

粒子径を測る！ —地質分野の粒子径測定機器のシステム統合化と データの高度化計画—

七山 太¹⁾・古川竜太¹⁾・小笠原正継¹⁾

1. 地質分野の粒度分析手法の現状

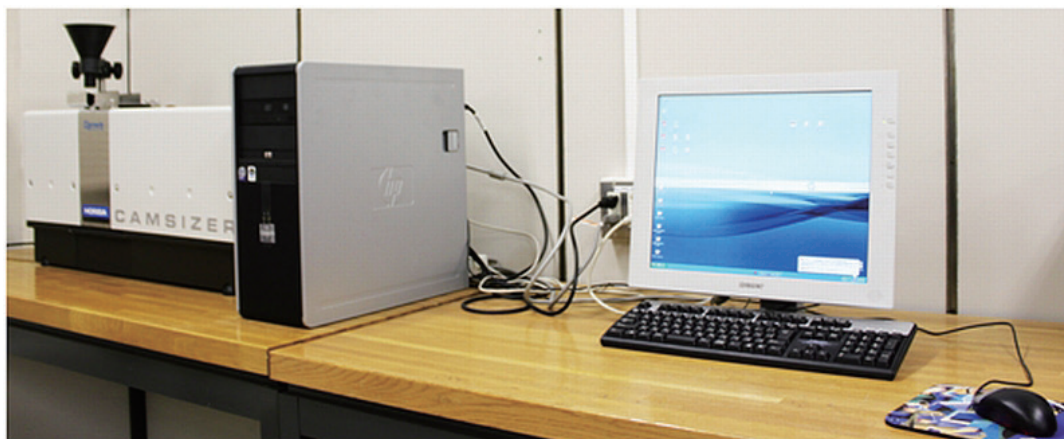
粒子径計測は様々な素材や製品の特徴を評価する上で重要な基礎情報であり、その分析技術は日本工業標準調査会によって JIS(Japanese Industrial Standards) 規格化、国際標準化機構によって ISO(International Organization for Standardization) 規格化されている(椿・早川, 2001; 椿ほか, 2002)。一方、我々地質分野の研究者が取り扱う自然界には様々な物質からなる多様な大きさや形状を持った粒子が混在しており、このため、研究対象ごとに粒子径の測定方法や装置が既に開発されてきている。産業技術総合研究所(以下、産総研)地質調査総合センターでは、砂礫や泥、火山砕屑物をはじめとする天然の粉体の粒子径計測(以下、粒度分析)を工業技術院地質調査所時代より研究業務として行ってきた長い歴史がある。

我々地球科学分野においては、泥、砂、礫の粒度分析を、篩分級法、沈降法またレーザー回折散乱法、もしくはこれらを併用して行うことが一般的であった(公文・立石, 1998)。その一方で、我々と同様な土質を取り扱う土木工学や土壌学の分野では、JIS A 1204「土の粒度試験方法」

に従い、篩法と沈降法を併用し、その分析結果を $75 \mu\text{m}$ (地球科学分野では $62 \mu\text{m}$; 公文・立石, 1998) で繋ぐ方法が主流であり、現在でもこれが標準的な分析方法となっている。但し、土木工学分野においても、近年では泥砂を篩で分離せず同時にかつ短時間で分析できるレーザー回折散乱法(JIS Z 8825-1:2001; ISO13320-1)による分析結果の報告が徐々に増えてきているのが現状である。

我々は過去5年程、粉体工学分野での最新の粒度分析手法の動向を知る目的で分析展・科学機器展や国際粉体工業展等を視察して情報収集を行ってきた。現在、粒子径計測の主流となっているレーザー回折散乱法の最新技術では、各社とも $10\text{nm} \sim 3\text{mm}$ のワイドレンジの粒子群を同時に、高精度かつ短時間に計測することが可能となっている。また青色 LED を光源として採用することにより、ナノスケールの解像度が顕著に向上している。

しかし、単一の物性値を持つ工業製品の粉体ではなく、様々な割合の複合物である自然界の土砂を検討する際には、未だ多くの技術的な課題が山積しているように思える。例えば、サブミクロンオーダーの微小粒子の測定では入射する光の波長が短いほど大きな散乱光強度が得られること



第1図 デジタル画像解析式粒子径分布測定装置 Retsch CAMSIZER の概観。

1) 産総研 地質情報研究部門

キーワード：粒子径、地質分野、粒子径測定、システム統合化、高度化計画

が確認されているので、レーザー光だけでは強度が不十分となることが知られている。しかも非球形粒子の形状によって後方錯乱が大きくなり、粒径は細粒側にシフトする傾向が確認されている。また、難解な Mie 理論を利用して逆計算によって粒径を求めるため、粒子屈折率と吸収係数の仮定が必要となり（椿・早川，2001；椿ほか，2002）、自然界の複合試料を取り扱う我々の分野の場合、この仮定は我々ユーザー側にとってはたいへん悩ましい問題の一つとなっている（七山，2009）。

2. デジタル画像解析式粒子径分布測定装置の導入と今後の課題

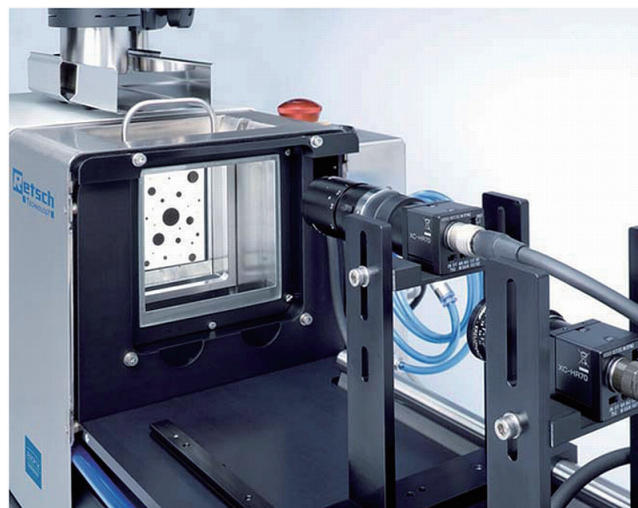
最近の粉体工学分野での粒子径計測では、画像解析法を用いた新しい分析機器の開発が増えてきている。画像解析法は大きく静的（JIS Z 8827-1:2008；ISO 13322-1）および動的（JIS Z 8827-2:2010；ISO 13322-2）の2つの手法に区分されるが、どちらの場合でも粒子群をデジタル画像として取り込み、パソコン上のソフトウェアで処理する手法は同じである。この場合、粒子のデジタル画像を用いた解析手法はレーザー回折散乱法のような仮定条件の設定が皆無であり、ユーザー側からのデータの信頼も得られやすい。

我々は平成20年度共通機器利用体制整備に関わる予算を用いて、デジタル画像解析式粒子径分布測定装置の先駆けとも言える Retsch CAMSIZER を導入した（第1図）。また、これにあわせて2009（平成21）年1月23日に粒子径分布測定法セミナーを所内で開催した。この行事は産総研・地質調査総合センターの共同利用実験室の一部として開設された粒子解析実験室のオープンハウスを兼ねて開催し、所外からも多くの見学者が来場された（七山ほか，2009；第2図）。

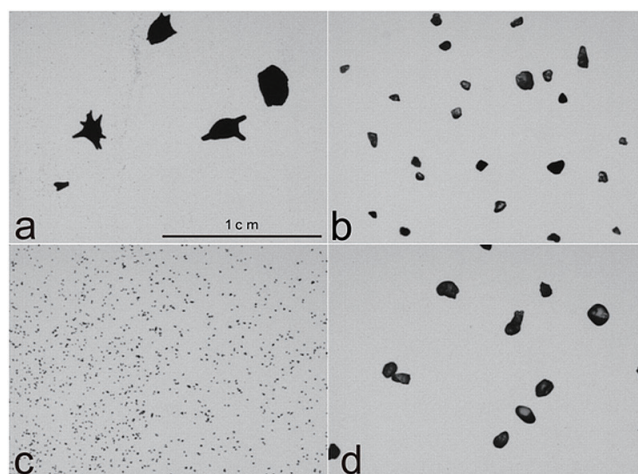
地質分野において、CAMISIZER 導入は世界でも9例のみであり、もちろん本邦では初となる。CAMISIZER はドイツの光学機器の Jenoptik AG 社と粉体機器の Retsch 社によって共同開発された。粒径測定範囲は $30 \mu\text{m}$ ～ 30mm と超ワイドレンジで、CCD-Basic で $75 \mu\text{m}$ 、CCD-Zoom で $15 \mu\text{m}$ の解像度を持ち（第3および4図）、従来のふるい分け法と同じ分析範囲を簡単な操作で迅速かつ再現性の高い分析結果が得られることが最大の長所と言える。本邦のような変動帯特有の礫混じりの碎屑物や火砕質堆積物の粒度分析には最適の手法と言える。さらに、測定後の試料は測定部下部の受器に回収され、他の分析への再利用が可能というメリ



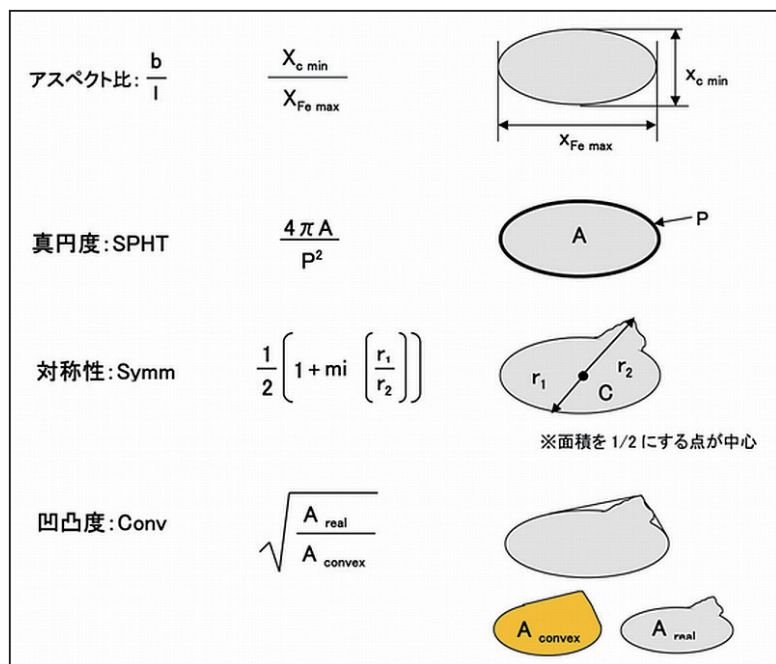
第2図 平成21年1月23日に開催された粒子径分布測定法セミナー開催風景。



第3図 CCD-Basic, CCD-Zoom の2つの CCD カメラを用いて粒子をデジタル画像として捕らえることができる。



第4図 CCD-Zoom で捕らえられた (a) 八重山諸島の星砂、(b) 京丹後市琴引浜の鳴き砂 (c) サハラ砂漠の砂、(d) 相馬標準砂のデジタル画像。



第 5 図 CAMSIZER で評価できる形状解析パラメーターの例。

ットもある。

また、CAMSIZER では、デジタル画像を採取しながら、各種粒子径、即ち定方向径（フェーレ径、マーティン径）、篩相当径、球相当径を同時に計測することが可能である。さらに、粒子形状を定量的に評価することが可能である。これによって、粒子毎の 64 方向からの粒子径の同時計測、真円度（SPHT）、対称性（Symm）、凹凸度（Conv）、アスペクト比（b/l）等の各種形状パラメーターを算出することが可能となった（第 5 図）。粒子径以外にも粒子形状データも併せて解析することが、今後の粒度分析の新しいスタンダードになっていくことが予想される。

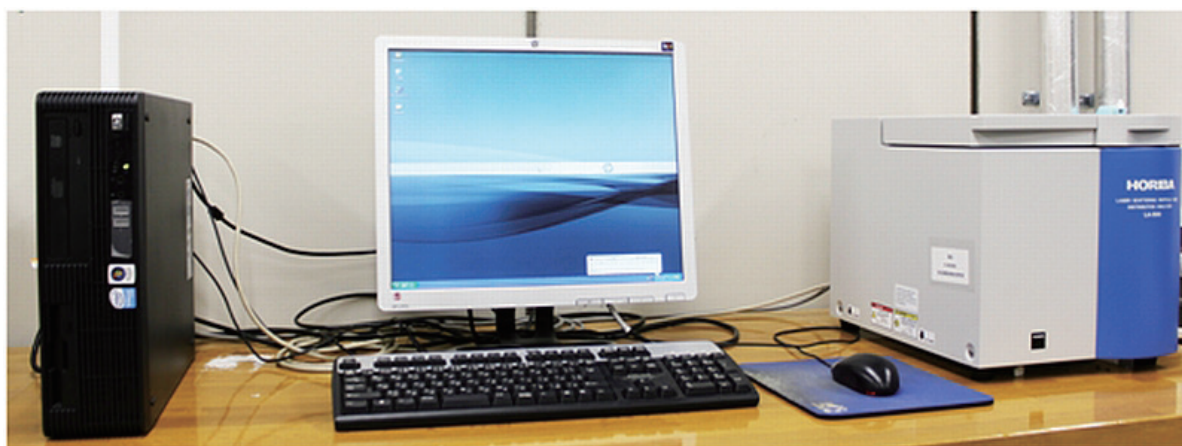
現在の CAMSIZER は乾式システムのみであり、 $30 \mu\text{m}$ （very coarse silt）より細粒な泥粒子はこのシステムでは測れない。しかし、最新式の画像解析式粒子径測定装置では、 $0.5 \mu\text{m}$ の解像度で $1 \mu\text{m} \sim 0.6\text{mm}$ の粒径を湿式法で分析できることから泥粒子の分析も可能となり、現在、新機種の導入の検討を行っている。

3. 粒度分析機器のシステム統合化と分析データの高度化計画

現在、7-1-162 粒子解析実験室には、須藤定久氏が退職時に共同利用実験室運営委員会に移管されたレーザー回折散乱式粒子径測定装置 HORIBA LA300 が常備されている（第 6 図）。本機の測定範囲は $30 \mu\text{m} \sim 0.6\text{mm}$ となっており、上述の通り屈折率の仮定やサブミクロンのデータの信頼性にやや難があるものの、短時間に少量の試料で計測を行うことが可能である。また、

Retsch ふるい振盪装置は、測定範囲 $5 \mu\text{m} \sim 8\text{mm}$ の篩セットとともに使用可能である。

我々の管理する共同利用機器とは別に、地質情報研究部門の 7-3B-325/326 堆積実験室には沈降天秤法粒度分析装置（測定範囲 $30 \mu\text{m} \sim 2\text{mm}$ ）、泥質堆積物専用のレーザー回折散乱式粒子径測定装置 Cilas 1064（測定範囲 $0.1 \sim 500 \mu\text{m}$ ）が設置されている。さらに、地圏資源環境研究部門には、鈴木正哉氏の管理する動的光散乱および小角 X 線散乱法を用いたナノスケール粒子の粒子径分



第 6 図 レーザー回折 / 散乱法粒子径測定装置 HORIBA LA-300 の概観。

布測定装置が既にある。即ち、現在の地質調査総合センターは“ナノスケールから cm スケールまでの粒度分析を全て実施可能なナショナル粒度分析センター”と言える国際レベルの設備を有していることになる。

今後我々はこれらの粒度分析システムの統合化を進め、(1) 各種粒度分析手法のルーチン化・マニュアル化、(2) 分析データの信頼性向上のための標準化と解析手法の高度化、(3) 分析試料・分析手法毎の標準試料アーカイブ作成の3つのテーマに着手したいと考えている。まず(1)については、対象になる試料(例えば、炭酸塩質、火砕質、ケイ酸塩質)、および卓越粒度(礫・砂・泥)毎の分析手法の優劣を比較検討し、それぞれの試料に適した分析カタログを作成し、順次、地質調査総合センターのホームページ上に公表していきたいと考えている。(2)については、同一の試料を用いて、手法毎の分析結果を比較検討し、これによって異なる手法(もしくは分析機器)による分析データ間の信頼性の検討と標準化を行っていきたいと考えている。さらに、粒度分析結果の新規パラメーターの開発や統計処理手法の開発にも積極的に取り組んでいきたいと考えている。最後に(3)については、地質調査総合センターの研究者の協力を得て、分析試料・分析手法毎の標準試料アーカイブ作成を進めたいと考えている。

謝辞：共同利用実験室運営委員の諸賢ならびに地圏資源環境研究部門の鈴木正哉氏、中島善人氏、柳澤教雄氏、濱崎聡志氏には平素から7-1-162 粒子解析実験室の維持管理にご協力頂いている。筆者一同、心から深謝申し上げたい。

文 献

- 公文富士夫・立石雅昭(1998)新版碎屑物の研究法. 地
団研双書 29, 地学団体研究会, 399p.
- 七山 太(2009)砂泥の粒子径を測る！—粒度分析機器
のシステム統合化と分析データの高度化計画—. 産総
研 TODAY, 9, no. 5, 17-17.
- 七山 太・小笠原正継・吉川敏之(2009)粒子径分布
測定法セミナー開催報告. GSJ ニュースレター, no.
53, 1-1.
- 椿 淳一郎・早川 修(2001)現場で役立つ粒子径測定技術.
日刊工業新聞社, 東京, 161p.
- 椿 淳一郎・鈴木道隆・神田良照(2002)入門 粒子・粉
体工学. 日刊工業新聞社, 東京, 219p.

NANAYAMA Futoshi, FURUKAWA Ryuta and OGAS-
AWARA Masatsugu (2013) How to measure the par-
ticle size in sediment? : a planning the sophistication
of the equipment and the data integration system of
grain size analysis.

(受付:2012年12月10日)