限に抑えるために、パーティクルカウンタの校正手順と検証方法を提供すること」である。ISO 21501-4 は、パーティクルカウンタの最低性能基準を設定し、性能の校正と検証のための方法を定義している。これらのトピックをカバーする規格は以前にも存在していたが、ISO 21501-4 ほど包括的な規格は存在しなかった。

21501-4 の適用範囲

表1は、ISO 21501-4 とそれに付随する要求事項に記載されている項目を示している。さらに、ISO 21501-4 では、校正に使用する標準粒子が平均粒径 $\leq \pm 2.5\%$ の標準不確かさを持つことを要求し、試験報告書に含めるべき最小限の情報と、校正周期に校正すべき最小限の項目を定義している。各試験報告書に記載すべき最小限の情報を表2に、最小限の校正項目を表3に示す。

表 1. ISO 21501-4 の適用範囲

項目	要求事項
粒径区分の校正	各標準粒子のメジアン電圧または内蔵の波高分析器(PHA)のチャンネルを用いて、分布のピークが分布の谷の最小ノイズレベルの2倍以上になるように校正。
粒径区分の検証	±10%
計数効率	一つは最小可測粒径に近いもので計数効率(50 ± 20)%。 もう一つは最小可測粒径の1.5~2倍の大きさの粒径で計数効率(100±10)%。
粒径分解能	メーカー指定サイズの粒子で≤15%。
偽計数	パーティクルカウンタの最小可測粒径において1m ³ 当りに換算する。(注：規格に指定はない)
最大可測濃度	メーカーが指定する。計数損失は≤10%。
試料空気流量	体積流量の標準不確かさは≤±5%。
測定時間	測定時間設定誤差の標準不確かさは≤±1%。
応答性	応答性は≤0.5%。
校正周期	校正周期の推奨は、1年以内。

表 2. 試験報告書に必要な最小限の情報

校正日
校正に用いた粒子(粒径)
流量
粒径分解能(試験に用いた粒子)
計数効率
偽計数
粒径区分のしきい値電圧又は内蔵している PHA のチャンネル

表 3. 最小限の校正項目

粒径区分の校正
粒径分解能
計数効率
試料空気流量の不確かさ(試料空気流量と測定時間の不確かさに依存)

粒径区分の校正

ISO 21501-4 は、測定された粒子とノイズを区別するために必要な最小限の項目と、粒径を校正する推奨方法を明確に定義している。図 1 は、パーティクルカウンタのパルス波高分布で高いノイズレベルを示している。標準粒子による分布のピークを見ることができるが、ノイズレベルが高すぎて信頼性が高く再現性のある測定ができない。図 2 は、さらに高いノイズレベルのデータを示している。標準粒子はノイズの中で完全に隠れてしまっている。これらのパーティクルカウンタはいずれも ISO 21501-4 の要件を満たしていない。図 3 は ISO 21501-4 の基準を満たすパルス波高分布を示しており、分布のピークの粒子数は谷部の粒子数の 2 倍以上である。これにより、信頼性の高い再現性のある測定のための適切な S/N 比が確保されている。図 4 に示すように、ノイズ「谷」を超える値を持つパルス波高分布の中央値は、粒径区分のしきい値を決定するために使用される。

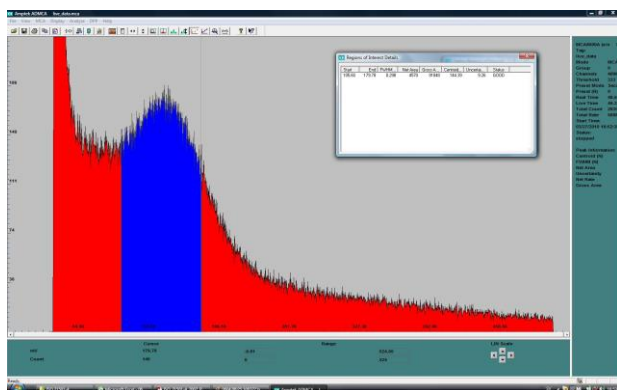


表 1. 高いノイズレベルのパルス波高分布

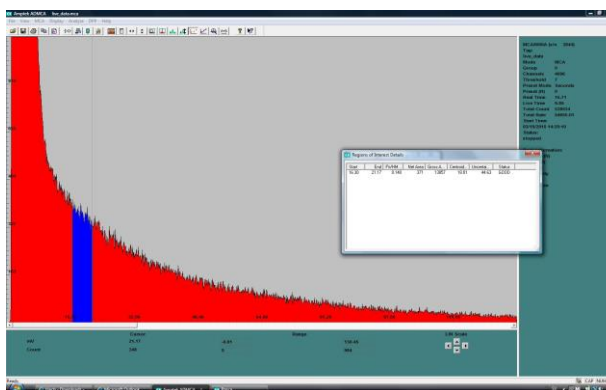


表 2. 非常に高いノイズレベルのパルス波高分布

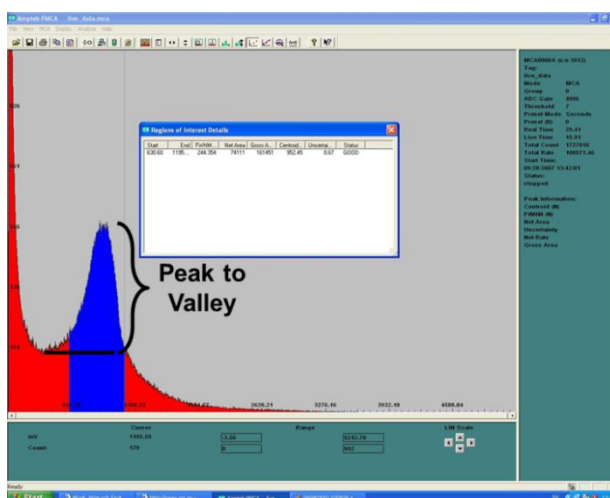


表 3. 基準を満たすパルス波高分布

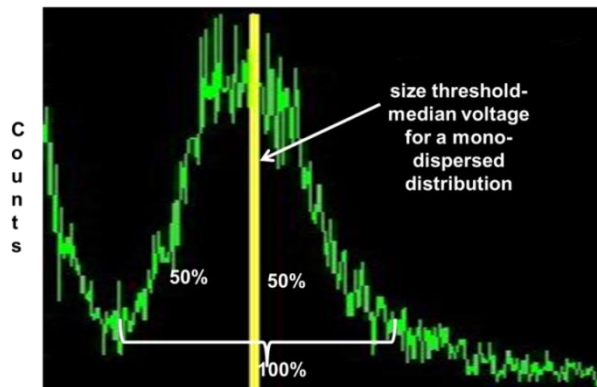


表 4. 粒径区分のしきい値の決め方

粒径区分の検証

粒径区分の校正で得られたデータは、パーティクルカウンタメーカーによって応答曲線を決定するために使用される。そして、この曲線を使用して、希望のチャンネル設定を決定する(図 5)。粒径区分の検証のため、ISO 21501-4 では、パーティクルカウンタの応答電圧(または波光分析チャンネル)を決定するため、パーティクルカウンタの粒径範囲の大部分をカバーする少なくとも 3 種類の標準粒子が使用されることが記載されている。この対応する粒径は、その後、装置の応答曲線を使用して決定される。ISO 21501-4 では、粒径の誤差が $\leq \pm 10\%$ であることが要求されている。

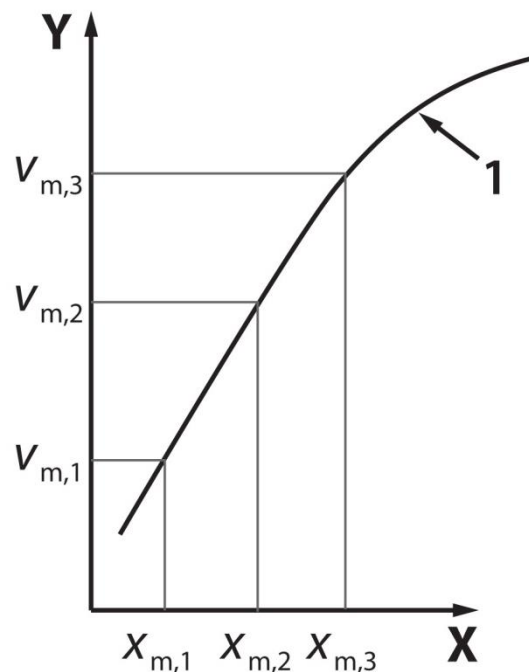


図 5. パーティクルカウンタの応答曲線

計数効率

計数効率は、2種類の粒径の標準粒子で試験する。1つ目の粒径は、最小可測粒径に近いものでなければならない。2つ目の粒径は、最小可測粒径の1.5～2倍の大きさでなければならない。計数効率を得るために、測定するパーティクルカウンタの粒子数濃度を参照器(Reference Counter)と比較する(図6)。ISO 21501-4では、最小可測粒径付近の計数効率は $(50 \pm 20)\%$ であり、より大きな粒径での計数効率は $(100 \pm 10)\%$ であることが要求されている。

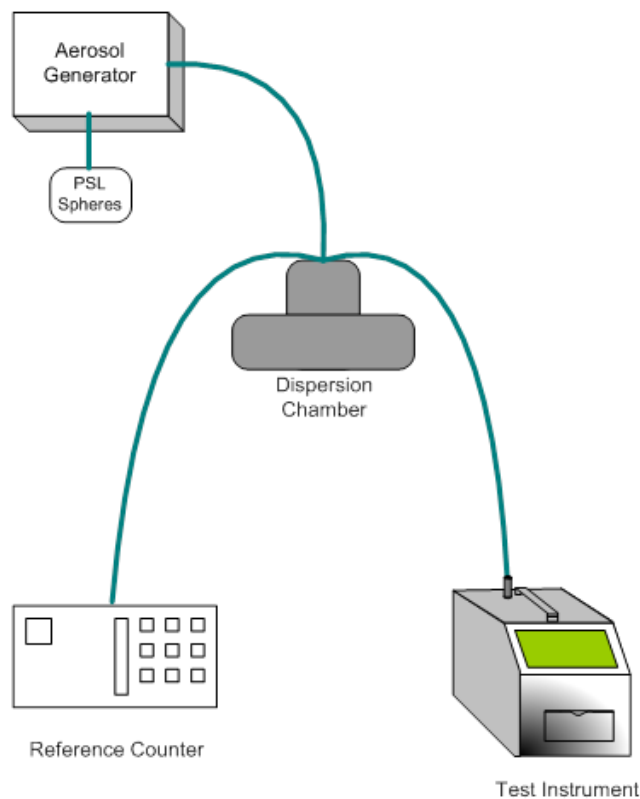
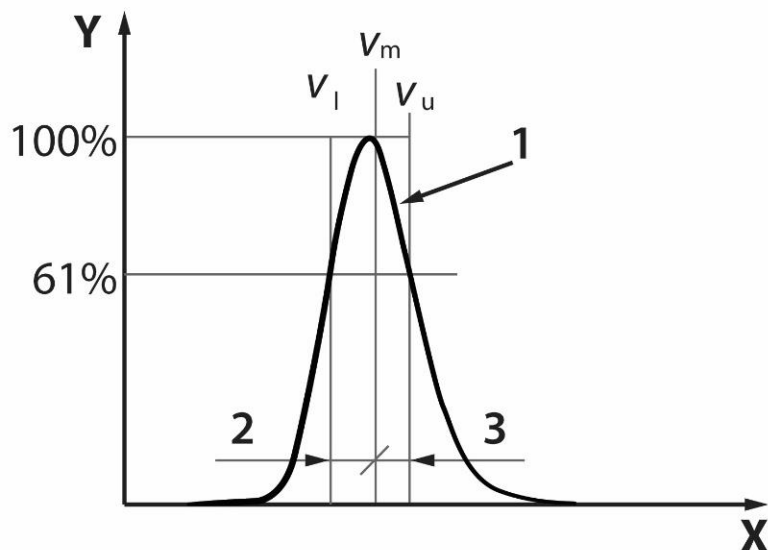


図 6. 計数効率の試験装置例

粒径分解能

粒径分解能とは、同程度の粒径の粒子を区別するパーティクルカウンタの能力のことである。これは、PHAで測定した分布の標準偏差(標準粒子の粒径分布の標準偏差について補正したもの)を標準粒子の粒径で除したものと定義される(式 1)。波光分析の標準偏差は、図 7 によって決まる。応答曲線を用い、粒度分布の 61%の点で上側電圧および下側電圧に対応する粒径を決定する。ISO21501-4 では、メーカーによって指定された粒径の粒子については、粒径分解能が 15%以下であることが要求されている。



V_l = 頻度が 61%に相当する下側電圧

V_m = メジアン電圧

V_u = 頻度が 61%に相当する上側電圧

図 7. 粒径分解能

$$R(\%) = \frac{\sqrt{\sigma^2 - \sigma_p^2}}{x_p} \times 100\%$$

式 1. 粒径分解能の算出

偽計数

偽計数は、パーティクルカウンタの最小可測粒径において、清浄空気を吸引した場合に測定された粒子濃度を個/m³で表したものである。ポアソン統計を用いて上限信頼限界が95%となる値で表す。ISO 21501-4では、偽計数率の限界値は規定されておらず、測定して記録することのみが規定されている。TSI社を含む一部のパーティクルカウンタメーカーは、JIS B 9921:1997で定められた偽計数率の限界値を使用しており、95%の信頼度で5分間に1個以下としている(つまり15分間で1個以下)。1ft³(28.3L/min)のパーティクルカウンタが15分間で1個の粒子を計数した場合、吸引した容量は424.5L(28.3L/min×15分)となる。ポアソン統計(ISO 21501-4の表C.1)は、1個の計数に対する95%上限信頼限界を4.7としている。したがって、偽計数率は11個/m³(4.7/0.4245)となる。

最大粒子個数濃度

複数の粒子がパーティクルカウンタの粒子検出部を通過し、それが1個の大きな粒子として検出された際に同時通過が発生する。同時通過は、パーティクルカウンタの流量、粒子が検出部を通過する為に必要な時間、およびその結果として生じる電気的な信号処理時間から計算できる。最大粒子個数濃度はメーカーによって定められており、同時通過損失が10%以下でなければならない。

試料空気流量と測定時間

パーティクルカウンタは粒子濃度を測定するため、最終的な測定値は測定容量の誤差に影響される。測定容量の精度は、試料空気流量と測定時間の両方の誤差が作用する。ISO 21501-4は両方の精度を規定している。測定時間の最大許容誤差は±1%である。試料空気流量の最大許容誤差は±5%である。試料空気流量は、パーティクルカウンタの流量に影響を与えないように、圧力損失の低い流量計で校正しなければならない。さらに、流量は体積流量として記録しなければならない。

応答性

応答性は、粒子濃度の段階的な変化に対するパーティクルカウンタの応答速度を示す。応答性を測定するには、まず最大粒子個数濃度に近い試験用空気を、最小可測粒径に近いPSL(標準粒子)を用いて作成し、パーティクルカウンタで10分間測定する。次に、60秒以下の測定時間で粒子濃度を測定する。測定後、清浄空気に切り替える。その10秒後から粒子濃度を再び測定する。測定された2つの濃度の比が応答性であり、0.5%以下でなければならない。

まとめ

ISO 21501-4 発行以前には、気中パーティクルカウンタの全ての重要なパラメータを検査し、特定の性能要件を満たすことを要求する国際規格は存在しなかった。ISO 21501-4 は、正確な測定を保証し、器差を抑えるための最低限の性能および校正基準を設定している。この規格の導入により、校正システムの改善が必要となり、多くの場合、気中パーティクルカウンタの設計と性能の改善が必要となった。ISO 21501-4 発行以前の古いパーティクルカウンタの多くは、ISO21501-4 の性能要件を満たすことができない。

参考文献

ISO 21501-4:2007 *Determination of particle size distribution – Single particle light interaction methods – Part 4: Light scattering airborne particle counter for clean spaces*