

光散乱式・光遮蔽式パーティクルカウンタを用いた

液中粒子数濃度測定における不確かさの粒径依存性評価

Particle size dependence of the uncertainty for measurements of number concentration of liquid-borne particles using light-scattering-type and light-extinction-type particle counters

産総研 ○車 裕輝, 坂口 孝幸, 桜井 博

National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST)

E-mail: y.kuruma@aist.go.jp

はじめに

産業技術総合研究所では液中粒子数濃度の一次標準である質量測定型光学式液中粒子計数法 (M-OPC 法) を開発し校正業務を実施してきた。

液中粒子数濃度の校正対象は、単分散ポリスチレンラテックス (PSL) 粒子を水中に分散させた懸濁液である。図 1 に M-OPC 法の概要を示す。パーティクルカウンタ内を通過した粒子を計数し、同時に計数に用いた懸濁液質量を決定した。粒子数濃度 C (個 g^{-1}) は測定値に必要な補正をすることで求めた粒子計数値 N (個) と懸濁液質量 M (g) から推定した。

不確かさ評価

液中粒子数濃度を導出するモデル式を示す。

$$C = \frac{1}{m \times n} \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^n \left\{ \left(\frac{N_{Sij}}{M_{Sij}} \times \frac{\alpha}{\beta} - \frac{C_{BG}}{2} + \frac{C_{aggregation,i}}{2} \right) \times \frac{M_{1i}}{M_{0i}} \right\} \quad (1)$$

ここで N_{Sij} は粒子計数値, M_{Sij} は質量測定値, α はサンプリングチューブにかかる浮力効果による質量増加比率, β は同時通過計数損失による粒子数減少比率, C_{BG} はバックグラウンド計数の最大値, $C_{aggregation,i}$ は凝集粒子による濃度減少値, M_{0i} は希釈に用いた原液の質量, M_{1i} は希釈後の懸濁液質量である。 m と n はそれぞれ希釈と測定の反復回数を示す。式 (1) に不確かさの伝播則を適用することで、M-OPC 法による測定の不確かさを推定した。

低粒径粒子の例として、600 nm PSL 粒子、大粒径粒子の例として 10 μ m PSL 粒子の測定結果を示す。それぞれの相対合成標準不確かさは 0.0216, 0.0219 だった。600 nm 粒子の場合、バックグラウンド計数の不確かさ、計数下限近傍での計数損失の不確かさが顕著であり、相対標準不確かさでそれぞれ 0.0184, 0.0049 だった。10 μ m PSL 粒子の場合、希釈操作時の分取に伴う濃度の不確かさ、同時通過計数損失の不確かさ、凝集粒子数の不確かさが顕著であり、相対標準不確かさでそれぞれ 0.0107, 0.0060, 0.0163 だった。

同一粒径の粒子を異なる測定原理のパーティクルカウンタを用いて測定した場合、各不確かさ要因の寄与は異なっていた。例えば 2 μ m PSL 粒子では、光散乱式・光遮蔽式パーティクルカウンタによる測定結果は、相対合成標準不確かさでそれぞれ 0.0177, 0.0074 だったのに対し、計数下限近傍での計数損失の相対標準不確かさはそれぞれ 0.00252, 0.00079 だった。この差異の原因は用いたパーティクルカウンタの粒径分解能等の装置特性の違いによるものである。

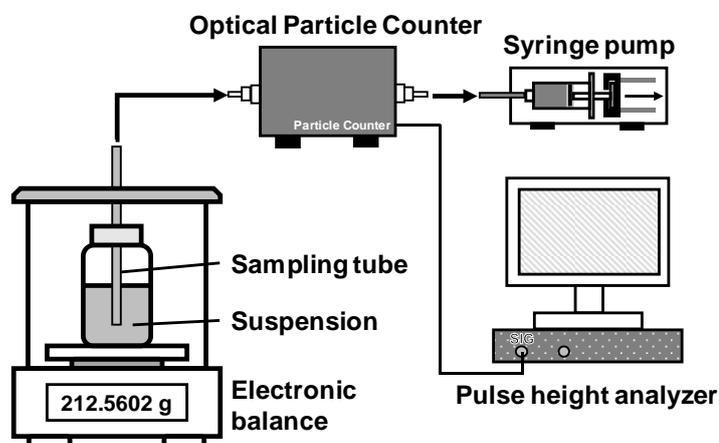


図 1 M-OPC 法の概要図