



The Latest Powder Property Measurement Technology

Kenji SHIMIZU¹

Background and Aims: Powder technology plays a significant role in various industrial products, with increasing demands for higher functionality driving the need for more advanced manufacturing processes. As these processes evolve, there is a growing need for enhanced techniques to evaluate powder properties. This report introduces two key devices developed by our company: the Parshe Analyzer[®] (PAS) for particle shape and size analysis, and the E-SPART Analyzer[®] (EST) for measuring particle charge distribution. These devices offer unique capabilities for precise particle characterization, meeting the sophisticated requirements of modern industrial applications.

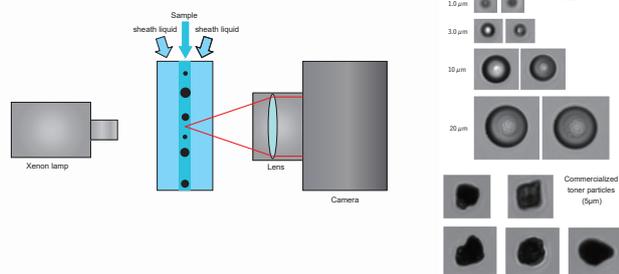
Methods and Results: The PAS is a dynamic image analysis system used to measure particle size and shape. While laser diffraction and scattering methods are common for particle size distribution measurement, they lack the capability to evaluate particle shape and detect coarse particles within a sample. The PAS addresses these limitations by utilizing dynamic image analysis, allowing high-throughput measurement of a large number of particles suspended in liquid. With its flat sheath flow system, the PAS maintains precise focus, ensuring accurate measurements for particles ranging from sub-micron to over 100 μm. It also features automated lens switching and an optional auto-sampler for efficient sample dispersion.

A measurement example of silicon carbide ($d_{50}=5.6 \mu\text{m}$) using the PAS is provided. After ultrasonic dispersion, the particles were analyzed, revealing variations in particle detection depending on the proximity of adjacent particles. This demonstrates the PAS's capability to deliver both quantitative and qualitative data on particle size and morphology.

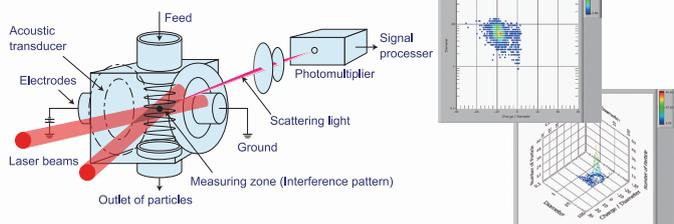
The EST is a device that measures particle size and charge using laser Doppler technology. It evaluates phase delay caused by particle inertia in an acoustic field to determine size and calculates charge based on drift velocity in an electric field. Unlike bulk methods like the Faraday cage, the EST provides detailed charge distribution data for individual particles. To address issues with discontinued parts, a new version of the EST is under development, featuring digital signal processing, miniaturization, and improved mobility.

Conclusions (Outlook): The PAS and EST offer unique and precise insights into particle properties, providing advanced solutions for research and quality control applications. The ongoing development of these devices is expected to further support innovations in industries that require accurate particle characterization.

Parshe Analyzer[®] (PAS)



E-SPART Analyzer[®] (EST)



Keywords:

- Powder evaluation
- Particle shape
- Dynamic image analysis
- Charge distribution
- Particle charge analysis

¹ Development Department, Powder Technology Research Institute, Hosokawa Micron Corporation, JAPAN





最新の粉体物性測定技術

清水 健司

ホソカワミクロン株式会社 粉体工学研究所 開発室

抄 録

様々な工業製品には粉体技術が大きくかかわっている。製品の高機能化が進む中、製造プロセスにおいてより高度な粉体技術が用いられるようになり、それに伴い粉体の評価技術にも進化が求められている。粒子の形状評価や、ごく少量含まれる粗大粒子の評価には、画像解析法による粒子径測定が有効である。本稿では、動的画像解析装置「パーシェアナライザ[®]」の特徴を、実際の粉体測定例と共に紹介する。また粒子径分布と帯電量分布を測定する「イースパート アナライザ[®]」の原理と測定例についても説明する。

1 はじめに

様々な工業製品には、粉体技術が大きくかかわっている。製品の高機能化が進み、製造プロセスにおいてより高度な粉体技術が用いられるようになる中で、粉体の評価技術にも進化が求められている。当社は、様々な粉体の特性を測定する装置を開発・販売している。本稿では、微粒子の形と大きさを測定する「パーシェアナライザ[®]」と、帯電量分布などの電気特性を測定する「イースパート アナライザ[®]」を紹介する。

2 パーシェアナライザ[®] (PAS) の概要^[1-5]

現在、粉体の粒子径分布測定には、レーザ回折・散乱法が一般的に用いられている。この方法では、粒子の集合体としての粒子径分布を計測しており、短時間で広範囲の粒子径分布の測定が可能である。一方、粒子の形状評価や、ごく微量に含まれる粗大粒子等の評価には、画像解析法による測定が有効である。画像解析法には、顕微鏡のように対象粒子が動かない静的画像解析法と、移動する粒子を測定する動的画像解析法があるが、動的画像解析法は短時

間で大量の粒子を測定するのに適している。

PAS (図 1) は動的画像解析装置の一種で、サブミクロンから百数十 μm の粒子を、懸濁液にして装置に供給、その粒子を高速かつ正確に撮影し、画像解析により粒子径や各種の形状パラメータ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 (図 2) により、測定中、常に粒子を焦点位置に移動さ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が可能である。

本機は測定したい粒子の大きさによってレンズを交換する際にも、ソフトウェア操作のみで容易にレンズを交換できる。オプションとして粒子を適切に分散し、装置に供給する前処理装置であるオートサンブラを用意しており、これにより人的誤差を排除することが可能である。

3 PAS の測定例

研磨剤 (炭化ケイ素, $d_{50}=5.6 \mu\text{m}$, 市販品) を PAS にて測定した例を示す。サンプル 240 mg に対し、純水 5 ml を加えて超音波槽で 5 分間分散させた。分散液を PAS の標準 (10 倍) レンズを用いて、10 秒間の撮像時間で測定を実施した。



図1 パーシェアナライザ® (左) とオートサンプラ (中) の外観, および解析結果の表示画面イメージ (右)

Fig. 1 Appearance of the Parshe Analyzer® (left), Auto Sampler (center), and an image of the screen displaying the analysis results (right).

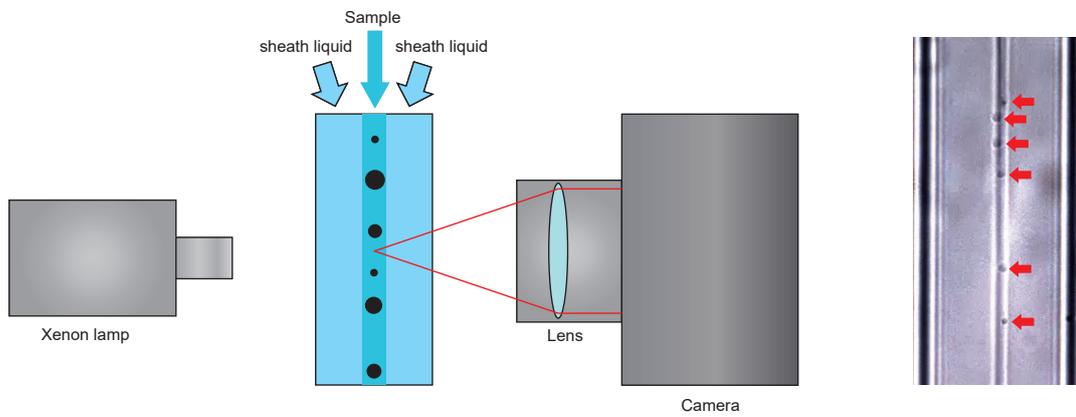


図2 フラットシースフローのイメージ図と移動する粒子の様子

Fig. 2 Image of flat sheath flow (left) and photo of flowing particles (right).

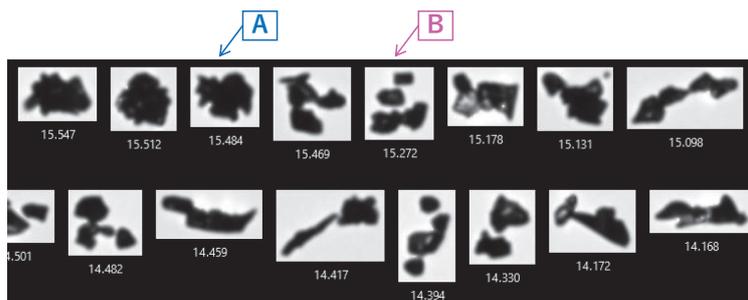


図3 研磨剤の測定画像

Fig. 3 Measured image of abrasive (silicon carbide).

図3に測定画像の一部を示す。粒子画像の下部の数値は粒子径(円相当径, μm)を示している。この測定結果では、同じような粒子径であっても、一つの粒子(A)の場合と、粒子同士の距離が近いために一つの粒子として検出される場合(B)があることが見て取れる。このように、粒子1個1個の

画像を確認できるため、例えばこの粉体で $12\ \mu\text{m}$ 以上の粗大粒子の個数を確認しようとした場合に、粗大粒子の個数および割合の定量的な情報を得ると同時に、粗大粒子形状の定性的な情報を推測することも可能である。

また、PASでは粒子径に加え、円形度、アスペク

ト比、平均輝度値等の粒子形状パラメータを同時に得ることができる。図4に研磨剤測定結果を包絡度（面積）：Convexity (area)（実際の面積／包絡面積から求められ、粒子の凹凸の度合いを示すパラメーター）で解析し、包絡度（面積）0.81未満または0.81以上で限定処理をかけた画像を示す。研磨剤のような円形でない不定形のサンプルでも、0.81未満と限定することで、目視で個々に判別しなくても一括で、単一粒子を抽出できていることが確認できます。

さらに、PASでは19項目の解析結果を得ることが可能なため、他の項目で条件を追加することで、より精度高く解析することが可能である。

4 イースパート アナライザ® (EST) の概要^[6-7]

粒子径・帯電量測定装置 E-SPART アナライザ (EST) はレーザードップラー法を用いて、粒子一個ずつの位相遅れや移動速度を測定し、粒子径と帯電量を測定する装置である。ESTの測定部の概略を図5に示す。粒子は下部の粒子出口から吸引された空気によって、上部から鉛直方向に輸送され、測定部に到達する。測定部には、一定周波数の空気振動（音響場）と一定強度の電場が形成されており、粒子は音響場による作用を受けて水平方向に振動しながら、電荷を持つ場合は逆極性の電極側に引き寄せられつつ下方に移動する。この場合、音響場と電場の影響による粒子の運動はそれぞれ独立したもの

Convexity (area): < 0.81



Convexity (area): 0.81 ≦

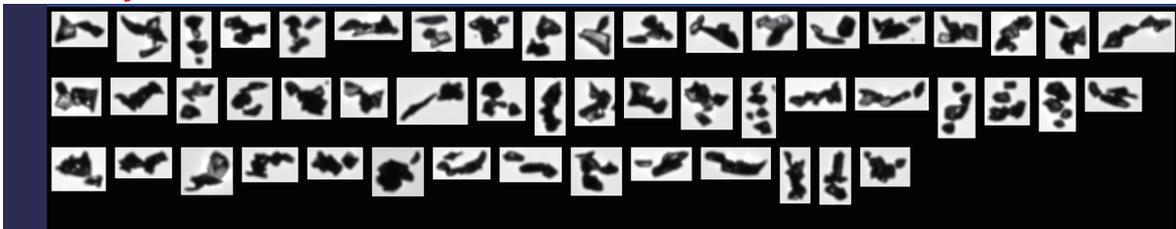


図4 解析範囲を限定した研磨剤の測定画像（上：包絡度（面積）0.81未満，下：包絡度（面積）0.81以上）

Fig. 4 Measured image of abrasive with limited analysis range.

(Upper: Convexity(area): less than 0.81, Lower: Convexity(area) 0.81 or higher)

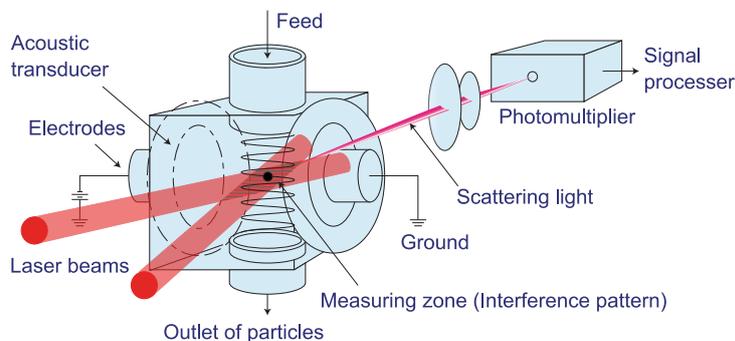


図5 EST測定セル内のイメージ図

Fig. 5 Inside image of the EST measurement cell.

と考えられるため、音響場による影響から粒子径を、電場による影響から帯電量を同時に計測できる、粒子径 D_p の測定は、粒子の慣性力と音響による振動場を利用し、粒子径が大きいほど慣性力が大きくなり、空気（音響）振動に追従できなくなることで両者の位相差（位相遅れ）が大きくなる現象を利用している。この位相遅れと粒子径の関係は式（1）に示される。

$$D_p = \sqrt{\frac{18 \cdot \eta \cdot \tan \phi}{\omega}} \quad (1)$$

D_p = 空気力学的粒子径 [m], η = 空気粘度 [kg/(m·s)], ϕ = 位相差 [°], ω = 音響周波数 [1/s]

一方、帯電量 q は、電場強度 E と水平方向の偏寄速度 v から式（2）により求められるため、これらの結果から個々の粒子の帯電量を計測することができる。

$$q = \frac{3 \cdot \pi \cdot \eta \cdot v \cdot D_p}{E} \quad (2)$$

q = 帯電量 [C], D_p = 空気力学的粒子径 [m], η = 空気粘度 [kg/(m·s)], v = 粒子の電極への移動速度 [m/s], E = 電場の電界強度 [V/m]。

バルクの帯電特性の測定法としては、ファラデーゲージ法が広く知られているが、この方法では帯電量の分布を得ることはできない。EST は、1 粒子を

対象に粒子径と帯電量を同時に計測できる、世界で唯一の測定機であり、帯電量と粒子径の分布を取得することが可能である。

5 EST の測定例

図 6 に、2 成分系トナーの濃度（キャリアに対するトナー濃度）を変えた場合の帯電量分布を示す。トナー濃度が高いと低電荷側へシフトしていることが分かる。図 7 には、トナー濃度が 2% と 6% の際のスキャッタグラム（散布図）（帯電量 vs. 粒子径）

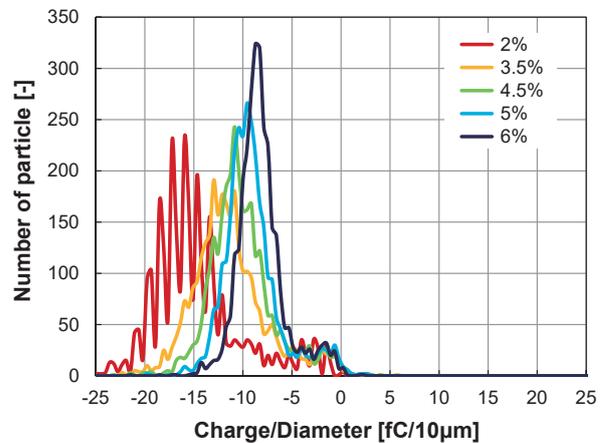


図 6 トナー濃度による帯電量への影響
Fig. 6 Effect of toner concentration on charge amount.

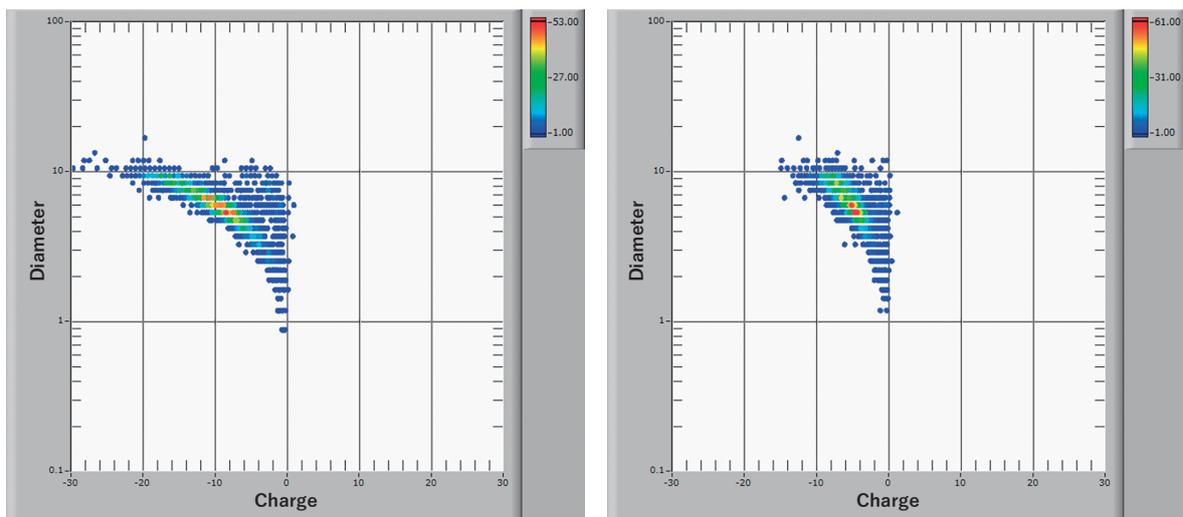


図 7 トナー濃度による帯電量への影響（散布図）（左：トナー濃度 2%、右：トナー濃度 6%）
Fig. 7 Effect of toner concentration on charge amount (Scatter plot).
Left: toner concentration 2%, right: toner concentration 6%.

を示している。この形式は視覚的に違いを把握しやすいため、時間的制約がある品質管理工程などで利用されている。

6 ESTの今後の展開

ESTは販売から30年以上が経ち、これまでに、100台以上の販売実績を持ち、現在も研究開発から品質管理まで幅広く利用されている。しかし、一部の部品が製造中止となったため、2022年から販売を停止している。

現在、代替部品の採用と共に、小型化および信号処理のデジタル化を実現した新型ESTの開発を進めている。半導体レーザーの採用により、機械的に安定かつ小型の光学部を実現するとともに、信号処理回路も調整が不要なデジタル回路に改良されている。これにより、従来に増して高性能な測定機となる見込みである。また、小型化により移動が容易になり、環境試験室内での計測や、大型装置の設置場所での計測等も可能となるため、使い勝手も向上すると考えられる。

7 おわりに

PASは、焦点位置の自動調整機能やレンズ倍率の自動切り替え機能、サブミクロンレベルの微小粒子に対する高い検出感度等、他の装置にはない特徴を備えている。粒子1個1個の画像を高速で測定できる本機は、他の方法で粒子径分布を測定しているユーザーに対しても新たな知見を提供できると考えられる。また、ESTは粒子個々の帯電量と粒子径を同時

に測定することで帯電量分布を得ることができる、他にはない特徴を持った装置である。高度な粒子設計における新たな評価技術として、PASとESTが最先端の技術開発の一助になれば幸いである。

References

- [1] 笹辺 修司, “動的粒子像分析装置パーシェアナライザ PAS の紹介”, 産業機械, 12 (2020) 37–39.
<https://www.jsim.or.jp/pdf/publication/journal/a-1-55-01-00-00-20201221.pdf>
- [2] ホソカワミクロン (株), “動的粒子像分析装置パーシェアナライザ™ PAS”, 2022.
<https://www.hosokawamicron.co.jp/jp/product/machines/detail/73.html?page=1&cat=8>
- [3] ホソカワミクロン (株) 発行, “動的画像解析装置パーシェアナライザ®”, 粉砕, 65 (2023) 86–87. Dynamic Image Analyzer “Parshe Analyzer®”, The Micromeritics, 65 (2022) 86–87.
<https://doi.org/10.24611/micromeritics.2022017>
- [4] ホソカワミクロン (株) 発行, “動的画像解析装置パーシェアナライザ®”, 粉砕, 66 (2023) 78–79. Dynamic Image Analyzer “Parshe Analyzer®”, The Micromeritics, 66 (2023) 78–79.
<https://doi.org/10.24611/micromeritics.2023016>
- [5] 清水 健司, 動的粒子像解析装置パーシェアナライザ® PAS, 粉砕, 67 (2024) 88–92. Shimizu K., Dynamic Particle Image Analyzer: Parshe Analyzer®, The Micromeritics, 67 (2024) 88–92.
<https://doi.org/10.24611/micromeritics.2024015>
- [6] 笹辺 修司, “粒子径・帯電量測定装置「E-SPART Analyzer」”, 化学装置, 10 (202) 56–57.
https://www.hosokawamicron.co.jp/jp/files/items/2579/File/202010_kgs.pdf
- [7] 辻 圭師, 笹辺 修司, “帯電量・粒子径分布測定機 E-SPART ANALYZER® のリニューアルについて”, 粉砕, 57 (2014) 84–88. Tsuji Y., Sasabe S., Renewal of E-SPART ANALYZER® (model EST-G), The Micromeritics, 57 (2014) 84–88.
<https://doi.org/10.24611/micromeritics.2014015>

著者紹介



清水 健司 Kenji SHIMIZU

〔経歴〕 2006年東京農工大学大学院 応用生命化学科卒業。同年ホソカワミクロン株式会社入社。技術部を経て、2021年から現職。

〔専門〕 粉体工学, 生化学。

〔連絡先〕 kshimizu@hmc.hosokawa.com