
フロー式粒子像分析装置FPIA - 2000による 粉粒体の形状評価

Valuation of Particle Shape Used Flow Particle Image Analyzer FPIA - 2000

桜井智宏, 平島 保

- 粉体と工業 平成10年9月号 (Vol.30, No.9 1998) 抜刷 -

東亞医用電子株式会社

〒651-2271 神戸市西区高塚台4-4-4 TEL: (078) 991-1911 FAX: (078) 991-1917

フロー式粒子像分析装置FPIA - 2000による 粉粒体の形状評価

Valuation of Particle Shape Used Flow Particle Image Analyzer FPIA - 2000

東亞医用電子(株) 桜井智宏, 平島保
Tomohiro SAKURAI & Tamotsu HIRAJIMA

1. はじめに

画像解析法による粒子径計測は古くから行われていたが、近年では画像処理技術の発達により解析の迅速化が進み、従来に比べて簡便に測定ができるようになってきた。

これに伴い粒子特性の評価法に対する要求がますます高度化する中、粒子を評価する指数の一つとして、画像解析法による粒子の形状評価が注目されている^{1), 2)}。そのなかでも、トナー、電池材料、電子部品材料などの分野において粒子の形状評価指数の有用性が認められつつある³⁾。また、フロー式画像解析法ではスライド中の粒子の状態を直接観察できることから、椿氏らによって凝集体構造に関する研究も行われている⁴⁾。

画像解析法にはスライドガラス等の平板上に分散させた粒子を測定する方法と、分散媒中に分散させた粒子をフロー式画像解析法によって測定する方法がある。しかしながら、スライドガラスを用いた画像解析法においては、以下にあげるような問題がある。

- ①スライドガラス上に粒子を分散させるため、標本作製に手間がかかる。
- ②標本作製、測定に時間がかかるため統計的に意味のある解析粒子数を得ることが困難である。

③粒径の差が大きい粒子が混在している場合は焦点位置をあわせるのが困難である。

フロー式粒子像分析装置FPIA - 2000は、スライドガラスを用いた画像解析法の問題点を解決し、懸濁液中の粒子をリアルタイムに画像処理することにより、粒子画像、粒度分布、粒子の形状指標である円形度等の情報を短時間に提供することを可能にした装置である^{5), 6)}。本装置の測定原理及び測定結果について解説する。

2. FPIA - 2000の概要

2-1 FPIA - 2000の構成

図-1にFPIA - 2000の外観図を示す。

FPIA - 2000は、試料を吸引し、フロー式で

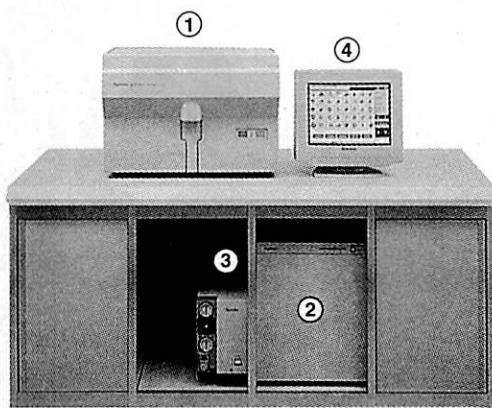


図-1 FPIA - 2000の外観

粒子を撮像する測定装置本体部（①），動作を制御するとともに撮像された粒子像をリアルタイムで画像処理するデータ処理部（②），測定装置内部の流体系や機構系を動かすための駆動源としての空圧源（③），操作メニューや，撮像された粒子像，粒度分布などを表示するタッチパネル付きモニターの操作部（④）で構成される。

2-2 試料粒子の流れ

図-2に測定部の構成図を示す。FPIA - 2000では以下に示すような流れで測定が行われる。

- ①分散処理された試料は吸引ピペットから吸引され，大きなごみや凝集塊がサンプルフィルタで取り除かれた後，攪拌チャンバに蓄えられる。
- ②蓄えられた試料は攪拌チャンバ内で攪拌されながら，シースシリンジによってフラットシースフローセルへ送り込まれる。
- ③送り込まれた試料はシース液に挟まれ，平面状の試料流となってフラットシースフローセル中を流れる。
- ④平面状の試料流に対してストロボ光が1/30秒間隔で照射され，対物レンズで拡大され

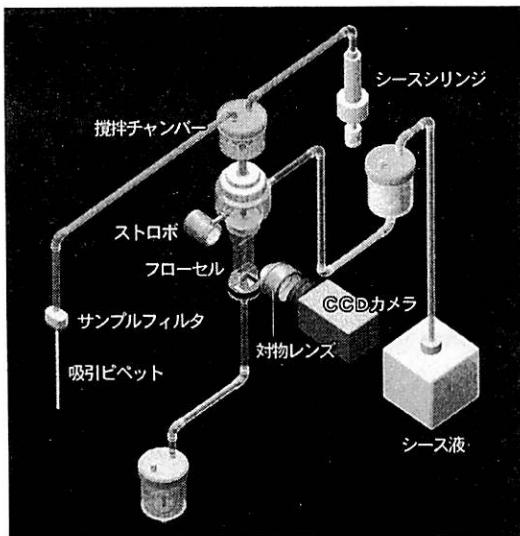


図-2 測定部の構成

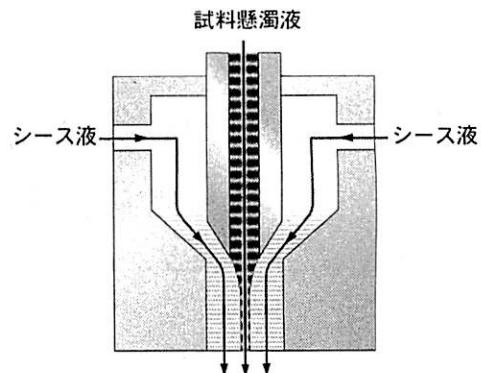


図-3 フラットシースフローの原理

た粒子がCCDカメラによって静止画像として撮像される。

- ⑤フラットシースフローセルで撮像された試料は，廃液チャンバを通って外部に排出される。

2-3 検出部（フラットシースフローセル）の詳細

図-3に検出部であるフラットシースフローの詳細図を示す。フローセルの中心を流れる試料流に対して両側から挟み込むように，シース液を流すことによって試料流を平面状に変形させている。このようにして形成された平面状の試料流中に粒子を流す事により，粒子の重なりを防ぎ，ほぼすべての粒子を焦点の合った状態で撮像する事ができる。

2-4 粒子の流れと焦点位置

図-4に粒子の流れと焦点位置の関係を示す。

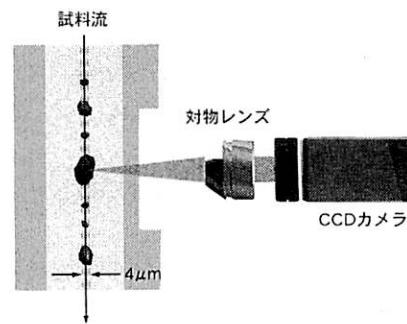


図-4 焦点位置の図

試料流をシース液によって両側から挟み込むことで、粒子は常に対物レンズから一定の距離を保って流れることになる。また、粒子はフローセル中を流体力学的に安定な状態で流れようとするため、測定する粒子の形状によって決まった向きで流れている。これらのことにより撮像する粒子の大小にかかわらず常に焦点のあった粒子が撮像される。

2-5 画像処理のプロセス

図-5に粒子撮像部の概略図を示す。対物レンズで拡大された平面状の試料流がビデオカメラで1/30秒ごとに撮像された例を示す。FPIA-2000では高速なイメージプロセッサの採用により、1/30秒ごとの静止画像をリアルタイムで画像処理することができる。1/30秒ごとの静止画像は常に一定容積になることから、その静止画像を一定枚数撮像することにより、単位体積当たりの粒子数を定量的に算出することができる。

例えば、1画面当たりの粒子数が5個の場合、60秒間撮像すると、9000個の粒子が撮像される。これらの粒子像に対して、まず輪郭強調、2値化処理が行われ輪郭が抽出される。抽出した輪郭線をエッジトレースする事により各粒子像の投影面積と周囲長が求められる。この値を元に粒度分布、円相当径、円形度等が求められる。

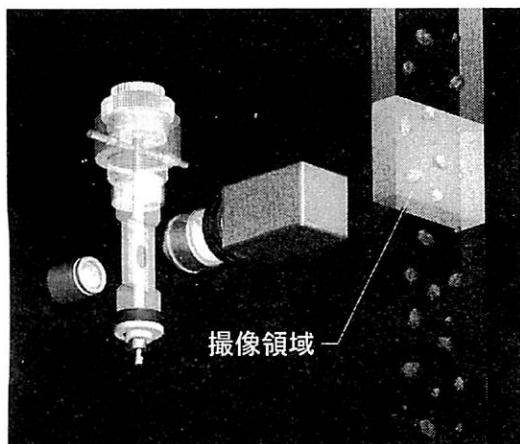


図-5 粒子撮像部の概略図

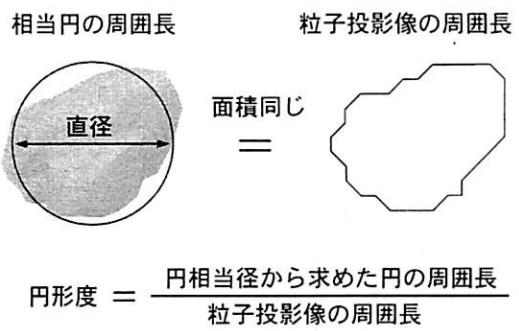


図-6 圓形度の算出方法

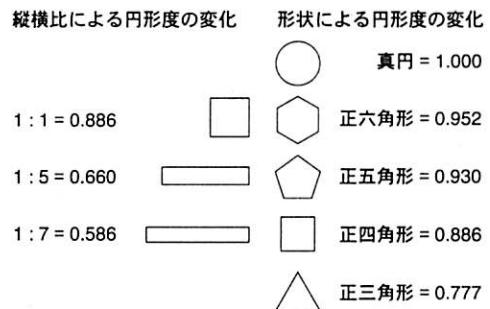


図-7 圓形度の例

また、粒子像の部分だけを四角に切り出し、その切り出しサイズによってクラス分けをして、大きさ別にディスプレイに表示ができる。

2-6 形状指標（圓形度）の算出

図-6に圓形度の算出方法について示す。

圓形度は図-6に示されるように、圓相当径（実際に撮像された粒子と同じ投影面積を持つ圓の直径）から算出された周囲長を実際に撮像された粒子の周囲長で割った値として定義され、真円で1、形状が複雑になるほど小さい値となる。様々な形状の圓形度を計算した例を図-7に示す。

このように圓形度の値を用いると粒子の微妙な形状の違いを数値化し、区別することができる。

2-7 FPIA-2000の特徴

- ①操作が簡単で、1試料あたり測定時間は約4分と短時間に測定できる。

- ②フラットシースフロー方式を採用しているので、常に焦点の合った粒子像が得られる。
- ③最大約1万個と多くの粒子を解析することができる、信頼性の高い粒度分布が得られる。
- ④粒子形状を表すパラメータとして、粒子の円形度が得られる。
- ⑤撮像された粒子により、粒子形状、凝集などが判る。またそれらの粒子像を分類することができる。

3. 測定結果

3-1 粒子像の直接観察

フロー式画像解析装置を用いて流れ系に存在している粒子の形態や凝集状態を直接観察でき

るということは先に椿氏らによって報告されている⁷⁾。

また、粒子を直接観察することにより測定試料中の不純物の混入具合や、測定された粒子が1次粒子かどうかという事が容易に判り、解析されたデータを評価する上で、粒子像は非常に有用な情報となる。図-8に凝集粒子を撮像し

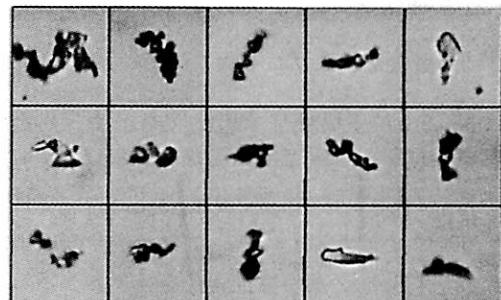
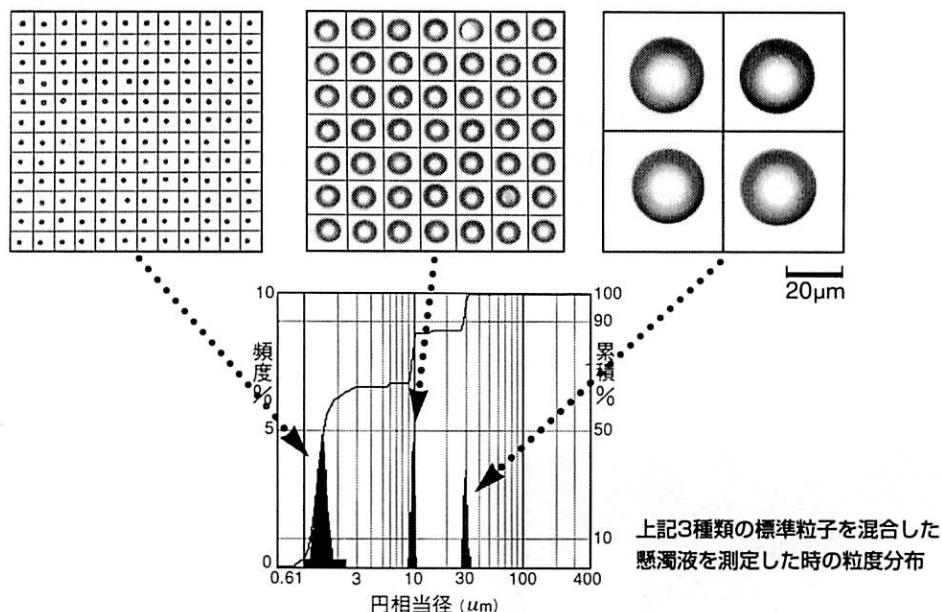


図-8 凝集粒子像の例（アルミナ）



FPIA-2000による標準粒子*の測定結果例

標準粒子の保証平均粒子径	実測した平均粒子径
$1.588\mu\text{m} \pm 0.025\mu\text{m}$	$1.60\mu\text{m}$
$9.975\mu\text{m} \pm 0.061\mu\text{m}$	$9.99\mu\text{m}$
$30.10\mu\text{m} \pm 0.22\mu\text{m}$	$29.95\mu\text{m}$

*標準粒子：平均粒子径について、米国国家標準技術局(NIST)のトレーサビリティがとれている粒子

図-9 NIST粒子の測定結果

た例を示す。

3-2 平均粒子径の正確性

図-9にNIST粒子を測定した結果を示す。

本測定で使用したNIST粒子は米国国家標準技術局（NIST）のトレーサビリティがとれているポリスチレンラテックス粒子であり、公に平均粒子径が保証されている粒子の一つである。この図から各NIST粒子の表示値に対して正確な測定結果が得られていることが判る。

3-3 各種粉体の円形度の比較

図-10に窒化ホウ素、アルミナ、シリカの測定例を示す。粒子像からも判るように、一般的に窒化ホウ素は鱗片状、アルミナは多角形、シリカは球形をしており、縦軸に平均円形度、横軸に円相当径をとった2次元スキャッタグラムにおいて各粒子はそれぞれ特徴的な形状を示していることが判る。

シリカは球形をしており、縦軸に平均円形度、横軸に円相当径をとった2次元スキャッタグラムにおいて各粒子はそれぞれ特徴的な形状を示していることが判る。

3-4 同種試料での円形度の比較

図-11に黒鉛粒子の測定例を示す。黒鉛粒子は二次電池の材料として使用されており、その形状が電池の性能を左右すると言われている。そのため、黒鉛粒子の形状を評価する事は非常に重要である。図-11において黒鉛粒子Aは処理前の原料、B Cはホソカワミクロン(株)のメカノフュージョンシステムを用いて、それぞれ60分、120分間処理したものである。メカノフュージョンシステムとは、素材粒子に強い機

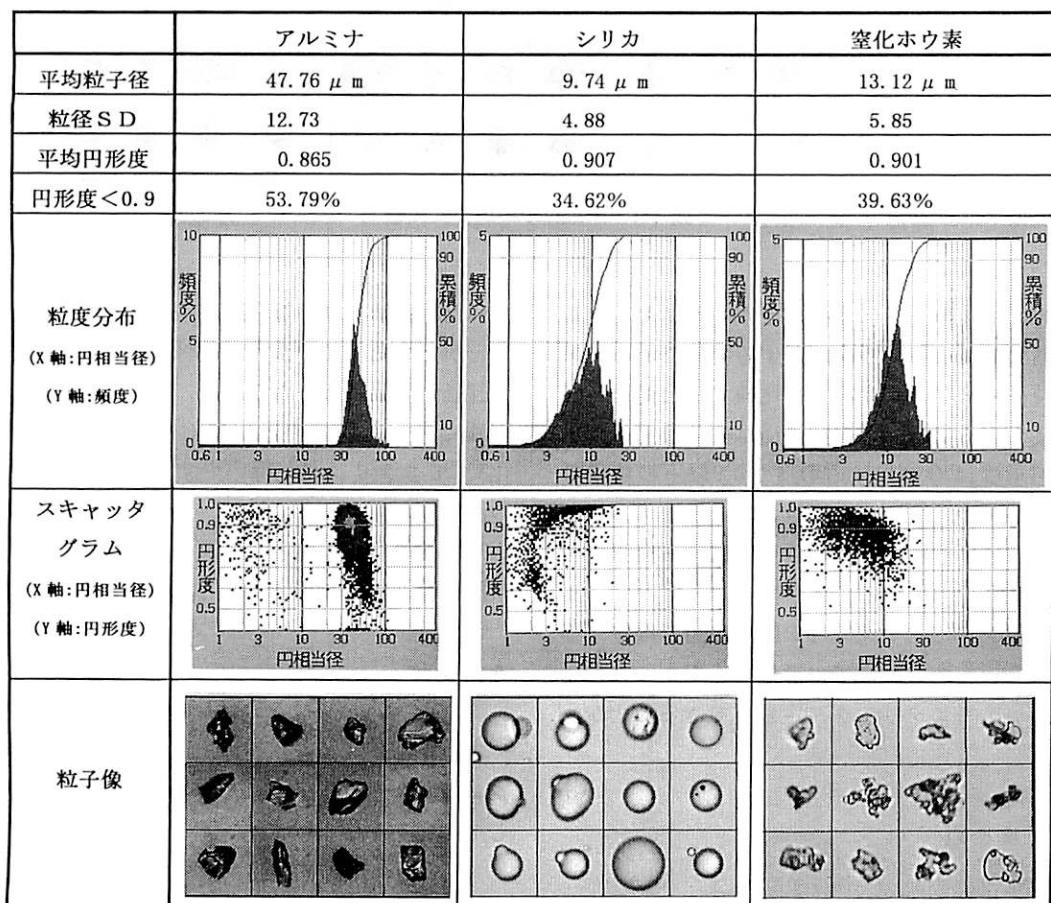


図-10 各種粒子の測定例

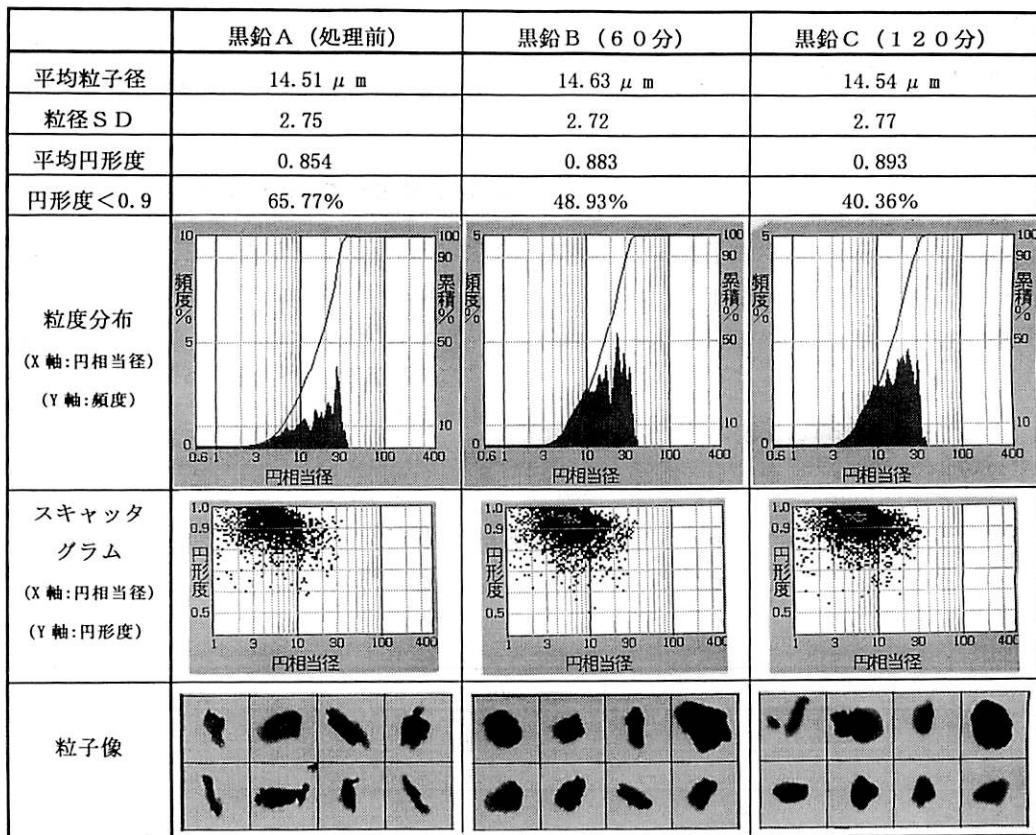


図-11 黒鉛粒子の円形度比較

械的エネルギーを与えて、そのメカノケミカル効果で新しい特性を創製する装置である。黒鉛粒子A B Cの測定結果を比較すると処理時間を長くするほど、平均粒子径は変化せずに、平均円形度は増加し、円形度が0.9以下の粒子の割合が減少している。これらのことから、処理時間に比例して、圧縮剪断作用によって黒鉛粒子が球形化していることが判る。

これらのことより、FPIA-2000では粒子径や粒度分布からだけでは評価できなかった粒子の違いをモニタリング、定量化できることが判る。

4. まとめ

FPIA-2000ではフラットシースフロー方式を用いることで、これまで測定に時間がかかっ

ていた画像解析法の処理速度を大幅に短縮することができた。このように画像解析法による形状評価が容易になったことで、これまで評価が困難であった粉体の形状に対する評価（定量化）、モニタリングが行いやすくなった。今回の測定例からも判るように、今後高機能化していく粉体の評価方法として画像解析法による形状評価は非常に有用であると考えられる。

5. 謝辞

本測定で使用した試料の一部は、ホソカワミクロン(株)よりご提供いただきました。ここに付して謝辞を申し上げます。

参考文献

- 1) 遠藤：粉体と工業，24，9，1992，p.29
- 2) 粉体工学会編，粒子径計測技術，日刊工業新聞社，1994
- 3) 宮下，藤井，古家，小坂，花岡：春季研究発表会講演論文集，1996，p.58
- 4) 森，吉田，椿：春季研究発表会講演論文集，1996，p.102
- 5) 桜井：春季研究発表会講演論文集，1998，p.64
- 6) 彼谷：電子写真学会誌，36，4，1997，p.1
- 7) 森，吉田，椿，内藤，早川：粉碎，40，1996，p.4

さくら い ともひろ
桜井智宏

東亞医用電子(株) 開発本部
〒651-2271 神戸市西区高塚台4-4-4
☎ (078) 991-1911
E-mail : Tomohiro_Sakurai@notesgw.sysmex.co.jp

ひらじま たもつ
平島保

東亞医用電子(株) 市場開発部
〒651-2271 神戸市西区高塚台4-4-4
☎ (078) 991-8112
E-mail : Tamotsu_Hirajima@notesgw.sysmex.co.jp