

R-AD-0018

砂糖の粒子径分布と粒子形状

測定装置：CAMSIZER P4／CAMSIZER X2

砂糖のふるい分け

砂糖の粒子径分布測定には、ICUMSA Method GS2/9-37に準拠したふるい分けが標準となっています。ラウンドロピテストでは複数ラボにおいて同等の結果が得られています。しかし、実際には、各ラボはICUMSA Methodのガイドラインとは若干異なる手順を踏んでおり、その結果、ラボによって測定された粒子径分布は驚くほど異なることが問題となっています。ここでは、ふるい分けの問題点、及び再現性が高く信頼性の高い結果を得るための新しい測定方法を提案します。ふるい分けの問題点は、次の3つのセクションに分けられます。

- 体系的なエラー
- ふるい分けハードウェアのエラー
- ヒューマンエラー

Table 1: Examples for the maximum batch and permitted sieve oversize for 200 mm ø sieves

Mesh size in μm	Max. batch in cm^3	Max. permitted sieve oversize in cm^3
25	14	7
45	20	10
63	26	13
125	38	19
250	58	29
500	88	44
1000	126	63
2000	220	110
4000	346	173
8000	566	283

体系的なエラー

□ ふるいへの付着

メッシュワイヤに砂糖が付着すると有効なメッシュサイズが本来のサイズよりも小さくなってしまいます。ICUMSA推奨の温水による洗浄方法は、時間がかかる（乾燥工程）ため、あまり行われていません。

□ ふるいの破損

ブラッシングなどにより、ふるいが破損することがあります。温水での洗浄ではなく、迅速で過酷なブラッシングを行うと、有効なメッシュサイズが大きくなりすぎてしまいます。

□ 不適切なサンプル分割

多くのラボでは、ふるい分析に100gのサンプルを使用しているため、パーセント計算が必要ありません。一方で、偏析の影響により、100gの粒子径分布は、母集団と同一ではない可能性があります。

□ オーバーロード

粒子径が500 μm 以下と小さな場合、100gの量は多すぎてふるいに過負荷をかけてしまいます。DIN 66165では、ふるい分けに使用する試料の最大量が定められています（表1）。

□ ふるい分け時間不足

測定時間をできるだけ短くしたいと考えてしまい、ふるい分けの時間が不十分になることがあります。

□ 少ないふるいの段数

ICUMSA法では、どのふるいにも全サンプルの30%以上が保持されてはならないとされています。しかし、多くのラボではふるいの段数を減らしています。その結果、例えば45%の試料が「アンダーサイズ」のふるいに保持され、完全にオーバーロードになってしまうことがあります（図1）。

図1は、動的画像解析法(ISO 13322-2)に基づくCAMSIZERによる測定結果と、誤って行われたふるい分け結果を比較したものです。ふるい分けが不十分なため、630 μm のふるいのデータポイントは、残った粗い粒子と通過した細かい粒子の分離が不完全であることを示しています。

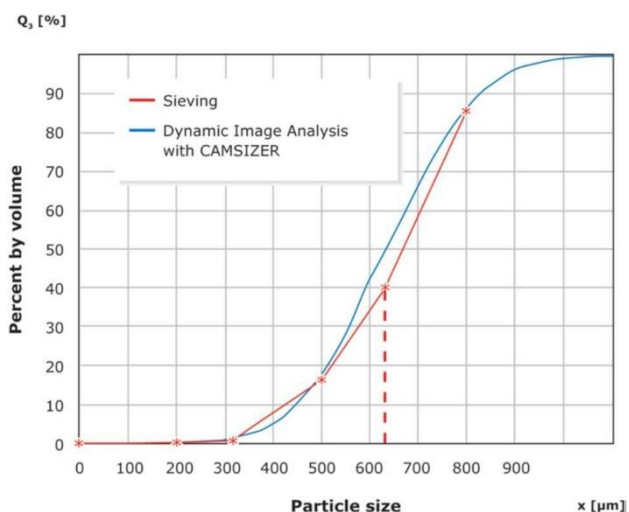


図1：誤って行われたふるい測定（※）と動的画像解析CAMSIZER（青い曲線）

誤って行われたふるい測定では、全サンプルの45%以上が保持されていました。サンプル量を減らす（150g $\Rightarrow$ 50g）、ふるい分け時間を長くする、あるいは630 μm と800 μm の間に710 μm のふるいを追加することが解決策として挙げられます。

ハードウェア関連の問題

ふるい分けに使用するふるい自身に問題がある場合もあります。

- ☐ 目開きが校正されていないふるい
- ☐ 振幅が校正されていないふるい振とう機
- ☐ 校正されていない天秤、分解能の低い天秤
- ☐ 擦り切れたり壊れたりしたふるい（図2）

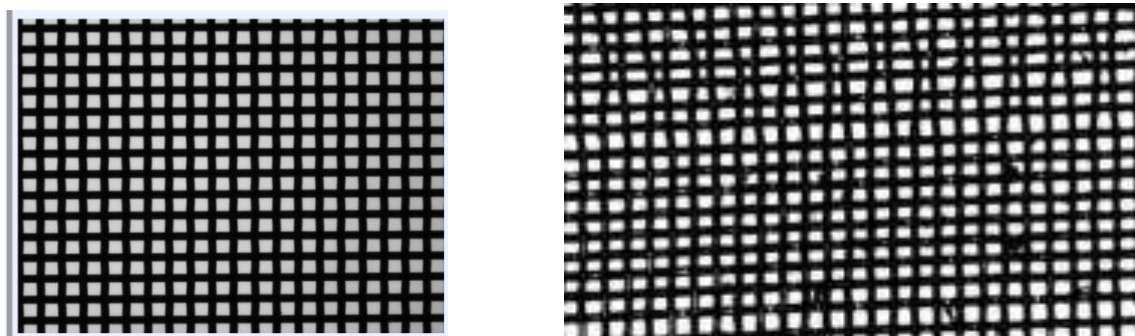


図2：新しいふるい（左）と使い古したふるい（右）

新品の試験ふるいの目開きは均一でほぼ正方形です。ふるいは、出荷前に光学的に測定（校正）され、ISO 3310-1やASTM E11の要求事項を満たしているかどうかをチェックされています。一方、使い古したふるいでは、摩耗した開口部が公称メッシュサイズよりも大きな粒子を通過させてしまいます。

人的操作ミス

人的操作ミスも驚くほど多くあります。例えば、各ふるいの質量を記入する際に数字を書き誤ったり、質量をパーセントに換算する際に計算ミスがあったり、ふるい段組みを誤ってしまったり（小さい目開きのふるいを大きな目開きのふるい上に設置）、計量プロセスに関連した処理ミス（風袋引きや天秤の清掃）などが挙げられます。ふるい分けに関する詳しいガイドラインは、DIN 66165（ふるいの過負荷）、ISO 3310（ふるいの校正）、またはレツチェ社発行のふるい分けエキスパートガイド「Taking a close look at sieve analysis」（www.retsch.com）をご参照ください。

動的画像解析

動的画像解析（DIA）は、1 μm から 30 mm の幅広い測定範囲をカバーします。この方法は、解像度、測定精度、再現性の点でふるい分けよりも優れており、さらに粒子形状の測定も可能です。CAMSIZER P4 と CAMSIZER X2 のラインナップがあります（図3）。測定範囲：20 μm ～ 30 mm（CAMSIZER P4）および 0.8 μm ～ 8 mm（CAMSIZER X2）3 μm のアイシングシュガーから 30 mm の氷砂糖まで、あらゆる砂糖製品を測定することができます。ふるい分けとは対照的に、DIA の方法では、再現性が高く、人手がかからず、メンテナンスや取り扱いの問題も少なく、砂糖の結晶粒子径分布を測定することができます。

ふるい分けの問題点を指摘してきましたが、上述のような問題を避ければ両者のデータ一致性は高く、DIA は新たな製品仕様を定義することなく、ふるい分けに代わることが可能です。



図3：動的画像解析式装置「CAMSIZER P4」と「CAMSIZER X2」

多くのアプリケーションでは、オーバーサイズとアンダーサイズを正確に定量化することが、平均粒子径の測定と同様に重要です。図4の例では、DIAはこの点でも同じ結果を提供しています。DIAは高度に自動化されているため、エラーが発生する可能性は大幅に低減されています。あらかじめ定義された標準操作手順（SOP）が自動的に実行されるため、オペレーターによらず同一の結果が得られます。さらに、DIAはふるい分けに比べて作業量を大幅に削減することができます。例えば、ふるい振とう機で30個のサンプルを測定した場合、その測定時間は約7.5時間ですが、DIAでは約1.5時間で測定することが可能です。

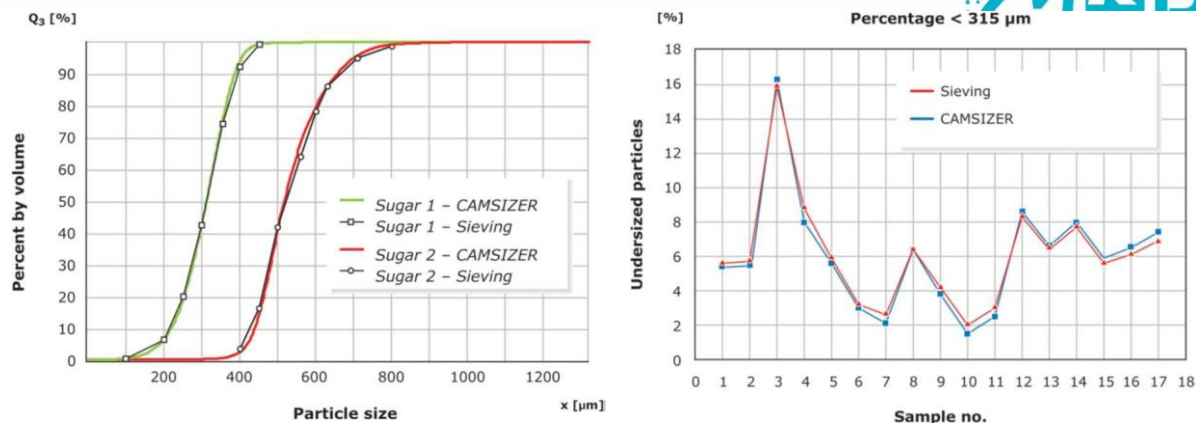


図4: CAMSIZERの結果は、正しく行われたふるい分けのデータとほぼ一致しています（左側）。測定時間が短いため、製品の品質を常に監視することができます。右のグラフは、17回の連続測定における315μm未満の粒子の割合を時系列トレンドグラフで示しています。

粒子形状解析

CAMSIZER P4やCAMSIZER X2では、粒子径分布の測定に加えて、粒子形状の測定も可能です。例えば、単結晶の砂糖製品では、単結晶や多結晶の量を簡単に知ることができます（図5）。

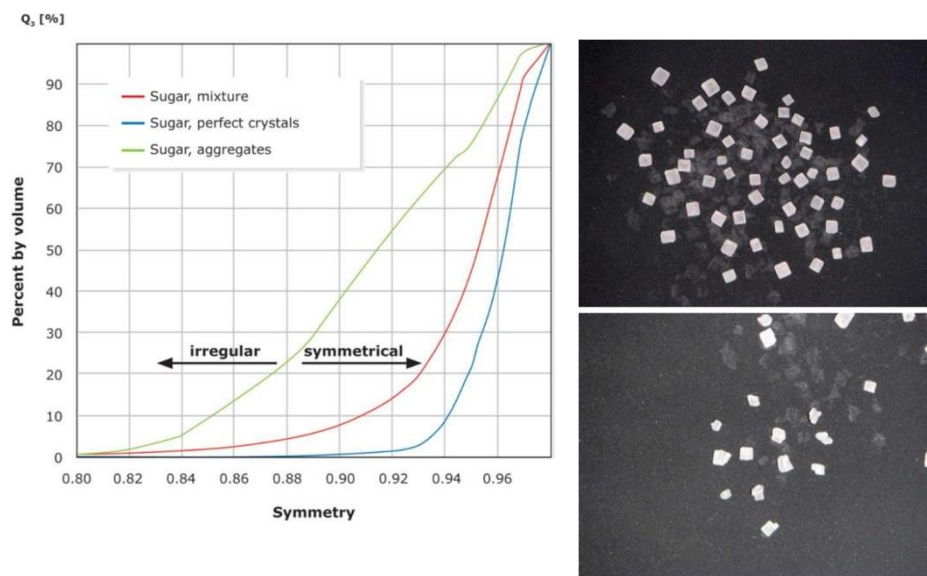


図5：3種類の砂糖のCAMSIZERによる粒子形状測定

完全な結晶の対称性は高い（青色、上段右の写真）

凝集体（緑色、下の写真）は対称性が低く、曲線が左にシフトしていることがわかります。

両者の混合物（赤色）は中間的な値を示します。

CAMSIZERの特長

動的画像解析式CAMSIZERの特長は、以下の通りです。

- 広い測定範囲
- ICUMSAに準拠したふるい分けに優れた適合性を発揮
- 僅かな量の「アンダーサイズ」と「オーバーサイズ」を確実に検出
- 試料分散オプション：空気圧分散、自然落下、溶液循環
- 短い測定時間：約3分間
- 高い再現性
- 高い解像度
- ふるい分けに比べて作業量を大幅に削減
- CAMSIZER P4にはオートサンプラーが用意されており、作業負荷をさらに軽減することが可能（図6）



図6：オートサンプラーを搭載したCAMSIZER P4

詳細については、 www.microtrac.com までお問合せください。

