

Product Introduction

新製品紹介

レーザー回折／散乱式 粒子径分布測定装置 LA-960

The LA-960 Laser Diffraction/Scattering Particle Size Distribution Analyzer

梅沢 誠

Makoto UMEZAWA

菅澤 央昌

Hirosuke SUGASAWA

レーザー回折／散乱式の粒子径分布測定装置の最上位機種となる次世代機種 LA-960を開発した。従来より高い完成度で好評を得ているLA-950V2のハードウェア設計をベースに、大幅な解析能力の向上を実現した装置がLA-960である。LA-960の特徴として、以下の5つのポイントが挙げられる。

1. 最小粒子径の測定精度／再現性の向上
2. 測定可能な粒子径上限の拡張
3. 最新の演算アルゴリズムの導入
4. 新ソフトウェアGUI
5. 旧機種とのデータ互換

各装置特徴についての詳しい解説を行う。また、装置性能については、実際の測定事例を交えて紹介する。

The LA-960 particle size distribution measurement instrument with laser diffraction/scattering is a next-generation model that was developed as the highest-end model of its type. The LA-960 is based on the LA-950V2 hardware design, which has a high level of design maturity and has been popular in the past, and has significantly improved analysis capabilities compared to that model. The following 5 points are features of the LA-960.

1. Improved minimum particle size measurement accuracy and reproducibility
2. Increased maximum measurable particle size
3. Introduction of the latest calculation algorithms
4. New software GUI
5. Data compatibility with the old model

We would like to discuss the features of the instrument in detail. We will also provide actual measurement examples to show instrument performance.

はじめに

各種の工業プロセスで取り扱う粉体粒子の大きさは、製品の機能性を特徴づける重要な要素の一つである。レーザー回折／散乱式の粒子径分布測定装置は、セラミックスや顔料、電池材料、触媒、化粧品、食品、製薬など、幅広い分野で研究開発や品質管理の目的で使われている。

粒子関連市場の動向に目を向けると、近年のナノテクノロジーの発展により、粒子微細化・複合化の技術は目覚しく進歩し、より微細な粒子の粒子径分布をより正確に測定する要求が高まっている。LA-950V2は、ハードウェア性能において、その完成度は非常に高く、評価の高い装置であった。一方で、データ解析性能は、近年のコンピュータ技術の目覚ましい発展により大幅に向上しており、装置本体で検出された光信号を解析する能力には向上

の余地があった。Partica LA-960(Figure 1)は、最新のデータ解析技術を導入し、大幅な解析能力の向上を実現した次世代レーザー回折／散乱式粒子径分布測定装置である。

測定原理

レーザー回折／散乱法は、粒子径に応じて変化する散乱光パターンの違いを利用し、粒子径を求める測定法である。一定波長の入射光が、単一球状粒子に照射されると、散乱光強度分布は入射波長に対する粒子径の相対的な大きさによって変化する。

粒子が10 μm 程度以上の大きさでは、回折現象が支配的となる。散乱光は、入射光の透過方向である前方方向に集中し、回折光強度分布は粒子径のみの関数となる。粒子径が10 μm 程度以下の粒子径になると、散乱光強度分布は粒子相対屈折率により敏感に変化するMie散乱となる。散乱光は前方だけでなく、側方から後方まで広い角度範囲で検出される。粒子径がさらに小さくなり、波長の1/10程度以下になると、粒子径が変化しても散乱光強度分布の変化は僅かになる。この散乱挙動はレイリー散乱として理解される。散乱光強度分布からの粒子径の識別は困難となり、原理上の測定下限となる。

回折やレイリー散乱は散乱現象を簡略化して取り扱うものであり、Mie散乱理論を用いて散乱現象を取り扱うことで広範囲の粒子径をより高精度に解析することができ、LA-960ではこのMie散乱理論を計算に使用している。

装置概要

LA-960の特徴について紹介する。

最小粒子径の測定精度向上

従来機種から継承する二波長光学系による測定ワイドレンジに加えて、微弱光測定に対応した信号処理のアルゴリズムを新たに開発し、世界最小粒子径20 nmの標準ポリスチレンラテックス粒子に対して $\pm 0.6\%$ の高精度測定を実現した。



Figure 1 LA-960

測定可能な粒子径上限の拡張

光学系の構成図をFigure 2に示す。フローセルとリングディテクタ間の長い光路長を有効に活用することで、高い空間分解能を実現している。これにより、大粒子に感度を持つ低角の散乱光信号を高精度で安定に検出することが可能となっている。LA-960では、最大5000 μm までのワイドレンジ測定を実現している。また、光学系の検出器を高さ方向に配列することで、床面積を従来機とほぼ同じに留め試料室を広く確保し、日常の試料室内メンテナンスがしやすい構造となっている。

最新の演算アルゴリズムの導入

最新のデータ解析理論を導入し演算アルゴリズムを新たに開発した。全粒子径範囲に渡って安定した高品質の解析性能を提供する。また、新演算ではこれまで事前に入力が必要であった反復回数パラメータが不要となった。粒子径分布演算が実行されると、最適な演算条件が自動設定される。

新ソフトウェアGUI

LA-960では、ソフトウェアGUIに全面的な改良を施した。ソフトウェアデザインを一新すると同時に、操作性と視認性を向上させた。使用頻度の高い操作ボタンやアイコンは実用を考慮して再配置した。使用頻度の高い操作ボタンは大きく表示し、フォントサイズも大きくし、視認性を高めた。

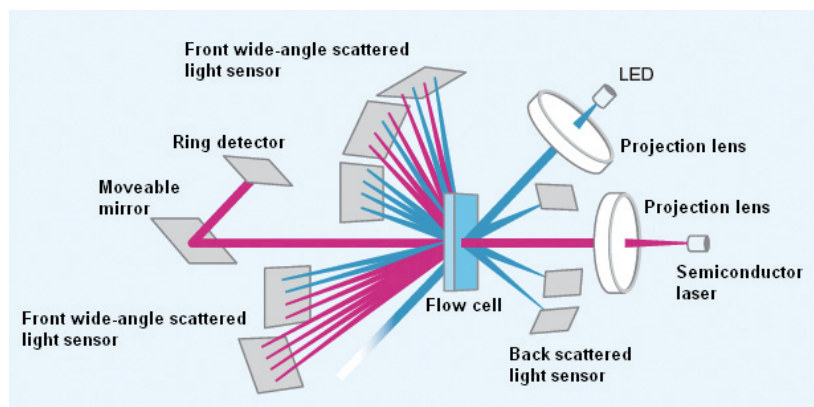


Figure 2 LA-960 optical system

Figure 3は、測定画面であり散乱光強度と簡易的に算出された粒子径分布がリアルタイムで表示される。測定を最適な分散状態で開始するために、粒子凝集や気泡混入の有無などを本画面上で確認する。もし、凝集、気泡混入が確認できれば、超音波分散処理や空気抜き処理のシーケンスを実行して分散状態を最適化する。

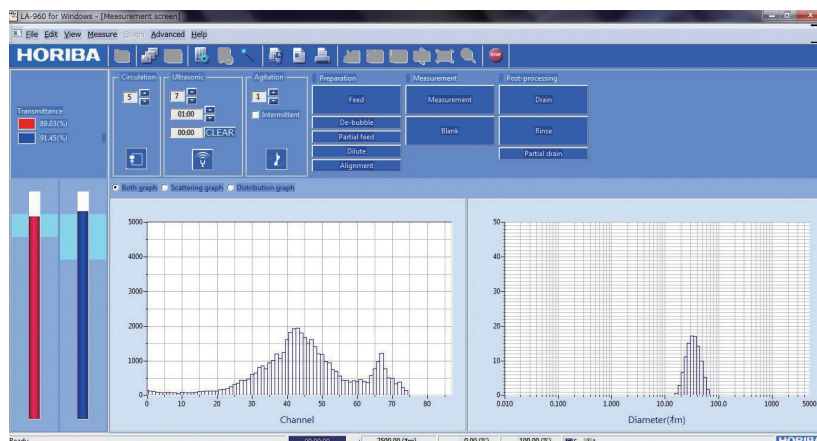


Figure 3 Measurement window

Figure 4は、測定結果画面である。粒子径分布表示は、グラフ形態、積算分布表示など、オペレータ任意の表示が可能である。測定条件と測定結果の情報は上部に表示される。拡張機能として、測定結果を様々な方法で解析するためのツール、例えば、散乱光解析、検出器出力確認、分布ピーク分離ツール、などが準備されている。これらの機能を有効活用することで多様な解析が可能である。

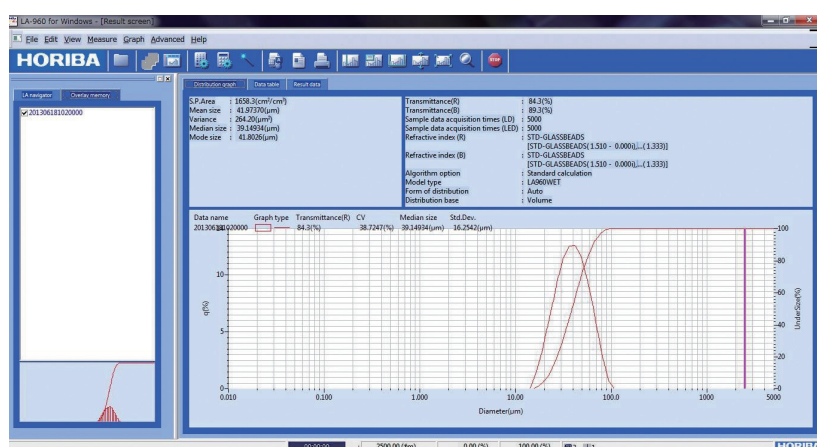


Figure 4 Measurement result window

旧機種とのデータ互換

LA-960ソフトウェアは、一世代前の機種であるLA-950V2との完全なデータ互換機能を標準仕様としてサポートしている。また、二世代前の機種であるLA-920に対しては、有償にてデータ相関機能を搭載したソフトウェアを提供する。

粒子径分布解析性能の向上

レーザー回折／散乱式粒子径分布測定装置では、検出された散乱光信号はMie散乱理論に基づいて解析され、粒子径分布が算出される。LA-960では、近年のコンピューター性能の進歩により実現可能となったデータ処理の高速化や最新の計算理論を導入している。ここでは、その内容の詳細について紹介する。

次世代解析アルゴリズムの採用

静的光散乱式の粒度分布測定装置では、粒度分布算出時に行列の逆問題を解く必要がある。従来機LA-950では、Twomey反復法と呼ばれる、1960年代に開発された古い計算方法を用いていた。しかし、行列の逆問題は数学的にはインターネットの検索問題や生体信号の解析と

類似する点が多く、近年さまざまな解法が開発されている。LA-960では、これらの解法を分布算出問題に適用することにより、Twomey反復法では実現できなかったピーク位置精度や偽解の低減を実現している。具体的には、対称LQ法(Symmetric LQ method), MRNSD法(Modified Residual Norm Steepest Descent method), HyBR法(Hybrid Bidiagonalization Regularization method)など複数の解法をLA-960の演算アルゴリズムに使用している。

Mie散乱理論関数の高精度化

装置本体で検出された散乱光信号から粒子径分布をより正確に計算するには、測定試料の相対屈折率に対応した高精度のMie散乱理論関数が必要である。今回、理論関数計算を高精度化するため、取り扱うデータ長を増加した。すなわち、関数内で使用されている基本数をDouble (64ビットプリミティブ浮動小数点) から、BigDecimal (任意精度符号付小数)に変更した。これにより、粒子径分布演算で実行される無限級数演算におい

て発生する桁落ちや情報落ちを最小限にとどめ、十分な演算精度(表示部と同等の精度)を確保することができた。しかしながら、扱うデータ量およびオブジェクト生成時間の増加により、Mie散乱理論関数の計算時間の遅延が懸念された。この問題には、演算処理の並列化とキャッシュ活用による演算効率化により対応し、計算の高速化を実現している。現行機種並みの時間で精度の高いMie散乱理論関数の作成が可能となっている。

LA-960では3次元モデルを基本とした光線追跡技術により、セルやスリット、検出器、散乱光源などを統一的に扱える試験環境において、理想的なMie散乱理論関数の評価を行った。LA-960のMie散乱理論関数には、検出器や光源の機械的誤差の影響、セル内外の反射光の影響、などが精密に考慮されており、より正確な測定の実現に大きく貢献している(Figure 5)。

測定結果例

LA-960の測定性能を示す測定例をいくつか紹介する。

単分散試料の測定例

Figure 6は、測定下限粒子径付近の20 nm標準ポリスチレンラテックス粒子の3回連続測定の結果である。3測定の結果はいずれも測定精度 $\pm 0.6\%$ 以下の範囲にある。微弱光信号の処理性能が大幅に改善され、20 nmPSLの高精度／高感度測定を可能としている。

Figure 7は、測定上限付近の4 mm径ガラスビーズの測定結果である。LA-960では、微弱光信号に対する解析性能の向上と測定上限の拡張により、従来よりもさらにワイドレンジでの高精度測定を実現している。

多分散試料の測定例

多成分混合試料の測定結果例を示す。LA-960では、混合粒子の各粒子径ピークの位置、および混合比率において高精度測定を実現している。Figure 8は、異なる2種類のガラスビーズの混合試料

の粒子径分布測定結果である。ピーク位置およびピーク高さについて、それぞれガラスビーズ径22 μm および100 μm 位置に正しく分布ピークが得られ、ピーク高さも混合比3 : 7で正確に得られている。

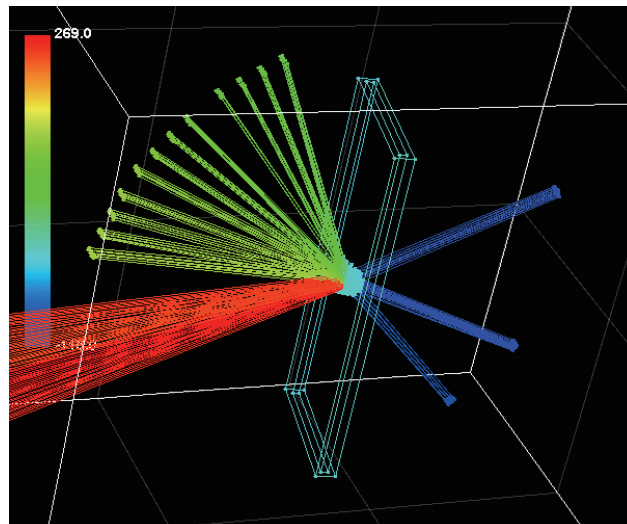


Figure 5 3-D ray tracing-applied Mie scattering modeling

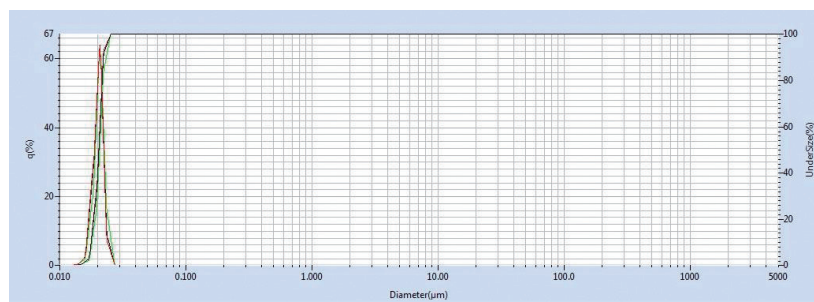


Figure 6 20 nm polystyrene latex(NIST Standard)

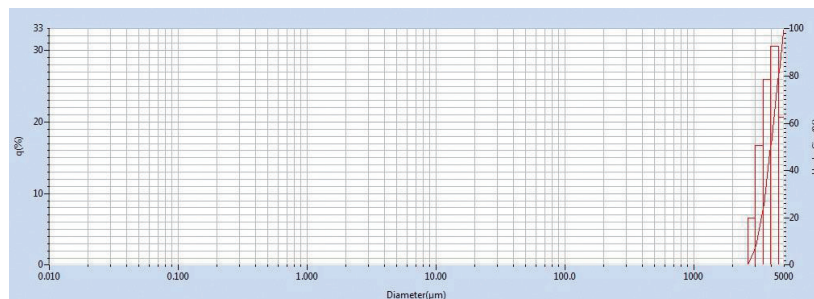


Figure 7 Glass beads(4 mm)

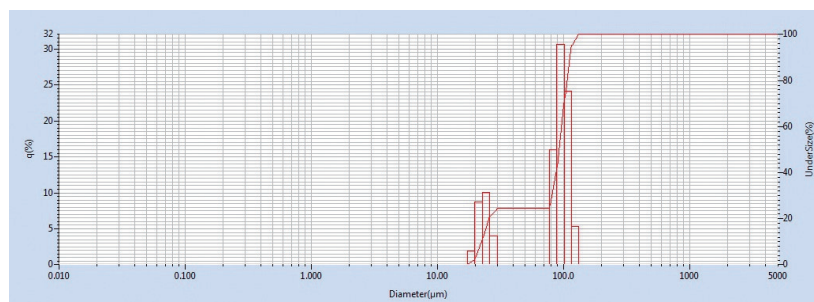


Figure 8 Bimodal glass beads (GBM-20 : D50=21~23 μm , GBL-100 : D50=99~101 μm), mixing ratio 3 : 7(GBM-20 : GBM-100)

Figure 9は、3種の異なる粒子径分布の測定結果である。ピーク分解能の高さを示す結果の一例である。

Figure 10は、ブロードな分布の混合試料の測定結果の一例である。各混合アルミナの粒子径1.2 μm および6.2 μm の位置に正しくそれぞれの粒子径分布が得られている。

LA-960は、多種多様な粒子の様々な分布形状に対して、高品質の粒子径分布測定性能を提供する。

おわりに

演算系の解析技術の開発を中心にLA-960の装置の特徴を紹介してきた。光学系、循環系、および演算系により構成される装置において、散乱光信号から粒子径分布を算出する演算系は、装置性能を決定付ける上で特に重要な要素である。最新テクノロジーを応用した解析技術を搭載したソフトウェアに、従来機種で長年定評のある高性能ハードウェアが融合した。品質管理用途はもちろん、科学技術の進歩とともに、今後ますます微細化する粒子計測の要求にも十分に満足してお使いいただける装置である。

謝辞

LA-960の開発および評価には、国内外より多くの方に協力をいただき大変貴重なアドバイスを数多くいただいた。この場を借りて心より感謝する。LA-960が、ユーザーの日ごろの品質管理から研究開発まで、幅広い分野においてお役に立てれば幸いである。

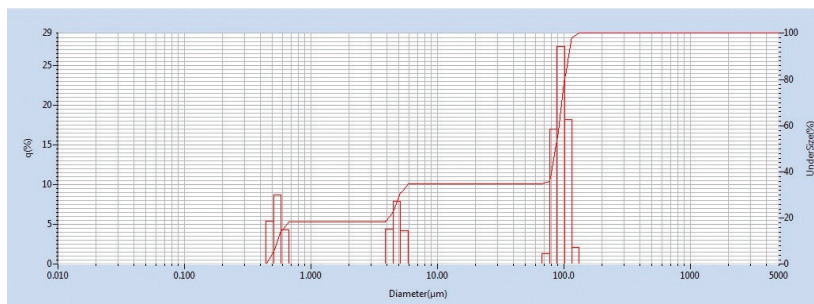


Figure 9 Trimodal PSL (0.08 μm , 6 μm , 100 μm)

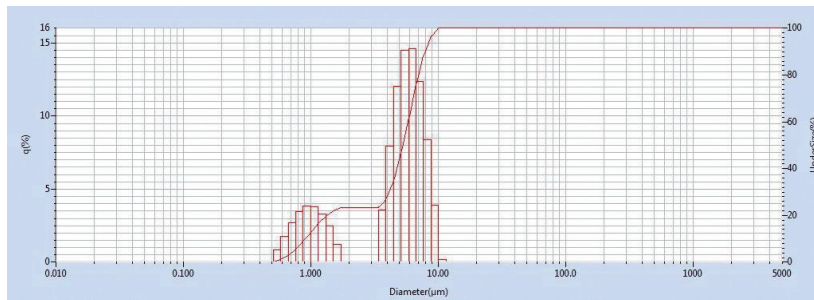


Figure 10 Bimodal Alumina (WA#2000 : D50=6.2 μm , WA#8000 : D50=1.2 μm)

参考文献

- [1] 東川 嘉昭, *Readout (HORIBA technical report)*, 30, 74 (2005)



梅沢 誠

Makoto UMEZAWA

株式会社 堀場製作所
開発本部 アプリケーション開発センター
科学・半導体開発部



菅澤 央昌

Hirosuke SUGASAWA

株式会社 堀場製作所
開発本部 設計センター
ソフトウェア設計部