

The Micromeritics No.64 (2021) 56-61 DOI: 10.24611/micromeritics.2021013

粒子径分布測定機と粉体処理プロセスについて

Particle Size Distribution Analyzer and Powder Processing

村田 憲司 ¹, 北村 智浩 ², 河原 正佳 ³ Kenji MURATA ¹, Tomohiro KITAMURA ², Masayoshi KAWAHARA ³

1 ホソカワミクロン株式会社 粉体工学研究所 研究開発部 研究室長

2同 研究員

3同 研究開発部長

¹ Laboratory Office Section Manager, Powder Technology Research Institute, Hosokawa Micron Corporation, JAPAN

² Powder Technology Research Institute, Hosokawa Micron Corporation, JAPAN

³ Manager, Powder Technology Research Institute, Hosokawa Micron Corporation, JAPAN

抄 録

粉体処理プロセスにおいて、粒子径分布は非常に重要な物性の一つである。一般的には粉体処理プロセスで生産された製品を一定期間ごとに少量サンプリングし、品質管理室などに設置してある粒子径分布測定装置により測定を行う。しかし、近年、生産管理の高度化、IoT 化や省人化などへの期待からオンラインの粒子径分布測定装置が求められるようになってきた。本稿では当社のオンライン粒子径分布測定機オプティサイザ®シリーズを用いたシステムを紹介し、粒子径分布のオンライン測定で注意すべきこと、フィードバック制御、リモートモニタリングシステムへの応用について記載する。

ABSTRACT

Particle size distribution is one of the most important physical properties in powder processing. Generally, a product produced in a powder process is sampled a little at regular intervals and measured by a particle size distribution measuring device installed in another room. However, in recent years, an online particle size distribution measuring device has been demanded from the expectation of advanced production management, IoT and labor saving. This paper introduces the system that uses our online particle size analyzer Optisizer® series. What should be noted in the online measurement of particle size distribution, feedback control and application to remote monitoring system are described.

1 はじめに

粉体処理プロセスにおいて粒子径分布は非常に重要な物性の一つである。一般的には粉体処理プロセスで生産された製品を一定期間ごとに少量サンプリ

ングし、人がサンプルを運び、品質管理室などに設置してある粒子径分布測定装置により測定する。しかし、この方法では処理から測定までに長い時間を要するため、粒子径が管理範囲から外れた製品であることが判明した場合、製造条件を修正するまで規



格外品が製造され続ける。また、サンプリングや測 定などに多くの人手を介すため、測定値に人的なミ スが影響する可能性もある。

このような背景もあり、近年はオンラインでの粒 子径分布測定の需要が高まっている。以下にオンラ イン測定によるメリットを列挙する。

- ① 連続監視による製品の品質向上
- ② 人的ミスの排除
- ③ 閉回路での測定が可能(可燃性,毒性材料のハ ンドリングリスク低減)
- ④ サンプリング、測定の省人化

さらに情報通信技術の発達、産業界への IoT (Internet of Things) の浸透により、単にオンライン で測定するだけではなく、測定値をプラントの稼働 状態と合わせてリモートモニタリングしたり、測定 結果をプラントの稼働条件にフィードバックするこ とも行われている。

当社ではこのようなニーズにオンライン粒子径分 布測定装置「オプティサイザ®」シリーズを提案し ている。

2 オプティサイザ®シリーズについて

以下にオプティサイザ®シリーズの特徴を示す。 個々の型式はすでに本誌等で紹介済み [1-8] であるの で詳細は割愛する。

2.1 測定原理

粒子径分布測定に広く用いられるレーザー回折・ 散乱法を適用している。そのため、他の一般的な粒 子径分布測定機の測定値と良い相関がある[1]。

2.2 型式および特徴

現在販売している型式一覧を表1に示す。なお、 従来モデルの XO 型は 2020 年 12 月で販売終了とな るが、部品の供給などは2025年末まで対応する。

表 1 オプティサイザ®シリーズ型式一覧 Table 1 Optisizer® series model list.

型式名称	測定可能粒子径範囲 [μm]
XI(XP)220P	$0.5 \sim 220$
XI(XP)550P	$1.2 \sim 550$
XI(XP)1100P	2.5 ~ 1100

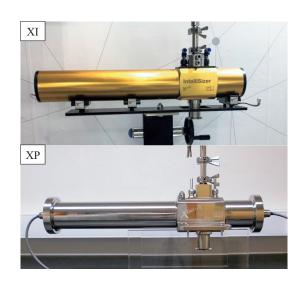


図1 XI および XP 外観写真 Fig. 1 Photographs of XI and XP.

XI:インテリサイザ™

XP:ファーマサイザ ™ (医薬向けモデル) この2つの型式の主な特徴は以下の通りである。

XI: ① バックグラウンドの自動判定プログラム。

- ② 独自の自動監視, 自動判断およびセルフク リーニング技術。
 - ③ PLC (制御装置) 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。

XP: ① GAMP (Good Automated Manufacturing Practice) 対応。

- ② 本体が SUS316L, Ra 0.5 µm 電解研磨および 専用Oリング使用。
- ③ ソフトウェアは 21 CFR Part 11 に準拠。
- ④ オプションで ATEX (防爆) 対応および CIP 対応が可能。

図1に XI および XP の外観写真を示す。

図2に XI 機内のサンプルの流れを示す。プロセ スラインから供給されたサンプル(図2①)は空気 輸送により測定部に運ばれ、測定後は系内に戻すこ とができる(図24)。そのため、製品のロスは生 じない。また、XI 機内の気流を制御することにより サンプルによる測定セルの汚染を防ぐことができる。

3 測定および制御

3.1 フローシート

当社の衝撃型分級機内蔵微粉砕機 ACM パルベラ イザ®のラインにインテリサイザ™を適用したフ ローシート例を図3に示す。粉砕された原料は内蔵

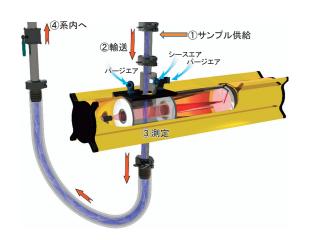


図 2 XI 機内のサンプルの流れ Fig. 2 XI Internal sample flow.

された分級機により分級され、所望の粒子径の製品 を得るシステムである。

3.2 測定

粒子径分布の測定ではサンプリング技術が非常に 重要な役割を果たす。粉体プロセスでの粒子径は分 布を持っているので、サンプリング方法により、偏 析や付着などの影響を受け、測定結果に差異が生じ る。サンプリング方法は大別すると A. 気流配管中 B. 粒子捕集後がある (図3)。一般に後者のほうが 前者よりも安定した測定結果が得られ、また、測定 時間のタイムラグも制御上問題になることはない。 まず、最初に前者の方法は解決しなければならない 多くの課題がある点について述べる。気流配管中か らのサンプリング(図3A)においてサンプリング 位置を変更した場合の測定値の差異を図4に示す。 グラフ縦軸に記載した代表値の意味は、同一条件の

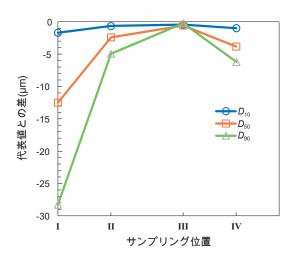


図 4 サンプリング位置による測定値の変化 Fig. 4 Changes in measured value depending on sampling position.

処理を行った製品を捕集後に良く混合し、分取した サンプルを XI で測定した値である。この値と気流 配管中からの測定値が同一であった場合は縦軸の代 表値との差が0になる。図4から明らかなようにサ ンプリング位置Ⅲ以外は代表値と異なっている。ま た,この例では特に 90%通過径 D_{90} の変動が大きく, サンプリング位置により粗粒子側を捕集しきれてい ないことがわかる。図5には空輸配管中からサンプ ルを吸引する際の吸引速度が測定値に与える影響を 示す。一般に空輸配管中からのサンプリングでは. 配管中の主流速 U_0 (図 5) より吸引速度 U_1 (図 5) が速くなると粗大粒子が吸引されにくくなり、測定 値は代表値より小さくなることが知られている [9]。 図5に示すように、XIのサンプリングにおいても 同様の傾向があり、吸引条件の設定には注意が必要

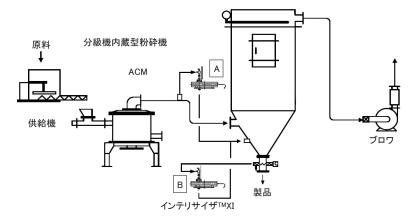


図3 インテリサイザ [™] XI を組み込んだ粉砕プロセスのフローシート Fig. 3 Flowsheet of grinding process with intellisizer[™] XI.

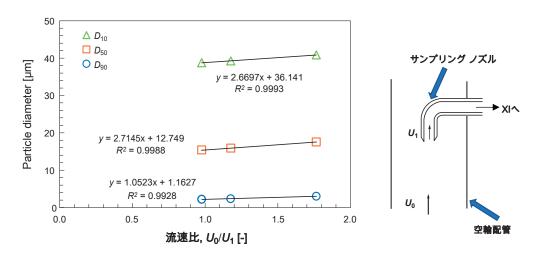


図5 サンプリングの流速比が測定値に与える影響 Fig. 5 Effect of flow velocity ratio on measured value.

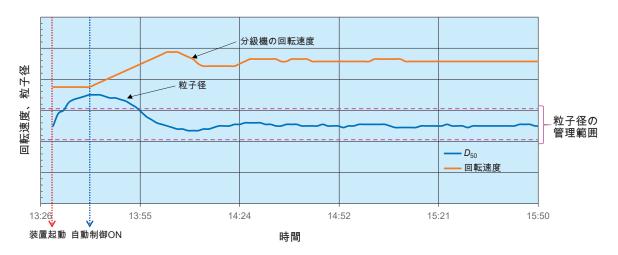


図6 粒子径のフィードバック制御:回転速度と粒子径の推移 Fig. 6 Particle size feedback control: Transition of rotation speed and particle size.

なことがわかる。このように、気流配管中のサンプ リングは克服すべき事項が多い。

従来は適切にサンプリングされたサンプルを測定 担当者が適正に前処理を行うことで、測定値の正し さを担保してきたが、オンライン測定においても同 様に適切なサンプリングを行う必要がある。サンプ リング方法はシステムの稼働条件やサンプルの特性 などによって一定ではないこともわかっている。他 にも XI 機内の粉体濃度などの測定値に影響を与え るパラメータがあり、適切なサンプリング条件を確 立することは容易ではない。

このように気流配管中からのサンプリング(図 3A) は、制約が多く、事前に十分な検討が必要で あるが、製品捕集後(図3B)などの条件下は比較 的安定して代表サンプリングが可能な方法であり、

標準で推奨しているフローシートである。

当社ではサンプリングに関する知見も多く保有し ており、個々の案件に最適なサンプリング方法の提 案を行っている。

3.3 測定値を用いた制御

前述のようにインテリサイザ™は PLC へのデー タ通信が可能であり、 粒子径の測定値を使って所望 の粒子径が得られるように運転条件をコントロール するフィードバック制御を行うことができる。図6 にフィードバック制御を行った際の分級回転速度と 粒子径の推移を示す。この制御は図中に点線で示し た粒子径の管理範囲の上限値を超えた場合に分級機 の回転速度を増加させ、粒子径を細かくする操作を 行い、下限値以下になった場合には分級機の回転速

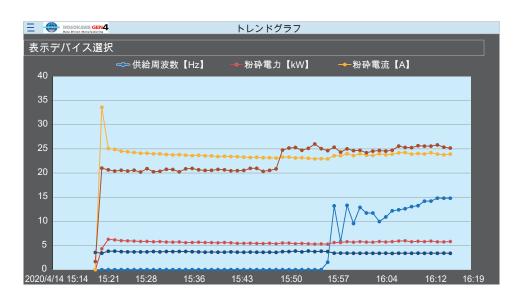


図7 リモートモニタリングシステム画面の一例 Fig. 7 An example of a remote monitoring system screen.

度を低下させ、粒子径を粗くするように処理した例 である。図に示すように装置起動後に管理範囲より 粗くなった粒子径が分級機の回転速度を制御するこ とで管理範囲に入り、その後粒子径は管理範囲内を 推移し、分級機の回転速度も安定していることがわ かる。原料や設備状態の変動により製品の粒子径が 変化するような状況下で、安定した製品を製造した い場合などに有効な制御方法である。

4 IoT への対応

冒頭でもふれたように、現在、産業界では IoT に よる変革が確実に進んでいる。当社にも設備の状態 監視やプラントの稼働監視など IoT 技術の製造現場 への導入に関する問い合わせが増えている。

当社はこのような声にお応えするためにHOSOKAWA GEN4®というトータル IIoT サービスを開始してい る[10,11]。当社の枚方テストセンターではテスト場の 設備の状態や.インテリサイザ™で測定した粒子 径などをクラウドへアップロードし、インターネッ ト経由で閲覧できるリモートモニタリングシステム をデモンストレーション中である。前述のように、 インテリサイザ™は通信によりデータ転送が可能 であるため、このような用途にも容易に適用できる。

このリモートモニタリングシステムによりテスト の状況や、得られた製品の粒子径などを、国内どこ からでもリアルタイムで閲覧することが可能であ る。図7にリモートモニタリングシステムの画面の 一例を示す。閲覧できるデータは、粉砕機、分級機 などの回転速度や電力値, 系内の風量や入口温度, 出口温度など、制御に必要な項目に加え、インテリ サイザ™により測定した粒子径などである。また. 現在値の一覧だけでなく, 任意の項目のトレンドグ ラフを表示させることも可能である。

5 おわりに

オンライン粒子径分布測定装置オプティサイザ® シリーズを粉体処理装置に組込み, トータルで制御 でき、リモートモニタリング可能なシステムを紹介 した。本技術は生産管理の高度化, IoT 化や省人化 などへの対応を求められる生産現場のお役に立てる と確信する。本稿が課題解決の一助となれば幸いで ある。

なお、インテリサイザ™システムは枚方、柏の 両テストセンターに設置しており、随時テストが可 能である。

References

- [1] 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. https://doi.org/10.24611/micromeritics.2013016
- [2] 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. https://doi.org/10.24611/micromeritics.2014006
- [3] 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. https://doi.org/10.24611/micromeritics.2015008
- [4] 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. https://doi.org/10.24611/micromeritics.2016015
- [5] 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.

https://doi.org/10.24611/micromeritics.2016021

[6] 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. https://doi.org/10.24611/micromeritics.2017013
- [7] 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.
- [8] 田川 奨一郎, オンライン粒子径分布測定器「イン テリサイザ™」の紹介、粉砕、63 (2020) 84-89. https://doi.org/10.24611/micromeritics.2020015
- [9] 吉田 英人, 田森 行男, サンプリング技術をめぐる 諸問題, エアロゾル研究, 2(1987)191-199. https://doi.org/10.11203/jar.2.191
- [10] 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.
- [11] 藤田 幸, 北村 智浩, 村田 憲司, IoT, AI を用い た粉体プロセスの革新, 粉砕, 63 (2020) 890-896. https://doi.org/10.24611/micromeritics.2020016

〈著者紹介〉



村田 憲司 Kenji MURATA

[経歴] 1991 年岡山大学工学部精密応用化学科卒業。財団法人ファインセラミックスセン ター等を経て 2003 年ホソカワミクロン株式会社に入社し、粉体工学研究所に配属。メン テナンスサービス事業本部を経て2017年より現職。

[専門] 材料化学, 粉体工学

[連絡先] kmurata@hmc.hosokawa.com



北村 智浩 Tomohiro KITAMURA

[経歴] 2014年創価大学工学研究科修士課程修了。同年、ホソカワミクロン株式会社入社。 2014年から現職。

[専門] 粉体工学。現在は、IoT、データ解析、振動診断の応用開発に取り組んでいる。

[連絡先] tkitamura@hmc.hosokawa.com



正佳 Masayoshi KAWAHARA 河原

[経歴] 1985 年秋田大学大学院卒業。同年ホソカワミクロン株式会社入社。 粉体システム 事業本部を経て、1993年粉体工学研究所に所属し、2017年から現職。

[専門] 粉体処理装置 (粉砕, 分級, 乾燥, 混合, 集塵, 粒子設計など) と熱処理装置 (焼 却炉, 反応炉など)。

現在は研究開発のマネージメントを行っている。

[連絡先] mkawahara@hmc.hosokawa.com