

ラボ用湿式篩分け機 ホソカワ/ミクロン ヴィブレット VBL

Laboratory Wet Sieve Machine Hosokawa Micron Viblette VBL

1. 概要

ヴィブレットは、上下1mmの強振動とムラのない散水によって、効率よく篩分けが行えるJIS篩対応(φ200mm, φ75mm)のポータブルな試験室用湿式篩分け装置です。

粉粒体の粒子径計測の一手法として、篩分け法が広く利用されています。篩を用いて粉粒体を任意に選別する方法ですが、操作性に難があり、敬遠されがちな評価方法です。

湿式の篩分け法は、主に品質管理に利用され、慎重な作業を求められますが、実作業は水道水を篩の上部から散水しながら、サンプルを筆などで分散させる、篩枠を叩く等の衝撃を与えるといったアナログ的で再現性の低い作業が含まれていることが多い。乾式篩分け法には適さない微細な目開きの篩を使用できる優れた評価方法ではあるものの、乾式篩分け法よりも労力を要する上、作業者間の誤差が生じ易く、熟練技術を必要とする評価方法でもあります。しかしながら、凝集性が強い粒子や静電気を帯びた粒子、油分を持つ粒子、密度が小さい粒子、レーザ回折・散乱法では検出できない微量の粗大粒子の検証用途などにおいて、ギャランティ可能な評価方法として根強い需要があります。湿式篩分け法を採用する用途の多くは、手篩い作業の対応を強いられており、上述した問題を抱えています。

本稿では、手篩い処理が必要とされる湿式篩分けを比較的簡便に、しかも再現よく、短時間処理できる湿式篩分け装置「ヴィブレット(VBL-1H)」について、当装置を用いた三薬局方医薬品クロスボビドンの粒度試験結果を交えて紹介いたします。

2. 構造

ヴィブレットは、1986年に開発された試験篩分け装置ミクロンウオシーブ(WST-1)の後継機として開

発された、図1に示す単段の湿式篩分け評価装置(VBL-1H)です。ヴィブレットは図2の断面図に示す散水ノズル部と振動部で構成される。振動部に篩とスペーサを重ねて置き、クランプを用いてセットし、本体のカバーを閉めると散水ノズルが所定の位置にセットされる簡便な構造です。

篩は、篩枠外径φ200mm、網目から篩枠上端までの高さ45mmが標準対応です。なお、網目から篩枠上端までの高さ60mmの篩および篩枠外径φ75mmのサイズにはオプション対応しています。

ヴィブレットには2タイプを用意しており、生産現場で簡易評価として用いられるVBL-1型と品質評価、研究用開発向けのVBL-1Hのハイスベック型がございます。ハイスベックタイプのVBL-1Hは、散水ノズルの回転数、水量、処理時間はPC上で任意に設定できるプログラムを用意しています。また、本体操作パネル上でも散水ノズルの回転数、処理時間、振動・散水のタイミングを簡便に設定・操作条件を保存できます。

必要なインフラは、AC100V 50/60Hz(海外は110-120V, 220V-240V)と水道水、排水溝です。給水は最大毎分8リットルに対応しており、実用給水量は毎分3リットル以上です。散水ノズルは、直管部の両端にノズルを配し、篩面と篩枠までを散水いたします。また、上部の飛散防止用のカバーやスペーサへの飛散分を洗浄する上部洗浄ノズルを有し、上部カバーへの付着物も篩面まで流水によって戻す構造としております。篩面への散水パターンは、中空円錐型とし、篩全面への散水を可能にしています。

強振動と全面散水化により、測定時間は従来機の最大1/3、使用する水量は1/6(当社比)に抑制できます。

篩JISφ75mm篩を利用することで、必要粉体量をφ200mmの篩を使用する場合よりも少なくできるため高価な粉体向けの測定に適しており乾燥時間の短縮



図1 湿式篩分け機 Viblette model VBL-1H

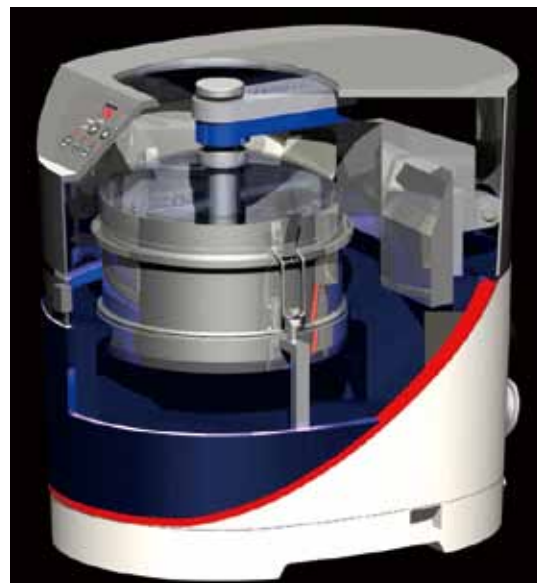


図2 VBL-1Hの断面図

による工数の軽減も図ることができます。篩は、外径φ200程度であれば、JIS, ISO, BS, DIN, Tyler, ASTMにも対応可能です。

乾粉のみではなくスラリーの連続処理が可能で、最大排出量10リットル/分と、多量のスラリーを連続的に供給することができるので、スラリー中の微量な粗大粒子の除去・検出が可能です。また、強凝集性、超微粉のサンプルや細かな目開き向けに超音波振動機能を特殊仕様として用意し、溶剤混入サンプル対応型も実績があります。

3. 篩分け効果例

従来機 WST-1と後継機 VBL-1Hの構造上の大きな差異は、散水パターンと振動発生方法です。

図3にJIS Z 8901試験用粉体2 白色溶融アルミナ No.6を用いた湿式篩分け能力の両機種比較の結果を示します。白色溶融アルミナ No.6のマイクロトラックによる乾式粒子径測定は $d_{50}=55\mu\text{m}$ 、個数分布に換算して $63\mu\text{m}$ の累積約65%です。

サンプル100.00gを電子天秤で秤量し、φ200mm JIS目開き $63\mu\text{m}$ の篩を用いて比較しました。各給水量は、VBL-1Hが4.7リットル/分、WST-1が5.3リットル/分としました。

湿式篩分け後、流水とエタノールを用いて篩面から残分をシャーレに回収し、80℃恒温槽で5時間乾燥し、デシケータで常温冷却した後、電子天秤で質量計測しました。この計測値から、予め110℃恒温槽で5

時間乾燥し、デシケータで常温冷却したシャーレの風袋を減算し、篩上残分から篩の通過率を求めました。

評価に用いたサンプルは、粒子径分布の結果から、篩通過率は約65%と推測されますが、VBL-1Hの篩通過率は、72%に達しております。

一方、WST-1を用いた30min処理結果は、VBL-1Hの5min処理の通過率に達していません。また、各処理時間でのバラツキは、VBL-1Hが最大標準偏差0.3に対し、WST-1では15分以下の処理では、最小でも標準偏差が5.4と大きな値でした。VBL-1Hは、WST-1の1/2程度の処理時間で再現性を確保した処理が行える結果であり、ユーザー様からも操作時間の短縮、より微細な篩の適用が可能になったとのご評価をいただいております。

4. クロスロピドンの評価

クロスロピドンの評価方法は、第十六改正 日本薬局方第十六追補「クロスロピドンの粒度」に次の通り示されます。

クロスロピドン20gを精密に量り、1000mLの三角フラスコに入れ、水500mLを加え、30分間振り混ぜた後、あらかじめ熱水で洗浄し、105℃で一昼夜乾燥し、質量を精密に量った235号($63\mu\text{m}$)の篩に注ぎ、透過液が透明になるまで水で洗い込。篩を残留物と共に乾燥器に入れ、空気を循環させずに、105℃で5時間乾燥し、デシケータで30分間放冷し、質量を

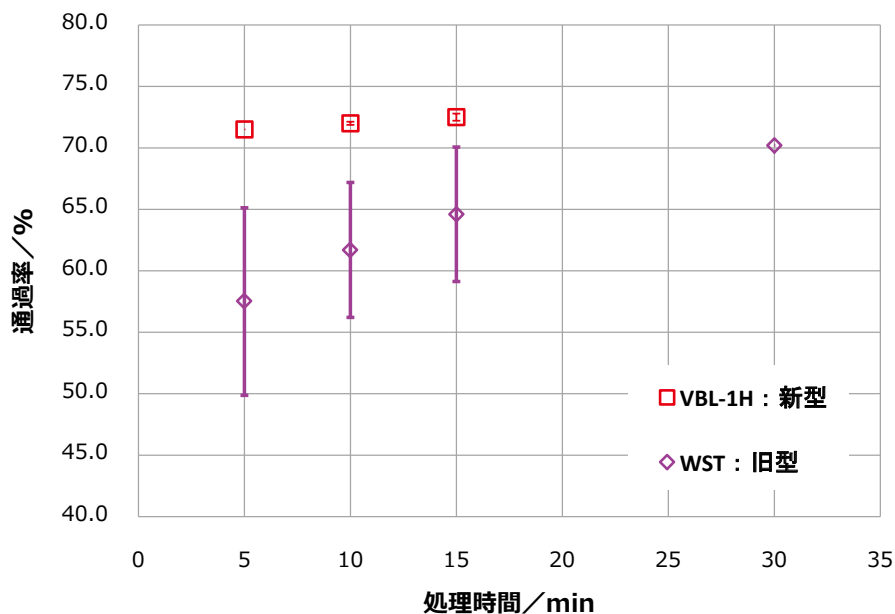


図3 新旧型機の性能比較

量。次式により235号篩上のクロスポビドンの残留物の量を求める時、タイプAは15%を超え、タイプBは15%以下。と規定されています。

篩上の本品の残留物の量(%) = $(M1-M3)/M2 \times 100$

M1 : 5時間乾燥後の篩と本品の残留物の質量 (g)

M2 : 乾燥物に換算した本品の秤取量 (g)

M3 : ふるいの質量 (g)

前記の前処理を施した後、VBL-1Hへチュービングポンプで連続供給して篩分けし、その他は、前記同様の方法で評価を行いました。サンプルは、BASF社製不溶性ポリビニルピロリドン(崩壊剤・分散安定化剤)、品名コリドンCL-F(タイプA)、CL-SF(タイプB)を使用しました。事前に手篩いを試みるも数時間でも篩分けが進まず断念しました。VBL-1Hはφ75のJIS篩を用い、振幅1mm、スプリングラノズル回転数は100r.p.m、散水量は3.6ℓ/minとしました。VBLの比較対象として、ロータップシェーカーを部分改造したものを、振幅1mm、上部からシャワーノズルを用い、散水量は5.9ℓ/minの条件にて使用しました。

透過液を3, 5, 7, 10, 15minで採取し、透明性を確認しました。その結果、VBL-1Hでは7min程度で透明な透過液となりますが、ロータップシェーカー改造品では、15min経過しても濁りが確認されてます。

図4に各タイプの篩分け結果を示します。VBL-1は約15min処理でタイプAの処理が終了でき、タイプBは3min処理で規定の15%以内に到達します。一方、ロータップシェーカーは透過液の濁りに見られる通り、60minの篩分け処理でもVBL-1Hの3min処理に到達しない結果となりました。

処理を終了したタイプAの篩上残分をSEM観察したところ、ロータップシェーカー処理品は、目開き63μm以下の微細な粒子が多数確認されました。一方、VBL処理品は、微細な粒子が僅かに観察されますが、粒子径がほぼ揃った粒子が多数を占め、篩分けがほぼ終了していることが確認されております。

本結果からクロスポビドンの評価用にVBLが利用できることが証明され、ご採用をいただいております。

5. 用途

上述した2つの事例が示す通り、良好な湿式篩分けが行えることから、幅広い用途にご利用いただいております。

- 納入実績を含めた、主な用途は下記の通りです。
- ・電子材料、ミネラル、ケミカル、電池材料などの微粒子中に混入している粗大粒子の検出、品質管理。
 - ・各種材料へのコンタミネーションの検出、従来よりも微細な目開きによる微量コンタミネーションの検出。
 - ・微粒子分級。篩通過微粉製品の取り出し。

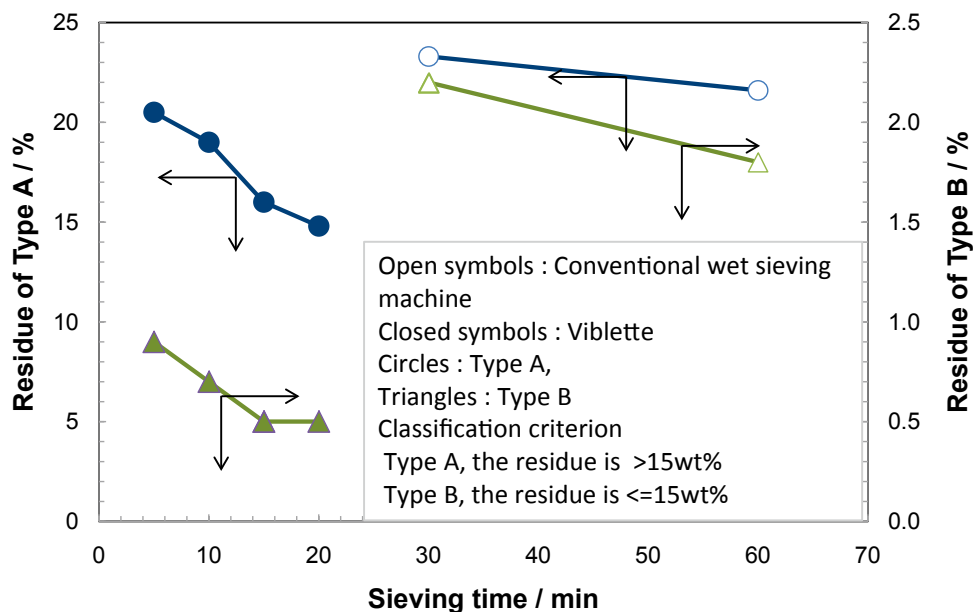


図4 三局方によるクロスポビドン試験結果

- ・ 乾式篩分けでは困難な、静電付着、強凝集体、油脂を含む食品、ナノ粒子などの品質管理。
- ・ 医薬品原料などの受入検査。
- ・ スラリー中の微量な凝集体検出、品質管理。
- ・ 溶剤を含むスラリーからの粉体の取り出し。
- ・ スープの不溶解物の評価。
- ・ 粒子の表面洗浄。

6. 仕様

型式	VBL
本体概略寸法 W×D×H	305mm×410mm×400mm
本体重量	46kg(VBL-1H: 51kg)
適用篩サイズ (直径)	約200mm または75mm
電源	100V (50/60Hz) 海外対応可
最大流量: φ200mm	3 L/min ~ 8 L/min
: φ75mm	2.5L/min ~ 5 L/min