

X 線沈降法粒度分布測定装置 SediGraph 5120

概要

粒子形状の影響を受けずに高精度で測定

SediGraph III 5120 は、粒子形状に依存せず、球形以外の棒状や扁平な形状でも抜群の再現性と高い正確性を実現します。種々様々な粒子径情報を供給するため、最も自然な理論を使った有効な測定技術です。製紙業界、セラミックス分野では、SediGraph は、基準機として利用させています。



特長

- X 線(波長 1.25 Å)の採用によりサブミクロンまでを精密に測定
- 最短わずか3分の高速測定
- コンピュータ制御により全自動測定
- 0.1 μm ~ 300 μm までのワイドレンジ測定
- 水以外に各種の溶剤を使用可能
- プロセスコントロール・チャートの出力が可能
- 各種分析レポートの出力が可能
- マルチタスク及びリアルタイムソフトウェアを搭載
- コンパクト設計
- オートサンプラーとの接続による自動測定が可能

外寸・重量: 52cm(H) 50.5cm(W) 58cm(D)、43kg

電源 : AC 85 ~ 264V、47/63Hz、450VA

SediGraph™ III 5120

X 線透過式沈降法粒度分布測定裝置



古典的手法を新たに改良しました

X線透過式沈降法粒度分布測定装置 SediGraph™ III 5120

実証済みの手法と高い信頼性

SediGraphは、過去30年以上にわたって世界各地の多くの実験室で標準的な粒度測定装置として使用されています。苛酷な製造現場でも管理の行き届いた研究室でも、SediGraphは高い信頼性をもって正確な測定結果を提供し続けています。この装置では沈降法を用いて粒度分布を測定します。粒子の質量はX線吸収により直接測定され、物性既知の液体中に粒子がStokesの法則に従って沈降する速度の測定から球直径を算出します。測定範囲は0.1 ~ 300 μm です。

新世代のSediGraph III 5120はこの実証済みの手法に新技術を組み合わせ、精度と再現性を向上させており、殆どの測定を数分以内に完了させることができます。

インテリジェントな設計

SediGraph III 5120では進歩した設計により、測定が容易でかつ高い併行精度が得られます。下記のような特長によって、操作や保守が容易である上、装置間の再現性も優れています。

- ポンプシステムの単純化により、保守作業が迅速・容易
- 騒音レベルの低減により静かな作業環境が実現
- メンテナンスリマインダーが測定回数に基づき定期保守作業の必要な時期を表示
- 混合チャンバー温度のコンピュータ制御により併行精度・再現性が向上
- データ表現の様々なオプションが可能な多機能の対話型レポートシステムに粒子沈降速度および ϕ スケールによる粒度が追加



SediGraph III 5120 の様々な利点

- 全粒径範囲を測定：0.1 μm 以下および300 μm 以上粒子を含め、試料の全粒径範囲が記述されます。
- データのマージ：他の方法で測定したデータをマージすることで、レポートされる範囲を125,000 μm (125mm) まで拡張することができ、地質学関連の用途には特に便利です。
- 沈降セルのスキャン：下から上へのスキャンによって、一方では沈降の速い粒子を正確に捕捉し、他方では微粒子の分離に必要な時間を短縮しています。
- 完全自動運転：試料に関する処理効率が高く人手の介入の必要が減少しており、ヒューマンエラーの可能性を低減しています。
- 測定時の温度制御：測定中に液体の性質が変化しないため、正確な結果が得られます。
- 測定速度の選択：必要に応じた最適な速度と分解能の組み合わせを選ぶことができます。
- リアルタイム表示：進行中の測定を累積質量曲線として監視できるので、必要があれば直ちに手順を変更することが可能です。
- 統計的プロセス管理(SPC)レポート：プロセスの性能を追跡し、変動が生じた場合直ちに介入することを可能にしています。
- プロットの重ね合わせ：複数の測定結果の比較（たとえば標準試料の測定結果との比較）、あるいは同一測定データの異なった種類のプロットの重ね合わせが可能です。
- データ比較プロット：2つのデータセットの数学的な差（標準プロットとの差）、あるいは許容範囲の上または下にあるデータの量（規格外のプロット）をグラフ表示します。
- 複数台の測定装置の制御：2台のSediGraph IIIを1台のコンピュータで同時に制御することができるので、接地面積が節減でき、データ保存のためにも便利です。

用途

セラミックス：セラミック粉末の粒径の範囲や各粒径クラスへの重量の分布は、焼結性、成型性、最終製品内の空隙分布などに大きく影響します。粒度分布の情報は、固化・結合処理の決定、空隙構造の制御、適切な成型体密度の実現などに有用であり、ひいては所期の強度・手触り・外観・密度を持つ製品の製造に寄与します。

金属粉末：粒度を制御することにより製品の空隙構造を細かく設計することができます。空隙特性が製品の性能の鍵となる場合も少なくありません。セラミックスと同じく、粒度分布は成型体および最終製品の強度や密度に対して決定的な要因です。

地質学・土壌科学：土壌の粒度分布は保水力、排水速度、栄養素保持力に影響し、また堆積物の輸送には直接関係しています。

化粧品：化粧品の外観、用途、包装はタルクなどのベース粉末や着色用顔料の粒度分布に影響されます。

顔料：粒径はそれだけでも色材の着色力に影響します。顔料の着色力が大きければ必要な色強度を得るための量が減少します。粒度分布は塗料の隠蔽力に影響します。また光沢、質感、彩度、明度も粒度分布の影響を受けます。

触媒：構造に敏感な触媒反応に用いる金属の触媒活性は粒度分布に影響されます。

建材：セメントの粒度分布は完成したセメント・コンクリートの凝結時間や強度特性に影響します。

鉱物・無機化学品：物質の反応性は露出表面積と関連し、したがって粒度分布に依存します。

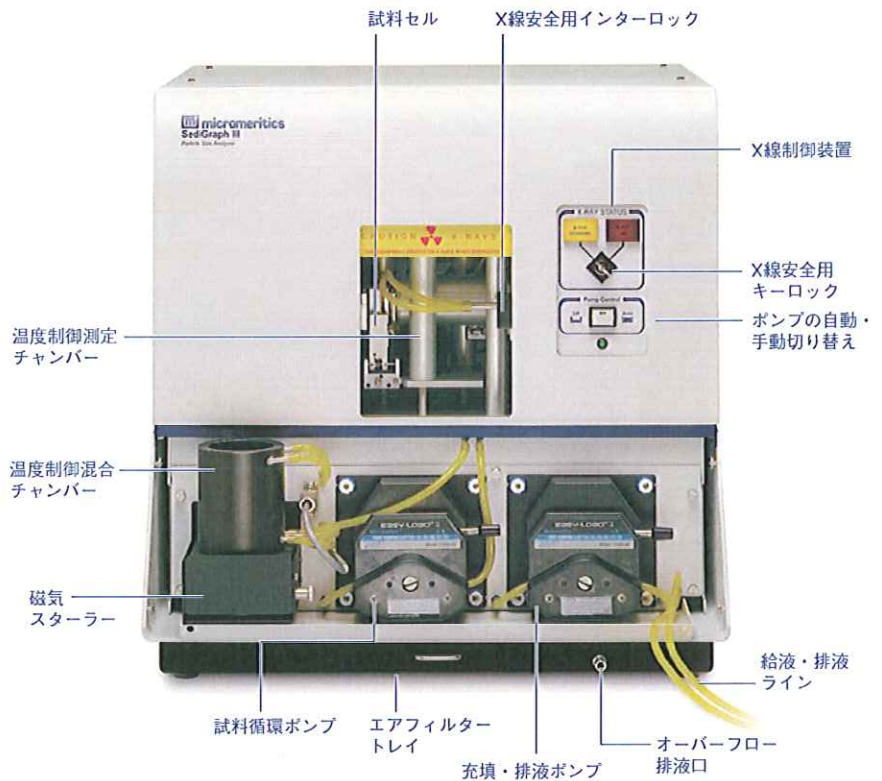
研磨材：スラリー、乾式ブラスト、砥石のいずれの形で利用する場合も、適切なバランスの取れた砥粒や粉末の粒度分布が基本的に重要な性質です。粒径が均一であればブラストマシン内の流動速度が正確に規定でき、また研磨材リサイクル時の媒体管理において重要な要素となります。



長期間にわたって実証済みの粒度測定技術

SediGraph 法の長い製品サイクル

SediGraphは1967年に商品化されて以来、極めて多様な用途に使用されています。世界各地で広く利用されていることは、インターネットの検索エンジンでSedigraphと入力してみるだけでわかります。SediGraphは速度、試料のハンドリング、データ解析・出力方法などに多くの改良を重ねてきましたが、測定の基本原理はすべて同一で、2つのよく知られた物理現象、すなわち沈降と光吸収に基づいています。様々な大きさの試料粒子の終端沈降速度を測定しStokesの法則を適用することで決定され、各粒径クラスに属する試料の相対質量濃度は懸濁液内の試料を通過する低出力X線の吸収を測定しBeer-Lambert-Bouguerの法則を適用することで求められます。この2つの法則はいずれもエレガントな単純さを持ち、したがって生データの解釈も単純で、測定結果と得られた粒度分布との関係が容易に理解できます。実験的パラメータはすべて容易に決定でき、データは複雑な手順を要せず迅速に解析され、ソフトウェアによって特定の分布モダリティへのバイアスをかける必要もありません。

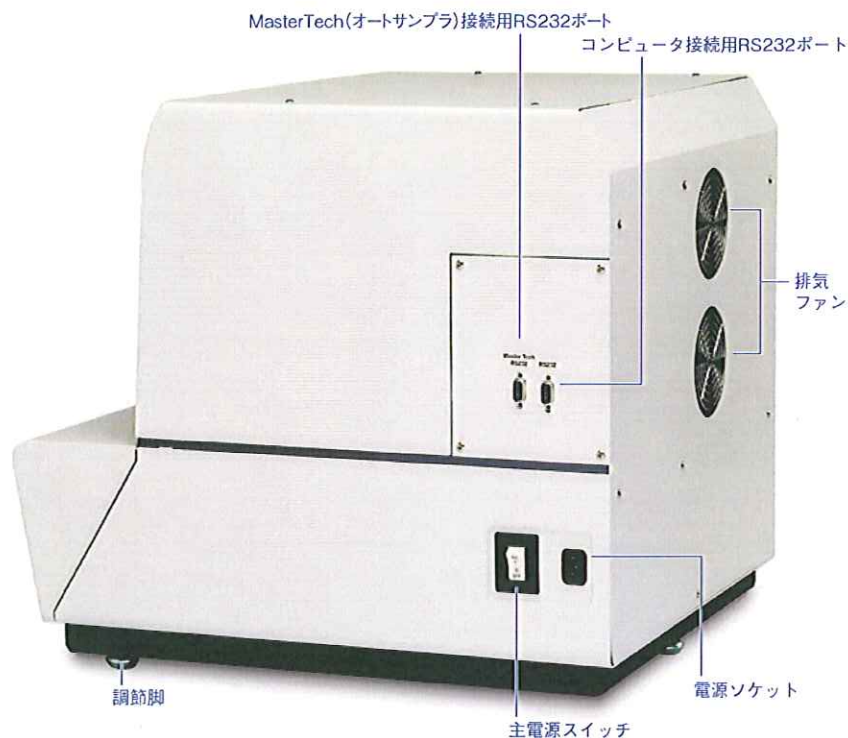


ストークス (Stokes) 法則

ストークス法則は、「球形粒子の液状媒体中の終端沈降速度は粒子径の二乗に比例する」という単純なものです。粒径と沈降速度との変数間に確実な関係があることを保証される場合、この法則は厳密に成り立ちます。

応用：径の異なる粒子の混合物を、粒子よりも比重の小さい液体に均一に分散させ、重力により沈降させた場合、粒径がある値以下である粒子がすべて、与えられた高さ以下に沈降するまでの時間が正確に予測でき、この情報から粒度分布が知られます。SediGraphに用いられている手法の詳細についてはISO 13317-3:2001 (重力沈降法による粒径分布の求め方法、第3部：X線透過式重力沈降法) を参照してください。





質の高い測定結果

粒度分布が重要な決定の基準となる場合もあるため、測定結果は十分な質を持たなければなりません。研究用途では特にデータの正確度 (accuracy) が重要です。正確度は、採択された参照値に測定結果がどれほど近いかを表します。品質評価においては併行精度 (repeatability) と再現性 (reproducibility) が共に重要です。併行精度は同一試料の測定を繰り返したとき同一の結果を与える能力を意味します。異なった施設にある別の装置で測定したときの結果に関するものが再現性で、各工場で同等の製品を製造するために装置に要求される重要な特性です。

理想的な測定装置は、正確度・併行精度・再現性に優れたデータが、簡単な操作で高い信頼性をもって迅速かつ自動的に得られるものです。SediGraphは併行精度および再現性の高いことで定評があり、どの製造設備でも同等の製品が得られることを要求する多くの業種で品質管理用機器として使用されています。またSediGraphの正確度も高く評価されています。SediGraphは試料のX線吸収質量を直接測定し、質量分布を出力するので、特定のモデルは必要ありません。粒度測定装置の試験に用いられる多くの標準粒度試料がSediGraphによって検定されています。

重力沈降とX線吸収

SediGraphでは、細く絞ったX線ビームを用いて、液媒中の粒子濃度を直接測定しています。まずセルの窓と試料導入前の液媒とを透過するX線ビームの強度を測定して標準 (ベースライン) とします。次に固体試料を均一に分散させた液体をポンプでセルに流し、このときのX線強度の減衰を測定してフルスケールの減衰とします。ついで試料の攪拌を止め、粒子を沈降させながら透過X線の強度を観察します。まず最大径の粒子が測定レベル以下に沈降し、以下順次細かい粒子が沈降して、最後には最も微細な粒子のみが測定セル上部に残ります。



多彩なデータ表現および出力形式

SediGraph III 5120は多彩な機能を持ち使いやすいユーザーインターフェースを備えており、ポイント&クリック方式のメニュー、研究室のロゴを入れてカスタマイズできるレポート形式、グラフの編集、図表のカット&ペースト、データのエクスポートなど、Windows®ベースのソフトに期待される様々の便利な機能が利用できます。プロトコルを作成すれば測定の計画、実施、管理が容易になり、また以後オペレータのスキルの如何に関わりなく同じ条件で測定を継続できます。更に生データを取得・整理・保存・解析することができ、標準化された試料情報を保存して後から見ることも簡単できます。レポートは画面またはプリンタに出力できるほか、各種の形式で記憶媒体に移動して保存することも可能です。

データのレポート

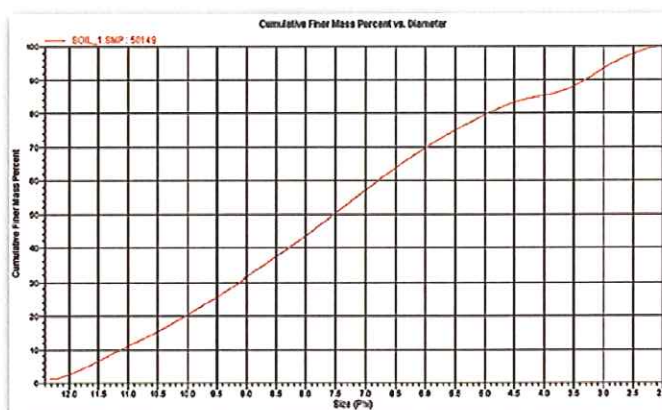
SediGraph IIIでは0.1 μ m～300 μ mの粒子に対して詳細なデータが得られます。他の粒度測定装置で求めた300 μ m～125,000 μ mの粒子に対する結果をSediGraphのデータと結合することも可能で、0.1 μ m～125,000 μ mの範囲に対するレポートを作成することができます。0.1 μ m以下のフラクションもレポートに含まれます。

データは表形式のほか、次のような各種のグラフ表示が可能です。

- 累積質量・面積・個数分布
- 沈降速度分布
- プロセス管理図
- 対数確率紙プロット

Report by Size Table				
High Diameter (μ m)	Low Diameter (μ m)	Low Diameter (ϕ)	Cumulative Mass Finer (Percent)	Settling Velocity (cm/s)
250.0	200.0	2.322	51.2	4.79129
200.0	150.0	2.737	43.3	2.69510
150.0	100.0	3.322	38.4	1.19782
100.0	80.00	3.644	33.2	0.76661
80.00	60.00	4.059	30.2	0.43122
60.00	50.00	4.322	27.9	0.29946
50.00	40.00	4.644	24.5	0.19165
40.00	30.00	5.059	19.7	0.10780
30.00	25.00	5.322	15.7	0.07486
25.00	20.00	5.644	7.3	0.04791
20.00	15.00	6.059	4.5	0.02695
15.00	10.00	6.644	3.5	0.01198
10.00	8.000	6.966	2.9	0.00767
8.000	6.000	7.381	2.2	0.00431
6.000	5.000	7.644	1.9	0.00299
5.000	4.000	7.966	1.5	0.00192
4.000	3.000	8.381	0.9	0.00108
3.000	2.000	8.966	0.0	0.00048

土壌試料に対する表形式レポートと累積アンダーサイズ対 ϕ のプロット



- ベースライン/フルスケール標準曲線
- 頻度分布
- 標準との差
- 規格外
- ロージン・ラムラー分布(Rosin-Rammler)
- 回帰分析

プロットを重ね合わせることで、異なる試料に対する結果や、同一試料に対する異なるプロットを比較することができます。したがって標準試料と

の比較も可能です。プロットのスケールは変更できるので、グラフの細部まで検討が可能です。

表形式の欄およびグラフのx軸の選択肢として ϕ スケール($\phi = -\log_2$ (粒径mm))が新たに追加されました。表ではまた沈降速度(cm/s)欄の選択も可能です。プロットのx軸には粒径も沈降速度も取ることができます。自動粒度測定装置のうち沈降速度を直接測定するのはSediGraphのみです。



SPC レポートと回帰分析

SPC (統計のプロセス管理) レポートは製造工程を連続的に監視する簡単な方法で、標準からのずれに対処する時間が短縮できます。回帰分析によれば、ある管理パラメータと測定された試料の特性との関係を検討することができます。下記を含む26種の変数を選択することができます。

- 平均値
- 最頻値
- 中位値
- あるパーセンタイルでの粒径
- 標準偏差
- $-N\sigma$ の粒径
- $+N\sigma$ の粒径
- 歪度
- 尖度
- 比表面積
- ある粒径での累積百分率
- 規格外れの百分率
- フルスケールスキャンポンプの速度
- MasterTechスターラーの速度
- MasterTechスターラーの運転時間
- MasterTech超音波プローブの作動時間
- 粒子の密度
- 液の粘度
- 液の密度
- ユーザー定義(外部)パラメータ3種

アクセサリ

MasterTech™ 052 オートサンプラ

MasterTech 052を用いると、毎回正確に同じ方法で試料調製と測定ができます。MasterTechは処理効率・併行精度・再現性を高めると同時にオペレータの介入を最小限に抑えます。最大18点の試料を完全無人で逐次的に処理でき、測定ゾーンに入る前の攪拌または超音波処理も自動的に行われます。操作はSediGraph IIIのソフトウェアで行われます。分散状態の情報は試料ファイルに保存されるので後から参照することができます。

MasterTechは試料の分散のために強力な超音波プローブを使用しています。プローブチップに供給されるエネルギーは調節可能で、自動調整式駆動回路



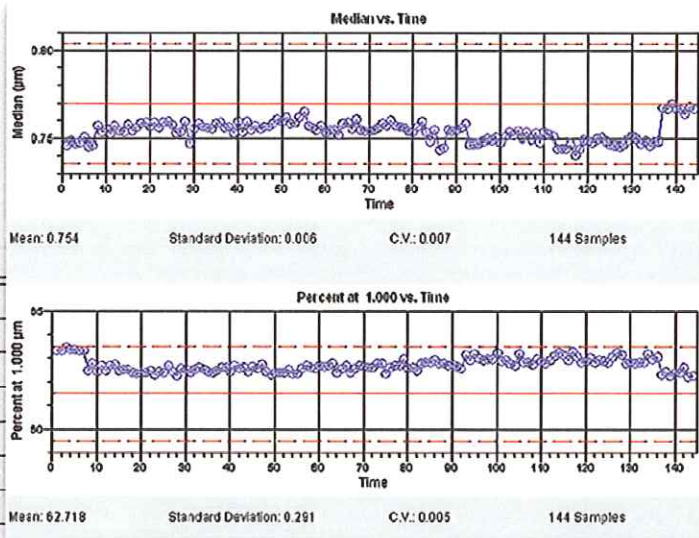
により効率的で一貫した音波エネルギーのレベルが維持されます。希望する出力に到達すると装置前面にデジタル表示され、繰り返し使用するときには同じ出力を適用することができます。SediGraph III 5120は測定ユニットの上にMasterTechを置

けるように設計されているので、余分の設置スペースは不要です。

SediSperser® (分散媒シリーズ)

粒度測定において、正確で再現性ある結果を得るためには、試料の均一な分散が不可欠です。マイクロメリティックスは粒子の分散を最大限にして凝集を防ぐために特に開発された分散媒シリーズSediSperserを製造しています。水系・有機溶媒系を合わせて9種が用意されており、ほとんどの物質を有効に分散させることができます。

炭酸カルシウム
微粒子の累積
アンダーサイズ
対粒径曲線と
SPC 管理図



製品のお問い合わせについては、マイクロメリティックスジャパンの Web サイト (www.microjp.com) にアクセスするか、または販売担当者にご連絡ください。

仕様

測定範囲	0.1 ~ 300 μ m 球体径
接続部材料	ステンレス、テフロンアルミ合金、ニッケルめっきアルミ、ナイロン、ポリプロピレン、ポリスチレン、Tygon [®] と Pharmed [®] チューブ類、タングステンカーバイド、Ertalyte [®] 、Viton [®] ブナNとエポキシ
サンプル量	50 mL の分散したサンプル - 正確な濃度は必要ないです。
分散媒	サンプルセル材料と調和し、X線にも吸収性のない液体です(典型的な液体は、水、グリコール、鉱油、SediSpense分散媒、アルコールなどです)
電源	AC 85 ~ 264V、47/63Hz、450VA
利用環境	使用温度: 10°C ~ 45°C 保管温度: - 10°C ~ 55°C 湿度: 20 ~ 80% 露点なし
その他	ISO 9001 およびCE は認定済
外寸・重量	52cm (H) 50.5cm (W) 58cm (D)、43kg
コントロールシステム (最低スペック)	CPU: Pentium 333 MHz 以上 OS: Windows XP Professional RAMメモリ: 128 MB以上 ハードディスク空きスペース: 1GB ディスプレイ解像度: 800 x 600 以上 CD ROM ドライバ: 1台 RS232: 1ポート

改良のため仕様は予告なく変更することがあります。

SediGraph[™]、MasterTech[™] および SediSpense[®] は Micromeritics Instrument Corporation の登録商標です。

Windows は Microsoft Corporation の登録商標です。

 **micromeritics[®]**

The Science and Technology of Small Particles[™]

マイクロメリティックスジャパン合同会社

www.microjp.com

本社

〒277-0882 千葉県柏市柏の葉 5-4-6-501

東葛テクノプラザ5階

TEL: 04-7128-5051 FAX: 04-7128-5054

代理店

株式会社 **パーカー コーポレーション**

〒103-8588

東京都中央区日本橋人形町2丁目22番1番

機械一課 (03)5644-0610 (ダイヤルイン)

ファクシミリ (03)5644-0611

URL: <http://www.parkercorp.jp>

E-mail: machinery@parkercorp.jp