

動的 画像解析

1 μm から30mmのサイズ範囲にある
パウダーサンプル、粒状サンプル、
および懸濁液サンプルの
粒子キャラクタリゼーション





各粒子解析法にはそれぞれに典型的な用途分野がありますが、他の測定法と比較したときに長所、短所が存在します。今回の、粒子キャラクタリゼーションをテーマにした、ヴァーダー・サイエンティフィックの情報誌「the sample 42号」では、レッチェ・テクノロジーの動的画像解析装置 CAMSIZER の製品群および重要な測定技術の概要を紹介させていただきます。

ヴァーダー・サイエンティフィックはレッチェ・テクノロジーの動的画像解析装置とレッチェのふるい振とう機を、それぞれの装置の長所および短所を十分に把握しながら、グローバルに供給している世界で唯一の会社です。

この号では、新世代の CAMSIZER を紹介できることを嬉しく思います。CAMSIZER P4 は、従来のモデルに比べ、更に高解像度で撮影速度も速いカメラ、更に輝度の高い光源、および新機能を加えたソフトウェアを搭載しています。カメラが高解像度になったことで、特に微小粒子について、更に正確な粒子サイズおよび形状を測定できるようになり、測定精度の向上と測定範囲の拡大が可能になりました。

加えて、異なる測定技術の長所および短所の比較を掲載することで、それぞれのお客様にとって、要求事項を最もよく満たすのはどの測定法かを決定するための、有用な一助になればと考えています。

粒子キャラクタリゼーションについての最適なソリューションをお探しなら、是非弊社にご連絡ください！

ヴァーダー・サイエンティフィック株式会社
会長
Dr. Jürgen Pankratz

粒子キャラクタリゼーション

動的画像解析法での測定

動的画像解析法は、パウダーサンプル、粒状サンプル、および懸濁液サンプルの粒子サイズおよび粒子形状を決定する、最新かつ高性能な測定方法です。レッチェ・テクノロジーの光学式測定装置 CAMSIZER P4、および CAMSIZER XT はこの測定技術を用いており、1 μm から 30mm までの測定範囲をカバーします。動的画像解析装置は品質保証用途から研究用途に至るまで、様々な分野で使用されています。最近ではすでに確立された測定方法であるレーザー散乱・回折測定装置やふるい振とう機などに代わって、動的画像解析装置が使用される例がますます増えてきています。

1 μm ~ 30mm のサイズ範囲内の粒子の、高分解能なサイズおよび形状解析

画像解析法には、従来の測定法であるふるい試験法やレーザー散乱・回折法に比べて数々の強みがあります。測定は個々の粒子について行われるため、様々なサイズおよび形状パラメータ値を詳細に同定することができます。例えば粒子の長さ、幅、真円度、直角度などを測定できる動的画像解析測定方式は、他の測定方式に比べて更に多くの情報を与えることができます。

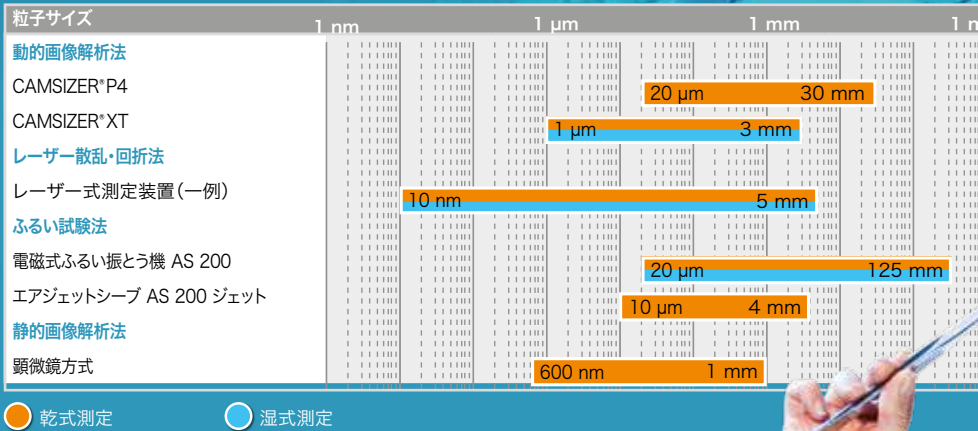
動的画像解析測定装置には、概ねサンプルを供給するシステムと、カメラ、対物レンズ、光源などの光学システムが搭載されています。粒子はカメラと光源の間を通過する際に「投影図」の形で情報が取り込まれます。CAMSIZER は、極めて強い光源と短い露光時間により高度な調整が可能な光学システム、および極めて高機能なソフトウェアを搭載しています。CAMSIZER に搭載されているカメラは、1秒間に 270 枚もの写真を撮影し、それぞれの写真に写った粒子の情報をリアルタイムで解析します。測定時間は 2 ~ 5 分程度で、この間に数百万粒子の解析を行うのです。

必要サンプル量

意味のある測定結果を得るには、代表性を有する結果を得るのに十分な量のサンプルが必要になります。この必要量は測定粒子のサイズとサイズ分布の幅によって変わってきます。サイズが大きくなればなるほど、またサイズ分布が広くなればなるほど、必要サンプル量も多くなります。もし数ミクロンサイズの微細粒子を測定する場合は、測定サンプル量が数ミリグラムでも非常に多数の粒子を測定できるため、信頼性の高い測定結果が得られます。一方、砂利や破碎した鉱石、石炭サンプルなどの場合、数キログラムのサンプル量が必要です。サンプリングおよびサンプルの縮分も測定結果の精度に大きく影響するため、サンプル測定と同じぐらい真剣に行う必要があります。特に広範囲の分布を有するサンプルを測定する場合には、レッチェのサンプルディバイダ PT100 のような回転式縮分器を使用することを強く推奨いたします。

クタリゼーション

各種測定方法の測定範囲



測定結果の信頼性および再現性は、測定サンプル量が多くなればなるほど高くなります。レーザー散乱・回折や静的画像解析法（顕微鏡測定）に比べて、動的画像解析法は、短時間で多量のサンプルを測定することができるという、明確な強みを有しています。

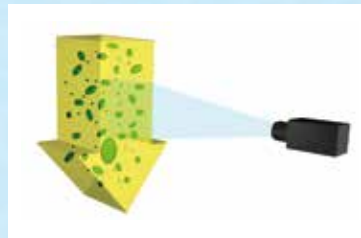


静的画像解析法と動的画像解析法の比較



静的画像解析 (ISO 13322-1)

- 測定中にサンプルは動かない
- 高解像度 > 0.5 μm
- 数百粒子の解析 (統計的有意性 低い)
- 限られた測定範囲 < 1 mm
- 測定時間 長い (5, 6 時間必要)
- 粒子は決まった向きからのみ解析 (2 次元情報)



動的画像解析 (ISO 13322-2)

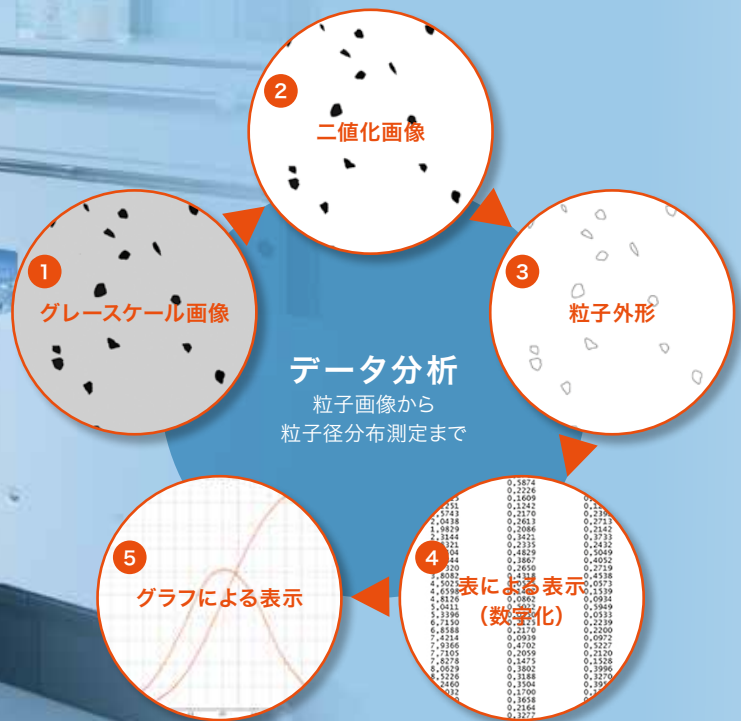
- 測定中にサンプルは動き、カメラで情報収集
- 解像度 > 1 μm
- 数百万粒子の解析 (十分に代表性を有するサンプルの測定)
- 30mm までの広範囲を測定
- 測定時間 短い (3, 4 分で測定)
- ランダムな向きの粒子を解析 (3 次元情報)

動的画像解析法

粒子画像から粒子径分布測定まで



動的画像解析法は粒子の投影図を解析します。CAMSIZER P4・CAMSIZER XT 共に、正確な粒子の外形情報を得るために、グレースケールで得られた投影図の情報は何ステップにもわたるアルゴリズムを経て、白と黒に2値化された画像に変換されます。この画像をベースに全てのサイズおよび形状パラメータが測定されます。測定値については、10,000 分画の刻み幅という、極めて高分解能な解析が行われます。



動的画像解析法のサイズおよび形状パラメータ

画像式測定法には、直接的にサイズや形状を測定することで、様々な定義のサイズや形状を同時に測定することができるという、極めて重要な強みがあります。用途に応じて、必要とされるサイズパラメータは異なってきます。例えばセルロース繊維、触媒ペレット、プラスチックの押し成形物、米粒のような細長いサンプルを測定する場合は、粒子の長さ（長径）の情報が重要になります。一方、画像式測定でふるい試験結果と同じ結果を出す必要がある場合は、粒子の幅（短径）の情報が重要になってきます。これはふるい試験の場合、粒子の最も小さいサイズの部分がふるいの目を通してするためです。動的画像解析においては、サイズ分布は異なる定義のサイズ情報を用いて作成されます。弊社カムサイザーシリーズの $X_{c, \min}$ は粒子の幅（短径）を示し、 $X_{Fe, \max}$ は粒子の長さ（長径）を示します。 X_{area} は円相当径（各粒子の投影図の表面積と同面積の円の直径）を示し、粒子の平均的なサイズを示します。（図1の緑線をご参照ください）

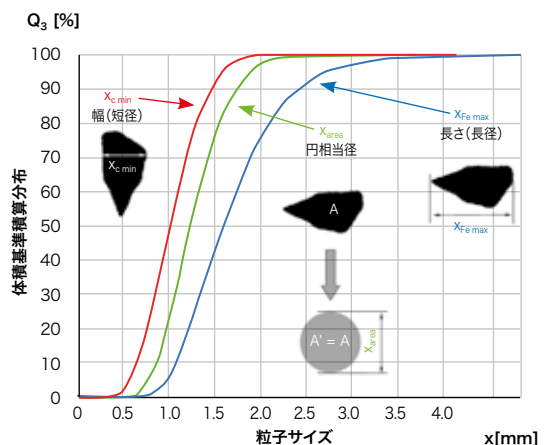


図1：動的画像解析法の異なるサイズ定義によるサイズ分布

測定範囲

画像解析システムにおける測定範囲の上限値および下限値は、様々な要素によって決定されます。(ISO13322-1 および ISO13322-2 をご参照ください。) 下限値はカメラの解像度によって決まります。光学システムがカメラチップ上の1ピクセル (=画素) で再現性をもって検出できる最少の粒子サイズが、下限値決定のうえで最も重要な判定基準となります。この再現性については、厳密に定められた粒子サイズが印刷されている校正板レチクルを用いて確かめることができます。測定可能な最も

小さい粒子サイズはカメラチップの1ピクセルの半分のサイズであり、通常このサイズを測定範囲の検出限界または下限値と定義します。

測定範囲の上限値については、カメラの撮影可能範囲の広さに関わってきます。

測定範囲の端にかかっている粒子の投影図は、正確な粒径を同定できないため、データから削除する必要があります。(図3をご参照ください) このままですと、粒子が大きくなればな

るほど端にかかる確率が高くなり、大きいサイズの存在割合を過小評価してしまうこととなります。しかし CAMSIZER のソフトウェアは ISO13322-1 に準拠するアルゴリズムで作成されており、この効果を補正する機能を有しています。その結果、大きいサイズの粒子の存在割合を正しく測定することが可能となっているのです。

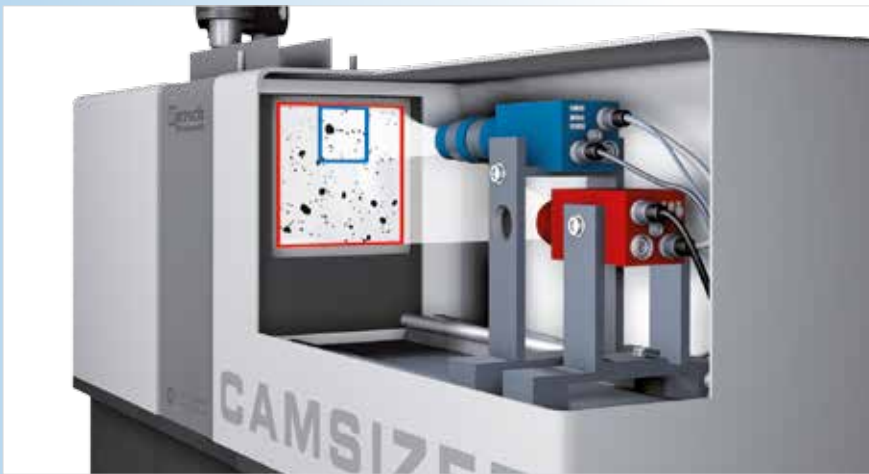


図2 CAMSIZER P4の2台のカメラを用いた測定システム

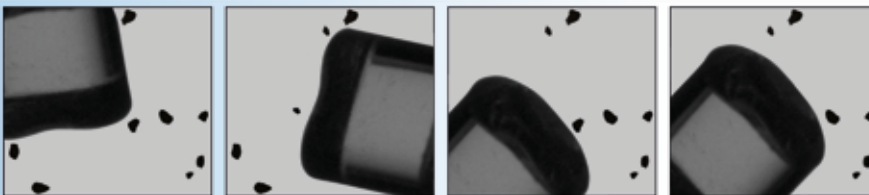


図3 動的画像解析法の上限値は、可能測定範囲の端にかかる確率が既定値以下の、最大粒子サイズ径から決定されます。

この補正機能は、カメラの可能測定範囲の1/3の大きさの粒子サイズまで有効に機能します。粒子サイズがこれより大きくなると、その大きな粒子が、相当量サンプル内に含まれている場合を除いて、正確に測定することは難しくなります。

1台のカメラを用いた動的画像解析システムでは通常、測定可能な最も小さい粒子サイズと最も大きい粒子サイズの比(ダイナミック・サイズ・レンジ・ファクター)は約50です。(例えば最も小さいサイズが10 μmの粒子を測定する場合、測定可能な最大の粒子サイズは10 × 50 = 500 μm)。しかし、実際に測定するサンプルはこれよりも広い範囲に分布していることが多く、その場合は最も大きいサイズの部分および小さいサイズの部分がどちらも正確に測定できていないこととなります。画像解析により非常に広いサイズ範囲を有する粒子について正確な粒度分布を得るためには、異な

る解像度のカメラを用いて測定を行い、それぞれのデータを算術的に合算する必要があります。CAMSIZER シリーズではこの問題を、弊社特許取得済みの2台のカメラを用いた測定技術により解決しました(図2をご参照ください)。異なる画像スケールを有する2台のカメラが同時に粒子を測定します。細かい粒子を狭いカメラ測定範囲で、高解像度で測定するズームカメラの情報と、大きい粒子を広いカメラ測定範囲で、低解像度で測定するベーシックカメラの情報を合算するソフトウェアを開発したことで、非常に広い分布を有するサンプルのサイズ分布を、一度に測定することが可能になりました。これにより、ダイナミック・サイズ・レンジ・ファクターが3000もの分布を有するサンプルでも、高い統計的有意性をもって測定することができるのです。

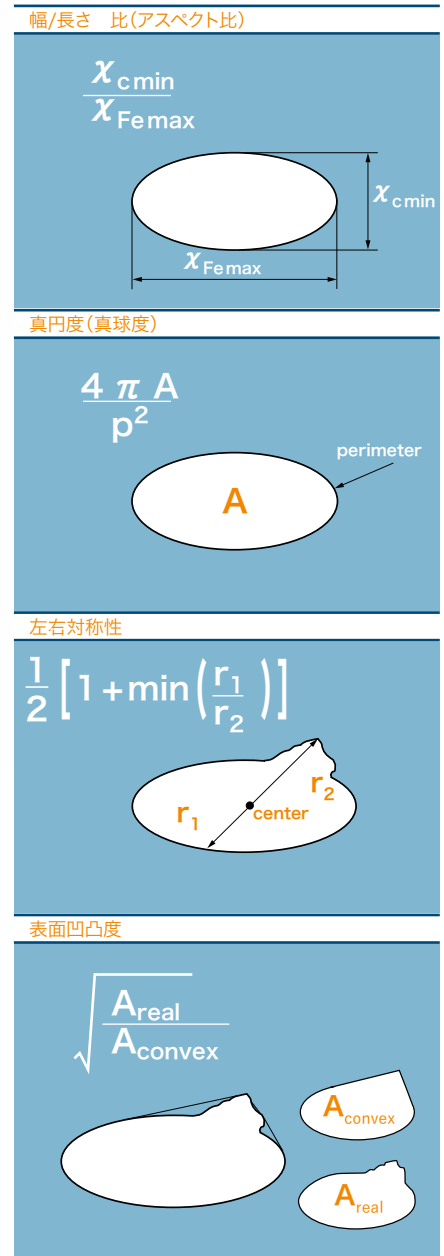


図4：製品品質評価時に、異なる定義のサイズ分布だけでなく、様々な形状パラメータも同時に測定することが可能です。上図は最も典型的な形状パラメータの例を示しています。

CAMSIZER® P4

次世代の画像解析測定装置

CAMSIZER P4 は、世界中で 1,000 台以上使用され、動的画像解析法により粒子キャラクター化を最も正確に測定するカムサイザーシリーズの最先端の装置です。CAMSizer P4 は① 20 μ m から 30mm の範囲内の粒子サイズを有しており、②乾燥して、③強い凝集が存在しない固体サンプルについて、ほぼ完璧な粒子サイズおよび粒子形状のキャラクター化を提供することができます。弊社の特許技術である 2 台のカメラを用いた測定技術のおかげで、測定範囲に応じてカメラレンズなどのハードウェアを調節する必要がなくなりました。また、極めて明るい LED ストロブ光源、極めて短い露光時間、1 秒間に 60 画像のフレームレートなどの優れたシステムにより、極めて高解像度な粒子画像を得ることが可能になり、このことで一貫した品質管理を行うことができるようになりました。加えて平均的な測定所要時間は 2、3 分なのです！高性能なソフトウェアにより、瞬時にかつ正確に、莫大な量の粒子サイズおよび粒子形状パラメータの情報を同定できる CAMSizer は、今や研究開発部門および品質保証部門において欠かすことのできないツールとなっています。また CAMSizer にオプションで加えることができるオートサンプルを用いることで、無人での運転や生産ラインへの組み込みなどのルーチン操作にも、最適な条件で対応することが可能です。

従来の CAMSizer シリーズの優れた機能に加えて、CAMSizer P4 は個々の粒子情報を蓄積し、評価を行う粒子ライブラリ機能、測定結果を 3 次元のグラフで表示する 3-D クラウド機能、および新たな形状パラメータ（直角度）を測定する機能などを追加しました。

用途例

- 砥粒
- 触媒
- 化学物質
- 石炭/コークス
- コーヒー
- 建築材料
- 肥料
- 食品
- ガラス/セラミックス
- 金属粉/シリコン
- 殺虫剤
- 医薬品 (API 原料)
- プロパント
- 耐火物質
- 塩/砂糖
- 砂
- 洗剤パウダー
- 木材チップ



製品紹介ビデオは
こちら

www.retsch.jp/camsizerp4

CAMSIZER P4はCAMSIZERシリーズの第4世代にあたります。従来のモデルに比べて、下記の機能が追加・改良されました。

- ◉ 更に輝度の高い光源
- ◉ 更に向上したコントラスト
- ◉ カメラの更なる高解像度
- ◉ 更に高レベルな鮮明度および焦点深度
- ◉ 拡張された測定範囲
- ◉ 更に改良された粒子の形状解析
- ◉ 粒子ライブラリ機能(CAMSIZER X-Plorer)
- ◉ 3-Dクラウド機能

新たな可能性を

NEW: 粒子ライブラリ機能“CAMSIZER X-PLOER”

リアルタイムで粒子のサイズおよび形状パラメータを測定する機能に加えて、CAMSIZER P4 は粒子ライブラリ機能により、大量の粒子の画像データを直接保存することができます。

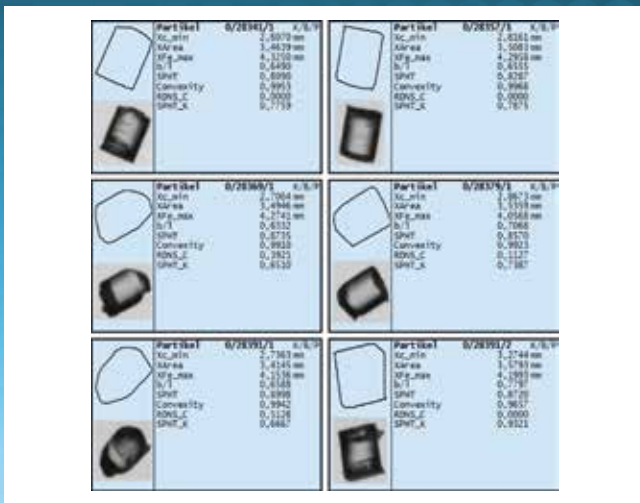


図1 CAMSIZER X-PLOERからの抜粋図:プラスチック押しベレットサンプル

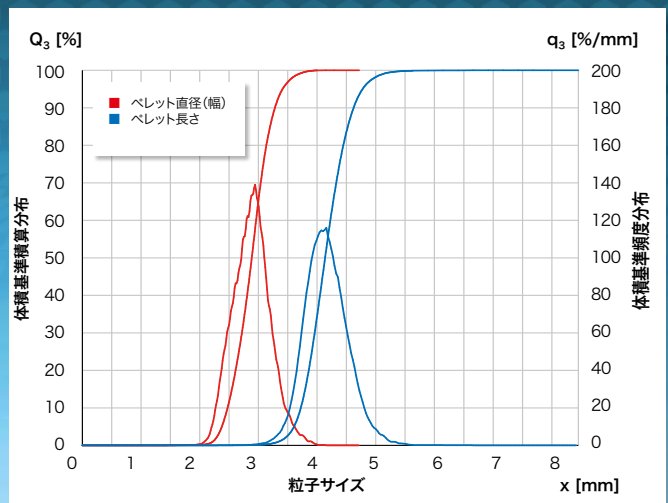


図2 CAMSIZER P4によるベレットの直径(幅)および長さの測定例(個別に測定可能)

高速の通信速度を有するインターフェースおよび高データ容量の処理能力のおかげで、CAMSIZER P4 は1回の測定で何千万の粒子情報を表示させることが可能です。それぞれの粒子のサイズや形状情報を表示させることができます。粒子の検索条件を適切に選択することで、特定のタイプの粒子についても個別に選択・解析することができます。例えばプラスチックの押し成形ベレットの幅と長さ (図2をご参照

ください)なども個別に解析ができます。更に輝度が高く、均一な光を発する光源およびカメラの更なる焦点深度の向上により、極めて透明な粒子でも信頼性の高い検出および測定が可能になりました。

リアルタイムでの解析

CAMSIZER P4 の極めて優れた特長の1つに、測定結果をリアルタイムで解析できることが挙げられます。測定中にカメラを通して、粒子の様子を確認することが可能であり、測定中のプロセスを監視

で確認することができます。CAMSIZER に搭載されたソフトウェアが全ての粒子画像を直接解析する一方、個々の粒子画像は粒子ライブラリに保存されるのです。

NEW: 3-Dクラウド

CAMSIZER P4では、従来使用されていた2次元での粒子径サイズ分布および粒子形状測定結果の表示方法に加えて、CAMSIZER X-PLORERソフトウェアにより、測定結果の3次元での表示も可能となりました(散布図、3-Dクラウド機能)。1つのグラフについて、3つのパラメータを軸にとりて表示させることができます。散布図中の1つの点は、データベース中の1つの粒子を示しています。(図3をご参照ください。)したがって、2次元の表示形式では差が出ない2つのサンプルでも、この3次元表示だと差が明確に出る可能性があります。混合物サンプルを測定した場合、混合物を構成するそれぞれの物質の粒子径分布および粒子形状を更に迅速に、容易に同定することができるため、後日でもそれぞれの物質についての個別の解析を行うことができます。図3には、光を反射する役割のガラスビーズ(球形で、透明)と、鋼玉石から作られたアンチスキッド物質(非球形で不透明)の混合物サンプルを3-Dクラウドで表示させた例を示します。

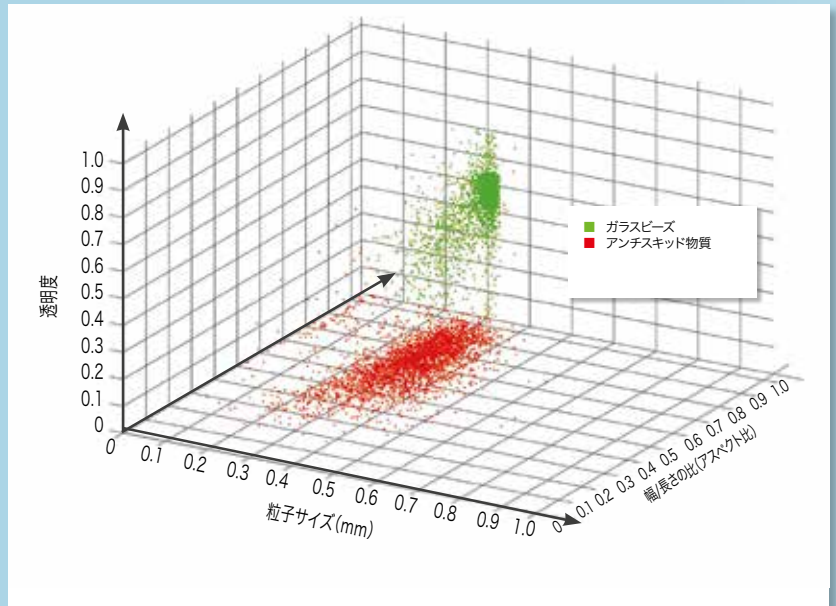


図3:3種類のパラメータ(粒子サイズ、透明度、幅/長さの比(アスペクト比))を軸にとったグラフィック表示例ーガラスビーズとアンチスキッド物質の混合物サンプル

NEW: 新たな形状パラメータ

画像撮影における鮮明度および解像度の向上に伴い、CAMSIZER P4は複雑な形状の粒子を測定するのに最も理想的な装置となりました。新たに搭載されたソフトウェア機能により、粒子の全ての角の内接円の半径の平均値を、最大内接円の半径で割ることで粒子の直角度を計算できるようになりました。(図4をご参照ください)

この新たな形状パラメータは、砥粒サンプルや特殊な砂サンプルのように、特に真円度が重要な特性である粒子に対して非常に効力を発揮します。従来の形状解析法であるKrumbeinとSlossの方法では砂粒子を顕微鏡で観察し、形状を定義した一覧表を用いて目視で同定を行っていました(図5をご参照ください)。しかし、CAMSIZER P4を用いることで、今まで人の手で膨大な時間をかけて行っていた評価を、極めて短時間で同じ結果が出せるようになりました。(同様の結果をCAMSIZER P4で出せることは何百回ものテストを実施して確認しています。)さらにCAMSIZER P4による測定では、顕微鏡による測定方法と違い個人の主観的判断といった要素が排除されるため、測定結果の再現性が更に向上するのです。

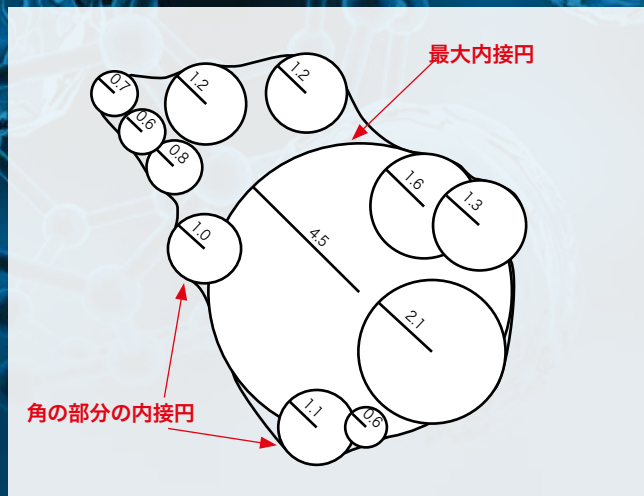


図4: 直角度(角の丸み)は全ての角の部分の内接円の半径の平均値を最大内接円の半径で割った値です。

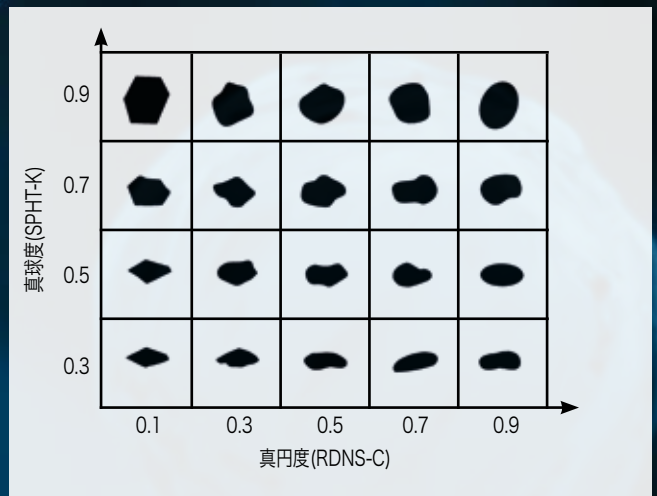


図5: KrumbeinとSlossによる真円度および真球度の目視評価用一覧表

更に高い解像度、更に正確な解析を

図6に、微細なガラスビーズ ($d_{50}=110 \mu\text{m}$) サンプルを CAMSIZER P4 (赤線) と第2世代の機種である CAMSIZER 2006 (青線) で測定を行いました。CAMSIZER P4 で測定を行うと CAMSIZER 2006 では検出されなかった二峰性 (2つのピーク) が確認されました。これは CAMSIZER P4 に搭載されたカメラ画像の、更なる解像度および鮮明度の向上によるものです。

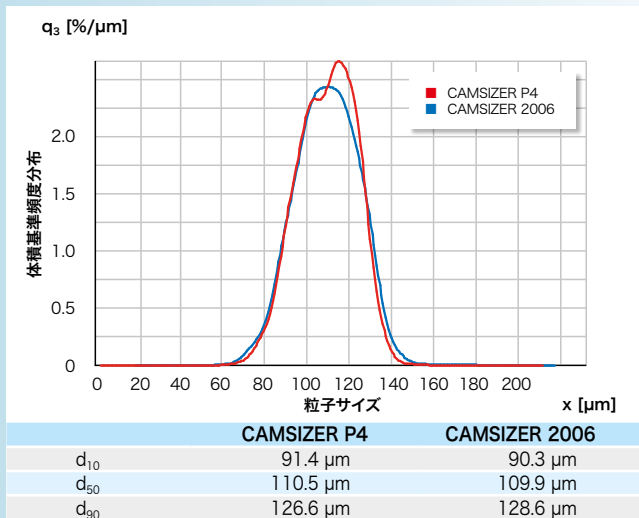


図6: CAMSIZER P4およびCAMSIZER 2006によるガラスビーズ解析。CAMSIZER P4の画像が高解像度になったことで、測定精度が上がっていることがわかります。

粒子径分布の d_{10} 、 d_{50} 、 d_{90} はどちらの装置で測定しても同様な値を示しています。ガラスビーズの粒子形状解析 (ここでは真球度を測定) については、CAMSIZER P4 による測定の方が形状を正しく捉えており、より球形に近い値であるという測定結果を示しています。

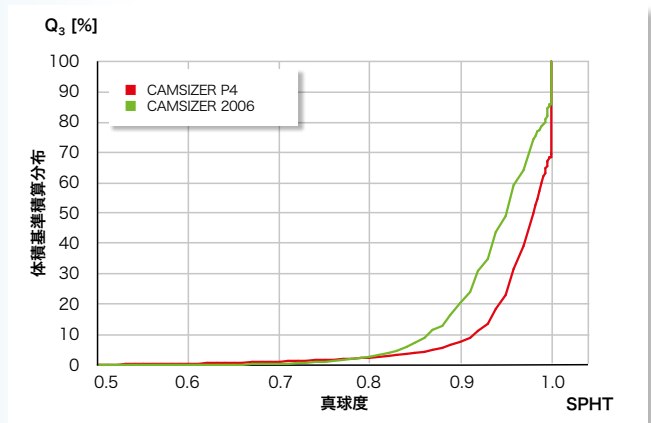
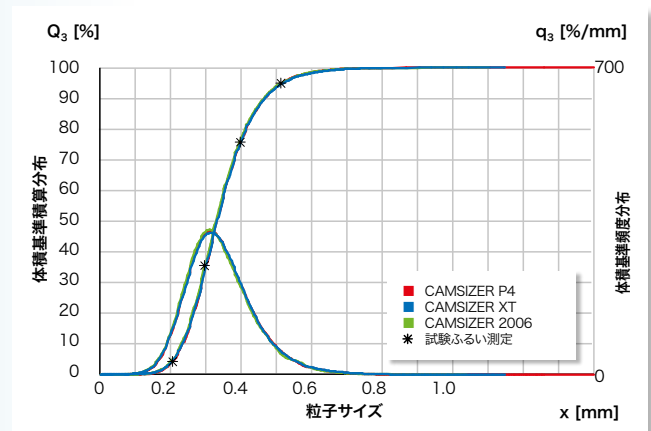


図7: ガラスビーズの真球度を、CAMSIZER P4とCAMSIZER 2006で測定した結果。光学システムの改良のおかげで、CAMSIZER P4では非常に細かい粒子でも形状解析の結果が更に正確になっていることがわかります。

3モデルのCAMSIZERシリーズによる測定 — 全く同一の測定結果

CAMSIZER P4 と CAMSIZER XT は同じ測定原理で測定が行われますが、画像の解像度、分散方法、サンプルフィード方法などは異なります。図8には $10 \mu\text{m} \sim 800 \mu\text{m}$ と広い範囲のサイズ分布を有する砂サンプルの測定結果を示します (CAMSIZER P4, CAMSIZER XT および CAMSIZER 2006 により測定)。3モデルによる測定結果をほぼ同じ結果を示しており、更にその3モデルによる測定結果は、同じサンプルをふるい試験で測定した結果ともほぼ一致します。

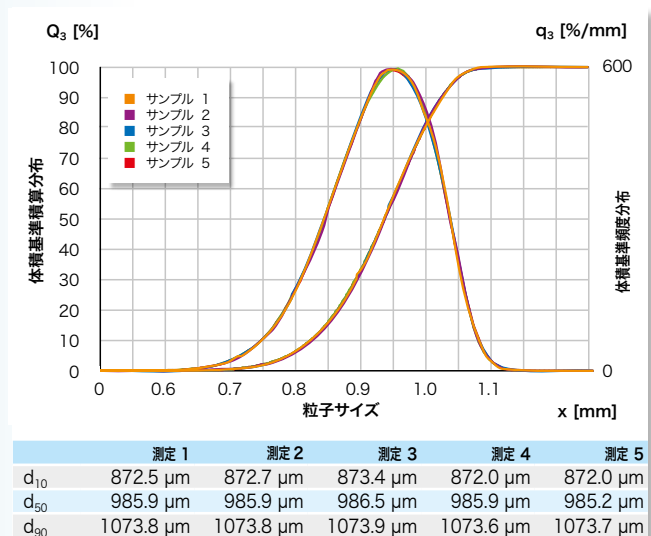
図8: CAMSIZER P4, CAMSIZER XT, CAMSIZER 2006, ふるい試験による砂サンプル測定結果。広いサイズ分布を有し、凝集もなく比較的容易に測定できるサンプルについては、画像の解像度が異なってもほぼ同じ結果が出ます。



卓越した再現性

極めて高い再現性をもつ測定結果を得られることは、動的画像解析法が信頼できる測定方法であることを裏付けています。図9には、EPS (ビーズ法発砲スチロール) を CAMSIZER P4 で5サンプル測定した結果を示します。粒子径分布のカーブはほぼ重なっており、 d_{10} 、 d_{50} 、 d_{90} の値は、本測定が高い再現性をもって行われたことを明確に示しています。

図9: EPS、5サンプルをCAMSIZER P4で測定した結果。高い再現性が得られていることがわかります。



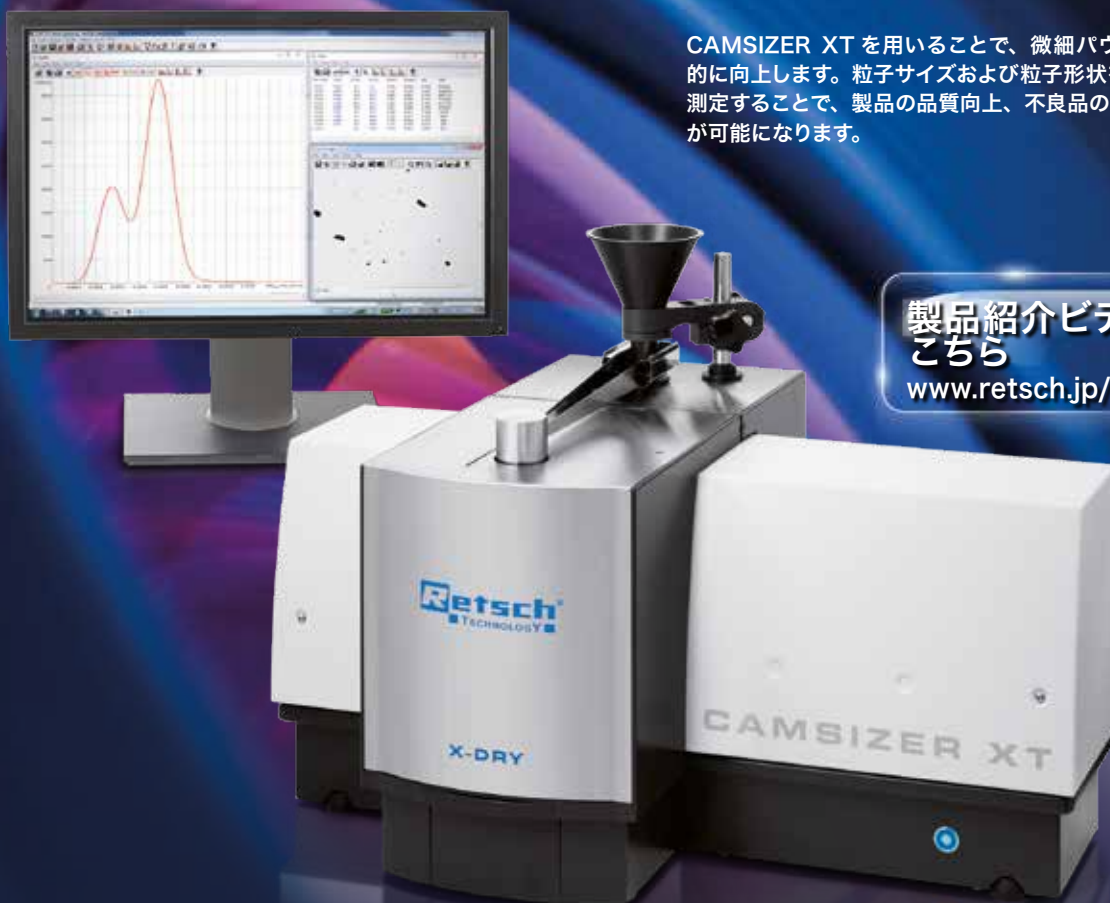
CAMSIZER® XT

微細パウダーのキャラクタリゼーションのために

CAMSIZER XT を用いることで、微細パウダーの品質管理が飛躍的に向上します。粒子サイズおよび粒子形状を、更に正確かつ迅速に測定することで、製品の品質向上、不良品の削減、およびコスト低減が可能になります。

製品紹介ビデオは
こちら

www.retsch.jp/camsizerxt



CAMSIZER XT は、特に微細パウダーおよび凝集しやすい粒状サンプルの測定・解析のために開発されました。CAMSizer P4 に比べて、CAMSizer XT はサンプル分散の選択肢が多だけでなく、更に高解像度な光学システムを搭載しています。

粒子間の強い相互作用力により、極めて微細な粒子は自然凝集しやすい状態にあり、このままの状態でも測定を行っても、個々の粒子（1次粒子）のサイズや形状を同定することは非常に難しいといえます。このため、粒子が測定箇所を通過する前に凝集を取り除き、十分に分散させる必要があります。CAMSizer XT で

は、粒子を完全に分散させるためにいくつかの分散モジュールを用意しています。測定部に到達する前に、十分な物理的な応力を加えることで凝集を壊し、1次粒子にします。しかし、特に非常に脆いサンプルについては、1次粒子を破壊することなく凝集を壊す方法を見つける必要があります。

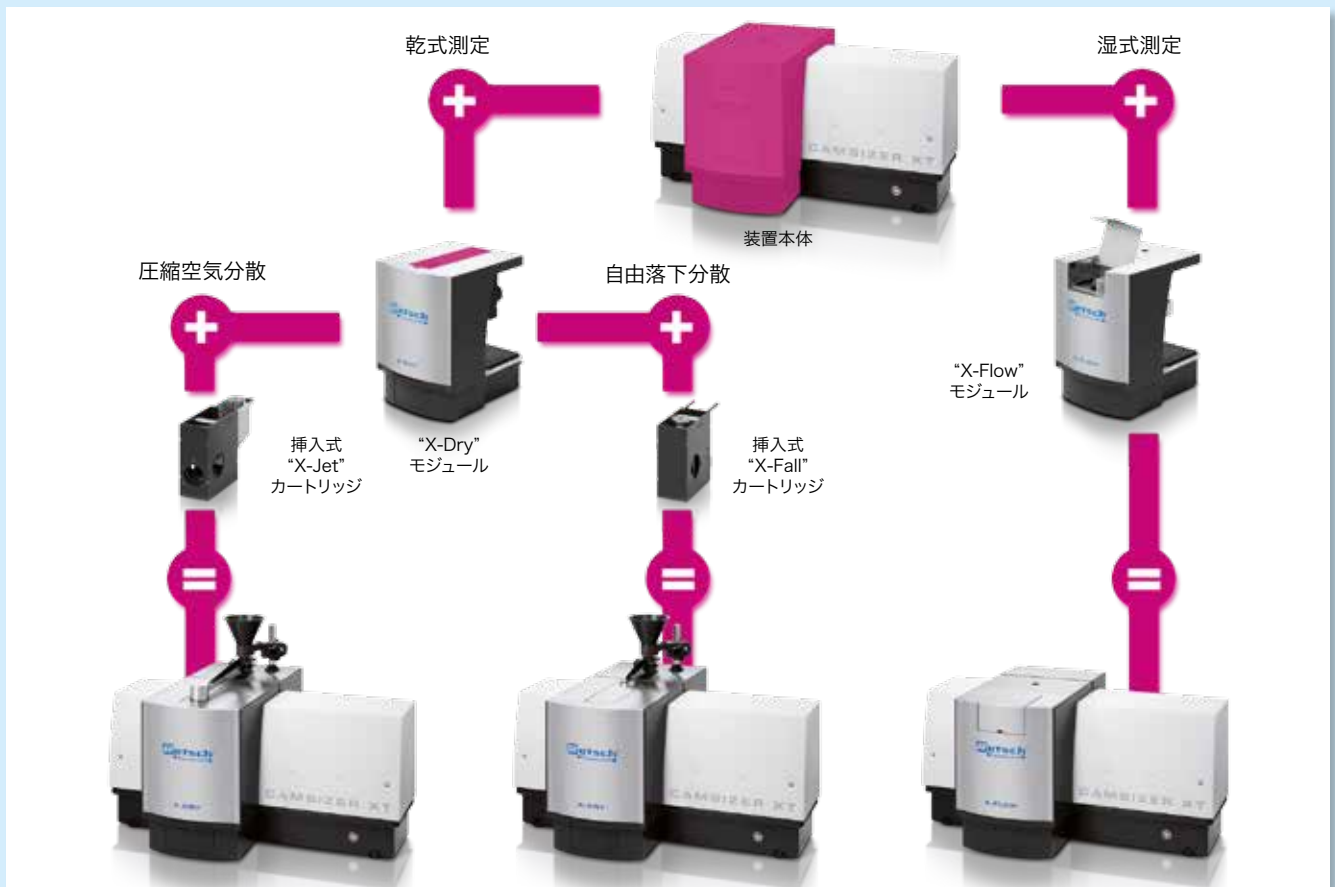
CAMSIZER XT には異なる分散方法があります。まず、乾燥したサンプルを自由落下により分散させるか、圧縮空気により分散させる方法があります。圧縮空気による分散は、乾燥したパウダーが拡散ノズル内で圧縮空気により加速され、その結果生じる剪断力で凝集が壊れ

ます。最適な大きさ・形状のノズルを選択でき、また圧縮空気の強さも 10kPa ~ 460kPa の間で調節が可能のため、測定サンプルに合わせた試験条件を選択することが可能です。

凝集のないサンプルを測定する際には、単に自由落下による分散により測定が可能です。CAMSizer XT はまた、粒子を液体（懸濁液、エマルジョン）中に分散させて測定することが可能です。その際、超音波によりサンプルの凝集を壊すことができます。次ページに示す通り、乾式用モジュールと湿式用モジュールは容易に交換が可能のため、乾式測定と湿式測定を続けて行うこともできます。

最適な測定条件のためのモジュールデザイン

CAMSIZER XTの“X-Change”システムにより、3種類の分散方法から、測定するサンプルの種類に応じて最適な方法を選択することができます。



“X-Jet” による圧縮空気分散

測定範囲
1 μm ~ 1.5mm

粒子を分散させること（粒子が測定部を通過するまでに粒子凝集を壊すこと）は個々の粒子（1次粒子）を正しく測定するうえで必要不可欠です。挿入式“X-Jet”カートリッジ内で、圧縮空気の圧力を自由に調節できることで、測定サンプルに合った最適な条件で測定を行うことができます。CAMSIZER XTの動的画像解析法により、壊れてしまった1次粒子、または凝集がとれていない状態の粒子が粒子形状の解析からわかるため、それらがなくなる最適な分散圧力を決定することができます。測定部を通過したサンプルは掃除機に吸引されます。もし測定後のサンプルを何かに使用するために回収したい場合は、オプションでサイクロンを取り付けることもできます。圧縮空気により、測定粒子は50m/sまでの速度まで加速されます。CAMSIZER XTの極めて短い露光時間のおかげで、5ミクロン以下の粒子でも測定することが可能です。最近では新たに開発された分散ノズルにより、1.5mmより大きな粒子でも分散させることが可能になりました。

“X-Fall” による自由落下分散

測定範囲
10 μm ~ 3mm

凝集のないサンプルについては、挿入式“X-Fall”カートリッジを用いて測定を行うことができます。この方式では、粒子はシュートの部分から落下した後、重力のみで加速され、2台のカメラの前を通過します。通過するスピードが遅いことと、ベーシックカメラの広い撮影範囲、並びに高いフレームレートのおかげで、非常に大きい粒子についても検出効率が極めて高くなっています。このため、非常に大きい粒子（例えば3mm程度）を含んでいるサンプルでも、その大きい粒子がサンプル内に少量でも存在していれば、十分に信頼性および再現性のあるデータを得ることができます。測定後のサンプルは全て回収箱内に落下するため、ロスやコンタミネーションをすることなく全て回収が可能です。オプションとして8mmまで測定可能なカートリッジも用意しています。

“X-Flow” による湿式分散

測定範囲
1 μm ~ 600 μm

湿式モジュール“X-Flow”を用いることで、懸濁液またはエマルジョン中の1~600 μm 程度の粒子を測定することができます。この測定方法の特長の1つに、必要サンプル量が極めて少量であることが挙げられます。例えば溶液中に20mg/lの濃度で測定サンプルを分散させれば、再現性のあるデータをとるのに十分であり、1分程度で測定結果を出すことができます。“X-Flow”モジュールを用いることで、下は1 μm から測定することができ、上は（もしサンプルが溶液を循環しさえすれば）1mm以上の大きさの粒子も測定することが可能です。分散溶液中に分散させた粒子が絶えず循環しているため、上記のような低濃度の分散溶液でも簡単に信頼性のあるデータが得られます。1mm以上の粒子が測定できるのは、測定部であるガラスセルが4mm幅と大きいことも挙げられます。もしサンプル内に強い凝集が存在する場合は、内蔵された超音波機能を用いることで更に強力に凝集を壊すことができます。

用途例

砥粒サンプル：規格値を超えるサイズの粒子を、高い信頼性をもって検出

砥粒サンプルは通常、平均粒子サイズ 60 μm 近辺を境に、微細サイズ粒子と粗大サイズ粒子の混合物となっています。鋼玉、石英、石榴石、炭化ケイ素、窒化ホウ素、ダイヤモンドなどの極めて硬い鉱物から成る砥粒サンプルは、工業的に製造されるか、天然資源として産出します。規格値より大きなサイズの粒子を含むことなく、狭い粒子径分布を有する砥粒を作成することが、表面を傷つけることなく均

一な研磨を行ううえで重要になってきます。砥粒の形状も重要な品質管理項目です。砥粒の使用目的や種類によって、細くとがった形状のものが好まれる場合もありますし、逆に塊状の形状のものが好まれる場合もあります。

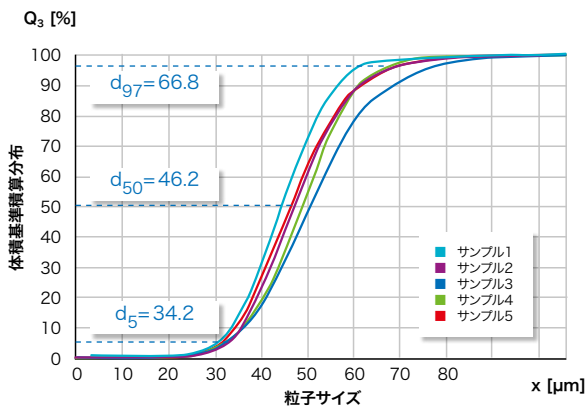


図1：5つの異なる製造メーカーから得られた砥粒サンプルの粒子サイズ分布

図1には、5つの異なる製造メーカーで作成された砥粒サンプル（P320 粗い砂粒サンプル）のサイズ分布を示します。FEPA 規格では、この砂粒サンプルは d_{50} が $46.2 \pm 1.5 \mu\text{m}$ ； d_{97} が $66.8 \mu\text{m}$ 以下、 d_5 が $34.2 \mu\text{m}$ 以上という条件を満たす必要があると規定されています。50kPa の圧縮空気圧力で、CAMISIZER XT で測定を行った結果、サンプル 1 とサンプル 5 は明らかに規格外であることがわかりました。

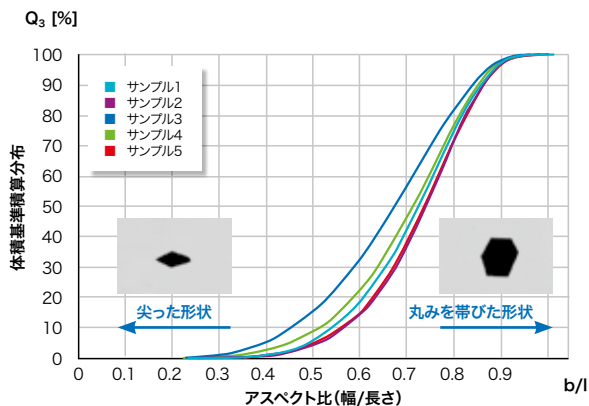
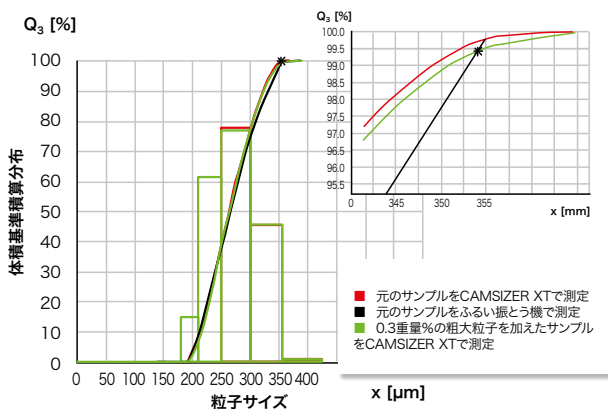


図2：砥粒サンプルのアスペクト比(幅/長さ)

これらの5つのサンプルは、形状についても大きな違いがあります。図2に、アスペクト比(幅/長さ)の分布を体積基準の積算分布の形で表した図を示します。カーブが左にあればあるほど、細長くとがった粒子であることを意味しています。



砥粒サンプルの品質管理では、上述のように規格値より大きいサイズの粒子を高精度で検出することが非常に重要になってきます。図3に P60 砂粒サンプル (d_{50} ：約 $260 \mu\text{m}$) の測定結果を示します。赤い線は CAMISIZER XT による測定結果、黒い線がふるい振とう機による測定結果を示しています。緑の線は元の砂粒サンプルに、故意に 0.3 重量 % の粗大粒子を添加したサンプルの測定結果を示しています。極めて少量の粗大粒子しか添加されていないにもかかわらず、CAMISIZER XT により高精度で検出されていることがわかります。

図3 CAMISIZER XTは、少量含まれる、規格値を超える粗大粒子を高精度で検出し(緑線)、ふるい試験とほぼ同じ測定結果を得ることができます。

ミルクパウダー：圧縮空気による効果的な分散

粉ミルクやドリンク粉末は製造工程で顆粒化されます。構成成分の均質化工程時に、一次粒子を凝集させることで目標とする粒子サイズにします。効果的な圧縮空気を用いた分散により、ミルクパウダーのように非常に強力に凝集した物質でも高精度で解析することができます。図4には、最も小さい1次粒子サイズが10 μmのミルクパウダーを圧縮空気の圧力を変えて測定した例を示します。圧力を強くするにつれて凝集が容易に壊れ、1次粒子サイズが小さくなっているのがわかります。このことは測定時に自動保存される粒子画像を見ても確認できます。従って CAMSIZER XT を用いることで、1次粒子径を同定するだけでなく、パウダーの保管時、輸送時、最終処理時などの安定性に関係してくる、異なる環境に置かれたときの凝集具合についても測定することができるのです。

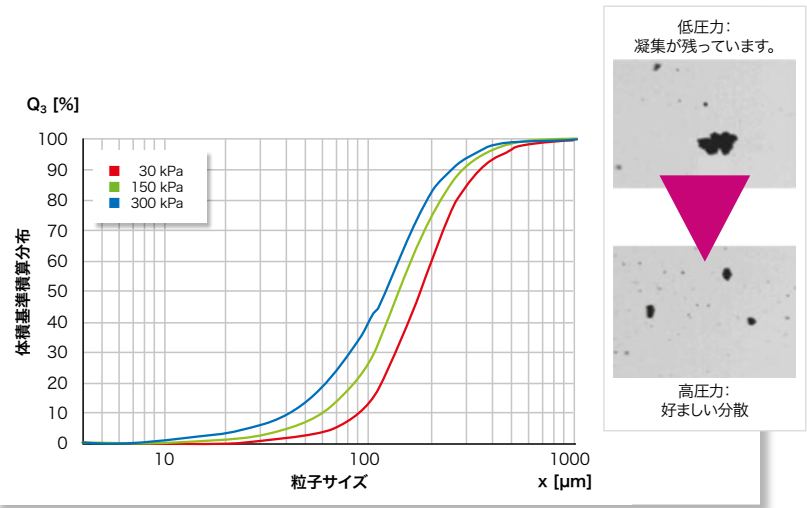


図4：圧縮空気の圧力を変えて行った、CAMSIZER XTによるミルクパウダーの測定例。圧力を強くすればするほど、ミルクパウダーの粒子サイズは小さくなっていきます。

デンプン：最も重要なのは形状情報

デンプンは、例えば製紙製造や医薬製造において添加剤として用いられます。図5aには、 d_{50} 値（メジアン径）が同じで、サイズ分布もほぼ同様の2種類のデンプンの測定データを示します。しかし、図5bに示すように、幅 / 長さのアスペクト比は全く異なります。サンプル2（青）は繊維状の粒子を多く含み、低アスペクト比 (b/l) になっていますが、

サンプル1（赤）はコンパクトで丸い形の粒子を多く含み、高アスペクト比 (b/l) となっています。

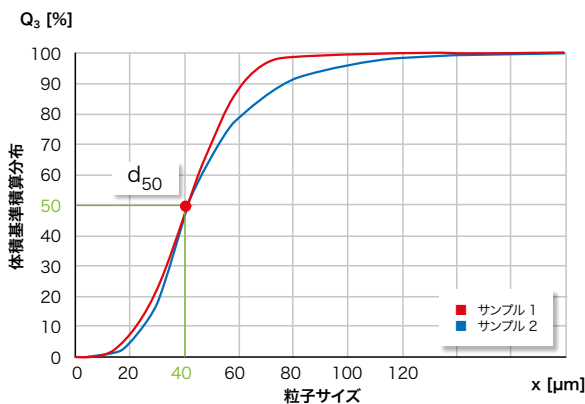


図5a：2種類の異なるデンプンのサイズ分布

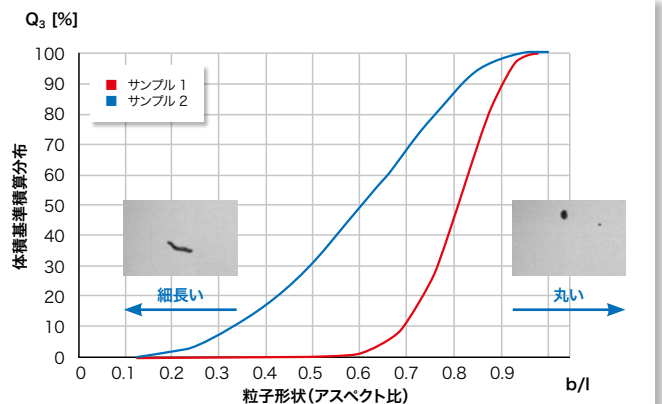


図5b：2種類のデンプンのアスペクト比(幅/長さ)は大きく異なります。

粒子解析法比較

動的画像解析法 (DIA) / レーザー散乱・回折測定
/ ふるい試験測定



顕微鏡



動的画像解析法 (DIA)
CAMSIZER® XT



ふるい振とう機



レーザー散乱・
回折測定

粒子径分布を測定する最も典型的な方法は動的画像解析測定、レーザー散乱・回折測定および、ふるい試験測定です。それぞれの測定法で、測定可能な粒子サイズが異なります (3 ページの表をご参照ください)。今回、10 μm ~ 3mm の範囲にある粒子を上記3種類の測定法で測定しましたが、測定結果は同じではありません。動的画像解析法だけが、様々な、異なる定義の粒子サイズおよび粒子形状を同時に測定できるため、他の測定方法との結果を比較することができるのです。

動的画像解析測定 VS ふるい試験測定

動的画像解析測定とふるい試験測定の測定結果が異なる極めて重要な理由の1つに、動的画像解析測定が粒子のランダムな方向からの粒子径を測定していることが挙げられます。これに対してふるい試験測定法では、粒子が最も小さい投影面となる特定の方向になり、ふるいの目を通して、粒子はふるいメッシュ上を動き続けます。従ってふるい試験測定の結果を比較する場合は、動的画像解析測定における“粒子幅”のパラメータを用いる必要があります。球状または楕円形 (例: 米粒サンプル)

については比較的整合性のとれた結果が得られます。これに対してフラットな形状の代表例であるレンズ形の粒子については、動的画像解析測定とふるい試験測定の結果の違いは顕著になります。カメラで画像を撮影されたときに粒子がどの方向を向いているかにより、長い方の径 (広い方向) が測定されたり、短い方の径 (狭い方向) が測定されたりします (図1をご参照ください)。しかしふるい試験測定では、常に長い方の径の30%小さい長さが測定結果となります。このように粒子形状によって、動

動的画像解析測定とふるい試験測定の違いが生じてきます。CAMSIZER XT と CAMSIZER P4 は同時に粒子形状も測定できるため、これらの違いをソフトウェアの機能で容易に補正し、ふるい試験測定結果と同様の結果を出すことができます。

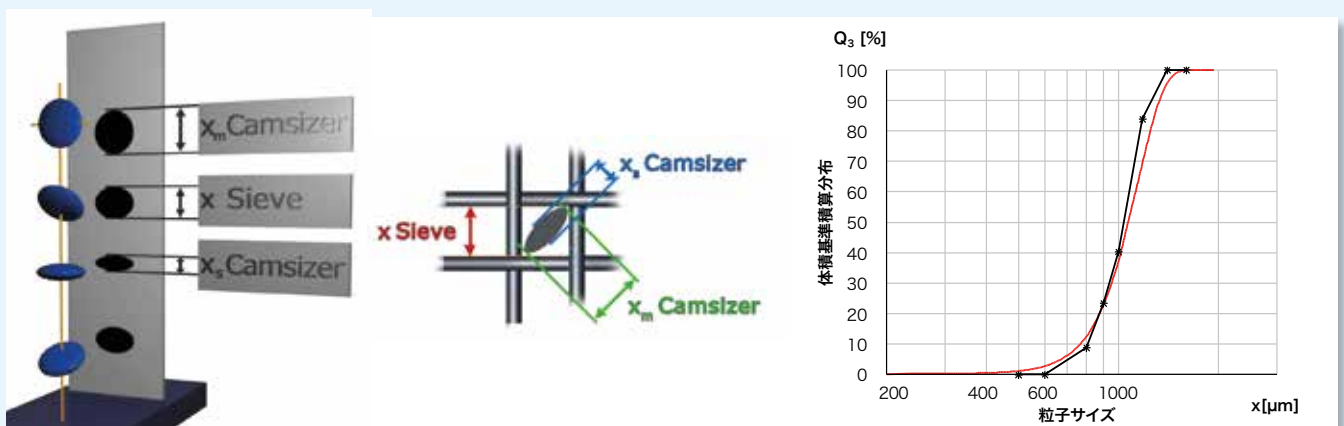


図1：動的画像解析測定およびふるい試験測定によるレンズ形粒子の測定モデル。レンズ形粒子は通過可能な最も小さいふるいの目の斜め方向の部分を通ります。動的画像解析測定では粒子の写る方向によって長い方の径または短い方の径を測定します。これにより粒子径分布に違いが出てきます。上図の赤い線が動的画像解析測定による結果、黒い米印がふるい試験測定による結果です。CAMSIZER の「ふるい試験フィッティング機能」により、ふるい試験と全く同じ結果を出力することも可能です。このために、ふるい試験測定から動的画像解析測定に測定システムを変える場合でも、従来のふるい試験測定を元にした規格値を変更する必要はないのです。

動的画像解析法 VS レーザー散乱・回折測定

レーザー散乱・回折測定では、粒子サイズは様々な角度から粒子に当たったレーザーの散乱光の強度分布により間接的に測定されます。レーザー散乱・回折法では全ての粒子は球状であると仮定され、粒子の幅と長さの情報それぞれを得ることはできません。このためにレーザー散乱・回折法は他の測定方法に比べて、より広い粒子径分布を有するという測定結果になることが多いのです。

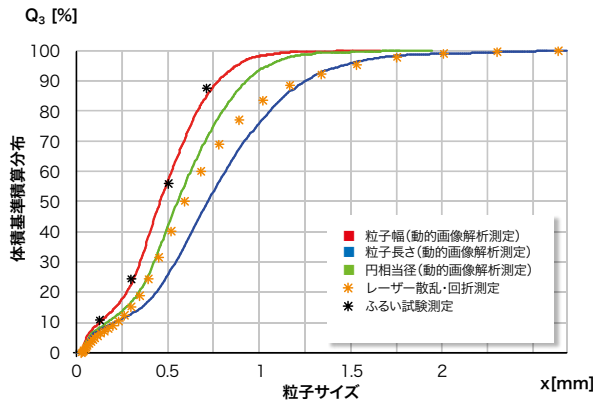


図2 異なる方法によるコーヒーサンプル測定例

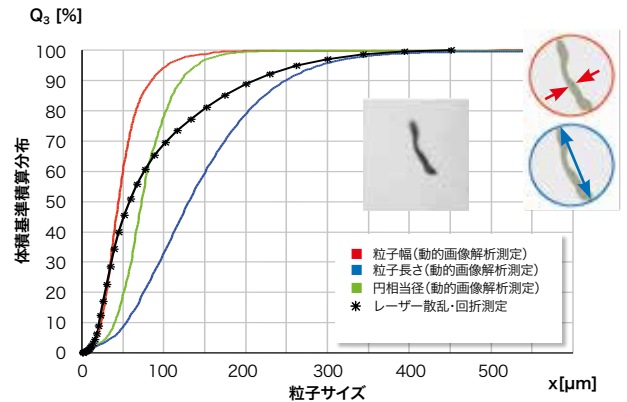


図3: CAMSIZER XT(動的画像解析測定)およびレーザー散乱・回折測定によるセルロース繊維の測定例

図2にはコーヒーサンプルを用いた動的画像解析測定、レーザー散乱・回折測定、ふるい試験測定の測定結果比較を示します。ふるい試験測定が最も細かいという結果を示し、CAMSIZER XTによる粒子幅の結果がこれに極めて近い結果を示しています。ふるい試験測定とレーザー散乱・回折測定の測定結果の間には全く整合性がみられません。レーザー散乱・回折測定による結果は若干、動的画像解析測定の円相当径の結果と整合しています。レーザー散乱・回折測定は粒子を球状であると仮定しているため、動的画像解析測定による結果に比べて常に広いサイズ粒子径分布であるという測定結果になります。このことは図3に示すセルロース繊維の測定例で顕著に示されます。動的画像解析測定が繊維の幅と長さそれぞれを測定するのに対し、レーザー散乱・回折測定ではそれができません。その結果、レー

ザー散乱・回折法による測定結果カーブ(黒)は、粒子サイズの小さい領域では動的画像解析測定の粒子幅の結果(赤)と平行になり、粒子サイズが大きくなるにつれて粒子長さ(青)の結果に近づいています。動的画像解析測定では、粒子の幅と長さを個別に測定することができるのです。

測定法の違いについての比較表

下の表は典型的な粒子径測定方法の特長を比較したものです。動的画像解析測定は多くの点で他の測定方法より優れていることがわかります。

性能項目	動的画像解析法 例 CAMSIZER®	静的画像解析 例 顕微鏡	レーザー散乱・回折 例 レーザー式分析装置	試験ふるい
繰り返し精度および再現性	++	+	++	+
均一なサイズ分布サンプルに対する高分解能	++	++	+	+
広いサイズ分布サンプルの測定	++	+	+	+
粒子形状解析	++	++	○	○
規格値より大きい粒子の高精度な検出	++	+	+	++
測定時間・スピード	+	+	++	+
二峰性サンプルまたは混合物サンプルの測定	++	+	+	+
組成に関する情報 (分光分析やフマンによる)	○	++	○	○
初期コスト	高	高	高	低
ランニングコスト (人件費も含む)	低	高	低	高

++ 最適 + 適 + 可 ○ 不可

RETSCH TECHNOLOGY

粒子計測技術のスペシャリスト

レッチェ・テクノロジーの強みは、革新的な粒子キャラクター化技術と最大限の操作の利便性の相乗効果にあります。

弊社の光学式粒子解析の製品群は、1 μmから 30mm までの粒子サイズ範囲をカバーします。懸濁液、エマルジョン、コロイド状物質、パウダー、粒状物質、凝集体物質などの粒子サイズおよび粒子形状解析は、それぞれのサンプルに最適な、異なる測定技術を用いて行われます。

ヴァーダー・サイエンティフィック株式会社では、サンプルの前処理に最適なレッチェの製品（粉碎機、ふるい振とう機、縮分機など）もお取り扱いしています。



個別相談および製品デモ

レッチェ・テクノロジーはグローバルなネットワークにより、それぞれのお客様に合ったソリューションを提案し、また様々なサポートを行います。ご要望に応じ、弊社のラボにて実際のサンプルを測定するデモも実施させていただいております。詳しくはお問い合わせください。

注) 予告無く仕様の一部を変更することがございます。・980.2050/J・201510

CARBOLITE[®]
IGERO[®] 30-3000°C

CARBOLITE

ELTRA

Retsch

Retsch
TECHNOLOGY

VERDER
scientific

世界中で約870人の従業員を持つヴァーダー（Verder）グループには、レッチェ・テクノロジーを含む理化学機器の「サイエンティフィック・ディビジョン」と、移送式ポンプの「リキッド・ディビジョン」があります。サイエンティフィック・ディビジョンの高品質な製品群は、品質管理、研究、開発用の理化学機器のスタンダードとなっています。試料調製から分析機まで、数多くの製品をカバーしています。

ヴァーダー・サイエンティフィック株式会社 (旧社名 株式会社レッチェ)

〒160-0022東京都新宿区新宿5-8-8 | 電話: 03(5367)2651 | Fax: 03(5367)2652 | www.verder-scientific.co.jp | email: info@verder-scientific.co.jp
大阪営業所 | 〒550-0013大阪市西区新町4-19-3東洋ビル1F | 電話: 06(6534)0621 | FAX: 06(6534)0622