

オンライン粒子径分布測定器「インテリサイザ™」の紹介

The Introduction of In-Process Particle Sizer - IntelliSizer®

田川 奨一郎

Shoichiro TAGAWA

ホソカワミクロン株式会社 粉体システム事業本部

Powder Processing System Division, Hosokawa Micron Corporation, JAPAN

抄 録

「インテリサイザ™」は、これまでのオプティサイザ®における測定部分の自動化の利点を踏襲しつつ、現場で作業者が介在していたバックグラウンドの判定や、データエラー時の対処などを追加し、現場においての作業者の介在を極力少なく出来ることを特徴としている。また、実際の測定された粒子径からデータ解析をすることで実際のプロセスラインに合わせて運転条件等に測定結果をフィードバックすることが可能となった。これによりプロセスラインの運転の更なる自動化を促進することになる。粒子径の測定結果についてはオフラインでの粒子径測定結果とほとんど変わらず、長時間の測定についても安定性が向上している。インテリサイザ™による粒子径の測定は生産ラインの粒度評価を効率的にかつ最小限の人手で行えるようにデザインされている。

ABSTRACT

By using the in-process particle sizer IntelliSizer® (Xoptix Limited, WR14 3SZ England), it is possible to automatically perform measures such as background judgement and data error at the site where the operator was involved, and to minimize the operator's intervention at the site. Moreover, it is possible to automatically optimize the operating conditions of the machine using the measurement results of the particle size distribution. The measurement result of the particle size distribution is almost the same as the off-line measurement, and can be stably measured even in a long operation. Particle size distribution measurement by the IntelliSizer® is designed to enable efficient particle size check of product lines.

1 はじめに

粉体の製造現場において、製品の品質や性能を評価するための重要な項目の一つとして粒子径があげられる。従来、粒子径は生産ラインより少量の製品をサンプリングし、製造現場とは別の測定室（品質管理室）等に設置してあるレーザー回折・散乱法や電氣的検知帯法を用いた測定器によって測定することが一般的である。その際には、生産機よりサンプ

リングした原料に対して「エアによる分散」もしくは「水等の溶媒に混合し超音波処理にて分散」するなどの処理を行う必要があるが、これらは全て測定を行う作業者が行っているのが現状である。作業者が介在することにより人件費などのコストがかかり、また作業者による測定誤差等の問題が生じている。またこのようなオフライン測定ではサンプリング作業や測定作業の都合からある一定時間毎（例えば1時間毎）のサンプリング間隔が必要となること

から、生産と測定の間大きなタイムラグが生じる。その間に規格外品が発生していた場合は多量の製品ロスが生じ、問題となる。そのため、生産ライン中における粒子径をリアルタイムにモニタリングすることが要求されている。

弊社がこれまでに販売してきたオンライン粒子径分布測定器「オプティサイザ[®]」では、リアルタイムに測定を行い、人件費を削減するなど、粒子径測定の自動化を目標に数々の納入事例を積み上げてきた。機器に取りつけてあるエジェクタを用いて生産ライン中から粒子をサンプリング（吸引・分散）し、測定セルへ供給し測定を行うことが可能であり、測定後の粉体は再び生産ラインへ戻すため製品のロスもなくなることが利点である。また、測定に必要なバックグラウンドの測定、運転開始／停止の指令を中央管理室から行うことが出来、測定した粒子径データはPLC等へ出力し、中央管理室等で監視することが可能となった^[1-8]。

しかし、実際にはバックグラウンド測定結果に作業者の判断が必要であり、測定エラー等の判断機能も有してはいたため、故障検知時の人手の介入が必要であった。上記の理由により、測定を完全に自動化しているとは言い難い状況であった。

近年、更なる技術の進歩により生産ラインにおける自動化は更に求められる傾向があり、弊社がお客様に納入するプロセスラインにおいても中央の集中管理室にて、故障の検知・対策の実施までも求められる傾向がある。本稿で紹介させて頂く「インテリサイザ[™]」ではこれまでのオプティサイザ[®]から、現場で作業者が介在していたバックグラウンドの判

定機能や、データエラー時の対処機能などを追加し、現場における作業者の介在を極力少なく出来ることを特徴としている。また、実際の測定された粒子径からデータ解析をすることで実際のプロセスラインに合わせて運転条件等に測定結果をフィードバックすることが可能となった。これによりプロセスラインの運転の更なる自動化を可能とした。

2 測定原理と特徴

2.1 インテリサイザ[™]の仕様

「インテリサイザ[™]」は従来のオンライン粒子径分布測定器「オプティサイザ[®]」と同様に、レーザー回折・散乱法により測定を行っている^[1-8]。レーザー回折・散乱法については粒子径の測定において広く理解・使用されているため本稿での説明は割愛する。表1に本機の標準的な機器仕様、図1に外観写真を示す。

2.2 インテリサイザ[™]の特徴

本機では粒子径（累積分布 D_{10} や D_{50} 等を $D_1 \sim D_{99}$ で任意に測定可能）をリアルタイムに測定できる。



図1 IntelliSizer[®]の外観
Fig. 1 Photograph of IntelliSizer[®].

表1 インテリサイザ[™]の機器仕様
Table 1 Specifications of IntelliSizer[®].

測定原理	レーザー回折・散乱法	
型式 / 測定範囲	XI220P / 0.5 ~ 220 μm	
	XI550P / 1.2 ~ 550 μm	
	XI1100P / 2.5 ~ 1100 μm	
測定環境	温度	-10 ~ 50 °C
	湿度	10 ~ 90 % (結露無きこと)
ユーティリティ	本体電源	+ 12 VDC (AC 100Vの専用コンバータ Box 付)
	計装電源	AC 100 V
	圧縮空気	0.5 MPa, 400 NL/min
PC と XI の通信	シリアル通信	
PC と PLC の通信	シリアル通信, イーサネット	
保護等級	IP65	

また、所望する粒子径に着目した粒度分布範囲の体積含有量も測定可能である。粒子径を測定する粉体はプロセスライン中に設置したサンプリングノズルやサンプリングスクリュ等により測定セルへ供給され、粒子径測定後の粉体は再びプロセスラインに戻される。測定した粒子径データはパソコンにて専用ソフトを用いて表示・解析を行うことが出来、更にPLC等へ解析データを外部出力することが出来る。測定に必要なバックグラウンドの測定、測定開始/停止指令についてもPLCから命令することで中央管理室等にて一括管理することも可能である。測定を行うためにはレーザー発信部と検出部において光軸を合わせる必要があるが、インテリサイザ™ではレーザー発信部と検出部が一体の構造となっているため、別々の発信部と検出部を持っている他のオンライン粒子径分布測定器に比べ、光軸の調整が容易である。また、一体型構造の特徴として、一度分解を行ったとしても光軸への影響が少なく、測定セルの清掃や交換のたびに特別なメンテナンスを行う必要が無い。また、測定部に関しても独自のエア洗浄方式を採用し、粉体が測定セルに付着しにくい構造となっている。また、測定機器に必要な校正に関しても、校正治具(レティクル ※図2参照)により、粒子径測定精度： $D_{50}[\mu\text{m}] = \pm 2\%$ で校正可能である。

<特徴>

- ・アルミニウムを使用した軽量で頑丈なボディ構造。
- ・測定セルの分解、水洗浄が容易。
- ・専用の校正治具により、校正が容易。
- ・PLCとの通信により本機をシステム装置へ組込、自動運転が可能。
- ・サンプリングの周期、粒子径の平均化なども簡単に設定可能。
- ・1台のPCで最大4台の粒子径測定器を同時にモニタリング可能。



図2 レティクル (校正治具)
Fig. 2 Reticle (parts for calibration).

2.3 インテリサイザ™の追加機能

インテリサイザ™として追加となった機能は下記である^[8]。

<追加機能>

- ・バックグラウンドの自動判定プログラム
- ・独自の自己監視、自己診断、及びセルフクリーニング技術
- ・PLCによる運転制御を行うための測定結果のフィードバック機能

バックグラウンドの自動判定については別途設定した値をバックグラウンドのデータが下回ることでエラーが出るようになっている。また、測定結果によりプロセスの状態のリアルタイムデータを生成でき、このデータをPLCに供給して前段の粉碎機等の運転条件に反映することが出来る。また、リアルタイムデータにより機器の状態を自動で判別(監視・診断)し、測定部分のセルフクリーニングを行う機能も追加されている。

2.4 オプション

2.4.1 セラミックパーツ

粉接部の摩耗対策としてセラミックパーツの用意がある。(図3参照)^[8]

2.4.2 携帯型インライン測定ユニット

持ち運びに便利な携帯型の測定ユニットも用意がある。(図4参照)^[8]

3 インテリサイザ™での粒度測定

3.1 同一粒子の粒子径測定結果

図5~7にインテリサイザ™とオフラインの粒子径分布測定器で、4種類の原料の粒子径を測定した結果(D_{10} , D_{50} , D_{90})を示す。図から分かるように



図3 インテリサイザ™のセラミックパーツ^[8]
Fig. 3 Ceramic parts of IntelliSizer[®].



図4 携帯型インライン測定ユニット^[8]
Fig. 4 Photograph of portable measurement units^[8].

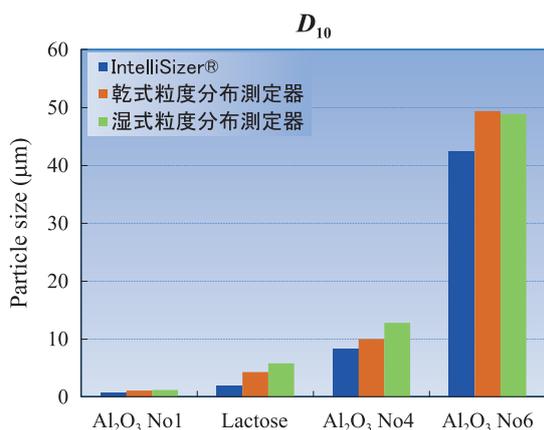


図5 粒度測定結果の比較 (D_{10})
Fig. 5 Comparison of particle size distribution (D_{10}).

それぞれの測定器による器差があるもののほぼ同じ粒子径の測定が可能であることが分かる。この時、インテリサイザ™に対して測定物はスクリュで定量的に投入している。インテリサイザ™では他の測定器と同様に定量的な供給を行わないと粒子径測定結果にばらつきが生じるため注意が必要である。

3.2 測定の安定性について

図8にインテリサイザ™でレティクルを測定した際の粒子径の時系列の変化を示す。粒子径は60sの測定を3回試し、それぞれの時間での測定のばらつきを標準偏差 (SD) と変動係数 (CV) で評価した。60s毎の粒子径測定結果を比較すると、測定のばら

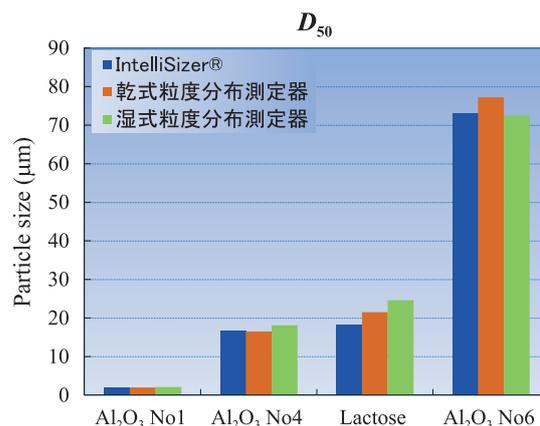


図6 粒度測定結果の比較 (D_{50})
Fig. 6 Comparison of particle size distribution (D_{50})

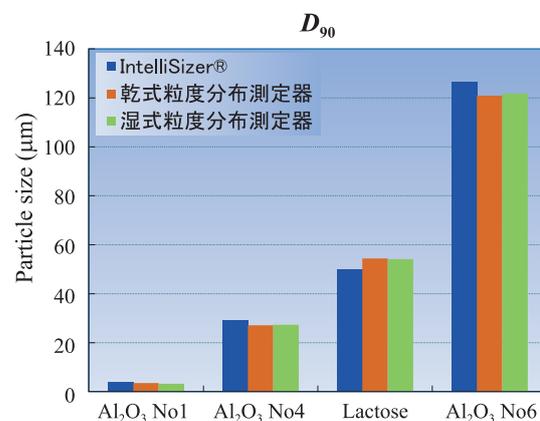


図7 粒度測定結果の比較 (D_{90})
Fig. 7 Comparison of particle size distribution (D_{90}).

つきは少なく、それぞれ粒子径が安定的に測定できていることが分かる。また、図9には上記60sごとに3回測定した全てのデータから計算した統計量を示す。図に示すように60sでの粒子径測定結果に比べばらつきは生じるものの、偏差としては小さいことが分かる。このようにインテリサイザ™については粒子径を安定的に測ることが出来る。

3.3 インテリサイザ™の粒子径測定フローシート

図10に粉砕機の粒子径を測定するためのインテリサイザ™の標準的な粒度測定フローを示す。粉砕した粒子は後段の集塵機によって回収され、回収されたものをインテリサイザ™に定量的に投入することで、安定的な測定を行うことが出来る。しかし、実際には粉砕機で粉砕した粒子が測定器まで到達するまでには少しのタイムラグがあり、そのタイムラグを考慮することが粒子径分布測定器の測定結

テクニカルノート

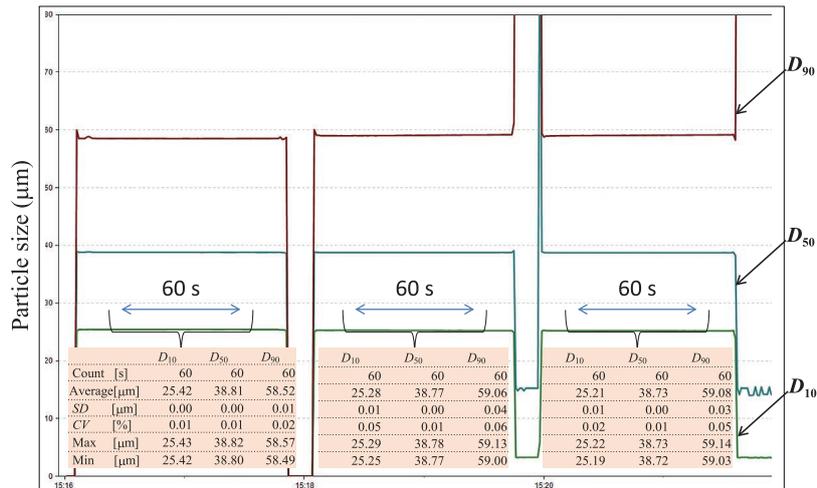


図8 60秒間、3回の測定結果

Fig. 8 Results of 3 time of measurements for 60 seconds.

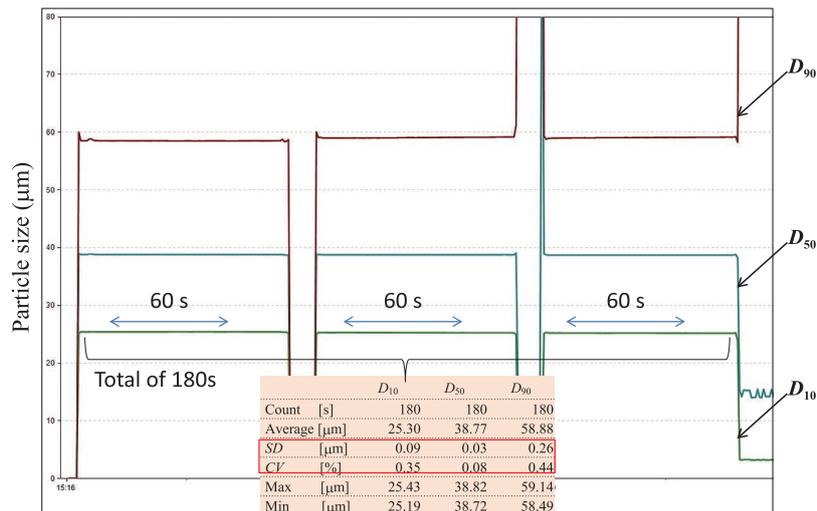


図9 3回測定した全てのデータから計算した統計量

Fig. 9 Statistic calculated from all data of 3 times measurement.

果を粉砕機の運転条件にフィードバックするために必要となる。このための設備フローの構築については個々の条件（機器の設置条件、粉砕物の性質）により、提案をさせて頂いている。

4 終わりに

インテリサイザ™による粒子径の測定は生産ラインの粒度評価を効率的にかつ最小限の人手で行えるようにデザインされている。インテリサイザ™

を生産ラインに用いることで運転の自動化や製品の安定生産を効率的に行うことが出来ると弊社は考えている。これらの技術は弊社から提案させて頂いている HOSOKAWA GEN4®^[9]の中に組み込まれ、今後お客様に提案をさせて頂く予定である。

最期に、オンライン粒子径分布測定器のラインナップには医薬仕様の“ファーマサイザ™”もある^[10]。生産ラインの仕様に合わせた提案が可能のため、粉体の粒度測定の必要がある場合には当社に御声掛け頂ければ幸いである。

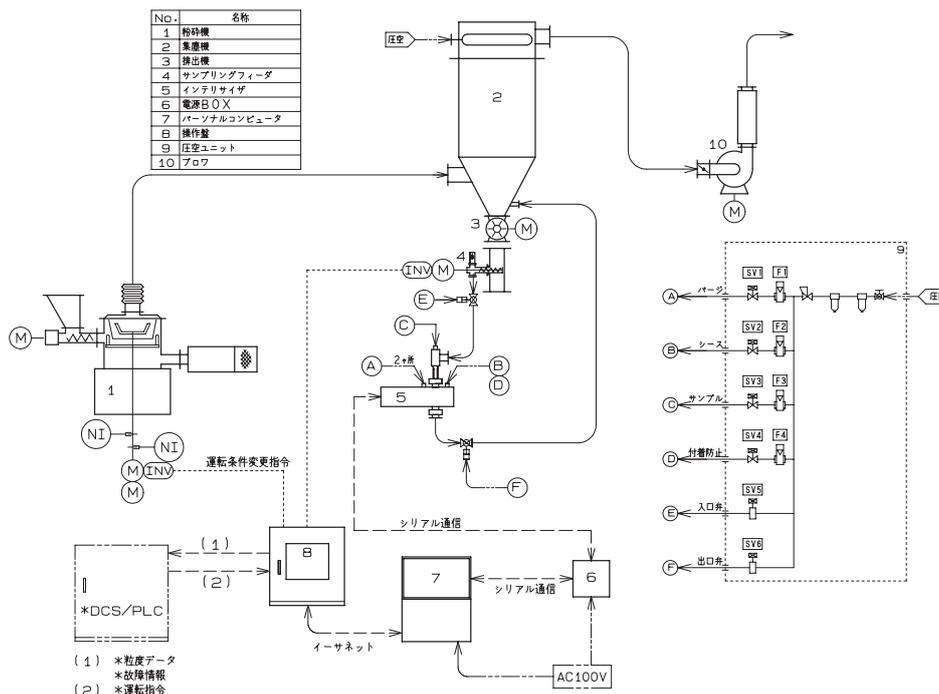


図 10 インテリサイザ™ の粒子径測定フローシート
Fig. 10 Flowsheet of particle size distribution measurement using IntelliSizer®.

References

- [1] ホソカワミクロン(株) 編, ホソカワ製品ハンドブック, “ホソカワ/ミクロン オプティサイザ® XO オンライン粒子径分布測定装置”, pp. 396–397, 凸版印刷(株), 大阪 (2013).
- [2] ホソカワミクロン(株) 編, ホソカワ/エキゾプティックス オプティサイザ®, 粉砕, 56 (2013) 70–71. DOI: 10.24611/micromeritics.2013016
- [3] 笹辺 修司, 辻 圭師, 電池材料評価に期待される粉体測定機器の紹介, 粉砕, 57 (2014) 22–26. DOI: 10.24611/micromeritics.2014006
- [4] 向河原 栄, 多様なものづくりに貢献する粉体プロセスの最新動向～医薬市場, 粉砕, 58 (2015) 37–43. DOI: 10.24611/micromeritics.2015008
- [5] 佐藤 正行, ネオジム磁石の市場動向と最新微粉化技術, 粉砕, 59 (2016) 91–95. DOI: 10.24611/micromeritics.2016015
- [6] ホソカワミクロン(株) 編, ホソカワ/エキゾプティックス 医薬用オプティサイザ®, 粉砕, 59 (2016) 120–121. DOI: 10.24611/micromeritics.2016021
- [7] 佐野 敦, 医薬市場における粉体プロセスの最近の動向, 粉砕, 60 (2017) 65–71. DOI: 10.24611/micromeritics.2017013
- [8] Xoptix Limited Xoptix Homepage, <http://www.xoptix.co.uk/> accessed 17.07.2019.
- [9] 北村 智浩, 藤田 幸, 村田 憲司, IoT, AI, Big Data 時代に対応する粉体生産プロセス, 化学装置, 5 (2019) 31–36.
- [10] 岩田 敏昭, 医薬用オンライン粒子径分布測定器の紹介, 産業機械, 12 (2015) 61–63.

〈著者紹介〉



田川 奨一郎 Shoichiro TAGAWA

〔経歴〕 2009年北見工業大学大学院機能材料工学専攻卒業。同年ホソカワミクロン株式会社入社。2011年5月1日から現職。

〔専門〕 粉体工学。

〔連絡先〕 stagawa@hmc.hosokawa.com