

動的粒子像解析装置パーシェアナライザ[®] PAS

Dynamic Particle Image Analyzer: Parshe Analyzer[®]

清水 健司

ホソカワミクロン株式会社 粉体工学研究所 開発室

Kenji SHIMIZU

Development Department, Powder Technology Research Institute, Hosokawa Micron Corporation, JAPAN

抄 録

粒子の測定方法には様々な種類があるが、粒子の形状評価や、ごく少量含まれる粗大粒子の評価には、画像解析法による粒子径測定が有効である。動的画像解析装置であるパーシェアナライザ[®] およびオプションの自動試料調製・分注装置オートサンブラを実際の粉体の測定例と共に紹介する。

ABSTRACT

There are various types of particle measurement methods, and particle size measurement by image analysis is effective for evaluating the shape of particles and evaluating coarse particles contained in very small amounts. The Parshe Analyzer[®], which is a dynamic particle image analyzer, and the optional Auto Sampler, which is an automatic sample preparation and dispensing device, are introduced with examples of actual powder measurement.

1 はじめに

様々な工業製品には粉体技術が大きくかかわっている。製品の高機能化が進み、より高度な粉体技術が用いられる中で、粉体の評価技術にも進化が求められている。現在、粉体の粒子径分布測定では、レーザー回折・散乱法を用いた評価が一般的である。この方法では粒子の集合体としての粒子径分布を計測しており、短時間で広い範囲の粒子径分布の測定が可能である。一方で、粒子の形状評価や、ごく微量に含まれる粗大粒子等の評価には、画像解析法による粒子径測定が有効である。画像解析法には顕微鏡のように対象粒子が動かない静的画像解析法と、移動する粒子を測定する動的画像解析法の両方があるが、動的画像解析法は短時間で多数の粒子を効率

的に測定するのに適している。本稿では当社が提供している動的画像解析装置、パーシェアナライザ[®] (PAS)^[1-4] について紹介する。さらに、自動前処理装置オートサンブラを用いた測定例も紹介する。

2 PAS の概要

PAS (図 1) は動的画像解析装置の一種で、サブミクロンから百数十 μm の粒子を懸濁液にした状態で装置に供給、その粒子を高速かつ正確に撮影し、画像解析により粒子径や各種の形状パラメータなどのデータを得ることができる (図 2)。フラットシースフロー方式により、測定中は常に全ての粒子を焦点位置に移動させることができるため、正確で精度の高い粒子の形状測定を実現している。



図1 パーシェアナライザ® (左) とオートサンプラ (中) の外観, および解析結果の表示画面イメージ (右)
 Fig. 1 Appearance of the Parshe Analyzer® (left), Auto Sampler (center), and an image of the screen displaying the analysis results (right).

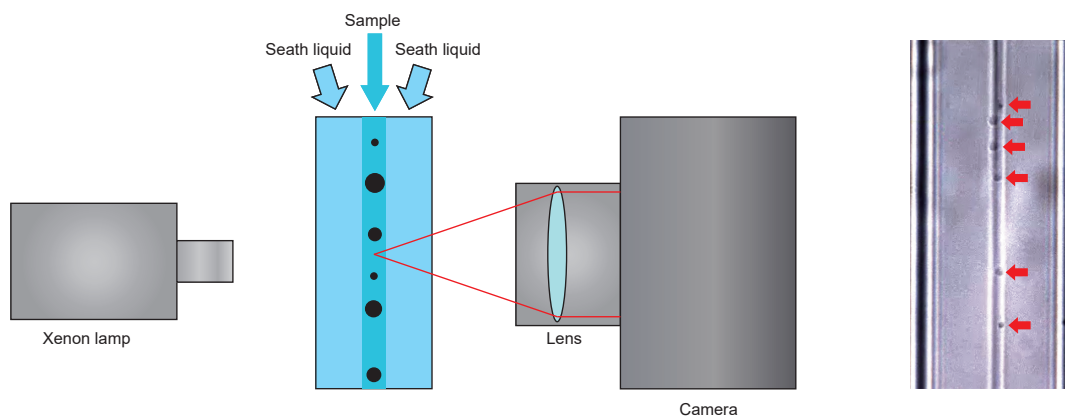


図2 フラットシースフローのイメージ図と移動する粒子の様子
 Fig. 2 Image of flat sheath flow (left) and photo of flowing particles (right).

本機は測定したい粒子の大きさによってレンズを交換する際にも、ソフトウェアの操作のみで容易に交換できる。オプションとして粒子を適切に分散し、装置に供給する前処理装置であるオートサンプラを用意しており、人的誤差を排除することが可能である。

3 原理^[1-4]

フローセル内のカメラの焦点の合った位置に、粒子を含むサンプル液をシース液で挟み込み連続供給することで、焦点のあった粒子画像を得ることを実現している (図2)。キセノンランプとカメラの間にフローセルを配置し、キセノン光により、粒子像を影絵のようにカメラで撮影することで、輪郭抽出を容易にしている。動的画像解析で問題となりやす

い、粒子焦点位置からのごく僅かなズレも、自動焦点調整機構によって補正され、クリアな粒子像を得ることができる。これらの特徴は、高度な光学/流体制御/電気/画像解析技術の組み合わせによって実現している。

4 PASの測定例—粗大粒子の評価—

白色溶融アルミナ (JIS 試験用粉体2のNo. 1) をPASにて測定した例を示す。サンプル 80 mg に対し、純水 10 ml を加えて超音波槽で5分間分散させた。分散液をPASの標準 (10倍) レンズを用いて、10秒間の撮像時間で測定を実施した。

図3(a)に測定画像の一部を示す。粒子画像の下部の数値は粒子径 (円相当径, μm) を示している。この測定結果では、同じような粒子径であっても、



図3 アルミナの測定画像 (a: 円相当径, b: 円形度, c: アスペクト比)
 Fig. 3 Measured image of alumina. (a: circle equivalent diameter, b: circularity, c: aspect ratio)

単一の粒子 (A) の場合と細かい粒子が凝集しているもの (B), また粒子同士の距離が近いことで一つの粒子として検出しているもの (C) がある事が分かる。このように粒子1個1個の画像を確認できるため、例えばこの粉体で6 μm以上の粗大粒子の個数を確認しようとした場合に、粗大粒子の個数および割合の定量的な情報と同時に、粗大粒子の定性的な情報を推測することも可能である。

またPASでは粒子径と同時に円形度やアスペクト比や平均輝度値(粒子領域の各画素の輝度の平均値)などの粒子形状パラメータを得ることができる(図3(b), (c))。サンプル形状を評価する他にも、例えば円形度の高い円形に近い粒子のみを表示する等、目的とする粒子を効率的に抽出することも可能である。

この測定では10秒間の撮影で約14万個の粒子を測定した。実際には撮影前後には装置内部の自動洗浄動作があるため、1サンプルの測定に必要な時間は3分程度必要となるが、PASの測定速度は非常に速いため、測定粒子数を増やす事が容易であり、数十万個中に数個~数十個の割合で含まれる異物の検出にも使用されている。

5 オートサンプラを用いた測定例

オートサンプラはサンプルの調液、攪拌、PASへのサンプル投入を自動で行うオプション装置である。攪拌機構としての攪拌棒と超音波ホーンを搭載している。容器への粉体サンプルの秤量とPCソフトへの条件設定のみにより、自動で12サンプルまでの

測定をすることが可能となり、測定作業の省力化とサンプル調製時の人的誤差の低減に寄与することが期待できる。

オートサンプラを用いてカーボンブラックの粗大粒子の検出測定を実施した例を紹介する(図4)。サンプルはJIS試験用粉体1の12種(カーボンブラック)を使用した。カーボンブラックやトナーのような水系溶媒となじみ難い粉体のサンプル調製では、少量の界面活性剤を添加して手作業でなじませる工程を設ける場合がある(図4上段)。表1の条件にて手動調製およびオートサンプラを用いたサンプル

調製を実施しPASにて $n=6$ にて測定した。PASの測定時間は10秒間で測定粒子数は16~20万個であった。

図5に測定結果を示す。円相当径や円形度に関して、いずれの調製条件でも同等の測定結果である事が確認できる。また5 μm 以上の粒子個数においては、オートサンプラを使用した測定値のバラツキが小さくなっている。オートサンプラにより毎回同じ条件で分散動作をすることにより、より安定した結果が得られたと推測できる。

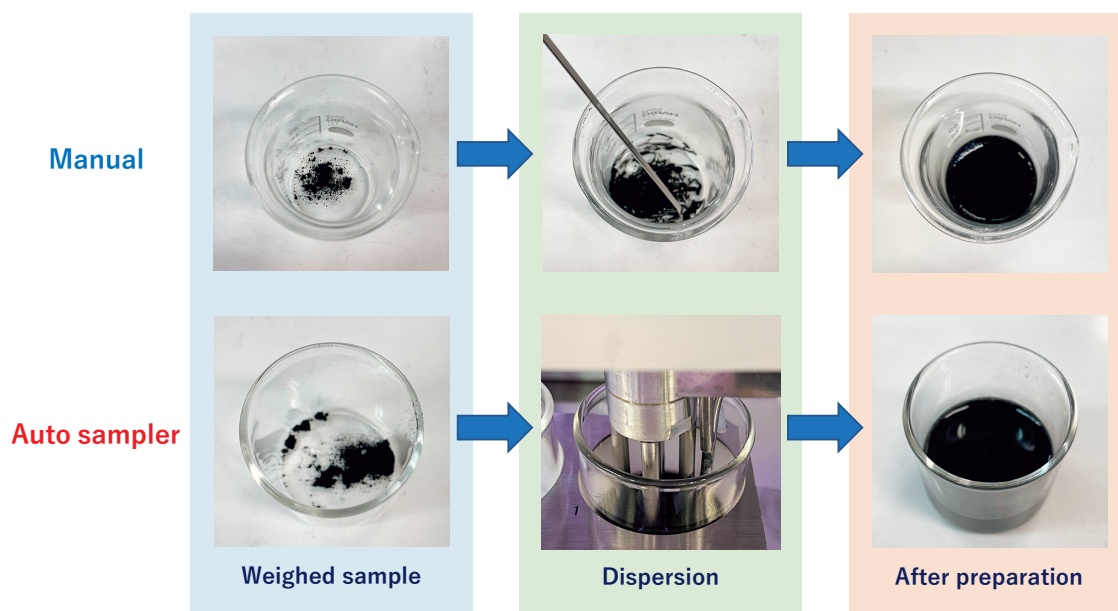


図4 分散動作およびサンプル調製後の写真

Fig. 4 Photo of dispersion and after preparation by manual and by Auto sampler.

表1 手動およびオートサンプラの調製条件

Table 1 Sample preparation conditions by manual and by Auto sampler.

	Manual	Auto Sampler
Sample amount [mg]	20	20
Dispersant (neutral detergent)	Undiluted solution × a few drops	5% solution × 5 ml
Dispersion method	Blend with a spatula	Stirring: 200 rpm × 20 s. Ultrasonic: 10 s
Dispersion medium amount [ml] (Sheath fluid)	15	10
Dilution stirring conditions	Ultrasonic bath × 5 min	Stirring: 400 rpm × 30 s Ultrasonic: 30 s

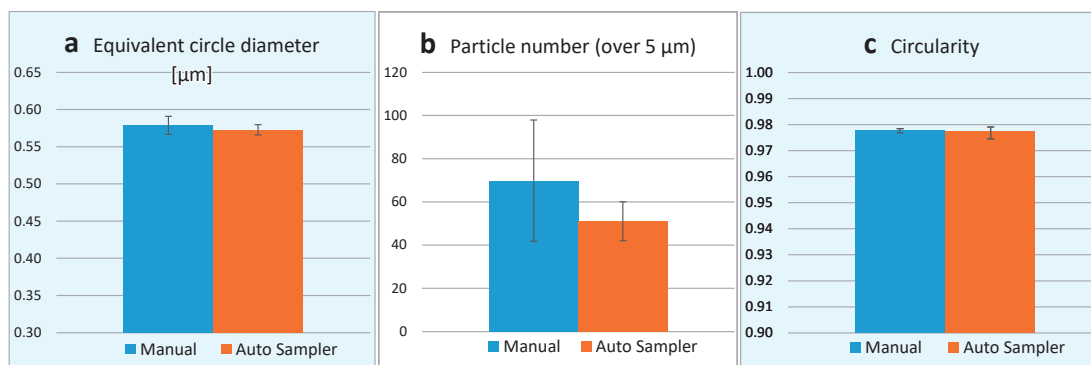


図5 手動とオートサンプラを使用してサンプル製作したカーボンブラックの測定結果

Fig. 5 Measurement results of carbon black prepared by manual and by Auto sampler preparation.

6 おわりに

動的画像解析装置パーシェアナライザ[®] (PAS) は、幅広い業界で使用されていた既存の動的画像解析装置の終売の発表を受けて開発を行った装置である。発売後、終売機のユーザにも利用され、相関性のある測定値が得られることを確認しており、操作性も高く評価されている。また焦点位置の自動調整機能やレンズ倍率の自動切換え機能の搭載、サブミクロンレベルの微小な粒子の高い検出感度等、他の装置にはない特長を備えている。粒子1個1個の画像を高速で測定することのできる本機は、既存の方法で粒子径分布を測定しているユーザに対しても新たな知見を提供することができると考える。高度な粒子設計における新たな評価技術とし

て、本機が先進的な技術開発の一助になれば幸いである。

References

- [1] 笹辺 修司, “動的粒子像分析装置パーシェアナライザ PAS の紹介”, 産業機械, 12 (2020) 37–39.
<https://www.jsim.or.jp/pdf/publication/journal/a-1-55-01-00-00-20201221.pdf>
- [2] ホソカワミクロン (株), “動的粒子像分析装置パーシェアナライザTM PAS”, 2022.
<https://www.hosokawamicon.co.jp/jp/product/machines/detail/73.html?page=1&cat=8>
- [3] ホソカワミクロン (株) 発行, “動的画像解析装置パーシェアナライザ[®]”, 65 (2023) 86–87.
<https://doi.org/10.24611/micromeritics.2022017>
- [4] ホソカワミクロン (株) 発行, “動的画像解析装置パーシェアナライザ[®]”, 66 (2023) 78–79.
<https://doi.org/10.24611/micromeritics.2023016>