沈降管の沈降距離測定による粒子径分布解析

山本 哲也^{1*}, 吉田 英人²

Particle Size Distribution Analysis by Sedimentation Distance Measurement in Sedimentation Tube

Tetsuya Yamamoto^{1*} and Hideto Yoshida²

Received 30 July 2018; Accepted 24 October 2018

Tangent line method and Twomey's non-linear iteration method are applied to retrieve a particle size distribution from the sedimentation curve measured with a sedimentation distance in sedimentation tube. It is found that it is difficult to calculate the particle size distribution by the tangent line method using the sedimentation curve drawn from visual observation of the interface. On the other hand, the particle size distribution can be predicted numerically by Twomey method although the reliability is low. In order to improve the measurement accuracy, improved method to define the sedimentation interface using image analysis is investigated. Furthermore, introduction of correction term to Twomey method improves the reliability of the particle size distribution. As a results, this calculation method can be applied to measure particle size distribution not only for glass beads but also suspension concentrate of agricultural fungicide penthiopyrad.

Keywords: Particle size distribution, Sedimentation tube, Nonlinear iteration method data reduction.

1. 緒 言

粉体の粒子径分布測定は、顕微鏡法、レーザー回折・散乱法、電気的検知帯法および篩い分け法などさまざまな測定法が実用化されている。顕微鏡法や篩い分け法は完全に分散された粒子の場合、正確な粒子径測定が可能であるが、測定検体の前処理など煩雑な作業を要する。また、レーザー回折・散乱法や電気的検知帯法を利用した測定装置は、測定が容易であり測定時間が短く再現性が高いといった長所を有する反面、複雑な演算処理を行うために内部がブラックボックス化されている。さらに、これらはいずれも高価な測定装置となっている。

一方、液相沈降法による粒子径分布測定法は、重力または遠心力による粒子の沈降速度からストークス径を測定するため、物理的意味が明瞭で信頼性の高い情報が得られる。実際、液相沈降法の原理を用いた測定法は、簡便に粒子径分布を測定できるため、さまざまな測定法がJISにも採用されている。たとえば、一様沈降式の測定

法としては、ピペット法（JIS Z8820-2:2004）、比重計法（JIS A1204:2009）、質量沈降法（JIS Z8822:2001）および液相重力沈降法（JIS Z8820-1:2002）が、また、ラインスタート式の測定法としては液相遠心沈降法（JIS Z8823-1:2001）が採用されている[1–4]。

液相一様沈降法による簡便な測定法としてはWernerの方法がある。Wernerの方法では、沈降粒子の高さが粒子質量に比例すると仮定し、篩上全粒子が沈降し終えた際の粒子層の高さで、任意時間の沈降粒子層高さで除すことで、積算粒子径分布を算出する[5]。また、研削といし用研磨剤の粒子径の試験方法（JIS R6001-2:2017）の沈降管試験方法では、粒子の沈降高さを測定し、標準粉体の測定値と比較することで粒子径測定を行う試験法が採用されている。しかし、液相における沈降界面すなわち、沈降距離から粒子径分布を測定する手法については言及されておらず、また、沈降物の累積高さから得られた沈降曲線の解析は十分には行われていなかった。

そこで、本報では沈降管を用いた液相一様沈降法において、液相の沈降界面から読み取った沈降距離が粒子質量に比例すると仮定し、沈降距離を読み取り算出した沈降曲線を1) 接線法ならびに2) 非線形反復法の一つであるTwomey法[6]を用いた解析により粒子径分布の算出を試みた。また、これらの解析法を用いた粒子径分布の信頼性の向上や測定時間の短縮の可能性について検討を行った。さらに、本手法が、農薬製剤の粒子径分布測定に適用可能かを検証した。

1 三井化学アグロ株式会社 研究開発本部 開発部
(〒103-0027 東京都中央区日本橋一丁目19番1号)
Development Department, Research & Development Division,
MITSUI CHEMICALS AGRO, INC.
(1-19-1, Nihonbashi, Chuo-ku, Tokyo 103-0027, Japan)
2 広島大学大学院 工学研究科
(〒739-8527 広島県東広島市鏡山1-4-1)
Department of Chemical Engineering, Hiroshima University
(1-4-1, Kagamiyama, Higashi-hiroshima, Hiroshima 739-8527, Japan)
* Corresponding Author Tetsuya2.Yamamoto@mitsuicheicals.com

Fig. 1 Principle of particle size measurement by sedimentation method

Fig. 2 Schematic diagram of sedimentation curve

2. 理 論

Fig. 1 に沈降法による粒子径分布の原理を示す。まず試験粒子を適当な方法にて液体中に分散したのち静置する。沈降天秤法では、一定時間経過後の沈降物の質量変化を計測した後、適当な方法で演算処理を行うことにより粒子径分布の算出を行う。ここでの沈降距離の変化は、Fig. 1c における斜線部分の領域において質量変化の挙動を計測していることになる。代表的な沈降曲線を Fig. 2 に示す。初期に存在した粒子がすべて沈降した場合の液中粒子質量 G_0 は次式で表される。

$$G_0 = w \frac{v \rho_p - \rho_f}{\rho_p} \quad (1)$$

ただし、 w は空気中での粉体質量、 V は溶液体積を、 v は Fig. 1c における斜線部の体積、 ρ_p, ρ_f はそれぞれ粒子および分散媒の密度である。試料粉体の質量基準の粒子径分布を $f(D_p)$ とすると、時刻 t における沈降質量 $G(t)$ は Eq. (2) が成立する。ただし、 $v(D_p)$ は与えられる粒子の沈降速度、 $D_p(t)$ は時間 t において沈降距離 h だけ沈降する粒子のストークス径であり Eq. (3) で表される。

$$\frac{G(t)}{G_0} = \int_{D_p(t)}^{D_{pmax}} f(D_p) dD_p + \int_0^{D_p(t)} \frac{v(D_p)t}{h} f(D_p) dD_p \quad (2)$$

$$D_p(t) = \sqrt{\frac{18\mu h}{(\rho_p - \rho_f)gt}} \quad (3)$$

ただし、 μ は分散媒粘度および g は重力加速度を表している。Eq. (2) の右辺第一項は、時刻 t までに沈降が終了する $D_p(t)$ 以上の粒子の沈降質量であり、第二項は粒子径 $D_p(t)$ 以下の粒子の沈降質量を意味する。

ここで沈降曲線において時間 t における接線を引き測定初期における縦軸の交点を $M(t)$ とすると Eq. (2) は次式となる。

$$G(t) = M(t) + t \frac{dG(t)}{dt} \quad (4)$$

ただし、 $M(t)$ は次式で定義される値である。

$$M(t) = G_0 \int_{D_p(t)}^{D_{pmax}} f(D_p) dD_p \quad (5)$$

したがって、粒子径 $D_p(t)$ における積算篩上分布は次式で表される。

$$R(D_p(t)) = \frac{M(t)}{G_0} = \int_{D_p(t)}^{D_{pmax}} f(D_p) dD_p \quad (6)$$

異なる n 点の時刻 t_i について Eq. (2) を適用し、応答関数 $g(t, D_p)$ を用いて変形すると Eq. (7) が得られる。

$$\frac{G(t)}{G_0} = \int_0^{D_{pmax}} g(t_i, D_p) f(D_p) dD_p \quad (i = 1 \sim n) \quad (7)$$

$$g(t, D_p) = \frac{v(D_p)t}{h} \quad (0 < D_p < D_p(t_i)) \quad (8-1)$$

$$g(t, D_p) = 1 \quad (D_p(t_i) < D_p < D_{pmax}) \quad (8-2)$$

$G(t)/G_0$ は、実験により測定される値であり、応答関数 $g(t, D_p)$ は Eqs. (8-1), (8-2) に示すように既知であるので、粒子径分布 $f(D_p)$ を算出することが可能である。本報では、時間 t における計測質量 $G(t)$ に替えてある時間における沈降距離の測定値 h を、最終沈降質量 G_0 に替えて最終沈降距離 H_0 を用いても粒子径分布の測定が可能と仮定することで、すなわち Eq. (9) が成立すると仮定して試験粉体の粒子径分布測定を行った。

$$\frac{G(t)}{G_0} = \frac{h}{H_0} \quad (9)$$

3. 実験装置および方法

Fig. 3 に実験装置の概略を示す。沈降管として 20 mL のメスシリンダーを用いた。粒子径分布測定法の妥当性を評価するために Table 1 に示す 3 種類のガラスビーズ標準粒子の粒子径分布を測定した[7]。

室温 20°C の条件下、試料粉体を設定した試料濃度となるように秤量し、0.5 mass% ヘキサメタリン酸ナトリウム水溶液を所定量加えて懸濁し、ガラス棒にて攪拌しながら 10 分間超音波分散（周波数 40 kHz、出力 40 W）をした後、素早く沈降管に移し替え、水平な面に静置すると同時に測定を開始した。沈降距離の測定は、界面の読み取りを容易とするために黒色背景の前に沈降管を設置し、さらに沈降管上部より 200 ルクス以上の LED ライト

Fig. 3 Schematic diagram of experimental set-up

にて光の照射を行った。沈降距離は設定した最終沈降距離に達するまで、経時的に目視にて読み取るとともにデジタルカメラにて沈降管の撮影を行った。なお、Fig. 3のように、気液界面から完全に澄明な液相と懸濁が認められる液相との界面までの距離を目視での沈降距離として測定した。測定終了後に、沈降距離を指標とした沈降曲線を描画し、接線法ならびに非線形反復法であるTwomey法を用いた解析により粒子径分布の算出について検討を行った[8,9]。なお、接線法ならびにTwomey法による粒子径分布の算出では20°Cの水の密度の $\rho_f = 998 \text{ kg/m}^3$ 、粘度 $\mu = 1.0 \times 10^{-3} \text{ Pa}\cdot\text{s}$ と設定して算出した。

4. 実験結果および考察

4.1 接線法による粒子径分布解析

3種類のガラスビーズ標準粒子について、1.5 mass%の懸濁液を作製し界面を読み取り沈降曲線の描画を行った。MBP 10-100標準粒子において、最終沈降距離 H_0 を8 cmとしてプロットした沈降曲線および接線法により算出した粒子径分布と走査型電子顕微鏡 (SEM) により測定した粒子径分布を比較した結果をFig. 4に示す。Fig. 4aに示した沈降曲線は、目視で読み取った界面すなわち沈降距離が時間経過とともに増加し、二次曲線で近似可能な沈降挙動を示したことから、接線法による粒子径分布測定が可能であった。Fig. 4bに示した接線法により算出された粒子径分布は、SEMにより測定した実測値と近似した粒子径分布を示したものの、計算値はより粒子径が小さい領域にシフトしており、正確な粒子径分布は得られなかった。これは、目視で読み取った沈降距離は完全に澄明な液相と懸濁層の界面と気液界面の距離を測定しているため、実際の沈降距離と異なり、真の界面は目視よりも沈降距離が長い領域に存在するために生じたと推測された。Fig. 5にMBP 1-10およびMBP 3-30標準粒子において最終沈降距離 H_0 を8 cmとしてプロットした沈降曲線および実験値の近似曲線を示す。目視で読

Table 1 Properties of tested particles

	Mass median diameter [μm]*	True density [kg/m^3]
MBP 1-10	4.75	4000–4200
MBP 3-30	13.10	4000–4200
MBP 10-100	36.39	4000–4200

* Measured by Scanning Electron Microscope (SEM)

* Measurement condition

Magnification (MBP 1-10: 1500, MBP 3-30: 500, MBP 10-100: 200)

Number of particle (MBP 1-10: 55728, MBP 3-30: 50685, MBP 10-100: 51002)

み取った沈降距離は、時間経過とともに増加したが、MBP 10-100と異なりほぼ直線的に上昇し、直線近似で高い相関が得られた。そのため、接線法による粒子径分布解析を試みたが、接線を描画することができず、粒子径分布解析結果を得ることはできなかった。比較的粒子径の大きいMBP 10-100標準粒子では接線法を用いた粒子径測定の可能性が示唆されたものの、MBP 3-30およびMBP 1-10標準粒子の粒子径分布測定は不可であった。すなわち、目視で読み取った沈降距離から描画した沈降曲線を用いて接線法にて解析することで粒子径分布を算出する手法は汎用的に使用するのには困難であることがわかった。

4.2 Twomey法による粒子径分布解析

4.2.1 Twomey法の適用評価

Figs. 4, 5で得られた沈降曲線を用いてTwomey法による粒子径分布解析を行った。なお、Twomey法における反復計算の範囲を0.1~500 μm 、粒径分割数を100、沈降距離測定点数を12点とし、最終沈降距離 H_0 はそれぞれ測定した最後の沈降距離に設定して計算を行った。Fig. 6に3種のガラスビーズ標準粒子の計算結果をSEMにて測定した粒子径分布を比較した図を示す。Twomey法により算出した粒子径分布は、いずれの粒子径のガラスビーズにおいても実測値と近似した形状を描いたが、実測値よりも粒子径が小さい領域にシフトした分布が得られた。

Fig. 4 Calculation of particle size distribution by tangent line method for MBP 10-100 based on visual observation

Fig. 5 Sedimentation curve for MBP 3-30 and MBP1-10 by visual observation

4.1 で述べたように、粒子径分布測定が不可であった接線法とは異なり、Twomey 法を用いることで、SEM 測定値に近似した粒子径分布を得られる可能性が示唆された。一方で、SEM 測定値との中位径の差は大きく、その信頼性は十分なものではなかった。液相一様沈降法である Werner の方法では、篩上全粒子が沈降し終えた際の粒子層の高さで、任意時間の沈降粒子層高さを除すことで、積算粒子径分布を算出していた。一方、本報の沈降管による測定法では、すべての粒子が沈降した距離を沈降距離として目視で読み取っているため、目視で得られた沈降界面は、実際の粒子の沈降界面よりも遅れて現れていると考えられた。すなわち目視では捉えられない界面が存在すると仮定し、画像色解析を用いた界面の読み取りによる粒子径分布解析を行った。

4.2.2 画像色解析による界面の設定

沈降距離の読み取りを沈降界面の画像色解析による判定にて行った。3 の実験方法に従い沈降管試験を実施し、一定時間ごとに沈降界面付近をデジタルカメラ（画素数 1000 万以上）で撮影した。本報では、簡便かつ安価な粒子径測定法の確立を目的としている。そこで、画像色解析はインターネットに無料で公開されている画像解析ソ

フト（Color-Sample.com）を用いた。

画像色解析サイト (<https://www.color-sample.com/others/imageanalysis/>) にアクセスし、撮影した沈降管の写真を Web ページの画像色解析領域にドラッグする。ドラッグした写真にカーソルを合わせることで、カーソル位置の画像色に関する情報を得ることができる。画像色解析を実施するにあたり、まず目視で得られる界面が、画像色解析では、どのように定義できるかを評価した。その結果、RGB カラーモデルを用いて、目視の沈降距離が定義できることがわかった。すなわち、赤（Red）、緑（Green）、青（Blue）それぞれの数値が、150 を下回る地点を界面（以下 RGB150 界面）として読み取った場合に目視での界面読み取りに近い値を示すことが判明した。Fig. 7 に 3 種の標準粒子において、目視で読み取った沈降距離と RGB150 界面で読み取った沈降距離の比較図を示す。いずれの標準粒子の結果においても、目視の界面と RGB150 界面の値はほぼ一致していることがわかる。このように画像色解析にて目視と同様の色調判別が可能であることが判明したことから、つぎに目視で捉えられない界面を画像色解析にて設定することで、粒子径分布の信頼性向上を検討した。目視で得られた沈降距離を用

Fig. 6 Comparison of measured and calculated distribution for each standard particle on visual observation

Fig. 7 Comparison of sedimentation distance measured by visual observation and image analysis based on RGB150 for each standard particle

いて算出した粒子径分布は実測値よりも微細粒子径領域にシフトしていることから、真の沈降距離は目視で得られる沈降距離よりも大きい値である推定される。したがって、RGBの数値が高い、すなわち粒子懸濁層下部に真の界面があると考えられた。また、撮影した沈降管の懸濁層においてRGB値は、沈降管上部の液面から沈降管下部に向かうにつれて上昇し、一定値に漸近する傾向にあることがわかった。このことから、Fig. 8に示すように

Fig. 8 Definition of interface by image analysis

RGB150の界面とRGB値が一定となる界面に挟まれた領域に沈降界面が存在すると仮定し、RGB150界面から真の界面までの距離を h_A 、真の界面からRGBが一定となる界面までの距離 h_B と定義した。 h_A と h_B の比率を変動させて算出した界面を用いてTwomey法により粒子径分布を算出した結果、 $h_A : h_B = 8 : 2$ と設定した場合にいずれの標準粒子においても実測値に近い形状の粒子径分布を示す傾向であった。 $h_A : h_B = 8 : 2$ と設定した界面にてTwomey法により算出した各標準粒子の粒子径分布を

Fig. 9 Effect of calculated interface and correction coefficient on particle size distributions for MBP10-100

Fig. 12 Comparison of measured and calculated distribution for penthiopyrad suspension concentrate

Fig. 10 Effect of calculated interface and correction coefficient on particle size distributions for MBP 3-30

Fig. 11 Effect of calculated interface and correction coefficient on particle size distributions for MBP 1-10

Figs. 9~11 に示す。図中の破線が新たに設定した界面より算出した粒子径分布を表している。実測値に漸近した値を示したものの、さらなる改良の余地があると考えられた。そこで、RGB 値以外の画像色ファクターでの界面の判別法の導入も検討したがよい指標を見出すことはできなかった。

4.2.3 Twomey 法への修正項の導入

4.2.2 の検討の結果、画像色解析による界面の設定のみ

Table 2 Recipe of penthiopyrad suspension concentrate

Component	Recipe [%]
Pulverized penthiopyrad TG (99.7%)	20.1
SOPROPHOR FLK ¹⁾	1.0
SURFYNOL104PG-50 ²⁾	0.1
Deionized water	78.8

1) Ethoxylated tristyrylphenol phosphate potassium salt produced by Solvey

2) Tetramethyl-5-decyne-4,7-diol produced by Evonik

では実測値の信頼性は十分ではないことが示唆された。これまでの、沈降質量と沈降距離が比例し、Eq. (9) が成り立つとの仮定に基づき、演算を行ってきたが、次式のように修正項を設けることで信頼性の向上の検討を行った。

$$\frac{G(t)}{G_0} = \beta \frac{h}{H_0} \quad (10)$$

ただし、 β は Twomey 法の演算時に導入する修正項であり、沈降距離比を沈降質量比に換算する上での補正係数を意味している。沈降界面の設定および修正項の導入の検討を行い SEM 測定値と比較した結果を Figs. 9~11 に実線で示した。修正項として 2.0 と設定することで、いずれの標準粒子においても SEM 測定値と良好に近似した値が得られ、特に中位径の算出を目的とした場合には高い精度で粒子径予測が可能となった。つぎに得られた測定法を用いて農薬懸濁水性ゾルの粒子径分布測定が可能かを確認した。

4.3 沈降法による農薬懸濁水性ゾルの粒子径分布測定

農業用殺菌剤ペンチオピラドを 20 mass% 配合した水性懸濁ゾル ($D_{p50} = 8.7 \mu\text{m}$) を作製し、得られた水性懸濁ゾルの粒子径分布を評価した。Table 2 に作製したペンチオピラド水性懸濁ゾルの処方を示す。農薬製剤の粒子径測定は、一般的に Fraunhofer 回折および Mie 散乱理論を利用したレーザー回折・散乱式粒子径分布測定装置が用いられていることから、HORIBA LA-950 (堀場製作所 (株) 製) を用いて測定した粒子径分布を実測値として、沈降管を用いた沈降距離測定から粒子径分布解析を行った。ペンチオピラド水性懸濁ゾル 0.5 g をポリオキシエチレン

Fig. 13 Effect of measurement time on particle size distribution for MBP1-10

ノニルフェニルエーテル塩（ニューコール 560，日本乳化剤（株））の 0.2 w/v% 水溶液 100 mL を用いて分散させ，超音波分散（周波数 40 kHz，出力 40 W）を 5 分間行った検体を LA-950（屈折率 1.6 設定）にて透過率が約 90% 条件となるように添加して測定した。沈降管を用いた粒子径分布測定は，標準粒子と同様の条件下でペンチオピラド水性懸濁ゾルをペンチオピラドが 1.5 mass% となるようにヘキサメタリン酸 0.5 mass% 水溶液で希釈した溶液を試験検体として測定を行った。なお，ペンチオピラドの密度は， $\rho_p = 1270 \text{ kg/m}^3$ として算出した。Fig. 12 に実測値と 4.2 で設定した解析法を用いて沈降距離測定により算出した粒子径分布の比較を示す。標準粒子の結果と同様にペンチオピラド水性懸濁ゾルの測定においても高い相関を示す結果が得られた。

4.4 測定時間短縮の検討

沈降管の沈降距離を測定し，4.2 で設定した条件下で測定を行うことで信頼性の高い粒子径分布の測定が可能となることが示唆された。一方で，比較的粒子径が微細な MBP 1-10 やペンチオピラド水性懸濁ゾルでは，沈降界面を捉えるために測定時間が長くなる傾向にあった。そこで，沈降距離の測定時間の短縮ならびに測定回数の削減が可能かの検討を行った。Figs. 13, 14 に MBP 1-10 およびペンチオピラド水性懸濁ゾルにおいて，測定時間を短縮した場合の粒子径分布算出結果を示す。MBP 1-10 では，測定時間を初期の 6000 秒（測定回数 12 回）から 2400 秒（測定回数 6 回，沈降距離 2 cm）に短縮した場合，すなわち測定試料の 90% 以下の下積算粒子径にあたる約 $7 \mu\text{m}$ よりも大きな粒子を対象とした測定でも高い信頼性を維持した。一方，測定時間を 600 秒（測定回数 3 回，沈降距離 0.3 cm）まで短縮すると実測値との乖離

Fig. 14 Effect of measurement time on particle size distribution for penthiopyrad suspension concentrate

が大きくなる傾向にあった。また，ペンチオピラド水性懸濁ゾルでは測定時間を初期の 9600 秒から 2400 秒（測定回数 3 回，沈降距離 0.7 cm）すなわち測定試料の 80% 以下の下積算粒子径にあたる約 $15 \mu\text{m}$ よりも大きな粒子のみの測定においても，高い信頼性を維持した。この結果から，測定試料の 80% 以下の下積算粒子径以上の粒子径を持つ粒子の沈降距離を測定することで，今回供試した単峰性の粒子径分布を持つ検体であれば，実用上問題ない信頼性が得られることが示唆された。

5. 結 言

沈降管を用いた液相一様沈降法を用いて，液相の沈降距離から粒子径分布を算出する手法について 3 種のガラスビーズ標準粒子およびペンチオピラド水性懸濁ゾルを用いて検討し，以下の知見を得た。

- (1) 沈降界面の画像色解析を行い，RGB 値が 150 となる界面と RGB が一定となる界面の間に設定した沈降界面を用いて，Twomey 法を用いた数値解析を行うことで粒子径分布の算出は可能となる場合がある。
- (2) 上記において Twomey 法に修正項 β に 2.0 を適用することで，粒子径分布の信頼性が向上する。
- (3) 得られた測定手法にて農業用殺菌剤ペンチオピラド水性懸濁ゾルの粒子径分布の測定も可能である。
- (4) 測定時間を要する微細粒子の場合，測定試料の 80% 以下の下積算粒子径以上の粒子径を持つ粒子の沈降距離を測定することで実用上問題ない信頼性を得られることがある。
- (5) 目視で読み取った沈降距離から描画した沈降曲線を用いて接線法にて粒子径分布を算出するのは困難である。

Nomenclature

D_p	: Particle diameter	$[\mu\text{m}]$	$f(D_p)$	: Frequency size distribution	$[\mu\text{m}^{-1}]$
$D_{p\text{max}}$	: Maximum particle diameter	$[\mu\text{m}]$	$G(t)$	: Sedimentation mass	$[\text{kg}]$
D_{p50}	: Mass median diameter	$[\mu\text{m}]$	G_0	: Total sedimentation mass	$[\text{kg}]$
$D_p(t)$	: Critical particle diameter	$[\mu\text{m}]$	g	: Gravity acceleration	$[\text{m/s}^2]$

$g(t, D_p)$: Response function	[-]	V : Volume of solution	[-]
H_0 : Total sedimentation distance	[m]	$v(D_p)$: Terminal settling velocity	[m/s]
h : Sedimentation distance	[m]	w : Mass of particle	[kg]
$M(t)$: Sedimentation mass calculated by tangent line method	[kg]	β : Correction coefficient	[-]
n : Number of sedimentation data	[-]	μ : Viscosity	[Pa·s]
$R(D_p)(t)$: Oversize integrated distribution	[-]	ρ_p : Density of particle	[kg/m ³]
t : Time	[s]	ρ_f : Density of fluid	[kg/m ³]

References

- [1] K. Fukui, H. Mizuta, M. Shiba, C. Yun, H. Yoshida, Data reduction in measurement of size distribution using sedimentation balance method, J. Chem. Eng., Japan 24 (1998) 928–933.
- [2] K. Fukui, H. Yoshida, M. Shiba, Y. Tokunaga, Investigation about data reduction and sedimentation distance of sedimentation balance method, J. Chem. Eng., Japan 33 (2000) 393–399.
- [3] K. Fukui, H. Yoshida, Y. Tokunaga, Influence of the behavior of particles and dispersion medium on the particle size measurement with the sedimentation balance method, J. Chem. Eng., Japan 28 (2002) 161–167.
- [4] Japanese industrial standard, Z8822, Determination of particle size distribution by the mass of sediment-particles in liquid, Japanese standards association, Japan (2000).
- [5] K. Iinoya, Funtai Kogaku Handbook, Asakura Shoten (1966) pp.25–26.
- [6] S. Twomey, Comparison of constrained linear inversion and an iterative nonlinear algorithm applied to the indirect estimation of particle size distributions, J. Comput. Phys. 18 (1975) 188–200.
- [7] H. Yoshida, H. Matsuda, K. Fukui, Y. Tokunaga, Particle size measurement with an improved sedimentation balance method and microscopic method together with computer simulation of necessary sample size, Adv. Powder Technol. 12 (2001) 79–94.
- [8] S. Tohno, Data inversion on the measurement of the size distribution of aerosols, Eazozoru Kenkyu 12 (1997) 281–287.
- [9] H. Tsuji, H. Makino, H. Yoshida, K. Iinoya, An advanced method for measurement of the particle size distribution by anisokinetic sampling—Investigation of a method using three probes with different diameter—, J. Soc. Powder Technol., Japan 34 (1997) 904–912.