

ドラム缶内部の清浄度測定方法 に関する JSDA 標準



ドラム缶工業会・技術委員会

平成17年10月制定

ドラム内部の清浄度測定方法に関するJSDA標準

1. 概要

1.1 制定

この標準は、ドラム内部の清浄度を評価する測定方法に関し、同業者での標準化を目的とし、ドラム缶工業会(JSDA)がワーキンググループを結成して検討し作成したもので、2005年9月に成案を作成し、同月に技術委員会で承認され制定された。

1.2 適用範囲

この標準は、次の1)項のドラムを対象とし、2)項の評価項目を測定して、ドラム内部の汚染状態を評価する方法について規定する。

1) 対象ドラム

この標準は、JIS Z 1601に規定されている200Lの鋼製タイトヘッドドラムについて規定する。なお、鋼製ドラムの内、200L以外の容量のドラム、およびオープンヘッドドラムについては、参考として付属書4(中小型ドラムの場合)および付属書5(オープンヘッドドラムの場合)に記載する。

2) 清浄度評価項目

ドラム内部の清浄度は次の項目を測定することによって評価する。

- ① 汚染粒子数測定
- ② 汚染粒子重量測定

2. 参照基準

ドラム内部の清浄度評価には、付属書1に示すNAS 1638(National Aerospace Standards)を参照基準として用いる。

3. 測定方法

3.1 測定方法の概要

この標準における測定方法は、所定の洗浄試験液を用いてドラム内部の全表面を十分に洗浄し、洗浄試験液をドラムから取り出し、液中に存在する微粒子について、粒子数および総重量を測定することにより、ドラム内部の清浄度を評価する方法である。

3.2 試験ドラム

試験ドラムには、顧客に届ける状態に仕上げた実製品を用いることとする。

3.3 洗浄試験液

ドラム内部の汚染粒子を採取するための洗浄試験液には、インプロパノールを用いることとする。

3.4 試験液の調製

洗浄試験液はドラムに入れる前に、あらかじめフィルターでろ過しなければならない。

また、ろ過には清浄な容器を使用し、フィルターには絶対孔径0.8~1 μ mのメンブレンフィルターを使用する。

3.5 測定準備

1) 一般注意事項

洗浄試験および測定は、できる限り清浄な場所で行うこと。

また、測定者の着衣は、繊維ダストによる汚染を防止するために、長繊維で作られた作業衣を着用することが望ましい。

2) 測定準備

ろ過には清浄な容器を使用する。

吸引ポンプ類は、液体と粒子を正確に取出すのに適切で清浄であること。

3.6 ブランク試験

3.6.1 ブランク試験時期

ブランク試験はドラム洗浄試験に先立ち実施する。

3.6.2 ブランク試験液

ブランク試験液には、3.4項で調製した試験液を5L以上準備し、この液を3.7項の洗浄試験で使用する全ての器具容器類に接触させて用いる。

3.6.3 ブランク試験での汚染粒子数測定

1) 測定試料

測定試料は、3.6.2項のブランク試験液から採取した100mLとする。

2) 汚染粒子数の測定方法

汚染粒子数の測定は、3.8.1項に準じて行う。

3) 測定値の評価

① ブランク試験で得られた汚染粒子数は、試料測定で予想される汚染粒子数の、20% (小数点以下四捨五入) を超えないこと。粒径5 μ m以上の汚染粒子数が、20%を超える時はライン洗浄、容器洗浄、ブランク試験を繰り返すこととする。

② 20%以下であれば、清浄状態と見なす。その測定値をブランク値とし、ドラム洗浄試験での測定値から差し引くこととする。

3.6.4 ブランク試験での汚染粒子重量測定

1) 測定試料

測定試料は、3.6.2項のブランク試験液5Lとする。

2) 汚染粒子重量測定方法

測定は3.8.2項に準じて行う。ただし、測定用フィルターは適切な方法で乾燥(例えば110°Cの恒温乾燥器内で1時間保定後、デシケータ中で室温まで冷却)し、重量変化量が0.2mg以内になるように乾燥条件を調整する。

3) 測定値の評価

汚染粒子重量のブランク値は、フィルター重量のろ過前後の差とし、ドラム洗浄試験での測定値から差し引く。

3.6.5 ブランク値の測定回数

ブランク値の測定は、試験に際し1回以上行う。ただし、装置によっては、結果が代表的であることを確かにするために、測定の繰返しが必要かもしれない。

3.7 洗浄試験

3.7.1 ドラム内への試験液注入

- 1) 3.4項で調製した試験液5Lをメスシリンダーで計り取り、ドラムの大口径より注入する。
注入に際しては、あらかじめ天板の注入口周辺部を清浄にしておき、試験液が汚染しないように注ぐ。
注入後、速やかに口栓を締める。この場合、口栓締め付けトルクは製品仕様に合わせる。

3.7.2 缶内洗浄方法

- 1) 回転や傾斜させることにより、ドラム内部の天板・地板・胴体の全ての部位を洗浄する。
- 2) 回転洗浄は、各部位毎に少なくとも10回転以上とする。
＜例＞ a) 地板部の洗浄：地板部を下にして立てて、首振り手回し回転させる。
b) 天板部の洗浄：天板部を下にして立てて、首振り手回し回転させる。
c) 胴体部の洗浄：胴体を横にして、転がしまたは回転機で回転させる。
例における、a)、b)、c)の操作の順番は特に規定しない。

3.7.3 洗浄試験液の回収方法

- 1) 洗浄試験液は、3.7.2項で洗浄後、速やかに回収しなければならない。
- 2) 洗浄試験液の回収は、大口径栓を開け、ポンプで汲み出すプロセスで行うこととする。
- 3) 採取回収した試験液量をメスシリンダーで測定する。この場合、試験液の回収量は注入液量の95%以上であること。

3.7.4 洗浄試験回数

洗浄試験は、同一缶について1回行う。

3.8 試料測定

3.8.1 汚染粒子数測定

1) 測定内容

洗浄試験で回収した試験液について、100mL当たり存在する汚染粒子数を、微粒子計測器を用いて計測する。

2) 測定用試料液

洗浄試験で回収した試験液全体を良く混合後、100mLを採取し試料液とする。

3) 微粒子計測器

微粒子計測器には、適切な標準液で校正され、NAS等級を測定するのに適した機器を用いなければならない。参考として付属書2に、NAS等級を測定するのに適した測定機器および校正方法の一例を、また、手元に測定機器が無い場合の測定委託先(有料)を示す。

4) 測定手順

① 試料液100mLを良く攪拌した後、脱気する。

脱気不十分で気泡があると、計測に際し、粒子としてカウントされるため注意が必要である。

② 脱気した試料液100mLについて、微粒子計測器により汚染粒子を計数する。

5) 汚染粒子数の評価データ

汚染粒子数の評価データは、試料液100mLの計測で得られた値とする。

6) 測定回数

測定は、同一缶で1回行う。

ただし、測定値が代表的であることを確かにするために、測定の繰返しが必要かもしれない。

3. 8. 2 汚染粒子の重量測定

1) 測定内容

洗浄試験で回収した試験液について、ろ過乾燥した残滓の重量を測定する。

2) 測定用試料液

洗浄試験で回収した試験液の内、汚染粒子測定用の試料液を抜き取った後の、残りの液全量を試料液とする。

3) 汚染粒子のろ過フィルター

試料液のろ過には絶対孔径1 μ mのメンブレンフィルターを用いる。

4) 測定手順

① ろ過フィルターを精密天秤で0.1mgまで秤量し、ろ過器に取り付け、試料液をろ過する。

② 試料液をろ過後、洗浄ビンを用いて漏斗の内壁を少量の洗浄液ですすぐ。

③ フィルター上の液が無くなるまで、吸引ポンプで吸引する。

この場合、吸引が強すぎると、液が吸引ポンプに入り込むので、真空度は適宜調節する。

④ 吸引ポンプを止め、フィルターをピンセットで取り外し、清浄なシャーレまたはアルミ箔トレー等に入れる。

⑤ 異物採取したフィルターを、シャーレまたはアルミ箔トレー等とともに、適切な方法で乾燥(3. 6. 4項参照)する。

⑥ 精密天秤を用いて、フィルターを0.1mgまで秤量する。

5) 汚染粒子重量の評価データ

汚染粒子重量の評価データは、フィルター重量のろ過前後の差を汚染粒子の重量(異物量)とする。

6) 測定回数

測定は同一缶で1回行う。

4. 測定結果

4. 1 汚染粒子数の算出

汚染粒子数については、次の1)～4)の各式より算出して、評価する。

1) ブランク値【ブランク試験液100mL中の汚染粒子数：測定値】 A_0

2) ドラム1缶当たりの汚染粒子数【ドラムに200L充填した場合の液中に存在する粒子の総数】 N

$$N = (A_1 - A_0) * V_s / V_1 = (A_1 - A_0) * 50$$

3) 100mL当たりの汚染粒子数【ドラムに200L充填した場合に換算した100mL当たりの液中に存在する汚染粒子数(換算個数濃度)】 C_D

$$C_D = (A_1 - A_0) * V_s / V_0 = (A_1 - A_0) / 40 \quad < \text{小数点以下四捨五入} >$$

【記号】 A_1 : 洗浄試験で得られた汚染粒子数(個/100mL)

V_s : 洗浄試験液量(5L)

V_1 : 汚染粒子数測定液量

V_0 : ドラム容量(200L)

4) NAS等級

上記4. 1. 3)項で算出した換算個数濃度 C_D の値について、付属書1に示すNAS規格(NAS 1638)の表1(粒子カウント法によるNAS規格等級)から、NAS等級を判定する。

4.2 汚染粒子重量の算出

汚染粒子重量については、次の1)～4)の各式より算出して評価する。

1) ブランク値【ブランク試験液5L中の汚染粒子重量】 W_B

$$W_B = W_{B1} - W_{B0}$$

2) ドラム1缶当りの汚染粒子総重量 W

$$W = [(W_1 - W_0 * V_S / V_T) - W_B] \quad \text{〈小数点第2位以下四捨五入〉}$$

3) 100mL当たりの汚染粒子重量【ドラムに200L充填した場合に換算した100mL当たりの液中に存在する汚染粒子の重量(換算重量濃度)】 W_D

$$W_D = W * 0.1 / 200 = W / 2000 \quad \text{〈小数点第3位以下四捨五入〉}$$

【記号】	W_{B0}	: ブランク試験前のフィルター重量(mg)
	W_{B1}	: ブランク試験後のフィルター重量(mg)
	W_0	: 異物ろ過前のフィルター重量(mg)
	W_1	: 異物ろ過後のフィルター重量(mg)
	V_S	: 洗浄試験液量 (5L)
	V_T	: ろ過液量 (L)

4) NAS等級

上記4. 2. 3)項で算出した換算重量濃度 W_D の値について、付属書1に示すNAS規格(NAS 1638)の表2(重量法によるNAS規格等級)からNAS等級を判定する。

5. 測定結果の表示

測定結果は、付属書3に示す報告様式に従い、次の事項を表示記録する。

- 1) 供試缶種類
- 2) 測定条件
- 3) 測定結果
- 4) 測定年月日
- 5) その他必要事項

6. 注記

ドラムは、その状況は好ましくないかもしれないが、実際には一回洗浄後に粒子フリーではない。

ドラム内部の清浄度測定方法に関するJSDA標準の解説

I. 標準化の趣旨、経緯

ドラムに充填される内容物が、石油を始めとした粗原料製品から、ケミカル等のファイン製品、特に電子材料樹脂、精密機械洗浄剤、医薬品等に移行し、缶内の清浄性に対する要求が強くなってきている。

このような要求に対し、同業各社はそれぞれ独自条件での測定評価を行っており、複数社のドラム缶を採用している顧客に対しては、同業者で統一した測定方法を決め、定量化する必要性が強くなってきている。このような背景から、SEFA(欧州ドラム缶工業会)は2002年6月にカンヌで開催された第4回ICDM国際会議において、ドラム清浄度測定方法の標準化について提案した。

この提案を受け、JSDAでは2003年6月にワーキンググループを結成し、日本の同業各社で採用している従来法の見直しを行うとともに、SEFAが提案する測定方法条件の採用の可否を検討した。

II. 標準化する上で問題となった事項

1. 適用範囲

本標準では、200Lの鋼製タイトヘッドドラムについて規定することとした。これは、日本で使用量が最も多い汎用品種であり、従って清浄度に対する需要家ニーズが最も多いためであり、ワーキンググループでは同品種を主体に検討した。

なお、鋼製ドラムにおける他の容量のドラムおよびオープンヘッドドラムについては、本標準の測定方法に極力準拠させることとし、参考として別紙付属書4(中小型缶の測定方法)および付属書5(オープンヘッドドラムの測定方法)に記載した。

2. 清浄度評価項目

汚染粒子の量については、無数に存在する粒子個々の材質や形状毎に粒子数を測定することは困難なため、本標準ではサイズ別の粒子数の測定と総重量の測定で代表させることとした。

なお、ドラム内部の汚染物質にはダスト等の固体粒子の他、機械油や防錆油等の残留が考えられるため、汚染粒子量の測定の他、残留油分量の測定方法についても検討した。その結果、残留油分量の測定方法についても、適切な測定条件を得た。しかしながら、油分量測定には高価な設備機器や高度な計測技術が必要であり、同業各社で標準的に実施するには難点がある。このため、油分量測定については本標準の規定から外すこととし、参考としてその測定方法を付属書6に記載した。

3. 参照基準

本標準では、清浄度測定結果の評価基準としてSEFA法と同様、「NAS 1638 (National Aerospace Standards)」を採用した。この基準は、本標準で扱う汚染粒子に関する清浄度評価基準であり、世界で最も浸透しているため、本標準の参照基準として最適と判断した。

この基準の他、測定方法の参照基準として、「ISO11500(油圧光遮蔽原理を用いた自動係数法による微粒子測定方法)」、や「ISO4405(質量法による作動油汚染の測定方法)」を加える提案もあったが、それらの基準の詳細条件に厳格に準拠することは、各社とも設備・費用や技術面から困難なため、規定に入れないことにした。

4. 測定方法

測定方法の概略フローチャートを、別紙参考図に示す。そして、各測定試験条件についての規定理由を以下に解説する。

1) 洗浄試験液

同業各社の試験では従来、水を始めノルマルヘキサンや塩化メチレン等、各社独自に種々の試験液を採用していたが、次の理由によりイソプロパノールに統一するのが適切と判断し、規定した。

① 洗浄試験液が水の場合、内面無塗装缶では洗浄試験の過程で発錆し易く、発錆による錆粒子が洗浄試験液に混入し、汚染粒子として測定されること、また、油分付着ドラム(例えば、欧米における化成処理無しドラム等)では、付着油分に取り込まれた汚染粒子を溶解洗浄できないばかりでなく、洗浄水に混入した油分が水と分離して油滴となり、汚染粒子として測定される等、清浄度測定精度上問題が多いこと。

② 洗浄試験液には、現実の内容物に類似した物性の液体を選択するのが好ましいが、内面無塗装缶では、通常内容物が石油や化学薬品等の非水系の液体であり、水系内容物を充填するケースがほとんど無いため、洗浄試験液には非水系液体を採用するのが好ましいこと。

③ SEFAの提案に配慮したこと。

ただし、SEFA法では当初、イソプロパノールとトルエンを採用していた。この内、トルエンは毒性が強く、日本ではPRTR法(第一種指定化学物質)の対象物質で扱い難いこと、2種類の溶剤間で洗浄性に差があり、測定データにバラツキを生じること、またイソプロパノールに統一しても、油分の洗浄も可能であり洗浄性に問題がないこと等から、イソプロパノールに統一化することをSEFAに提案し、同意を得た。

④ 別紙付表1に試験結果の一例を示すが、試験液種、例えば日本で従来一般的に採用されている精製水の場合とSEFA推奨のイソプロパノールの場合とについて、汚染レベルが同じと推定される同一製造ロットのドラムを用いて洗浄試験を行い、汚染粒子の捕捉率を比較した結果、イソプロパノールの方が、汚染粒子の捕捉率が良いことが確認されたこと。

以上から、イソプロパノールが適切であることが実証された。

2) 試験液調整およびろ過用フィルター

ろ過用フィルターのタイプや孔径については、NAS評価基準の最小粒子サイズの $5\mu\text{m}$ に対する測定精度面からの安全率を加味し、またろ過試験作業性(孔径小ほど長時間を要す)に配慮して規定した。

即ち、フィルタータイプについては、メンブレンフィルターを使用することとし、フィルターの孔径については、試料測定の場合は $5\mu\text{m}$ より小さい絶対孔径 $1\mu\text{m}$ とし、洗浄試験液調整の場合は、試料測定の場合と同等以下の、絶対孔径 $0.8\sim 1\mu\text{m}$ とした。

ここで、フィルターの孔径については、公称径ではなく絶対孔径であることに注意が必要である。

またフィルターの材質については、試験液のイソプロパノールに対する耐薬品性が必要であるが、ワーキンググループでの各種材質についての検討結果では、PTFE系のフィルターが適切であることを確認しており、PTFE系のフィルターを推奨したい。同PTFE系の上記孔径サイズのメンブレンフィルターは、市販されている。

3) 試験液の調整

市販の試薬は通常、汚染粒子フリーではない。このため試験液に特級試薬を用いる場合でも、ドラムに入れる前には、あらかじめフィルターでろ過しておく必要がある。この場合、フィルターには上述の通り

絶対孔径0.8～1 μ mのメンブレンフィルターを使用する。

4) 試験液量

試験液量については、多量であるほど汚染粒子の捕捉率が良いのは当然であるが、洗浄試験液の液量と、ドラム内面の洗浄面積との関係を算出した、別紙付表2のデータの他、コストや作業性にも配慮し、5Lと規定した。

5) 試験缶内洗浄方法

洗浄試験におけるドラムの回転数について、日本の同業各社では、一般的に各部位(天板,地板,胴体)毎に、40～120rpmで2分間の回転洗浄(80～240回転)を行う方法を採用している。一方、SEFA法では、天板・地板の回転数の規定は無いが、胴体を4m転がすことを2回、計約4回転相当の回転洗浄を行うことを規定している。

これらの条件に対し、本標準では回転洗浄は各部位毎に少なくとも10回転以上と規定したが、この条件は、ドラムの洗浄回転数と汚染粒子捕捉量との関係についての調査試験で、10回転以上で捕捉量がほぼ飽和するとの結果(別紙付表3)に基づき決定した。

6) 洗浄試験液の回収方法

ドラム缶内を洗浄した液の回収方法について、日本の同業各社での一般的方法およびSEFAでは、ドラムを傾けて排出回収する重力法と、ポンプで汲み出すプロセスによる方法の、2種類の方法が採用されていたが、本標準ではポンプで汲み出すプロセスによる方法に統一化した。

この理由は、ポンプで汲み出す方法は、重力法に較べて洗浄液や汚染粒子の回収率が良いこと、および作業環境からの汚染(特に天板に付着している汚染物質の混入)を防ぐためである。

また本標準では、回収率95%以上との規定を加えた。この条件は、日本の同業各社での一般的方法やSEFA法では規定されていないが、汚染度測定データに大きく影響し重要と考えられるため規定に加えることにした。なお、95%以上との数値は、ワーキンググループでの繰り返し試験で得られた回収率データ(別紙付表4)に基づき決定した。

7) 洗浄試験回数

洗浄試験は、同一缶について1回行うことに規定した。これは、エンドユーザーでの内容物の取出しが1回であることを想定したこと、また洗浄回数とドラム内部汚染粒子の捕捉率との関係を調査した試験データ(別紙付表5)で、捕捉される汚染粒子数が2回目以降は大幅に減少することが確認されたこと、さらにコストや試験作業性に配慮して決定した。

8) 微粒子数測定手順

微粒子数測定に際しては、試料液を良く攪拌した後の脱気を十分に行うよう、細心の注意を払う必要がある。これは、脱気が不十分な場合は、残留気泡が汚染粒子としてカウントされ、測定精度を著しく悪化されるためである。

9) 測定結果における算出値の丸め方

測定結果における次の算出値については、JIS Z 8401の規則Bに準拠し、次の通り四捨五入することとした。

① 100mL当たりの汚染粒子数 C_D

NAS評価基準での表示が整数のため、「小数点以下を四捨五入」とした。

② ドラム1缶当りの総重量 W

精密天秤を用いた測定において、0.1mgまで秤量することを規定したため、「小数点第2位以下を四捨五入」とした。

③ 100mL当たりの重量 W_p

NAS評価基準での最もクリーンなレベルの値が0.02mgと小数第2位で表示されているため、「小数点第3位以下を四捨五入」とした。

5. 測定結果の表示

測定結果の表示方法については、記録が標準化されていることが重要と考え、様式を付属書3の通りに統一し、測定条件を含め必要な事項を記載することとした。

6. その他

1) 保証範囲について

SEFA提案の標準では保証値を規定しているが、日本では清浄度に対する要求が、顧客・用途毎に異なり、各顧客と個別に決めるべき事項のため、本標準では規定(明記)しないこととした。

付表1. 洗浄試験液の種類による汚染粒子捕捉率比較 (精製水とイソプロパノールの比較試験例*1)

測定項目		洗浄試験液	
		精製水	イソプロパノール
汚染粒子重量 < 捕捉率% > *2)		0.60mg <31.8%>	1.25mg <56.6%>
粒径分布と粒子数 (個/缶)	5~15 μ m	313200	1495400
	15~25 μ m	32750	99550
	25~50 μ m	16200	35350
	50~100 μ m	3250	6950
	100 μ m以上	100	300

<備考>

*1) 供試ドラムは内面無塗装缶、口金はスチールユニクロメッキ。測定試験条件は、洗浄試験液以外、本文に準拠。

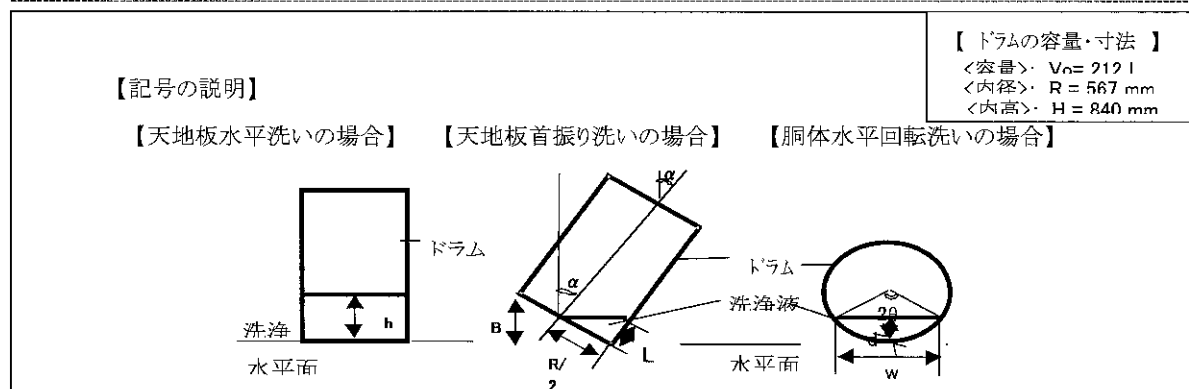
*2) ドラム缶内汚染粒子が、5回の洗浄で100%捕捉されると仮定した場合の、洗浄1回での捕捉率を示す。

付表2. 洗浄試験液の液量とドラム内面の洗浄面積との関係 (計算値)

洗浄部位と方法		洗浄試験液の液量								
		1L	2L	3L	4L	5L*3)	10L	25.5L	45L	106L
天地板水平 洗いの場合	液深さ h /mm	4	8	12	16	20	40	101	178	420
天地板 首振り洗い の場合 *1)	傾斜角度 α /deg *2)	4	8	11	15	18	33	56	71	90
	底部傾き高さ B/mm	37	74	110	144	177	312	470	537	567
	胴接液長さ L/mm	19	37	56	75	93	187	420	840	840
胴体 水平回転洗 いの場合	液深さ d /mm	11	18	23	29	33	53	101	150	283
	液幅 W /mm	158	198	226	248	266	330	434	500	567
	接液角度 2θ /deg	32	41	47	52	56	71	100	124	180

<備考>

- *1) 天地板の首振り洗いの場合におけるドラムの傾斜角度は、天地板内面円中央部の洗浄を確実にするために、洗浄液の水平線が天地板内面の円中心点より上側に位置する角度で洗浄作業する必要あり。
- *2) ただし、傾斜角度とは、鉛直線からのドラムの傾き角度(=水平線と天地板面とのなす角度)とする。
- *3) 例えば、洗浄試験液量が5Lの場合、天地板の首振り洗い時におけるドラムの傾斜角度は18度以下(底部傾き高さ117mm以下)とする必要がある。



付表3. ドラム洗浄試験におけるドラムの洗浄回転数と汚染粒子捕捉量との関係(試験結果一例*1)

測定項目		洗浄試験におけるドラムの回転数			
		4回転	10回転	60回転	120回転
汚染粒子の 粒径分布と粒子数 (個/缶)	5~15 μ m	450800	1026150	1493550	1202750
	15~25 μ m	60850	89000	57850	54550
	25~50 μ m	30450	42050	25950	23800
	50~100 μ m	8200	10500	5850	5650
	100 μ m以上	600	300	450	150
ドラムに200L充填し た場合に換算した 100mL当りの汚染 粒子数 (個/100mL)	5~15 μ m	255(0)*2)	513(2)	746(2)	601(2)
	15~25 μ m	30(0)	44(0)	28(0)	27(0)
	25~50 μ m	15(1)	21(2)	12(1)	11(1)
	50~100 μ m	4(2)	5(2)	2(0)	2(0)
	100 μ m以上	0	0	0	0
NAS等級		2級	2級	2級	2級

<備考>

*1) 供試ドラムは内面無塗装缶、口金はスチールユニクロメッキ。測定試験条件はドラム洗浄回転数以外、本文に準拠。

*2) 括弧内はNAS等級を示す。

付表4. ポンプで汲み出す方法での洗浄試験液の回収率 (測定結果一例)

試験No.	試験液量 (mL)	回収量 (mL)	回収率 (%)	備考
1	5000	4950	99.0	< 供試ドラム > ・内面無塗装缶、口金はスチールユニクロメッキ。
2		4940	99.8	
3		4960	98.8	
4		4950	99.0	< 洗浄試験液 > ・インプロパノール
5		4940	98.8	
6		4940	98.8	< 使用した吸引チューブの条件 > ・内径5mm ϕ 、外径6mm ϕ 、長さ1mの SUS304製パイプに同サイズのポリエチレン管を直列接続して使用。 ・チューブ(パイプ)の全内容積は約39mL
7		4940	98.8	
8		4940	98.8	
9		4930	98.6	
10		4940	98.8	

付表5. ドラム洗浄試験における洗浄回数と汚染粒子の捕捉率との関係(試験結果一例*1))

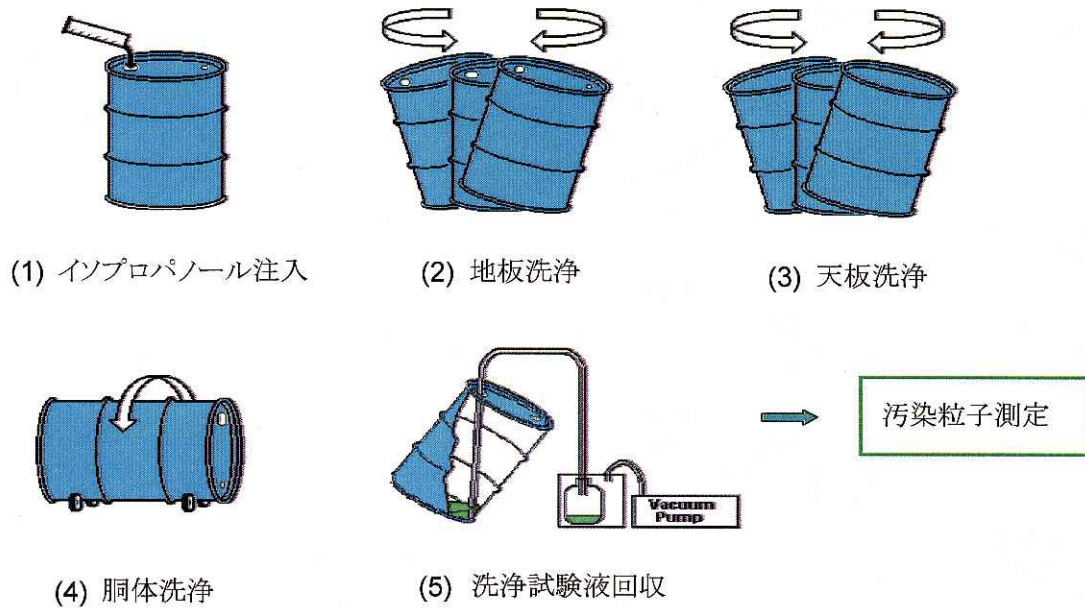
測定項目		洗浄試験回数				
		1回目	2回目	3回目	4回目	5回目
汚染粒子重量(mg/缶) < 捕捉率% >*2)		1.25 <56.6%>	0.35 <15.8%>	0.21 <9.5%>	0.23 <10.4%>	0.17 <7.7%>
汚染粒子の 粒径分布と粒 子数 (個/缶)	5~15 μ m	1495400	880100	1066250	554500	781050
	15~25 μ m	99550	45050	100150	50650	96350
	25~50 μ m	35350	13400	34450	19400	32600
	50~100 μ m	6950	3900	3750	2800	2050
	100 μ m以上	300	0	200	50	0

<備考>

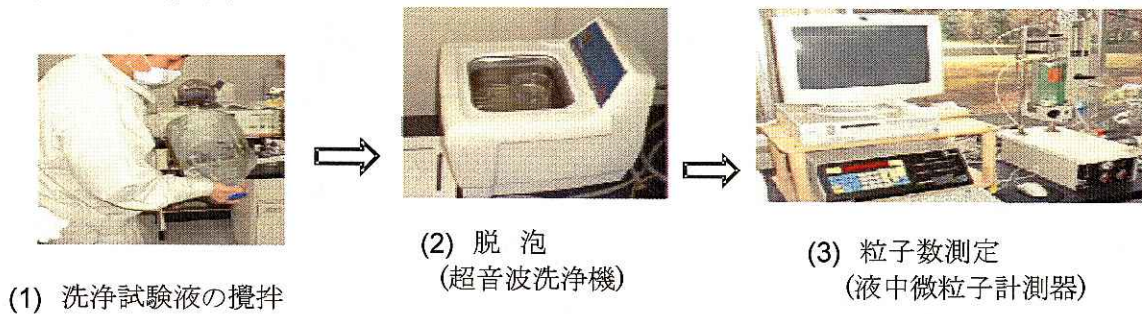
- *1) 供試ドラムは内面塗装缶、口金はスチールユニクロメッキの全塗装。測定試験条件は洗浄回数以外、本文に準拠。
- *2) ドラム缶内汚染粒子が5回の洗浄で100%捕捉されると仮定した場合の各洗浄回での捕捉率

<参考図> ドラム内部清浄度測定方法のフローチャート

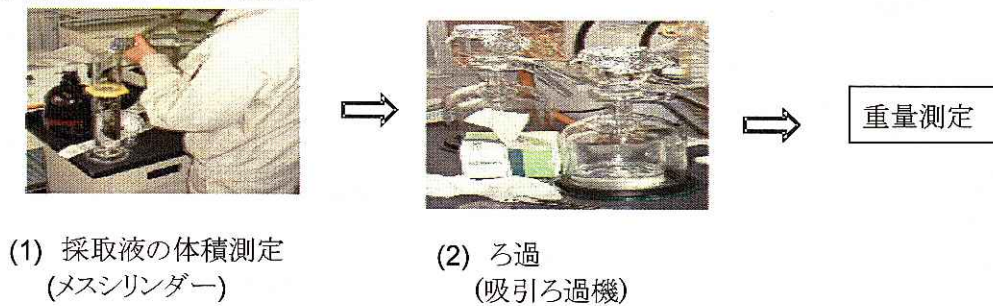
[缶内洗浄]



[汚染粒子数測定]



[汚染粒子重量測定]



【付属書1】 参照基準 — NAS 1638 (National Aerospace Standards)

表1. NAS汚染粒子規格 < 粒子数計測 (粒子数/100mL液中) >

粒子サイズ (μ m)	等級													
	00	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
5~15	125	250	500	1000	2000	4000	8000	16000	32000	64000	128000	256000	512000	1024000
15~25	22	44	89	178	356	712	1425	2850	5700	11400	22800	45600	91200	182400
25~50	4	8	16	32	63	126	253	506	1012	2025	4050	8100	16200	32400
50~100	1	2	3	6	11	22	45	90	180	360	720	1440	2880	5760
>100	0	0	1	1	2	4	8	16	32	64	128	256	512	1024

表2. NAS汚染度規格 < 重量測定 (粒子重量/100mL液中) >

等級	100	101	102	103	104	105	106	107	108
重量/mg	0.02	0.05	0.10	0.30	0.5	0.7	1.0	2.0	4.0

<備考>・等級100, 101および102の場合は、100mL以上の試料液量で測定することが要求される。

・表1と表2に相関関係はない。

<参考> 表2における汚染粒子重量を、200Lドラム缶中の総量として表すと、表2の重量は2000倍 (= 200L*1000mL/100mL)となり下表のようになる。

<重量法—ドラム1缶での総量の場合 (粒子重量/200L液中) >

等級	100	101	102	103	104	105	106	107	108
重量/mg	40	100	200	600	1000	1400	2000	4000	8000

【付属書2】 汚染粒子数測定機器および外部への測定委託方法一例

1. 汚染粒子数測定機器

NAS等級を測定するのに適した測定機器の一例を下記に示す。

- ① 機器名 : HIAC Royco 液中微粒子計測器
- ② 型番 : System 8011 (またはSystem 8103)
- ③ 校正方法 : ACFTD
- ④ 製造会社名 : HACH ULTRA ANALYTICS社(米国)
- ⑤ 日本代理店 : 川商エレクトロニクス株式会社
〒111-0051 東京都台東区蔵前2-17-4 JFE蔵前ビル
TEL 03-5823-5071, FAX 03-5823-5070

2. 汚染粒子数測定 of 委託方法

手元に測定機器が無い場合は、下記の要領により、有料で測定を委託できる。

2.1 委託先

(1) 関東地区

ジャパン・アナリスト株式会社

(住所) 〒105-0013 東京都港区浜松町2-1-17(松永ビル)

(電話) 03-3436-5660(代表) (FAX) 03-3426-1077

(連絡先) 営業技術部長 林 修二郎 氏

(2) 関西地区

株式会社 モレスコテクノ

(住所) 〒650-0047 神戸市中央区港島南町5-5-3

(電話) 078-303-9018(代表) (FAX) 078-303-9025

(連絡先) 営業グループ マネージャー 大川畑 充秀 氏

2.2 試料

- ・本文3.7項に従って採取された試験液から、200mLほどをサンプリングして、上記委託先に送付。
- ・ドラム内洗い出しの作業は、依頼元で実施(洗い出し作業の委託は不可)。
- ・本評価方法では、ブランク液も同時に測定することになっている(本文3.6.3項)。その場合、ブランク液から試料液200mLほどをサンプリング。
- ・水の試料液の測定委託は不可。
- ・試料液を送る時に入れる容器は、事前に清浄なイソプロパノールで良く洗浄して、内部に汚染粒子がほとんど無いものを使用。

2.3 測定の依頼方法

- ・上記委託先の連絡先に電話またはFAXして測定を依頼し、先方の指定する所に試料液およびブランク液を送付。
- ・委託先からは、送った試料液について、100mL中の粒径範囲毎の汚染粒子数と、粒径範囲毎のNAS等級が報告される。ただし、このNAS等級は試料液そのものの等級なので、ドラムに200L充填した場合の100mL当りの等級に換算(本文の4.1項)。

【付属書3】 JSDAの報告様式 — ドラム内部清浄度測定結果

測定条件										
ドラム製造会社名	:	報告書作成日	:							
顧客名	:	報告書作成者	:							
製造品種	:	製造日時	:							
化成処理	:	製造工場	:							
内面塗装	:									
口金およびガasket	:									
測定方法条件	:	測定日時	:							
試験液	:	測定場所	:							
汚染粒子測定機器名	:	測定者	:							
校正条件	:									
測定結果										
試料名	汚染粒子数						汚染粒子の重量			
	粒子サイズ/ μm	5-15	15-25	25-50	50-100	>100	NAS等級 (全体)	W	W_D	NAS等級
汚染粒子数 C_D								mg	mg	
NAS等級										
汚染粒子数 C_D								mg	mg	
NAS等級										
汚染粒子数 C_D								mg	mg	
NAS等級										

C_D : ドラム内200Lの液中100mL当たりの汚染粒子数、 W: ドラム内汚染粒子の総重量、 W_D : ドラム内200Lの液中100mL当たりの重量

【付属書4】 中型缶および小型缶のドラム内部の清浄度測定方法

1. 適用範囲

この付属書は、容量200L未満の鋼製タイトヘッドドラム(以下、中・小型缶と称する)のドラム内部清浄度の測定方法について規定する。

2. 規定に関しての基本的考え方

中・小型缶の測定では、ドラム内容量が異なる本文規定の200L缶の場合と同等の評価を行うために、洗浄試験に用いる試験液をドラム容量に比例した量とし、またドラム容量には呼び容量を用い、次式で算出するものとする。その他の条件は、本文に規定する200Lの鋼製タイトヘッドドラムの測定方法に準拠するものとする。

<洗浄試験に用いる試験液量の計算式>

$$\begin{aligned} \text{中・小型缶の試験液量X(L)} &= \text{中・小型缶の呼び容量(L)} * \text{本文200Lドラムで規定する液量(5L)} \\ &\quad / \text{本文に規定するドラムの呼び容量(200L)} \\ &= \text{中・小型缶の呼び容量(L)} / 40 \end{aligned}$$

参考として、付表1に代表缶の試験液量を示す。

付表1. 代表的な中・小型缶の洗浄試験液量

供試ドラム (呼び容量)	試験液量 (X)	計算方法
20L	0. 50 L	呼び容量(L) / 40
30L	0. 75 L	
40L	1. 00 L	
50L	1. 25 L	
80L	2. 00 L	
100L	2. 50 L	
120L	3. 00 L	

3. 測定方法

ドラム容量と洗浄試験液量が異なること以外は、基本的には本文と同じであるので、本文と異なる部分だけを下記へ記述する。

- 1) 本文3. 6. 2 準備するブランク試験液の量は、上記2項で算出のX以上とする。
- 2) 本文3. 6. 4-1) ブランク試験液の量は、上記2項で算出のXとする。
- 3) 本文3. 7. 1-1) 試験液の量は、上記2項で算出のXとする。
- 4) 本文4. 1 汚染粒子数の算出に用いる洗浄試験液量(V_s)は、上記2項で算出のXとする。
- 5) 本文4. 1 汚染粒子数算出でのドラム容量(V_0)は、供試ドラムの呼び容量とする。
- 6) 本文4. 2 汚染粒子重量の算出に用いる洗浄試験液量(V_s)は、上記2項で算出のXとする
- 7) 本文4. 2. 3-3) の式は、下記の通りとする。

$$W_D = W * 0. 1 / (\text{呼び容量}) = W / [(\text{呼び容量}) * 10]$$

【付属書5】 鋼製オープンヘッドドラムのドラム内部の清浄度測定方法

1. 適用範囲

この付属書は、200L鋼製オープンヘッドドラムのドラム内部清浄度の測定方法について規定する。

2. 規定に関する基本的な考え方

200L鋼製オープンヘッドドラムは、天蓋の構造面から、1)「口金付タイプ」と2)「口金無しタイプ」とに分けられ、それぞれの測定方法は次の通りとする。

1) 「口金付タイプ」の場合

本文の200L鋼製タイトヘッドドラムの測定方法に全て準拠する。

2) 「口金無しタイプ」の場合

試験液の注入・回収方法については、下記の手順に従うものとし、その他の条件は、本文の200L鋼製タイトヘッドドラムの測定方法に準拠する。

3. 「口金無しタイプ」のオープンヘッドドラムにおける試験液の注入・回収方法とその手順

- 1) 試験液の注入の際には、あらかじめ天蓋外面側を清浄にしておき、開口部を極力狭くし、外部からの汚染粒子の混入に注意しながら、試験液を注ぐこと。
- 2) 缶内の試験液が漏れないように十分にバンド締めを行うこと。
- 3) 試験液の回収の際には、あらかじめバンドおよび天蓋外面側を清浄にしておき、開口部を極力狭くし、外部からの汚染粒子の混入に注意しながら、試験液を95%以上回収すること。

【付属書6】 ドラム内部の油分による汚染量の測定方法

<概要>

ドラム内を洗い出した試験液のろ液を使用して、下記の要領で油分量を測定できる。

1. 定義

「油分量」とは、ドラム内にイソプロパノールを所定の量入れて1回洗い出した液をろ過し、そのろ液を蒸発乾固させた後の残留物の重量を言う。単位は通常mgで表す。

2. 目的

油分に対して溶解性のある物質がドラム内に充填された場合に、ドラム内から充填物中に溶出する油分の量を評価する。

3. 試料液

本文3. 7項に従って採取された洗浄液を、本文3. 8. 2-4)項に従ってろ過した時の、ろ液を使用。

4. 準備

本測定で使用する容器類は、イソプロパノールで良く洗浄して、清浄にしておくこと。また、洗浄に使用するイソプロパノールは、あらかじめろ過して汚染粒子を除いておくこと。

5. 測定方法

- 1) 試料液を良く攪拌後、500mLを分取する。
- 2) この分取液中の揮発成分を、ロータリーバキュームエバポレータまたはその他の適当な方法により揮散させ、50mL程度に濃縮する。ただし、この過程で温度を60℃よりも高くしてはならない。
- 3) この濃縮液を、あらかじめ秤量した清浄なアルミカップまたはその他の適当な容器(以下、「アルミカップ等容器」と言う)に移す。そして、元の容器を清浄なイソプロパノール10mLで2回洗浄して、この液もアルミカップ等容器に入れる。
- 4) この濃縮液を、適当な方法により60℃で蒸発させる。
- 5) 続いて、この濃縮液を蒸発させた容器を、105℃の恒温槽の中に入れ、1時間加熱後に取り出して、デシケータ中で30分間冷却してから、再び秤量する。

6. ブランク試験

本文3. 6. 4項のろ過で得られたろ液について、上記5項の1)から5)までの操作を行う。

7. 油分量の算出

油分量は、次式によって求める。

$$W = [(W_1 - W_0) - (W_{B1} - W_{B0})] \times V_0 \div 500$$

ここに、W : 油分量(mg)

W_1 : 105℃で1時間加熱後のアルミカップ等容器の総重量(mg)

W_0 : 濃縮液を入れる前のアルミカップ等容器の重量(mg)

W_{B1} : ブランク試験における105℃で1時間加熱後のアルミカップ等容器の総重量(mg)

W_{B0} : ブランク試験における濃縮液を入れる前のアルミカップ等容器の重量(mg)

V_0 : ドラム内に注入したイソプロパノールの量(mL)

8. 試験結果の表示

測定結果には、次の事項を記載する。

- 1) 供試缶種類
- 2) 測定条件
- 3) 測定結果
- 4) 測定年月日
- 5) その他必要事項

9. その他

- ・油分量測定は、本文における汚染粒子重量測定時のろ過後のろ液を試料液として使用するが、汚染粒子重量測定と同じ手順で洗浄液を作製してろ過し、そのろ液を使用することにより、汚染粒子重量測定を行わないで、油分量だけを測定することもできる。
- ・ドラム内に注入するイソプロパノールの量については、容量200Lのドラムの場合は5Lであるが、中小型ドラムの場合は、その容量に対応した量となる(付属書4の2項)。

[参考] 報告様式 — ドラム内部の油分による汚染量の測定結果

ドラム内面油分量測定結果	
ドラム製造会社名：	報告書作成日：
顧客名：	報告書作成者：
製造品種：	製造日時：
化成処理：	製造工場：
内面塗装：	
口金およびガasket：	
測定方法・条件： JSDA法付属書6に基づき実施	測定日時：
試験液： イソプロパノール	測定場所：
	測定者：
試料名称	測定結果
	mg
	mg
	mg

[解説]

ドラム内面の油分量測定方法として、従来はノルマルヘキサン2L, 塩化メチレン1L, 四塩化炭素1Lなどの試験液で、ドラム内を1回洗い出した試料液を蒸発乾固させる方式が行われていた。そして、ノルマルヘキサン2Lで洗い出す方法が、標準的な方法として実施されていた。

今回、汚染粒子数測定法と汚染粒子重量測定法において、試験液採取方法としてイソプロパノール5Lで1回洗い出す方法が採用されたが、イソプロパノールは油分を溶解するので、汚染粒子重量測定において試験液をろ過して汚染粒子を採取した後の、ろ液を油分量測定に利用できないかと考えた。

そこで、従来のノルマルヘキサン2L, 1回洗い出し液と、イソプロパノール5L, 1回洗い出し液について、同じ方法で蒸発乾固させて油分量を測定したところ、表1. に示すように、イソプロパノール5L, 1回洗い出し液の方が、缶内の油分を良く捕捉できることが判明した。

この結果により、缶内洗い出しからろ過までを汚染粒子重量測定と共用でき、かつ缶内油分を良く捕捉できることから、イソプロパノール5L, 1回洗い出し液を蒸発乾固させる方法を採用した。

表1. 缶内洗い出し方法と油分量測定結果の関係

缶内洗い出し方法	油分量測定結果(mg/缶)
ノルマルヘキサン2L, 1回洗い出し	1.6
イソプロパノール5L, 1回洗い出し	5.0

(注) 上記は内面リン酸亜鉛処理のドラムで測定。

【参考資料】 バキューム法によるドラム内部の清浄度測定方法

1. 適用範囲

この参考資料は、本文で定める方法(以下、「液体法」と称する)以外の簡易測定法である、バキューム法(気体法)によるドラム内部の汚染状態を評価する方法について、規定する。

ただし、このバキューム法は、本文の液体法と必ずしも相関が無いことに、注意する必要がある。

2. 長所と短所

バキューム法には、本文の液体法と比較して以下の長所と短所がある。

測定法	長所	短所
バキューム法	① ラインでの測定作業が容易 ② 測定缶を製品として利用可能 ③ 塗料向けの測定に適切 (塗装フィルターの目詰り性評価)	① 微細汚染粒子の情報を得難い ② 外部環境からの汚染粒子混入の懸念がある。 ③ 測定作業性は、鋼製オープンヘッドドラム向きで、鋼製タイトヘッドドラムの測定は難しい

3. 概要

このバキューム法は、規定の性能を満たした電気掃除機を用い、その吸引口にフィルターを装着して、ドラム内の汚染粒子を吸引採取し、吸引前後のフィルターの重量差を計測することにより、ドラム内の汚染粒子量を評価する方法である。

4. 測定に用いる器具

1) 電気掃除機

電気掃除機の消費電力は、1.0～1.3KWのものを使用する。

2) 延長パイプ

延長パイプは、ドラムの底に到達する長さを有するもの。

素材は、PVC(ポリ塩化ビニル)或いはステンレス製に類するものを使用する。

3) フィルター

フィルターの材質としては、ポリエステル製 または吸湿性が無く、毛羽たたないもので、480メッシュとする。また、フィルターは汚れ、塵、埃等の浮遊粒子にさらされるのを防ぐ目的で、ガラス瓶、或いは同等の容器に保管すること。

4) 金網

金網は40メッシュのものを使用し、素材はステンレス製とする。

5) フィルターホルダー

フィルターホルダーは、フィルターと金網をセットし、延長パイプに接合させるユニットである。

(図1参照)

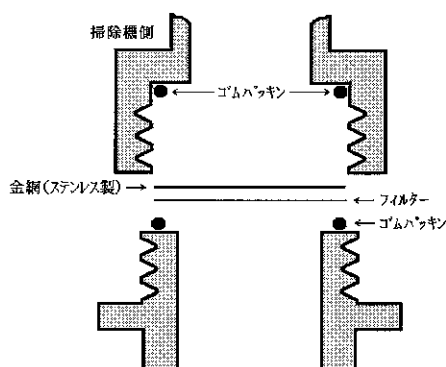


図1. フィルターホルダーの例

6) 精密天秤

精密天秤は、感度および精度0.1mg以下のものとする。

7) ピンセット

ピンセットは、測定用フィルターを傷つける恐れがない、先端が平らなものとする。

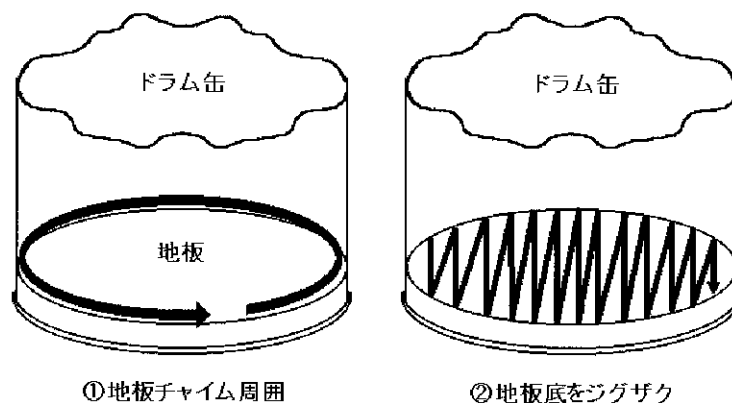
8) ガラス製シャーレ

ガラス製シャーレは、JIS R 3503(化学分析用ガラス器具)で規定されているもの。

4. 測定手順

- 1) フィルターの質量を精密天秤にて測定し、ガラス製シャーレに保管する。
- 2) 測定用のドラムを用意する。
- 3) フィルターホルダーに質量を測定したフィルターと金網をセットし、電気掃除機の延長パイプに接合させる。
- 4) ドラムを3回持ち上げて落とす方法、或いはプラスチックハンマーまたは樹脂コーティングハンマーなどで叩く方法により、胴体および天板に付着している汚染粒子を地板上に集める。
- 5) ドラム内に延長パイプを挿入する時に、鋼製タイトヘッドドラムの場合は、あらかじめ天板上を清浄にしてから口金を取り外し、また適正な治具を使用して、口金(フランジ)のネジ部とパイプが擦れないようにする。そして、鋼製オープンヘッドドラムの場合は、あらかじめ天蓋上を清浄にしてから、天蓋を取り外す。
- 6) フィルターホルダーを接合させた延長パイプを、ドラムの底に付くように注意深く缶内に挿入する。
- 7) 電気掃除機のスイッチを『ON』にした後、延長パイプで地板表面を、地板を擦らないように注意深く吸引する。
なお、吸引方法については、地板チャイム周囲および地板底(フラット面)をジグザグパターンで動かし、地板全面を吸引する。吸引時間はドラム1缶につき、1分間とする。
- 8) 吸引終了後、フィルターホルダーを上向きにさせた状態で、電気掃除機のスイッチを『OFF』にする。

- 9) フィルターホルダーを上向きにさせた状態で延長パイプから取り外し、フィルターホルダーからピンセットを用いて、慎重にフィルターを取り、ガラス製シャーレ内に保管する。なお、汚染粒子はフィルター上に固着していない為、フィルターの採取および搬送には注意を要する。
- 10) 採取したフィルターを精密天秤にて測定する。



吸引方法図

5. 測定結果

汚染粒子量は、次式によって求める。

$$W = (W_1 - W_0)$$

W : 缶内の汚染粒子量 (mg)

W₁: 試験後のフィルターの質量 (mg)

W₀: 試験前のフィルターの質量 (mg)

6. 測定結果の表示

測定結果には、次の事項を記載する。

- 1) 供試缶種類
- 2) 測定条件
- 3) 測定結果
- 4) 測定年月日
- 5) その他必要事項

[参考] JSDAの報告様式 - バキューム法によるドラム内部の清浄度測定結果

測定条件		
ドラム製造会社名 :	顧客名 :	報告書作成日 :
製造品種 :	化成処理 :	報告書作成者 :
内面塗装 :	口金およびガasket :	製造日時 :
		製造工場 :
測定方法条件 :バキューム方式にて実施	電気掃除機の消費電力:	測定日時 :
フィルターの種類とメッシュ:		測定場所 :
		測定者 :
測定結果		
	ドラム内汚染粒子の総重量 (W)	NAS等級
汚染粒子の重量	mg	