

微粒子特性評価の新たな挑戦 -形状・分散・凝集の評価など-

株式会社島津製作所 分析計測事業部

遠心フィールドフローフラクシオネーションユニット

NEW

FFF-C8030

ナノ材料の正確な解析を可能にする**分級計測装置**

Full range of the particle size

ナノスケールからマイクロスケールの幅広いサイズの
粒子測定が可能

Finest resolution

最大15,900Gの高遠心力により優れた分離性能を実現

Flexible combination with various techniques

多様な検出器との組合せや分画採取した試料の電子顕微鏡による観察など多彩な解析技術との組合せが可能



SHIMADZU
遠心フィールドフローフラクシオネーションユニット **NEW**
FFF-C8030

遠心フィールドフローフラクシオネーション
Centrifugal *Field-Flow Fractionation*

遠心フィールドフローフラクシオネーション*（遠心FFF）は、遠心力を利用してナノ材料をサイズ分級し各種検出器で測定、分画採取するシステムです。
*フィールドフローフラクシオネーション：Filed-Flow Fractionation（流動場分離法）

3

SHIMADZU
遠心フィールドフローフラクシオネーションユニット **NEW**
FFF-C8030

銀ナノ粒子の分級例

粒子径20nm、40nm、100nmの銀ナノ粒子の混合試料を遠心FFFで分級分取した試料を走査型電子顕微鏡(SEM)で撮影

分級前試料のSEM画像
粒径20,40,100nm混合試料

分級後試料のSEM画像

4

当データは「ナノ材料の産業利用を支える計測ソリューション開発コンソーシアム」(COMS-NANO)において測定しました

SHIMADZU
 遠心フィールドフローフラクシオネーションユニット **NEW**
FFF-C8030

優れた分解能 粒子径81nm、147nmのPSL粒子の混合試料（質量濃度比1：1）を測定

動的光散乱測定器(DLS)による測定

粒子径81nmと147nmの粒子を分離して測定できない

遠心FFF-多角度光散乱検出器による測定

粒子径81nmと147nmの粒子を分離して測定可能

分級計測によりナノ材料の正確な解析を実現

5

SHIMADZU
微粒子・ナノ粒子 特性評価装置

粒子径分布

密度

粒子形状・粒子濃度

比表面積
細孔分布

6

SHIMADZU

微粒子・ナノ粒子 特性評価装置

粒子径分布測定

レーザー回折・散乱法

レーザー回折式粒子径分布測定装置 SALD-2300
ナノ粒子径分布測定装置 SALD-7500nano

定量機能追加モデル

SALD-7500ファインパブル計測システム
バイオ医薬品凝集性評価システム Aggregates Sizer

誘導回折格子 (IG) 法

シングルナノ粒子径分布測定装置 IG-1000plus

乾式密度測定

乾式自動密度計
AccuPyc II シリーズ

かさ/タップ密度測定装置
GeoPyc 1365 *

粒子画像解析

ダイナミック粒子画像解析システム
iSpect DIA-10

フロー式画像解析粒子径・形状測定装置
Particle Insight *

比表面積/細孔分布測定

ガス吸着法

多検体高性能比表面積/細孔分布測定装置
3Flex
自動比表面積/細孔分布測定装置
Tristar II 3020

水銀圧入法

自動水銀ポロシメータ
細孔分布測定装置
AutoPoreVシリーズ *

*島津サイエンス東日本取扱い品

7

SHIMADZU

微粒子・ナノ粒子 特性評価装置

粒子径分布測定

レーザー回折・散乱法

レーザー回折式粒子径分布測定装置 SALD-2300
ナノ粒子径分布測定装置 SALD-7500nano

定量機能追加モデル

SALD-7500ファインパブル計測システム
バイオ医薬品凝集性評価システム Aggregates Sizer

誘導回折格子 (IG) 法

シングルナノ粒子径分布測定装置 IG-1000plus

乾式密度測定



粒子画像解析

ダイナミック粒子画像解析システム
iSpect DIA-10

フロー式画像解析粒子径・形状測定装置
Particle Insight *

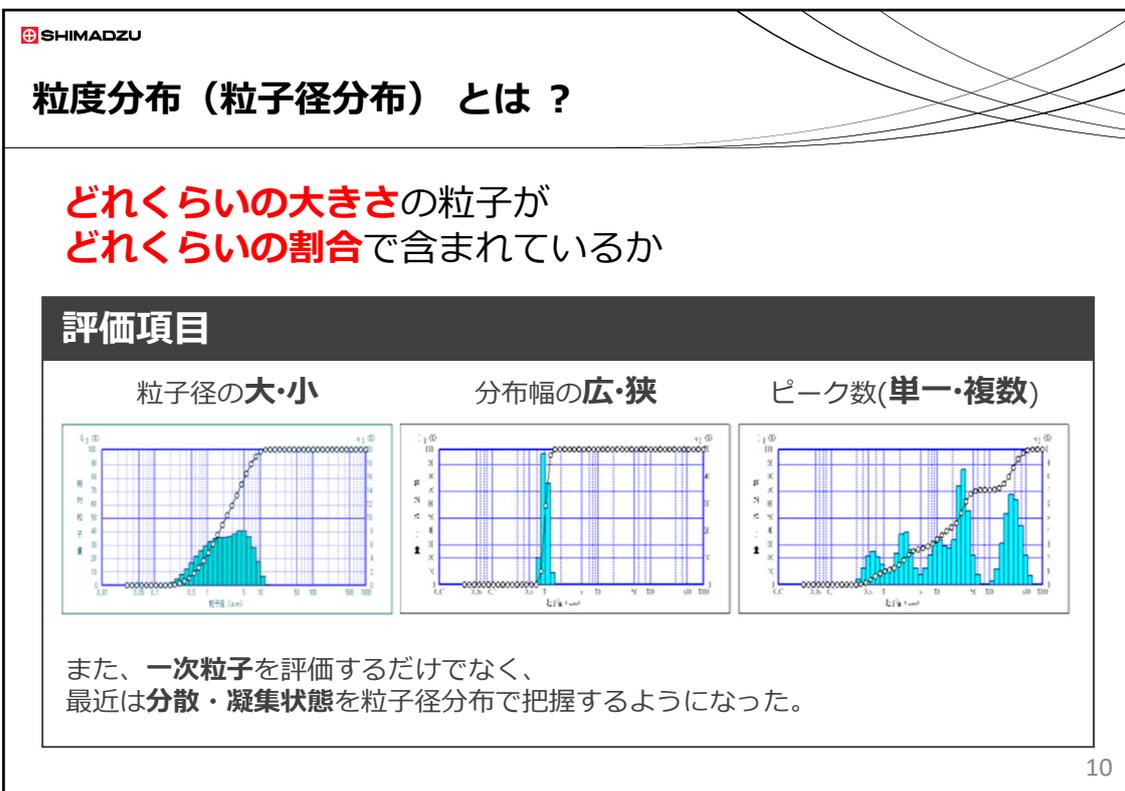
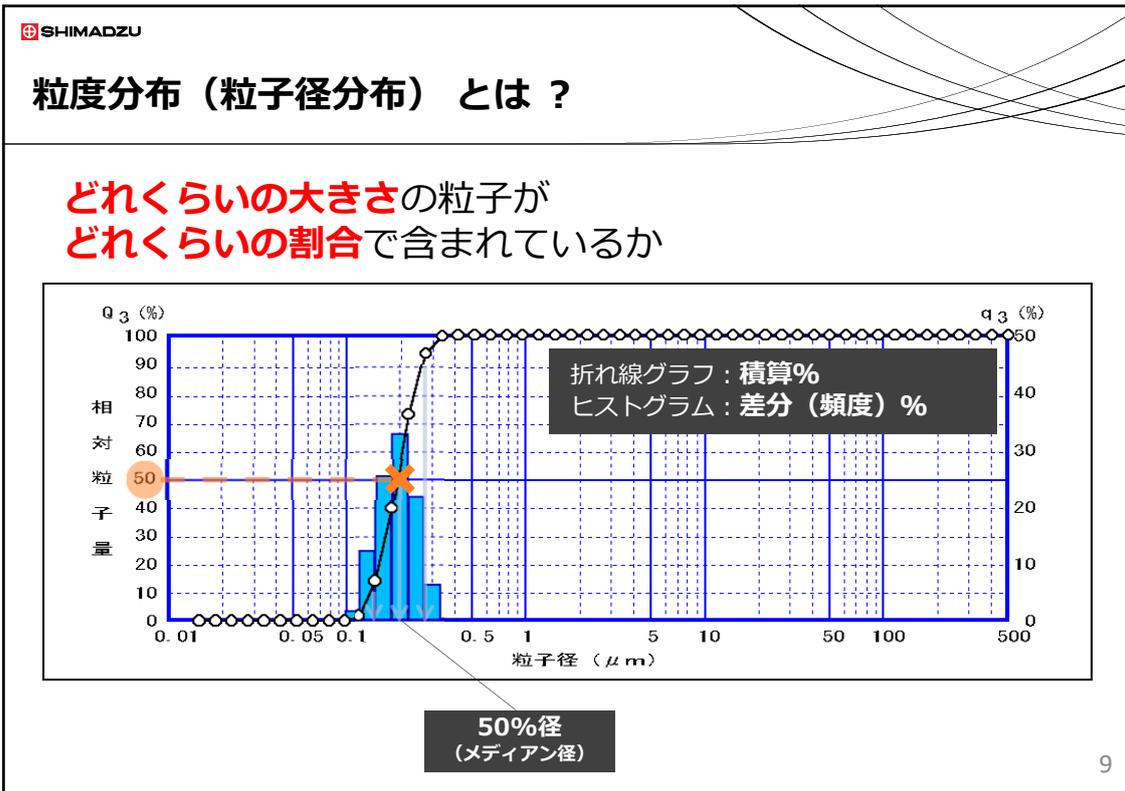
比表面積/細孔分布測定

多検体高性能比表面積/細孔分布測定装置
3Flex
自動比表面積/細孔分布測定装置
Tristar II 3020

自動水銀ポロシメータ
細孔分布測定装置
AutoPoreVシリーズ *

*島津サイエンス東日本取扱い品

8



SHIMADZU

粒子径分布測定装置のラインナップ

シングルナノ粒子径測定装置
IG-1000 Plus

シングルナノ粒子対応
測定範囲 0.5~200 nm

ナノ粒子径分布測定装置
SALD-7500nano

ナノ粒子対応
測定範囲 0.007~800 μm

レーザー回折式粒子径分布測定装置
SALD-2300

粒子径測定 of the standard
測定範囲 0.017~2500 μm

11

SHIMADZU

粒子径分布測定装置のラインナップ

定量レーザー回折・散乱法による濃度測定が可能なモデル

バイオ医薬品凝集性評価システム
Aggregates Sizer

SVP領域の粒子径分布を定量評価。
数秒で広い測定領域を再現性良く測定。

IgGの凝集体生成過程の評価例

SALD-7500ファインバブル計測システム

測定オプションを切り替えることで、
1台でMBとUFBを定量評価可能。

UFB水の安定性評価

12

SALD-2300/7500nanoの特長

1 0.1 ppmから200,000 ppm(20 %)までの幅広い粒子濃度への対応

(一般的には10 ppm~100 ppm)

▶ 希釈することにより分散状態が変化するサンプルに最適

2 最短1秒間隔で最大200データの連続測定機能 (一般的には10秒以上)

▶ 経時変化(分散状態が変化)するサンプルに最適

3 サンプル量 : 15 μ Lから300mL (一般的には10 mL以上)

▶ 少量サンプルに最適

4 安心・安全なデータ管理

▶ ER/ES規制に実績のあるLabSolutionsシステムで対応

13

安心・安全なデータ管理

レーザー回折式粒子径分布測定装置SALD-2300用Part11対応ソフトウェア

LabSolutions SALD

レーザー回折式粒子径分布測定装置SALD-2300が最新のデータインテグリティに対応しました。ER/ES規制対応で実績のあるLabSolutionsシステムにLabSolutions SALDを接続して安心、確実なデータ管理が可能です。



1 データインテグリティに対応

SALDで測定した結果や操作履歴は、理由とともにログとしてデータベースに保存されます。さらに、レポートセット機能で測定データと監査証跡が簡単にまとめることが可能です。

2 ネットワーク対応

SALDだけでなく、LCやGCの大事なデータをネットワーク上のサーバーで一元管理することができます。

3 高度なセキュリティ、ユーザー管理機能

データベースで測定データの履歴を管理することで分析データの上書き、削除といったミスを防ぐことができます。

14

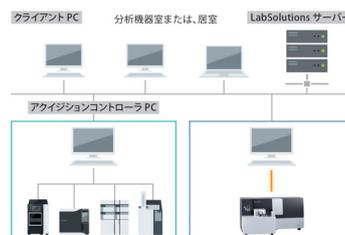
安心・安全なデータ管理

信頼性あるLabSolutionsソフトウェア

ラボに応じて2つのデータ管理方法を準備しました。
LabSolutionsでのネットワーク管理がSALD-2300でもご利用いただけます。

■ LabSolutions SALD+LabSolutions Manager CS (ネットワークシステム)

本システムは、分析ネットワークデータ管理システム
LabSolutions CSにアキュイジションコントローラとして、
LabSolutions SALDを追加できます。取得データはサー
バー上で一元管理されます。
利用者が多く、LC/GCのデータと一緒にサーバー管理して、
ER/ES規制対応を行いたい方におすすめです。



■ LabSolutions SALD+LabSolutions Manager DB (スタンドアロンシステム)

本システムは、データベースによるデータ管理、ユーザー
管理を1台のアキュイジションコントローラPCで行い、
ER/ES指針などの規制に対応します。
ネットワーク接続が不要で、1台のPCでスタンドアロンに
限定してER/ES規制対応を行いたい方におすすめです。



15

SALD-2300/SALD-7500nano 選べるシステム構成 ~ 多様なニーズに対応 ~



多機能サンプラ
SALD-2300用
SALD-MS23
SALD-7500nano用
SALD-MS75



湿式測定システム

- ・液中分散測定標準機。
- ・直径2.5mmまでの粒子の安定した分散を実現する循環式サンプラ
- ・超音波分散器も標準装備

回分セルユニット
SALD-2300用
SALD-BC23
サンプル量：12mL
SALD-7500nano用
SALD-BC75
サンプル量：5mL



小容量測定システム

- ・小容量で測定が可能
- ・有機溶媒や酸の使用も可能
- ・PC制御沈降抑制かくはん機構搭載

高濃度サンプル測定ユニット
SALD-2300用
SALD-HC23S
SALD-7500nano用
SALD-HC75S



高濃度測定システム

- ・2枚のガラス板に試料を挟み、最大20wt%程度の高濃度サンプルを希釈なしで測定可能

極微量測定システム

- ・くほみ付きガラス板の使用で15μL~150μLの極微量サンプルの測定が可能

サイクロン噴射型乾式測定ユニット
SALD-2300用
SALD-DS5S



乾式測定システム (SALD-2300のみ)

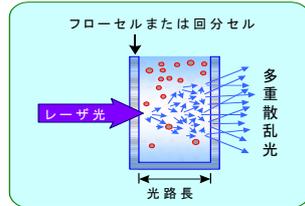
- ・粉末のまま測定する場合の標準機
- ・吸引と噴射の2段階で強力な分散を実現
- ・サンプルを容器に入れるだけの簡単操作
- ・ホッパーにサンプルを投入するだけのワンショットやピーカーから直接吸引するハンドショットをオプションとして選択可能

16

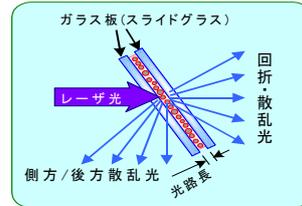
SALD-2300/7500nanoによる 高濃度サンプル測定

高濃度・極微量測定システム SALD-HC23S/HC75S

高濃度のサンプルを希釈しないで測定できます。
濃度による粒子径の変化を評価することができます。



通常の方法で高濃度サンプルを測定した場合



高濃度サンプル測定システムを用いた場合

- 最大20wt%の高濃度サンプルを2枚のスライドガラスの間に挟み込んで測定
- 光路長を徹底的に短くすることによって、多重散乱の悪影響を排除できます
- 希釈することにより分散状態が変化するサンプルに適している
～エマルジョン、インク、弱い凝集体など

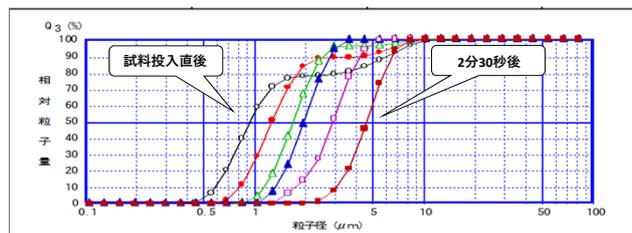


落とし穴 希釈による粒子径分布の変化

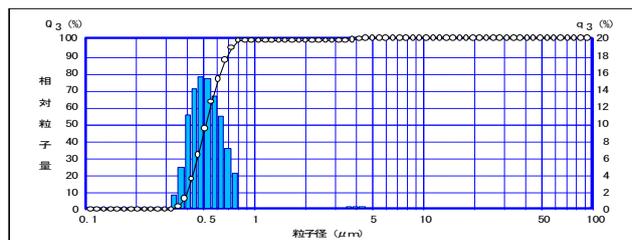
希釈操作は粒子径分布に変化を及ぼす可能性があります。

測定例① 希釈により凝集してしまう試料(W/Oエマルジョンの例)

希釈での測定結果
(30秒ごとの経時測定)



原液での測定結果

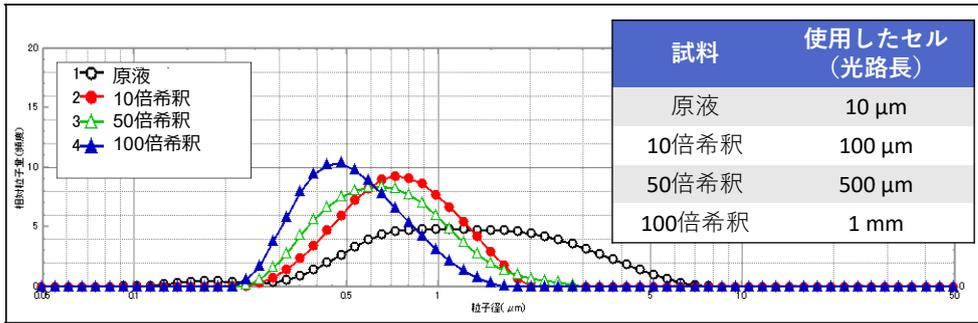


落とし穴 希釈による粒子径分布の変化

希釈操作は粒子径分布に変化を及ぼす可能性があります。

測定例② 希釈率の及ぼす影響(希釈率の異なる乳液の測定)

希釈率に応じて粒子径分布が異なっている結果が得られた



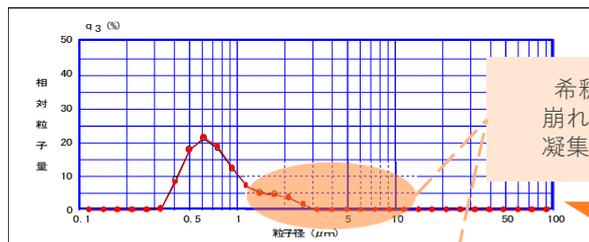
適切な評価のためには、対象試料の**使用時の濃度での評価**が重要です

落とし穴 希釈による粒子径分布の変化

希釈操作は粒子径分布に変化を及ぼす可能性があります。

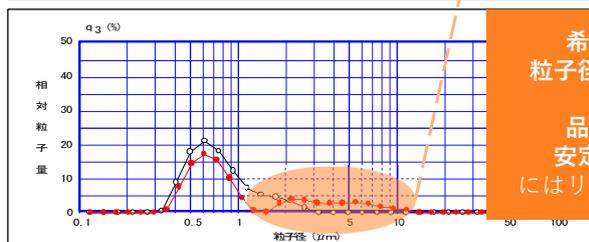
測定例③ 柔らかい凝集の分散(保存状態の異なる缶コーヒーの測定)

希釈での測定結果



希釈により崩れてしまう凝集物が存在

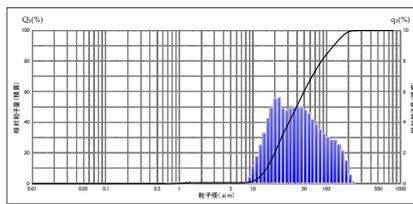
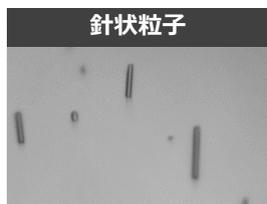
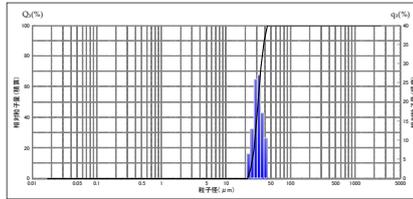
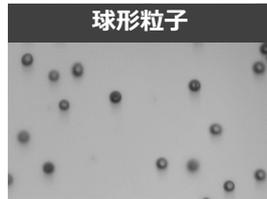
原液での測定結果



希釈時の粒子径分布のみでの品質管理安定性評価にはリスクがある

落とし穴 粒子形状の影響

レーザ回折・散乱法では不定形粒子の場合、
短軸から長軸までの広い分布となる傾向があります。



▶ 画像による粒子形状評価が有効な場合があります。

微粒子・ナノ粒子 特性評価装置

<p>粒子径分布測定</p> <p>レーザ回折・散乱法</p> <p>レーザ回折式粒子径分布測定装置 SALD-2300 ナノ粒子径分布測定装置 SALD-7500nano</p> <p>定量機能追加モデル</p> <p>SALD-7500ファインパブル計測システム バイオ医薬品凝集性評価システム Aggregates Sizer</p> <p>誘導回折格子 (IG) 法</p> <p>シングルナノ粒子径分布測定装置 IG-1000plus</p>	<p>乾式密度測定</p> <p>乾式自動密度計 AccuPyc II シリーズ</p> <p>かさノック密度測定装置 GeoPyc 1365 *</p>
<p>粒子画像解析</p> <p>ダイナミック粒子画像解析システム iSpect DIA-10</p> <p>フロー式画像解析粒子径・形状測定装置 Particle Insight *</p>	<p>比表面積/細孔分布測定</p> <p>ガス吸着法</p> <p>多検体高性能比表面積/細孔分布測定装置 3Flex 自動比表面積/細孔分布測定装置 Tristar II 3020</p> <p>水銀圧入法</p> <p>自動水銀ポロシメータ 細孔分布測定装置 AutoPoreVシリーズ *</p>

*島津サイエンス東日本取扱い品

SHIMADZU
ダイナミック粒子画像解析システム
iSpect DIA-10

粒子径分布だけではわからない粒子のさまざまな解析をこの1台で！



主な仕様

粒子径測定範囲(※1)	5~100 μm
個数濃度再現性(※2)	CV≤5%
必要サンプル量	50~1000 μL
測定項目	31種類

※1 面積内相当径の性能保証範囲。当社指定のNISTトレーサブルな粒子径標準試料の測定による。
 ※2 当社指定の標準試料の測定による。

iSpect DIA-10 は、弊社で長年培った粉体測定技術と画像解析技術を融合し、「粒子画像解析」、「粒子形状解析」、「粒子径分布測定」、「異物検出」、「個数濃度測定」が最短2分で測定できるシステムです。
パーティクルカウンター、粒子径測定装置、粒子形状測定装置などの機能を1台で実現します。

23

SHIMADZU
ダイナミック粒子画像解析システム
iSpect DIA-10

これまで：粒子の個数濃度と形状をそれぞれの装置で測定

濃度のみ

遮光式
パーティクル
カウンター

形状のみ

画像解析式
Or
光学顕微鏡
(フィルタ捕集)

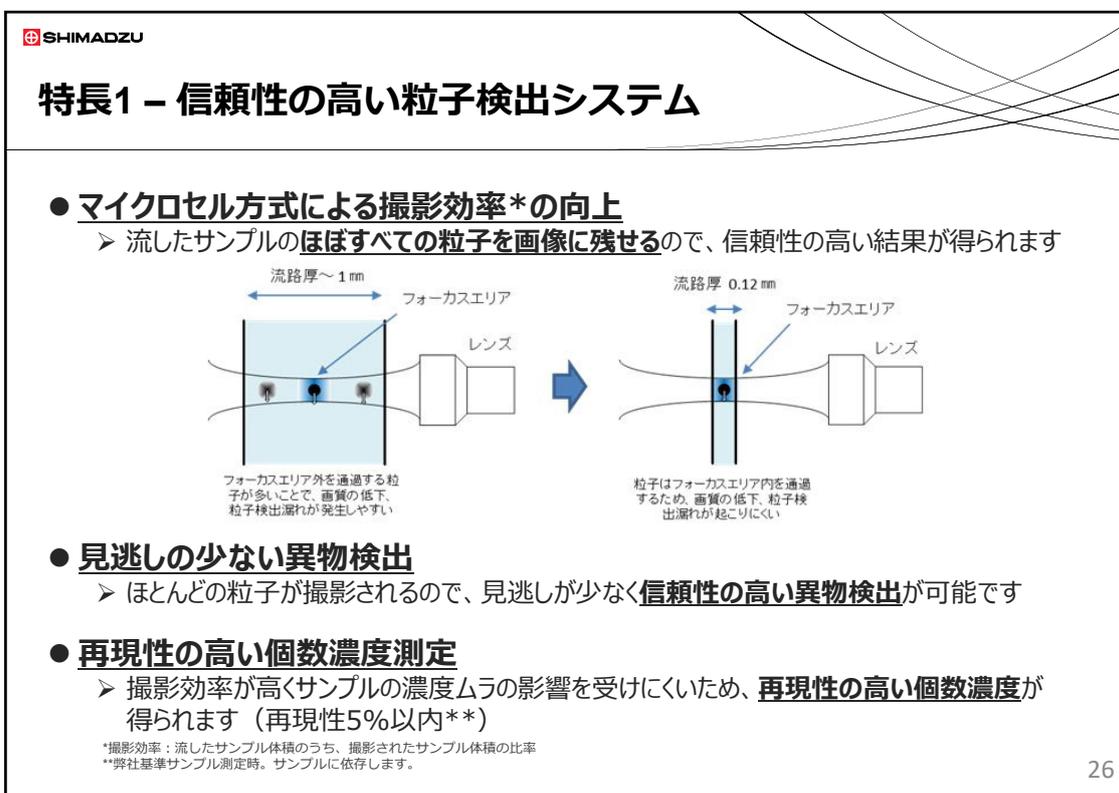
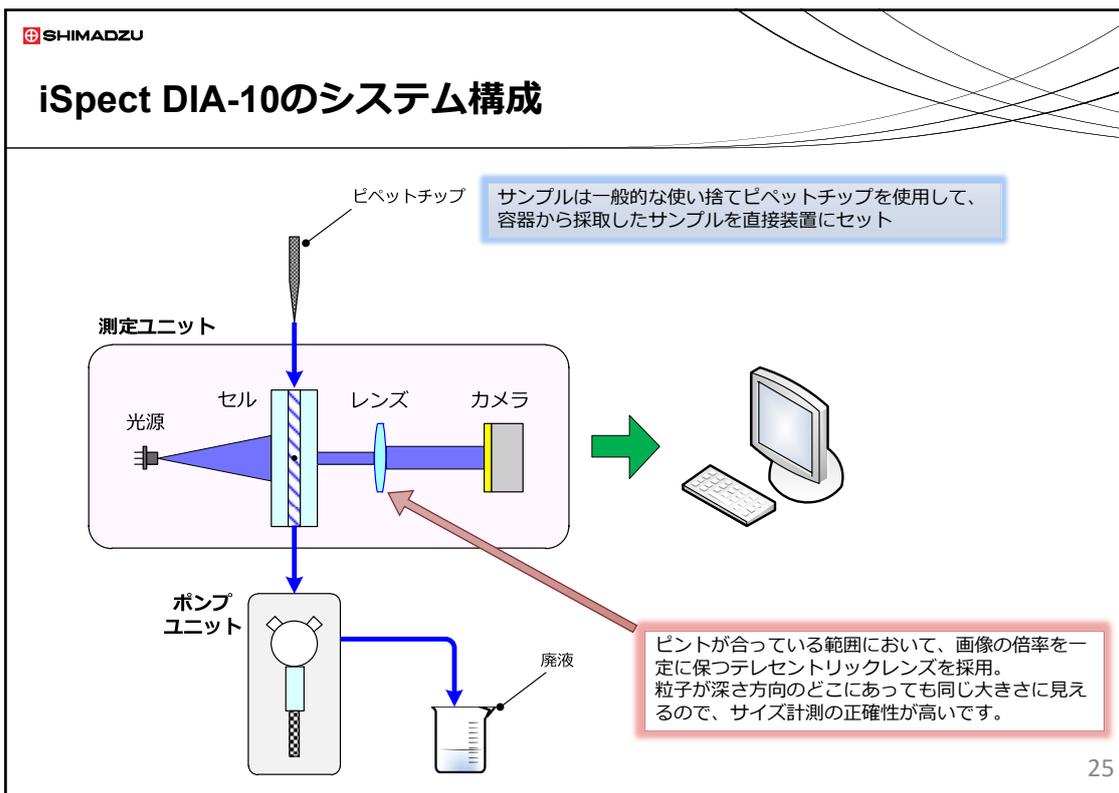
↓

これから：濃度と形状を1台で測定

濃度 + 形状

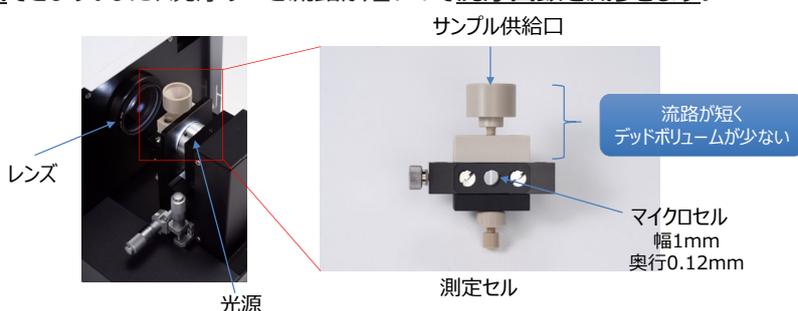


24



特長2 – 少ないサンプル使用量

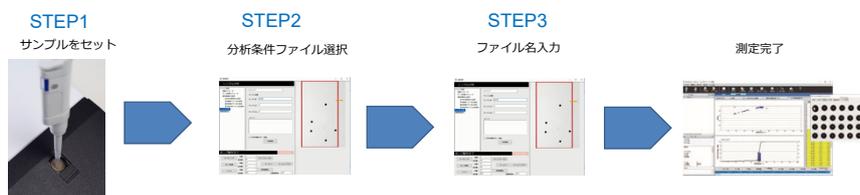
- **サンプル使用量は最小50 μ Lから測定可能**
 - **高価・希少なサンプルも少量で測定できます**
- **有機溶剤が使用可能**
 - 洗浄を含むトータルの**有機溶剤使用量を削減**でき、環境負荷低減に貢献
- **デッドボリュームが少ない流路設計**
 - サンプル供給口からマイクロセルまでの距離が短いので、**共洗いに使用するサンプル量が削減**できます。また、洗浄すべき流路が短いので**洗浄回数を減ら**せます。



27

特長3 – かんたん操作

- **3ステップの簡単測定**
 - **最短2分**で測定完了。通常の光学顕微鏡観察と比較すると圧倒的な作業効率を実現。



- **サンプル不要のオートフォーカス機能**
 - ピント合わせは**約15秒で自動的に完了**。しかもフォーカス用の粒子サンプルは不要
 - **人によるばらつきのない**ピント合わせが可能
- **設置しやすいコンパクト設計**
 - 測定ユニットは幅 約22cm、ポンプユニットは幅 約10cmのコンパクト設計により、限られたスペースでも設置可能です。



28

3ステップの簡単測定 (サンプル準備)



29

3ステップの簡単測定 (ソフトウェア)

画面解析

シングル分析

メソッド設定
 測定パラメータ
 データ処理/パラメータ
 解析結果出力設定
 粒子形状解析出力設定
 形状解析リスト出力設定
 解析結果グラフ出力設定
 粒子径分布リスト出力設定

シングル分析
 状態情報表示

メソッド

サンプル情報
 サンプル名 test1
 サンプルID 1
 サンプルNo. 1
 コメント

光学系調整サポート機能
 分析開始

ローディング動作完了

ローディング 流量: 2 総流量: 50 オートフォーカス
 ポンプ制御 流量: 0.1 総流量: 50 ズームイン ズームアウト
 リンス 流量: 12 総流量: 800 照明器運化 目標輝度値: 240

30

iSpect DIA-10のアプリケーション

- ① 簡便な粒子観察
- ② 粒子形状評価
- ③ 粒子識別
- ④ 微量な粗大粒子検出
- ⑤ 濃度測定

31

② 粒子形状評価

1. 金属3Dプリンタ粉末の品質評価

金属3Dプリンタ用の金属粉の特性や均一性は成形物の品質に影響を与えます。粒子特性の一つに粒子の円形度があり、粒子が球形に揃っているほど、流動性が高くなり、密なパッキングが得られます。



Fig. 粒子画像

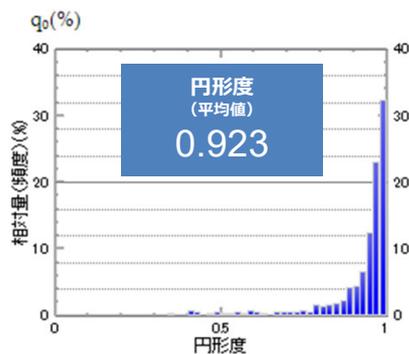


Fig. 円形度のヒストグラム

32

3 粒子識別

2. 細胞培養時の生存細胞数の計測

細胞懸濁液をトリパンブルー染色法にて染色し、生細胞数の計測を行いました。形状は同一ですが死細胞のみが染色されるため、平均輝度でクラス分けすることで生細胞の計数が可能です。

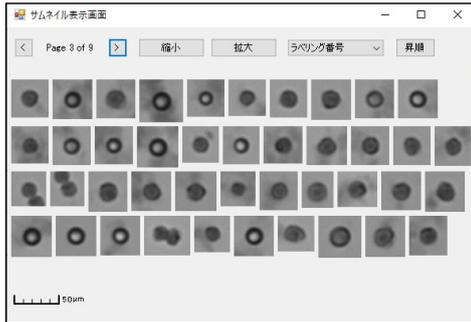


Fig. 粒子画像

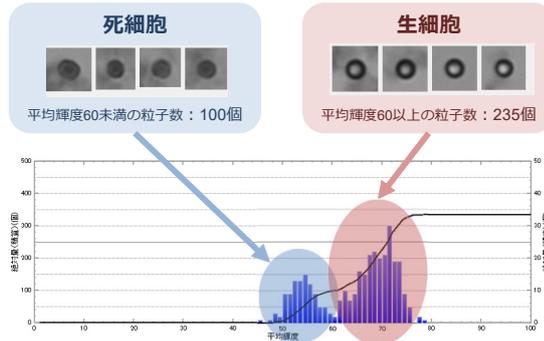


Fig. 平均輝度の頻度分布

3 粒子識別

3. パン酵母の分裂状態の評価 (1/2)

酵母の形状情報から、状態が異なる酵母の割合を確認できます。以下は市販のパン酵母を測定例です。散布図 (x:面積相当径 y:アスペクト比) 中の領域ごとの粒子画像を示します。単一の酵母の他、分裂中の酵母や凝集物が確認できます。

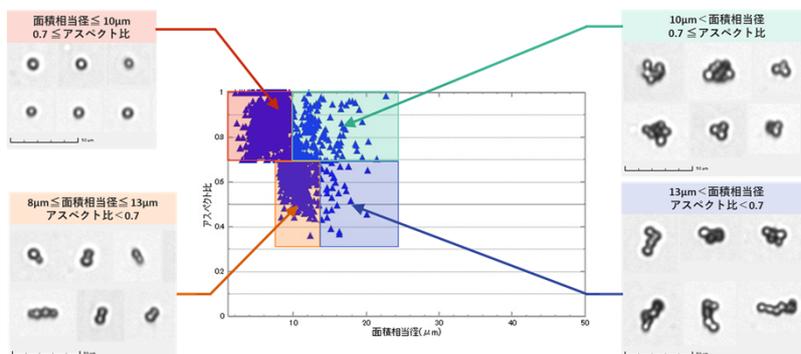


Fig. 領域ごとの代表的な粒子画像

3 粒子識別

3. パン酵母の分裂状態の評価 (2/2)

それぞれの領域の粒子数から、割合を算出することが可能です。

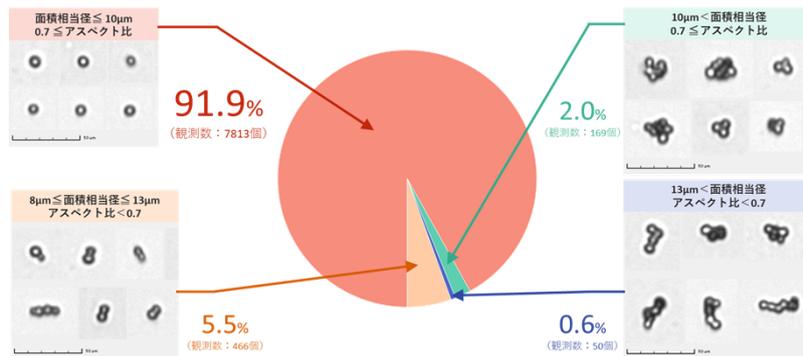


Fig. 領域ごとの粒子の割合

35

4 微量な粗大粒子検出

4. シリカ中の粗大粒子評価 (1/4)

シリカ粉末は半導体などの電子部品の封止材や塗料の充填剤など幅広い分野で用いられています。シリカ粉末に意図しない粗大粒子（異物や凝集物）が含まれている場合、電子部品においては成形不良・絶縁不良・電気特性不良の発生、塗料においては塗膜の強度低下、ムラの発生などの不良原因となる可能性があります。

こちらは呼び径50 μm のシリカの測定例です。

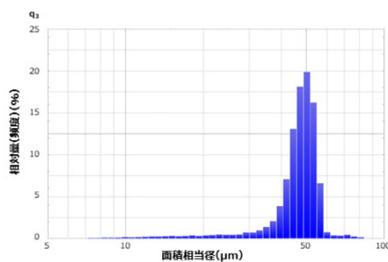


Fig. 粒子径分布

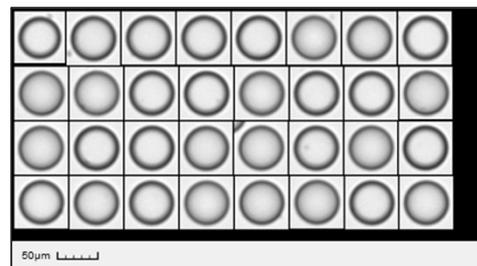


Fig. 粒子画像

36

4 微量な粗大粒子検出

4. シリカ中の粗大粒子評価 (2/4)

フィルタ (孔径40 μm) により粗大粒子を除去した結果は以下の通りです。

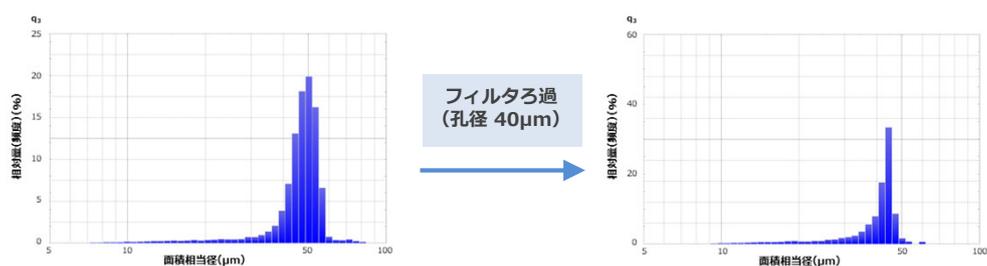


Fig. フィルタろ過前後の粒子径分布

37

4 微量な粗大粒子検出

4. シリカ中の粗大粒子評価 (3/4)

フィルタ (孔径40 μm) により粗大粒子を除去した結果は以下の通りです。
50 μm 以上の粒子はほぼ除去されていますが、40~50 μm の粒子は検出されており、測定による粗大粒子量の評価が重要であることが分かります。

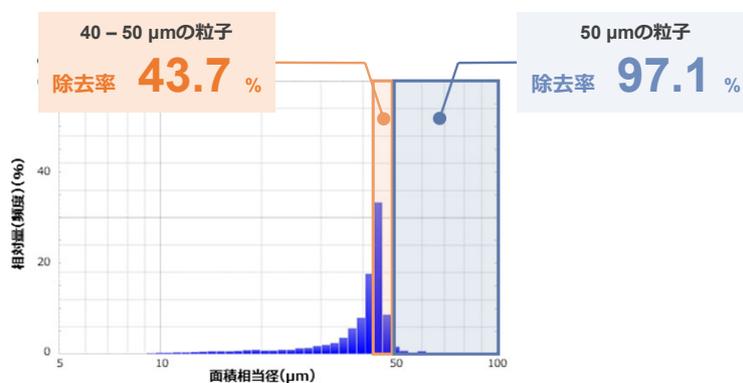


Fig. フィルタろ過後の粒子径分布

38

④ 微量な粗大粒子検出

4. シリカ中の粗大粒子評価 (4/4)

また対象試料がサブミクロン粒子の場合、一次粒子の形状は確認できませんが、マイクロメートルオーダーの粗大異物の検出、濃度評価が可能です。こちらは呼び径200 nmのシリカスラリーを原液評価した事例です。



Fig. 試料外観

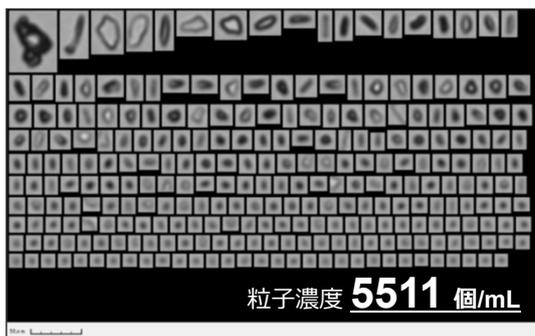


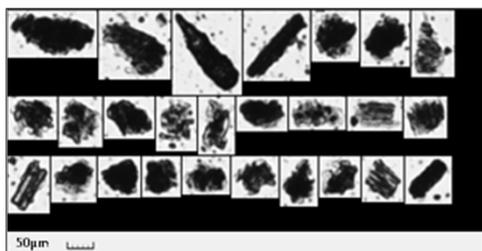
Fig. 粒子画像

39

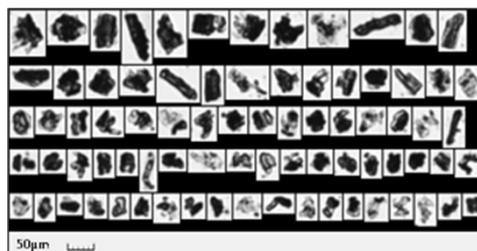
⑤ 濃度測定

5. 飲料の食感評価 (1/2)

飲料中の粒子のサイズ・濃度・形状は食感に影響を与えます。サイズについては約20 μ mを超えると、ざらついた舌触りを感じます。また粒子の濃度や形状によっても食感に違いがあるとされています。こちらは2種類のペットボトルタイプのお茶中に添加される抹茶粒子の濃度を評価した事例です。



緑茶A



緑茶B

Fig. 粒子画像

40

5 濃度測定

5. 飲料の食感評価 (2/2)

飲料中の粒子のサイズ・濃度・形状は食感に影響を与えます。サイズについては約20 μm を超えると、ざらついた舌触りを感じます。また粒子の濃度や形状によっても食感に違いがあるとされています。こちらは2種類のペットボトルタイプのお茶中に添加される抹茶粒子の濃度を評価した事例です。

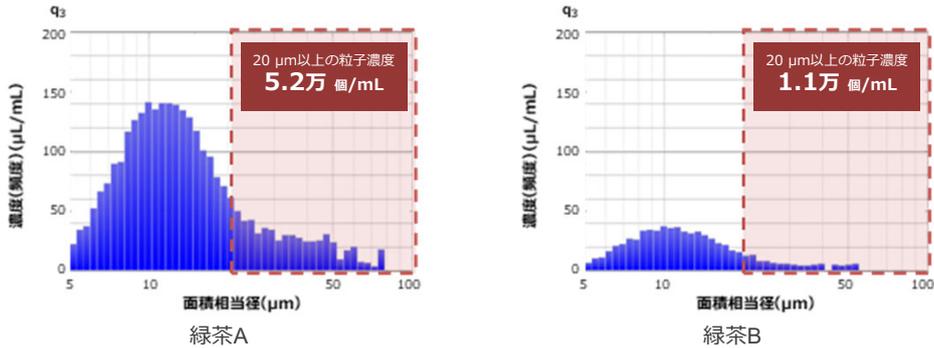


Fig. 粒子径分布

舌がざらつきを感じる20 μm 以上の領域

5 濃度測定

6. バイオ医薬品中の不溶性微粒子評価

μm オーダー以上のバイオ医薬品中の不溶性微粒子の濃度および粒子画像評価が可能です。形状などのパラメータから、タンパク質の凝集体とそれ以外の異物の区別なども可能です。以下はヒト血清由来のIgG溶液中の凝集体の測定例です。



Fig. 粒子画像

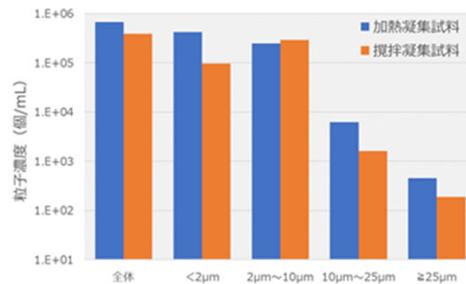


Fig. 粒子径ごとの粒子濃度

フロー式画像解析粒子径・形状測定装置

Particle Insight

- 3種類の測定レンジ仕様：①**1～150μm**モデル
(レンズとセル光路長変更) ②**3～300μm**モデル
③**10～800μm**モデル
- **被写界深度の深いテレセントリック光学系**の採用
- 循環測定により、**極少量(数)の粒子(レアイベント)を確認**可能
- 多方位角での3D解析 ⇒ 循環測定で色々な角度から観察
- 粒子径及び形状評価可能⇒形状解析可能(28パラメータ)
- 任意の形状パラメータ基準で粒子画像の抽出が可能
- 水系及び非水系対応可 (循環ポンプ仕様変更にて)



43

レーザ回折・散乱法と動的画像解析法との融合



レーザ回折・散乱法は
短時間で広い範囲
の粒子径分布測定が可能



一方、
粒子形状の情報
も知りたい...

SALDシリーズ(レーザ回折・散乱法)と Particle Insight(動的画像解析法)
を**組み合わせ**て測定を可能に!
⇒凝集体 or 粗大粒子の確認も画像により可能

44

SHIMADZU

SALDシリーズとParticle Insightのコンビネーション例

③PI用セル

②SALD用セル

①サンプラ

直列で使用する場合

①サンプラ(SALD)
→②SALD
→③Particle Insight
(→①サンプラへ戻る)

③PI用セル

②SALD用セル

①サンプラ

並列で使用する場合(サンプラを共有)

①サンプラ(SALD)
→②SALD用セル
(→①サンプラへ戻る)

①サンプラ(SALD)
→③Particle Insight用セル
(→①サンプラへ戻る)

45

SHIMADZU

微粒子・ナノ粒子 特性評価装置

粒子径分布測定

レーザー回折・散乱法

レーザー回折式粒子径分布測定装置 SALD-2300
ナノ粒子径分布測定装置 SALD-7500nano

定量機能追加モデル

SALD-7500ファインハフル計測システム

micromeritics Sizer

The Science and Technology of Small Particles™

シングルナノ粒子径分布測定装置 1G-1000plus

粒子画像解析

ダイナミック粒子画像解析システム iSpect DIA-10
フロー式画像解析粒子径・形状測定装置 Particle Insight*

乾式密度測定

乾式自動密度計
AccuPyc II シリーズ

かさ/タップ密度測定装置
GeoPyc 1365*

比表面積/細孔分布測定

ガス吸着法

多検体高性能比表面積/細孔分布測定装置
3Flex
自動比表面積/細孔分布測定装置
Tristar II 3020

水銀圧入法

自動水銀ポロシメータ
細孔分布測定装置
AutoPoreVシリーズ*

*島津サイエンス東日本取扱い品

46

密度とは...

密度 [g/cm³] = 物質単位体積当たりの質量
 = 試料の質量 (M_{samp}) / 試料の体積 (V_{samp})

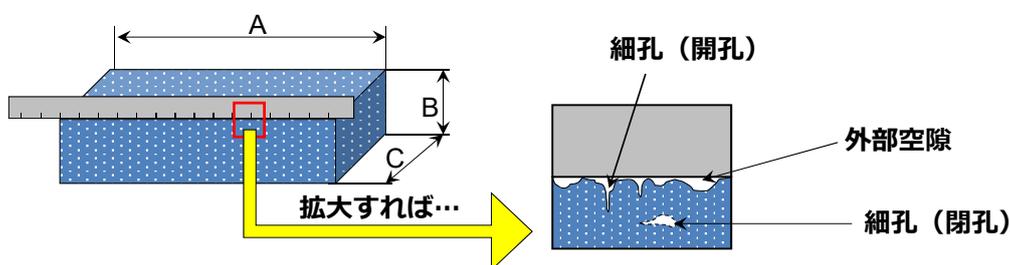


試料の質量 (M_{samp}) ... 天秤で測定できる

試料の体積 (V_{samp}) ... どのように見積もるかによって値が異なる

例：レンガの体積をAxBxCとみるのか、表面の凹凸や細孔を考慮するか

...評価目的や精度に依存する



47

粉体試料の体積

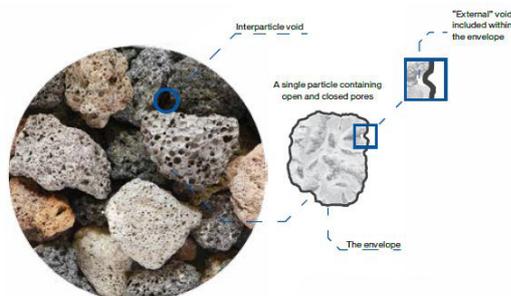
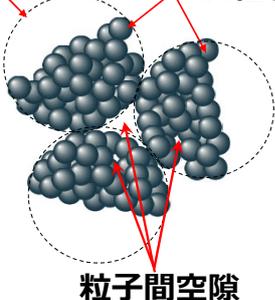
⇒ 微粒子（一次粒子）が凝集し、二次粒子を形成している場合、一次粒子間にも、二次粒子間にも隙間（= 粒子間空隙）が存在する。

⇒ 粒子間空隙は、（広義の）細孔と同一視できる場合もあり、その区別は明確ではない。

⇒ 一次粒子にも細孔は存在する。スケールが変わっても同様。

二次粒子

一次粒子



48

体積の考え方のまとめ

粉体を含む固体の体積は、以下の5つの要素からなると考えられる

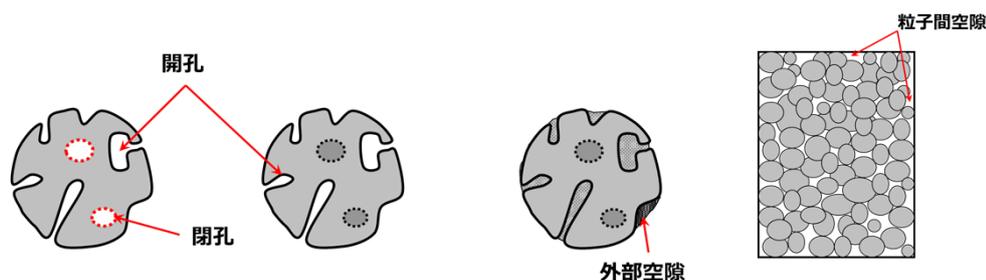
- ① 固体の（正味の）体積
- ② 開孔の体積…対象とする細孔の大きさの範囲とも関連する
- ③ 閉孔の体積…測定することが困難な場合が多い
- ④ 粒子間空隙の体積…②との区別が容易でないことが多い
- ⑤ 外部空隙の体積…理想的な形状や試料容器との空間



サイコロで例えると…

- ① 材料の固体部分
- ② サイコロの目
- ③ 見えない
- ④ なし
- ⑤ 面取りされている部分
仮想される立方体との隙間

いろいろな密度の考え方のまとめ



定義	真密度	粒子密度、見かけ密度	かさ密度	かさ密度(タップ)
英語	True , Absolute	Skeleton, Particle, Apparent	Envelope , Bulk	Bulk , Tap
体積	①のみ	①+③	①+②+③+⑤	①+②+③+④+⑤
備考	理論密度、結晶密度などと呼ばれることもある。	見かけ密度は、他の意味でも使用される。	④が含まれる場合もある。⑤の判断として細孔径で区別することも	集合体として見る為④と⑤の区別は曖昧
装置	Accuyc II シリーズ		GeoPyc 1365	

SHIMADZU

密度測定方法

◎粒子密度測定法

⇒湿式法

⇒ピクノメータ（比重びん）法

⇒水中置換法

⇒けんちょう法

⇒密度勾配管法

⇒乾式法

⇒定容積膨張法…**AccuPyc II シリーズ**

◎かさ密度測定法

⇒Envelope Densityを求める方法

⇒水銀を用いる方法、水銀圧入法…**オートポアシリーズ**

⇒球形粒子を用いる方法…**GeoPyc 1365シリーズ**

⇒タップ密度を求める方法

⇒各種JISや業界標準法による…**GeoPycで置換え可能**



51

SHIMADZU

乾式自動密度計 アキュピックIIシリーズ



1 ccモデル, 10ccモデル, 100ccモデル
温度調節形10ccモデル, 100ccモデル

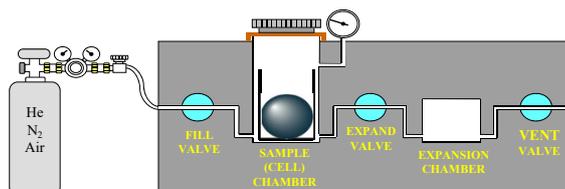
体積測定精度±0.02%

1ccモデルでは0.0002ccの精度で測定可能。
湿式測定に比べると10倍～100倍の高精度。

乾式測定の優位性

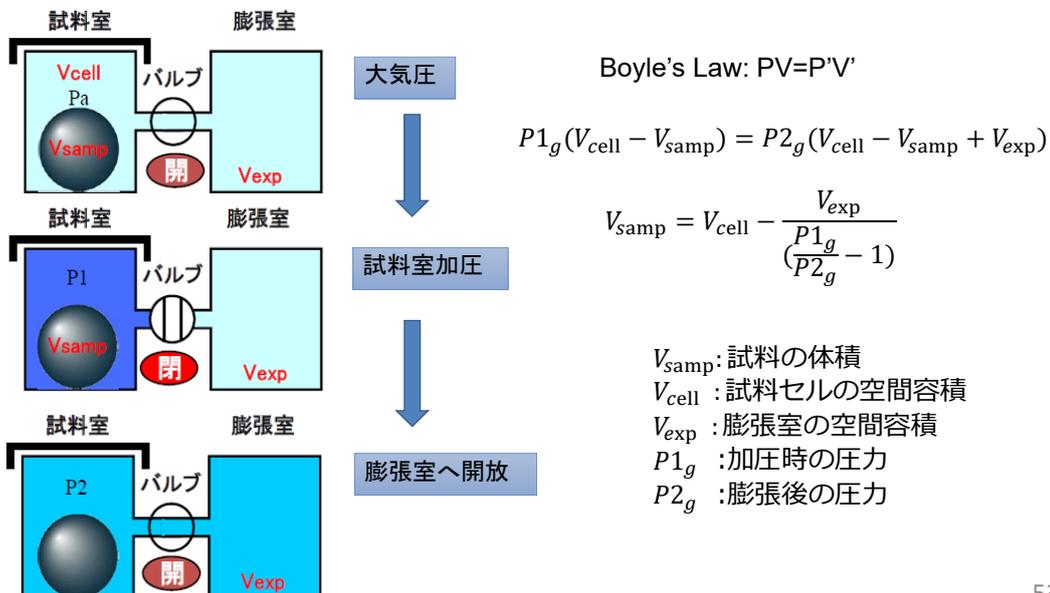
(湿式では測定できない試料)

- 液体・ペースト状の試料
- 液体に浮いてしまう試料
- 液体に溶解してしまう試料
- 表面に気泡がつきやすい試料
- 多数の微細孔を有する試料



52

AccuPyc 定容積膨張法の測定原理



53

低温用・高温用ペットボトルの密度

PETボトルには、常温または低温で使用するタイプと、加熱して高温で使用するタイプの2種類があります。

ボトルの構造としては、低温用のものは単層構造ですが、高温用のものは2枚の樹脂版が重ね合わされた2層構造になっています。

今回、2種類のPETボトルから試料片を切り出し、粒子密度を測定しました。



試料	密度
低温用PET樹脂(1層)	1.3948 g/cm ³
高温用PET樹脂(2層)	1.4132 g/cm ³

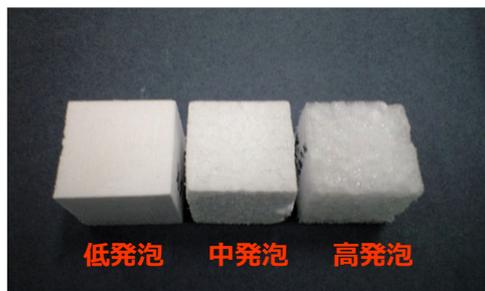
54

発泡プラスチックの密度と開放気泡率測定(1)

測定機種：AccuPyc II-100cc

適合規格：硬質発泡プラスチックの開放気泡率測定(ASTM D6226-10)

サンプル：発泡剤含有量の異なる3種類の成形体(低発泡、中発泡、高発泡)



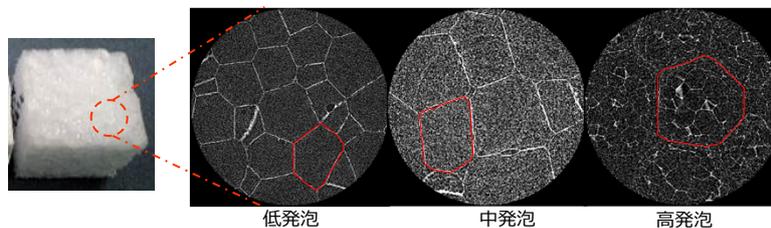
	開放気泡率	密度
低発泡	0.14%	0.1098g/cm ³
中発泡	2.66%	0.0199g/cm ³
高発泡	14.6%	0.0142g/cm ³

密度だけでなく気泡率の評価も可能です。

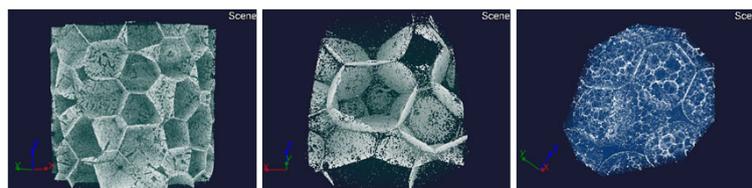
55

発泡プラスチックの密度と開放気泡率測定(2)

X線CTによる内部観察結果



2次元画像



3次元画像

56

かさ/タップ密度測定装置 GeoPyc1365



- ◎特長
- ⇒非破壊で「Envelope密度」測定可能、測定時間も早く、高い再現性が得られる
 - ⇒TAP測定では5N~170Nの押し圧で「タップ密度」測定可能
 - ⇒新しいインテリジェントタッチスクリーン操作
 - …指またはスタイラスペン使用
 - ⇒タップ密度測定時は、従来法よりも早く静かに動作（粉を外部に飛散させない）
 - ⇒タッチ操作にてSOPを作成・保存・実行可能
 - ⇒指定の電子天秤と接続することによりサンプル重量を自動入力可能
 - ⇒装置前面、後面にあるUSBポート利用可能

- ◎主な測定対象・分野
- ⇒製薬業界- ローラーコンパクション工程確認（リボン）
 - ⇒アルミニウム地金電界分解- 正極炭素材料
 - ⇒特殊な埋蔵層の分析- 地中、海洋コア
 - ⇒シリカゲル及びゾルゲル製品
 - ⇒断熱材用エアロゲル
 - ⇒セメント及びセメントペースト構造解析時
 - ⇒製鉄時の鉄鉱石
 - ⇒食品産業- 機能性炭酸カルシウム
 - ⇒バッテリー研究- 電極用グラファイト 他



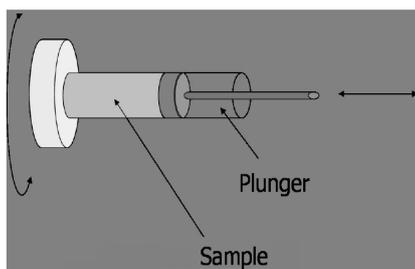
57

GeoPyc1365 の測定原理 タップ密度



- ◎一般的なタップ密度測定の問題点
- ⇒測定に必要なサンプル量が多い
 - ⇒縦方向に粒径の差ができる。
 - ⇒軽いものは飛ぶので測定し難い
 - ⇒再現性が良くない

GeoPyc1365 タップ密度モデルでは、チャンバに粉体試料を入れ、それを回転させながら一定の力で圧密します。安定した位置からタップ密度に相当する体積が求められます。

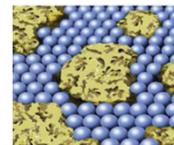


- ◎特長
- ・少量サンプルで幅広い粉粒体に対応
 - ・精密な圧力制御で優れた再現性
 - ・回転により粒径差による分離が低減
 - ⇒精度の良い測定が可能
 - ・加える力ごとの充填体積やタップ密度の計算が可能

58

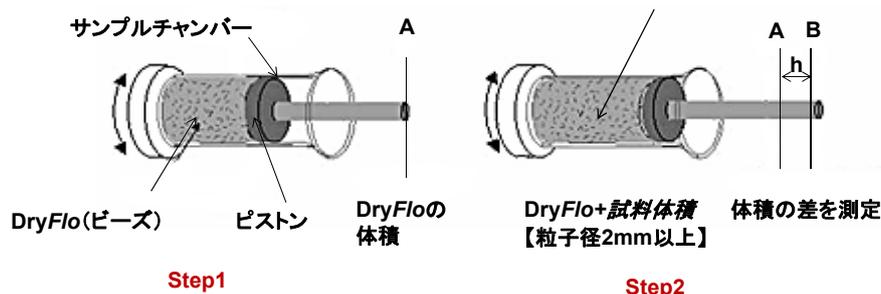
GeoPyc1365 の測定原理 Envelope

流動性の良い球形粒子 (DryFlo) で固体試料のまわりを置換
⇒ここから、試料の“かさ Envelope”を見積もることが可能



サンプルチャンバにDryFloを入れて
ピストンで圧縮し、その位置Aを記録。

秤量した試料をDryFloの中に入れて
ピストンで圧縮し、その位置Bを記録。



ピストン位置BとAの差 h x ピストン面積
= サンプルの“かさ Envelope”に相当します。

59

AccuPyc+GeoPyc 気孔率・空隙率の評価

Accupyc⇒粒子密度に相当する体積V1を求める

GeoPyc ⇒試料のEnvelope密度に相当する体積V2を求める
あるいはタップ密度に相当する体積V2'を求める



細孔の全体積 = $V2 - V1$ となり

気孔率% = 細孔の全体積 / 固体のかさ x 100

$$= (V2 - V1) / V2 \times 100$$

つまり、両者のデータを組み合わせれば、

水銀を使わずに気孔率を求めることができる

また、V2の代わりにV2'を使えば、細孔や試料間空隙を含む空隙率を算出できる



錠剤の測定例

アキュピックIIによる見かけ密度 (D1) : 1.4800 g/cm³

ジオピック1360によるEnvelope密度 (D2) : 1.1931 g/cm³

このデータから

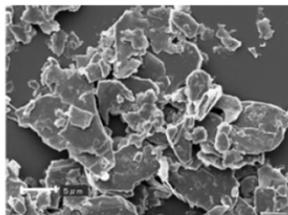
全細孔容積 $V_p = 1/D2 - 1/D1$: 0.1625 cm³/g

気孔率または空隙率 Porosity = $V_p \cdot D2 \times 100$: 19.4 %

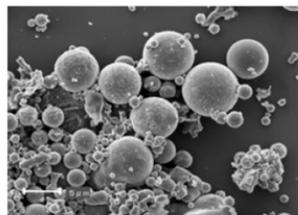


60

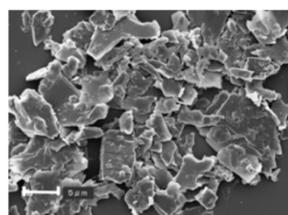
JIS試験用粉体の密度測定(1)



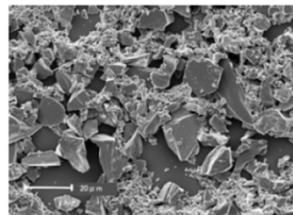
タルク 4種
粒子密度(g/cm³) : 2.7-2.9



フライアッシュ 5種
粒子密度(g/cm³) : 1.95以上



タルク 9種
粒子密度(g/cm³) : 2.7-2.9



けい砂 2種
粒子密度(g/cm³) : 2.6-2.7

写真提供 : 粉体工業技術協会

61

JIS試験用粉体の密度測定(2)

タルク4種 : 2.7-2.9 (g/cm³)

ピクノメータ (IPA)	ピクノメータ (IPA)	ピクノメータ (water)	ピクノメータ (water)	アキュピック (He)	アキュピック (He)
2.783	2.926	2.705	2.790	2.786	2.802

フライアッシュ5種 : 1.95以上(g/cm³)

ピクノメータ (IPA)	ピクノメータ (IPA)	ピクノメータ (water)	ピクノメータ (water)	アキュピック (He)	アキュピック (He)
2.248	2.315	2.640	2.583	2.388	2.392

タルク9種 : 2.7-2.9 (g/cm³)

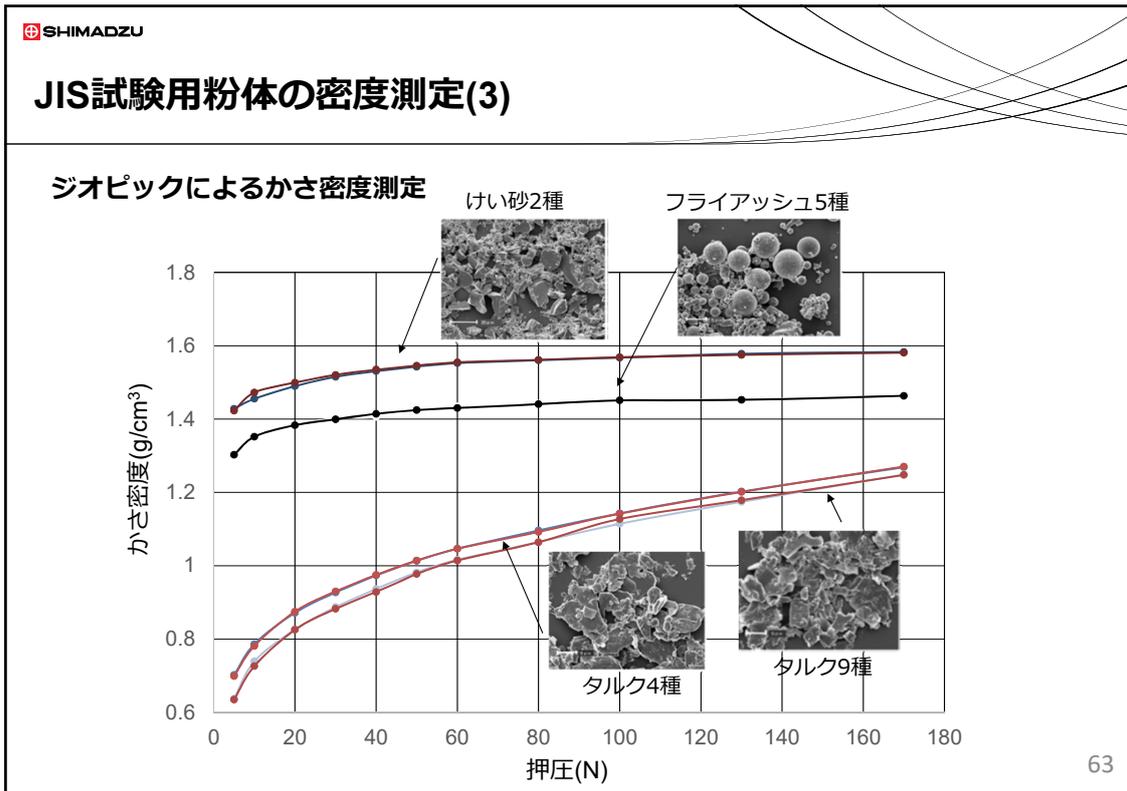
ピクノメータ(IPA)	アキュピック(He)
2.783	2.786

けい砂2種 : 2.6-2.7 (g/cm³)

ピクノメータ(IPA)	アキュピック(He)
2.564	2.646

ピクノメータおよびアキュピックによる粒子密度測定

62



SHIMADZU

ガス吸着法による比表面積／細孔分布測定装置のラインナップ

装置	測定ポート数	細孔分布測定範囲	Kr低比表面積測定
3Flex	3	micro meso	✓
TriStar II	3	micro* meso	✓
Gemini VII	1	micro* meso	



多検体高性能比表面積/細孔分布測定装置
3Flex



自動比表面積/細孔分布測定装置
TriStar II 3020



自動比表面積測定装置
Gemini VII 2390



前処理装置
VacPrep 061

64

ご視聴ありがとうございました！

本日触れなかった装置に関しては別途Webinarを準備しております。
是非一度ご覧いただけますと幸いです。
よろしくお願いいたします。