

質量測定式液中粒子計数装置を用いた液中粒子数濃度一次標準の開発

Development of primary standard for number concentration in liquid-borne particles by the optical particle counter for liquid with the method for simultaneous measurement of mass

○坂口 孝幸、車 裕輝、桜井 博 (産総研)

○Takayuki Sakaguchi, Yuki Kuruma, Hiromu Sakurai (NMIJ/AIST)

E-mail: ndyag532pulse @ ni.aist.go.jp

1. 始めに

注射剤や上水の清浄度管理や血球計数などに広く利用されている液中粒子数濃度測定に使用される計測器の濃度測定結果の正確さを保証するためには、SI トレーサブルにできるような国家一次標準が必要である。また、測定結果の妥当性を評価するためには、標準液による校正や試験が必要である。国立研究開発法人産業技術総合研究所では、液中粒子数濃度の一次標準を開発し、校正業務を実施してきた。校正対象粒子数濃度範囲は 5×10^2 個/g から 2×10^6 個/g である。校正対象粒子中心粒径範囲をこれまで供給してきた $2 \mu\text{m} - 20 \mu\text{m}$ から新たに $600 \text{ nm} - 20 \mu\text{m}$ へ拡張し、さらに、校正の不確かさを減少させた一次標準を開発したので報告する。

2. 粒子数濃度校正方法

粒子数濃度校正対象は、懸濁液中の粒子数濃度である。校正では、粒子懸濁液（母懸濁液）を必要に応じて希釈し、計数に用いた希釈後懸濁液試料質量 M (g) と希釈率 R 及び産総研で開発した質量測定式液中粒子計数装置 (Optical Particle Counter for liquid with the method for simultaneous measurement of Mass: MOPC) による粒子数の全数計数値 N (個) から、単位質量あたりの粒子数濃度 C (個/g) を求めた。

3. 不確かさ評価

母懸濁液粒子数濃度 C_0 の推定は、希釈後懸濁液濃度測定結果 C_{li} と $C_0 = C_{li} \times R$ であることから不確かさの伝播則を直接適用して求めた。

$$\frac{u^2(C_0)}{C_0^2} = \frac{u_{\text{sample}}^2(C_1)}{C_1^2} + \frac{u_{\text{OPC}}^2(C_1)}{C_1^2} + \frac{\gamma^2}{C_1^2} \times \left\{ \frac{u_{\text{systematic}}^2(N_S)}{N_S^2} + \frac{u_{\text{systematic}}^2(M_S)}{M_S^2} + \frac{u_{\text{probe}}^2(\alpha)}{\alpha^2} + \frac{u_{\text{coincidence}}^2(\beta)}{\beta^2} \right\} \quad \text{式 1}$$

$$+ \frac{u^2(C_{BG})}{C_1^2} + \frac{u^2(C_{\text{doublet},i})}{C_1^2} + \frac{u^2(M_1)}{M_1^2} + \frac{u^2(M_0)}{M_0^2}$$

$$\gamma = \frac{N_{Sij}}{M_{Sij}} \times \frac{\alpha}{\beta} \quad \text{質量浮力補正・プローブ挿入バイアス質量補正・同時通過濃度補正を行った濃度。}$$

右辺は、希釈の際の分取によるばらつき・MOPC 計数ばらつき・計数の系統的変動・計数懸濁液質量測定・プローブ挿入によるバイアス補正・同時通過補正・希釈後補正質量・採取原液補正質量の不確かさを表している。液中粒子数濃度校正の校正・測定能力を以下に示す。

$$\frac{U}{C_0} = 0.0148 \quad (\text{粒径 } 2 \mu\text{m} \text{ 以上 } 20 \mu\text{m} \text{ 以下、濃度 } 5 \times 10^3 \text{ 個/g 以上 } 2 \times 10^6 \text{ 個/g 以下}) \quad \text{式 2}$$

$$\frac{U}{C_0} = 0.0355 \quad (\text{粒径 } 600 \text{ nm 以上 } 2 \mu\text{m} \text{ 未満、濃度 } 5 \times 10^3 \text{ 個/g 以上 } 2 \times 10^6 \text{ 個/g 以下}) \quad \text{式 3}$$

粒子計数の顕著な系統的成分がこれ以外にないことは、質量校正式顕微鏡法との比較によった^[1]。

4. 結論

MOPC と希釈率測定用電子天秤からなる、液中粒子数濃度の 1 次標準を開発した。不確かさの主要部分は、凝集粒子の識別による不確かさおよび小粒径計数においては計数打ち切りによる不確かさであった。

[1] T Sakaguchi and K Ehara Primary standard for the number concentration of liquid-borne particles in the 10 to $20 \mu\text{m}$ diameter range Meas. Sci. Technol. 22 024010 (11pp) (2011)