

# 微粉体個数評価システム

RBG・Promo (気相評価)  
Liqui Scan-ES (液相評価)



## 気相評価

- 粉体状態のまま評価
- 粒子存在比率解明
- 微粉・粗粒同時計測
- 0.1~100  $\mu$ mレンジ



## 液相評価

- 2.5~1000nmレンジ
- 個数評価
- 多分散体評価
- 高分子ポリマー評価

# 微粉体測定 気相評価

- ・ $0.1 \mu\text{m} \sim$  1次粒子径評価
- ・粉体微粒・粗粒同時評価

# 微粉体評価システム RBG/Promo

## 高分散微粉体発生 RBG1000

＜凝集しやすい粉体を分散＞  
高分散発生装置により、凝集しやすい微粉でも1次粒子径まで気中分散

＜定量的に分散発生＞  
一定量を安定的に分散発生させる事で粉のバラツキを測定可能



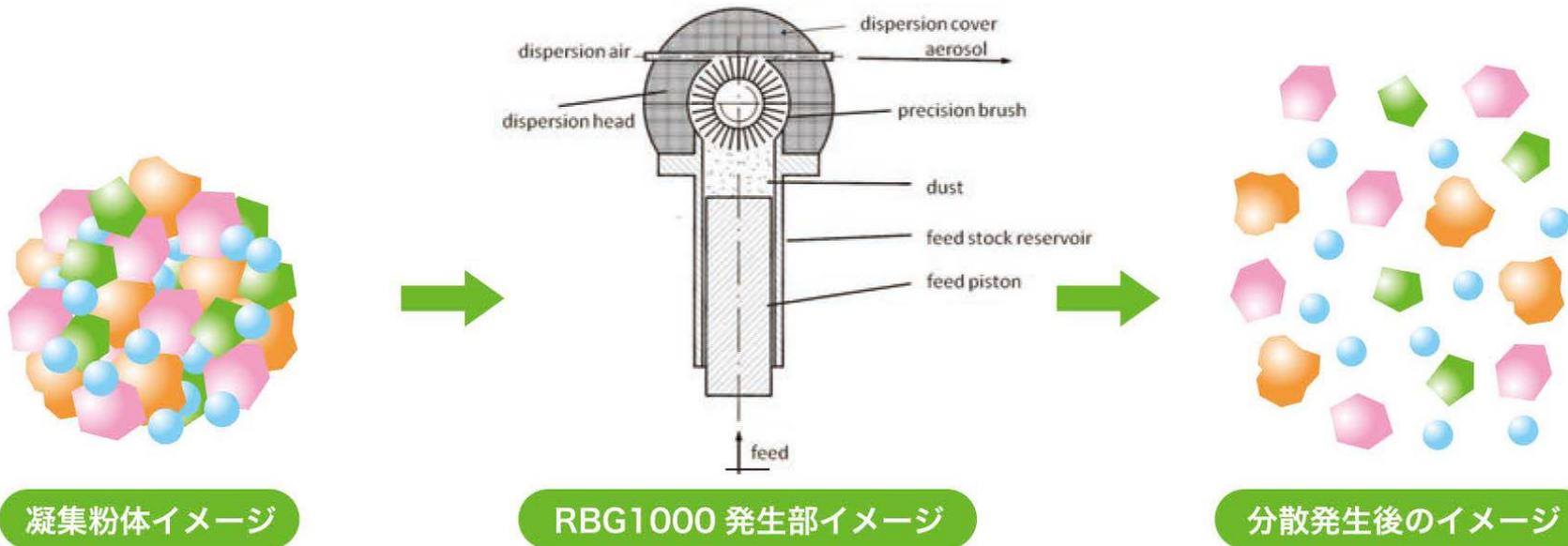
## 高濃度対応エアロゾルスペクトロメーター Promo2000

＜粉体を個数濃度評価＞  
粉の状態のまま、粒子径と個数濃度を連続的に評価可能(体積評価も可能)粗粒の判別および微小粒子径側の測定を可能に！

＜定量的に分散発生＞  
一定量を安定的に分散発生させる事で粉のバラツキを測定可能

# サンプル導入部 RBG1000 発生機構

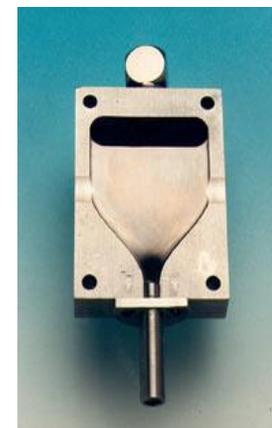
- ・定量的に分取できる回転ブラシとエアの組み合わせで高分散発生が可能
- ・シリンジと昇降スピードの選択で微量から大容量まで調整が可能



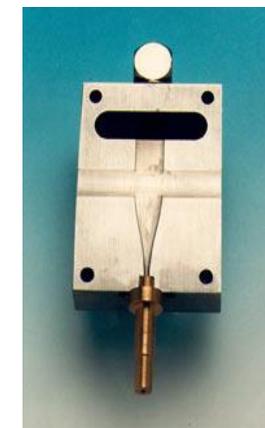
# RBG1000 バリエーション

ピストン長 (mm)	ピストン径(mm)	供給固定容量 (g)	供給スピード 1 mm/h (mg/h)	供給スピード 5 mm/h (mg/h)	供給スピード 700 mm/h (g/h)
70	7	2.7	38	190	27
	10	5.5	79	395	55
	14	10.8	154	770	107
	20	22	314	1570	219
	28	43	616	3080	430

ディスペンション カバーType	粒径( $\mu$ m)	対応流量(L/m <sup>3</sup> )	ピストン径(mm)
A	0.1~100	33.3~83.3	7・10・14・20・28
B	0.1~100	16.7~41.7	7・10・14
C	0.1~100	8.3~20	7

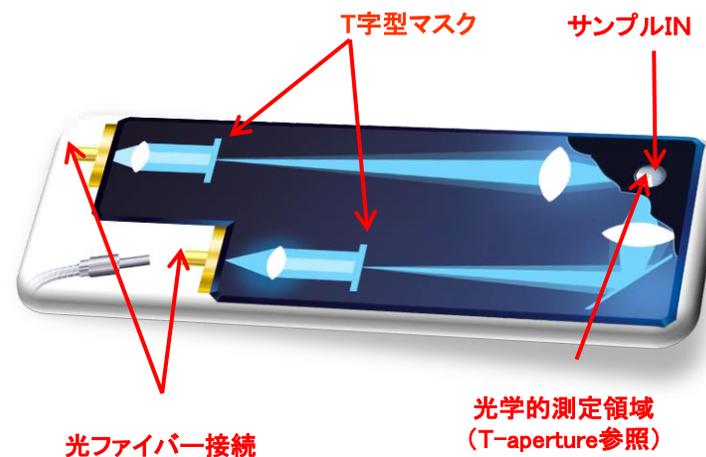
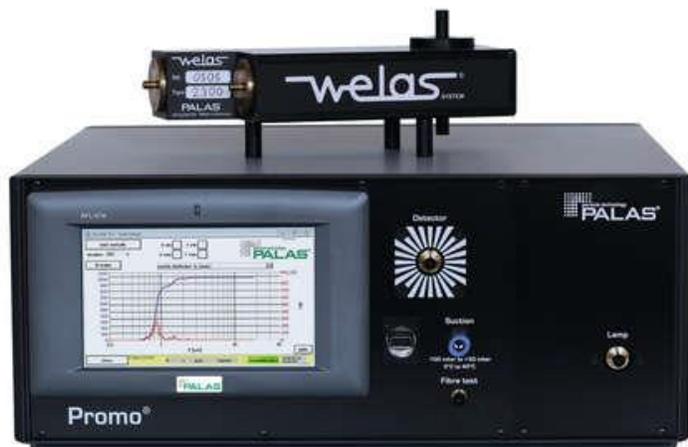


ディスペンションカバーA



ディスペンションカバーC

# 粒子検出部 エアロゾルスpektロメーター Promo2000



□ センサーのサンプル通過部分をガラス窓で、保護することで、高濃度のサンプルに対応

□ 非常に短時間でユーザーによるセンサークリーニング可能

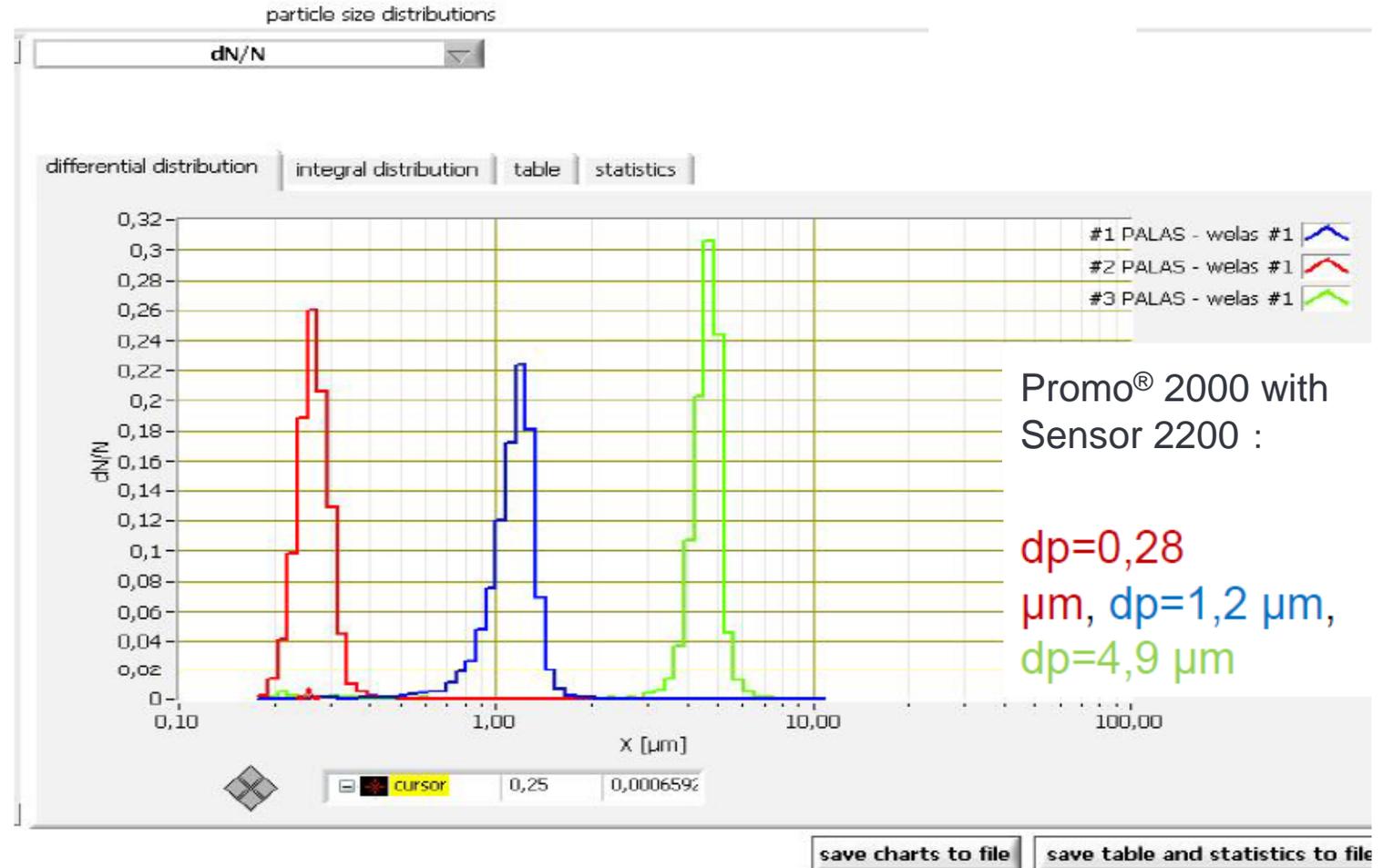
□ 0.2-105  $\mu\text{m}$ のレンジを1秒単位でのリアルタイムモニタリング

Cuvette材質	Anodised aluminum	Stainless steel
耐圧・耐熱オプション*1	P or HP	P, H or HP
モデル名 (最大濃度*2[個/cm <sup>3</sup> ])	粒径範囲 [ $\mu\text{m}$ ]	
Welas® 2070 ( $2 \times 10^5$ )	0.2~10 0.3~17 0.6~40	
Welas® 2100 ( $10^5$ )	0.2~10 0.3~17 0.6~40	
Welas® 2300 ( $8 \times 10^3$ )	0.2~10 0.3~17 0.6~40 2.0~105	— 0.3~17 0.6~40 2.0~105

# RBG/Promo測定対象

## 対象サンプル

- 金属微粒子
- トナー粉体
- カーボンブラック
- 標準粒子など



標準粒子(ポリスチレンラテックス)混合粉体評価

# 微粉体測定(液相)

- ・液中分散系評価 シングルナノ～
- ・金属微粒子/CB + 高分子ポリマー 混合系評価

# 液中粒子計測システム Liqui Scan-ES

## 粒子をシングルナノから分級 高分解能個数カウント評価

### Liqui Scan装置構成

#### 粒子発生部

##### エレクトロスプレー3482

最小発生粒子径: 2nm~

発生1次粒子径: 130~180nm

溶液消費量: 2~10  $\mu$ l/min

エアロゾル中和器: 軟X線

#### 粒子分級部

##### プラットホーム+DMA

最小分級粒子サイズ: 2nm~

シースエア: 2~30LPM

エアロゾル中和器: 軟X線3088

#### 粒子カウント部

##### 凝縮粒子カウンターCPC

最小検出サイズ: 2nm~

最大個数濃度:  $1 \times 10^7$ 個/cc

凝縮液: 水 or ブタノール

偽計数: < 0.01個/cc

## 製品特徴

### 1. 最大2~1000nmを128CH/decade

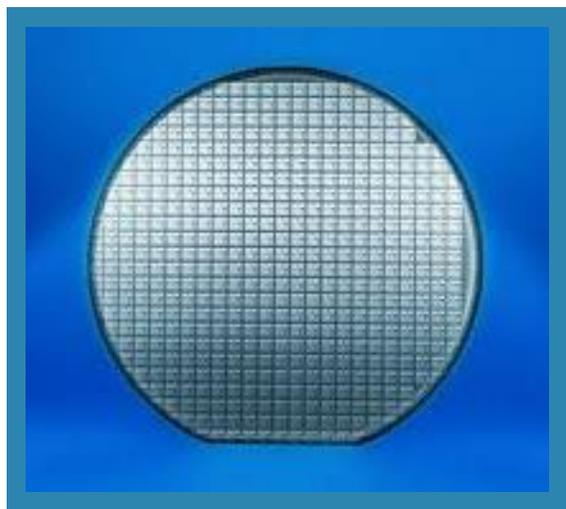
多分散サンプルに対応可能になり、個数評価による粒子の存在比率の解明

### 2. モビリティ径評価による高い再現性

粒子の表面積から粒子径を評価を行う事で、粒子の色や形状による誤差を低減。また、非常に高い再現性が得られます。

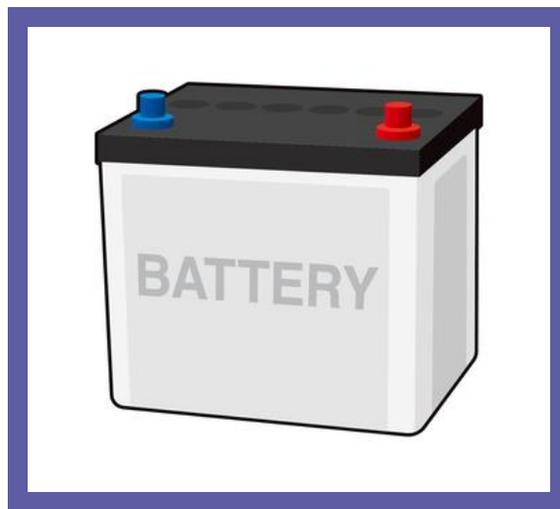


# LiquiScan 導入産業分野(液相関連)



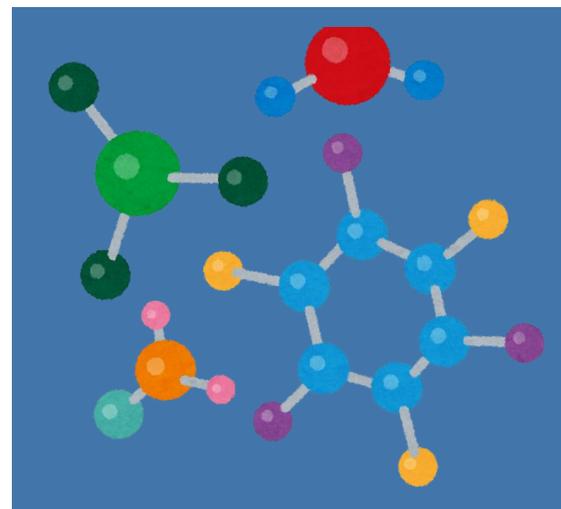
## CMPスラリー評価

□シリカ・セリア・二酸化チタンなど研磨剤評価において、多分散サンプル評価が可能



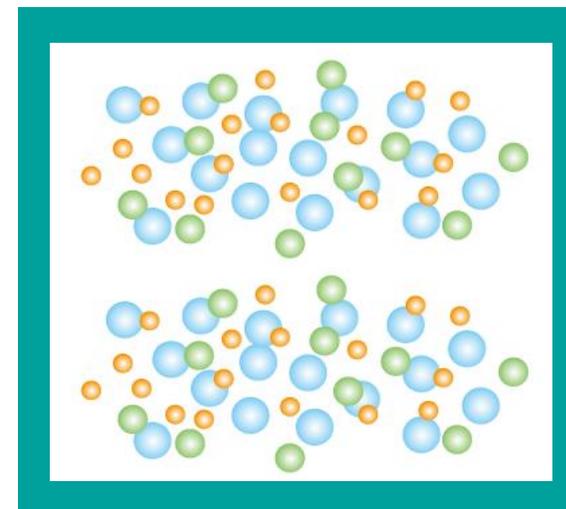
## 金属微粒子評価

□燃料電池や触媒に使用される様な金属微粒子の安定性評価



## 高分子・ポリマー評価

□研磨剤や電池材料などに含まれる高分子やポリマーの評価において、数nmの1次粒子径や数十nmを超える凝集体を評価

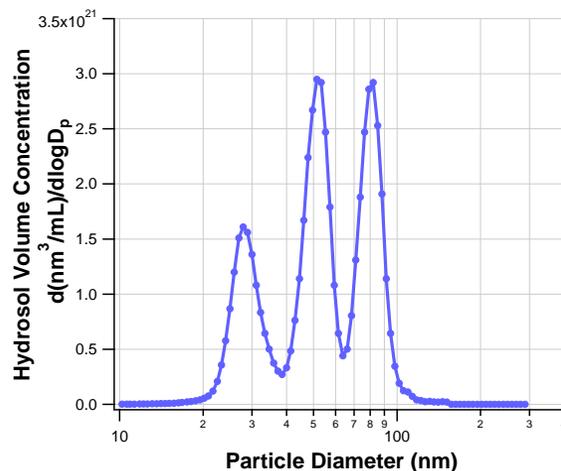


## 液中コンタミ計測

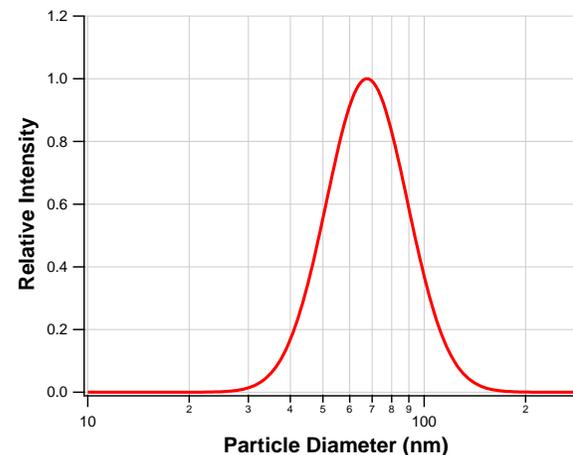
□IPA/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>、洗浄液中のコンタミ評価装置として、サブ20nmが評価できる機器として世界的に導入が進んでいる

# LiquiScanとDLSの測定原理の違いで出来ること

	測定原理	対象サンプル	粒子径レンジ	評価方法 (生データ)	分解能	測定時間	対象濃度	再現性
LiquiScan ES	電気移動度法 (DMA法)	溶液 微粉体	2.5nm ~ 1000nm	個数濃度	128ch	1 ~ 4分	0.01wt% ~ 2wt%	基本的に高い
DLS	動的 光散乱法	溶液	0.Xnm ~ 10 $\mu$ m	頻度分布 (体積基準)	低い	数十秒	約1wt% 以下	低い場合がある



・ LiquiScanデータ例



・ DLSデータ例

# 対象サンプル一覧

## 得意なサンプル

- ◎無機系微粒子(金属やシリカやラテックス等)
  - ◎タンパク質系
  - ◎高分子サンプル
  - ◎濃度の薄いサンプル
  - ◎粘性の低いサンプル
- 

## 苦手なサンプル

- ×ナノバブル → 発生の段階で消失する可能性あり。
  - ×ミセル → 発生を行うと段階で状態変化の可能性あり。
  - △濃度の濃いサンプル → 希釈を行えば測定が可能。
  - △粘性の高いサンプル → 水に近い粘度まで落とす必要性あり。
- 

## 測定可能な溶媒

- ◎水
- ◎アルコール
- 強酸※
- 強アルカリ※
- ※脱塩処理必要な場合有

## サンプル分散度等による溶媒

- △MEK
- △MIBK
- △NMP
- △シクロペンタン
- △シクロヘキサン

## 測定が難しい溶媒

- ×ヘキサン
- ×トルエン

# Liqui Scan-ESによるナノ粒子サンプル計測フロー

溶液サンプル  
ナノミスト発生



帯電粒子を中和し  
帯電平衡状態に



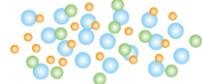
最小幅1nm以下で  
小粒子径から分級



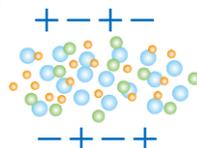
分級後のサンプルを  
個数濃度カウント



ナノ粒子発生器  
エレクトロスプレー3482



軟X線中和器  
3088



粒子分級装置  
プラットフォームDMA 3082



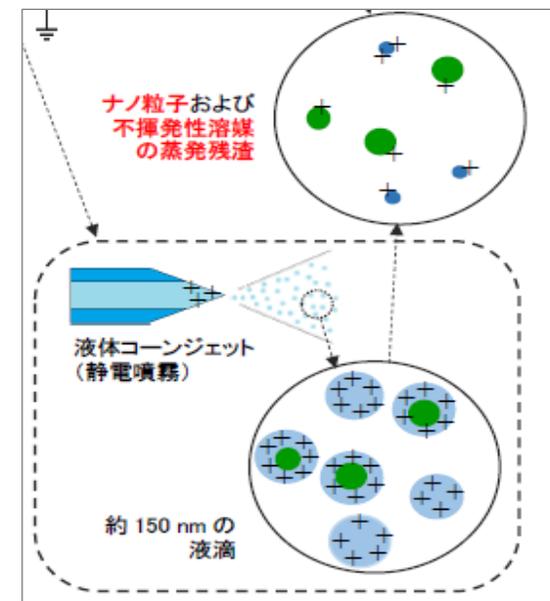
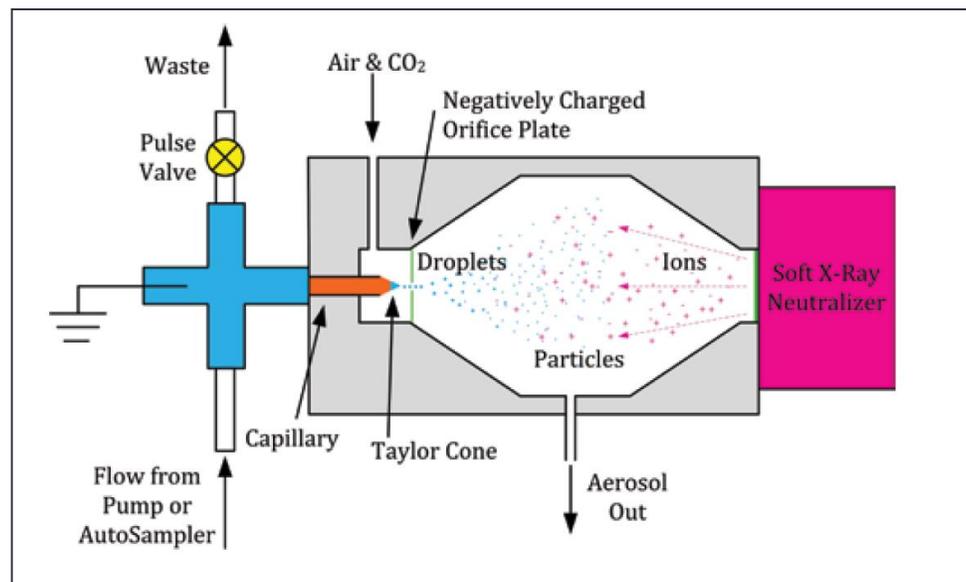
凝縮粒子カウンター  
CPC37××シリーズ

＜溶液導入部 粒子発生＞

静電噴霧装置  
エレクトロスプレー3482



静電噴霧装置  
エレクトロスプレー3482

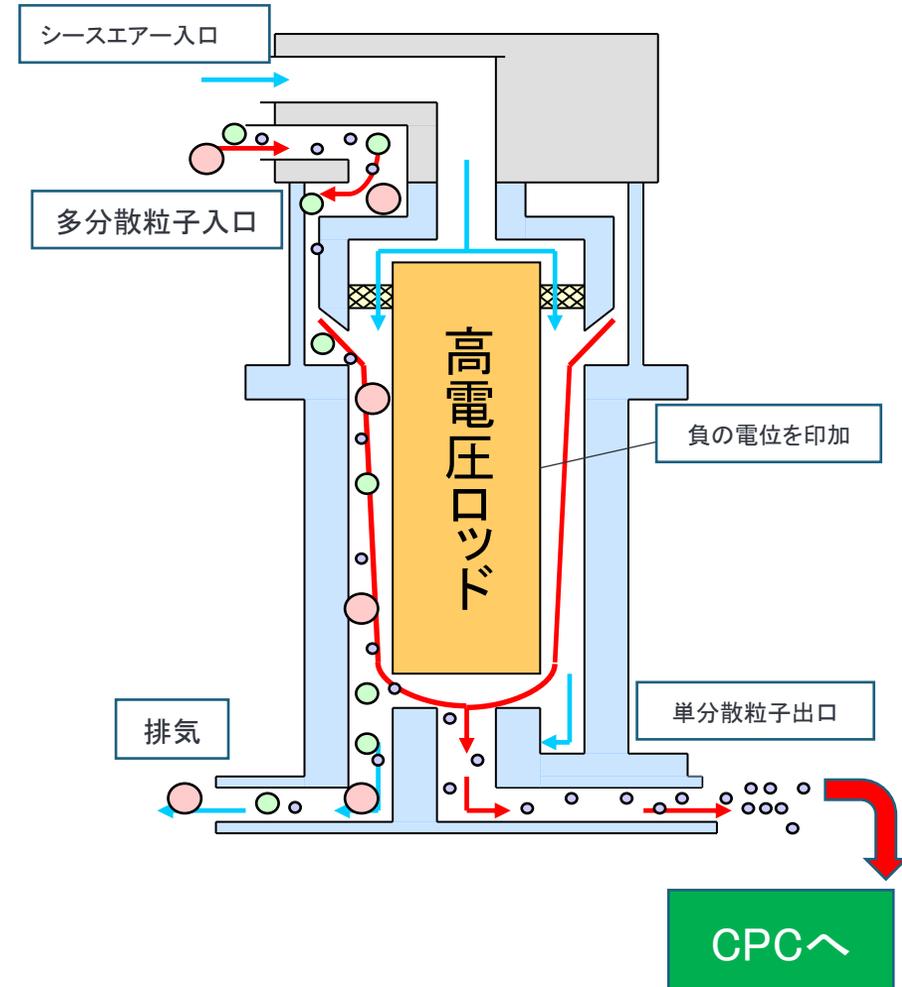


## 静電分級装置 DMAの分級原理

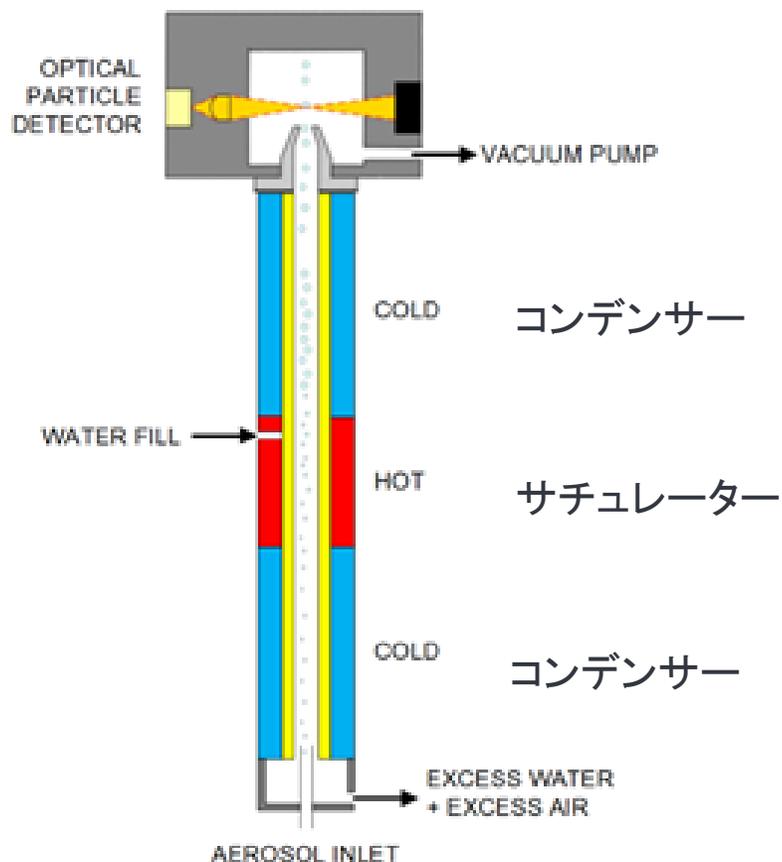


- Long DMA(モデル3081A)  
分級範囲 10~1000nm
- Nano DMA(モデル3085A)  
分級範囲 2.5~150nm
- 1nm DMA(モデル3086)  
分級範囲 1~50nm

- ① サンプル粒子(多分散)がDMA内に入ってくる。
- ② 粒子が二重管構造の外壁に沿って導入される。
- ③ 正の電荷を持った粒子は中央にある負の高電圧ロッドに引き付けられながら移動する。(この時、電荷を持たない粒子および負の電荷を持った粒子はそのまま外壁に沿って移動し、排出される。)
- ④ 高電圧ロッドに印加された電圧に応じた移動度(Mobility)を持つ粒子のみが、ロッド下部にあるスリットに導入される。※(ロッドの印加電圧を変える事によって、スリットに導入される粒子の粒径を変える事ができ、電圧を徐々に変える事によって、精度の高い粒径分布測定が可能となる。)
- ⑤ 分級された単分散粒子をCPCにてカウントする。



# 水タイプ核凝縮粒子カウンターWCPC原理



Growthチューブ

- ◆ Growthチューブ: 冷却されたサチュレーター一部と保温されたコンデンサー部から成る。
- ◆ サチュレーター部: インレットから吸引された粒子は、水蒸気と飽和する。
- ◆ コンデンサー部: 水蒸気はチューブ壁からチューブ中心へ粒子が加熱される前に拡散するため、粒子は過飽和状態となり、凝縮を始める。
- ◆ 光学部: 凝縮成長により大きな液滴となった粒子を検出する。



## CPCラインナップ

W-GPC3789 (水タイプ)  
 カウント範囲 2.2~3000nm

CPC3752 (ブタノールタイプ)  
 カウント範囲 4~3000nm

CPC3756 (ブタノールタイプ)  
 カウント範囲 2.5~3000nm

## 軟X線型中和器 Model 3088

### 正確な粒子分級測定のために必要な中和器

#### ■ 特長

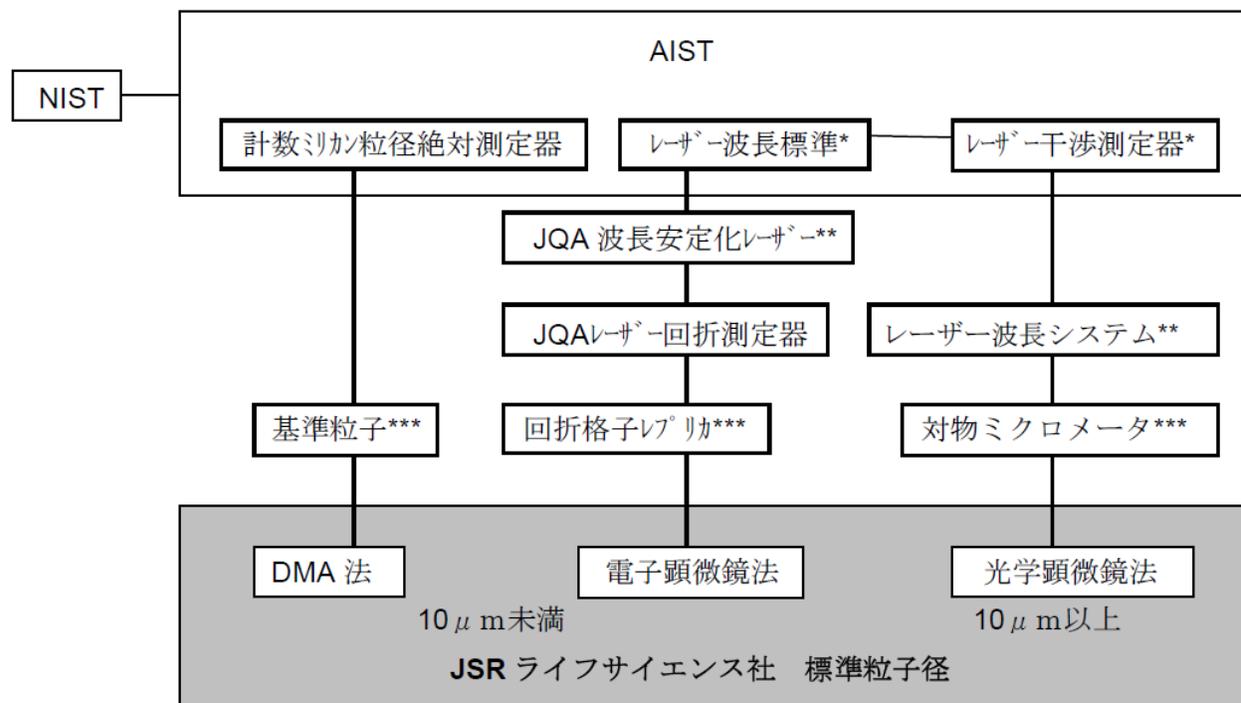
モデル3088は以下のような特徴があります。

- Am241等の放射性中和器の代替
- インターロックスイッチを有した可搬型の中和器
- 軟X線中和器からの粒子生成なし
- TSI社製の静電分級器(モデル3082及び3080)と互換
- 電源のOn/Offが可能
- 正イオンと負イオンを発生する両極式中和器
- 運転可能時間は約8760時間
- 最大で $10^7$  個/cm<sup>3</sup>の個数濃度に対応



# 粒径標準評価体系

標準粒子製品 粒径のトレーサビリティ体系図

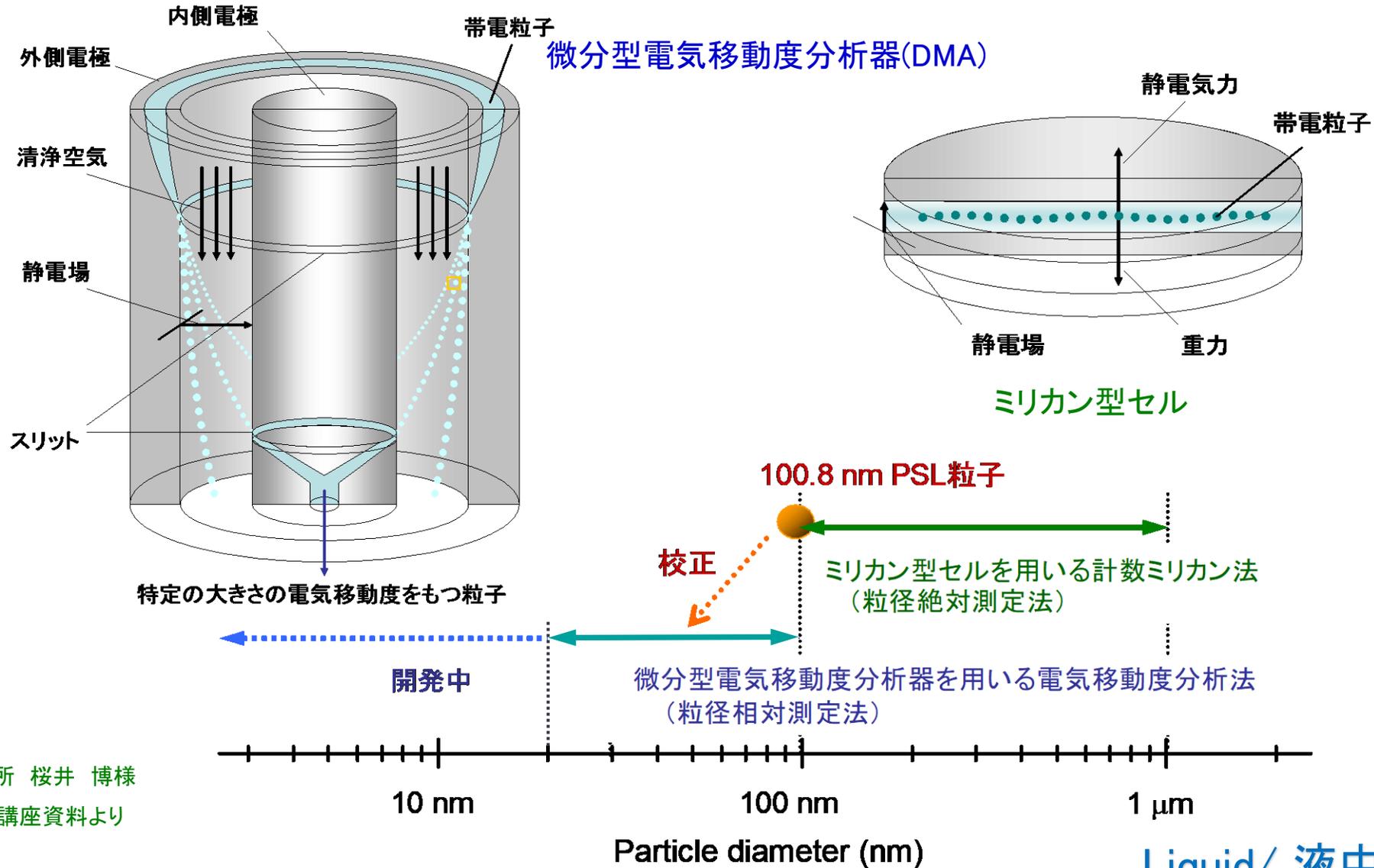


- AIIST 及び NIST のレーザー波長標準は BIPM を中心に精度管理が行われて、国際的な長さの定義にトレーサブルです。
- 基準粒子の粒径は、AIIST の特定標準器、計数ミカ粒径絶対測定器により値付けされたもので、AIIST と NIST の間の国際比較で一致していることが確認されています。

	AIIST 測定値	NIST 測定値
基準粒子 : No11	0.1008 $\mu\text{m}$	0.1007 $\mu\text{m}$

参考文献 : Mulholland, G.W., et al :Aerosol Science and Technology 31:39-55(1999)

# 産業技術総合研究所 粒径・粒子質量標準①



# 産業技術総合研究所 粒径・粒子質量標準②

粒子標準物質製造事業者に対し、粒径校正サービスを実施（現在は終了）

## 校正範囲

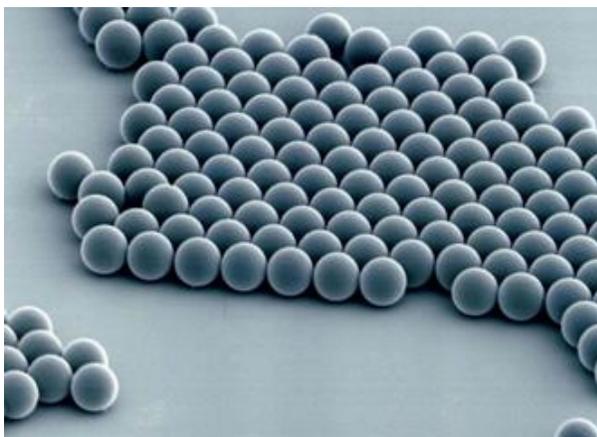
20 nm ~ 1  $\mu$ m

## 粒径測定法

- 計数ミリカン法（絶対測定法）  
100 nm ~ 1  $\mu$ m
- 電気移動度法（相対測定法）  
20 nm ~ 300 nm

## 粒径分布幅も校正可能

（粒径20 nm ~ 300 nmにて、2015年～）



JSR Life Sciences JSR  
MATERIALS INNOVATION

2012.7

標準粒子製品一覧表

下表の製品の粒子径は、AIST（独）産業技術総合研究所、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ます。

**STADEX /  
JSR SIZE STANDARD PARTICLES<sup>1)</sup>**

(※: 参考値)

品番	粒径平均値 $\mu$ m	拡張不確かさ (k=2) $\mu$ m	CV値 <sup>※</sup> %	比重 <sup>※</sup>	屈折率 <sup>※</sup> $n_D^{20}$	粒子数 <sup>※</sup> 個/mL	固形分 %	粒径測定法
SC-0030-A	0.029	0.001	13.74	1.115	1.550	$7.0 \times 10^{14}$	0.5	DMA
SC-0050-D	0.048	0.001	15.57	1.061	1.592	$1.6 \times 10^{14}$	1	DMA
SC-0055-D	0.055	0.001	14.43	1.065	1.585	$1.1 \times 10^{14}$	1	DMA
SC-0060-D	0.061	0.001	9.04	1.065	1.582	$7.8 \times 10^{13}$	1	DMA
SC-0070-D	0.070	0.001	6.22	1.066	1.587	$5.3 \times 10^{13}$	1	DMA
SC-0080-D	0.080	0.002	4.80	1.065	1.590	$3.5 \times 10^{13}$	1	DMA
SC-0100-D	0.100	0.003	2.47	1.060	1.592	$1.8 \times 10^{13}$	1	DMA
SC-0120-D	0.123	0.002	1.54	1.054	1.595	$9.7 \times 10^{12}$	1	DMA
SC-0140-D	0.143	0.002	1.39	1.054	1.595	$6.2 \times 10^{12}$	1	DMA
SC-016-S	0.152	0.007	2.46	1.069	1.592	$5.1 \times 10^{12}$	1	TEM

<http://www.jsrlifesciences.com>

産業技術総合研究所 桜井 博様

コロイド実用化技術講座資料より

# 複数の粒子が混在する際の測定例① 個数評価

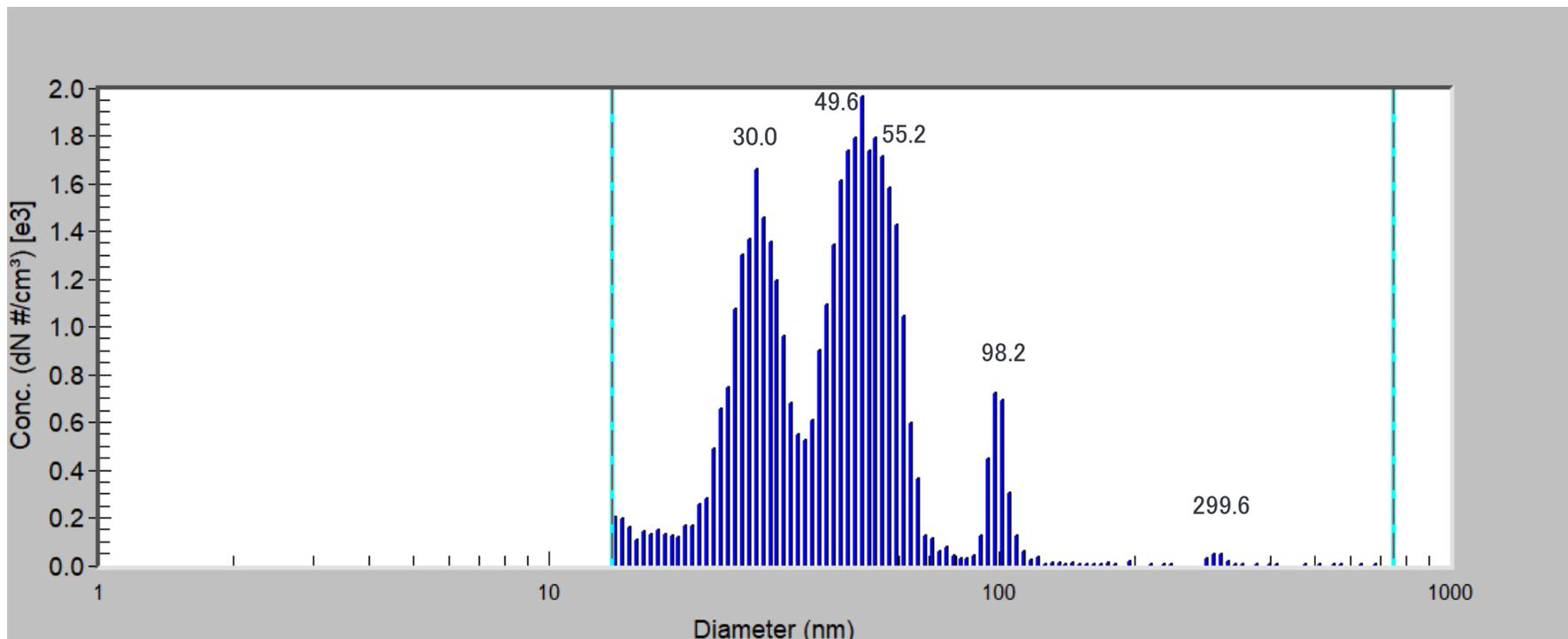


標準粒子ポリスチレンラテックス (PSL)  
29nm, 48nm, 55nm, 100nmを1滴ずつ  
309nmを3滴同時混入させ計測



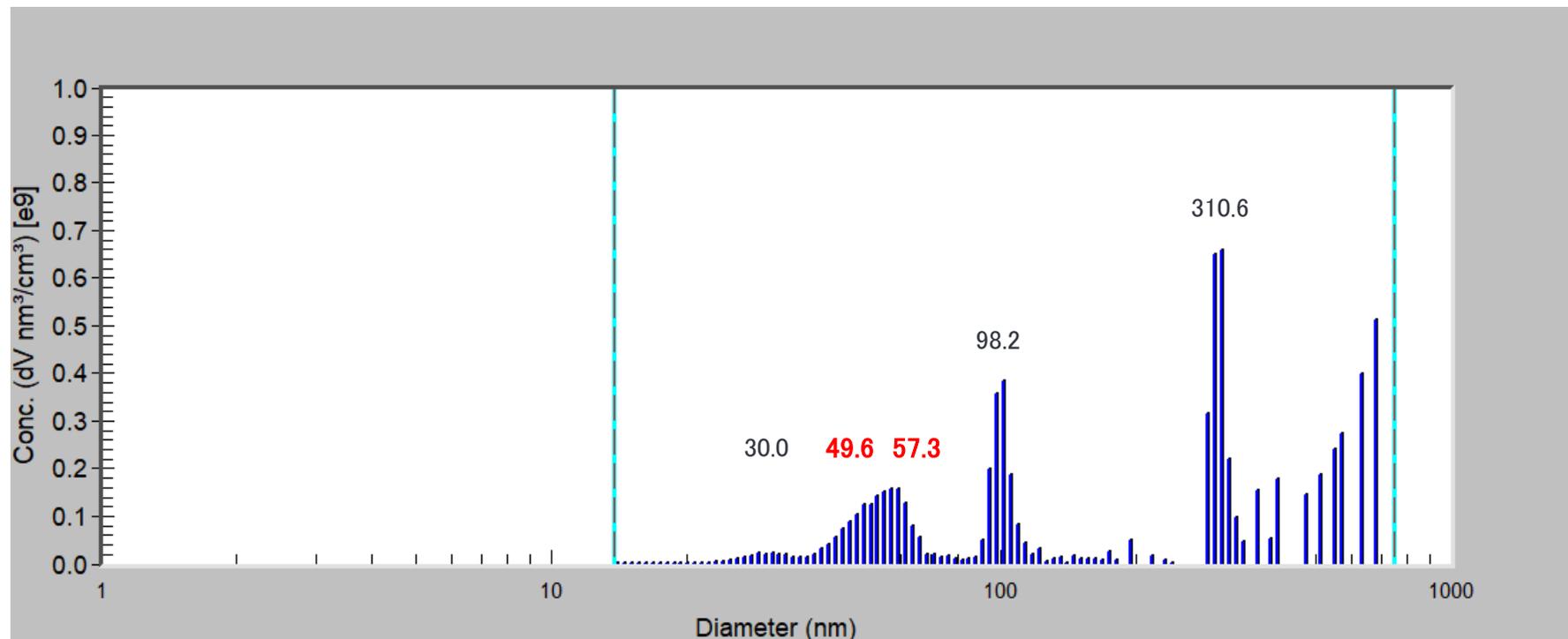
動的光散乱 (DLS) 等では通常測定しづらい  
複数のピークを検出可能

<個数評価>



## 複数の粒子が混在する際の測定例② 体積評価

### <体積評価>



体積評価に変換した場合、個々の濃度は個数評価と割合が逆転する様な形になる。

49.6nm(48nm)と57.3nm(55nm)のピークは個数での評価の際は隠れていた55nmの方が体積評価によって逆転して見えている。

# モビリティ評価のよくあるご質問

評価方法として粒子表面に帯電している静電気量を利用してサイジングを行なう。

粒子の大きさによる帯電量の違いは、非常に大きなファクターとなり、物質の違いによる帯電性の違いよりも遥かに大きな影響を与える。

例 金コロイド粒子10nmとラテックス粒子10nmは導電率としては全く異なるが、粒子の持てる静電気量は表面積に依存する



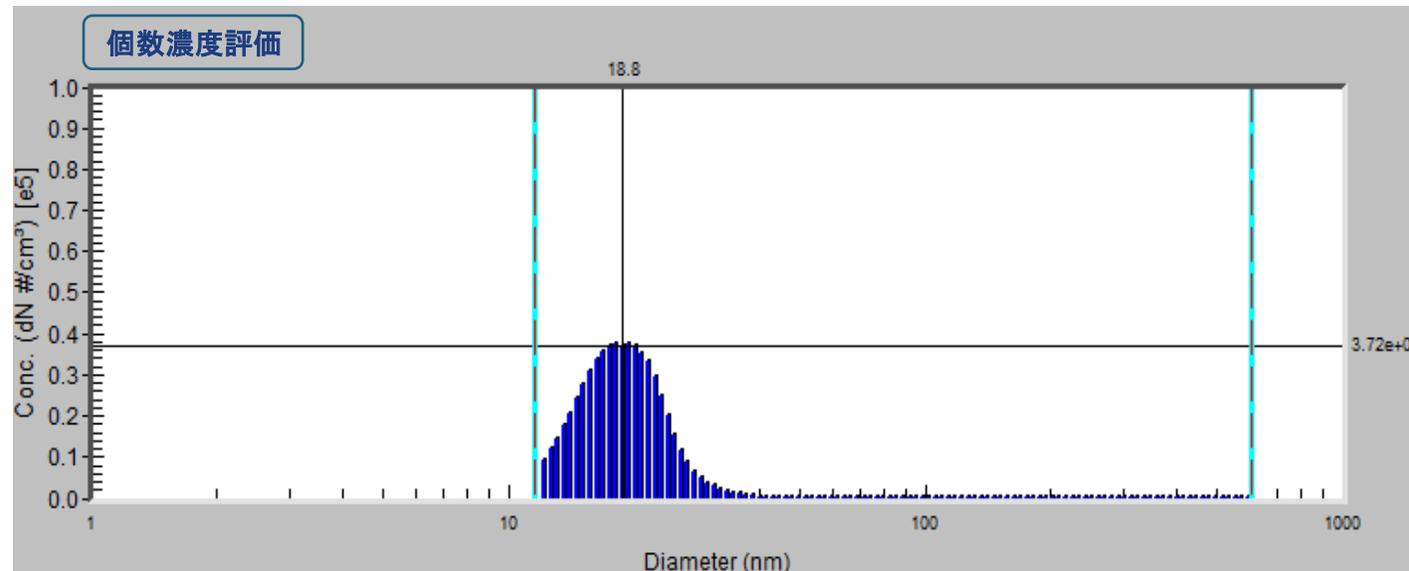
⇒金/シリカ/ラテックス/タンパク質など帯電性が全く違うサンプルでも、係数やファクターなどの変更の必要性がない。

## サンプル測定データ① CMPスラリー評価

分級式個数評価により、粒子径情報のみならず、  
単分散度の評価がより正確に行えます

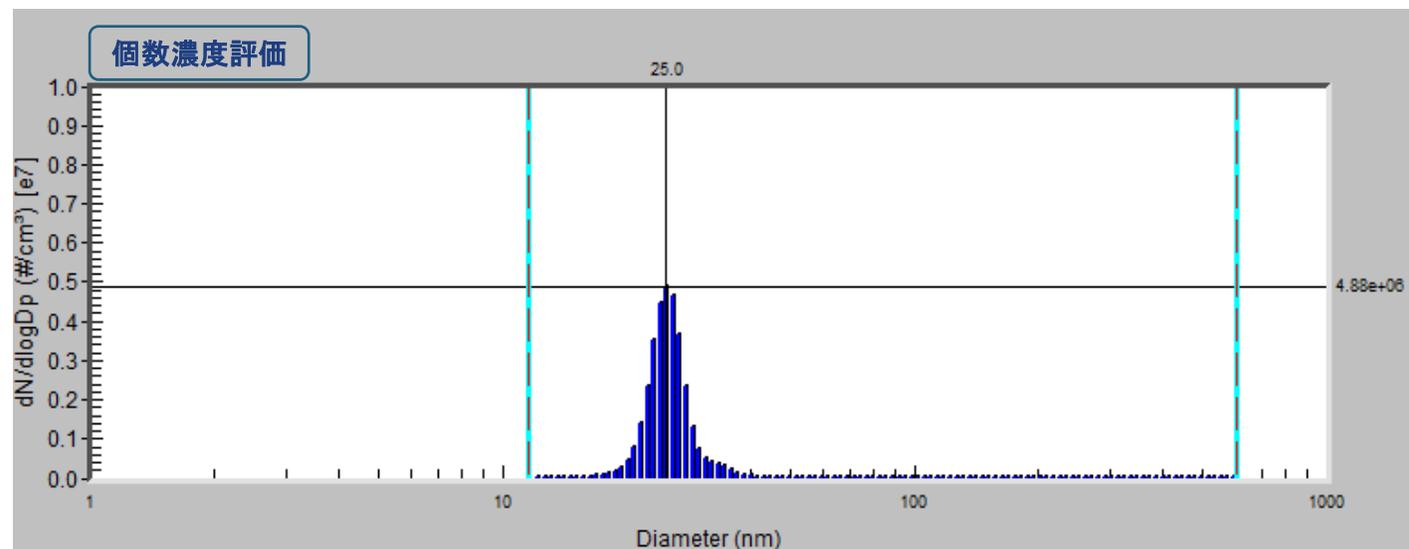
CMPスラリーA  
BET評価径12nm相当  
0.03wt% 分散媒: 酢酸アンモニウム20mmol

SEM測定値は平均16nm(9-21nm)  
になり、DMA方式の結果の方が一致  
→SEM結果からの多少ブロードな分布  
を捉えている



CMPスラリーB  
DLS評価径15nm相当  
0.04wt% 分散媒: 酢酸アンモニウム20mmol

SEM測定値は平均22nm(19-27nm)  
になり、DMA方式の結果の方が一致  
→粒子それぞれをサイズ毎にカウント  
している為、単分散性が高い様子も  
捉えている

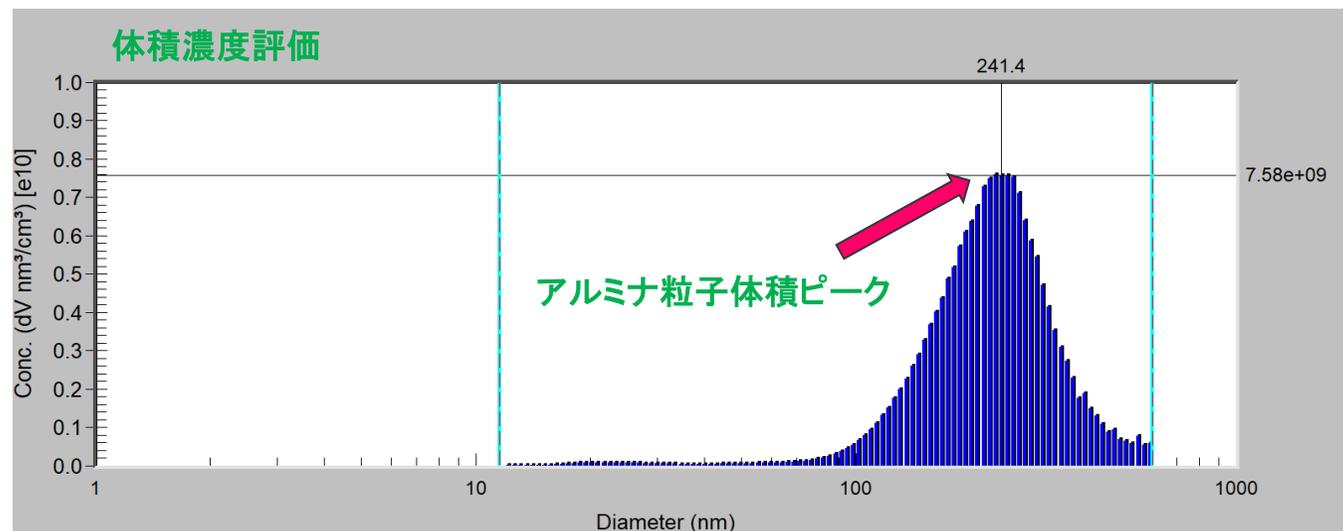
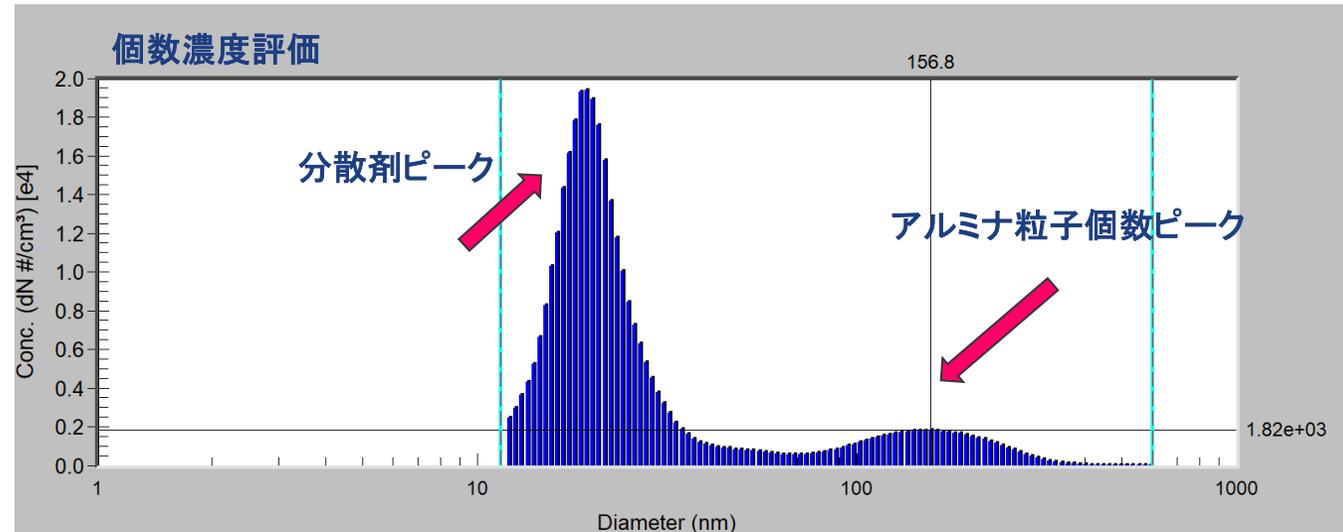


※SEM測定値は名古屋大学日影達夫先生  
「SiO<sub>2</sub>ナノ粒子分散樹脂等のSEM・TEM  
及び SAXS による粒子径の観察」より引用

## サンプル測定データ② アルミナ分散溶液

アルミナ粉末を純粋で混合し、2wt%の水溶液を作製  
レーザー回折評価径180nm相当（分散剤：ヘキサメタリン酸ナトリウム）

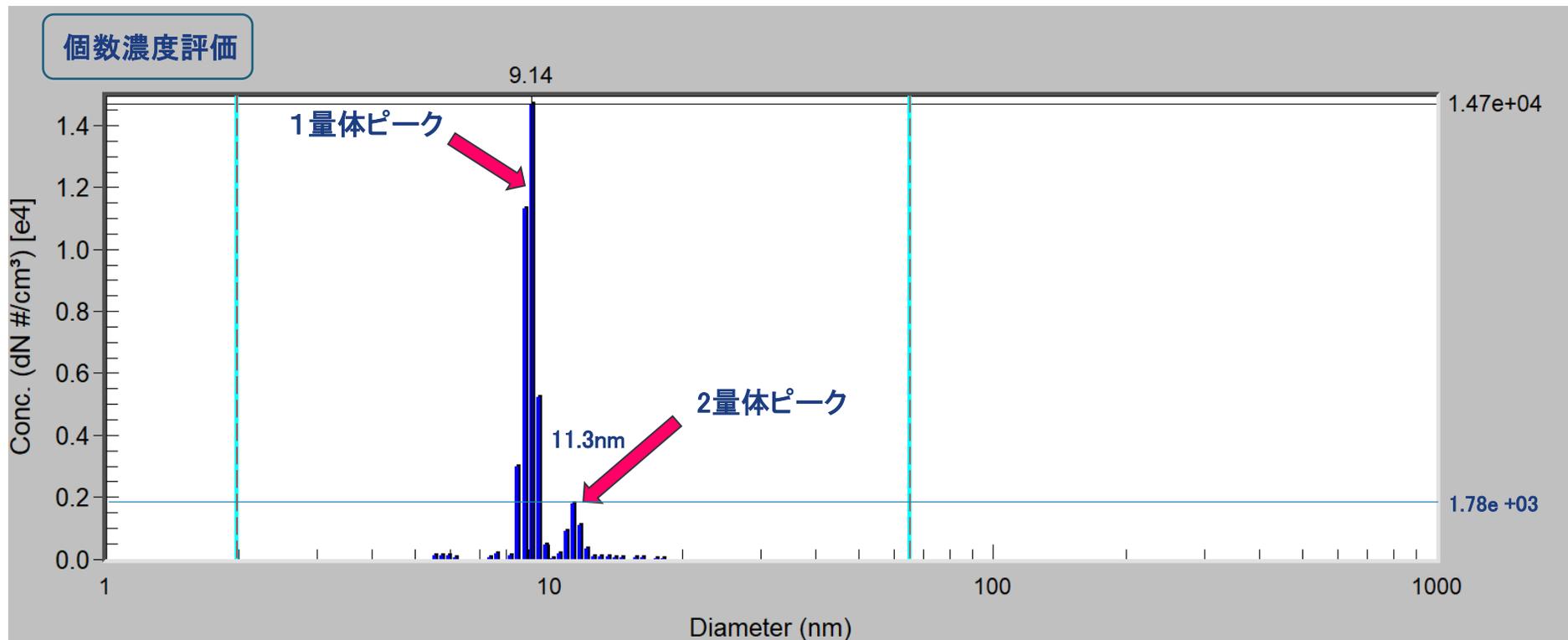
体積評価で値付けされたサンプルの  
個数濃度での実際の割合を測定することが可能



## サンプル測定データ③ 免疫グロブリン(IgG)

IgG 人由来モノクローナル抗体  
分子量150000 粒子径9.4nm相当

1量体と2量体の僅かな粒子径の差を判別でき、  
更に個数濃度から凝集体の割合を測定可能



～参考資料 LiquiScan-ES 測定可能タンパク質(1量体～多量体)一覧表～

Protein	Monomers		Dimers		Trimers		Tetamers		Octamers	
	Mol.weight (Da)	EM diameter (nm)								
Oxytocin	-	-	-	-	3022	-	-	-	-	-
Angiotensin I	-	-	-	-	3890	-	-	-	-	-
Insulin B-chain	3496	2.85	6992	3.4	10488	-	-	-	-	-
Insulin	5734	3.15	11467	3.9	17201	-	-	-	-	-
Ubiquitin	8565	3.6	17130	4.5	25694	-	-	-	-	-
Ferrdoxin	11005	3.85	22009	4.8	-	-	-	-	-	-
Cytochrome	12287	4.15	24573	5.15	36860	5.9	-	-	-	-
Streptavidin	-	-	-	-	-	-	53086	6.6	106171	8.4
RibonucleaseA	13682	4.3	27364	5.4	-	-	54729	6.7	-	-
Lysozyme	14305	4.3	28610	5.4	42945	6.45	-	-	-	-
RibonucleaseB	14765	4.4	29530	5.5	-	-	59060	6.85	-	-
Avidin	-	-	-	-	-	-	63950	6.9	127900	8.8
Myoglobin	17568	4.6	35136	5.7	52704	6.45	-	-	-	-
$\beta$ -Lactoglobulin	18227	4.7	36554	5.8	54832	6.6	-	-	-	-
Trypsin	23853	5.3	47706	6.45	-	-	-	-	-	-
Alcohol dehydrogenase	36816	5.8	73631	7.3	-	-	147392	9.3	-	-
Fetuin	43358	6.2	86716	7.75	-	-	173431	9.95	-	-
Albumin hen egg	44564	6.3	89128	7.8	-	-	-	-	-	-
Enolase	46695	6.35	93390	7.9	140086	9.15	186781	10.1	-	-
FactorIX	53200	6.65	-	-	-	-	-	-	-	-
Catalase	-	-	-	-	-	-	233032	10.8	466064	13.7
Hemoglobin(bovine)	64705	6.9	129409	8.7	-	-	-	-	-	-
Hemoglobin(human)	65001	6.9	130002	8.8	-	-	-	-	-	-
Bovine serum albumin	66398	7.1	132797	9.0	199196	-	-	-	-	-
holo-Transferrin	78379	8	156759	9.5	235138	10.4	-	-	-	-
Acylase I	90157	8.0	-	-	-	10.9	-	-	-	-
$\beta$ -Galactosidase	116352	8.8	232703	11.1	349055	-	465407	13.9	-	-
IgG(bovine)	148850	9.3	297700	11.7	446550	12.65	-	-	-	-
IgG-peroxidase(conjugate)	188850	10.2	-	-	-	13.4	-	-	-	-
Ferritin	483164	14.3	-	-	-	-	-	-	-	-
Thyroglobulin	660000	14.9	-	-	-	-	-	-	-	-
Ig M	960500	17.4	1921000	21.65	-	-	-	-	-	-

粒子測定装置については  
東京ダイレックにご相談下さい。

 **東京ダイレック株式会社**

営業部 TEL: 03-5367-0891 FAX:03-5367-0892

Mail: [info@tokyo-dylec.co.jp](mailto:info@tokyo-dylec.co.jp)

HP: <https://www.t-dylec.net/>