



産業用ドライカーボンの粒度分布測定

最高品質の材料を生産する上で 何よりも重要なことは「見分けられる」ことです

Bill F. Bars | Beckman Coulter, Inc., 481 California Ave Grants Pass, OR 97526 USA

概要

LS 13 320 XR は、弊社の新型レーザー回折散乱法粒度分布測定装置です。今回、代表的な産業材料である高純度炭素の粒度分布測定を、異なる2社の粒度分布測定装置にてお客様により行いました。その結果、LS 13 320 XR が、ピーク識別、粒子サイズの精度、そして繰返し精度において非常に高い優位性を示しました。

以下の2つの装置を比較しました。

1. 他社製レーザー回折散乱法粒度分布測定装置（湿式分散ユニット）
2. LS 13 320 XR（トルネードドライパウダーシステム）

各装置の条件設定

他社製レーザー回折散乱法粒度分布測定装置

この装置で使用されている4つの主要な設定要素は、粒子タイプ（形状）、材料の屈折率、解析モデル（汎用、ナローモード、検証用ラテックス）、および吸光度%です。

1. 以下の3つのオプションから物質形状を選択
 - a. 非球形（本測定で選択）
 - b. 球形
 - c. 不透明な粒子
2. 今回のサンプル材料に適用するような屈折率、吸収、材料タイプといった測定に影響を及ぼすプロファイルを選択および作成するためのメニューがあります。
3. 以下の3つのオプションから解析モデルを選択
 - a. 検証用ラテックス
 - b. ナローモード
 - c. 汎用（本測定で選択）
4. 吸光度率を0.1～2% に設定

LS 13 320 XR

LS 13 320 XR の設定要素は、主にモジュール設定とサンプル特性の設定となります。

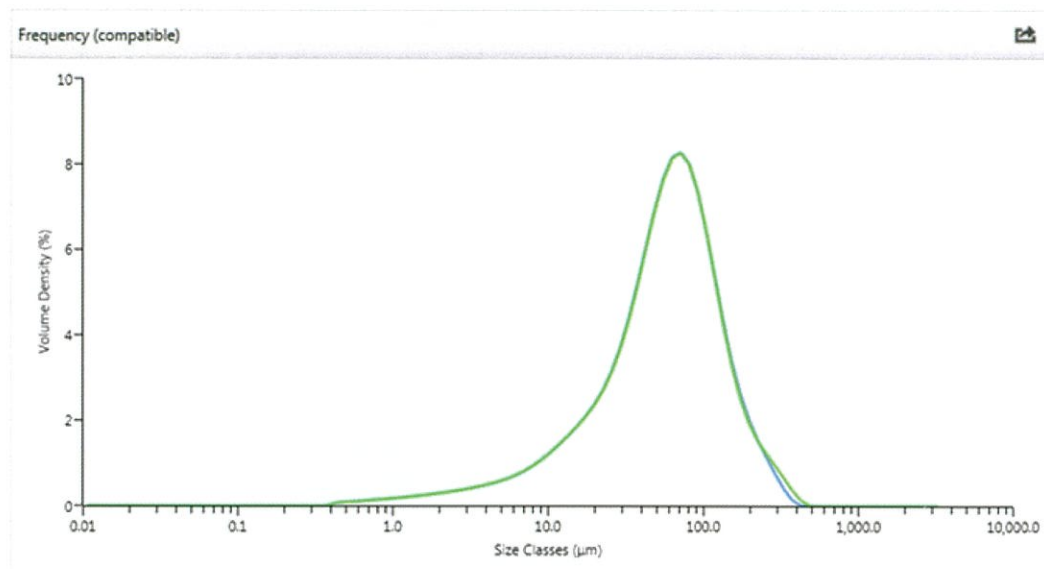
1. Optical Modelライブラリから“Carbon ”という光学モデルを作成、選択

サンプルを測定するまでの処理

高純度炭素粉末

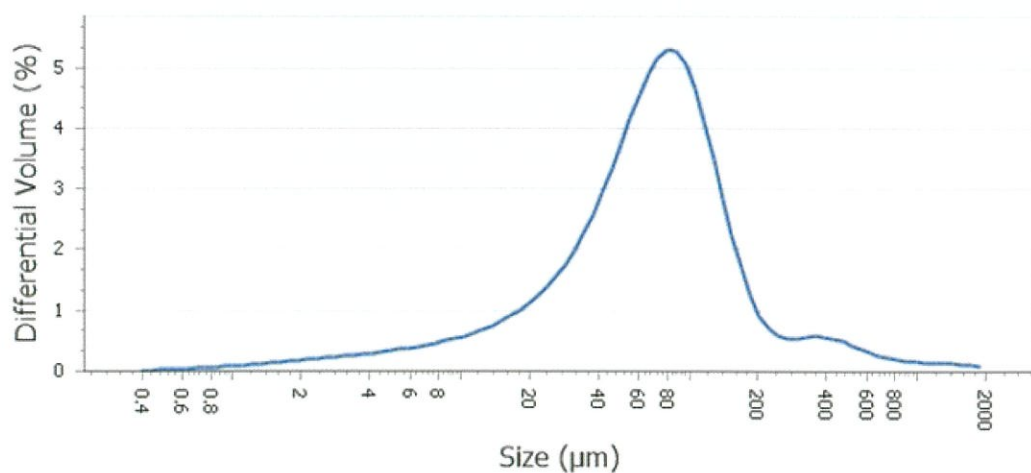
他社製測定装置の測定前に行うサンプル処理は、手間と時間がかかり（サンプルあたり約3分）、測定オペレーター間の誤差により、ばらつきのある結果を出し、信頼性の低い判断する可能性があります。LS 13 320 XR を用いて、乾式測定を行うことで、ただサンプルを投入するだけで測定が可能となります。

結果：他社製測定装置



結果：LS 13 320 XR

Graph of Results



考察

1. LS 13 320 XRで測定することで、400 μm 位置に第2ピークが明らかに示されています。
2. LS 13 320 XRが正確で、信頼性と再現性があることは、装置が出した答えがお客様のサンプル仕様と一致しているとお客様からフィードバックを得ました。
3. そのため、この装置で信頼性の高い結果を得ることができました。

本件の測定に至る経緯

このお客様は、弊社Web サイト上のサンプル分析依頼フォームを通して、ご自身のサンプルを分析依頼されました。お客様によれば、現在所有する装置では、特に主要ピークを越えた複数の粒子群の識別ができず、その中でも大きな粒子は彼らの製造プロセスと用途へ望ましくない影響を及ぼすため、150 μm 以上の粒度分布を正確に出すことが必要で、今はそれを出せず苦しんでいるとのことでした。それを踏まえ、当社のアプリケーションラボにて、お客様のサンプルのうち約40件をお客様自身により測定いたしました。そして、お客様からは、「LS 13 320 XRの方が正確な装置であることは分かっていたのですが、その結果と再現性は、我々の期待を遙かに超えるものでした」とのお声をいただきました。さらに、我々は、LS 13 320 XRをお使いいただいた今回のお客様に、以下のようにご使用後にインタビューいたしました。

1. 現在所有する装置のサンプル調製プロセスにどのくらいの時間をかけてきましたか？

お客様： 湿式分散粒子サイズ分析のためのサンプル調製時間は、標準的なもので約3分です。

2. サンプル測定にはどれだけの時間がかかりましたか？

お客様： 現在所有する装置は、1つのサンプル測定で1サイクル約15分かかります。これは、1回のサンプル測定後の自動洗浄が完了する時間とすべてのサンプル調製を含めたものです。LS 133 20 XR の場合、標準的なドライサンプルの所要時間は、1サイクル約2分でした。

3. 現在のメソッド/装置（標準）では、1回のシフトでいくつのサンプルを測定できますか？

お客様： 標準的な8時間のシフトでは、現在所有する装置を使用して、約35回の測定を行うことができます。これには、すべてのサンプルの調製、洗浄、測定、データ入力すべてが含まれます。これがLS 13 320 XRであれば、8時間のシフトで250以上のサンプル測定が可能です。

4. 結果が許容範囲内または標準範囲内になかった場合、どのくらいの頻度でサンプル調製作業を繰り返されますか？

お客様： 現在所有する装置は、1つのサンプル測定で1サイクル約15分かかります。これは、1回のサンプル測定後の自動洗浄が完了する時間とすべてのサンプル調製を含めたものです。LS 13 320 XR の場合、標準的なドライサンプルの所要時間は、1サイクル約2分でした。

LS 13 320 XR の装置では、サンプル調製なしで、少量の材料を乗せ、トルネードドライパウダーシステムにセットするだけで実行できます。

5. 両測定機で5サンプルを測定した際の各d10、d50、d90の概算での偏差はどれくらいですか？

現在所有する装置	d10 = 0.933	d50 = 3.158	d90 = 10.972	
LS 13 320 XR	d10 = 0.167	d50 = 0.765	d90 = 5.9160	d99 = 26.98

6. サンプル測定間の装置内の洗浄にどれくらい要しましたか？

現在所有する装置	各サンプル間のクリーニングサイクルは、約8分です。
LS 13 320 XR	0分。サンプル間のクリーニングは必要ありません。

7. 現在所有する装置で測定が困難だったサイズ範囲はどれくらいでしたか？

お客様： 私たちには、2種類の炭素サンプルがあります。一方のサンプルは、2つの装置間で、非常に近似しており、それらの分布は、 $< 25 \mu\text{m}$ です。もう一方のより大きい炭素サンプルは、約 $10 \sim 600 \mu\text{m}$ に分布しています。LS 13 320 XR のトルネード式ドライパウダーシステムでの測定で得られた d_{10} 、 d_{50} 、 d_{90} の結果には、大きな違いがあります。両方の装置間の違いは、 d_{10} では小さく、おおよそ $\pm 5 \mu\text{m}$ です。その違いは、 d_{50} では $\pm 15 \mu\text{m}$ と大きくなり、 d_{90} では $\pm 100 \mu\text{m}$ にもなります。 $60 \mu\text{m}$ を超えると、この炭素の測定は、現在所有する装置では困難になり、 $150 \mu\text{m}$ を超えると、非常に困難になります。

8. 個々のピークを識別できるLS 13 320 XR の能力の重要性はどの程度のものでしょうか？

お客様： ちの分布の中で複数のピークを「見分けられる」ことは、我々の製造工程にとって何よりも重要です。我々は、生産可能な最高品質の材料を目指して、お客様が求める粒度分布のものを製造し続けています。正しい粒度分布を見分けることは、幅広いお客様のニーズを満たす上で絶対的に必要なことです。LS 13 320 XR により、現在所有する装置より優れた精度の粒度分布結果が、特により大きな粒度分布範囲をもつサンプルに対して実現しました。どうもありがとうございました。

著者



Bill F. Barは、Beckman Coulter Life Sciences (Grants Pass, Oregon, USA) のシニアアプリケーションサイエンティストです。これまで当社の粒子計測製品に関わる多くの液体サンプル測定システムの製造工程や実験手順アプリケーションツールを構築・開発してきました。それらの主な製品には8011+、PODS、GlyCount、9703+、ROC およびHRLD センサーなどのHIAC ブランド製品だけではなく、そのほか多くの製品にかかわってきました。20年以上にわたりBeckman Coulter Life Sciencesに勤務し、計測学、サービストレーニングやアプリケーションサポートなどの技術に関わる多くの業務に携わってきました。NFPA U.S. TAG to ISO/TC 131/SC 6 - Contamination control グループのメンバーです。

Bill F. Bar氏宛の電子メールは：bbars@beckman.com 。

ベックマン・コールター株式会社 代理店

日科機バイオス株式会社 コールター事業部

〒162-0808 東京都新宿区天神町6番地 村松ビル7階
Tel. 03-6265-0105 Fax. 03-6265-0138
info@nikkaki-bios.jp <http://www.nikkaki-bios.jp>

