

微粒子の動的画像解析技術の最近技術

笹辺 修司^{*)}

1. はじめに

私たちの身の回りにある道具や機械、装置などは、生活を豊かにすることを目的に時代と共に高度化し、生活を便利にするツールとしてさまざまなシーンで活用されている。

当社が扱う粉体技術は、ほとんどの工業製品にかかわりを持っており、昨今の目覚ましい技術革新による高機能製品には、高度な粉体技術が不可欠とされる。そのため、最終製品の特性向上を目的とした超微粉化や粒子設計などの需要はますますその傾向が強まり、要求レベルは高くかつ厳しくなりつつある。

この粉体の物性を最終製品の性能向上に繋げるには、さまざまな粉体の特性を把握する必要がある。

^{*)}SASABE Shuji : ホソカワミクロン(株) ICT デジタル推進事業部 創造開発室 事業部長兼室長
〒573-1132 大阪府枚方市招提田近 1-9
TEL : 072-855-2246
E-mail : ssasabe@hmc.hosokawa.com



図1 パーシェアナライザ外観

本稿では、粉体技術のひとつとして、機能性粉体の開発を側面からサポートする動的画像解析装置パーシェアナライザを紹介する。

2. 概要

粒子の大きさは粉体の評価基準のひとつであるが、本評価の需要は高いといっても過言ではない。この需要に対し、さまざまな評価法が存在する。

欧米では乾式の篩分け法が主流であるのに対し、日本はレーザー回折散乱法が主流傾向である。凡そ1分程度の短時間で簡便に結果が得られることから、使い勝手は非常に高い。

一方、従来から用いられていた沈降法の粒子径は、ある沈降速度を持つ一定の密度の球状粒子の粒子径（等価粒子径）として計算される。それはさまざまな形状の粒子の実粒子径を測定するレーザー回折散乱法による粒子径よりも平均的には小さくなると考えられる。楊・今井（1992）は、レーザー回折散乱法と電気抵抗法の比較を、渡村（1993）は、レーザー回折散乱法とX線等価法（沈降法の一つ）の比較を行い、ともに異方性の強い試料では、レーザー回折散乱法が他の方法と比較して粒子径が大きくなるという結果を報告している。この理由として、彼らはレーザー回折散乱法による粒子径は粒子の長辺に敏感に反映しているためであると指摘している¹⁾。

粒子が高機能化することで、粒子径に加え、形状の把握に対するニーズは年々高まっている。このような背景の中、画像解析装置を粉体業界へ紹介した当社へ新製品の要求が寄せられ、この度オープンイノベーションにより、新製品としてリリースした。図1に本体の外観を示す。

本装置は、サブミクロンから数十 μm の粒子を懸濁液にして装置に供給し、その粒子を高速かつ正確に撮影し、画像解析により粒子

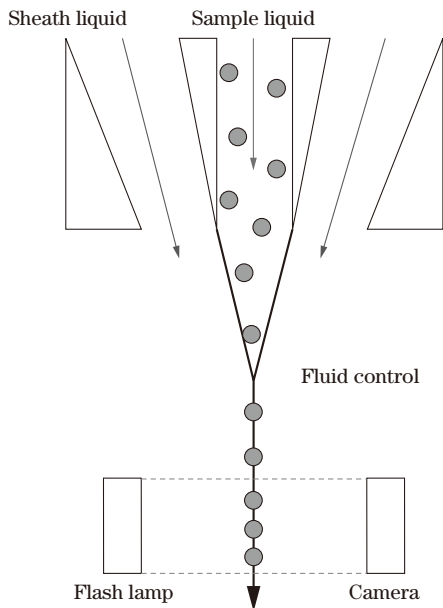


図2 パーシェアナライザの流体制御

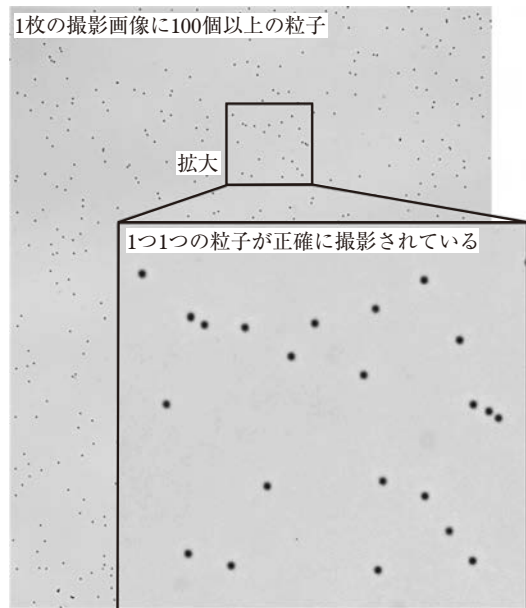


図3 撮影画像の一例 (1µm PSL 粒子)

Table 1 パーシェアナライザの概略仕様

型式	Parshe
概略寸法 W×D×H 本体 [mm]	650×500×550
概略質量 本体 [kg]	85
電源 (単相交流) [V]	100~240
測定項目例 (粒子径項目) (粒子形状項目) (統計解析項目)	面積円相当径, 周囲長円相当径, 最大長, 粒子周囲長, 包絡周囲長, 粒子面積 円形度, アスペクト比, 平均輝度値 平均値, 50% 値, 標準偏差, モード値, 小 粒子率, 中粒子率, 大粒子率, 変動係数
表示項目例	粒子面積, ヒストグラム, スキャットグラム, 積算分布, 重ね合わせグラフ, トレン ドグラフ, メタデータ, 試料データ
撮像ユニット (対物レンズ)	低倍率 : 5倍 5~300µm 標準 : 10倍 0.5~300µm 高倍率 : 20倍 0.25~200µm
測定時間	約2分 (1µm 粒子を1万個計測・自動洗浄)
測定試料量	約5ml (トナーの場合, 粉体として約50mg)
適合規格	低電圧電気機器指令, 機械指令

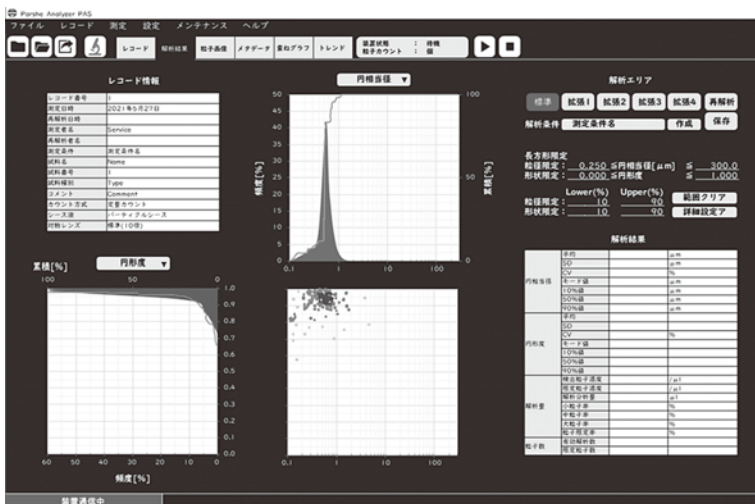


図4 パーシェアナライザの測定結果画面例

径などのデータを得ることができる。

フラットシースフロー方式により、全ての粒子にピントを合わ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可能にしている。また、自動焦点調整方式を採用しているため、誰でもクリアな粒子像を得ることができる。さらに測定したい粒子の大きさによって対物レンズを交換する際にも、ソフトウェアの操作により、簡単にレンズ交換を可能としている。

安定した測定をするために、粒子を適切に分散する前処理を行う12連装のオートサンプラをオプションとして用意している。これにより作業員間の誤差を減らすことができ且つ測定業務から一定時間開放され、他業務を行うことができることから効率化につながる。

3. 原理/構造

光学顕微鏡でモノを観察する際、観察対象の大きさによってステージを上下させて観察したいモノの形状や輪郭がはっきりするポジションにピントを合わせる。粒子を光学顕微鏡等で観察するには、上下左右にステージを移動させて撮影させる必要が生じ、計測時

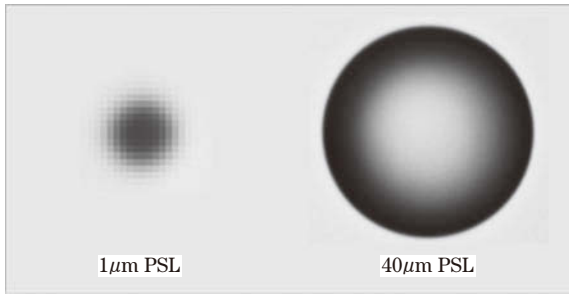


図5 大小粒子の測定粒子画像

間が長時間必要となり、多くの粒子を対象とした計測は困難であることから現実的ではない。

そこで、図2に示すように本装置はフラットシースフローを最適化させ、焦点位置へ流れてくる粒子を撮影し、短時間で、最大数百万個（微粒子且つ計測可能な粒子濃度という条件下）の粒子観察を実現している。その様子の一例を図3に示す。

図3は倍率10倍、50FPSの条件の1枚を切り取った画像になるが、輪郭も比較的はっきり捉えていることが解る。

パーシェアナライザは、微粒子域にフォーカスした特徴を持つ動的画像解析装置である。

4. 仕様

表1にパーシェアナライザの仕様を示す。

図4に測定結果例を示す。

5. 測定事例

パーシェアナライザによる測定結果事例を下記に紹介する。

図5に大きさの異なる2種類の校正粒子（直径1μm、直径40μmのPSL粒子）を同焦点位置にて測定した粒子画像結果を示す。いずれもピントを合わせた状態で撮影できていることから、小さな粒子と大きな粒子を同時に測定可能である事が分かる。

図6は棒形状のガラスウール粒子、図7は鱗片形状の化粧品粒子、図8は研磨剤粒子の測定粒子画像の結果の一例を示す（いずれも直径10~20μm程度）。

これらの様に様々な形状の粒子が測定でき、粒子画像が鮮明である事から凝集体（図7であれば鱗片粒子の重なりなど）の判別も可能である。

図9は、比較的大きな粒子（直径60μm前後）の測定粒子画像である。観察粒子は日本粉体工業技術協会から販売されている試験粉体APPIE石松子であり、表面は複雑な形状をしている。粒子の輪郭を測定する際には、得られた粒子画像に対して、どの

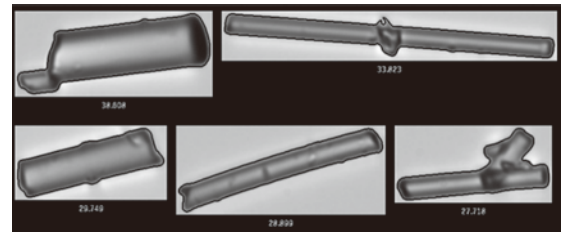


図6 ガラスウールの測定例

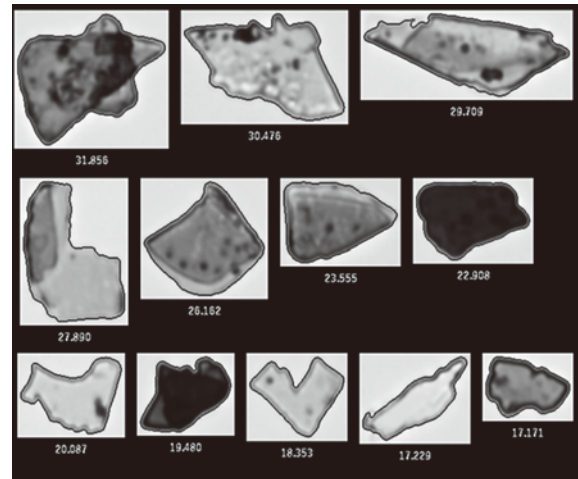


図7 化粧品粒子

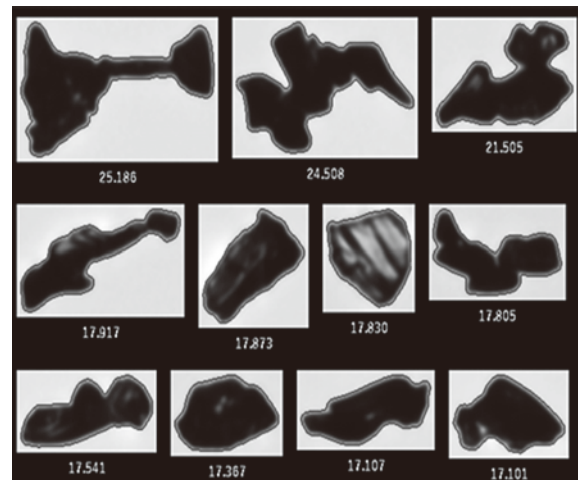


図8 研磨剤粒子

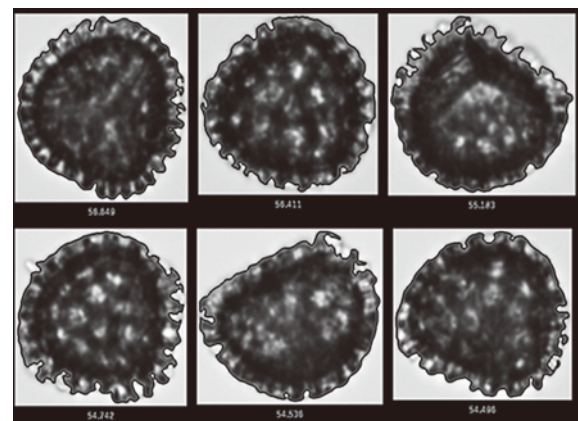


図9 APPIE石松子粒子

程度の輝度までを粒子として判断するか閾値を変更する事が可能であり、着目する範囲を調整できる²⁾。

6. まとめ

光学、流体制御、画像解析の高度な技術の組合せによって、微粒子域の粒子形状を把握できる装置として、パーシェアナライザの開発を行った。

国内の粉体業界で粒子の大きさを評価する手法は、レーザー回折散乱法が主流であるが、粒子形状によって、得られる結果に大きな影響が出ることは否めない。また、粒子形状の情報はほぼ得られない。

パーシェアナライザは、微粒子域の感度が比較的高いことから、高倍率はスペック的に $0.25\mu\text{m}$ から $200\mu\text{m}$ 、標準倍率は $0.5\mu\text{m}$ から $300\mu\text{m}$ の範囲をカバーする。撮像範囲を広くしたことから、標準倍率で $1\mu\text{m}$ の粒子であれば、最大150万個の粒子を1分

ほどでの測定が可能であるから、個数基準で粒子分布を評価できる。実際に社内テストの測定結果レベルではあるが、従来では確認できなかった粒子径分布中に微粒子の存在を確認することができた。さらにどのような形状なのかも同時に把握できることが大きな特徴である。但し、ファイルの保存という画像データ特有の課題は否めない。

微粒子域も高い精度で測定ができるパーシェアナライザは従来の評価に、風穴を開ける可能性があり、業界の皆様への一助になれば幸いである。

〈参考文献〉

- 1) 片山肇, 細粒堆積物の粒度分析におけるレーザー回折・散乱法と比重計法の比較, 堆積学研究 46 号, 1972 年, P23.
- 2) 高橋達也, 笹辺修司, 動的粒子像分析装置の技術紹介, 粉体工学会秋季研究会予稿集, 2021 年, P12.