

Measuring the Flow Properties of Powders

FT4で行う試験

FT4ではブレードによる動的流動性測定、圧縮ピストンによるバルク測定、せん断ブロープによるせん断力測定が可能です。

測定原理 オプション	動的流動性測定	バルク測定	せん断力測定
基本仕様	安定性試験	かさ密度測定	
	流速変化試験	圧縮性試験	
	圧縮試験		
通気測定キット	通気試験	透過性試験	
せん断測定キット			せん断試験
壁面摩擦測定キット			壁面摩擦試験

FT4で用いる略号:

測定	単位	説明
BFE (Basic Flowability Energy)	mJ	基本流動性エネルギー
SE (Specific Energy)	mJ/g	比エネルギー
FRI (Flow Rate Index)	—	流動速度指標
SI (Stability Index)	—	安定性指標
CI (Consolidation Index)	—	圧縮指標
AR (Aeration Ratio)	—	通気指標
CBD (Conditioned Bulk Density)	g/mL	コンディショニング後のかさ密度
Consolidated Bulk Density (BD)	g/mL	圧縮後のかさ密度
PD (Pressure drop across the powder bed)	mBar	粉体層による圧力損失

豊富なアクセサリ

- 標準構成品:**
- 標準アクセサリキット(200mL容器用)
 - 200mLガラス容器
 - 160mLスプリット容器
 - 48mm径ブレード
 - 圧縮ピストン(200mL容器用)
 - 漏斗(200mL容器用)
 - 通気測定用底板(200mL容器用)
 - アクセサリケース
- その他オプション:**
- 自動通気測定キット
 - せん断強度測定キット(85mL用)
 - せん断強度測定キット(10mL用)
 - 壁面摩擦測定キット

- オプション:**
- 小容量アクセサリキット(25mL容器用)
 - 25mLガラス容器
 - 25mLスプリット容器
 - 23.5mm径ブレード
 - 圧縮ピストン(25mL容器用)
 - 漏斗(25mL容器用)
 - 通気測定用底板(25mL容器用)
 - アクセサリケース

仕様

【測定部】	垂直荷重	±50N(分解能:0.0015N)
	回転トルク	±700mN-m(分解能:0.002mN-m)
	垂直移動量	185mm
	回転スピード	120rpm(最大)
【ソフトウェア およびデータ処理】	軸スピード	30mm/sec
	パソコン仕様	OS:Windows OS (詳しくはお問い合わせください) パソコン(内蔵)
【応用例】	医薬品、化粧品、食品、粉体塗料、トナー	

諸元

機種	重量	寸法
【FT4】	30kg	幅 :306mm 奥行き:306mm 高さ:760mm

お問合せ先
スペクトリス株式会社
マルバーン・パナリティカル事業部
こな いーな いーよ
☎ 0120-57-17-14

東京事業所 〒105-0013 東京都港区浜松町1-7-3 第一ビル
ラボ併設 TEL:03-5733-9511 FAX:03-5733-9288

神戸事業所 〒650-0047 兵庫県神戸市中央区港島南町5-5-2
ラボ併設 神戸国際ビジネスセンター北館511
 TEL:078-306-3806 FAX:078-306-3807

名古屋営業所 〒460-0003 愛知県名古屋市中区錦1-20-19
 TEL:052-202-3050 FAX:052-220-6082

大阪営業所 〒532-0003 大阪府大阪市淀川区宮原5-1-18
 TEL:06-6396-8501 FAX:06-6396-8505

福岡博多営業所 〒812-0016 福岡県福岡市博多区博多駅南1-11-27
 TEL:092-473-3787 FAX:092-510-0536

福岡古賀営業所 〒811-3102 福岡県古賀市駅東2-8-12-203
 TEL:092-943-1410 FAX:092-943-1420

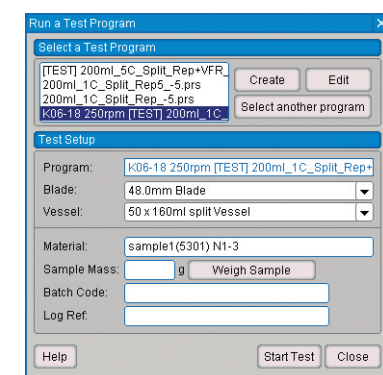
URL <https://www.malvernpanalytical.com/>

Copyright: © 2019 Malvern Panalytical. This publication or any portion thereof may not be copied or transmitted without our express written permission.

測定手順



サンプルの準備



事前に設定した測定手順を選択してスタート



コンディショニング後自動的に測定開始

*外観、仕様等については改良のため予告なしに変更することがあります。

取扱店

freemantechology
 a micromeritics company

粉体流動性分析装置

パウダーレオメーター FT4



**Malvern
 Panalytical**
 a spectris company

パウダーレオメータFT4は粉体の流動特性を測定する装置です。粉体中をブレード(回転翼)がらせん状に回転することで得られる「回転トルク」と「垂直荷重」を同時に測定することで、高感度で再現性の高い流動性情報(動的流動性測定)が得られます。また、バルク特性、せん断特性も同じ装置で測定できるので、これまでにない流動性評価が可能となります。

測定は容器に粉体を入れるだけで、前処理することなく全自動で簡単に測定が可能です。医薬品、トナー、化粧品、電子材料、粉体塗料などの研究開発分野で粉体流動特性の評価、品質管理などにご活用いただけます。

■原理

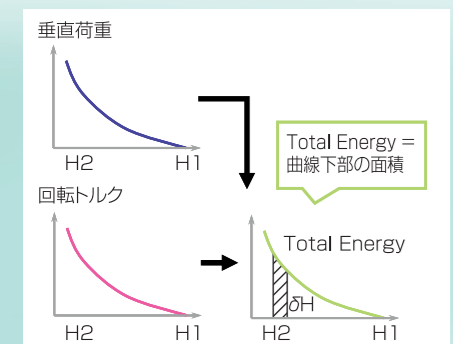
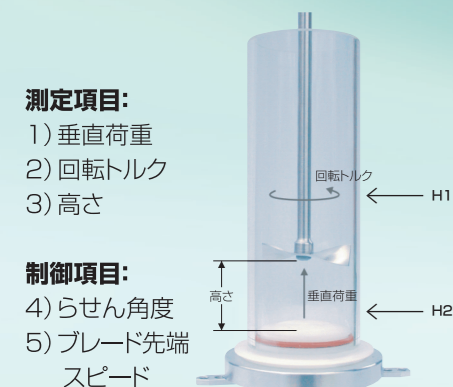
グラフ1のようにブレードが粉体サンプル中を移動する際(H1からH2)に得られた「垂直荷重」と「回転トルク」は、グラフのようにエネルギー勾配として高さごとにプロットされます。これらを積算して得られた面積をトータルエネルギーとして流動性の指標とします。

測定項目:

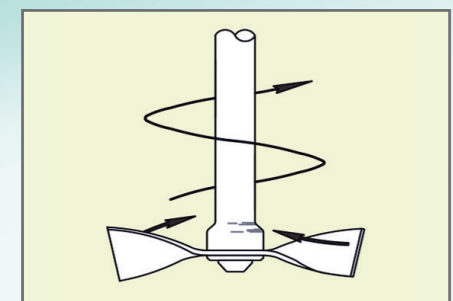
- 1) 垂直荷重
- 2) 回転トルク
- 3) 高さ

制御項目:

- 4) らせん角度
- 5) ブレード先端スピード



グラフ1



■特長1 高感度

Freeman 社の特許技術である「回転トルク」と「垂直荷重」の両方を検出することで、粉体特性や外部環境に起因する流動性の微小な差を高感度に検出します。

■特長2 高再現性

測定前に行う「コンディショニング」サイクルは粉体サンプルの状態を均一に整えるので、いつでも誰でも再現性の良い測定が可能です。データの標準化が容易です。

「コンディショニング」サイクル:

サンプルにストレスを掛けずに粉体中をブレードが回転することにより、サンプルの状態を均一に整えます。このサイクルは測定前に自動的に実施されます。

■特長3 多彩な流動性測定を1台で実現

基本装置の動的流動性測定に加え、オプションを装着すれば多彩な流動性評価が可能です。

- 1) 自動通気測定キット(オプション)は、粉体サンプルに空気を送り込んだ状態での流動性測定を可能にします。
- 2) せん断応力測定キット(オプション)を取り付けると、粉体の付着力や内部摩擦角などの測定が可能です。また、壁面摩擦測定キットもあります。
- 3) バルク特性試験では透過性、圧縮性が評価できます。

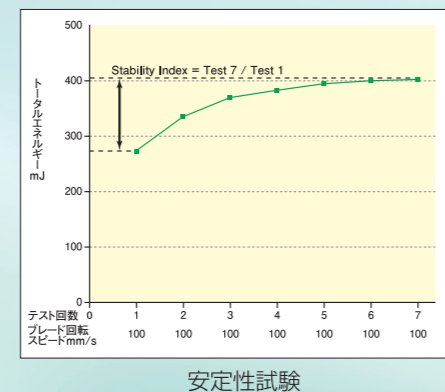
FT4 で行う試験 (動的流動性試験)

1) 安定性試験

粉体を静置した状態から、流動させた場合の粉体特性を評価します。コンディショニングした粉体に対して下向き試験を実施するのに必要なトータルエネルギーを求め、最も安定したデータ(通常7番目)をBFE(Basic Flowability Energy)と呼びます。また、この試験で得られる安定性の指標をSI(Stability Index)として求めます。SIが1に近いほど流動性が安定していると言えます。

SI(安定性指標)=7番目のデータ(BFE) / 1番目のデータ

また、コンディショニングした粉体に対して上向き試験をするとき、粉体層を流動させるのに必要なエネルギー値を粉体重量で除した値をSE(Specific Energy)として求めます。



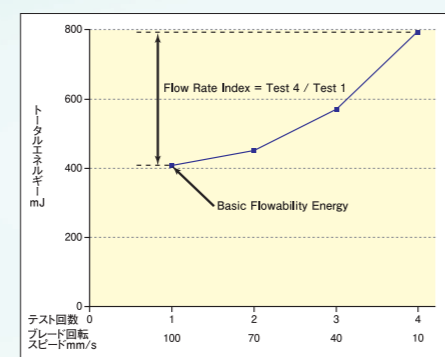
安定性試験

2) 流速変化試験

安定性試験に続いて、ブレード回転スピードを100mm/s→70mm/s→40mm/s→10mm/sと変えて流動性を評価します。この試験で得られる流動速度に対する変動指標をFRI(Flow Rate Index)として求めます。これにより送り速度に対する粉体特性がわかります。

FRI(流動速度指標)=(10mm/sのデータ) / (100mm/sのデータ)

FRIが1に近いほど流動速度の変化に対して安定していると言えます。



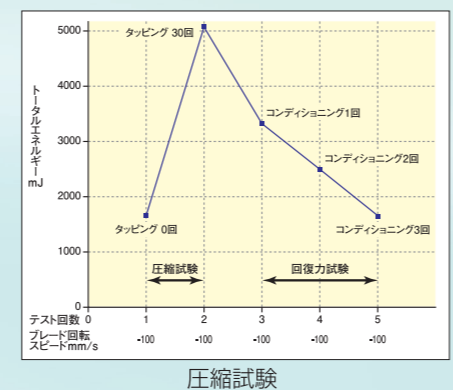
流速変化試験

3) 圧縮試験

粉体は貯蔵時にその自重により圧縮されたり、あるいは輸送時の揺れにより詰まりが生じます。FT4では粉体を一定の圧力で圧縮、あるいは規定回数タッピングさせた後の流動性を評価します。圧縮に対する変動指標をCI(Compaction Index)として求めます。

CI(圧縮指標)=圧縮後のデータ / 圧縮前のデータ

CIの値が大きいほど、粉体が詰まり易いと言えます。また、圧縮された粉体の回復力を評価することができます。



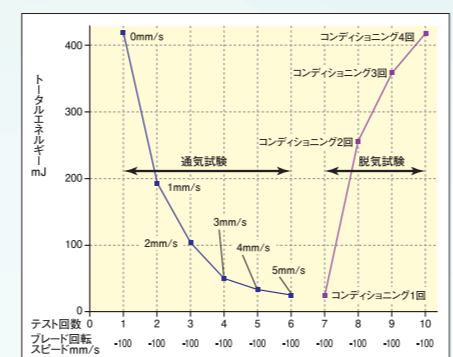
圧縮試験

4) 通気試験

粉体は空気が介在するとその流動性が大きく変わります。オプションの自動通気測定キットを接続すると、粉体中に空気を送り込みながら流動性を評価できるので、通気量に応じた粉体の特性がわかります。通気に対する変動指標をAR(Aeration Ratio)として求めます。

AR(通気指標)=通気量0mm/sのデータ / 通気後のデータ

ARの値が大きいほど、通気による影響が大きいと言えます。また、通気された状態からの脱気(De-Aeration)も評価することができます。

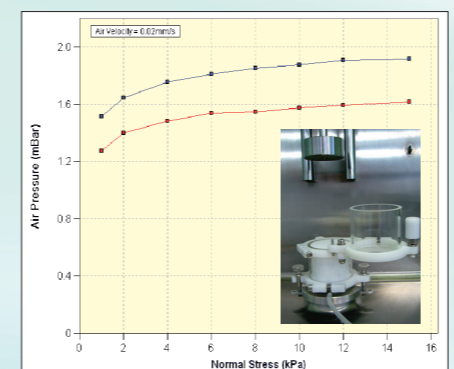


通気試験

FT4 で行う試験 (バルク特性試験)

5) 透過性試験

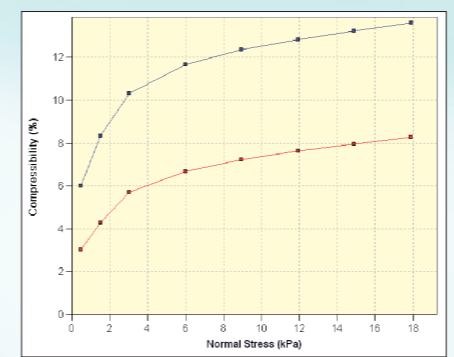
粉体を一定の圧力で圧縮すると同時に、オプションの自動通気測定キットを接続して、一定通気速度で粉体中に空気を送り込みます。このとき、粉体層が示す圧力損失を測定することで、粉体中の空気の透過性が評価できます。圧力損失が小さいほど透過性が良い粉体になります。



透過性試験

6) 圧縮性試験

粉体を一定の圧力で圧縮した際の粉体の体積変動を測定します。



圧縮性試験

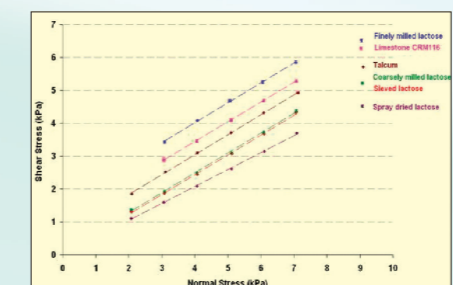


自動通気測定キット

FT4 で行う試験 (せん断試験)

7) せん断試験

各垂直応力下でのせん断発生時に測定されるせん断応力をプロットしたものを破壊包絡線と呼び、破壊包絡線よりも強いせん断応力が加わることで粉体層にすべりが発生します。破壊包絡線上で垂直応力が0の時のせん断応力を粒子間の「付着力」として求めます。オプションの「せん断応力測定キット」を装着して測定します。



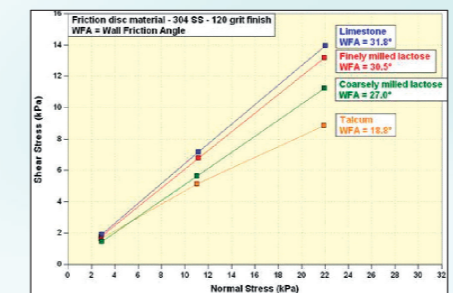
せん断試験



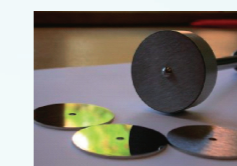
せん断応力測定キット

8) 壁面摩擦試験

オプションの「壁面摩擦測定キット」を装着して測定します。壁面摩擦試験では、表面の研磨状態が異なるSUS製の専用ディスクと粉体層との摩擦力を測定して、壁面摩擦角を算出する試験です。壁面摩擦角が大きい粉体は、粉体がディスクと同じ性質のものに対する摩擦抵抗が大きいといえます。



壁面摩擦試験

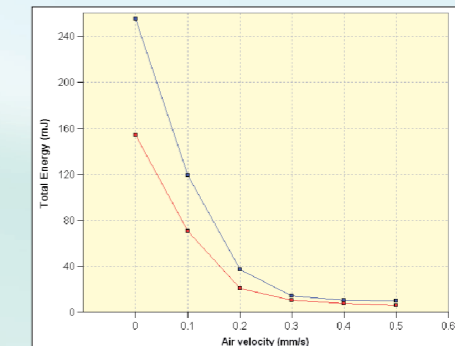


壁面摩擦測定キット

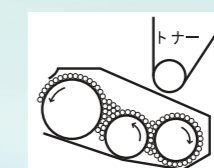
アプリケーション例:

1) 通気測定によるトナーの評価

トナーは空気の介在によりその挙動を大きく変える。プリンタの使用時はカートリッジ内では空気を含ま液状化しており、通気量に対する液状化の進み方は外添剤(シリカなど)に種類や添加量により大きく影響されます。グラフ2はオプションの自動通気測定キットを接続し、2種類のトナーの通気量に応じた流動性の評価例です。



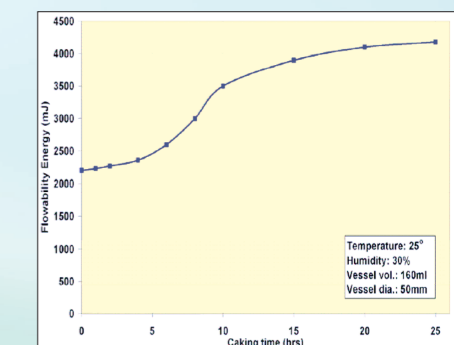
グラフ2



貯蔵容器

3) 貯蔵期間(時間)の評価

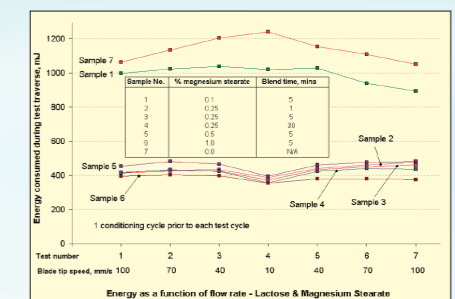
グラフ4は一定条件下で粉体サンプルを放置し、時間毎に測定したデータです。貯蔵時間の経過に伴い流動性が変化しているのがわかります。特に6時間前後で大きく変化しており、貯蔵および輸送時間の最適化に有用なデータとなります。



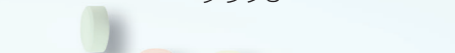
グラフ4

2) 製剤設計における滑沢剤の最適化

グラフ3は打錠時の滑沢剤であるステアリン酸マグネシウムをラクトースに添加した際の流動性評価例です。滑沢剤0%が最も流動性が悪く、0.1%添加でもほとんど改善が見られませんが、0.25-1.0%の添加で大幅な改善が見られ、それ以上添加してもほとんど変化していません。このことから、滑沢剤の最適添加量は0.25%であることがわかります。

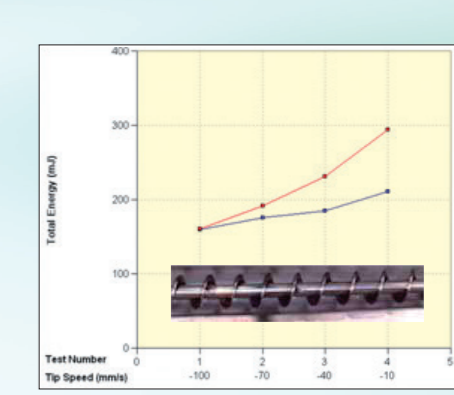


グラフ3



4) 搬送速度による充填量のばらつき

粉体は微粉の存在や、搬送速度により流動抵抗に変化が見られます。グラフ5では搬送速度100mm/sでサンプル間の流動抵抗に差が見られませんが、速度が遅くなるにつれて差が大きくなっています。これらのサンプルで例えばスクルーフィーダーなどを使って充填する場合には、速度が変動すると流動抵抗が増え、充填量がばらつく可能性があります。



グラフ5