JIS Z 8901試験用粉体及び試験用粒子に規定された
ガラスビーズの粒径分布特性

Size Distribution Characteristics of Glass Beads for JIS Z 8901
Test Powders and Test Particles

山下 憲一*, 福留 一実**, 相川 勝保***

Ken-ichi YAMASHITA*, Kazumi FUKUTOME**, Katsuyasu AIKAWA***

Key Words : Test Powders, Test Particles, Particles Size Measurement, Coulter Counter, Image Analysis

1. はじめに

1987年(昭和62年)以来、(社)日本粉体工業技術協会では、表1、図1および図2に示すガラスビーズ(2種類・粒径分布別に7種類)を粉体粒度測定器の校正用および各種フィルターのろ過度試験用などとして販売してきた。

これらのガラスビーズは、平成6年度に実施されたJIS Z 8901試験用ダストの抜本的な改正と相まって、平成7年末に標題の試験用粉体2ガラスビーズとして規定されるに至った。

この規格において、ガラスビーズの粒径分布は、製造工程における粒度管理が各種の粒径分布測定方法の

中で、最も適切で容易であるという理由から、JIS R 6002研磨材の粒度の試験方法で定めている電気抵抗試験方法(コールターカウンタ法)に準拠することが決められている。

ここでは、ガラスビーズの粒径分布を電気抵抗試験方法に基づいて作成された規格値と、従来からこの種の球形粒子の測定に用いられてきた画像計測方法(顕微鏡法ともいわれてきた)のそれとではどの程度の差異があるかを明らかにして、日本工業規格を通し、ガラスビーズを利用するユーザーの参考に供することにした。

2. 規格における諸規定

2.1 物理化学的特性

ガラスビーズには、Soda-Lime-Silicate Glass Beads(以下ガラスビーズGBLという)とBarium-Titanate Glass Beads(以下ガラスビーズGBMという)との2種類がある。

表2.1および表2.2にガラスビーズの物理化学的特性を示す。

ガラスビーズGBLとGBMとは化学成分、粒子密度および屈折率が異なる。

また、外観・形状は、だ円、鋭角、不透明なもの、異物、粒子間に融着などあるものの総計が個数基準で5%以下(GBL)および1%以下(GBM)になるように決められ、球形粒子でできるだけ複雑な因子が含まれないように、異形粒子の混入を厳しく規定している。

2.2 粒径分布

表3は、JISで規定されたガラスビーズの粒径分布

表1 JISに規定されたガラスビーズの種類

名 称	中位径 μm
ガラスビーズ	GBL 30 29 ~ 31
	GBL 40 40 ~ 42
	GBL 60 57 ~ 59
	GBL 100 98 ~ 100
ガラスビーズ	GBM 20 21 ~ 23
	GBM 30 29 ~ 31
	GBM 40 40 ~ 42

1995年 12月 20日受付
粉体工学会秋期研究発表会(1995年11月、東京)にて講演

* 山下試験用粉体研究所
(〒302 茨城県取手市井野 792-17)
TEL. 0297-73-2818

** (株)ユニオン(〒573-01 枚方市大峰南町 10-1)
TEL. 0720-58-1351

*** (株)ニレコ(〒192 八王子市石川町 2951-4)
TEL. 0426-60-7367

図 1 ガラスビーズGBLの形状

図 2 ガラスビーズGBMの形状

表 2.1 ガラスビーズの化学成分

成分	質量百分率 %	
	ガラスビーズGBL	ガラスビーズGBM
SiO ₂	70 ~ 73	10 ~ 14
Na ₂ O	12 ~ 15	—
CaO	7 ~ 12	4 ~ 8
MgO	1 ~ 5	—
TiO ₂	—	33 ~ 38
BaO	—	41 ~ 48

の規格値を示したものである。

すなわち、ガラスビーズの粒径分布は電気抵抗試験方法により測定し、オーバーサイズ(質量基準)90%および10%の粒子径の値と、同じく50%の粒子径の許容範囲とが定められている。

これは、前述のJIS R 6002研磨材の粒度測定方法で、研磨材の粒径分布の測定方法に電気抵抗試験方法が用いられ、粒径分布はオーバーサイズ(質量基準)94%、3%および50%の粒子径の3点の値で規定していることから、これを準用したことから、ガラスビーズの製造にあたって、粒度管理が最も安定的に行えるとい

表 2.2 ガラスビーズの物理化学的特性

項 目	ガラスビーズ	
	GBL	GBM
外観	無色透明・球状	無色透明・球状
粒子密度(g/cm ³)	2.1~2.5	4.0~4.2
屈折率	1.51~1.53	1.92~1.94
異形率*	5%以下	1%以下
吸湿性	なし	なし
分散性	良好	良好

* だ円, 鋭角, 不透明, 異物, 粒子間の融着などの総計の個数基準の値

う製造上の要求を満たすために決められた。

3. 試 料

試料の物性は、表 2. 2に示すとおりである。

外観は無色透明で、その形状は図 1 および図 2 に示すとおり球状で、異形粒子をできるだけ除去してある。また、吸湿性はなく、分散性は極めて良好である。

このほかに、GBMはGBLに比べて完全球形に近く、

表3 JISに規定されたガラスビーズの粒径分布(電気抵抗試験方法による測定値)

単位: μm

種 類		オーバーサイズ(質量基準) 90%の粒子径	オーバーサイズ(質量基準) 50%の粒子径	オーバーサイズ(質量基準) 10%の粒子径
ガラスビーズ	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
ガラスビーズ	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

異形粒子を殆ど含まず、気泡も殆ど存在しない。

4. 測定方法

表4は、ガラスビーズの粒径分布の測定方法および測定者の所属を示したものである。

参考までに、電気抵抗試験方法は、電極間の細孔を粒子を含む電解液が通過すると、粒子の体積に相当する電解液が置換され、電極間に抵抗変化が生じる。この抵抗変化量が粒子の体積を、その発生数が粒子数を表すことから、間接的に粒径分布を求める。

画像計測方法のうち、画像計測装置によるものは、光学顕微鏡に自動画像入力用ビデオカメラを接続して、画像処理機能により粒子の大きさと数とを測定し、粒径分布を求める。

また、光学顕微鏡によるものは、粒子を顕微鏡で撮影し、その顕微鏡像の大きさ(差し渡し寸法)をスケールで測定し、その数とから粒径分布を求める。

測定にあたっては、電気抵抗試験方法と画像計測方法とは、それぞれ単独に行った。同様に画像計測方法においても画像計測装置によるものと、光学顕微鏡によるものとは関係なく、単独に測定を行った。

4.1 電気抵抗試験方法

4.1.1 試料の採取

試料は、スパチュラを用いて少量(約0.5g)採取し、容量25mlの丸底ビーカーに入れた。

4.1.2 粒径分布の測定

(1)試料の粒子径に対応するように、電気抵抗式粒子測定器に細孔チューブを取り付け、チューブ内にメ

ーカ指定の電解液(アイソトーンⅡ)を満たした。

なお、粒子径20, 30, 40 μm に対しては、100 μm の細孔チューブを、粒子径60, 100 μm に対しては、200または280 μm の細孔チューブを用いた。

(2)メーカー指定の分散剤(タイプ1A)を、丸底ビーカー内の試料全体が湿る程度加えた後、電解液約100mlを加えた。

(3)ビーカーを試料台にのせ、超音波分散器により周波数28kHzで2~3分間電解液中の試料を分散した後、所定の操作で測定した。

なお、測定する粒子数は10,000~50,000個の範囲とし、粒子径に対応する体積分布を求めた。

4.2 画像計測方法

4.2.1 画像計測装置による方法

(1)検鏡試料の作成

試料のガラスビーズを薬さじを用いて少量採取し、これをプレパラート上に分散した(分散のために液体は用いない)。試料のプレパラート上の分散は、ガラスビーズ同士の凝集をできるだけ少なくするため先細のガラス棒を用いて、粒子が重ならないようにした。

(2)粒径分布の測定

粒径分布の測定に先立ち、粒子形状を観察して異形粒子の混在や粒子中の気泡の存在について調べた。

ガラスビーズの粒子径は、円相当径とした。凝集粒子が混入した場合は、あらかじめ手動によりこれを除外して測定した。また、一つの試料について、測定する粒子数は、400~500個の範囲とし、粒子径に対応する体積分布を求めた。

4.2.2 光学顕微鏡による方法

(1)検鏡試料の作成

画像計測装置による方法と同様に、ガラスビーズを薬さじを用いて少量採取し、プレパラート上に分散した。

(2)粒径分布の測定

粒径分布の測定に先立ち、形状を観察して異形粒子

表4 測定方法および測定者の所属

測定方法	測定器	所 属
電気抵抗試験方法	コールターカウンタ	(株)ユニオン
	画像計測装置	(株)ニレコ
画像計測方法	光学顕微鏡	山下試験用粉体研究所

の混在や粒子中の気泡の存在について調べた。

粒子径は、球形粒子の最大差し渡し寸法をスケールを用いて測定した。また、一つの試料について測定した粒子数は600～700個の範囲とし、粒子径に対応する体積分布を求めた。なお、光学顕微鏡像の測定は、市販品のスケールの精度内で円相当径の測定が充分可能のように、あらかじめ光学顕微鏡像を適正に拡大して行った。

5. 測定結果および考察

5. 1 測定結果

電気抵抗試験方法および画像計測方法を用いたガラスビーズGBLの粒径分布の測定結果を図3に、同じくガラスビーズGBMの粒径分布の測定結果を図4に示す。

また、図3および図4から求めたオーバーサイズ(質量基準)の中位径の値を表5.1、表6.1に、さらに同図から求めたオーバーサイズ(質量基準)90%および10%の粒子径の値を表5.2および表6.2に示す。

次に、ガラスビーズの粒径分布の一連の測定結果から、電気抵抗試験方法と画像計測方法との整合性、ならびに測定の難易度、測定に要する時間について比較すると表7のようになる。

5. 2 考 察

5. 2. 1 形 状

撮影した光学顕微鏡像は、球形で粒度がよく揃っている(図1、図2)。異形粒子の混在もごく稀で、粒子中の気泡の存在も殆ど認められない。

5. 2. 2 粒径分布

(1)ガラスビーズGBL

電気抵抗試験方法と画像計測方法との粒径分布の測定結果は、GBL 60の粗粒側を除き比較的よい一致を示している(図3)。

それらの粒径分布を詳細に見ると、中位径はGBL 30の画像計測装置による測定値の1点がわずかに大きい。他のすべては電気抵抗試験方法による規格値の範囲内にある(表5.1)。同様に、画像計測装置によるものと顕微鏡によるものとは、近接している。

次に、オーバーサイズ90%および10%の粒子径における規格値について見ると、GBL 40の光学顕微鏡による90%の粒子径がわずかに異なるが、他のすべては電気抵抗試験方法による規格値の範囲内にある(表5.2)。同様に、画像計測装置によるものと顕微鏡によるものとは、近接した値である。

(2)ガラスビーズGBM

図3 ガラスビーズGBL 30, 40, 60, 100の粒径分布

図4 ガラスビーズGBM 20, 30, 40の粒径分布

(1)ガラスビーズGBLと同様に、電気抵抗試験方法と画像計測方法との粒径分布の測定結果は、比較的よい一致を示している(図4)。

表 5.1 ガラスビーズGBLの粒径分布の測定結果より求めた電気抵抗試験方法と画像計測方法との中位径の比較

単位: μm

測定方法(測定器)		GBL 30	GBL 40	GBL 60	GBL 100
電気抵抗試験方法(コールターカウンタ)**		30 $\pm$ 1.0	41 $\pm$ 1.0	59 $\pm$ 1.0	100 $\pm$ 1.0
画像計測方法	(画像計測装置)	31.6	41.5	58.2	100.3
	(光学顕微鏡)	30	40	59	100

** オーバーサイズ50%における粒子径の規格値を示す。

表 5.2 ガラスビーズGBLの粒径分布の測定結果より求めた電気抵抗試験方法と画像計測方法とのオーバーサイズ90%, 10%の粒子径の比較

単位: μm

測定方法(測定器)		オーバーサイズ(質量基準) %							
		GBL 30		GBL 40		GBL 60		GBL 100	
		90%の 粒子径	10%の 粒子径	90%の 粒子径	10%の 粒子径	90%の 粒子径	10%の 粒子径	90%の 粒子径	10%の 粒子径
電気抵抗試験方法(コールターカウンタ)***		26以上	34以下	37以上	45以下	55以上	63以下	95以上	105以下
画像計測方法	(画像計測装置)	29.4	33.9	38.6	45.3	55.5	60.6	97.8	104.0
	(光学顕微鏡)	26	32	36	44	55	62	95	102

*** オーバーサイズ90%および10%における粒子径の規格値を示す。

表 6.1 ガラスビーズGBMの粒径分布の測定結果より求めた電気抵抗試験方法と画像計測方法との中位径の比較

単位: μm

測定方法(測定器)		GBM 20	GBM 30	GBM 40
電気抵抗試験方法(コールターカウンタ)**		22 $\pm$ 1.0	30 $\pm$ 1.0	41 $\pm$ 1.0
画像計測方法	(画像計測装置)	22.7	31.4	40.7
	(光学顕微鏡)	21	30.5	40.5

** オーバーサイズ50%における粒子径の規格値を示す。

表 6.2 ガラスビーズGBMの粒径分布の測定結果より求めた電気抵抗試験方法と画像計測方法とのオーバーサイズ90%, 10%の粒子径の比較

単位: μm

測定方法(測定器)		オーバーサイズ(質量基準) %					
		GBM 20		GBM 30		GBM 40	
		90%の粒子径	10%の粒子径	90%の粒子径	10%の粒子径	90%の粒子径	10%の粒子径
電気抵抗試験方法(コールターカウンタ)***		18以上	26以下	26以上	34以下	37以上	45以下
画像計測方法	(画像計測装置)	20	25	28.3	34.9	38.2	44.7
	(光学顕微鏡)	17	24	28	34	40	44

*** オーバーサイズ90%および10%における粒子径の規格値を示す。

それらの粒径分布を詳細に見ると、中位径はGBM 30の画像計測装置の測定結果の1点がわずかに大きいですが、他のすべては規格値の電気抵抗試験方法の範囲内にある(表 6. 1)。同様に、画像計測装置によるものと顕微鏡によるものとは、極めて近接している。

次にオーバーサイズ90%, 10%の規格値について見ると、GBM 20の光学顕微鏡による90%の粒子径、およびGBM 30の画像計測装置による10%の粒子径の2

点が変わりに異なるが、他のすべては規格範囲内にある(表 6. 2)。画像計測装置によるものと顕微鏡によるものは、GBM 20の90%粒子径を除き極めて近い値である。

以上のように、粒径分布の規格値となっている電気抵抗試験方法と画像計測方法とが整合性を有することから、この規格値は妥当なものと思われる。

表 7 電気抵抗試験方法と画像計測方法との比較

測定方法(測定器)		測定結果の整合性	形状・異形粒子の観察	測定の難易度	測定に要する時間
電気抵抗試験方法 (コールターカウンタ)		○	—	易	短
画像計測方法	(画像計測装置)	○	○	易	短
	(光学顕微鏡)	○	○	やや難	長

○印：有りまたは可を示す。 —印：不可を示す。

5. 2. 3 測定方法の比較

表 7 は、前記(1)、(2)の結果から、電気抵抗試験方法と画像計測方法との測定の難易の程度を比較したものである。

(1)電気抵抗試験方法

この方法は、測定時間が短く、測定操作も容易である。しかも画像計測方法と整合性を有し、粒径分布幅の狭い本ガラスビーズの測定に適している。

(2)画像計測方法

画像計測装置によるものは、測定時間が短く、測定操作も容易である。電気抵抗試験方法と整合性を有し、電気抵抗試験方法と同様に、粒径分布幅の狭いガラスビーズの測定に適している。さらに、粒径分布の測定と同時にガラスビーズの形状、異形粒子の観察、ならびに測定ができる特徴を有している。

顕微鏡によるものは、電気抵抗試験方法とほぼ整合性をもち、形状や異形粒子の観察ができる。これらの点は優れているが、測定に長時間を要するほか、経験が必要とされることなどがあり、前二者と比べて必ずしも実用的とはいえない。

5. 2. 4 提 言

前述のとおり、この規格でも、ガラスビーズの粒径分布の測定方法を電気抵抗試験方法によって行うように規定しているが、5年後の見直しの際には、この方法と整合性を有し、形状および異形粒子の観察ならび

に測定が容易にできる画像計測方法(画像計測装置による)を組み入れる必要があると思われる。

6. 結 論

JIS Z 8901試験用粉体及び試験用粒子に規定されたガラスビーズは、その製造工程における粒度管理が容易であるという理由から、電気抵抗試験方法によって粒径分布を測定するように決められている。ここでは、電気抵抗試験方法とこれまでこの種の測定に一般に使用されてきた画像計測方法とでは、測定結果にどの程度の差異があるかを調べた。以上を総合すると大要次のことがいえる。

(1)電気抵抗試験方法は、粒径分布幅の狭い本ガラスビーズの粒径分布の測定に適し、画像計測方法と整合する。

(2)画像計測方法(画像計測装置による)は、本ガラスビーズの粒径分布の測定に適し、電気抵抗試験方法と整合する。

同様に画像計測方法の顕微鏡によるものは、電気抵抗試験方法と整合する。ただし、測定に長時間を要し、実用的ではない。

(3)画像計測方法(画像計測装置による)は、ガラスビーズの粒径分布の測定と合わせて、形状および異形粒子の観察・測定ができるので、規格の見直しにあたって、工業標準化をはかる必要がある。