

まえがき

この規格は、工業標準化法第 14 条によって準用する第 12 条第 1 項の規定に基づき、社団法人日本粉体工業技術協会(APPIE)／財団法人日本規格協会(JSA)から、工業標準原案を具して日本工業規格を改正すべきとの申出があり、日本工業標準調査会の審議を経て、経済産業大臣が改正した日本工業規格である。

これによって、**JIS Z 8901:1995** は改正され、この規格に置き換えられる。

この規格の一部が、技術的性質をもつ特許権、出願公開後の特許出願、実用新案権、又は出願公開後の実用新案登録出願に抵触する可能性があることに注意を喚起する。経済産業大臣及び日本工業標準調査会は、このような技術的性質をもつ特許権、出願公開後の特許出願、実用新案権、又は出願公開後の実用新案登録出願にかかわる確認について、責任はもたない。

JIS Z 8901 には、次に示す附属書がある。

附属書（規定）試験用粒子 1 の平均粒子径の測定方法

目 次

	ページ
1. 適用範囲.....	1
2. 引用規格.....	1
3. 定義.....	1
4. 種類.....	2
5. 試験用粉体 1	3
5.1 品質.....	3
5.2 粒子径分布	5
5.3 調製方法	7
5.4 測定方法	7
5.5 取扱い上の注意事項.....	9
5.6 表示.....	9
6. 試験用粉体 2	10
6.1 品質.....	10
6.2 取扱い上の注意事項.....	12
6.3 表示.....	12
7. 試験用粒子 1	13
7.1 品質.....	13
7.2 平均粒子径	13
7.3 測定方法	14
7.4 取扱い上の注意事項.....	16
7.5 保存上の注意	16
7.6 表示.....	16
8. 試験用粒子 2	17
8.1 品質.....	17
8.2 粒子径分布	17
8.3 測定方法	17
8.4 取扱い上の注意事項.....	18
附属書（規定）試験用粒子 1 の平均粒子径の測定方法	20

試験用粉体及び試験用粒子

Test powders and test particles

1. **適用範囲** この規格は、集じん装置、エアフィルタなどの集じん試験、各種計測器の機能試験、摩耗試験などに用いる試験用粉体及び光散乱式自動粒子計数器の校正、超高性能エアフィルタの粒子捕集率試験、大気中の浮遊粒子状物質自動計測器の校正などに用いる試験用粒子について規定する。
2. **引用規格** この規格の引用規格を、付表 1 に示す。これらの規格は、この規格に引用されることによって、この規格の規定の一部を構成する。これらの引用規格は、その最新版（追補を含む。）を適用する。
3. **定義** この規格で用いる主な用語の定義は、JIS Z 8103 及び JIS Z 8122 によるほか、次による。
- a) **試験用粉体** 特性が一定しており、一般に取り扱う粉体の代表的な特性をもつもので、試験用粉体 1 及び試験用粉体 2 がある。試験用粉体 1 は、集じん装置、エアフィルタなどの粉体に対する集じん試験、各種計測器の機能試験などに用いられ、試験用粉体 2 は、粉体関連機器の検定や、各種計器の粉体に対する動作機能、摩耗耐久試験などに用いられる。
- b) **試験用粒子** 試験用粒子 1 及び試験用粒子 2 がある。試験用粒子 1 は、ポリスチレン(Polystyrene) 系粒子をいう。スチレンを主成分とし、乳化重合などによって合成された粒子径のそろった単分散固体粒子。通常、濃縮懸濁液の状態で市販され、超純水で適切な濃度に希釈したもの、又は、噴霧、乾燥空気と混合し、水を蒸発させた試験用微粒子。試験用粒子 2 は、ポリアルファオレフィン又はステアリン酸を、エアロゾル発生装置を用いて微粒子化したもの。
- c) **粒子径** ふるい分け法によって試験用ふるいの目開きで表したもの、沈降法によるストークス相当径で表したもの、顕微鏡法による円相当径で表したもの及び光散乱法による球相当径、並びに電気抵抗試験方法⁽¹⁾による球相当値で表したもの。粒径ともいう。
- 注⁽¹⁾ 電氣的検知帯法と呼称することが多い。
- d) **粒子径分布** 粒子群を構成する粒子の粒子径に対する分布。
- 備考** 試験用粉体を含めて、一般に粉体はすべての粒子が均一な大きさであることはなく、ある最小粒子径から最大粒子径の範囲内に、いろいろな大きさの粒子がいろいろな割合で存在する。
- e) **オーバーサイズ** 粒子径分布において、ある粒子径より大きい粒子群の全粉体に対する百分率。
- f) **中位径** 粉体の粒子径分布において、ある粒子径より大きい個数又は質量が、全粉体のその 50 % を占めるときの粒子径。
- g) **粒子密度** 粉体の実容積を測定し、その値で全粉体の質量を除した値。
- h) **見掛け密度** 粉体の質量をその占める体積で除した値。
- i) **平均粒子径** 光学顕微鏡法又は透過形電子顕微鏡法によって撮影した粒子の直径の算術平均値。

j) **CV値** 標準偏差を平均粒子径の値で除した量。ばらつきを相対的に表すもの。

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (\%)$$

ここに, s : 標準偏差
 $\bar{x}$: 平均粒子径

備考 変動係数(Coefficient of Variation)ともいう。

4. **種類** 試験用粉体の種類は、使用材料及び中位径によって表1及び表2のとおり区分し、試験用粒子の種類は、呼び径、使用材料及び中位径によって表3及び表4のとおり区分する。

表 1 試験用粉体 1 の種類

種類	使用材料	中位径(質量基準) の範囲 μm
1 種	けい砂	185～200
2 種	けい砂	27～31
3 種	けい砂	6.6～8.6
4 種	タルク	7.2～9.2
5 種	フライアッシュ	13～17
6 種	普通ポルトランドセメント	24～28
7 種	関東ローム	27～31
8 種	関東ローム	6.6～8.6
9 種	タルク	4.0～5.0
10 種	フライアッシュ	4.8～5.7
11 種	関東ローム	1.6～2.3
12 種	カーボンブラック	—
13 種	— (欠番)	—
14 種	— (欠番)	—
15 種	試験用粉体 8 種, 12 種及び コットンリンタの混合材料	—
16 種	重質炭酸カルシウム	3.6～4.6
17 種	重質炭酸カルシウム	1.9～2.4

表 2 試験用粉体 2 の種類

種類	使用材料	中位径(質量基準) の範囲 μm
GBL 30	ガラスビーズ	29～ 31
GBL 40	(ソーダライム—シリケート ガラス)	40～ 42
GBL 60		58～ 60
GBL100		99～101
GBM 20	ガラスビーズ	21～23
GBM 30	(バリウム—チタネートガ ラス)	29～31
GBM 40		40～42
No.1	白色溶融アルミナ	1.6～2.5
No.2		3.5～4.5
No.3		7.4～8.6
No.4		13.0～15.0
No.5		28.0～32.0
No.6		54.0～60.0

表 3 試験用粒子 1 の種類

種類	呼び径 μm
No.1	0.05
No.2	0.08
No.3	0.1
No.4	0.2
No.5	0.3
No.6	0.5
No.7	1
No.8	2
No.9	5
No.10	10
No.11	15
No.12	25

表 4 試験用粒子 2 の種類

種類	使用材料	中位径(個数基準) の範囲 μm
1 種	ポリアルファオレフィン	0.21～0.32
2 種	ステアリン酸	0.25～0.35

参考 試験用粒子 2 の 1 種では、JIS Z 8901:1995 で規定していたフタル酸ジオクチルが内分泌かく乱物質の疑いがあることから、代替粒子としてポリアルファオレフィンを規定した。

5. 試験用粉体 1

5.1 品質 試験用粉体 1 の品質は、次による。

5.1.1 試験用粉体 1 の 1 種、2 種及び 3 種 試験用粉体 1 の 1 種、2 種及び 3 種(けい砂) の品質は、次による。

a) 化学成分 化学成分は、5.4.2 a)の方法によって測定し、表 5 の規定に適合しなければならない。

表 5 1 種、2 種及び 3 種の化学成分

化学成分	質量百分率 %
SiO ₂	95 以上
Fe ₂ O ₃	} 合計 3 以下
Al ₂ O ₃	
TiO ₂	
MgO	
強熱減量	

b) 粒子密度 粒子密度は、5.4.3 の方法によって測定し、2.6～2.7 g/cm³ の値でなければならない。

5.1.2 試験用粉体 1 の 4 種及び 9 種 試験用粉体 4 種及び 9 種(タルク) の品質は、次による。

a) 化学成分 化学成分は、5.4.2 a)の方法によって測定し、表 6 の規定に適合しなければならない。

表 6 4 種及び 9 種の化学成分

化学成分	質量百分率 %
SiO ₂	60～63
Fe ₂ O ₃	0～3
Al ₂ O ₃	0～3
CaO	0～2
MgO	30～34
強熱減量	3～7

b) 粒子密度 粒子密度は、5.4.3 の方法によって測定し、2.7～2.9 g/cm³ でなければならない。

5.1.3 試験用粉体 1 の 5 種及び 10 種 試験用粉体 5 種及び 10 種(フライアッシュ) の品質は、JIS A 6201 に規定するフライアッシュとする。

5.1.4 試験用粉体 1 の 6 種 試験用粉体 6 種 (普通ポルトランドセメント) の品質は、JIS R 5210 に規定するポルトランドセメントとする。

5.1.5 試験用粉体 1 の 7 種, 8 種及び 11 種 試験用粉体 7 種, 8 種及び 11 種(関東ローム) の品質は、次による。

a) 化学成分 化学成分は、5.4.2 a) の方法によって測定し、表 7 の規定に適合しなければならない。

表 7 7 種, 8 種及び 11 種の化学成分

化学成分	質量百分率 %
SiO ₂	34～40
Fe ₂ O ₃	17～23
Al ₂ O ₃	26～32
CaO	0～3
MgO	0～7
TiO ₂	0～4
強熱減量	0～4

b) 粒子密度 粒子密度は、5.4.3 の方法によって測定し、2.9～3.1 g/cm³ でなければならない。

5.1.6 試験用粉体 1 の 12 種 試験用粉体 12 種 (カーボンブラック) の品質は、次による。

a) 物理化学特性 物理化学特性は、JIS K 6217-1 及び JIS K 6217-4 の方法によって測定し、表 8 の規定に適合しなければならない。ただし、造粒したカーボンブラックを除く。

表 8 12 種の物理化学特性

物理化学特性	吸収量又は吸着量
よう素吸着量	22～30 g/kg
DBP 吸収量	25～34 ×10 ⁻⁵ m ³ /kg

5.1.7 試験用粉体 1 の 15 種 試験用粉体 15 種 (試験用粉体 8 種, 試験用粉体 12 種及びコットンリントの混合材料) の品質は、試験用粉体 8 種, 試験用粉体 12 種及びコットンリント (直径 1.5 μm, 長さ 1 mm 以下) を混合したもので、5.4.5 の方法によって測定し、表 9 の規定に適合しなければならない。

表 9 15 種の品質

使用粉体	質量百分率 %
試験用粉体 8 種	72
試験用粉体 12 種	23

コットンリント	5
---------	---

5.1.8 試験用粉体 1 の 16 種及び 17 種 試験用粉体 16 種及び 17 種（重質炭酸カルシウム）の品質は、次による。

a) **化学成分** 化学成分は、5.4.2 c)の方法によって測定し、表 10 の規定に適合しなければならない。

表 10 16 種及び 17 種

化学成分	質量百分率 %
CaO	54～56
MgO	0～3
SiO ₂	0～4
Al ₂ O ₃	0～3
Fe ₂ O ₃	0～1
強熱減量	42～45

b) **粒子密度** 粒子密度は、5.4.3 の方法によって測定し、2.7～2.8 g/cm³ でなければならない。

5.2 粒子径分布

5.2.1 試験用粉体 1 の 1 種、2 種及び 3 種 試験用粉体 1 の 1 種の粒子径分布は、5.4.4 a)の方法によって、試験用粉体 2 種及び 3 種の粒子径分布は、粒子径 75 μm 以上のものについては 5.4.4 a)の方法によって、それ未満のものについては 5.4.4 b)の方法によって測定し、表 11 の規定に適合しなければならない。

表 11 1 種、2 種及び 3 種の粒子径分布

粒子径 μm	オーバサイズ(質量基準) %		
	1 種	2 種	3 種
5	—	88±5	61±5
10	—	76±3	43±3
20	—	62±3	27±3
30	—	50±3	15±3
40	—	39±3	9±3
45	99 以上	—	—
75	90±3	20 以下	3 以下
106	80±3	—	—
150	65±3	—	—
212	45±3	—	—
300	1 以下	—	—

5.2.2 試験用粉体 1 の 4 種及び 9 種 試験用粉体 4 種及び 9 種の粒子径分布は、5.4.4 b)の方法によって測定し、表 12 の規定に適合しなければならない。

表 12 4 種及び 9 種の粒子径分布

粒子径 μm	オーバーサイズ(質量基準) %	
	4 種	9 種
2	—	79 $\pm$ 5
4	—	55 $\pm$ 5
5	69 $\pm$ 5	—
8	—	23 $\pm$ 5
10	40 $\pm$ 5	—
16	—	6 $\pm$ 3
20	12 $\pm$ 5	—
30	—	—
40	3 $\pm$ 3	—
75	1 以下	—

5.2.3 試験用粉体 1 の 5 種及び 10 種 試験用粉体 5 種及び 10 種の粒子径分布は、粒子径 106 μm 以上のものについては 5.4.4 a)の方法によって、それ未満のものについては 5.4.4 b)の方法によって測定し、表 13 の規定に適合しなければならない。

表 13 5 種及び 10 種の粒子径分布

粒子径 μm	オーバーサイズ(質量基準) %	
	5 種	10 種
2	—	82 $\pm$ 5
4	—	60 $\pm$ 5
5	84 $\pm$ 5	—
8	—	22 $\pm$ 3
10	60 $\pm$ 5	—
16	—	3 $\pm$ 3
20	32 $\pm$ 3	—
30	15 $\pm$ 3	—
40	8 $\pm$ 3	—
106	1 以下	—

5.2.4 試験用粉体 1 の 6 種 試験用粉体 6 種の粒子径分布は、粒子径 75 μm 以上のものについては 5.4.4 a)の方法によって、それ未満のものについては 5.4.4 b)の方法によって測定し、表 14 の規定に適合しなければならない。

表 14 6 種の粒子径分布

粒子径 μm	オーバーサイズ(質量基準) %
5	88 $\pm$ 5
10	77 $\pm$ 3
20	60 $\pm$ 3
30	45 $\pm$ 3
40	33 $\pm$ 3
75	1 以下

5.2.5 試験用粉体 1 の 7 種, 8 種及び 11 種 試験用粉体 7 種, 8 種及び 11 種の粒子径分布は, 粒子径 75 μm 以上のものについては 5.4.4 a)の方法によって, それ未満のものについては 5.4.4 b)の方法によって測定し, 表 15 の規定に適合しなければならない。

表 15 7 種, 8 種及び 11 種の粒子径分布

粒子径 μm	オーバサイズ(質量基準) %		
	7 種	8 種	11 種
1	—	—	65 $\pm$ 5
2	—	—	50 $\pm$ 5
4	—	—	22 $\pm$ 3
5	88 $\pm$ 5	61 $\pm$ 5	—
6	—	—	8 $\pm$ 3
8	—	—	3 $\pm$ 3
10	76 $\pm$ 3	43 $\pm$ 3	—
20	62 $\pm$ 3	27 $\pm$ 3	—
30	50 $\pm$ 3	15 $\pm$ 3	—
40	39 $\pm$ 3	9 $\pm$ 3	—
75	20 以下	3 以下	—

5.2.6 試験用粉体 1 の 12 種 試験用粉体 12 種の粒子径は, 5.4.4 c)の方法によって測定し, 0.03~0.20 μm の範囲でなければならない。

なお, 粒子径分布は特に規定しない。

5.2.7 試験用粉体 1 の 16 種及び 17 種 試験用粉体 16 種及び 17 種の粒子径分布は, 5.4.4 b)の方法によって測定し, 表 16 の規定に適合しなければならない。

表 16 16 種及び 17 種の粒子径分布

粒子径 μm	オーバサイズ(質量基準) %	
	16 種	17 種
1	—	80 $\pm$ 5
2	76 $\pm$ 5	54 $\pm$ 5
4	—	18 $\pm$ 5
5	40 $\pm$ 5	—
8	—	4 $\pm$ 3
10	10 $\pm$ 5	—
16	—	1 以下
20	1 以下	—

5.3 調製方法 試験用粉体の調製方法は, 次による。

- 試験用粉体 1 の 1 種, 2 種及び 3 種** けい砂をボールミルで粉砕して調製するか, 又はけい砂を適切に調合して調製する。
- 試験用粉体 1 の 4 種, 5 種, 9 種, 10 種及び 12 種** タルク, フライアッシュ又はカーボンブラックのそれぞれについて適切に調合して調製する。
- 試験用粉体 1 の 7 種, 8 種及び 11 種** 関東ロームを 800 $^{\circ}\text{C}$ で 2 時間焼成した後, これをボールミルで粉砕して調製するか, 又は焼成した関東ロームを粉砕後適切に分級及び混合して調製する。
- 試験用粉体 1 の 15 種** 関東ローム, カーボンブラック及びコットンリントを粉体混合機などによって混合し調製する。
- 試験用粉体 1 の 16 種及び 17 種** 重質炭酸カルシウムを粉砕, 分級し, これを適切に調合して調製する。

る。

5.4 測定方法

5.4.1 試料の採取方法 測定に用いる試料の採取方法は、JIS Z 8816 に規定する円すい四分法による。

5.4.2 化学成分 化学成分の測定方法は、次による。

- a) 試験用粉体 1 種, 2 種, 3 種, 4 種, 7 種, 8 種, 9 種及び 11 種の測定は、JIS R 2212 による。
- b) 試験用粉体 5 種及び 10 種の測定は、JIS A 6201 による。
- c) 試験用粉体 16 種及び 17 種の測定は、JIS M 8850 による。

5.4.3 粒子密度 粒子密度の測定方法は、次による。

a) **使用器具** 使用器具は、次による。

- 1) **比重瓶** 容量約 50 cm³ のもの。
- 2) **天びん** 感量 1/1 000 g のもの。
- 3) **恒温水槽** 比重瓶に入れた試料を一定の温度に保持できるもの。

備考 例えば 20.0 ± 1 °C に保持できるもの。

4) **真空脱気装置**

b) **試料** 試料約 10 g を採取し、十分に乾燥する。

c) **測定手順** 測定手順は、次による。

- 1) **比重瓶の質量** 清浄で乾燥したものを量る。
- 2) **蒸留水入り比重瓶の質量** 蒸留水を満たし、θ °C の恒温水槽中で温度を一定にした後、外面に付着水がない状態で速やかに全質量を量る。
- 3) **試料を入れた比重瓶の質量** よく乾燥させた上記の比重瓶に試料を入れ、全質量を量る。
- 4) **蒸留水及び試料を入れた比重瓶の質量** 比重瓶に約半量の蒸留水を入れ、ときどき比重瓶を振り、真空脱気法によって約 20 分間かけて、粉体に含まれている気泡及び泡を十分に抜く。その後、蒸留水を満たし、θ °C の恒温水槽の中で温度を一定にして、外面の付着水をふき取り、速やかに全質量を量る。

d) **計算** 温度 θ °C の水に対する粉体の粒子密度 ρ_p は、次の式から求める。

$$\rho_p = \frac{\rho(M_d - M_f)}{M + (M_d - M_f) - M_w}$$

ここに、
 ρ_p : 粉体の粒子密度 (g/cm³)
 ρ : 蒸留水の密度 (g/cm³)
 M : 蒸留水を入れた比重瓶の質量 (g)
 M_d : 試料を入れた比重瓶の質量 (g)
 M_f : 比重瓶の質量 (g)
 M_w : 蒸留水及び試料を入れた比重瓶の質量 (g)

5.4.4 粒子径分布 粒子径分布は、次のいずれかによる。

a) **ふるい分け法** ふるい分け法は、JIS Z 8815 による。

b) **沈降法** 沈降法は、JIS Z 8820-2 又は JIS Z 8822 による。また、測定結果の表示方法は、JIS Z 8820-1 による。

備考 沈降法では、ピペット法又は沈降質量法と同等な粒子径分布を与える他の粒子径分布測定法でもよい。

c) **顕微鏡法** 顕微鏡法は、次による。

- 1) **使用器具** 使用器具は、次による。

- － 透過形電子顕微鏡
- － 電子顕微鏡試料作成用具

2) **試料** 少量の試料を乾燥して用いる。

3) **測定手順** 測定手順は、次による。

- － カーボン蒸着したシートメッシュ上に振掛け法⁽²⁾、ペースト法⁽³⁾又は水面膜法⁽⁴⁾によってカーボンブラックを分散させ、顕微鏡試料を作成する。

注⁽²⁾ 試料のカーボンブラックを脱脂綿、柔らかい毛の筆などでカーボン蒸着した支持膜に付けて軽くほぐし、そのまま検鏡するか、又は更にカーボン蒸着して検鏡する。

⁽³⁾ 試料のカーボンブラックにあまに油を少量加えて、へらでよく練り、ペースト状にしたものを少量カーボン蒸着した支持膜に付けて、JIS K 8034 又は JIS K 8271 に規定する溶剤中に浸し、媒質（あまに油）だけ溶解洗浄する。

⁽⁴⁾ カーボンブラックのような疎水性の試薬は、JIS K 8103 に規定する分散媒を用いてよく分散させておき、その少量を水面上に滴下すると広がって溶媒は蒸発するが、粒子は水面に分散浮遊している。これを支持膜を張ったメッシュですくい上げると、よい分散状態の試料が得られる。

- － 電子顕微鏡によって最小粒子径が測定できる倍率で撮影し、顕微鏡写真を作る。
- － 顕微鏡写真上の最大粒子及び最小粒子の直径を測定し、粒子径範囲を求める。

5.4.5 15種の混合割合の測定方法 試験用粉体 15 種の混合割合の測定方法は、次による。

a) **使用器具** 使用器具は、次による。

- 1) **電気炉** 1 000 °Cまでの温度が保持できるもの。
- 2) **るつぼ** 容量約 30 cm³のもの。
- 3) **天びん** 感量 1/1 000 g のもの。

b) **試料** 試料は、少量を乾燥して用いる。

c) **測定手順** 測定手順は、次による。

- 1) 試料をるつぼに 10 g 程度採取してデシケータ中に保存した後、恒量になるまでひょう量する。この値を *A* とする。
- 2) 電気炉で 400 °Cで約 1 時間保持し、デシケータ中で冷却後、ひょう量する。その値を *B* とする。*A* から *B* を差し引き、コットンリンタの質量を求める。
- 3) 試料を更に電気炉で約 750 °Cで約 1 時間加熱し、デシケータ中で冷却後ひょう量する。この値を *C* とする。*B* から *C* を差し引いて、カーボンブラックの量を求める。

5.5 取扱い上の注意事項 試験用粉体 1 を各種試験に適用するときには、特に指定がない限り、十分に乾燥し、かつ、できる限り分散した状態で変質を避けて使用しなければならない。

5.6 表示 試験用粉体 1 は、容器の見やすいところに容易に消えない方法で、次の事項を表示しなければならない。

- a) 規格番号
- b) 種類及び使用材料

例 試験用粉体 1 8 種 関東ローム

- c) 正味質量
- d) 化学成分

例 試験用粉体 1 化学成分 (8 種の場合)

化学成分	質量百分率 %
SiO ₂	34～40
Fe ₂ O ₃	17～23
Al ₂ O ₃	26～32
CaO	0～3
MgO	3～7
TiO ₂	0～4
強熱減量	0～4

d) 粒子密度

例 2.9～3.1 g/cm³

e) 粒子径分布又は粒子径範囲

例 試験用粉体 1 (8 種の場合)

粒子径 μm	オーバサイズ(質量基準) %
5	61±5
10	43±3
20	27±3
30	15±3
40	9±3
75	3 以下

f) 製造業者名

6. 試験用粉体 2

6.1 品質

6.1.1 ガラスビーズ ガラスビーズの品質は、次による。

備考 ガラスビーズの材料は、ソーダライム－シリケートガラス (GBL)及びバリウム－チタネートガラス (GBM)の 2 種類⁵⁾とする。

注⁵⁾ ソーダライム－シリケートガラス (GBL)及びバリウム－チタネートガラス (GBM)とでは、化学成分及び粒子密度が異なる。

- a) **化学成分** ソーダライム－シリケートガラスの化学成分は、**JIS R 3101** に規定する方法によって測定し、**表 17** の値に適合しなければならない。バリウム－チタネートガラスの化学成分は、**JIS K 0121** 又は **JIS R 3105** に規定する方法によって測定し、**表 18** の値に適合しなければならない。

表 17 ソーダライム－シリケートガラスの化学成分

化学成分	質量百分率 %
SiO ₂	70～73
Na ₂ O	12～15
CaO	7～12
MgO	1～ 5

表 18 バリウム-チタネートガラスの化学成分

化学成分	質量百分率 %
TiO ₂	33～38
BaO	41～48
SiO ₂	10～14
CaO	4～ 8

- b) **粒子密度** 粒子密度は、JIS R 3301 に規定する粒子密度測定方法によって測定し、ソーダライム-シリケートガラスは2.1～2.5 g/cm³、バリウム-チタネートガラスは4.0～4.2 g/cm³でなければならない。
- c) **粒子径分布** 粒子径分布は、JIS R 6002 に規定する電気抵抗試験方法によって測定し、表 19 及び表 20 の値に適合しなければならない。

表 19 ソーダライム-シリケートガラスの粒子径分布

種類	単位 μm		
	オーバサイズ(質量基準) 90 %の粒子径	オーバサイズ(質量基準) 50 %の粒子径	オーバサイズ(質量基準) 10 %の粒子径
GBL 30	26 以上	30±1.0	34 以下
GBL 40	37 以上	41±1.0	45 以下
GBL 60	55 以上	59±1.0	63 以下
GBL 100	95 以上	100±1.0	105 以下

表 20 バリウム-チタネートガラスの粒子径分布

種類	単位 μm		
	オーバサイズ(質量基準) 90 %の粒子径	オーバサイズ(質量基準) 50 %の粒子径	オーバサイズ(質量基準) 10 %の粒子径
GBM 20	18 以上	22±1.0	26 以下
GBM 30	26 以上	30±1.0	34 以下
GBM 40	37 以上	41±1.0	45 以下

- d) **屈折率** 屈折率は、JIS R 3301 に規定する屈折率試験方法によって測定し、ソーダライム-シリケートガラスは1.51～1.53、バリウム-チタネートガラスは1.92～1.94 でなければならない。
- e) **外観及び形状** 外観及び形状は、JIS R 3301 の外観及び形状に規定する方法によって測定し、だ円、鋭角、不透明、異物、粒子間の融着などのあるものの総計が、個数基準で5 %以下でなければならない。

6.1.2 白色溶融アルミナ 白色溶融アルミナの品質は、次による。

備考 白色溶融アルミナは、アルミナを電気炉で溶融し、冷却して凝固した塊を粉碎後、湿式分級して整粒したコランダム（結晶）からなるもの。

- a) **化学成分** 化学成分は、JIS R 6123 によって測定し、Al₂O₃ の値が99 %以上でなければならない。
- b) **粒子密度** 粒子密度は、JIS R 6125 によって測定し、3.9～4.0 g/cm³ でなければならない。
- c) **粒子径分布** 粒子径分布は、JIS R 6002 に規定する電気抵抗試験方法によって測定し、表 21 の値に適合しなければならない。

表 21 白色溶融アルミナの粒子径分布

種類	単位 μm		
	オーバサイズ(質量基準) 94 %の粒子径	オーバサイズ(質量基準) 50 %の粒子径	オーバサイズ(質量基準) 3 %の粒子径
No.1	0.8 以上	2 ± 0.5	5 以下
No.2	2.0 以上	4 ± 0.5	11 以下
No.3	4.5 以上	8 ± 0.6	20 以下
No.4	9.0 以上	14 ± 1	31 以下
No.5	20 以上	30 ± 2	58 以下
No.6	40 以上	57 ± 3	103 以下

d) **比表面積** 比表面積は、JIS Z 8830 によって測定し、表 22 の値に適合しなければならない。

表 22 白色溶融アルミナの比表面積

種類	比表面積 m^2/g
No.1	4.2 ～4.5
No.2	1.4 ～1.7
No.3	0.65～0.9
No.4	0.35～0.45
No.5	0.10～0.20
No.6	0.05～0.10

6.2 **取扱い上の注意事項** 試験用粉体 2 を各種試験に適用するときには、特に指定がない限り、十分に乾燥し、かつ、できる限り分散した状態で変質を避けて使用しなければならない。

6.3 **表示** 試験用粉体 2 は、容器の見やすいところに容易に消えない方法で、次の事項を表示しなければならない。

- a) 規格番号
- b) 種類及び使用材料
- c) 正味質量
- d) 化学成分
- e) 粒子密度
- f) 粒子径分布
- g) 屈折率
- h) 比表面積
- i) 製造業者名又はその略号

例1. 試験用粉体 2, GBM20 の場合

- 1) JIS Z8901
- 2) 種類及び使用材料：GBM20, ガラスビーズ
- 3) 正味質量：100 g
- 4) 化学成分

化学成分	質量百分率 %
TiO_2	33～38
BaO	41～48

SiO ₂	10～14
CaO	4～8

- 5) 粒子密度：4.0～4.2 g/cm³
6) 粒子径分布

単位 μm		
オーバサイズ(質量基準)		
90 %の粒子径	50 %の粒子径	10 %の粒子径
18 以上	22±1.0	26 以下

- 7) 屈折率：1.92～1.94
8) 比表面積：(規定しない)
9) 製造業者名又はその略号
2. 試験用粉体 2 No.1 の場合

- 1) JIS Z8901
2) 種類及び使用材料：No.1, 白色溶融アルミナ
3) 正味質量：500 g
4) 化学成分：Al₂O₃
5) 粒子密度：3.9～4.0 g/cm³
6) 粒子径分布

単位 μm		
オーバサイズ(質量基準)		
94 %の粒子径	50 %の粒子径	3 %の粒子径
0.8 以上	2±0.45	5 以下

- 7) 屈折率：(規定しない)
8) 比表面積：4.3～4.5 m²/g
9) 製造業者名又はその略号

7. 試験用粒子 1

7.1 品質 試験用粒子 1 (ポリスチレン系粒子) の品質は、次による。

なお、a)及び b)については、それぞれ 7.3.1 及び 7.3.2 と同等な値が得られる他の測定方法を用いてもよい。

- a) 比重 比重は、7.3.1 によって測定し、1.04～1.07 でなければならない。
b) 屈折率 屈折率は、7.3.2 によって測定し、1.54～1.67⁽⁶⁾でなければならない。

注⁽⁶⁾ 20 °Cにおけるナトリウム D 線に対する屈折率を示す。

- c) 形状 形状は、球状のものとする。

7.2 平均粒子径 粒子径は、附属書によって測定し、表 23 の値に適合しなければならない。

なお、附属書による方法と同等な測定値が与えられる他の測定方法を用いてもよい。

表 23 試験用粒子 1 の平均粒子径

種類	呼び径 μm	算術平均粒子径（個数基準）の範囲 μm	CV 値(最大) %
No.1	0.05	0.045～ 0.055	15.0
No.2	0.08	0.076～ 0.084	5.0
No.3	0.1	0.095～ 0.105	3.0
No.4	0.2	0.190～ 0.210	3.0
No.5	0.3	0.285～ 0.315	3.0
No.6	0.5	0.475～ 0.525	3.0
No.7	1	0.950～ 1.050	3.0
No.8	2	1.900～ 2.100	3.0
No.9	5	4.750～ 5.250	3.0
No.10	10	9.50 ～10.50	3.0
No.11	15	14.25～15.75	3.0
No.12	25	23.75～26.25	3.0

7.3 測定方法

7.3.1 比重 比重の測定方法は、次による。

a) 装置及び器具 装置及び器具は、次による。

- 1) **標準比重計** JIS K 2249 に規定する I 形浮ひょう。
- 2) **試料瓶** 容量 10 ml 程度のガラス瓶。
- 3) **かくはん棒** 試料の性状に影響を及ぼさない材質のもので、容器中の試料の分散を一樣にするため十分にかき混ぜることのできるもの。

b) 試薬 試薬は、次による。

- 1) **NaCl** 比重 1.0～1.2 の水溶液にして使用。
- 2) **水** 超純水⁽⁷⁾

注⁽⁷⁾ 薄膜フィルタ、限外ろ過膜及び逆浸透膜のいずれかでろ過した精製水で、比抵抗が 25 ℃において 16 MΩ・cm 以上のもの。

c) 試料の調製 通常は静置した粒子液の沈殿物を用意する⁽⁸⁾。

注⁽⁸⁾ 粒子が沈殿していない場合は、遠心分離操作を行う。

d) 試薬の調製 試薬の調製は、次による。

- 1) 種々の比重の NaCl 水溶液を作成する。
- 2) 標準比重計で溶液の比重を調製する。

備考 該当する範囲のものを 10 本作成する。

e) 測定手順 測定手順は、次による。

- 1) 試料瓶に標準比重液を 10 ml 入れる⁽⁹⁾。

注⁽⁹⁾ 温度範囲 20～22 ℃で測定する。

- 2) 粒子沈殿物を少量取り 1)に加える。
- 3) かくはん棒で十分混合し、約一昼夜（16 時間程度）放置後、翌日観察する。
- 4) 比重にして 0.002 刻みで観察し、粒子が水中で静止している比重値を読み、その粒子の比重とする。

なお、粒子が静止しないで、沈降又は浮遊しているときは、その中間値をその粒子の比重とする。

例 1.054 で沈降し、1.056 で浮遊したときは、1.055 とする。

7.3.2 屈折率

7.3.2.1 溶媒に溶解する粒子の屈折率は、次による。

a) **装置及び器具** 装置及び器具は、次による。

- 1) **屈折計** アッペ屈折計
- 2) **試料瓶** 容量 10 ml 程度のガラス瓶
- 3) **恒温水槽** 試料瓶に入れた試料を 20.0 ± 1 °C に保持できるもの。

b) **試薬** 試薬は、次による。

- 1) **トルエン** 試薬特級
- 2) **水** 超純水⁽⁷⁾

c) **測定手順** 測定手順は、次による。

1) **試料溶液の調製**

- 超純水⁽⁷⁾を用いて十分に洗浄したポリスチレン系粒子を 1 回遠心分離した後、凍結乾燥し粉末化する。
- 各粒子の粉末の一定量を溶媒(トルエン)に溶解し、濃度の異なるポリスチレン系粒子溶液を作成する⁽¹⁰⁾。

注⁽¹⁰⁾ 該当する範囲のものを 10 点作成する。

2) **屈折計の準備**

- アッペ屈折計を、20 °C の恒温水槽に接続する。
- トルエンの屈折率を測定し、トルエンの屈折率 1.49 と一致することを確認する。

3) **屈折率の測定** 各ポリスチレン系粒子溶液を屈折計に滴下し、速やかに読み取る。得られたデータをグラフ上にプロットし、最小二乗法で濃度 100 % に外挿した値をそのポリスチレン系粒子の屈折率とする。

7.3.2.2 溶媒に溶解しない粒子の屈折率は、次による。

a) **装置及び器具** 装置及び器具は、次による。

- 1) **屈折計** アッペ屈折計
- 2) **顕微鏡** 透過形光学顕微鏡
- 3) **器具類** スライドガラス及びカバーガラス

b) **試薬** 試薬は、次による。

1) **よう(沃)化第 1 水銀カリウム (HgKI₂)** ⁽¹¹⁾ 試薬特級

注⁽¹¹⁾ 毒物のため取扱いに注意する。

2) **水** 超純水⁽⁷⁾

c) **試験屈折率液の調製** 超純水に HgKI₂ を溶解し、溶液の屈折率を測定しながら 0.000 5 刻み、又は 0.001 刻みの試験屈折率液を調製する。

d) **ポリスチレン系粒子の調製** 超純水を用いて十分に洗浄したポリスチレン系粒子を乾燥する。

e) **屈折率の測定** 屈折率の測定方法は、次による。

- 1) アッペ屈折計を温度 20 °C の恒温水槽に接続する。
- 2) スライドガラス上にポリスチレン系粒子を分散する。
- 3) 2) に試験屈折率液を約 5 µl 添加し、これにカバーガラスをかぶせる。
- 4) 顕微鏡で観察し、ポリスチレン系粒子が最も見えなくなる屈折率をポリスチレン系粒子の屈折率とする。

7.4 取扱い上の注意事項 試験用粒子 1 を光散乱式自動粒子計数器の校正試験などに使用するときは、次によらなければならない。

- a) **ポリスチレン系粒子の濃縮懸濁液の場合** 使用前には次の操作によって容器ごとにかくはんし、容器内の粒子を分散させる。

備考 試験用粒子 1 は、通常容量約 10 ml のプラスチック容器の超純水⁽⁷⁾中に入れられ、ポリスチレン系粒子懸濁液となっている。したがって、長時間にわたり静置した場合、ポリスチレン系粒子が容器の底面に沈殿したりすることがある。粒子径 0.5 μm 以上は特に注意を要する。

- 1) 容器を手を持ち数回振る。
- 2) 容器をタッチミキサ⁽¹²⁾で約 10 秒間ずつ、2, 3 回かくはんする。
注⁽¹²⁾ タッチ面に触れると振動によってプラスチック容器内をかくはんする方式のかくはん装置。
- 3) 容器を超音波洗浄装置⁽¹³⁾に約 10 秒間浸せきする。
注⁽¹³⁾ 容量 50 W～1 kW、周波数 20～50 kHz のものが適切である。
- 4) 外部からの汚染を最小限にとどめるため容器の開閉は清浄な環境下で行う。
- 5) 容器からポリスチレン系粒子の懸濁液を必要量取り出した後は、直ちにふたを閉め乾燥させない。
- 6) ポリスチレン系粒子懸濁液を希釈又は分散媒と混合する場合には、pH6～pH9 の範囲で使用する。ただし、ポリスチレン系粒子を溶解する分散媒は使用しない。

備考 有機溶剤の種類によって、溶解、膨潤を起こし、粒子が変形・変質する場合がある。

- b) **ポリスチレン系粒子の粉体の場合** ポリスチレン系粒子の粉体の場合は、次による。

- 1) 容器からポリスチレン系粒子粉体を取り出した後は、直ちにふたを閉める。
- 2) 直射日光を避ける。

7.5 保存上の注意 保存上の注意は、次による。

- a) ポリスチレン系粒子懸濁液の場合は、凍結させない。開封後は、冷蔵庫に保存する。
- b) 直射日光を避けて保存する。

7.6 表示 試験用粒子 1 は、容器の見やすいところに容易に消えない方法で、次の事項を表示しなければならない。

- a) 規格番号
- b) 種類及び呼び径

例 試験用粒子 1(ポリスチレン系粒子) No.1, 0.05 μm

- c) 正味質量
- d) 比重

例 1.04～1.07

- e) 屈折率

例 1.54～1.65

- f) 平均粒子径

例

試験用粒子 1 No.1

呼び径 μm	算術平均粒子径(個数基準)の範囲 μm	CV 値(最大) %
0.05	0.045～0.055	10.0

- g) 製造業者名又はその略号

8. 試験用粒子 2

8.1 品質 試験用粒子 2 の品質は、次による。

- a) 試験用粒子 2 の 1 種 試験用粒子 2 の 1 種の品質は、比重 0.80～0.82, 動粘度 3.8～4.1 mm²/s (100 °C) のポリアルファオレフィンとする。
- b) 試験用粒子 2 の 2 種 試験用粒子 2 の 2 種の品質は、JIS K 8585 に規定するステアリン酸の特級とする。

8.2 粒子径分布 試験用粒子 2 の粒子径分布は、次による。

- a) 試験用粒子 2 の 1 種 試験用粒子 2 の 1 種は、JIS B 9928 に規定する加圧噴霧形(ラスキンノズル形), 加熱凝縮形, 又はそれに類する発生装置を用いてエアロゾルとし, その粒子径分布は, 7.3.1 の方法によって測定し, 表 24 の規定に適合しなければならない。
- b) 試験用粒子 2 の 2 種 試験用粒子 2 の 2 種は, 加熱凝縮形, 又はそれに類する発生装置を用いてエアロゾルとし, その粒子径分布は, 8.3.1 又は 8.3.2 の方法によって測定し, 表 24 に適合しなければならない。

表 24 試験用粒子 2 の 1 種及び 2 種の粒子径分布

項目	1 種	2 種
中位径(個数基準) μm	0.21～0.32	0.25～0.35
幾何標準偏差 σ_g	1.43～1.83	1.4 以下

8.3 測定方法

8.3.1 光散乱法 光散乱法による測定方法は、次による。

- a) 使用器具 JIS B 9921 に規定する光散乱式自動粒子計数器のうち, 0.1 μm 又は 0.12 μm 以上の粒子を測定できるもの。
- b) 測定手順 測定手順は、次による。
 - 1) 試験用粒子を生成する発生装置が、定常的な発生を続けていることを確認する。
 - 2) 発生装置から生成する試験用粒子の個数濃度が測定器の検出限界を超えた場合には、希釈装置を用いて濃度を下げる。
 - 3) 光散乱式自動粒子計数器の導入口に吸引する。
 - 4) 校正用光源によって出力が所定の状態にあることを確認した後、粒子径測定モードを決め、粒子計数器を動作させ、粒子径ごとの個数濃度を測定する。

8.3.2 走査形電子顕微鏡

a) 装置及び器具 装置及び器具は、次による。

- 1) 走査形電子顕微鏡法 最小粒径 0.2 μm を測定するのに十分な分解能をもつもの。
 - 2) イオンスパッタリング装置 粒子を採取したカバーガラス又はシートメッシュに金又は導電性材料を蒸着できるもの。
 - 3) 回折格子レプリカ 回折格子の表面にカーボン被膜を作って、表面の凹凸を転写、複製したもの。
 - 4) 粒子捕集装置 粒子捕集装置は、インパクタ又はサーマルプレシピテータとする。
- b) 測定手順 測定手順は、次による。
- 1) 試験用粒子を発生する発生装置が、定常的に発生し続けていることを確認する。
 - 2) インパクタ又はサーマルプレシピテータを用いて、カバーガラス又はシートメッシュ上にステアリ

ン酸粒子を採取する。

- 3) イオンスパッタリング装置を用いて、カバーガラス又はシートメッシュに採取したステアリン酸子に金又はその他の導電性の材料を蒸着し、試料台に固定する。
- 4) c)の試料台を走査形電子顕微鏡の試料室に入れ、所定の操作の後、写真撮影を行う。
- 5) 約 200 個の粒子に対して、一定方向の粒子径を測定し、対数確率紙上にデータをプロットし、個数基準の中位径及び幾何標準偏差を求める。

8.4 取扱い上の注意事項 試験用粒子 2 を各種の試験研究に適用するときには、特に指定がない限り、十分に乾燥し、かつ、できる限り分散した状態で使用しなければならない。

また、試験用粒子 2 の 2 種の融解液は、使用の当初は淡黄色であるが、使用に伴い酸化、異物の混入などによって褐色になる。褐色になった場合が使用限界の目安となり、このときに新しいものと交換する。

付表 1 引用規格

JIS A 6201	コンクリート用フライアッシュ
JIS B 7506	ブロックゲージ
JIS B 9921	光散乱式自動粒子計数器
JIS B 9928	コンタミネーションコントロールに使用するエアロゾルの発生方法
JIS K 0121	原子吸光分析通則
JIS K 2249	原油及び石油製品－密度試験方法及び密度・質量・容量換算表
JIS K 6217-1	ゴム用カーボンブラック－基本特性－第 1 部：よう素吸着量の求め方－滴定法
JIS K 6217-4	ゴム用カーボンブラック－基本特性－第 4 部：DBP 吸収量の求め方
JIS K 8034	アセトン（試薬）
JIS K 8103	ジエチルエーテル（試薬）
JIS K 8271	キシレン（試薬）
JIS K 8585	ステアリン酸（試薬）
JIS M 8850	石灰石分析方法
JIS R 2212	耐火れんが及び耐火モルタルの化学分析方法
JIS R 3101	ソーダ石灰ガラスの分析方法
JIS R 3105	ほうけい酸ガラスの分析方法
JIS R 3301	路面標示塗料用ガラスビーズ
JIS R 5210	ポルトランドセメント
JIS R 6002	研削といし用研磨材の粒度の試験方法
JIS R 6123	アルミナ質研削材の化学分析方法
JIS R 6125	人造研削材の比重の測定方法
JIS Z 8103	計測用語
JIS Z 8122	コンタミネーションコントロール用語
JIS Z 8815	ふるい分け試験方法通則
JIS Z 8816	粉体試料サンプリング方法通則
JIS Z 8820-1	液相重力沈降法による粒子径分布測定方－第 1 部：測定的一般原理及び指針
JIS Z 8820-2	液相重力沈降法による粒子径分布測定方－第 2 部：ピペット法
JIS Z 8822	沈降質量法による粉体の粒子径分布測定方法
JIS Z 8830	気体吸着による粉体（固体）の比表面積測定方法

附属書（規定）試験用粒子 1 の平均粒子径の測定方法

1. 適用範囲 この附属書は、透過形電子顕微鏡及び透過形光学顕微鏡による試験用粒子 1 の平均粒子径の測定方法について規定する。

備考 透過形電子顕微鏡は、試験用粒子 1 の呼び径範囲 0.05～5 μm の平均粒子径の測定に使用し、透過形光学顕微鏡は、呼び径範囲 10～25 μm の測定に使用する。

2. 装置及び器具

2.1 透過形電子顕微鏡法 透過形電子顕微鏡法に使用する装置及び器具は、次による。

- a) **透過形電子顕微鏡** 透過形電子顕微鏡（以下、電子顕微鏡という。）は、最小粒子径 0.05 μm を測定するのに十分な分解能をもつもの。
- b) **イオンスパッタリング装置** コロジオン膜を張り、かつ、カーボンで補強した、シートメッシュを親水化処理できるもの。
- c) **スケールルーペ** 0.1 mm 目盛のスケールを 7 倍まで拡大して測定できるもの。
- d) **回折格子レプリカ** 回折格子の表面にカーボン被膜を作って、表面の凹凸を転写、複製したもの。

2.2 透過形光学顕微鏡法 透過形光学顕微鏡法に使用する装置及び器具は、次による。

- a) **透過形光学顕微鏡** 透過形光学顕微鏡（以下、光学顕微鏡という。）は、呼び径 10 μm 以上の試験用粒子を測定するのに十分な分解能をもち、粒子の写真撮影ができるもの。
- b) **ブロックゲージ** JIS B 7506 に規定する等級 1 級の全長 10 mm のもの。
- c) **投影形測長器** 0.01 mm の目盛のスケールを 10 倍まで拡大して測定できるもの。
- d) **対物ミクロメータ** 100 線/mm (0.01 mm 目盛) のもの。
- e) **スケールルーペ** 0.1 mm 目盛のスケールを、7 倍まで拡大して測定できるもの。

3. 透過形電子顕微鏡法

3.1 試料の調製 試料の調製は、次による。

- a) シートメッシュにコロジオン膜をはり、カーボンで補強する。
- b) a) のメッシュをイオンスパッタリング装置で親水化処理をする。ただし、親水化処理をしないで使用できるメッシュ（例えば、ポリビニルホルマールなどのプラスチック製、又はプラスチック被覆支持膜）は、親水化処理する必要はない。
- c) ポリスチレン系粒子 20 μl を清浄な容器にとり、超純水 5 ml で希釈し、b) のメッシュをピンセットでつまみ、静かに液面に接触させ、メッシュに希釈液をのせる。
- d) c) を一晚(約 16 時間)自然乾燥させ、被検試料とする。ただし、シリカゲルを備えたデシケータを用いた場合には、3 時間程度の乾燥でよい。

3.2 電子顕微鏡の調整 次のように電子顕微鏡を調整する。

- a) 通常の軸合わせが終了していることを確認する。
- b) 観察倍率で試料高さを合わせる。
- c) 試料粒子でフォーカス、非点などを合わせる。

3.3 粒子縮小率の測定 ポリスチレン系粒子は、電子線の照射によって縮小し補正の必要があるため、縮小率を測定する。その測定は、次による。

- a) **観察条件の設定** 観察条件を、加速電圧 80～200 kV、蛍光板の電流密度 10 pA/cm² に設定する⁽¹⁾。

注⁽¹⁾ 電子顕微鏡の機種によって異なる。

- b) **写真撮影** 次によって写真撮影する。

- 1) 測定対象と同一粒子を用いる。
- 2) 1 視野に 50 個程度の粒子を入れ、電子線照射 30 秒後に写真撮影する。
- 3) 視野を変えず電子線を照射したまま、次に 60 秒後及びその後順次 30 秒ごとに撮影する。

なお、フォーカスの調整に 30 秒以上かかる場合もあるが、なるべく短時間で完了するようにする。

- 4) これを 5～6 分後まで行い、各照射時間ごとに写真を撮影する。

- c) **縮小率の算出** 次によって縮小率を算出する。

- 1) b) で撮影したフィルムから、粒子の直径を 0.1 mm 目盛のルーペで 0.05 mm まで読み取り、各照射時間における算術平均粒子径を測定する。
- 2) 電子線照射時間 t における粒子径測定値の図を作成し、最小二乗法で多項式に回帰した外挿法によって、電子線照射時間 0 の粒子径値を求め、照射時間 30 秒後の縮小率を次の式によって算出する。

$$S_{30} = \frac{t_{30}}{t_0}$$

ここに、
 S_{30} : 照射時間 30 秒後における粒子の縮小率
 t_{30} : 照射時間 30 秒後での粒子径
 t_0 : 照射時間 0 での粒子径

- 3.4 **粒子の撮影及び観察** 電子線照射 30 秒後を写真撮影条件とし、新たに測定対象粒子 200 個を写真撮影し、スケールルーペで粒子径を測定する。

一度観察した視野は、再度観察しないように注意する。

- 3.5 **電子顕微鏡の倍率の補正** 電子顕微鏡の倍率を、次によって補正する。

- a) 回折格子レプリカを粒子観察時の倍率で写真撮影する。
- b) フィルム現像後、回折格子間距離をスケールルーペで 50 か所読み取る。
- c) b) の平均値を算出し、回折格子レプリカのメーカ表示値との比から倍率補正値を算出する。

$$C = \frac{l}{l'}$$

ここに、
 C : 倍率補正値
 l : 回折格子間距離の測定値の平均値 (μm)
 l' : 回折格子間距離の製造業者表示値 (μm)

- 3.6 **補正後の粒子径の算出** 補正後の粒子径の算出は、次による。

$$D_c = \frac{D}{C_a \times C \times S_{30}} \times 1000$$

ここに、
 D_c : 補正後の粒子径 (μm)
 D : スケールルーペで読み取った粒子径 (mm)
 C_a : 電子顕微鏡の表示倍率
 C : 電子顕微鏡の倍率補正値
 S_{30} : 電子線照射 30 秒後の縮小率

補正後の粒子径から、算術平均粒子径、CV 値を算出する⁽²⁾。

注⁽²⁾ 補正後の粒子径の算出が自動的にできる自動画像処理装置を用いてもよい。

4. 透過形光学顕微鏡法

4.1 光学顕微鏡の調整 次のように光学顕微鏡を調整する。

- a) 光学顕微鏡は、光軸、視野絞り、フォーカス、ステージの状態などの調整を行い、粒子の鮮明な像が得られるよう準備する。
- b) カメラを取り付け、写真撮影が可能な状態にする。

4.2 投影形測長器の検定 ブロックゲージを投影形測長器によって 10 倍に拡大し、ブロックゲージ全体の長さ（10 mm）を測定し、これを 10 回測定して補正係数 A を次の式によって算出する。

$$A = \frac{S}{S'}$$

ここに、 A ： 補正係数
 S ： ブロックゲージの測定値の平均値（mm）
 S' ： ブロックゲージの全体の長さ（mm）

4.3 対物マイクロメータ 対物マイクロメータ(以下、マイクロメータという。)を投影形測長器で 100 倍に拡大し、全体（1 mm）を測定し、これを 10 回繰り返す、次の式によって算出する値を補正係数 B とする。

$$B = \frac{r}{r'}$$

ここに、 B ： 補正係数
 r ： マイクロメータの測定値の平均値（mm）
 r' ： マイクロメータの全体の長さ（mm）

4.4 光学顕微鏡の倍率の補正 光学顕微鏡の倍率の補正は、次による。

- a) 検定済のマイクロメータを光学顕微鏡のステージにのせ、試験用粒子の撮影倍率と同じ倍率で写真を撮影する。
- b) スケールルーペの中央部約 10 mm の視野内に見えるマイクロメータの目盛の本数とその本数分の目盛の距離とを測定する。

例 上記視野内にマイクロメータの 3 目盛分が含まれていれば、その 3 目盛分の合計距離を目盛の距離とする。

- c) a) 及び b) を 5 回繰り返す。
- d) 1 目盛分の目盛間距離を次の式によって算出する。

$$E = \frac{e}{e'}$$

ここに、 E ： 1 目盛分の目盛間距離（mm）
 e ： 目盛の距離（mm）
 e' ： 目盛の本数

- e) 補正係数 C を次の式によって算出する。

$$C = \frac{A \times \bar{E}}{0.01 \times B \times O}$$

ここに、 C ： 補正係数
 $\bar{E}$ ： 1 目盛分の目盛間距離の平均値：（mm）
 O ： 撮影倍率
 A ： 補正係数
 B ： 補正係数

4.5 試料の調整 次によって試料を調製する。

- a) 粒子懸濁液の場合には、超純水で数回洗浄する。

- b) スライドガラス上に粒子懸濁液を滴下し，風乾する。

なお，粒子数が多すぎる場合には，適宜，超純水で希釈してから滴下し，風乾する。

4.6 写真撮影 次によって写真撮影をする。

- a) 試験用粒子が載ったスライドガラスを顕微鏡のステージに載せ，粒子径が約 10 mm になる倍率で観察する。
- b) 粒子がまばらに分散している箇所を探し，総数で約 300 個の粒子を撮影する。

4.7 粒子径の測定 次によって，粒子径の測定をする。

- a) 写真上の粒子群の中から単独粒子を無作為に選択し，粒子をスケールルーペのスケール中央に置いて，0.05 mm まで読み取り，200 個の粒子について測定し，記録する。
- b) a)の測定値を次の式によって補正し，補正後の粒子径を算出する。

$$D_c = \frac{D}{O} \times \frac{1}{C}$$

ここに， D_c ： 補正後の粒子径 (μm)
 D ： 測定値(μm)

- c) a)及び b)から，算術平均粒子径，CV 値を算出する。