

Readout

HORIBA Technical Reports

特集 電気化学法ではかる

March 1994 ■ No.8

乾式粒度分布測定装置 (LA-910, DPF)

LA-910 Laser Scattering Particle Size
Distribution Analyzer and DPF Dry Powder
Feeder

湯原義公

Yoshihito YUHARA

(Pages 82-88)

株式会社 堀場製作所

乾式粒度分布測定装置 (LA-910, DPF)

LA-910 Laser Scattering Particle Size Distribution Analyzer and DPF Dry Powder Feeder

湯原 義公
Yoshihito Yuhara

【要旨】

0.02~1000 μ mの広範囲を一度に測定できるレーザ回折/散乱式粒度分布測定装置LA-910の製品化に続き、このほどLA-910用乾式ユニットDPFを製品化した。両者を組み合わせることにより、従来からの測定法であった湿式法に加え、乾式法でも粒度分布の測定ができるようになった。

本稿では、LA-910と乾式測定ユニットの光学系を中心とした特長的な機能と、これらを使った測定例などを紹介する。

Abstract

HORIBA has developed a dry powder feeder (DPF) as an optional accessory for the LA-910 Laser Scattering Particle Size Distribution Analyzer, which can measure samples in the range of 0.02 to 1,000 μ m at one time. Attaching this feeder allows the LA-910 to measure even samples, that are soluble in liquid or a similar solution, in a dry state. This paper describes the optical system of the instrument and examples of sample measurement in wet and dry states.

1. はじめに

多くの企業・試験研究機関における研究開発、製造、品質管理の現場では、製品や原材料として扱う粉体の粒度測定が行われている。厳しい粒度管理を行って初めて品質の良い製品が生まれる。これらの現場からは、より多くの試料を素早く、正確に測定することが可能な粒度分布測定装置の供給が望まれている。粒度分布の測定方法は、遠心沈降法、レーザ回折/散乱法、X線透過法、電気抵抗法、ふるい分け法など数多くあるが、使い勝手が非常に良く、短時間に結果の得られるレーザ回折/散乱方式の装置が現在の主流になっている。

当社では、1987年よりレーザ回折/散乱法による粒度分布測定装置LAシリーズを開発・製品化してきたが、より微細粒子をより広い粒度範囲で計測したいとのニーズを受けて、0.02~1000 μ mの広範囲を一度に測定できるLA-910(図1)を1992年に製品化した。



図1 レーザ回折/散乱式粒度分布測定装置 LA-910
Laser scattering particle size distribution analyzer LA-910

一方、粒度分布測定装置の応用分野が拡大するにしたがって粉体試料を乾燥させたまま測定できないかとの要望も増えている。そこで当社では、粉体試料を液体中に分散させて測定する湿式法に加え、このたび乾燥状態の粉体の粒度分布をそのまま測定できる乾式測定ユニット(DPF)(図2)を製品化した。

2. LA-910の光学系と全体構成

LAシリーズは、Mie散乱理論に基づいたレーザ回折/散乱法による粒度分布測定装置である。測定原理の詳細は、本誌で既に報告¹⁾しており、本稿では、0.02～1000 μm の広範囲の測定が可能になった光学系を中心に述べる。

2.1 24個の検出器からなる光学系

一般に、レーザ回折/散乱法による粒度分布測定装置では、He-Neレーザ光を粒子に照射し生じる前方散乱光を、集光レンズでリング状に分割された検出器に結像させる^{2)~5)}。この散乱光強度は粒子径に依存した角度分布を持っている。したがって、粒子からの散乱光強度分布を解析することによって粒度分布を算出することができる。

ところが、小さい粒子とくに0.1 μm 以下の微粒子の場合には、前方散乱光だけで粒度分布を算出することは困難で、側方・後方散乱光、偏光散乱光、さらにはHe-Neレーザ光の波長(632.8nm)よりも短波長の光を照射した場合の散乱光などの情報も必要になる。

Mie散乱理論²⁾によれば、散乱光強度は粒子と溶媒の屈折率の比で定義される相対屈折率と、粒子径パラメータに依存する。このパラメータは、粒子の周長と入射波長との比で定義されている。同じ粒子径の粒子に短波長の光とHe-Neレーザを照射したときの粒子径パラメータとを比較すると、短波長光の方がはるかに大きくなり、微粒子を判別できる散乱光強度を得るためには、短波長光を用いなければならないことになる。

LA-910では、図3の光学系部に示すようにHe-Neレーザ光の照射によって生じた散乱光の検出用に、18分割のリング検出器の他に、前方散乱、側方散乱および後方散乱用の検出器をそれぞれ1つずつ追加した。これによりより広い角度範囲の散乱光を検出することができる。さらに、タングステンランプからの短波長光を粒子に照射し生じた、前方、側方、後方の三方向の散乱光をそれぞれ一つづ

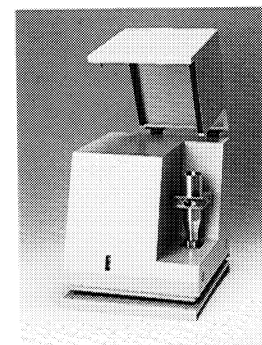


図2 LA-910用乾式測定ユニット(DPF)
Outline of Dry Powder Feeder for LA-910

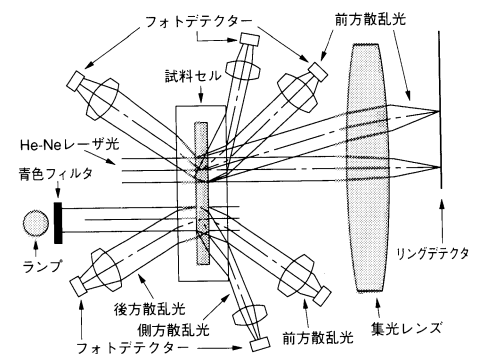


図3 LA-910の光学系
Optical system of LA-910

つの検出器で検出できるように配置した光学系を開発した。

これら二種の光源を使って合計24個の検出器からの情報を演算することによって0.02~1000 μm の広範囲の粒度分布を一度に測定することができるようになった。

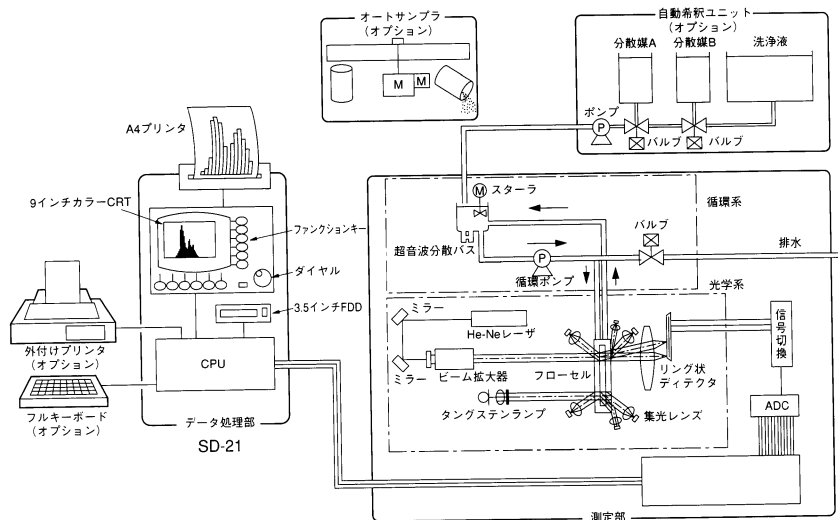


図4 LA-910システム構成
Flow schematic of LA-910

2.2 LA-910の全体構成と動作

湿式法をベースとしたLA-910の全体構成（オプションを含む）を図4に示す。水やアルコールなどの分散媒に添加した試料は、測定部の超音波分散バスで分散、攪拌された後、循環ポンプでフローセルに循環される。ビーム拡大器で拡大されたHe-Neレーザー光は、フローセルあるいは、バッチ式セル(オプション)内の試料に照射される。次にシャッターがレーザー光を遮断し、タングステンランプからの光も同様に試料に照射する。セル中の試料からの散乱光は、前節で述べたように合計24個の検出器で電気信号に変換され、データ処理部のCPUで演算されて、9インチカラー-CRT上に粒度分布が表示される。

測定操作は、データ処理部(SD-21)のCRT/ファンクションキーボードで行う。ファンクションキーとカラー-CRT画面表示内容は、日本語で一対一に対応しているので、キー操作を間違えることなく誰でも容易に操作することができる。測定データは、3.5インチフロッピーディスクに保存・読みだしができ、また、保存されたデータをテキスト変換する事により他のパソコンと組み合わせでデータを処理することも可能である。

また、オプションの自動希釈ユニットとオートサンプラを組み合わせると、1回の操作で最大24個の試料の粒度分布を全自動で測定することもできる。

3. 乾式法の設計コンセプトと測定光学系

粒度の測定方法は以下の二通りに大別される。一つはふるい法に代表されるように最も古くから行われている方法で、乾燥試料をそのまま測定するいわゆる乾式法である。もう一つは、水やアルコールなどの流体に試料を分散させるいわゆる湿式法である。これらの手法は、測定試料の大きさや物理・化学的な性質の違いにより使い分けられている。

湿式法は、精度の高い測定ができるが、反面、適当な分散媒や分散剤の選択、

超音波の最適な照射時間の設定など前処理に手間と熟練を要する。一方、乾式法は、乾燥した試料を特別の前処理をせずに用いるため簡便に測定できる点で有利である。そこで当社は、LA-910に容易に接続できる乾式測定ユニット(DPF)を開発、製品化した。本ユニットの開発に至る経緯を以下に紹介する。

3.1 乾式測定ユニットの設計コンセプト

まず、市場のニーズとしてどのような試料を乾式測定で測定しようとしているのかを知る必要があった。その結果、最も多かったのが粒子そのままの状態の粒度分布を把握することであった。例えば医薬品の顆粒は、溶液に溶解しやすいため湿式法での測定が困難である。また、インスタントラーメンに代表される乾燥食品の場合も同様の理由により乾式法の測定が望まれている。乾燥食品は、製品の粒度分布が味覚や賞味期限に大きな影響を与えるため厳密な粒度管理がとくに重要である。以上の調査結果をベースにLA-910用乾式測定ユニットは、上述のような粒子のそのままの状態の粒度分布を測定する必要がある分野(乾燥食品、医薬品の顆粒、乾燥塗料、コーティング粒子、鉱物等)をターゲットとして開発した。

3.2 測定光学系

乾式法は湿式法と同じ原理・光学系で測定するが、光源はHe-Neレーザー光だけを使用する。これは、図5に示すように乾燥粉体は、自然状態では粒子間相互に働く静電気力、ファンデルワールス力、磁力などのため完全には分散しない傾向があり、測定対象範囲は0.4~1000 μ mとなる。

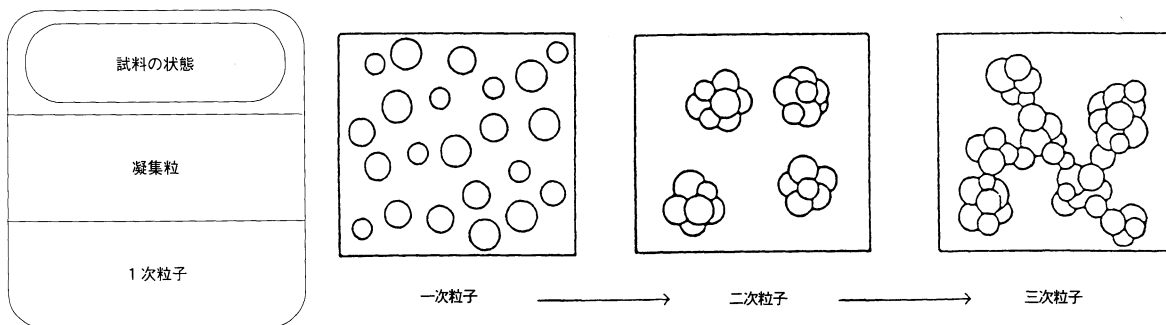


図5 一般的な微粒子の凝集状態
Aggregation of particles
一次粒子がファンデルワールス力などの相互作用により凝集粒(2次粒子)を形成し、さらに高次の凝集粒を形成している。

4. 乾式測定ユニットの装置構成と動作

乾式測定ユニットを接続して測定する場合の全体構成を図6に示す。

操作部(データ処理部:SD-21)のファンクションキーにより吸引器を動作させ乾式専用セル内を常圧から-3.2~-5.6kPaだけ減圧し、サンプリング系に一定の空気の流れを作り出す。コントローラーの圧力センサが、セル内が規程の減圧状態になったのを確認するとCRT画面上にOKサインを表示する。次に乾燥試料をあらかじめ入れたカップをフィーダーに取付け、ファンクションキーより試料カップ振動用モータを駆動する。振動で落下した試料は、LA-910の測定部に取り付けられた乾式専用セルに入る。試料がセル窓を通過すると、試料からの散乱光が検出され粒度分布を演算し、表示する。測定が終わった試料は、吸引器によりセル内から排出される。これらの測定フローを図7に示す。他の測定操作は、湿式法と同様に操作部(SD-21)により全て行うことができる。

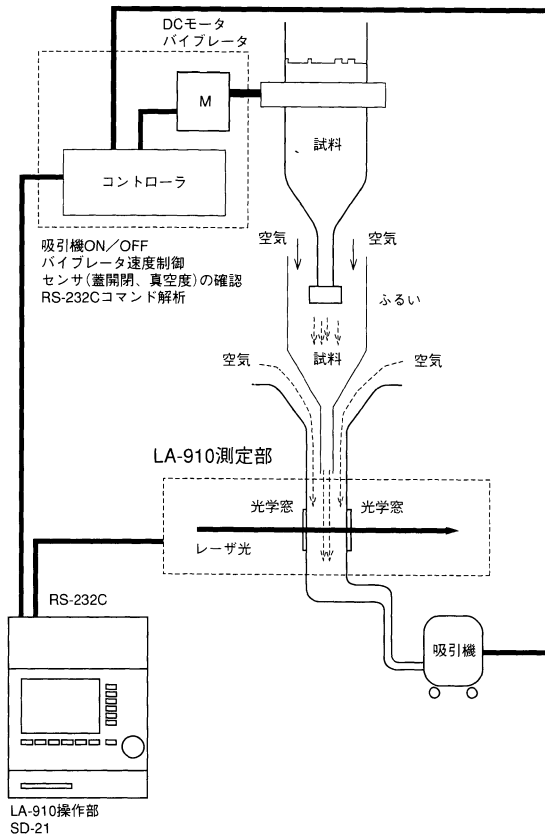


図6 DPFの全体構成
Flow diagram of dry powder measurement system (DPF)

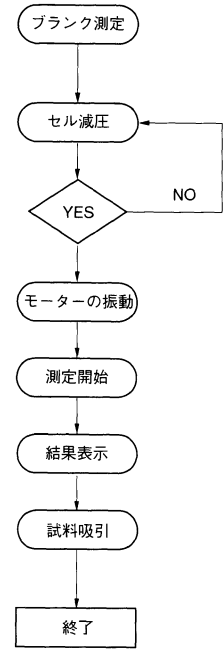


図7 乾式測定フローダイアグラム
Flow diagram of dry powder measurement system

5. LA-910の特長

LA-910には、次のような特長ある。

- ① 0.02~1000 μm の粒子径範囲をレンズの切替え操作なしで一度に測定可能。
- ② 測定範囲を80分割ヒトグラム表示(累積分布も同時表示)。
- ③ 0.4~1000 μm までの簡易粒度分布をリアルタイムに表示(図8)。
- ④ 簡易粒度分布の三次元表示(時系列表示)(図9)。

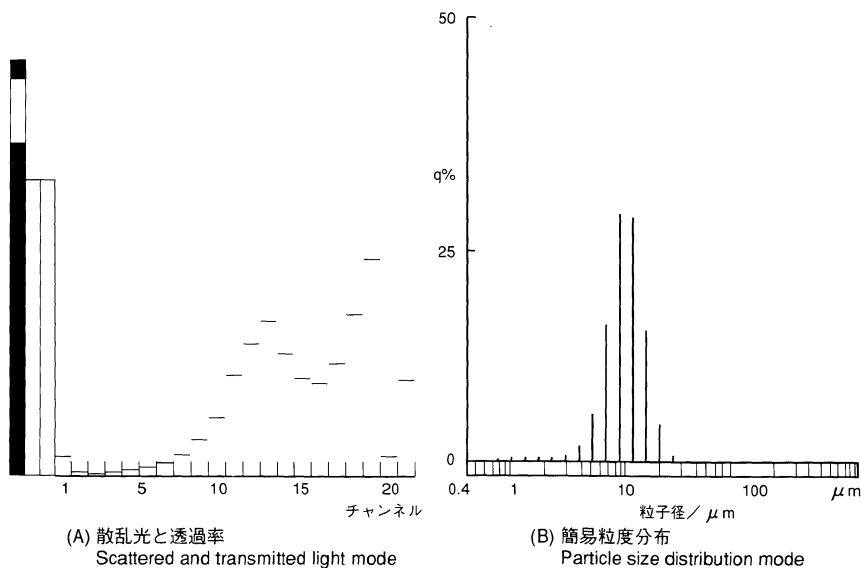


図8 簡易粒度分布のリアルタイム表示
Real-time display in convenience mode

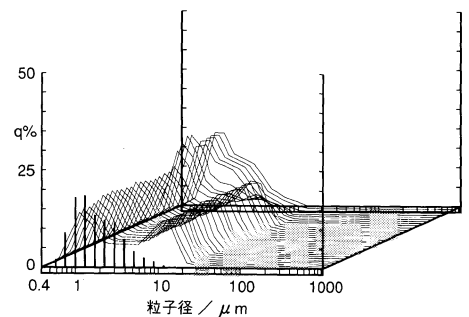


図9 簡易粒度分布の時系列変化を三次元表示
3D display in time series on particle size distribution measurement mode

- ⑤ 測定開始から結果表示まで通常約20秒の高速測定.
- ⑥ カラーCRTと対話形式による高い操作性.
- ⑦ 測定データのプロッピーディスクへの保存, 呼出, 多彩な処理機能を搭載.
- ⑧ 保存データのテキスト変換機能の装備.
- ⑨ 測定データを一時的に記憶しておくクイックメモリー装備(最大5個).
- ⑩ 測定条件, 表示条件変更に伴う粒度分布再演算(再測定なし)可能.
- ⑪ オートサンプラと自動希釈ユニット(オプション)の組み合わせにより24試料の連続全自動測定可能.
- ⑫ 乾式測定ユニット(オプション)の接続により乾燥試料の測定可能(図2参照).

6. LA-910と乾式ユニットでの測定例

6.1 ポリスチレンラテックス(PSL)による直線性の確認(湿式)

図10は, 広く粒度分布測定の標準試料として用いられている, 非常に均一で単分散であるポリスチレンラテックス(PSL)粒子を湿式法で測定した結果である. $0.08 \mu\text{m}$ から $1000 \mu\text{m}$ までの広い粒子径範囲において, 測定値とPSLメーカー公表値の間に直線性が得られている. このことから全測定領域に渡って精度高い結果を得ることができる装置である.

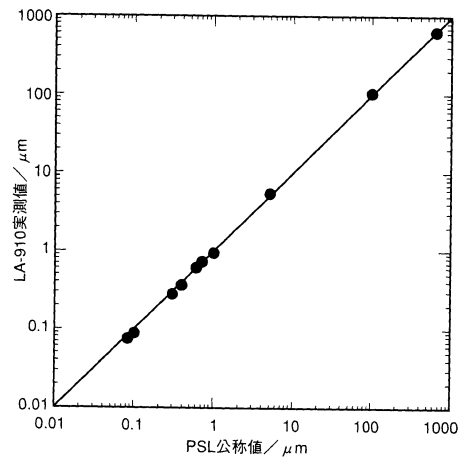


図10 ポリスチレンラテックス(PSL)の測定結果
Measurement results of polystyrene latex (PSL)

6.2 混合物試料による粒度分布分離能の確認

公称値 $0.2 \mu\text{m}$ と $0.4 \mu\text{m}$ のPSL二種類を混合した試料を湿式法で測定した結果を図11に示す. それぞれの粒子径の公表値と粒子径がよく一致しており, 本装置が非常に高い分離能を有していることがわかる.

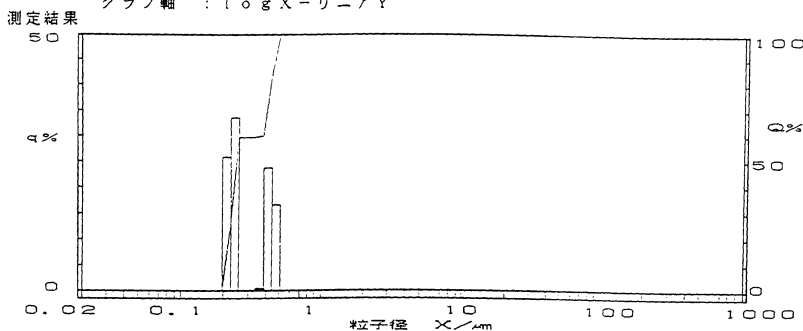
HORIBA LA-910

レーザー回折/散乱式粒度分布測定装置

試料名 : 0.2+0.4
ID : 93/06/10-14:27-466
ファイル名 : SAMPLE04

測定条件
透過率 レーザ : 89.7% 分布形態 : 単分散
 LAMP : 69.1% 取り込み回数 : 10回
屈折率 : 1.19-0.00i

表示条件
粒子径基準 : 体積基準 粒子径間隔 : 固定間隔
グラフ軸 : log X-リニア Y



メジアン径 = $0.249 \mu\text{m}$ 粒子径% ($1.000 \mu\text{m}$) = 100.0%
比表面積 = $212466 \text{ cm}^2/\text{cm}^3$ %粒子径 (10.0%) = $0.208 \mu\text{m}$

図11 混合試料による分離能の確認
Particle size distribution of a mixture of different particle size of PSL

6.3 相馬標準砂による湿式法と乾式法の比較

図12は, アメリカ空軍に規定されている航空機類の防塵試験ダストとして用いられている相馬標準砂を湿式および乾式法にて測定した結果で, 両者はよく一致しており, DPFでうまく分散されていることが確認できた.

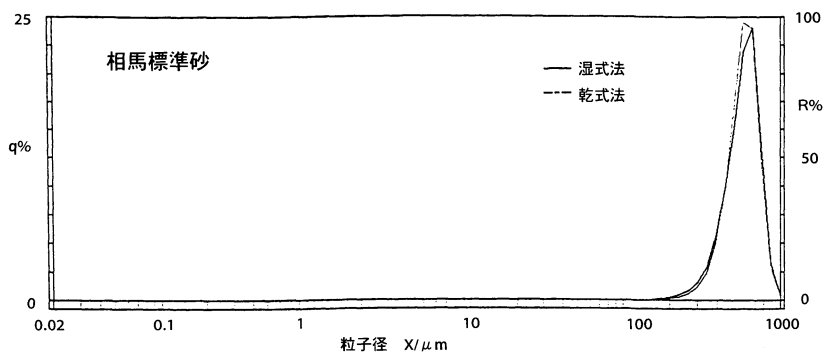


図12 相馬標準砂の湿式法と乾式法による測定結果
Comparison of dry and wet sample measurements of Soma standard sands

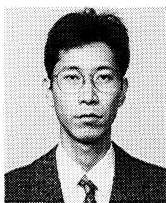
7. おわりに

当社では、遠心沈降式粒度分布測定装置CAPAシリーズを初めとして、レーザ回折/散乱式粒度分布測定装置LAシリーズを開発、製品化してきた。今回製品化したLA-910とDPFを用いることによって、より幅広い性状の試料を測定できるようになり、粉体計測関連装置群が一段と充実できたと自負している。

一方、磁性粉のような凝集性の強い試料のペースト法による前処理など、粒度分布測定に関するノウハウを積極的に開発してユーザーの皆様のお役に立ちたいと願っている。本稿が、より一層の緊密な情報交換のきっかけになれば幸いである。

参考文献

- 1) 湯原義公, 鈴木哲也, “レーザ回折/散乱式粒度分布測定装置 LA-700”, Readout -HORIBA Technical Reports-, No.4, p.30-36 (1992).
- 2) G.Mie, Ann.d.Physik, 25, 4, 429 (1908).
- 3) M.Kerker, "The Scattering of Light and Other Electromagnetic Radiation" Academic Press (1969).
- 4) H.G.Barth "Modern Methods of Particle Size Analysis", John Wiley & Sons (1984).
- 5) 高橋幹二著 “改著 基礎エアロゾル工学”, 養賢堂(1982).



湯原 義公
Yoshihito Yuhara

製品開発部
1990年入社
光学分析装置の開発・企画に従事

