

## 塗料に含まれる粗大粒子の濃度評価 - 動的画像解析法による異物検出 -

前田 裕貴

### ユーザーベネフィット

- ◆ テレセントリック光学系により見逃しのほとんどない異物検出が可能です。
- ◆ マイクロセルにより、濃度の高い試料も原液/低希釈率での測定が可能です。
- ◆ 試料および有機溶媒の使用量の削減に貢献します。

### ■はじめに

インクなどの塗料に環境由来の粗大粒子や一次粒子の凝集物が含まれている場合、印刷機器の流路の目詰まり・塗膜の強度低下・ムラの発生などの不良原因となる可能性があります。

ダイナミック粒子画像解析システム iSpect DIA-10 (図1) は、動的画像解析法に基づき、液体試料中の粒子画像を取得し、粒子径分布・粒子濃度・形状測定を行う装置です。見逃しが少ない光学系 (撮影効率90 %以上) により、数分で数万個の粒子を解析し、微量の粗大粒子・凝集物を検出することが可能です。またマイクロセル方式により、サンプルチューブ中では白濁して光を透過しない濃度の試料も測定が可能のため、原液ないしは低希釈率で測定することで、前処理の手間や希釈による試料への影響を少なくできる可能性があります。

本稿では、iSpect DIA-10を用いて塗料の一種であるインク中の粗大粒子濃度を原液のままもしくは低倍率の希釈で評価した事例を紹介します。

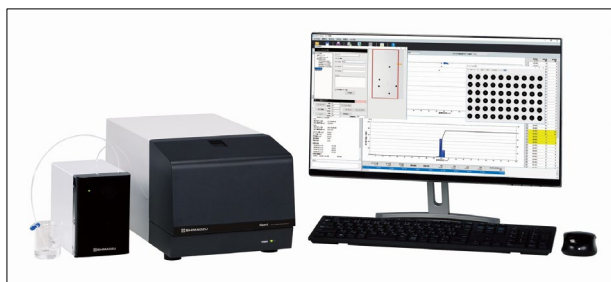


図1 ダイナミック粒子画像解析システム iSpect™ DIA-10

### ■着色溶液中の粒子検出

iSpect DIA-10の粒子径測定範囲は5-100 μmで、サブミクロンオーダーの塗料は粒子として検出することはできません。しかし、サブミクロンの粒子の懸濁液中に含まれるミクロンオーダーの粗大粒子 (異物・凝集物など) を検出することは可能です。水および着色溶液に標準粒子を添加した際の画像を図2に示します。図2に示す通り、着色溶液中では、水中の場合よりも溶液部分が暗く映っていますが、粒子は検出できていることが分かります。

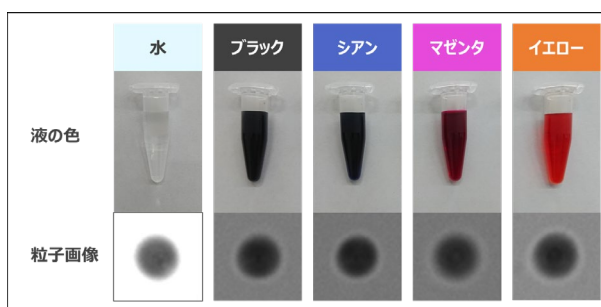


図2 着色溶液中のポリスチレンラテックスの粒子画像

### ■試料と方法

試料には市販の万年筆用のインク (ブラック、ブルーブラック、レッド) を用いました。測定条件を表1に示します。また、希釈後の試料の外観を図3に示します。

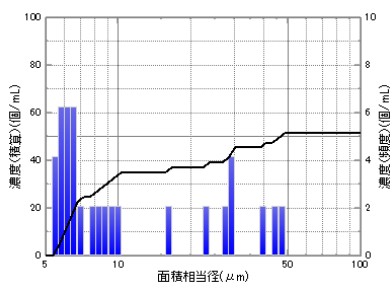
表1 測定条件

	ブラック	ブルーブラック	レッド
希釈率 [倍]	20	6	1(原液)
フレームレート [fps]	8	8	8
撮影効率 [%]	96.5	96.5	96.5
分析総量 [μL]	500	500	500
分析流量 [mL/min]	0.1	0.1	0.1
測定領域の平均輝度	90	80	90
二値化処理閾値	68	60	68

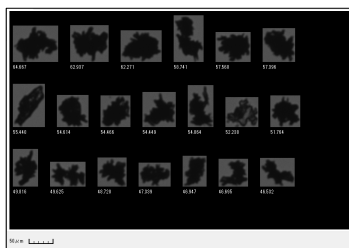
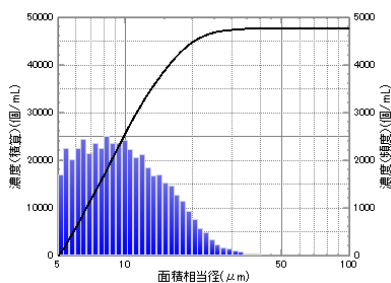


ブラック ブルーブラック レッド

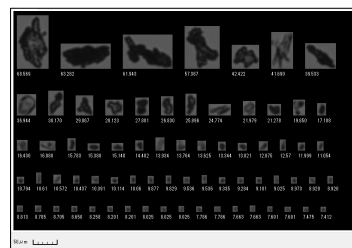
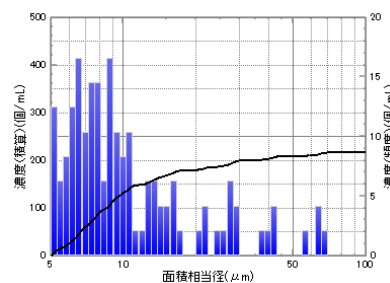
図3 希釈後の試料の外観



(a) ブラック



(b) ブルーブラック



(c) レッド

図4 測定結果  
粒子径分布(上段)と粒子画像(下段)

## ■測定結果

図4に粒子径分布と粒子画像の代表例を示します。ブラックとレッドでは主として10 μm未満の粒子が多いですが、最大で50 μm程度の粒子も検出されています。ブルーブラックについては粒子濃度が高く、10 μm弱をピークとして最大で数十 μm程度までの粒子径分布となっています。また粒子画像から凹凸が多い粒子や長細い粒子など様々な形状の粒子が含まれていることが分かります。粒子形状や濃淡の情報を用いることで、粒子の由来を推測することができます。

表2、図5に濃度測定結果(3回測定の実測値)を示します。ブラック、レッドと比較して、ブルーブラックに含まれる粒子が非常に多いことが分かります。粗大粒子は不良原因となる可能性がありますので、品質管理の指標として用いることが可能です。

## ■まとめ

iSpect DIA-10を用い、複数のインクを測定することで、試料中に含まれるミクロオーダーの粒子を検出し、粒子画像・粒子径分布・粒子濃度を得ることができました。得られた粒子画像から環境由来の異物か、元々の成分由来の凝集物や大きな一次粒子かを推測することが可能です。また粗大粒子は不良原因となる可能性があるため、粒子濃度を品質管理の指標として用いることが可能です。以上のように、iSpect DIA-10はマイクロセル方式により着色溶液も原液もしくは低希釈率で測定することが可能です。検出効率が高く、短時間で測定可能なため、品質管理における粗大粒子(異物や凝集物)の検出および濃度評価に有効です。

表2 濃度測定結果

試料	希釈率 [%]	個数濃度*1 [個/mL]	
		測定値*2	原液換算*3
ブラック	5	59	1188
ブルーブラック	18	51831	285071
レッド	100	217	217

\*1 面積相当径5 μm以上の領域についての値です。

\*2 3回測定の実測値です。

\*3 希釈率と測定値から計算した値です。

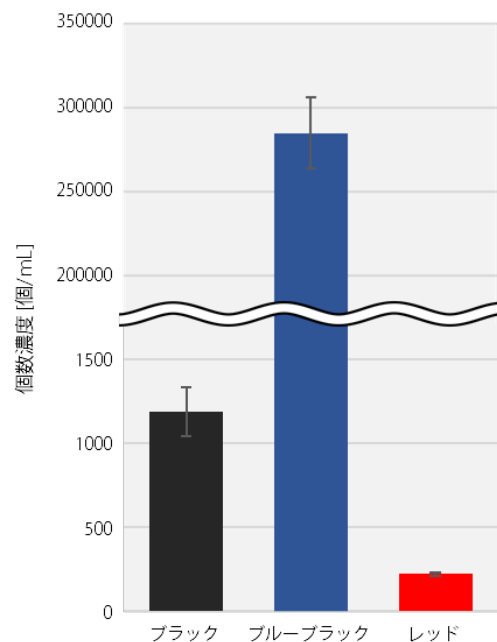


図5 濃度測定結果(原液換算)  
面積相当径5 μm以上の領域についての値です。  
エラーバーは3回測定の実測値の標準偏差を示します。

iSpectは、株式会社島津製作所の日本およびその他の国における商標です。

**株式会社 島津製作所** 分析計測事業部  
グローバルアプリケーション開発センター

01-00155-JP 初版発行：2021年6月

島津コールセンター ☎ 0120-131691

本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。本文中では「TM」、「®」を明記していません。

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。

改訂版は会員制サイト Solutions Navigator で閲覧できます。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>  
閲覧には、会員制情報サービス Shim-Solutions Club にご登録ください。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

© Shimadzu Corporation, 2021