

粒子集合体の力学的特性測定の実際

6-5. 粉体特性評価装置 「パウダテスタ model PT-X」

笹辺 修司^{*}

1. はじめに

多くの工業製品には、粉体技術が大きくかかわっている。昨今の目覚ましい技術革新が生み出す高機能製品には、高度な粉体技術が不可欠とされ、最終製品の機能性向上を目的とした原料の超微粉化や微量に含まれる粗大粒子の除去、粒子設計などのニーズはますます高まる傾向にある。

新製品の開発には、その評価方法が伴ってこそ進化が望め、これらは開発の両輪として共に進歩すべきものであるという理念の下、当社では長年にわたり、粉体評価技術を育み、その成果の一部を新製品として世に送り出している¹⁾。

その中でも、当社を代表する装置のひとつとして、「パウダテスタ」がある。1965年に米国のR.L.Carr氏が論文で流動性と噴流性特性を人間の感覚から数値化する画期的な提案を行い、当社は直ちに装置化のための開発に着手、3年後には独自の評価機能と指標を加えた粉体特性評価装置を世界に先駆けて販売を開始した。Carr氏から論文のインデックスの使用許可をいただいている唯一の装置でもある。

論文発表から半世紀が経過しパウダテスタの基本思想は不変ながら、時代とともにさまざまな変化を経て、完成の域に達しつつある²⁾。

2. 概要

当装置は、安息角や凝集度など7

種類の主要な粉体特性値と固めかさ密度など3種類の値を1台で測定し、Carrのインデックスをベースに、粉体の「流動性」と「噴流性」を定量的に評価できる総合的な粉体特性評価装置である。

粉体特性測定の世界標準的な装置であり、1969年に初代PT-A型が開発されて以来、50年余りにわたって進化を繰り返し、全世界で4,000台以上の納入実績を持つ。電池材料、トナー、医薬、食品、フィルター等あらゆる業界で、製品の品質管理、製造プロセスの設計・最適化、新製品開発における特性評価等、種々な用途で使われている。

図1に示す9代目となるパウダテスタPT-Xは、世界中から寄せられたパウダテスタユーザーの声を集約して全面的に改良し、測定の精度、安定性、操作性さらには駆動部のバリデーションと安全性確保を目的としたCEマーキング適応の装置である。測定可能な項目は、下記の通りである。

【7種の特性値】 安息角、圧縮度、スパチュラ角、凝集度、崩潰角、分散度、差角

【3種の補助値】 ゆるめかさ密度、固めかさ密度、均一度

また、少量サンプルへの対応を可能にするパーツなど、多彩なオプシ

ョンも用意しているので、弊社HPを参照いただきたい。

3. 構造

パウダテスタは、本体と電子天秤、防塵防滴PC、分散度ユニットの組み合わせを標準仕様としている。本体の駆動部は、0.5mmから3mmの間を0.1mm刻みで上下振動を設定し、常に一定供給を可能とする振幅のフィードバック制御を行う粉体供給部と、18mmの上下ストローク部（オプションでPC上から可変）、ASTM（米国材料試験規格）に登録された所定の高さから決められた錘を自動落下させる機構を持つ。また、安息角などの粉体の角度計測は外光ならびに照明の影響を受け難いバンドパスフィルターを用いたカメラでの画像解析にて、安定した像を得ることを可能とし、角度校正器具での校正にも対応している。

塩野義製薬(株)の佐藤³⁾が、粉体特性計測結果には、操作条件を記載しなければ、その値は第三者には伝わらない。と報告している通り、粉体特性評価は、同じ操作条件、同形状・質量・材質の構成部品、測定環境条件が揃って、初めて比較対象可能な計測が行えるといっても過言ではない。測定を支える粉体特性装置の駆動部に安定性・再現性がないと粉体測定に再現性を求めることはできないと考え、主要の駆動部を校正対応としている。当社の姿勢として、標準仕様として電子天秤も校正証明書付きへ変更としている。

測定環境がデータへ与える影響の例として、図2にJIS試験用粉体1の4種タルクの水分値と安息角の関

図1
パウダテスタ
PT-X型



^{*}1) SASABE Shuji : ホソカワミクロン(株) 粉体工学研究所 測定分析センター 〒537-1132 大阪府枚方市招提田近 1-9

TEL : 072-855-2386

FAX : 072-855-2730

E-mail : ssasabe@hmc.hosokawa.com

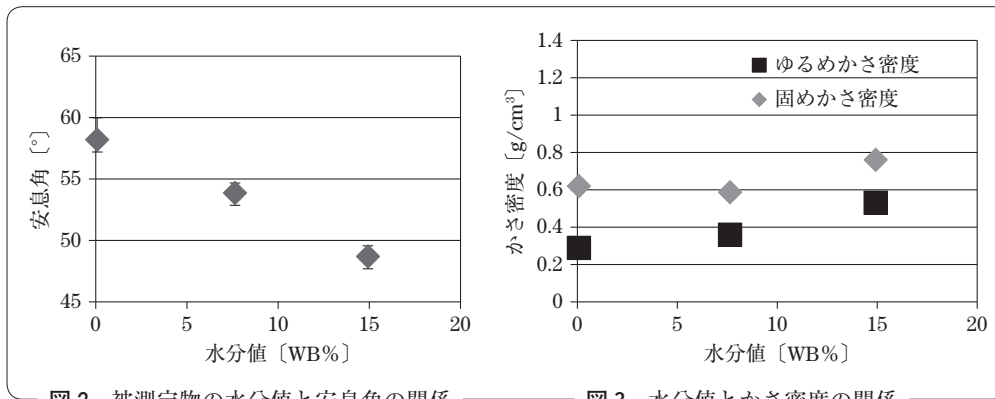


図2 被測定物の水分値と安息角の関係 図3 水分値とかさ密度の関係

表1 ロート径と測定データの関係

供給パーツ	安息角 [°]	崩潰角 [°]	差角 [°]	差角指数	距離
標準ガラスロート φ 5	39.4	17.4	22.0	18.00	70
標準ガラスロート φ 7	32.3	18.8	13.5	14.50	70
特殊ガラスロート φ 25	33.2	20.6	12.6	12.00	70
SUS 製シュート φ 30	29.6	19.5	10.1	10.00	100
パイプロシュート φ 50	27.6	20.1	7.5	8.00	120

係、図3にJIS試験用粉体1の10種フライアッシュの水分値とゆるめかさ密度・固めかさ密度の関係を示す。被測定物の水分値が、データに影響を及ぼすことがわかる。

表1に測定条件によるデータへの影響として、1点注入法のロート径による計測値への影響(振幅0.5mm, 振動22sec, 分散篩150μm)を示す。ロート口径が小さいと安息角は大きく、崩壊角は小さくなる傾向を示した。この様に測定条件によって結果に影響をおよぼすことから、振幅は1台毎の構造誤差(防振ゴム・使用部材・組み立て等)を考慮した振動チューニングを行って出荷、かつ自社開発振動センサによって、振幅制御を行っている。したがって、供給部が原因となる供給速度のばらつきが、データへ与える影響はほぼない。

4. 客観的な判断

本装置を含めた各測定装置は、技術の発展に伴ってより高度化されているが、測定結果にはばらつきを伴うのが定めであり、特に粉体は性質上、これが大きく現れる傾向にある。よって、分析評価の精度向上・発展を目指すには、装置だけでなく、測定データの取扱い方法の高度化が課題となる。

本課題に対して、データを詳細に分析する「統計解析」を用いた手法が最適であると考えられる。しかしながら統計解析を用いた解析手法は、一部、品質管理を除くと一般的とは言えず、独自で使用するには学習が必要となる。そこで今回われわれは、敷居が高いとされる統計解析手法を一般化すべく、粉体特性評価装置パウダテスタを対象に、初心者でも分かりやすく、簡易操作が可能な統計解析ソフトを開発した。

本統計解析ソフトの機能の1つである「データ間の差異の客観的判定」には、t検定(Welchのt検定)を適用している。本手法では、2種類以上の測定サンプルの差異を、データのばらつきを含めて客観的に評価することが可能である。具体的には、2サンプルの測定データを用いて、p値と呼ばれる検定量を算出し、得られたp値が一般的な指標とされる0.05(有意水準)以下であれば統計的に差異があると判定する。また、「相関性の分析」では複数の測定データから相関係数という数値を算出することで、測定項目間の関係性を定量的に評価する。重複するが、本装置自体の再現性が比較的高いことが、これらの解析に意味をもたらしており、結果のバラツキが大きいと、

最小繰り返し測定回数は必然的に増加する。

このソフトにて、従来では誤差範囲と判断していた測定結果の差異が、統計学的にはサンプル間に明確な差異がある。という判断になるケースが見られ、粉体特性、プロセス評価などへの新たな判断材料基準のひとつとして、活用されることに期待したい。

5. 最後に

多くのユーザー様、自社の品質管理用途に本機をご利用いただいているが、これは、パウダテスタのデータが市場の品質規格基準として認められていることが大きい。その影響か、当社ホームページのアクセス数トップ3にはパウダテスタが常にランクインするとともに、粉体機器メーカー様がパウダテスタを指名購入いただいている。パウダテスタは粉体に携わる業界の実質的標準測定機として市民権を得ており、われわれは技術を供給し続ける使命がある。

最後に、生みの親ともいえるCarr氏からのレターに、“One can never realize the extent to which one idea can lead to another.”『一つのアイデアがどこまで発展するかは、誰にもわからない』との記述がある。開発当時には想像すらできなかった技術を纏い、当初とは異なる活用方法も生まれつつあるパウダテスタは、今後も4000余台の実績に裏付けられた絶大な信頼のもと、ホソカワミクロンの新しい粉体技術連峰の核として愛され続けることに期待したい。

(参考文献)

- 1) 笹辺：粉体・ナノ粒子の創製と製造・処理技術, 809 テクノシステム社(2014)
- 2) R.L.Carr, Jr, Chem. Eng., 72(2), 163-168 (1965)
- 3) 佐藤文雄, 井上速男, 宮田稔, 佐々木八千夫, Carrの流動特性評価に関する実験検討, 粉体工学研究会誌, Vol.9, No.2 (1972)