(19)日本国特許庁(JP)　(12)公開特許公報(A)　(11)特許出願公開番号
特開2020-3328
(P2020-3328A)
(43)公開日　令和2年1月9日(2020.1.9)

(51)Int.Cl.		F I			テーマコード（参考）
G01N 15/14	(2006.01)	G01N	15/14	B	
		G01N	15/14	A	

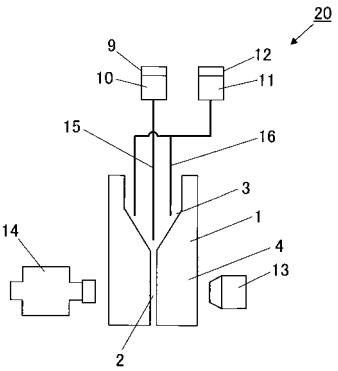
審査請求 未請求　請求項の数 3　ＯＬ　（全 11 頁）

(21)出願番号　特願2018-122673 (P2018-122673)
(22)出願日　平成30年6月28日 (2018.6.28)

(71)出願人　390007227
東邦チタニウム株式会社
神奈川県茅ヶ崎市茅ヶ崎三丁目３番５号
(74)代理人　110002538
特許業務法人あしたば国際特許事務所
(72)発明者　瀧　大輔
神奈川県茅ヶ崎市茅ヶ崎３－３－５　東邦チタニウム株式会社内
(72)発明者　堺　英樹
神奈川県茅ヶ崎市茅ヶ崎３－３－５　東邦チタニウム株式会社内

(54)【発明の名称】ＷＨＯファイバー含有率の分析方法

(57)【要約】　（修正有）
【課題】測定対象粉末中において、世界保健機構で規定されている形状を有する繊維状構造のＷＨＯファイバーの含有率を求める方法を提供する。
【解決手段】測定対象粉末を分散媒に懸濁させて、測定試料液を調製する。測定試料液を測定試料液通液部材１の細径流路２に通過させつつ、細径流路２を通過する該測定試料液中の粒子をＣＣＤカメラ１４で連続的に撮像する。撮像結果を画像認識し、認識画像中に存在する全粒子の長径及び短径を自動計測し、各粒子の長径及び短径の値から、各粒子のアスペクト比を算出する。各粒子のアスペクト比から、ＷＨＯファイバーに該当するか否かの判定を行う。画像解析を行った全粒子中のＷＨＯファイバーの含有率を求め、測定対象粉末中のＷＨＯファイバー含有率を算出する。画像解析工程において、画像解析を行う粒子の数は１万粒子以上である。
【選択図】図３



【特許請求の範囲】
【請求項１】
測定対象粉末を分散媒に懸濁させて、該測定対象粉末を含有し、該測定対象粉末の固形分濃度が０．２～１．０質量％である測定試料液を調製する測定試料液調製工程と、
該測定試料液を、測定試料液通液部材の細径流路に通過させつつ、該測定試料液通液部材の細径流路の透過部を通過する該測定試料液中の粒子をＣＣＤカメラで連続的に撮像する撮像工程と、
該撮像工程の撮像結果を画像認識し、画像解析ソフトを用いて、認識画像中に存在する全粒子の長径及び短径を自動計測する画像解析工程と、
該画像解析工程で得られる各粒子の長径及び短径の値から、各粒子のアスペクト比を算出して、各粒子がＷＨＯファイバーに該当するか否かの判定を行い、画像解析を行った全粒子中のＷＨＯファイバーの含有率（質量％）を求めるＷＨＯファイバー含有率の算出工程と、
を有し、
該画像解析工程において、該画像解析を行う粒子の数が１万粒子以上であること、
を特徴とするＷＨＯファイバー含有率（質量％）の分析方法。
【請求項２】
前記細径流路の透明部を挟んで前記ＣＣＤカメラと対向する位置に、連続的に発光を繰り返すストロボを設置し、前記ＣＣＤカメラと該ストロボを連動させて、該ストロボの発光毎に前記ＣＣＤカメラによる撮像を行うことを特徴とする請求項１記載のＷＨＯファイバー含有率（質量％）の分析方法。
【請求項３】
前記測定試料液通液部材は、前記細径流路に繋がり前記細径流路に向かって径が連続的に減少する測定試料導入経路を有することを特徴とする請求項１又は２いずれか１項記載のＷＨＯファイバー含有率（質量％）の分析方法。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、測定対象粉末中のＷＨＯファイバーの含有率を測定するＷＨＯファイバー含有率の分析方法に関する。
【背景技術】
【０００２】
現在、自動車、鉄道車両、航空機及び産業機械類等における制動装置を構成する、ブレーキライニング、ディスクパッド、クラッチフェージング等の摩擦摺動部材用の摩擦材には、６チタン酸カリウムが用いられている。
【０００３】
６チタン酸カリウムは、焼成温度によって繊維状構造となり易いため、世界保健機構（ＷＨＯ）で規定されている形状（以下、ＷＨＯファイバー）を含むものとなり易い。ＷＨＯファイバーは、短径が３μｍ以下且つ繊維長が５μｍ以上且つアスペクト比が３以上の繊維状化合物であり、吸入性繊維であり、発がん性の虞のある繊維状化合物として知られている。
【０００４】
そして、摩擦摺動部材用の摩擦材の場合、使用により、環境中へ、摩擦材中の６チタン酸カリウムが排出されるため、摩擦材の原料となる６チタン酸カリウムがＷＨＯファイバーを含んでいると、環境中へＷＨＯファイバーが排出されることになる。そのため、摩擦材用原料としての６チタン酸カリウムは、ＷＨＯファイバーの含有率が少ないことが求められる。
【０００５】
また、摩擦材用原料の６チタン酸カリウムに限らず、材料中の物質が環境中へ排出されることが懸念される材料、例えば、建物の断熱材、プラスチック、塗料、潤滑材、耐熱材

、紙の添加材等用の原料においても、ＷＨＯファイバーの含有率が少ないことが求められる。

【０００６】

このようなことから、世界各国、特に、ドイツを中心としたＥＵ各国では、ＷＨＯファイバーの含有率による使用規制が行われている。

【０００７】

そして、ＷＨＯファイバーの含有率による使用規制を遵守するためには、測定対象粉末中のＷＨＯファイバーの含有率を正確に測定することができるＷＨＯファイバー含有率の分析方法が必要である。

【０００８】

従来より、ＷＨＯファイバーの含有率を分析する方法としては、走査型電子顕微鏡（ＳＥＭ）を用いる画像解析による方法が知られている。ＳＥＭ法では、先ず、測定対象粉末を分散媒中に懸濁させた後、フィルターでろ過し、次いで、ろ紙上の粒子にスパッタリングによる白金膜等の膜を形成させ、次いで、ＳＥＭ観察し、得られるＳＥＭ画像を画像解析ソフト等を用いて画像認識し、手動で、画像中から任意に３００～６００個の粒子を抽出し、抽出した粒子の短径及び長径の計測し、ＷＨＯファイバーに該当するか否かの判断を行って、ＷＨＯファイバーの含有率を算出するとの手順を経る（例えば、非特許文献１）。

【先行技術文献】

【非特許文献】

【０００９】

【非特許文献１】Ｒｅｇｕｌａｔｉｏｎ （ＥＣ） Ｎｏ １９０７／２００６ ｏｆ ｔｈｅ Ｅｕｒｏｐｅａｎ Ｐａｒｌｉａｍｅｎｔ ａｎｄ ｏｆ ｔｈｅ Ｃｏｕｎｃｉｌ ｏｎ ｔｈｅ Ｒｅｇｉｓｔｒａｔｉｏｎ, Ｅｖａｌｕａｔｉｏｎ, Ａｕｔｈｏｒｉｓａｔｉｏｎ ａｎｄ Ｒｅｓｔｒｉｃｔｉｏｎ ｏｆ Ｃｈｅｍｉｃａｌｓ

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【００１０】

しかしながら、ＳＥＭ法による分析方法では、測定対象粉末をフィルターでろ過し、スパッタリングにより白金膜を形成させ、手動で解析対象粒子を抽出し、ＳＥＭで観察するという手順を経るため、分析に時間がかかるという問題があった。

【００１１】

また、ＳＥＭ法では、一度に多くの粒子の分析を行うことが難しく、分析する粒子数には制限があるという問題があった。なお、ＳＥＭ法において、測定対象粉末のフィルターろ過からＳＥＭで観察までの操作を、測定対象粉末の採取部分を変えて何度も行うことにより、分析する粒子数を増やすことはできるが、分析に要する時間が極めて多大になるため、実用性に乏しい。

【００１２】

更には、ＳＥＭ法では、測定対象粉末を分散媒に懸濁させ、得られる懸濁液の一部を採取対象とするため、測定対象粉末の採取の際に、粒径の大きい粒子が採取され難く、ＳＥＭ法により得られる分析結果が、実際の測定対象粉末の粒度性状を表していないという問題があった。

【００１３】

従って、本発明の目的は、測定対象粉末中のＷＨＯファイバーの含有率の分析において、測定粒子数を多くすることができ、迅速に分析を行うことができ、且つ、正確な粒子性状の分析を行うことができるＷＨＯファイバー含有率の分析方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【００１４】

上記課題は、以下に示す本発明により解決される。

すなわち、本発明（１）は、測定対象粉末を分散媒に懸濁させて、該測定対象粉末を含

有し、該測定対象粉末の固形分濃度が０．２～１．０質量％である測定試料液を調製する測定試料液調製工程と、
該測定試料液を、測定試料液通液部材の細径流路に通過させつつ、該測定試料液通液部材の細径流路の透過部を通過する該測定試料液中の粒子をＣＣＤカメラで連続的に撮像する撮像工程と、
該撮像工程の撮像結果を画像認識し、画像解析ソフトを用いて、認識画像中に存在する全粒子の長径及び短径を自動計測する画像解析工程と、
該画像解析工程で得られる各粒子の長径及び短径の値から、各粒子のアスペクト比を算出して、各粒子がＷＨＯファイバーに該当するか否かの判定を行い、画像解析を行った全粒子中のＷＨＯファイバーの含有率（質量％）を求めるＷＨＯファイバー含有率の算出工程と、
を有し、
該画像解析工程において、該画像解析を行う粒子の数が１万粒子以上であること、
を特徴とするＷＨＯファイバー含有率（質量％）の分析方法を提供するものである。
【００１５】
また、本発明（２）は、前記細径流路の透明部を挟んで前記ＣＣＤカメラと対向する位置に、連続的に発光を繰り返すストロボを設置し、前記ＣＣＤカメラと該ストロボを連動させて、該ストロボの発光毎に前記ＣＣＤカメラによる撮像を行うことを特徴とする（１）のＷＨＯファイバー含有率（質量％）の分析方法を提供するものである。
【００１６】
また、本発明（３）は、前記測定試料液通液部材は、前記細径流路に繋がり前記細径流路に向かって径が連続的に減少する測定試料導入経路を有することを特徴とする（１）又は（２）いずれかのＷＨＯファイバー含有率（質量％）の分析方法を提供するものである。
【発明の効果】
【００１７】
本発明によれば、測定対象粉末中のＷＨＯファイバーの含有率の分析において、測定粒子数を多くすることができ、迅速に分析を行うことができ、且つ、正確な粒子性状の分析を行うことができるＷＨＯファイバー含有率の分析方法を提供することができる。
【図面の簡単な説明】
【００１８】
【図１】本発明に用いられる測定試料液通液部材の形態例を示す模式的な端面図である。
【図２】本発明に用いられる測定試料液通液部材の形態例を示す模式的な端面図である。
【図３】本発明に用いられる粒子撮像装置の形態例を示す模式的なフロー図である。
【図４】実施例１の粒子の分布状況を示す図である。
【図５】比較例１の粒子の分布状況を示す図である。
【発明を実施するための形態】
【００１９】
本発明のＷＨＯファイバー含有率（質量％）の分析方法は、測定対象粉末を分散媒に懸濁させて、該測定対象粉末を含有し、該測定対象粉末の固形分濃度が０．２～１．０質量％である測定試料液を調製する測定試料液調製工程と、
該測定試料液を、測定試料液通液部材の細径流路に通過させつつ、該測定試料液通液部材の細径流路の透過部を通過する該測定試料液中の粒子をＣＣＤカメラで連続的に撮像する撮像工程と、
該撮像工程の撮像結果を画像認識し、画像解析ソフトを用いて、認識画像中に存在する全粒子の長径及び短径を自動計測する画像解析工程と、
該画像解析工程で得られる各粒子の長径及び短径の値から、各粒子のアスペクト比を算出して、各粒子がＷＨＯファイバーに該当するか否かの判定を行い、画像解析を行った全粒子中のＷＨＯファイバーの含有率（質量％）を求めるＷＨＯファイバー含有率の算出工程と、

を有し、
該画像解析工程において、該画像解析を行う粒子の数が１万粒子以上であること、
を特徴とするＷＨＯファイバー含有率（質量％）の分析方法である。
【００２０】
本発明のＷＨＯファイバー含有率（質量％）の分析方法は、測定試料液調製工程と、撮像工程と、画像解析工程と、ＷＨＯファイバー含有率の算出工程と、を有する。
【００２１】
測定試料液調製工程は、測定対象粉末を分散媒に懸濁させて、測定対象粉末を含有する測定試料液を調製する工程である。
【００２２】
測定試料液調製工程に係る測定対象粉末は、ＷＨＯファイバー含有率が、使用規制の項目となっているもの又は使用規制の項目となる可能性のあるものである。測定対象粉末としては、例えば、自動車、鉄道車両、航空機及び産業機械類等における制動装置を構成する、ブレーキライニング、ディスクパッド、クラッチフェージング等の摩擦摺動部材用の摩擦材に用いられる無機粉末；断熱材等の建築材料のフィラーに用いられる無機粉末、プラスチック、塗料、潤滑材、耐熱材、紙の添加材等が挙げられる。
【００２３】
測定対象粉末を構成する化合物としては、ＷＨＯファイバー含有率の分析が求められる材料の構成化合物であれば、特に制限されず、例えば、チタン酸カリウム、チタン酸ナトリウム、チタン酸カリウムナトリウム等が挙げられる。
【００２４】
測定対象粉末の粒径は、特に制限されないが、ＷＨＯファイバー含有率の測定が要求される粉末は、通常、平均粒径が０．１～１００μｍ程度のものである。なお、本発明において、平均粒径は、レーザー回折散乱法により求められ、体積基準の累積分布が５０％となる粒径（Ｄ５０）を指す。
【００２５】
測定試料液調製工程に係る分散媒は、測定対象粉末に対して不活性であり、測定対象粉末を溶解せず、且つ、測定対象粉末が液中に分散されて懸濁液を形成するものであればよく、例えば、水、アルコール、グリセリン等が挙げられる。
【００２６】
そして、測定試料液調製工程では、測定対象粉末から所定量の粉末を採取し、分散媒に混合及び撹拌して分散させることにより、測定対象粉末を分散媒に懸濁させて、測定対象粉末を含有する測定試料液を得る。測定試料液調製工程では、測定対象粉末を分散媒に混合した後、測定対象粉末の分散性を高めるために、超音波振動を行うことができる。測定対象化合物を崩壊させずに分散性のみを高める方法であれば特に限定されず、超音波振動の他、例えば、撹拌羽根による撹拌、マグネチックスターラーによる撹拌、シェイカー等による混合等を行うことができる。
【００２７】
測定試料液中の測定対象粉末の固形分濃度は、０．２～１．０質量％、好ましくは０．３～０．８質量％である。測定試料液中の測定対象粉末の固形分濃度が、上記範囲にあることにより、迅速且つ正確に測定対象粉末の粒子性状の分析を行うことができる。測定試料液中の測定対象粉末の固形分濃度が、上記範囲未満だと、分析時間が長くなり過ぎ、また、上記範囲を超えると、粒子同士の重なりが生じるため、正確な分析が行えない。なお、上記測定試料液中の測定対象粉末の固形分濃度とは、搬送液と混合される前の測定試料液中の測定対象粉末の固形分濃度を指す。
【００２８】
撮像工程は、測定試料液通液部材の細径流路に、測定試料液を通過させつつ、測定試料液通液部材の細径流路の透過部を通過する測定試料液中の粒子をＣＣＤカメラで連続的に撮像する工程である。
【００２９】

撮像工程に係る測定試料液通液部材は、測定試料液を流す細径流路を有し、細径流路を形成する部分の少なくとも一部、すなわち、細径流路を形成する部分のうち、少なくともＣＣＤカメラに対向する部分に、光が透過することができる透過部を有する。透過部は、測定試料液通液部材の外側から、細径流路を通過する粒子を観察するための部分である。測定試料液通液部材の透過部は、ガラス、アクリル、石英等の光を透過することができる材質からなる。測定試料液通液部材は、細径流路に繋がり、細径流路に向かって径が連続的に減少する試料導入経路を有することが好ましい。測定試料液通液部材の形状としては、例えば、再表２００８／１０８２３７号公報（国際公開ＷＯ２００８／１０８２３７号）に記載されているフローセルが挙げられる。測定試料液通液部材は、透過部も含め全てが光透過性の材質からなっていてもよい。

【００３０】

図１に、測定試料液通液部材の形態例を示す。図１中、測定試料液通液部材１は、全てが透明なガラス（合成石英ガラス）等で構成されている。測定試料液通液部材１には、測定試料液１０を流すための細径流路２が形成されている。また、測定試料液通液部材１には、細径流路２の入り口側に繋がり、細径流路２に向かって径が連続的に減少する測定試料導入経路３が形成されている。図１に示す測定試料液通液部材１は、全てが透明な材質で構成されているが、本発明のＷＨＯファイバー含有率の分析方法に用いられる測定試料液通液部材は、全てが透明な材質で構成されているものに限定されず、細径流路２を形成する部分（図１中、符号４で示す範囲）の少なくとも一部、具体的には、少なくともＣＣＤカメラに対向する部分が、透明な材質で構成されていればよい。

【００３１】

測定試料液通液部材の細径流路の断面形状は、特に制限されず、円形、矩形等が挙げられる。

【００３２】

そして、撮像工程では、細径流路に、測定試料液を通過させつつ、細径流路の透過部を通過する測定試料液中の粒子をＣＣＤカメラで連続的に撮像する。

【００３３】

図３に、撮像工程を行うため粒子撮像装置の形態例を示す。図３中、粒子撮像装置２０は、測定試料液通液部材１と、測定試料液通液部材１の細径流路２の部分を挟んで対向して設置されるＣＣＤカメラ１４及びストロボ１３と、測定試料液の貯留槽９と、測定試料液の貯留槽９から測定試料液導入経路３に、測定試料液１０を供給するための測定試料液供給管１５と、搬送液の貯留槽１２と、搬送液の貯留槽１２から測定試料液通液部材１の測定試料液導入経路３に、搬送液１１を供給するための搬送液供給管１６と、を有する。また、測定試料液供給管１５及び搬送液供給管１６には、送液用のポンプ（図示しない。）が付設されている。また、測定試料液の貯留槽９には、測定試料液１０の撹拌用の撹拌翼が設置されている。ＣＣＤカメラ１４とストロボ１３とは連動されており、連続して発光を繰り返すストロボ１３に同期して、ＣＣＤカメラ１４で撮像が行われるように、設定されている。なお、図示しないが、ＣＣＤカメラ１４とストロボ１３は、ＣＣＤカメラ１４の撮像とストロボ１３の発光を制御するための電子計算機の制御部と電気的に繋がっている。また、ＣＣＤカメラ１４の撮像結果は、ＣＣＤカメラ１４に電気的に繋がっている電子計算機の演算部に送信され、演算部にて、画像解析工程及びＷＨＯファイバー含有率の算出工程が行われる。

【００３４】

測定試料液の貯留槽９から測定試料液１０を、測定試料液通液部材１の測定試料液導入経路３に供給すると共に、搬送液の貯留槽１２から搬送液１１を、測定試料液通液部材１の測定試料液導入経路３に供給して、測定試料液１０を、細径流路２の入り口から導入して、細径流路２に通過させる。そして、測定試料液１０を細径流路２に通過させつつ、測定試料液通液部材１の細径流路２の透過部を通過する粒子を、ＣＣＤカメラ１４で連続して撮像する。このとき、連続してストロボ１３の発光を繰り返し行い、その発光に同期して、ＣＣＤカメラ１４で撮像を行う。

【００３５】
撮像工程では、送液ポンプ、送液対象液に背圧をかけて圧送する圧送手段等の送液手段により、細径流路へ測定試料液を供給する。細径流路への測定試料液のときに、搬送液と共に測定試料液を、細径流路に供給することができる。搬送液としては、測定試料液の調製に用いられた分散媒と同じ液体が好ましい。
【００３６】
撮像工程において、細径流路に測定試料液を通過させるときの測定対象粉末の通過速度は、適宜選択される。撮像工程では、測定対象粉末の通過速度を所定値に調整することができれば、その手段は特に限定されず、例えば、測定対象試料液中の測定対象試料の固形分濃度と搬送液の供給速度及び供給比を調節することにより、測定対象粉末の供給速度を調節することができる。
【００３７】
撮像工程において、搬送液と共に測定試料液を細径流路に供給する場合、測定試料液の量に対する搬送液の量の比（搬送液／測定試料液）は、特に制限されない。
【００３８】
撮像工程では、ＣＣＤカメラで、測定試料液通液部材の透過部の外側から、細径流路内を通過する粒子を、連続して撮像する。撮像工程では、細径流路の透明部を挟んでＣＣＤカメラと対向する位置に、連続的に発光を繰り返すストロボを設置し、ＣＣＤカメラとストロボを連動させて、ストロボの発光毎にＣＣＤカメラによる撮像を行うことが、鮮明な画像が得られる点で好ましい。
【００３９】
撮像工程における単位時間当たりの撮像回数は、測定試料液の供給速度や固形分濃度等により適宜選択されるが、本実施形態では、１～１０回／秒とすることができる。撮像工程における単位時間当たりの撮像回数が、上記範囲であることにより、迅速に多量の粒子の分析を行うことができる。一方、撮像工程における単位時間当たりの撮像回数が、上記範囲未満だと、分析から漏れる粒子数が多くなり過ぎて、分析結果の正確性に欠けるおそれがある。
【００４０】
画像解析工程は、撮像工程の撮像結果を画像認識し、画像解析ソフトを用いて、認識画像中に存在する全粒子の長径及び短径を自動計測する工程である。
【００４１】
画像解析工程では、画像認識を行うことにより得られる認識画像から、画像ソフトにより、画像中に存在する粒子を認識し、各粒子の長径及び短径を自動的に計測する。そして、このような粒子の長径及び短径の計測を、画像認識を行うことにより得られた認識画像の全てに存在している粒子の全てについて行う。本実施形態では、１画像中に存在する粒子が重なっていなければ、当該画像中に複数の粒子が存在していても、それぞれ粒子として認識することができる。このため、分析対象の粒子数を非常に多くでき、且つ、極めて迅速に分析を行うことができる。
【００４２】
なお、長径とは、認識画像中で粒子として認識した粒子画像の最も長さが大きくなる位置の長さを指し、また、短径とは、認識画像中で粒子として認識した粒子画像の最も幅が小さくなる位置の幅を指す。
【００４３】
画像解析工程において画像解析を行う粒子の数は１万粒子以上、好ましくは２万～８万粒子である。画像解析工程において画像解析を行う粒子の数が、上記範囲であることにより、ＷＨＯファイバー含有率の分析精度が高くなる。
【００４４】
ＷＨＯファイバー含有率の算出工程は、画像解析工程で得られる各粒子の長径及び短径の数値から、各粒子のアスペクト比を算出して、各粒子がＷＨＯファイバーに該当するか否かを判定し、ＷＨＯファイバーに該当すると判断した粒子が、画像解析を行った全粒子

中に占める割合、すなわち、画像解析を行った全粒子中のＷＨＯファイバーの含有率（質量％）を求める工程である。

【００４５】

算出工程では、画像解析により得られる各粒子の短径及び長径の値から、各粒子のアスペクト比を、「アスペクト比＝Ｌ／ｄ」の式により算出する。また、画像解析により得られる各粒子の短径を粒子の「直径ｄ」とし、各粒子の長径を粒子の「高さＬ」とし、各粒子を「直径ｄ、高さＬの円柱」と仮定して、各粒子の円柱換算体積を「体積＝π×（ｄ／２）^{2}×Ｌ」の式により算出する。次いで、各粒子が、「短径ｄが３μｍ以下且つ長径Ｌが５μｍ以上且つアスペクト比（Ｌ／ｄ）が３以上」を満たすか否かを判定し、満たす粒子をＷＨＯファイバーに分類する。次いで、画像解析を行った全粒子の総体積と、ＷＨＯファイバーに分類された粒子の合計体積とを算出し、体積基準のＷＨＯファイバーの含有率（体積％）を、「（ＷＨＯファイバーに分類された粒子の合計体積／画像解析を行った全粒子の総体積）×１００」の式により算出する。そして、算出工程では、体積基準のＷＨＯファイバーの含有率（体積％）を、質量基準のＷＨＯファイバーの含有率（質量％）とする。

【００４６】

本発明のＷＨＯファイバー含有率（質量％）の分析方法では、（ｉ）撮像工程を行ってから、画像解析工程を行い、次いで、画像解析工程を行ってから、ＷＨＯファイバー含有率の算出工程を行ってもよいし、あるいは、（ｉｉ）撮像工程と並行して、画像解析工程及び／又は算出工程を行ってもよい。例えば、撮像工程で撮像を行いながら、撮像工程で１回の撮像毎に、速やかに撮像結果に基づき画像解析工程を行って、認識した粒子の長径及び短径を計測してもよいし、あるいは、撮像工程で撮像を行いながら、撮像工程での１回の撮像毎に、速やかに撮像結果に基づき画像解析工程を行って、認識した粒子の長径及び短径を計測し、更に、得られる長径及び短径の値に基づき、ＷＨＯファイバー含有率の算出工程のうちの各粒子のアスペクト比の計算と、ＷＨＯファイバーに該当するか否かの判断と、画像解析済みの粒子の体積の積算と、ＷＨＯファイバーに分類された粒子の体積の積算を行ってもよい。

【００４７】

本発明のＷＨＯファイバー含有率（質量％）の分析方法は、従来のＳＥＭ法による分析方法に比べ、分析対象の粒子数を非常に多くでき、且つ、極めて迅速に分析を行うことができる。

【００４８】

また、本発明のＷＨＯファイバー含有率（質量％）の分析方法は、採取した測定対象粉末の全てを、測定試料液通液部材の細径流路に通過させて、細径流路を通過する全ての粒子を撮像し、全ての粒子を測定しているので、測定対象粉末の粒子性状を正確に測定することができる。

【００４９】

以下、実施例を挙げて本発明をさらに具体的に説明するが、これは単に例示であって、本発明を制限するものではない。

【実施例】

【００５０】

（製造例１）

＜試験試料粉末の製造（チタン酸ナトリウム）＞

チタン源として、酸化チタン（Ｃｈｉｎａ　Ｂｌｕｅｓｔａｒ　ＩＮＴＥＲＮＡＴＩＯＮＡＬ　Ｃｈｅｍｉｃａｌ社製、品名Ｂｌｕｅｓｔａｒ、平均粒径０．６μｍ）４８６ｇとルチル鉱石（ＲＴＦＴ（Ｒｉｏ　Ｔｉｎｔｏ，Ｆｅｒ　ｅｔ　Ｔｉｔａｎｅ）製、品名ＵＧＳ）５０４ｇを、ナトリウム源として、炭酸ナトリウム（株式会社トクヤマ社製、品名ソーダ灰デンス）２３６ｇを用いて、上記のとおり計量した原料と、変性アルコール（三協化学社製）０．１Ｌとを、振動ミル（中央化工機社製）を用い、振幅６ｍｍで、２０分間混合して原料混合物を得た。

次いで、得られた原料混合物を、焼成炉中で、大気雰囲気下、温度１１００℃で焼成し、次いで、振動ミル（中央化工機社製）で順次１０００ｇ／時間で投入して、粉砕処理を行うことにより、粉末状のチタン酸ナトリウムを得た。

【００５１】

次いで、得られた粉末状のチタン酸ナトリウムについて、以下の分析を行った。その結果、Ｎａ／Ｔｉモル比が２／６であり、Ｄ５０は４．９μｍであった。

＜分析＞

・組成

粉末Ｘ線回折装置（Ｘ線源：ＣｕＫα線、パナリティカル社製　型番：Ｘ‘Ｐａｒｔ－ＰｒｏＭＰＤ）より測定した。

・レーザー回折散乱法により平均粒径（Ｄ５０）の測定を行った。分析装置には堀場製作所社製のＬＡ９２０を用いた。

【００５２】

（実施例１）

撮像及び画像解析に、セイシン企業社製の粒子形状画像解析装置ＰＩＴＡ－３を用いた。詳細は以下に示す通りである。

先ず、上記で得た粉末状のチタン酸ナトリウム４０ｍｇを、分散媒として純水３ｇに加えて撹拌し、懸濁液を調製した。また、搬送液として、懸濁液の分散媒と同じ純水を用意した。

次いで、粒子形状画像解析装置ＰＩＴＡ－３を用いて、以下の分析条件にて、撮像した。

また、撮像に並行して、撮像毎に、電子計算部にて、各撮像結果の画像認識を行い、各認識画像中に存在する各粒子の長径Ｌと短径ｄを自動計算した。また、並行して、得られた各粒子の長径Ｌと短径ｄの値から、各粒子のアスペクト比（Ｌ／ｄ）、体積（π×（ｄ／２）^{2}×Ｌ）を計算し、得られた各粒子の長径Ｌ、短径ｄ及びアスペクト比の値から、各粒子がＷＨＯファイバーに該当する否かの判定を行い、各粒子の分類を行った。また、並行して、画像解析を行った全粒子の体積の積算値と、ＷＨＯファイバーに分類された粒子の体積の積算値の計算を行った。

１０分間、測定試料液の供給と撮像を行った。最終的な画像解析を行った全粒子の体積の積算値と、ＷＨＯファイバーに分類された粒子の体積の積算値から算出された、体積基準のＷＨＯファイバー含有率（体積％）は、０．４８６２体積％であった。この１回の分析操作で分析した粒子数は７００２１個であり、分析した全粒子のうちＷＨＯファイバーに分類された粒子数は９７７個であった。そして、体積基準のＷＨＯファイバー含有率（体積％）を、質量基準のＷＨＯファイバー含有率（質量％）とし、０．４８６２質量％と求めた。また、粒子の分布状況を図４に示す。

【００５３】

＜粒子形状画像解析装置ＰＩＴＡ－３の詳細＞

・ＣＣＤカメラ：ＣＭＯＳカメラ、１画素２．８μｍ×２．８μｍ、最大５４ｆｐｓ

・光源：３Ｗ青色ＬＥＤランプ

【００５４】

＜分析条件＞

・測定試料液（懸濁液）の測定対象粉末の固形分濃度：０．２質量％

・単位時間当たりの撮像回数（ストロボの発光回数）：３００回／分

・測定試料液（懸濁液）の供給時間：１０分間

【００５５】

（比較例１）

＜ＳＥＭ法によるＷＨＯファイバー含有率の分析＞

上記で得た粉末状のチタン酸ナトリウム３．０ｍｇを、純水１０ｇに加えて撹拌し、懸濁液を調製した。次いで、得られた懸濁液を、フィルター（アドバンテック社製、ポアサイズ０．１μｍ、φ２０ｍｍ）でろ過し、次いで、ろ紙上の粒子にスパッタリングにより

白金膜を形成させた。次いで、以下に示す分析条件でＳＥＭ観察し、得られるＳＥＭ画像を画像解析ソフト（マウンテック社製、画像解析式粒度分布測定ソフトウェアＭａｃ－Ｖｉｅｗ）を用いて画像認識した。次いで、認識画像から、手動で任意に６００個の粒子を抽出し、抽出した粒子の短径ｄ及び長径Ｌを計測した。次いで、得られた各粒子の長径Ｌと短径ｄの値から、各粒子のアスペクト比（Ｌ／ｄ）、体積（π×（ｄ／２）^{2}×Ｌ）を計算し、得られた各粒子の長径Ｌ、短径ｄ及びアスペクト比の値から、各粒子がＷＨＯファイバーに該当する否かの判定を行い、各粒子の分類を行った。そして、画像解析を行った全粒子の総体積と、ＷＨＯファイバーに分類された粒子の合計体積を計算し、体積基準のＷＨＯファイバー含有率（体積％）を求めたところ、４．５体積％であった。そして、体積基準のＷＨＯファイバー含有率（体積％）を、質量基準のＷＨＯファイバー含有率（質量％）とし、４．５質量％と求めた。また、粒子の分布状況を図５に示す。

【００５６】

上記結果より、実施例１では、粒径が小さい粒子から大きい粒子まで、正確に測定されており、測定対象粉末の正確な粒子性状の分析が行われたことがわかる。一方、比較例１では、実施例１との対比から、粒径が大きい粒子の採取が十分にされておらず、測定対象粉末の正確な粒子性状の分析が行えなかったことがわかる。

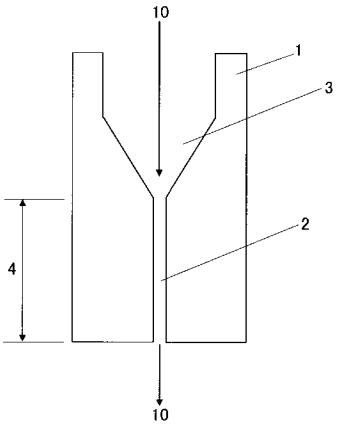
また、本発明のＷＨＯファイバー含有率（質量％）の分析方法は、従来のＳＥＭ法による分析方法に比べ、分析対象の粒子数を非常に多くでき、且つ、極めて迅速に分析を行うことができる。そのため、本発明のＷＨＯファイバー含有率（質量％）の分析方法は、迅速且つ分析精度が高い分析を可能とする。

【符号の説明】

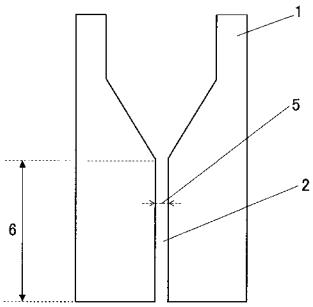
【００５７】

１　測定試料液通液部材
２　細径流路
３　測定試料液導入経路
４　測定試料液通液部材の細径流路の形成部分
５　細径流路の径
６　細径流路の流路長
９　測定試料液の貯留槽
１０　測定試料液
１１　搬送液
１２　搬送液の貯留槽
１３　ストロボ
１４　ＣＣＤカメラ
１５　測定試料液供給管
１６　搬送液供給管
２０　粒子撮像装置

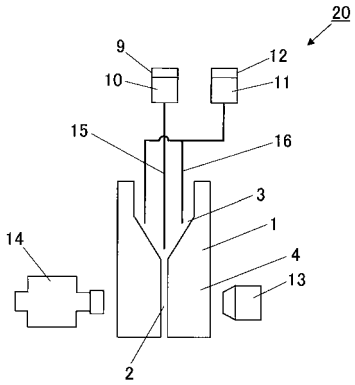
【図１】


10
1
3
2
4
10

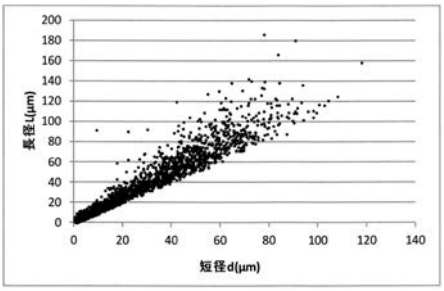
【図２】


1
5
2
6

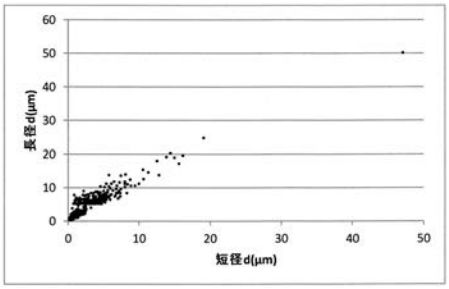
【図３】


20
9
12
10
11
15
16
3
1
14
4
13
2

【図４】


200
180
160
140
120
100
80
60
40
20
0
長径L(μm)
0
20
40
60
80
100
120
140
短径d(μm)

【図５】


60
50
40
30
20
10
0
長径d(μm)
0
10
20
30
40
50
短径d(μm)