

SYNC



レーザ回折・散乱式 & 動的画像解析式
粒子径分布・粒子形状測定装置

2つのコア技術をシンクロナイズ



MICROTRAC

粉粒体物性評価の フロントランナー

MICROTRACは、粉粒体物性評価のトータルソリューションを求めるお客様にとって最良のパートナーです。

お客様が常に信頼性の高い測定結果を得るために、装置導入時のサポートからアフターサービスに至るトータルソリューションを提供します。

MICROTRACは、ヴァーダー・サイエンティフィックグループの一員として、関連会社と販売代理店のネットワークを通じて、世界規模でのサポートを提供しています。



MICROTRAC

MICROTRACの
イノベーションを
支える3つの柱

I 粒子径分布&粒子形状評価

動的画像解析技術は、粒子個々の粒子径と形状を迅速に測定するために使用され、広い測定範囲で高分解能と再現性を実現します。

動的画像解析式装置のCAMSIZERシリーズは20年以上前に市場導入され、それ以来、技術革新を繰り返してきました。ドイツのハーンにある当社の生産拠点で開発・製造されています。

レーザー回折・散乱は、粒子の光散乱情報を元に粒子径分布を測定する技術であり、高いサンプルスループット

と測定可能な粒子径のダイナミックレンジが広いことが特徴です。MICROTRACはレーザー回折・散乱式粒子径分布測定装置のパイオニアです。

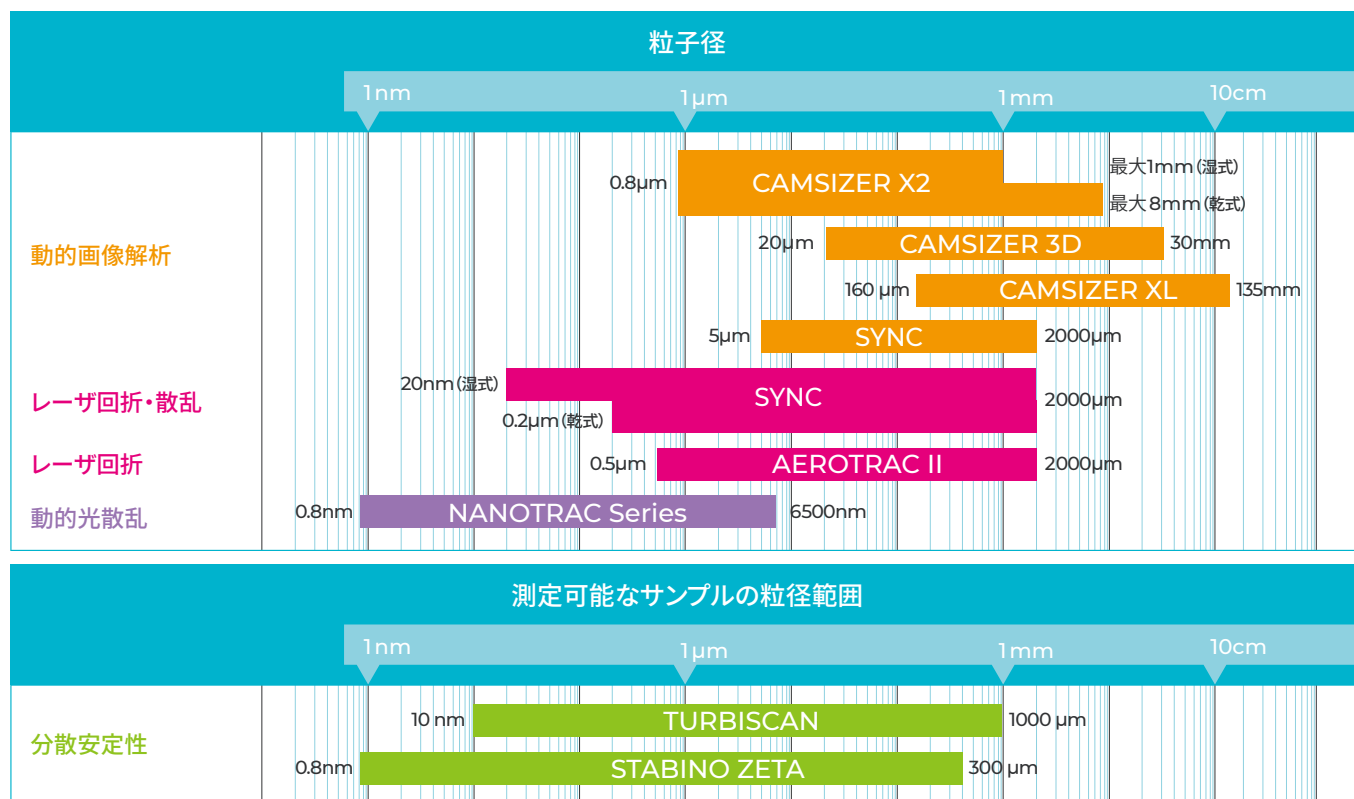
50年にわたって継続的に開発・改善することで、粒子径の物性評価に最適な装置をお客様に提供してきました。最新機種のSYNCを含む製品ラインの開発・生産拠点は、米国ペンシルベニア州にあります。

I 分散安定性評価

当社の分散安定性評価装置群には、動的光散乱法

(DLS)を用いた粒子径測定装置がある一方で、流動電位法 (SPM) を用いて粒子界面の静電反発力を評価する装置や、静的多重光散乱法 (SMLS) を使用して、分散安定性を評価する装置もあります。

MICROTRACのポートフォリオに新たに加わったのが、TURBISCANシリーズです。TURBISCANシリーズの統合に伴い、MICROTRACは、分散液や分散配合物の保存可能期間および分散性を評価する技術の分野で世界をリードするポジションを得ました。TURBISCANシリーズは、フランスのトゥールーズにある工場が開発・製造されています。

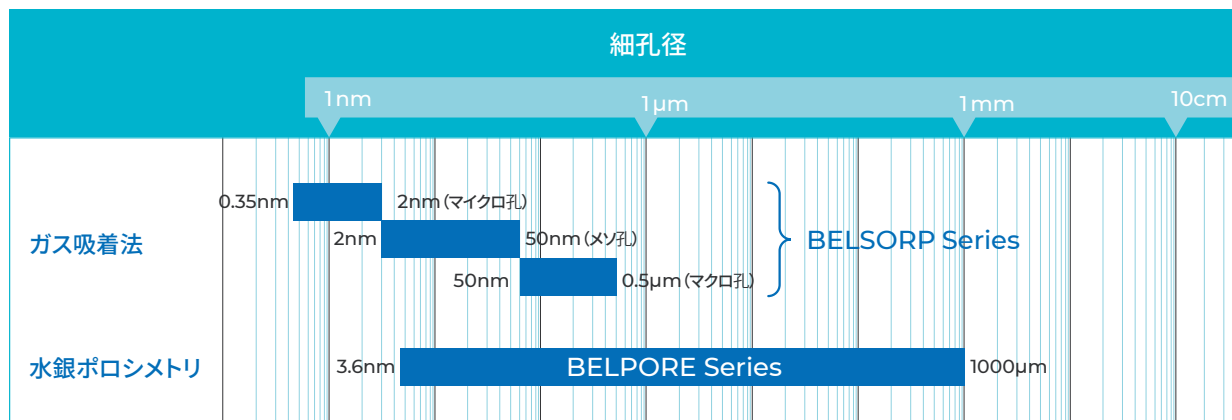


MICROTRAC

MICROTRACの
イノベーションを
支える3つの柱

I ガス/蒸気吸着・比表面積・細孔分布・真密度・触媒評価

BEL製品には、ガス吸着法により粉粒体(多孔性・無孔性材料)のガス/蒸気吸着量、BET、細孔分布、真密度、触媒を評価するBELSORP・BELPYCNO・BELCATシリーズと、水銀圧入法を利用した粉粒体の細孔構造を評価するBELPOREシリーズがラインナップされています。これらの製品は、研究開発や品質管理・品質保証の分野で世界中において使用されています。製品の開発・生産拠点は、大阪(日本)とハーン(ドイツ)にあります。



粒子解析の新提案

SYNC

MICROTRACのコア技術であるレーザー回折・散乱法と動的画像解析法を一体化。

特許取得済のシンクロナイズ測定技術により、光散乱測定による粒子径分布と画像解析による粒子形状を同時に計測することが可能な唯一※の分析計です。

※当社調べ。2024年4月現在。

- | レーザー回折・散乱法と動的画像解析法を一つの装置で両立
- | レーザ光の照射位置で粒子を撮像し、粒子径分布と形状を同時に解析
- | 0.02~2000 μ mの粒子径範囲をカバーする汎用性
- | 湿式・乾式両用の幅広い用途で活躍
- | 操作性のよいソフトウェア

従来のレーザーによる信頼性の高い粒子径分布測定結果に、
精密な形状情報を加えたSYNCによる多角的な特性評価は、
品質管理、材料・製造プロセスの最適化、そして研究開発において重要な役割を担います。



粒子径分布・粒子形状測定装置

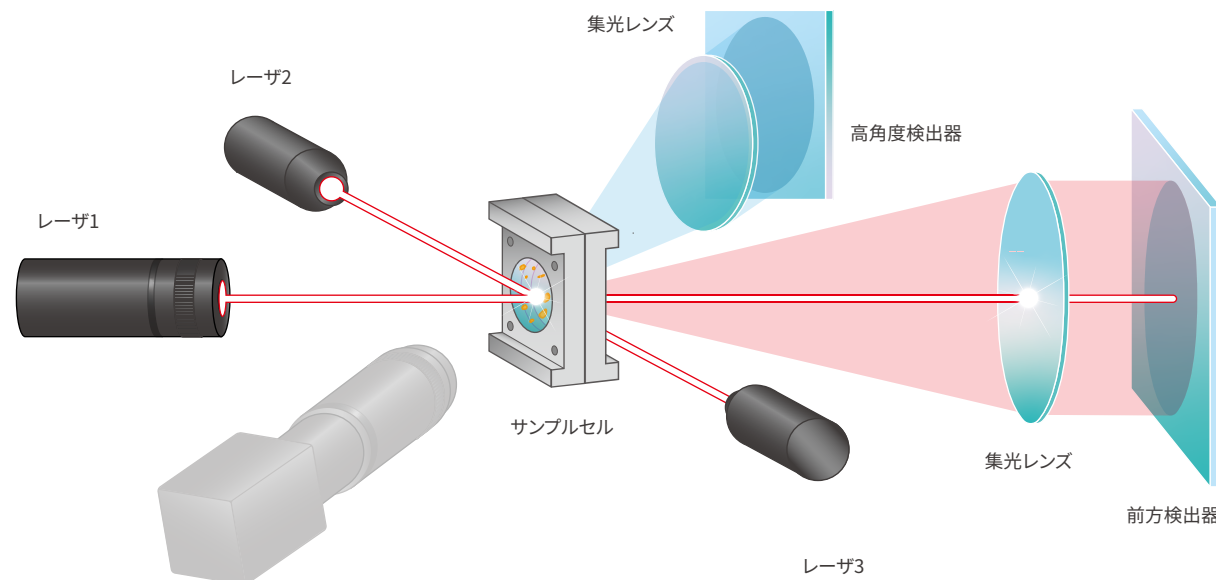
SYNC

- レーザ回折・散乱法 (ISO13320:2020)
および動的画像解析法 (ISO13322-2) を用いた
粒子径分布および粒子形状測定
- 3本レーザ搭載の光学系により、サブミクロンを含め
幅広い粒子径範囲 (0.02~2000 μ m) を高分解能に測定
- 画像解析による数十の粒子形状情報の取得、
および異物等の粗大粒子検出
- レーザ回折・散乱測定と画像解析を同時かつ
同じポイントでの測定を可能にしたシンクロナイズ技術
- 短時間測定 (10秒~)
- 湿式測定と乾式測定の簡単切り替え
- 簡単なメンテナンス



高度なレーザ散乱の解析

3本レーザ 搭載の光学系



レーザ回折・散乱 (LD) による粒子径測定は、研究や産業で最も使用されている技術であり、粉粒体品質管理のデファクトスタンダードです。湿式、または、乾式で試料を分散させて測定部へ供給し、レーザ光を照射して、その散乱光パターンから粒子径分布を求めます。

SYNCは、3本のレーザを効果的に配置した光学系により、粒子からの散乱光を0～165°の広角度で連続的に検出します。SYNCは、3本レーザ、または2本レーザの選択が可能であり、3本目のレーザは主にサブミクロン粒子の測定に使用されます。

小粒子は広い角度で光を散乱し、大粒子は狭い角度で光を散乱します。散乱光強度は、測定全体を通して連続的に収集されます。

さまざまな粒子特性、例えば、球形/非球形、光透過性の有無、反射/吸収、その特性に応じた独自のアルゴリズムにより、SYNCは、多種多様なアプリケーションの原材料を高精度に解析することが可能です。

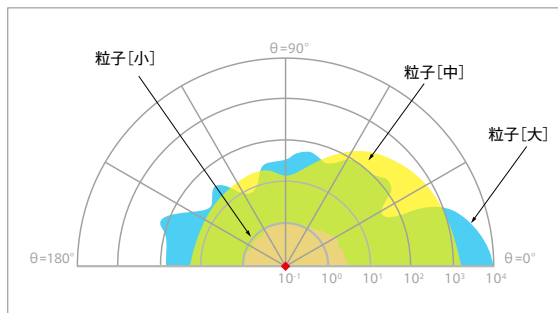
特長

- ▶ 構成
赤色レーザ 3本、または、赤色レーザ 2本
- ▶ 特許取得済みの3本レーザ技術
- ▶ 半導体レーザダイオードを備えた固定光学系により、長く続く頑丈さと信頼性を実現
- ▶ フーリエ光学系により、粒子に対するレーザ入射角が一定であり、最適な散乱光のパターン検出を実現

レーザ回折・散乱法

原理・特徴

下図は、粒子の大きさの違いに対し、散乱光の強度および散乱角度、つまり散乱パターンの違いを表したものです。粒子が大きい場合は前方方向に強い散乱光が発生し、全周方向にも強い散乱光が発生していることがわかります。粒子が小さくなるにつれ、散乱光強度も微弱になり、散乱パターンの特長も無くなってきます。



粒子径と散乱角度毎の光強度分布

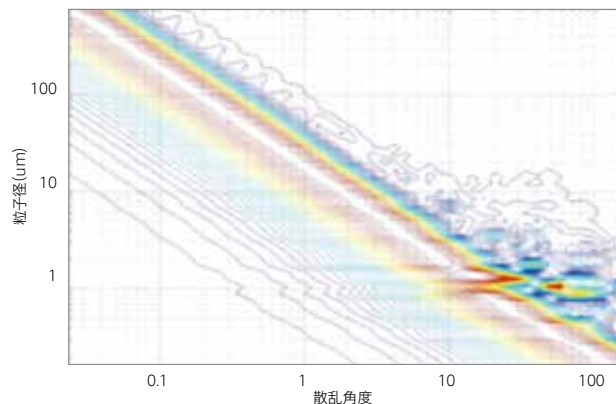


図1: 真球形粒子の散乱現象
粒子屈折率=2.40 溶媒屈折率=1.33

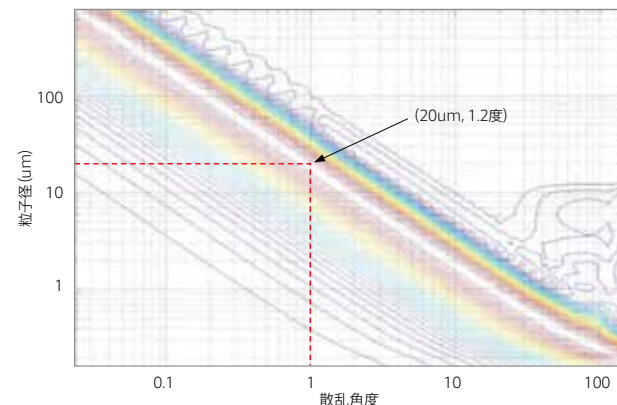


図2: 非球形粒子の散乱現象
粒子屈折率=2.40 溶媒屈折率=1.33

散乱光量と散乱パターンの違い

図1,2は粒子の大きさと散乱角度、散乱光強度の関係を等高線図で表しており、等高線の散乱光強度が一番強い部分を赤色で表しています。

粒子形状が真球形の場合と非球形の場合では、同じ大きさの粒子径でもその散乱光強度のピーク位置が明らかに異なります。特に粒子が真球形の場合には、粒子に照射され散乱、屈折、透過した光同士が規則正しく強めあったり打ち消しあったりし、散乱強度のピーク位置が何箇所にも現れるため、グラフ形状がとて複雑です。

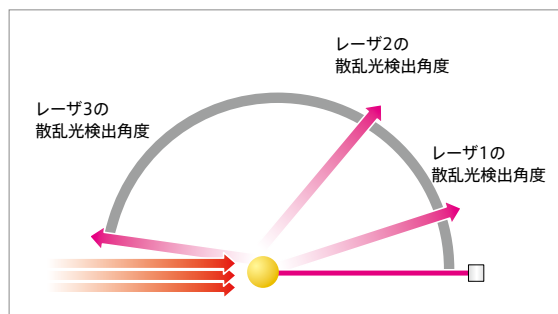
図2は屈折率2.4の非球形粒子の散乱パターンを表しており、たとえば、20μmの粒子の場合、最も散乱光強度の強い散乱角1.2度を境に、散乱角度5.0度まで、いっきに散乱光強度が低下するパターンであることがわかります。

SYNCのデータ解析は、この散乱パターンを元に演算処理を行い、正確に粒子径分布を求めています。

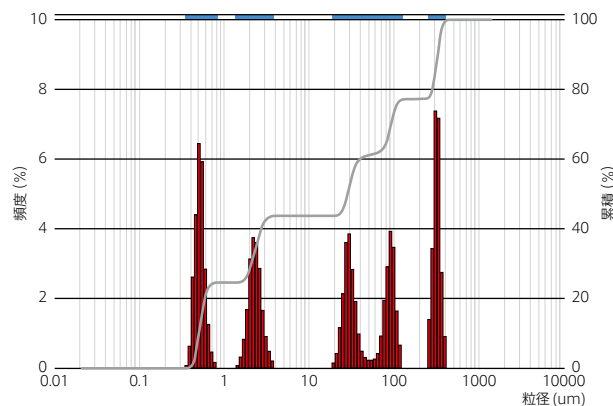
レーザ回折・散乱法

原理・特徴

散乱パターンをもれなく検出することができれば、精度の高い粒子径分布測定が可能です。SYNCでは3本のレーザと2つの検出器で粒子からの散乱光を0～165°の広角度で連続的に検出します。

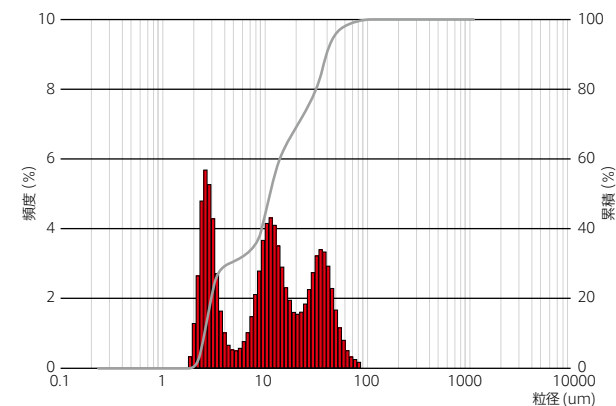


分解能、ピーク分離性能をさらに向上させた、5種混合試料の測定例



測定サンプル：シーホスター0.5μm, シーホスター2.5μm, ガラスビーズ20μm, ガラスビーズ100μm, ガラスビーズ400μm

乾式における高分解能測定例



測定サンプル：アルミナ2.5μm, アルミナ10μm, アルミナ30μm

改良型MIE散乱理論

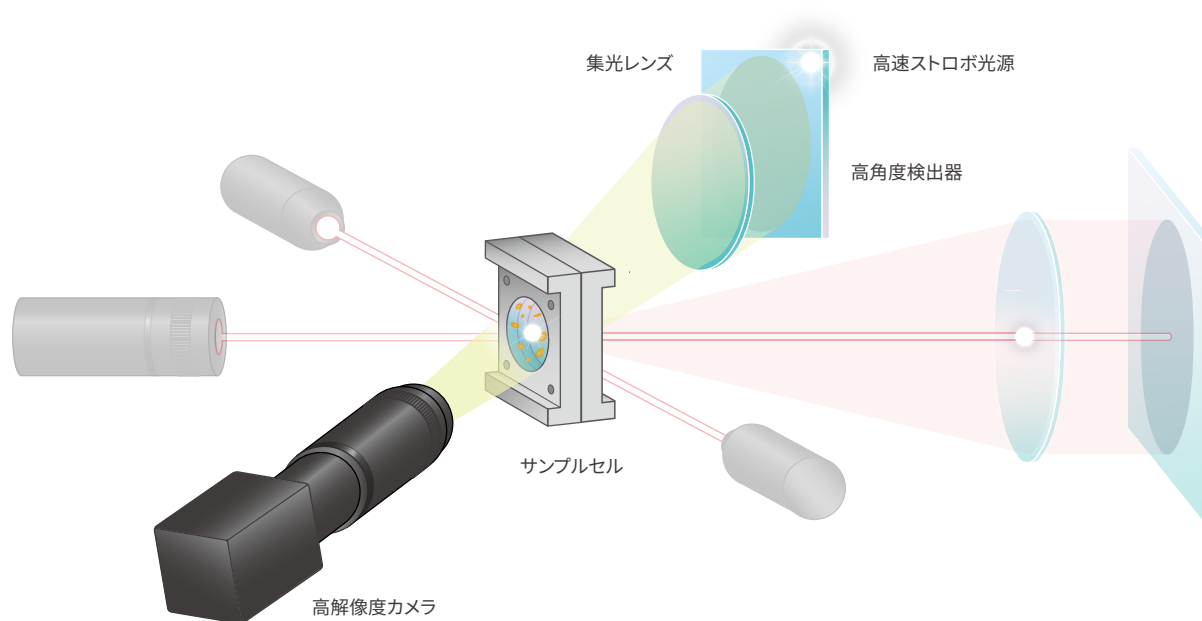
測定対象とされる粉粒体はさまざまです。特に測定対象の粒子径が10μm以下になると、その粒子が真球形や非球形の場合、粒子の屈折率の影響、光を吸収する／しないなどで散乱光パターンが異なります。

レーザ回折・散乱式では、Mie散乱理論が広く用いられています。しかし、Mie散乱理論は光透過性のある球形粒子を使って開発されており、非球形粒子には適応していません。MICROTRAC独自の改良型Mie散乱理論は、非球形粒子にも対応しています。また、光を吸収する散乱光モデル、光を反射する散乱光モデルを持ち、粒子屈折率の虚数部入力が必要としません。

サブミクロン粒子からの散乱光は、側方・後方に広く特徴的な散乱パターンとなります。0～165°の高角度を連続面として散乱光を検出するSYNCは、改良型Mie散乱理論と合わせて、サブミクロン粒子も高精度に測定することが可能となっています。

上図は5種類のサンプルを混合した湿式測定の分布と、3種類のサンプルを混合した乾式測定の分布です。高い分解能とワイドレンジ検出により、各粒子の粒子径分布が忠実に検出できています。

新提案

動的画像解析の
統合

粉粒体の物性特性は、粒子径分布が一般的ですが、近年、動的画像解析技術の進化に伴い、粒子径分布に加えて粒子形状解析が注目されています。レーザ回折・散乱式 (LD) では得られなかった粒子形状情報を得ることにより、製造工程における問題を迅速に特定し、トラブルシューティング時間を大幅に短縮できます。SYNCは、湿式、または、乾式で試料を分散させて測定部へ供給し、高速ストロボ光と高解像度カメラで動的画像を取得します。

SYNCは、個々の粒子に対して数十の粒子径と粒子形状のパラメータを求めます。動的画像解析式 (DIA) の測定技術はシンプルながら、データ解析は非常にパワフルです。

粒子径、または、粒子形状の特性に応じた粒子の検索、表示、及び、フィルター機能を搭載しています。全ての撮像粒子をプロットする散布図による粒子特性評価も可能です。

特長

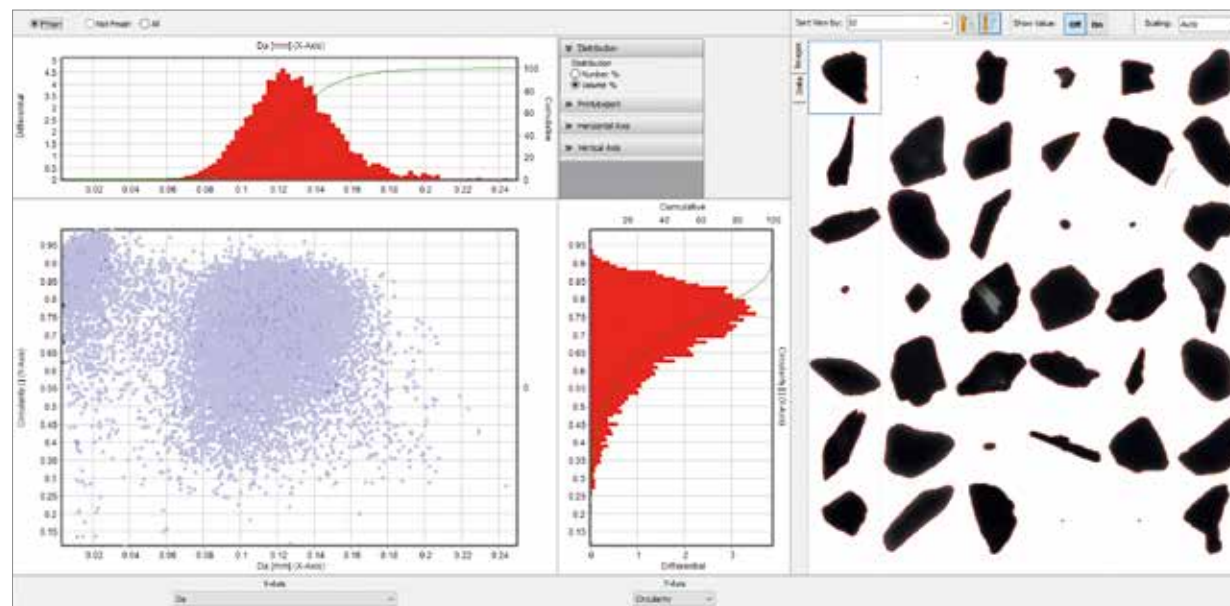
- ▶ 動的画像解析 (ISO13322-2)
- ▶ パワフルなストロボライトによる高画質
- ▶ 5.2 メガピクセル高解像度カメラ
- ▶ 最大60フレーム/秒
- ▶ ライブビューやビデオファイル
- ▶ 短径、長径、アスペクト比、球形度、円形度、充実度、透明度など、30以上の粒子特性パラメータを解析可能

新コンセプト

レーザ回折・散乱と 動的画像解析の 組み合わせ

SYNCは、レーザ回折・散乱式と動的画像解析式の測定技術を1台の装置に組み合わせています。

3本レーザを搭載した光学系は0～165°の連続面で散乱光を検出して高精度な粒子径分布を求めることを可能とし、更に、高速ストロボ光と高解像度カメラにより粒子形状、及び、粒子径分布の解析を実現しています。



湿式試料供給器FLOWSYNCは、水系/有機系の溶媒に分散された粒子を測定部へ供給し、乾式試料供給器TURBOSYNCは、乾燥粉体を圧縮空気で分散させて粒子を測定部へ供給します。湿式でも乾式でも、測定部では、あるタイミングではレーザ光を照射して発生した散乱光を検出し、あるタイミングでは高速ストロボ光を照射して動的画像を取得します。同じ粒子を同じ分散状態で、サンプルセル内の同じポイントをレーザ散乱と画像からの解析で粒子径分布と粒子形状を測定します。

レーザ回折・散乱式による測定結果、そして、動的画像解析式の測定結果、それぞれの測定結果を比較、解析することで、これまで見えなかった粉粒体の現実の姿、特性を評価することが可能となったのです。

SYNCは、この組み合わせ分析により、これまで以上に的確な品質管理、迅速な材料開発・研究開発に貢献します。

SYNCの光学設計の特長

- | 0～165°の高角度を連続的に検出することを可能にした3本レーザ光学系
- | 高速ストロボ光源と高解像度カメラによる画像解析
- | レーザ回折・散乱法と画像解析法の高速切り替えを可能にしたシンクロナイズ技術
- | モジュール交換方式による湿式および乾式測定の間替



測定方式の切替

湿式・乾式 簡単な モジュール交換

湿式測定と乾式測定の切替は、各試料供給機（モジュール）を差し替えるだけです。湿式用モジュール（FLOWSYNCおよびFLOWSYNC MINI）にはサンプルセル、溶液循環用の配管・ポンプおよび排液ホースが内蔵され、乾式用モジュール（TURBO-SYNC）にはセルチャンバー、試料分散用のエア配管・電空レギュレータが内蔵されています。モジュール差し替え後はソフトウェアが接続された各測定モジュールを認識・判別し、自動で測定モードを切り替えます。



FLowsync

湿式測定用 試料循環 モジュール



FLowsyncは、給液・脱泡・循環、更には測定後の循環系内洗浄を全て自動で行います。どなたでも簡単に再現性の高いデータ取得を可能としています。

整合性:

出力可変のインライン超音波プローブにより凝集した材料を分散させ、最適な試料分散状態で測定を行います。

汎用性:

FLowsyncの動作は、数に上限なく全て操作手順(SOP)登録可能です。測定試料に応じたSOPを選択することで確実な測定を実現します。

接続性:

一体型の給液ポンプにより、水、または有機溶媒を自動的に給液・脱泡・希釈・循環を行います。

分散性:

FLowsyncは、高比重・大粒子でも確実に循環させることが可能です。また、独自の流体力学設計による効果的な乱流で、再凝集を防ぎ適切な分散状態を保ちます。

耐溶媒性:

FLowsyncは、水だけでなく、アルコール、ヘキサン、トルエンのような有機溶媒にも対応可能です。



洗浄性:

ソフトウェアからの一操作でチャンバー内および循環系内の自動洗浄を行います。チャンバーの壁に付着した試料は、渦流で確実に洗い流されます。

- FLowsync MINIは、約45mLの極小容量溶媒で試料を循環します。
- 有機溶媒の使用量を抑えると共に、貴重な試料を最小限の量で測定することが可能です。
- FLowsync同様に、給液・脱泡・循環・排水等を自動で行います。



TURBOSYNC

乾式測定用 試料分散 モジュール

TURBOSYNCは、適切に分散した粒子を測定部へ供給し、再現性の高い測定を可能にします。サンプルトレイを移動させることで、測定システムに粉体を導入します。

柔軟性:

最大50psi (345kPa) までの圧縮空気の圧力設定により、凝集した試料でも、最適な分散を達成できます。壊れやすい粒子の場合は、マイルドな分散条件に設定します。

小容量試料:

測定に要する試料量は約0.1cm³と小容量です。高価な試料、少量の試料に最適です。

大容量試料:

大容量サンプルトレイを使用することで、より大容量の試料を測定できます。複数のトレイによる測定データを1つの測定結果に統合可能です。

自動測定:

試料をトレイに供給し、ソフトウェアの「測定」アイコンをクリックするだけで自動的に測定を行います。



迅速測定:

標準的な測定時間は10秒です。試料の特性に応じて、ゆっくり時間をかけて試料を供給させることも可能です。

繰り返し精度:

圧縮空気分散圧力、測定時間のSOP登録、試料供給量の一定化により、繰り返し再現性の高い測定を実現します。

MICROTRAC

あらゆる産業に最適なソリューションを

汎用性はレーザ回折・散乱法の大きな強みです。操作や日常のメンテナンスがとてもシンプルであり、また高いサンプルスループットと測定可能な粒子径のダイナミックレンジが広いことが特徴です。

さらにSYNCには、画像解析の強みである個々の粒子解析と粗大粒子の検出が加わります。

両技術が組み合わせることで得られる、粉粒体の総合的な評価能力は、研究開発、製造技術および品質管理など幅広い用途に活かされます。

(測定対象例) 電池・電子部品、化学品、医薬品、食品、鉱物、塗料、トナー 等

主な応用分野

- ▶ 工業用鉱物
- ▶ セラミック
- ▶ 医薬品
- ▶ 化学品

- ▶ 塗料・顔料
- ▶ 金属粉体
- ▶ 建設材料
- ▶ ガラスビーズ

- ▶ コーティング
- ▶ 3Dプリンタ
- ▶ 食品
- ▶ 化粧品

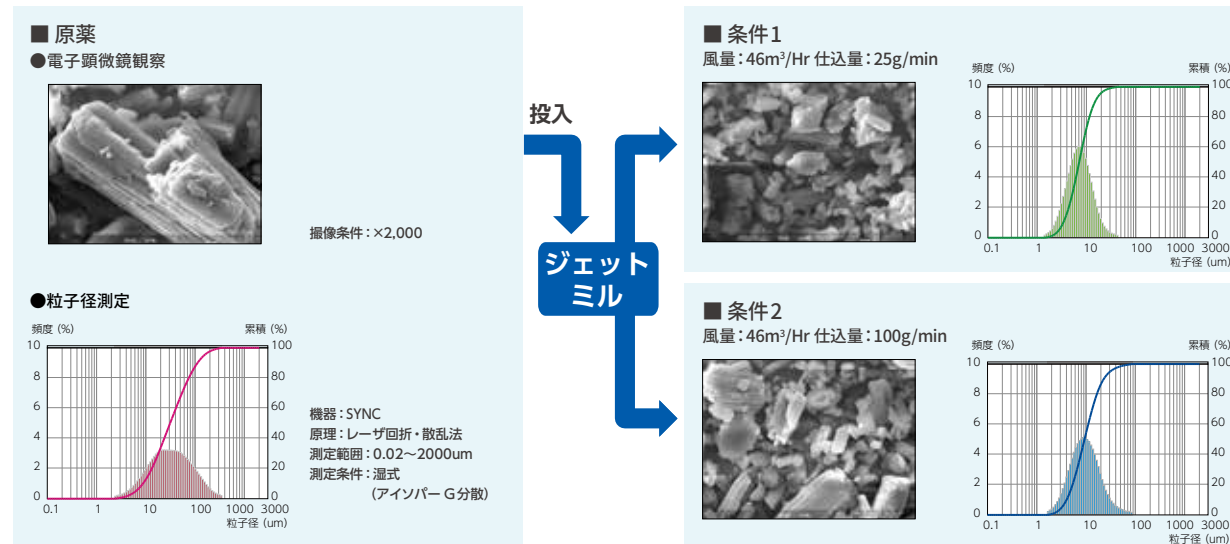
- ▶ 電池材料
- ▶ 高分子
- ▶ エマルション

粉碎条件の決定

－ 原薬の微細化

原料粉体の最適な粉碎条件を探るには、レーザ回折・散乱法で粒子径分布を測定するのが適しています。例えば原薬の粉碎の場合、原薬の微細化および形状など物性の制御は、錠剤の高度化（引張強度、溶解性、圧密特性）に重要な因子となります。粒子径分布測定およびSEM形状観察の結果からジェットミルの最適な粉碎条件を定めることができます。

原料：エテンザミド



乾燥粉体の測定

－ 活性製剤成分 (API)

乾式測定は、粒子径分析において一般的になっています。TURBOSYNCモジュールを使用することで、可溶性、壊れやすい、または凝集した原材料などの試料を適切に分散させ、損傷を与えることなく測定することができます。活性医薬品成分 (API) は多くの担体流体中で溶解性であり、非常に凝集性があり、注意深く取り扱う必要があります。乾式測定は、有機溶媒不要の低コスト、試料分散の手間を省き、ハンドリングの安全性を高めます。

適切な粒子径分布は、薬物の有効性と生物利用性を高める上で重要です。APIは、様々な粒子径、粒子形状の粉粒体から構成されており、その両方ともSYNCで測定可能です。

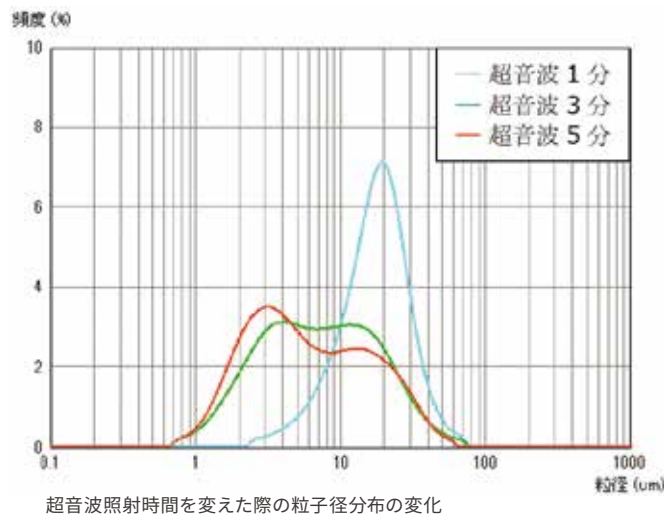


TURBOSYNCで測定されたAPIの粒子画像

粒子径分布および粒子形状解析 － 硫化物系固体電解質

硫化物系固体電解質は大気中の水分と容易に加水分解し硫化水素が発生するため、材料の評価や分析を行う上で厳密な水分管理、雰囲気制御が必要になります。またレーザ回折・散乱法で粒子径分布を測定する際は、サンプルに最適な分散媒 / 分散剤の選定や分散方法および分散条件を探る必要があります。

硫化物系固体電解質を、大気非暴露下においてレーザ回折・散乱法および動的画像解析法で測定しました。分散していく様子を粒子径分布と粒子画像から確認することができます。



超音波照射時間 1分



超音波照射時間 3分

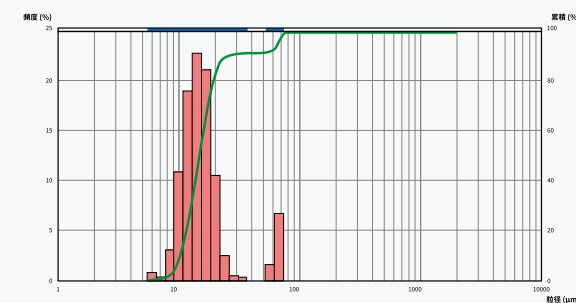


超音波照射時間 5分

粗大粒子の検出 － 研磨剤

粗大粒子の検出は、レーザ回折・散乱式装置の課題です。多くの産業において、その原材料に含まれる粗大粒子の存在が中間製品、最終製品の品質を左右します。特に、研磨剤の性能は、その粒子径分布に左右されます。研磨効率を高めるためには、大粒子の存在が重要ですが、大粒子は粗い研磨面を得ます。逆に、小粒子による研磨面は滑らかながら、研磨には時間を要します。

粒子径分布に加えて、円形度や尖り度などの形状パラメータが材料の性能を予測する上で重要です。SYNCは、相補的な技術として動的画像解析を組み込むことにより、レーザ回折・散乱の課題である粗大粒子の検出を実現しています。



研磨剤試料中の過大サイズ粒子の正確な検出

技術的な詳細

仕様

測定範囲	0.02～2000μm (乾式:0.2～2000μm) (レーザ回折・散乱式) 4.6～2000μm (動的画像解析式)
精度	球形ガラスビーズ D50=642μm、CV=0.7% 球形ガラスビーズ D50=57μm、CV=1.0% 球形ラテックス D50=0.4μm、CV=0.6%
レーザクラス	赤色780nm-21CFR1040.10およびIEC60825-1に準拠したクラス1レーザ製品
レーザ出力	赤色レーザ、公称値0.35～2mW
散乱光検出機構	シリコンフォトディテクタ (有効素子数150)
データ出力	粒子径分布:累積パーセント径 (任意設定可)、体積平均径、面積平均径、個数平均径 (※) HRA、MT3000シリーズとのデータ互換モードを標準搭載 円相当径、最大/最小フェレー径、楕円長径/短径、周囲長径 粒子形状:円形度、アスペクト比、凹凸度など
測定時間	10秒～
電源	AC入力:90～264VAC、50/60Hz、単相
消費電力	25W、最大50W (オプションによる)
設置環境	温度:5°C～40°C (41°F～104°F) 湿度:90%RH、結露なし最大 保管温度:-10°C～50°C (14°F～122°F) (乾燥のみ)
国際規格	ISO13320 レーザ回折・散乱式 ISO13322-2 動的画像解析式
画像解析	5.2メガピクセル (2560x2048px)、最大60fps
湿式測定	FLOWSYNC 容量:約200mL 流量:0～65mL/sec FLOWSYNC MINI 容量:約45mL 流量:0～30mL/sec
乾式測定	50psi (345kPa) 最大圧力 3 CFM (0.0014m ³ /h) at50psi (345kPa) 最小流量 乾燥汚染物、水分、油分がないこと
バキューム圧	真空度で80CFM (38 L/s) 以上
外観仕様	ケース材質:耐衝撃性プラスチック 外面:溶剤、汚れ、耐食性の塗料またはメッキで仕上げ、 有機および無機分散剤の幅広い選択に化学的に対応
寸法 (W×H×D)	800×460×500mm
質量 (測定部)	SYNC本体:23.6kg FLOWSYNC (湿式ユニット):19.5kg TURBOSYNC (乾式ユニット):13.6kg

マイクロトラック社

11 Penns Trail
Newtown, PA 18940 · USA

Phone: +1 866 473 8724
marketing@microtrac.com

マイクロトラック・レツェ社

Retsch-Allee 1-5
42781 Haan · Germany

Phone: +49 2104 2333 300
info@microtrac.com

www.microtrac.com

マイクロトラック・ベル株式会社

〒559-0031 大阪市住之江区南港東8-2-52

本社・大阪営業所・大阪アプリケーションラボ TEL: 06-6655-0362

東京営業所・東京アプリケーションラボ TEL: 03-6457-6707

info@microtrac-bel.com

マイクロトラック・フォーミュレーション社

3-5 rue Paule Raymondis
31200 Toulouse · France

Phone: +33 (0)5 62 89 29 29
contact.fr@mtf.verder.com

VERDER

scientific

ヴァーダー・サイエンティフィックは、ヴァーダーグループに属する事業部門で、粉粒体の研究開発や分析、品質管理に使用されるラボ用分析装置の開発・製造・販売を行っています。

ヴァーダーグループは研究所、製造部門、品質管理部門、そして様々な業種の専門家や科学者の多岐にわたる課題を解決するため、数十年にわたり最先端かつ信頼性の高い装置を提供し続けています。

VERDER SCIENTIFIC

ENABLING PROGRESS.

