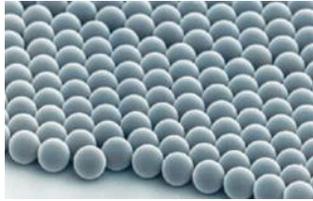


— Instrument Performance test —

PSL標準粒子の発生及び計測評価試験



東京ダイレック株式会社  
〒160-0014 東京都新宿区内藤町1内藤町ビルディング  
TEL 03(3355)3632 (代)  
FAX 03(3353)6895  
研究開発部 船戸 浩二、中村 馨、岩佐 高宏  
技術本部 藤野 聡  
企画開発部 藤井 俊樹、濱 尚矢  
E-mail info@tokyo-dylec.co.jp  
URL <https://www.t-dylec.net/>

概要： 気相中に浮遊するナノ粒子・微小粒子(数 nm～ $\mu$ mオーダー)の粒径分布を測る装置には様々な計測技術や手法が用いられている。主たる計測技術として静電分級法、光散乱法、慣性衝突法、拡散分級法などがあり、それぞれ一長一短がある。また計測できる粒径範囲も計測技術によって大きく異なることから、広範囲な粒径分布を測る場合には計測技術の異なる機器を複数同時に使うこともある。これらの測定機器を長年に渡って使用する上で重要なのが定期的なメンテナンスや校正である。メンテナンスや校正を実施することで測定機器の器差を小さくし、高い測定精度を確保することができる。また測定機器を簡易的に検査・校正する上で一般的によく使われているのがPSL(ポリスチレンラテックス)標準粒子で、当社も測定機器の検査等でPSL標準粒子を使用している。

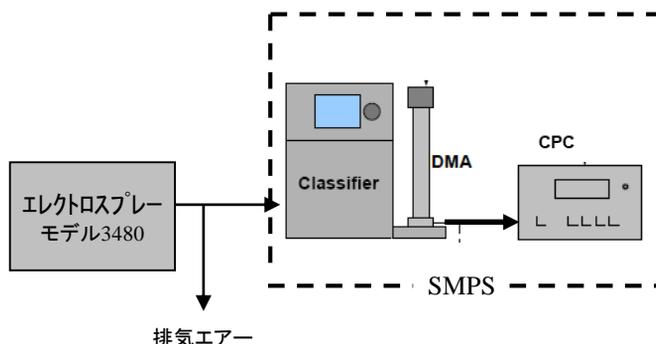
PSL標準粒子はポリスチレンの材料で作られた粒子径の均一な真球状の粒子で、粒子比重もほぼ1であることから理想的な粒子と言える。当社は計測原理や可測粒径範囲の異なる様々な粒径分布計測機器を扱っており、これらの分級性能を評価するためサイズの異なるPSL標準粒子をJSRトレーディング社より購入している。JSRトレーディング社のPSL標準粒子はAIST(産業技術総合研究所)やNIST(米国立標準技術研究所)に対してトレーサビリティを有していることから信頼性が高く、ナノからマイクロサイズまで幅広く扱っていることから当社も長年活用している。しかし、JSRトレーディング社の一部の標準粒子は2019年3月末日で生産終了となり、長年使用していたナノサイズの標準粒子(29、47及び100 nm)は残念ながら購入が不可となった。このためJSRトレーディング社の標準粒子に代わる標準粒子の選定が必要不可欠となった。

今回、他社製の標準粒子(30、50及び100 nm)を準備し、JSRトレーディング社との比較を行った。

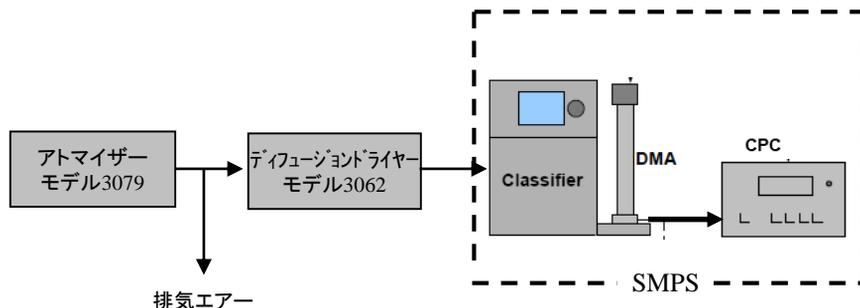
試験日時： 2019年5月

試験手順： 下記のフロー図が示すように粒子発生器としてエレクトロスプレー(モデル3480)及びアトマイザー(モデル3079)を用いてPSL標準粒子を発生し、SMPS(モデル3936L75)で粒径分布を計測した。粒子サイズは約30、50、100 nmの3種類で実施した。また粒子濃度を定量化するためサンプルのPSL懸濁液、溶媒のバッファ液(又は蒸留水)をそれぞれマイクロペットで一定量を抽出した。

<エレクトロスプレー使用時のフロー図>



<アトマイザー使用時のフロー図>



試験機器:

- ①発生器: TSI社 エレクトロスプレー (モデル3480)
- ・粒子サイズ : 30、50 nm<sup>\*</sup>
  - ・溶液濃度 : PSL 20  $\mu$ L / バッファ液 2000  $\mu$ L
  - ・発生流量 : 約1.5 L/min

TSI社 エアロゾルアトマイザー (モデル3079)

- ・粒子サイズ : 50、100 nm<sup>\*</sup>
- ・溶液濃度 : PSL 20  $\mu$ L / 蒸留水 40 mL
- ・エア圧力 : 0.2 MPa

- ②ドライヤー: TSI社 ディフュージョンドライヤー (モデル3062)

- ③計測器: TSI社 SMPS (モデル3938L75)
- ・サンプル流量 : 1.5 L/min
  - ・シース流量 : 15.0 L/min
  - ・粒径範囲 : 6.15~216.7 nm
  - ・スキャン時間 : 180秒

※PSL標準粒子の詳細なサイズに関しては次ページ参照

JSR社及び他社の標準粒子比較一覧表:

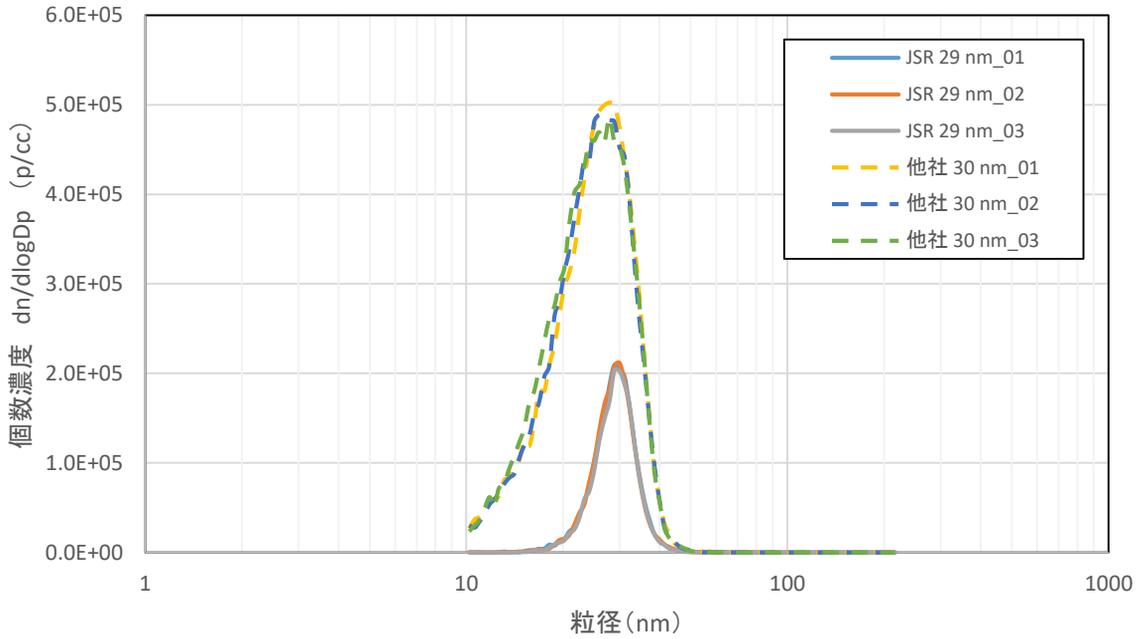
	JSR社	他社
粒径保証 (nm)	29±1	31±3
材料	ポリスチレン	ポリスチレン
比重	1.115	1.05
屈折率	1.55	1.59
濃度 (%)	0.5	1
粒径保証 (nm)	47±2	51±3
材料	ポリスチレン	ポリスチレン
比重	1.08	1.05
屈折率	1.58	1.59
濃度 (%)	1	1
粒径保証 (nm)	100+3	100+6
材料	ポリスチレン	ポリスチレン
比重	1.06	1.05
屈折率	1.592	1.59
濃度 (%)	1	1

- 試験結果:
- エレクトロスプレーで発生した30 nmのPSL標準粒子に関して、JSR社の方はメーカー公称値 $29 \pm 1$  nmに対して29.3 nmと同等であり、粒子の単分散度も高かった。一方他社はメーカー公称値 $31 \pm 3$  nmに対して27.2 nmと僅かであるが小さく、粒子の単分散度はJSR社に比べて低かった(P5上図を参照)。
  - JSR社のPSL標準粒子の濃度は0.5%と他社の半分であることからモード径の個数濃度も半分程度であった(P5上図を参照)。
  - エレクトロスプレーで発生した50 nmのPSL標準粒子に関して、JSR社の方はメーカー公称値 $47 \pm 2$  nmに対して46.7 nmと同等であり、粒子の単分散度も高かった。一方他社はメーカー公称値 $51 \pm 3$  nmに対して55.2 nmと僅かであるが大きく、粒子の単分散度はJSR社に比べて低かった(P5下図を参照)。
  - アトマイザーで発生した50 nmのPSL標準粒子は、エレクトロスプレーでの発生時に比べてモード径は高めの値を示し、JSR社の方はメーカー公称値 $47 \pm 2$  nmに対して51.4 nmと約9.4%の差があった。一方、他社の方はメーカー公称値 $51 \pm 3$  nmに対して57.3 nmと約12.4%の差があった。両社の違いは、他社のPSL標準粒子がDMAとは異なる測定手法を用いていることが要因であると考えられ、他社の50 nmのPSL標準粒子はJSR社の代替えとしては推奨できないと判断する(P6上図を参照)。
  - 100 nmのPSL標準粒子については、両社とも公称値に対する差が小さかった(JSR社は-1.8%、他社は1.8%)。従って、他社の100 nmのPSL標準粒子はJSR社の代替えとして使えると判断する(P6下図を参照)。

- 考察:
- 両社のPSL標準粒子比較一覧表を参照すると、材料・比重・屈折率といった物理的特性はほぼ同等であった。一方でメーカーの粒径保証の精度はJSR社の方が高く、また粒径の測定方法はJSR社がDMAを使用しているのに対し、他社は異なる方法を用いていることが分かった。参考までにJSR社の100 nmの校正証明書を添付した(P7~P8を参照)。
  - 両社のPSL標準粒子を比較すると全体的にJSR社は粒径精度や単分散度共に高く、他社のPSL標準粒子はJSR社の代替えとしては十分とは言えないが、100 nmのPSL標準粒子については他社も粒径精度が高くJSR社の代替えとして使用できると考えられる。

<エレクトロスプレー使用時の結果>

3480を用いた標準粒子の発生(30 nm)



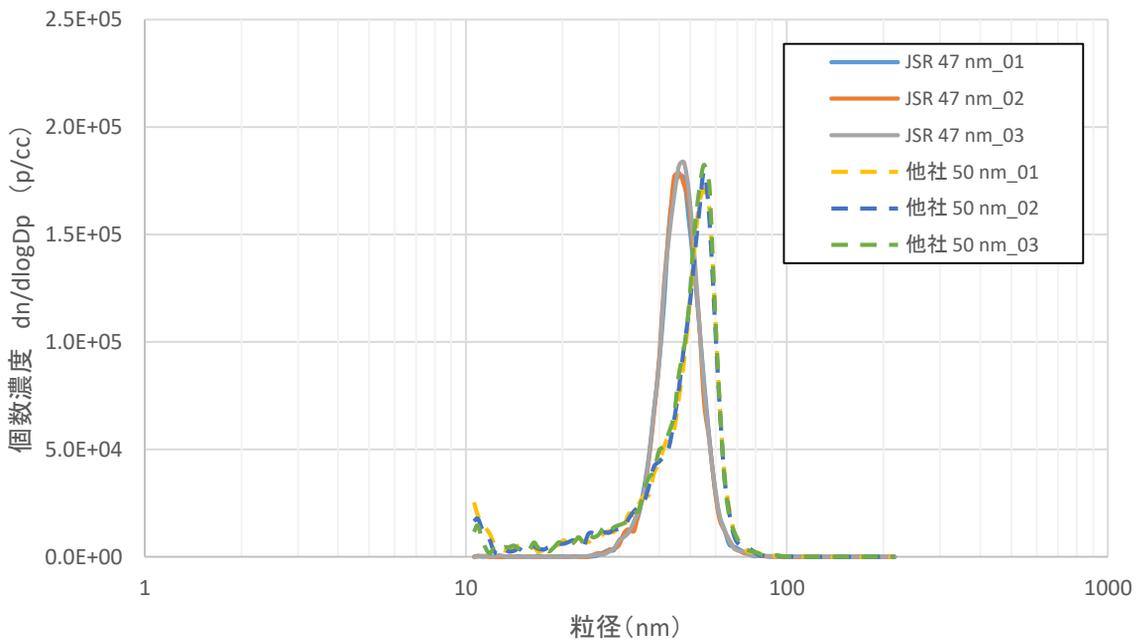
JSR社(公称値:29±1 nm)

モード径:29.3 nm、 GSD:1.17

他社(公称値:31±3 nm)

モード径:27.2 nm、 GSD:1.34

3480を用いた標準粒子の発生(50 nm)



JSR社(公称値47±2 nm)

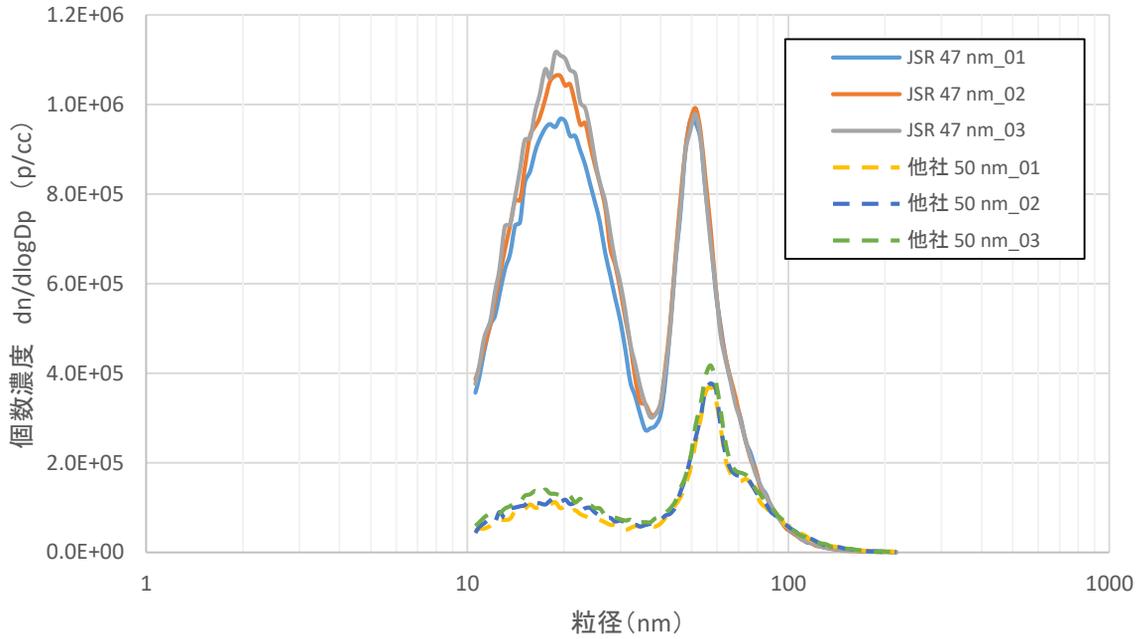
モード径:46.7 nm、 GSD:1.17

他社(公称値51±3 nm)

モード径:55.2 nm、 GSD:1.52

<アトマイザー使用時の結果>

アトマイザーを用いた標準粒子の発生 (50 nm)



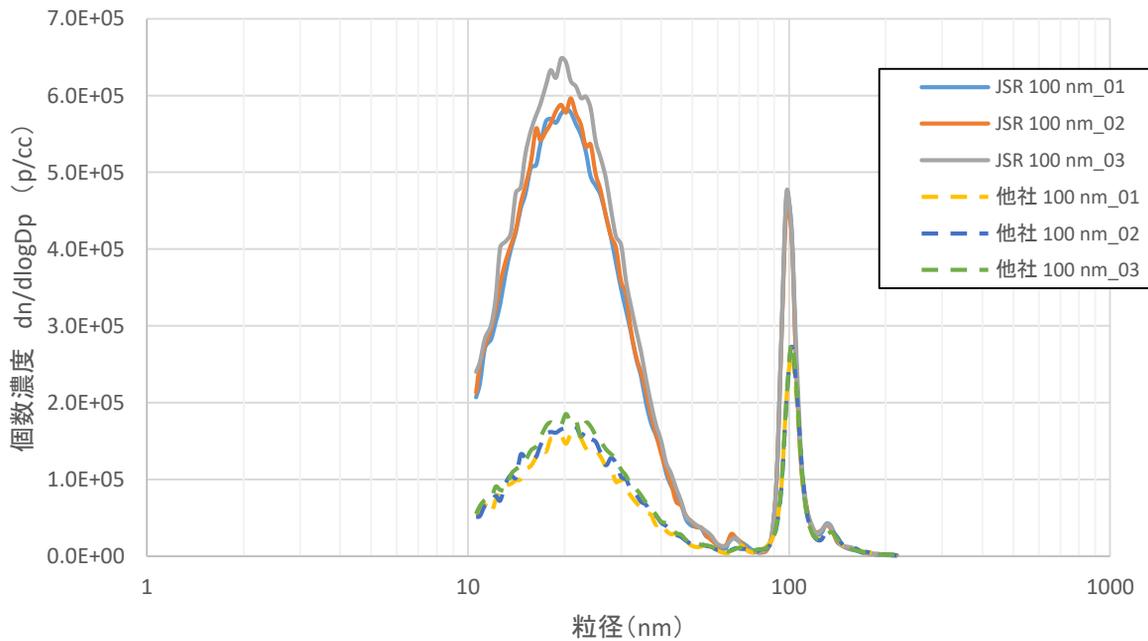
JSR社 (公称値47±2 nm)

モード径: 51.4 nm

他社 (公称値51±3 nm)

モード径: 57.3 nm

3480を用いた標準粒子の発生 (100 nm)



JSR社 (公称値100±3 nm)

モード径: 98.2 nm

他社 (公称値100±6 nm)

モード径: 101.8 nm

製品の品質

JSR SIZE STANDARD PARTICLES SC-0100-D

標準粒子の直径は100 μm

10 μm

## JSR SIZE STANDARD PARTICLES

標準粒子 (100 ± 0.1 μm)

(平均直径 ± 標準偏差)

JSR SIZE STANDARD PARTICLES は高い粒径精度と均一な粒径分布を持つ真球状ポリスチレン系の標準粒子です。その粒径は信頼性の高い方法で値付けされております。

### 証明書

本製品の粒径は、産業技術総合研究所において計数ミリカン粒径絶対測定法で値付けされた下記の校正標準器を使用し、微分型電気移動度分析法により校正したものです。この校正標準器は米国立標準研究所(NIST)に対してもトレーサブルです。

品名 : JSR SIZE STANDARD PARTICLES

型式 : SC-0100-D

平均粒径 : 0.100 μm

拡張不確かさ : 0.003 μm

(k = 2)

校正日 : 2010年5月1日

校正標準器 : 標準粒子 : No.11

\*本製品は1型式1製造ロットです。

校正結果は、以上の通りであることを証明いたします。

JSRライフサイエンス株式会社



0505 : 頭群用券

Lot No. : 180804

## 1. 製品の仕様

品名 : JSR SIZE STANDARD PARTICLES SC-0100-D  
構成成分 : ポリスチレン粒子の水分散体  
容量 : 10 mL  
固形分濃度 : 1%  
粒径 :  $0.100 \pm 0.003 \mu\text{m}$   
(平均粒径±拡張不確かさ)  
CV値\* : 2.47%  
比重\* : 1.060  
屈折率( $n_D^{20}$ )\* : 1.592

\*): 参考値

## 2. 取り扱い上の注意

- 長時間静置すると粒子が沈降することがあります。その場合は、次のいずれかの方法で再分散して下さい。b.またはc.の方法が効果的です。
  - 容器を数回手で振り混ぜる。
  - ボルテックスミキサーで、10秒程度、2~3回攪拌する。
  - 超音波槽で10分程度処理する。超音波槽は出力50w~1kw、周波数20~50kHzが適当です。
- 使用しないときは水分の蒸発を防ぐため容器のふたを締めて下さい。
- 超純水で高倍率の希釈を行うと粒子が凝集することがあります。
- 塩溶液中で粒子を使用される場合は、pH6~9、低塩濃度でご使用下さい。この範囲外ではコロイド安定性が低下し、粒子が凝集する場合があります。
- 粒子はスチレン系ポリマーのため、有機溶剤により溶解・膨潤を起し変形する場合があります。
- 保存は4~30°Cで行い、凍結させないで下さい。

### <<製品安全性情報>>

- ・ 応急措置 : 目に入った場合 : 大量の水で洗浄する。
  - 皮膚に付着した場合 : 必要であれば水で洗浄する。
  - 吸入した場合 : 悪影響は予測されない。
  - 飲み込んだ場合 : 悪影響は予測されない。
- ・ 火災時の措置 : 製品の状態では燃焼しない。
- ・ 漏出時の措置 : 必要であれば紙、布等で拭き取る。
- ・ 有害性情報 : 知見なし。
- ・ 暴露防止措置 : 許容濃度 : 設定されていない。  
保護具 : 特に必要としない。
- ・ 環境影響情報 : 蓄積性がない又は低いと判断される化学物質。
- ・ 廃棄上の注意 : 特にないが地域の廃棄方法に従う。
- ・ 輸送上の注意 : 凍結厳禁。
- ・ 適用法令 : 特になし。

本製品の貴社の用途に対する法規制、適合性及び安全性については、弊社では確認しておりませんので、調査又は試験により確認の上ご使用下さい。

3. 包装 Lot No. : 180604

使用期限 : 2020.06