

今月の新技術

A New technology of this month

～粉体特性測定の世界的标准～ ホソカワ／ミクロン パウダテスタ最新型 の紹介

ホソカワミクロン株式会社
粉体工学研究所 ナノパーティクルテクノロジーセンター

清水 健司

1. はじめに

粉体を取り扱う分野においては、製造プロセスの計画、設計、最適化や製品の品質管理の標準化、新製品開発における特性評価など、様々な場合において粉体の物性を定量的に評価することが重要となる。

当社の粉体特性測定装置「ホソカワ／ミクロン パウダテスタ」は、2次電池の電極材料を始め、食品、医薬品など多種多様な粉体について、粉体の基本的特性である「7種の特性値」と「3種の補助値」を1台で測定することができ、これらの測定値を基に、R.L.Carr氏が提唱した指数を用いて、粉体の「流動性」と「噴流性」を数値で評価することが可能である。

当社のパウダテスタの歴史は古く、1969（昭和44）年に初代PT-A型が発売されて以来、40年以上にわたって進化を繰り返し、今日までに世界中で4,000台以上の納入実績を誇っている。そして、その機能の優秀性と多くの実績から、粉体の力学特性を測定するための世界的スタンダードとしての地位を確立している。なお、パウダテスタ関連の特許出願件数は国内で約3,000件となっている。

当社では本年4月、9代目のパウダテスタとなる新型「PT-X型」（図1参照）を開発し、発売を開始した。

PT-X型は、これまで「パウダテスタ」をご使用いただいている世界中のユーザーの声を集約して全面的に改良を加え、測定の精度、安定性、操作性において大きく前進した粉体特性測定装置となっている。



図1 パウダテスタPT-X型の外観

2. PT-X型の概要

(1) 測定項目

PT-X型の測定項目は以下の通りである。

< 7種の特性値 >

- ① 安息角
粉体を自然落下させた状態で形成される粉体の山の角度（仰角）
- ② 圧縮度
ゆるめかさ密度と固めかさ密度の差から得られるかさべり度合い
- ③ スパチュラ角
スパチュラの上に堆積する粉体の斜面傾斜角
- ④ 凝集度
標準フルイを用いて所定時間、一定の強さで振動させ、フルイ上の残量から粉体の凝集の程度を測定
- ⑤ 崩潰角
堆積した粉体層の安息角に一定の衝撃を与えて、崩潰の程度を測定

⑥ 分散度

一定量の粉体を規定の高さから落下させ、下部に設置したウオッチグラス上に残る粉体の量から分散性、飛散性などを評価

⑦ 差角

安息角と崩潰角の差

< 3種の補助値 >

① ゆるめかさ密度

粉体を測定容器に自然落下状態で充填させた時のかさ密度

② 固めかさ密度

粉体を測定容器に自然落下状態で充填した後、規定のタッピングを行った時のかさ密度

③ 均一度

凝集性が小さく、粒度の揃った粉体の場合に数式を用いて求める流動性評価の値

これらの測定結果から得られた数値をR.L.Carr氏の理論に従って指数化し、流動性指数や噴流性指数を求めることができる。

また、PT-X型ではオプションとして、以下の測定が可能である。

< オプション測定 >

① 簡易粒子径測定

JISに準拠した乾式フルイ分け試験が可能である。最大で8段のフルイに対応でき、フルイ重量を計測することにより自動的に10%、50%、60%、90%の粒子径を求めることができる。

② かさべり度測定

ガラス製メスシリンダに自然落下状態で粉体を充填し、規定の回数タッピングさせ、そのタッピング回数とかさべりの度合いを測定する(図2参照)。

PT-X型では米国薬局方(USP)及び米国試験材料協会の規格(ASTM)に準拠した測定に加え、川北式を用いた粉体層の圧密特性の評価を行うことができる。

更に、メスシリンダーの粉面高さを自動で測定することが可能で、例えば、USPタップ密度測定法の場合、連続する2つの測定値間の差が前回の測定値に対して2%未満になるまでタッピングを繰り返す必要があるが、サンプルを供給した後は、測定終

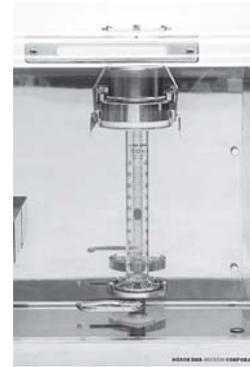


図2 かさべり度測定



図3 PT-X型操作説明画面例

了まで無人で測定を行うことができる。

③ 平衡点検索

固めかさ密度の測定を繰り返し、粉体が減容しなくなった状態のかさ密度を求める。

(2) 操作性

PT-X型は従来機と比較して、測定装置本体の容積が34%減、設置面積(測定必要面積)が50%減とコンパクトな設計になっている。

一般に多くの測定項目を1台で対応させる場合、操作が煩雑になりやすいが、PT-X型は付属PCの操作説明画面に従えば、正しい手順で測定を行うことができるので、初心者でも簡単に測定ができるようになっている(図3参照)。

また、個々のパーツを大幅に改良して操作性を向上させた結果、測定時間が23%も短縮されている。

その他、測定部にあったケーブル類を除去すると共に、装置内の凹凸を最小限に設計し、清掃に要する手間を軽減させている。

(3) 外国語対応

ソフトウェア面では、日・英・中・韓の4ヶ国語対応(オプション)を可能とし、測定データのCSV出力、オペレーターと管理者の権限設定など、ユーザーからの要望に応えた機能を搭載している。

(4) 測定精度

PT-X型では各駆動部の全面改良を行い、駆動部の精度を向上させている。例えば、タッピング部は従来のカム構造をモーターによる持ち上げ方式に変更し、正確かつ容易にタッピングストロークを任意に変更することができるように改良した。

また、人為的な操作工程を極力自動化することで測定者間の差異を小さくした。以下にいくつかの例を示す。

① サンプル供給時のフルイの振動調整では、従来のダイヤル調整を止め、振動センサとの組み合わせによるデジタル制御化を行い、サンプルの供給に伴って振動部の重量が減少した場合でも自動で振幅を補正し、設定した振幅値を保つようにした。

また、振幅を一定の時間内に減速させて自動停止させる「スローダウン操作」を追加し、同一の条件で安息角形成を行うことができるようにした。

② 粉体堆積層に衝撃を与えるショッカーは、もともと自動化されていたが、PT-X型ではASTM規格に準拠した構造で自動化を行い、より安定した衝撃を与えることを可能とした。

③ 粉体によっては測定者間のデータの差異が大きくなる傾向がある安息角、スパチュラ角等の粉体堆積層の角度読み取りは、前機種から自動化されていたが、PT-X型においては、光学制御によって正確に読み取れるようにした。

④ 測定データごとに測定条件を保存し、過去の測定条件と同様の条件で測定を行うことが可能になった。

(5) 測定時のサンプル曝露対策

① 本体ケーシングの亚克力カバーを上下開閉方式とし、測定部の密閉性を飛躍的に向上させた。

② 粉塵が発生しやすい粉体に対しては、機器背部に掃除機を接続することで、簡易的にダウンフロー気流を発生させ、測定機外への発塵を抑制するように



図4 サンプル供給容器

改良した。

③ HEPAフィルター付き掃除機も用意しており、測定装置周辺の環境対策にも考慮している。

④ オプションとして専用サンプル供給容器(図4参照)があり、測定中にサンプルを追加する場合、亚克力カバーを開けずに粉体を追加することができる。

(6) 測定サンプル量の低減

近年、粉体の高付加価値化に伴って、測定サンプル量をできるだけ減らしたいという要望が強くなっていることに対応し、PT-X型では標準のφ80安息角テーブル以外にも少量測定用テーブルとして、φ40、φ20のテーブルを用意している。

また、かさ密度測定用のカップも、標準の100mlに加えて50ml、25ml、10mlのカップを用意している。

3. おわりに

粉体を取り扱う分野は非常に幅が広く、また取り扱う粉体の種類、性質も多種多様である。更に、粉体技術の研究分野ではナノサイズの粉体が主流になってきており、取り扱いの難しい粉体も増えてきているが、本装置は粉体の基本的な物性を測定できる世界的スタンダードとして認知されており、様々な分野での品質管理や研究開発、プロセス設計にお役に立てる測定装置である。