

R-AD-0012

スプレードライ粒子の粒子径分布・粒子形状

測定装置：CAMSIZER X2

スプレードライによる造粒

牛乳やクリーム、ヨーグルトなどの乳製品を蒸発・乾燥させることで、保存性が高く扱いやすい粉体を作ることができます。これらは、チョコレート、洋菓子、アイスクリームなどの食品を作るために利用されます。粉ミルクは、化学工業や製薬の分野でも確立された方法であるスプレードライによって製造されます。

スプレードライでは、まず牛乳を低温殺菌した後、スプレータワーに移し、ノズル（アトマイザー）から約200℃の熱風中に分散させます。液滴はすぐに残りの水分のほとんどを失い、水分含有量は87.5%から3%にまで減少し、微粉末となります。その粒子径分布は、溶解性、加工性、流動性などに影響を与えるため、非常に重要です。



図1：スプレードライで粉ミルクやパウダークリームを製造。脂肪分が多いため、粉体は凝集体となりやすい。

粉ミルク測定における動的画像解析の利点

乳製品は、油分を含んでいるため粒子が凝集しやすく、通常のふるい分けでの測定は困難です。エアジェットシーブでも、大きな粒子は壊れ、小さな粒子が凝集してしまうケースが多く、適切に評価できません。湿式分析も不可であり、乾式での効果的な分散が求められます。CAMSIZER X2乾式分散システムX-JETには、分散圧力を調整できるベンチュリーノズルが搭載されています。噴霧乾燥された粉体構造を壊すことなく、粒子を効果的に分散するには、30kPaというかなり低い分散圧力で十分であることを実験により確認しました。

CAMSIZER X2は、1秒間に300枚を超える画像を撮像することで、2～3分間の測定時間で数百万個の粒子数を測定することが可能です。長径、短径、円相当径、そして、アスペクト比、真球度、真円度など、粒子の形状を定義するさまざまなパラメータが一度の測定で評価可能となっています。

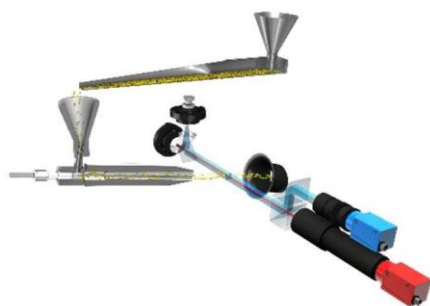


図2：X-JET乾式分散モジュール、効果的かつ穏やかな分散

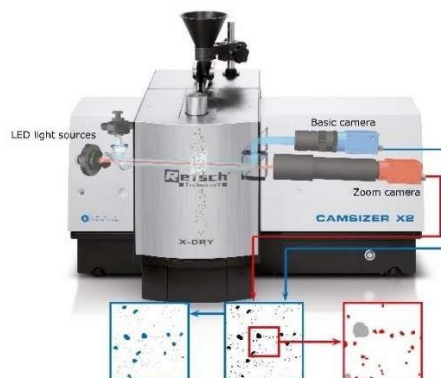


図3：デュアルカメラ技術を採用したCAMSIZER X2光学系

測定例 1：粉ミルク

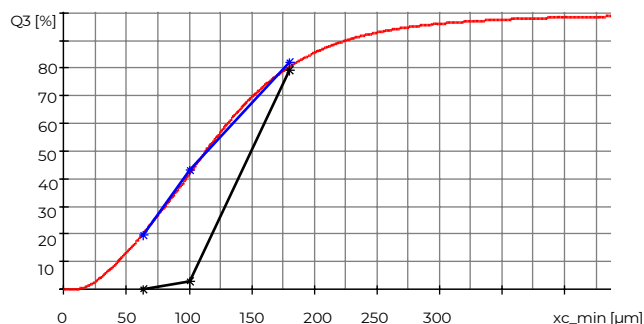


図4：粉ミルクの粒子径分布

CAMSIZER X2(赤)、エアジェットシーブ(青)、振動ふるい(黒)

粉ミルクの粒子径分布は、通常20 μmから500 μm程度です。CAMSIZER X2とふるい分けの結果を図4に示しています。CAMSIZER X2とエアジェットシーブは、ほぼ同じ結果が得られており、粉ミルクは比較的脂肪分が少ないため、エアジェットシーブでもCAMSIZER X2のX-JETモジュールと同様に容易に凝集体を分散して測定が可能との結果となりました。しかし、振動式ふるい分けでは、粒子が凝集して開口部を塞ぎ、100μm目開きを通過する粒子の割合が非常に少なくなっており、適切な評価は困難でした。

CAMSIZER X2の測定結果は、数百万個の個々粒子の測定に基づいています。画像は測定中に保存され、粒子データベースに表示されます。CAMSIZER X2には、倍率の異なる2つのカメラ（BASICカメラとZOOMカメラ）が搭載されており、大きな粒子と小さな粒子を同時に測定することで、幅広い測定範囲の高精度測定を実現しています。図5aはBASICカメラ、図5bはZOOMカメラの粒子画像です。

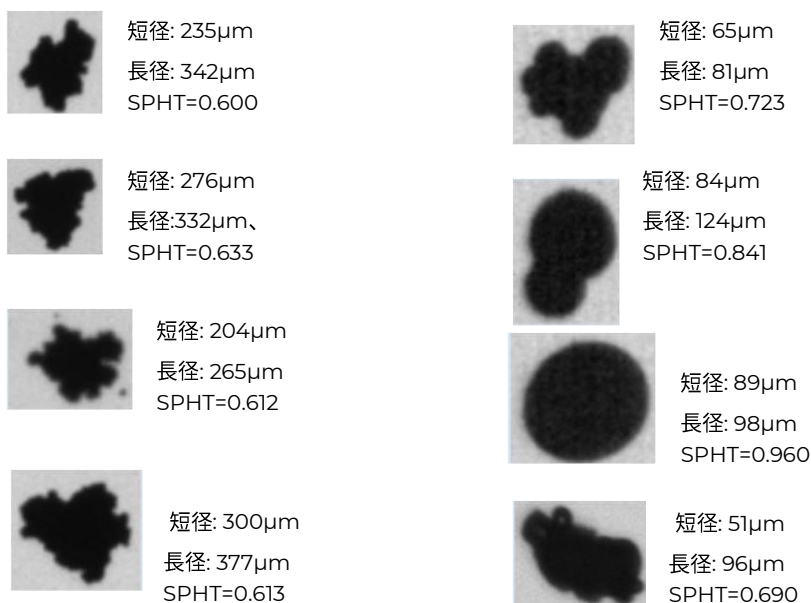


図5a：粉ミルク、大粒子画像（BASICカメラ）

図5b：粉ミルク、小粒子画像（ZOOMカメラ）

図5より、粒子形状が乳滴の元の形態を表す非常に丸い粒子から、不規則な構造のものまでであることがわかります。図6は、粒子の円形度（SPHT）を示しています。SPHTは粒子の投影図の周囲に対する面積の比から計算され、真円であれば最大値1となり、不規則な形状の粒子では小さな値となります。

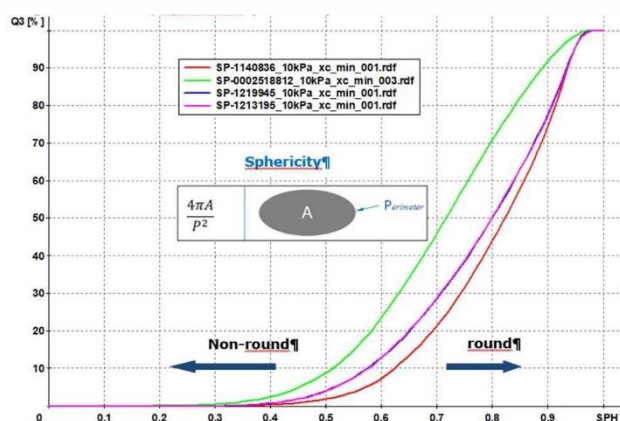


図6：4種類の粉ミルクの粒子形状 SPHT

測定例 2：パウダークリーム

パウダークリームは、脂肪分が多いため凝集体となりやすく、粒子径分布測定は特に難しくなります。振動式ふるいでは粒子を分散できず、目開きが塞がれてしまうため測定ができません。エアジェットシーブでも同様に困難です。図7は、63μm目開きのふるいに粉状のクリームサンプルを入れ、エアジェットシーブを1分間かけた後の写真です。サンプルは蓋や枠に付着し、測定中に形成された凝集体が試験ふるい上に残ってしまっています。



図7：1分間のエアジェットシーブ後、
63μm目開きふるい上のパウダークリーム

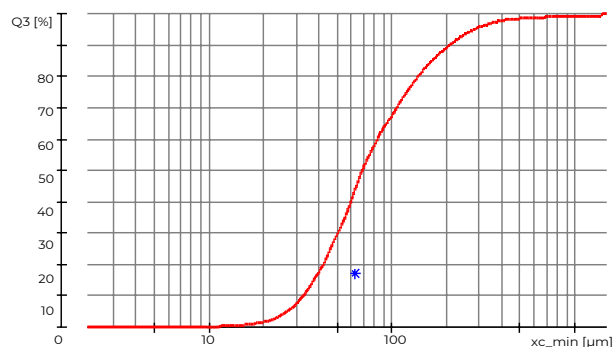


図8：CAMSIZER X2(赤)とエアジェットシーブ(青*)で測定した
パウダークリームの粒子径分布

一方、CAMSIZER X2では、X-JET乾式分散ユニットを用いることで、パウダークリーム凝集体を分散して測定することが可能です。試料は、振動フィーダによって常に均一に装置に供給され、X-JET分散ノズルの中で凝集している粒子は分散されて、動画像解析により測定されます。エアジェットシーブによる凝集体の評価と比較して、適切に分散されたCAMSIZER X2による測定結果を図8に示します。

まとめ

CAMSIZER X2は、スプレードライされた粉体の粒子径分布、粒子形状測定に適しています。パウダークリームのような凝集しやすい粒子でも、適切に分散させて数分間で測定できます。ふるい分けに比べて、試料分散の信頼性が高く、空気分散圧をサンプルの特性に合わせて調整することができます。洗浄などの測定操作も非常に簡単です。

CAMSIZER X2の特長

- 測定時間 2～3分間
- 測定範囲 0.8 μm - 8 mm
- 自動測定
- 湿式測定 & 乾式測定
- ふるい分けと高いデータ一致性
- 高い分解能
- 高いサンプルスループット
- 優れた再現性
- 数十万個から数百万個の豊富な測定粒子数
- オペレーターに依存しない簡単な操作性
- 極僅かに含まれた粗大粒子の高い測定感度
- 粒子径分布に加え、粒子形状の測定
- メンテナンスフリー、堅牢な光学設計
- 21CFR Part11準拠

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