

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4322676号
(P4322676)

(45) 発行日 平成21年9月2日(2009.9.2)

(24) 登録日 平成21年6月12日(2009.6.12)

(51) Int.Cl. F I
GO 1 N 11/14 (2006.01) GO 1 N 11/14 E

請求項の数 12 (全 16 頁)

(21) 出願番号	特願2003-549889 (P2003-549889)	(73) 特許権者	504206090
(86) (22) 出願日	平成14年11月28日 (2002.11.28)		ステイブル、マイクロシステムズ、リミテッド
(65) 公表番号	特表2005-512046 (P2005-512046A)		STABLE MICROSYSTEMS LIMITED
(43) 公表日	平成17年4月28日 (2005.4.28)		イギリス国サレー、ゴダルミング、ラマス、ロード、ピエナ、コート
(86) 国際出願番号	PCT/GB2002/005357	(74) 代理人	100075812
(87) 国際公開番号	W02003/048743		弁理士 吉武 賢次
(87) 国際公開日	平成15年6月12日 (2003.6.12)	(74) 代理人	100091982
審査請求日	平成17年7月7日 (2005.7.7)		弁理士 永井 浩之
(31) 優先権主張番号	0128486.8	(74) 代理人	100096895
(32) 優先日	平成13年11月28日 (2001.11.28)		弁理士 岡田 淳平
(33) 優先権主張国	英国 (GB)	(74) 代理人	100117787
			弁理士 勝沼 宏仁

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 レオメータ

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

レオメトリ的に評価される物質の容器と、
羽根部材と、
容器中の物質を通して羽根部材を回転させ軸方向に移動させる駆動手段と、
物質を通しての羽根部材の通過に対する物質の軸方向抵抗力のみを表わすパラメータを
観察記録する手段と、
観察記録された羽根部材の軸方向のパラメータのみから物質のレオメトリ評価を誘導
する手段と、
を備え、
観察記録手段は、羽根部材の軸方向移動において成された仕事を計算する手段を含み、
パラメータが観察記録されている時に部材による軸方向走行距離を計測する手段を含む
ことを特徴とするレオメータ。

【請求項 2】

パラメータは、物質を通した羽根部材の通過の逆方向において観察記録される
ことを特徴とする請求項 1 に記載のレオメータ。

【請求項 3】

観察記録手段は、羽根部材の移動に対する物質の抵抗に起因してかけられる力を検出する
手段を含み、この力を検出する手段は、容器を通して伝達された軸方向力を検出するよ
うに配置されたロードセルを含む

ことを特徴とする請求項 1 に記載のレオメータ。

【請求項 4】

容器が載置されるベースを有し、ロードセルは容器を通した軸方向力を検出するようにベースに対して載置されている

ことを特徴とする請求項 3 に記載のレオメータ。

【請求項 5】

羽根部材を支持するスタンドを有し、力を検出する手段は羽根部材を通して伝達された軸方向力を検出するようにスタンドに対して配置されている

ことを特徴とする請求項 3 乃至 4 のいずれか一項に記載のレオメータ。

【請求項 6】

駆動手段は、羽根部材と容器のいずれかを駆動してそれらの間の相対的移動を実現するように配置された電気モータを有するとともに、観察記録手段はモータに取り込まれた電流を観察記録するように配置された電流検出手段を有する

ことを特徴とする請求項 1 乃至 5 のいずれか一項に記載のレオメータ。

【請求項 7】

羽根部材は、一端に向かって配置された放射方向に延在する少なくとも 1 つの羽根を有する軸からなり、軸から放射方向距離を増大しつつ軸方向に対して増大するピッチ角度を有するプロペラ輪郭を有し、駆動手段は、羽根を略ゼロスリップで駆動するように操作可能であるとともに、羽根ピッチによって決定された方向に対して逆方向に羽根を駆動するように操作可能である

ことを特徴とする請求項 1 乃至 6 のいずれか一項に記載のレオメータ。

【請求項 8】

容器中に分析用物質を準備する段階と、
羽根部材を物質を通して回転させまた軸方向に駆動して物質を剪断する段階と、
物質中を通る羽根部材に対する物質の軸方向抵抗力のみを示すパラメータを観察記録する段階と、
観察記録された羽根部材の軸方向のパラメータのみから物質のレオロジー評価を誘導する段階と、

部材の軸方向移動において成された仕事を計算する段階と、

パラメータが観察記録されている時に部材による軸方向走行距離を計測する段階と、

を含む

ことを特徴とする物質のレオメトリ分析手法。

【請求項 9】

パラメータは、物質を通した羽根部材の通過の逆方向において観察記録される

ことを特徴とする請求項 8 に記載の方法。

【請求項 10】

観察記録段階は、部材の移動に対する物質の抵抗に起因してかけられる力を検出する段階を含み、電気モータは部材を容器に対して移動させるように配置されるとともに、観察記録段階は部材が物質を通して通過する際にモータに取り込まれた電流を検出する段階を有し、羽根部材は軸から延在する少なくとも 1 つの羽根を有するとともに、軸から放射方向距離を増大しつつ軸方向に対して増大するピッチ角度を有する輪郭を有する

ことを特徴とする請求項 8 乃至 9 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 11】

羽根ピッチによって決定された方向に対して逆方向に羽根を駆動する段階を含み、これにより、羽根は任意の軸方向速度及び回転速度において略ゼロスリップで物質を通過するようになされている

ことを特徴とする請求項 10 に記載の方法。

【請求項 12】

レオロジー評価は、一旦所定の力に達すると、観察記録されたパラメータから誘導される

10

20

30

40

50

ことを特徴とする請求項 8 乃至 11 のいずれか一項に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【発明の詳細な説明】

【0001】

本発明はレオメトリーおよび 1 つの物質のレオメトリー特性を評価するレオメータに関するものである。

【0002】

レオメータ特性を調査しようとする物質体の中で 1 つの部材を回転させるのに必要なトルクの決定に基づいた種々の形のレオメータが公知である。

【0003】

実際に、このトルクは物質の運動に対してその物質が示す抵抗の測定値である。公知のレオメータの例はヴァン・ウェイザー (Van Wazer) などの著書、"A Laboratory Handbook of Rheology" Interscience 1966, の第三章、"Some Commercial Rotational Viscometers" の中に記載されているが、これを引例としてここに加える。この種の装置は、例えば粘度、流れ、均質性などの特性を計測するために使用される。物質の中で部材を回転させるのに必要とされるトルクはその物質そのものによって示される運動抵抗力に関連している。この著書は相当の年齢を経ているが、その内容はなおも今日のレオメトリー分野で先行技術を各方面から代表するケースを成す。先行技術の装置の教示の中でも継続的なものは回転部材の使用にある。しかしこの部材の特性的運動は回転運動であるから、この運動は巡回的である。二、三の場合には部材運動の巡回的特性は、部材の初期通過後にこの部材がその擾乱区域を通過する事を意味する。従って、この物質がその回転速度において次の乱流の前に実質的に完全に復旧できるものでない限り、この部材を駆動するのに必要なトルクはサイクルごとに変動することになる。

【0004】

前述の著書はブルック・フィールド粘度計の変形をページ144に開示し、この場合に基本的手動ブルック・フィールド計器は検査される物質を収容した容器上方の「ヘリパス」スタンド上に取付けられている。装置のスタンド上の搭載機構は、粘度計を回転させると同時にこの粘度計を低下させる事ができるようにモータ駆動される。この機構はその運動に従って螺旋通路を描く。このような螺旋的進行の故に、この機構は回転中に非擾乱物質にのみ遭遇する。この著作に記載されているように、ヘリパス・ブルック・フィールド粘度計は高い降伏値または極度のチクソトロピー効果またはレオベクチック効果を有する物質について使用される。簡単に述べれば、羽根の通過によって回復する事のできない物質は、そのレオメトリー特性に関して、その物質を通して螺旋通路を描く部材を使用して、より正確に評価する事ができる。通常のレオメトリー法によれば、部材のレオメトリー特性はその部材を所定速度で回転させるのに必要なトルクを計算することによって評価される。

【0005】

レオメータの他の例がEP-A-0798549 に記載されており、これを引例として加える。この著作に記載された装置においても、回転部材が物質の中で回転されながら線形に駆動される。この際に発生される軸方向力の観察記録はオプションであるが、その物質の圧縮値の測定のためにまたは装置制御のフィードバックのために軸方向力が測定される。粉体と記載したが、これが液体であるかまたは粘性固体であるかが識別されていない。通常の慣行によれば、物質の特性のレオメトリー評価はトルクの測定のみを含む。従って、トルクのみがレオメトリー特性の評価を実施するために認められた数量である。

【0006】

本発明によって提供されるレオメータはレオメトリー的に評価される物質の容器、羽根部材、容器中の物質を通して羽根部材を回転させ軸方向に移動させる駆動手段、物質を通しての部材の通過に対する物質の軸方向抵抗力を表わすパラメータを観察記録する手段、および観察記録されたパラメータから物質のレオメトリー評価を誘導する手段を含む。

【0007】

10

20

30

40

50

出願人によれば、物質、特に粉体を通しての部材の前進によって発生される軸方向力を測定する事により有効なレオメトリー読取値を誘導し、回転力を無視できる事が認識された。これは、回転力からこのような読取値を誘導する事に基づいていた数十年来の発想と相異している。さらに、軸方向力の観察記録がトルクの観察記録よりも直裁的で、多能で信頼性がある。トルク測定装置は線形力トランスデューサよりも高価である。トルク検知装置の方が設置、設定および校正しにくい。またトルク検出装置は使用信頼度が低く、汚染物が進入しやすい。通常のレオメータの場合と同様に、本発明の装置の部材は回転式である。しかし、本発明においてはレオメトリー評価は運動の回転アスペクトの検出に基づいていない。

【0008】

10

軸方向力またはこれを表わすパラメータと走行距離とを検出する事により、成された仕事を評価する事ができる。このような軸方向の観察記録は1方向にまたは双方向において実施する事ができる。距離は物質内部の設定距離とし、または物質の上側面と好ましい下方位置との間隔とする事ができる。

【0009】

部材は好ましくはシャフトまたはスピンドル上に取付けられ、1つまたは複数の適当なモータ、例えばステッパ・モータによって駆動され、その軸方向運動、場合によってはその回転運動中に一定の制御および解像を生じる。

【0010】

部材は望ましくは多羽根装置とするが、一枚の羽根を有する単式羽根とし、または部材の軸線から外側に延在する複数羽根を有する事ができる。特に適当な部材はアスペクト比を画成する表面を有するとともに、部材の運動に対する先端縁部と後端縁部が実質的に軸方向通路にそって限定されるように配置された1つまたは複数の羽根を備える。例えば、プロペラ型羽根を使用する事ができよう。これは特に有効な構造である。部材の前進回転速度は、羽根が物質を通して実質的にゼロ速度で前進して容器中の物質に対する擾乱作用を最小限度に成すように設定する事ができる。

20

【0011】

観察記録手段は、物質を通して進行する部材から生じる軸方向力を検出するようにレオメータに取付けられた歪み計などのロード・セルとする事ができる。このロード・セルは、物質を通して容器に伝達される力を検出するように容器の支持体の中に配置される事ができる。あるいはまたロードセルは物質から伝達される反力を部材を通して検出するように駆動手段に対して配置する事ができる。

30

【0012】

軸方向力を示すパラメータを観察記録する他の手段は、部材の移動中に成された仕事の表示を駆動手段から誘導する事ができる。例えば駆動手段がモータである時、成された仕事はモータに対する電流供給中に電流検出装置によって検出された電流量から誘導する事ができる。駆動手段の運動(例えば回転運動または部回転運動)そのものを観察記録して追加的分析データを得る事ができる。

【0013】

軸方向力を示すパラメータの観察記録によって、所定のロードに達するまで物質を通る羽根部材の第1運動を実施し、この時点でレオロジー評価または追加的レオロジー評価を実施する事ができる。レオロジー評価は羽根の前進運動においても後退運動においても実施する事ができる。

40

【0014】

また本発明は、容器中に分析用物質を準備する段階と、羽根部材を物質を通して回転させまた軸方向に駆動して物質を剪断する段階と、物質中を通る部材に対する物質の軸方向抵抗力を示すパラメータを観察記録する段階と、観察記録されたパラメータから物質のレオロジー評価を誘導する段階とを含む、物質のレオメトリー分析法に関するものである。

【0015】

本発明は種々の方法で実施する事ができるが、付図に示す実施例について下記に説明す

50

る。

【 0 0 1 6 】

図 1 と図 2 について述べれば、レオメトリーの第 1 実施態様はフレーム 1 0 を有し、このフレーム 1 0 は架台 1 2 と、架台 1 2 の後部から延在する立柱 1 4 と、立柱 1 4 から架台 1 2 の上方に延在するガントリー 1 6 とを含む。プラットフォーム部分 1 8 が架台 1 2 上に形成されて、このプラットフォーム 1 8 上方にロードセル (後述) の検出ヘッド上に取付けられたカラー 2 2 の中にテスト容器 2 0 を支承する。この実施態様における容器は 50mm の内径を有し、容量 140ml、高さ約 70mm の標本を保持する事ができる。これ以外の容器サイズおよび適切に嵌合する羽根を使用する事ができる。

【 0 0 1 7 】

図 3 においてアーム 1 6 はベース・プレート 2 4 を有し、このベースプレートに対して回転駆動モータ 2 6 が搭載され、この駆動モータの駆動軸 2 8 は歯車 3 0 を担持しまたベースプレート 2 4 を通して延在する。軸受組立体 3 2 が容器 2 0 上方にプレート 2 4 の上部に取付けられる。有歯ファブリック / ゴム調時ベルト 3 3 が、モータの駆動軸 2 8 に取付けられた歯車 3 0 を軸受組立体 3 2 の入力歯車 3 4 に対して駆動的に連結する。

【 0 0 1 8 】

ロータ部材 3 6 がネジ込み保持カラー 4 0 によって軸受組立体 3 2 の出力 3 8 に固着される。図 6 に図示のようにロータ部材 3 6 は垂直軸 4 4 の末端にプロペラ型羽根 4 2 を有し、その軸線は円形容器 2 0 の中心の上方に配置される。前記プロペラ羽根は他の方法でも回転させる事ができる。特に平滑で確実な形の伝送を生じるためにゴム調時ベルト 3 3 が備えられる。

【 0 0 1 9 】

図 4 について述べれば、容器 2 0 上方の線形運動を生じるためにガントリー 1 6 が備えられる。このガントリー 1 6 に対してネジ込取付け部材 4 8 が固着される。この取付け部材 4 8 はガントリー 4 6 を貫通する垂直駆動ロッド 5 0 のネジ山と係合する。ガントリー 4 6 が垂直に跨る前方および後方垂直支承スタンション 5 4 の間において、フレーム 1 0 中の上方軸受 5 2 と下方軸受 5 2 の中にロッド 5 0 が取付けられる。下方軸受 5 2 の下方において、駆動ロッド 5 0 は駆動ホイール 5 6 によって嵌合される。他の調時ベルト 5 8 が他のステップモータ 6 0 から駆動ホイール 5 6 に回転を伝送する。ロッド 5 0 が回転されるに従って、ガントリー 4 6 がネジにそって、垂直スタンション 5 4 の間を案内されながら線形に移動する。

【 0 0 2 0 】

図 5 について述べれば、物質を通しての羽根 4 2 の運動に対するその物質の軸方向抵抗をモニタリングするため、ロードセル 7 4 がプラットフォーム 1 8 上のベース部分 7 2 の上に取付けられる。ロードセル 7 4 はベースの縁部から、ベース部分 7 2 上に取付けられた上方カバー 7 6 の中心にむかってまたその下方に延在する。取付けアダプタ 7 0 がカバー 7 6 中の中心アパチュアを通して突出され、容器 2 0 を保持するカラー 2 2 を支承する (図 1 参照)。カラー 2 2 が取付けアダプタ 7 0 にボルト締めされてこれを定置保持する。ロードセルがベース 7 2 に対してボルト締めされる。この構造において、ロードセルは容器 2 0 からこれに対して加えられる軸方向力のみを検出する。ロードセル 7 4 の出力 (図示されていない) は電気信号であって、この信号が装置台座中の電気回路 (図示されていない) に対して接続される。パーソナル・コンピュータ (PC) などの処理装置に対する次の出力のために、エレクトロニクスがロードセルの出力を調整する。この点については、さらに下記に詳細に説明する。必要ならばデータが PC によって分析されて、容器中の物質を通るロータ部材 3 6 の進行運動の結果としてロードセルによって検出される力に基いて、定量的レオメトリー結果が得られる。この実施態様におけるロードセルは当業者には公知のワイヤ歪み計をベースとする装置である。軸方向力を検出するため、他の装置、例えば半導体ベース歪み計または線形可変示差変圧器 (LVDT) などを使用する事ができよう。

【 0 0 2 1 】

図7はレオメータシステムを示し、このシステムは前述のレオメータ100と、ロードセル74からアナログ出力を供給されるアナログ-デジタル変換器102とを含む。変換器102からのデジタルロードセル情報がプロセッサ104に供給され、このプロセッサ104は通常の構造および配置を有し、メモリ106とプロッタ108に接続された出力とを有する。入力/出力ユーザインタフェース110はキーボード/モニタまたはPCの形で提供される。システムによって実行されたテスト中に捕捉されたデータは公知技術によってモニタ上にデジタルまたはグラフの形で表示される。プロセッサ104は、羽根を線形および角度的に駆動するモータを制御しまたテストサイクル中の特定時点において特定期間にデータを捕捉するようにプログラミングされている。加えられた軸方向力に基づく制御の目的から、通常技術によるフィードバックがアナログ-デジタルコネクタ102の出力から誘導される。モータパラメータのフィードバックと羽根の軸方向運動および角度運動に対するモータの制御信号はそれぞれライン112と114上に伝送される。

10

【0022】

装置は種々の形で作動させる事ができ、またモータを制御するエレクトロニクスは装置の操作上の必要に応じて一連の操作順序を実施するように自動的にプログラミングされる。プログラミングは通常のプログラミングである。レオメトリ-評価のための新規なシーケンスについて下記に述べる。

【0023】

最初の操作は分析される物質を収容した容器の上方に羽根42を配置するにあり、そのためプロセッサ104の予めプログラミングされた制御のもとに、モータ50の動作によってまたモータ26によって決定される回転速度で、物質の中を所定速度で上下運動させられる。

20

【0024】

回転部材上の羽根42はプロペラ輪郭を有し、羽根の回転軸線に対して放射方向距離を増大してピッチ角度を増大させる。このような輪郭は、物質中へのできるだけきれいな進入効果を生じるように「一定の鉛垂効果」を有する。当業者には明らかなように、このようなプロペラの輪郭は物質の剪断効果を生じて乱流を最小限度にする輪郭である。従ってこのような螺旋通路に従うプロペラ羽根の進行は同時の軸方向前進と放射方向前進とから成る。プロペラのこのような軸方向前進速度と回転速度は、ロータ羽根が物質の中にまた物質を通してゼロスリップ速度で入りまた進行するが、また羽根はその全体ピッチによって得られる螺旋角度より大または小なる軸方向速度および放射方向速度で前進させる事ができる。このような条件のもとに、物質に対して可変的な軸方向力が加えられる。またこのような螺旋通路は上向きとしたりまたは下向きとする事ができる。このような螺旋通路を通る羽根の進行に対する軸方向抵抗はロードセル上の歪みとして検出され、この歪み値から液体粘度に関する読取値または一般的には流れ特性を誘導する事ができる。

30

【0025】

容器の物質の中に導入された後に、任意所望の深さでテストを実施することができる。羽根は適切な位置まで前進させられる。テストそのものは、相互に結合して螺旋通路を成しまたは成さない同時的または別々の角度運動および軸方向運動の組み合わせから成る。これらの運動に対する反動が軸方向力であって、この軸方向力が検出される。このようにしてレオロジー特性または流れ特性が評価される。流れ度は検出された力の逆数に比例する。物質のレオロジー特性の評価においては、スリップ(すなわち、与えられたプロペラ型羽根の与えられた回転速度における軸方向前進速度の間の差)の変更を使用する事ができる。制御プロセッサ104は所望の機能を実施するように通常法でプログラミングする事ができる。

40

【0026】

この装置は液体およびチキソトロピー物質中の粘度の読取値を決定するために使用される。しかし、この装置は薬学産業および粉体のレオメトリ-特性(例えば流れ特性)を評価しなければならないその他の産業において特に有益である。

【0027】

50

またこの装置は、羽根ピッチによって決定された螺旋に対して逆方向に羽根が回転させられるようにプログラミングする事ができる。この代替的螺旋は羽根ピッチの設計螺旋と同一方向および逆方向とする事ができる。このような螺旋の前進動作は、物質が容器中に進入する際にまたは容器の上方に進行して物質を持ち上げる（通気する）際に物質を圧縮する事となる。またこれらの運動に対する反動が軸方向力を生じ、この軸方向力は適当なトランスデューサによって測定する事ができる。物質のレオロジー特性を特定するためにこのデータを使用する事ができる。また前記の逆方向螺旋において羽根をより急速にまたは緩徐に回転させて負または正のスリップ状態を実現する事により、物質のその他のレオロジー特性を調査する事ができる。

【 0 0 2 8 】

羽根運動をベクトルによって説明するのが有効である事が発見された。この場合、このベクトルの角度が 0° に始まれば時計運動の方向を描くが軸方向運動を示さず、 90° に始まれば軸方向運動を描くが回転運動を示さない。これら2つの値の間のすべての角度は両方の運動を含み、回転運動は角度のコサインに比例し、また軸方向運動は角度のサインに比例する。 90° 以上、 180° までの角度は同一の規則に従うが、回転は逆時計方向となるであろう。この方法は数学において公知である。軸方向運動の方向はすべての場合に上向きまたは下向きと述べられている。従って可能な運動の全範囲は単に角度を度数で表わし、軸方向を示し、最後に所望の走行速度、またはベクトルの大きさを毎秒ミリメートルで表わす事によって説明する事ができる。これらすべてのパラメータは羽根の先端に関するものであって、プロセッサはどの羽根が取付けられるかに関して情報を受け、制御に必要な回転パラメータと軸方向パラメータをプログラミングによって決定するようにプログラミングされる。

【 0 0 2 9 】

線速および回転速度はユーザによってキーボード110で入力されない。ユーザが羽根の型、羽根先端の速度および角度を特定し、これらの値からプロセッサ104が線速および回転速度を計算する。

【 0 0 3 0 】

下記において、左手螺旋を有する羽根、またはさらに簡単にはネジ山が使用される。角度と速度が記載されている場合、これらの値は単に1つの方法を示すのみであって、実際にはこれらの値から広く変動し、實際上、実験者の要求または被検物質に適合する運動または運動順序とする事ができる。

【 0 0 3 1 】

図示されてはいないが、物質が羽根を通過する際にこの物質に対して加えられる乱流をさらに低減させるため、羽根はその中心部に輪郭突起を有する事が有効である。

【 0 0 3 2 】

羽根が容器底部にむかって下降運動する際に、羽根が時計方向に回転していれば、羽根の下方において粉体の圧縮が生じる。圧縮は、特定のテスト進行角度が 90° に達しこの角度において回転を中止するまで発生し、 90° を超えると羽根は逆時計方向に回転し始め、この場合、羽根はゼロスリップをもって物質の中を通過する場合を含めて羽根の運動は一般に「スライディング」していると言われる。羽根の面が粉体に進行角度に対して直角に衝突する場合に粉体の最大限圧縮が生じ、ロータの 135° の角度での回転のケースは下向きに 45° の角度での進行角度で発生する。

【 0 0 3 3 】

羽根が容器の中で上方に移動する場合、羽根通路が逆時計方向に移動すれば羽根下方の粉体の持ち上げ移動または通気状態が生じる。通気状態は 90° より大なる角度で生じ、これ以下の角度では羽根はスライディングしていると言われる。羽根のこのような回転垂直運動は羽根の面において標本を持ち上げるように見える。標本カラムを通して上向き移動が継続する間、標本は羽根の上側面に落下し、従って通気状態を発生する。多くの粉体において、このような粉体の移動モードはテスト標本を順次に均等に通気し、従って満足なサンプリングのためのオペレータの干渉の必要をなくす。

【 0 0 3 4 】

回転方向は標本に対する所望のテスト効果に従って選択され、角度で表示される。時計方向回転が必要な場合、 1° 乃至 90° の角度が示され、またもし逆時計方向回転が必要ならば、 90° 乃至 180° の角度が示される。

【 0 0 3 5 】

粉体は多くの場合に、従来からレオメトリー評価技術の多くが適用されまたこれらすべての技術を展開させた液体および粘性固体とは著しく相異した特性を有する。粉体の場合にはケーキングまたは粒子間摩擦などの他の問題点が考慮される事が発見された。ケーキングとは貯蔵中または輸送中に粉体が凝集しまたは塊（ケーキ）を形成する傾向である。粒子間摩擦、粉体凝集および流れ安定性はすべて流れ状態にある粉体の特性を説明するために使用されるパラメータである。粒子間摩擦は粉体の流速が変化するに従って変化する可能性がある。従って粒子間摩擦に関する情報またはこの現象に関する情報は生産施設の工程管理、品質制御および素材の展開に関してきわめて有益である。

10

【 0 0 3 6 】

このような粒子間運動に際して、レオメトリー読取値の作成前に物質を容器の中で攪拌（通気または混合）してこの物質を擾乱させる事ができる。このような操作の目的は、物質がそのテストの開始前に既知の反復可能状態にあり、作業員が容器を充填する方法には依存しない事を確認するためである。このような物質の圧縮または通気による事前コンディショニングは例えば薬剤工業における粉体の使用に際して特に有益である。

【 0 0 3 7 】

テスト装置は、容器20の中で粉体カラムをコンディショニングするように予めプログラミングする事ができる。これは、羽根42を逆時計方向に、しかし少量の軸方向速度をもって回転させる事によって実施する事ができる。下向き動作は 50mm/s の先端速度と 175° の角度で実施され、また上向き動作は 50mm/s の先端速度と 178° の角度で実施される。この運動は通常、粉体カラムの高さ全体にわたって2回実施され、實際上、粉体カラムを予備コンディショニングするにはこれで十分である事が発見された。これらの運動によって実施された動作は粉体カラムの通気中に粉体を少し持ち上げ、これと同時に凝塊を破断して粉体をゆっくりと羽根の上縁部の上に落下させその背後に休止させた。

20

【 0 0 3 8 】

1つのテスト・コンディショニング段階において羽根の連続的上向き通過と下向き通過（例えば2回の下降と2回の上昇）が粉体中に均一なパッキング密度を形成した。すなわち、粉体はテストされる粉体を容器20に充填する方法、すなわちテスト前の粉体の沈降によって生じる可能性のある歪み状態を完全に免れている。羽根の初期コンディショニング運動は通常下向きであるが、一部のテストにおいてはコンディショニングを粉体内部から逆方向に開始する必要がある、従って作業シーケンスの逆転が必要となる。

30

【 0 0 3 9 】

前述のように、ケーキングは多くの場合に興味ある粉体のレオメトリー特性である。羽根を粉体の中に逆進させるコンディショニングは粉体を容器底部の中に所定の圧力値をもって突固めるために使用する事ができる。この場合、羽根が前進して突固められた物質の中にゼロスリップでスライス・アップし、この工程中、標本に対する擾乱を最小限度に成すようにプログラミングされる。このような物質の突固めとスライシング・アップから成るシーケンスを数回繰り返す事ができる。このシーケンスは徐々に粉体を容器底部に突固めて粉体を均質化する。

40

【 0 0 4 0 】

これらのデータを分析してケーキの形成される速度に関する情報を得る事は多くの場合に商業的に有利である。このデータは各サイクル中に突固めが生じる時に容器に対する軸方向力を検出する事によって観察記録される。この場合、所望の突固め水準に対応して検出された1つの突固め力値において、羽根は物質を通してスライスして羽根の軸方向運動に対する物質の抵抗の読取値を生じるようにプログラミングされている。この出力は突固められた状態の粉体の凝集程度を示す。

50

【 0 0 4 1 】

これらのテストは、プロセッサ用に書かれたマクロに従って実施される。これらのテストはユーザによってキーボードから選択可能である。まず最初にケーキが形成される速度が示される。全ての場合において、速度、角度、上下の方向、目標値、及び目標距離はユーザによって変更可能である。

【 0 0 4 2 】

上記の予備テスト・コンディショニング後、容器の内部の粉体カラムの上面は平坦でない場合がある。これに対処するために、ロータはその突固め運動に応じて、 20 mm/s の先端速度と羽根に対して 2° のエントリー角度に等しい回転速度で標本の表面に向かって移動される（すなわち図1及び図2の実施態様において時計方向）。この粉体に向かう漸進的でゆっくりとした前進運動により、標本の上部が平滑にされる。歪み計が羽根によって標本に 5 g の力が加えられたことを示す信号を発信すると、平滑工程は終了する。またこの処置により、ケーキング・テスト中にシステムがカラム高さを記録することができる。これにより、粉体が貯蔵される程度に関するデータが与えられる。

【 0 0 4 3 】

標本にかけられている力が上記の目標値である 5 g に達すると、羽根が 20 mm/s の先端速度と 20° の前進角度で粉体を通して下方に移動するにつれてデータを記録しながら標本テストが継続される。この羽根の運動によって生じる突固めは、歪み計の信号が標本に対する目標力である 1 kg を示したときに終了するようにプログラミングされている。この時点で、ロータは 10 mm/s の速度と 45° の前進角度で標本を通して元に戻る。羽根の角度も 45° であるので、前進角度はゼロスリップを生じる前進速度に等しく、上向きの 45° の角度は下向きの 135° の角度と同等である。このことは、羽根が粉体をナイフのように切断して、羽根が起こす擾乱を最小限にすることを意味する。これは5回の突固めと4往復繰り返される。5回目の突固めの終了時に、羽根は突固められた標本の粉体を羽根ピッチに同期して 175° の前進角度でスライスするようにプログラミングされている。羽根が移動する際、移動に必要とされる軸方向力は移動の最初から最後まで記録される。最終的に、羽根は 100 mm/s の先端速度と 175° の角度で標本を通して標本から回復する。

【 0 0 4 4 】

これらのテスト運動から、マクロは以下を記録した。

- ・各突固めサイクル開始時のカラムの高さ - 標本に 5 g の力をかける羽根によって決定される。
- ・ 1 kg の「限界力」に達するまでの走行距離 - これは各サイクルのケーキの高さである。
- ・5回の突固めサイクル後の凝結された（突固められた）標本を通してスライスするための平均力及び成された仕事（ $\text{g} \cdot \text{mm}$ ）。

【 0 0 4 5 】

データは展開表につけられ、この展開表には物質のカラム高さに対する容積とケーキ高さの割合が呈示されている。同様に、ケーキ強度が平均軸方向力と成された仕事（標本を通した羽根の走行についての力/距離グラフの下方領域）として展開表に呈示されている。

【 0 0 4 6 】

他の形態の分析は、1つのテストシーケンス中にいくつかのパラメータを計測することを目的としている。これらは、粒子間摩擦及び流量の変化に伴うその変化、粉体凝集及び流れ安定性である。この後者の分析は本質的に、例えば磨耗効果による流れ特性における変化の評価である。これらの特性は、粉体流れ速度依存テスト中に評価される。この情報は以下の点で重要である。

- ・処理工程変更 - 製品管理者が生産速度の向上を所望の場合、生産工程の構成要素である粉体がいかに変更された水準のスループットで振舞うかを知る必要がある。
- ・品質制御 - 生産者及び消費者はバッチ粘度に関して標本を分析する必要がある。

- ・ 処理工程観察記録。
- ・ 成分変更。

【 0 0 4 7 】

粉体の流れ速度依存に対するテストは、標本における均質性を生じさせるように2つのコンディショニングサイクルからなるシーケンスを有する。ロータは50 mm / sの速度と175°の角度で標本を通して下方に移動される。各サイクルは、次いで、50 mm / sの速度と178°の角度で標本を通る上向きの移動によって完了する。

【 0 0 4 8 】

テスト段階は各2サイクルからなる異なる速度のセットから構成される。最初の2サイクルからなるセットは以下のようなものである。

【 0 0 4 9 】

ロータは10 mm / sの先端速度と5°の角度で粉体カラムを通して下方に移動し、カラム内の粉体を突固めるようにプログラミングされている。この最中に、システムは力、軸方向距離、及び時間に関するデータを捕捉する。このデータは制御流量で押されている粉体の抵抗、すなわち粉体の粒子間摩擦に対応する。粉体カラムの底面において、ロータは略ゼロ軸方向速度で粉体を通してスライスし、且つデータを計測しないようにプログラミングされており、これは硬い突固め層が積み重なるのを避ける目的を果たす。ロータは次いで50 mm / sの先端速度と178°の角度で粉体を通して上向きに移動するようにプログラミングされている。ここでもデータは記録される。このデータは粉体の凝集に関する表示に対応する。

【 0 0 5 0 】

これらの2つのサイクルが完了すると、すぐに次の2サイクルが同じフォーマットで開始されるが、羽根の下向きの突固め速度は20 mm / sである。これらの2サイクルの終了時には、突固め速度は50 mm / sに変更され、次いで更なる2サイクルが100 mm / sの突固め速度で実施され、最後に10 mm / sの速度で2サイクルが実施される。前回と同様に、力、距離、及び時間に関するデータが記録される。

【 0 0 5 1 】

システムにマクロを使用することにより、標本を通る羽根の下向き及び上向きのストロークに関する力及び距離の正負領域が、それぞれ記録され結果が展開表に書き込まれる。展開表は羽根の各走行速度における（羽根が粉体カラムを通して下方に移動する際の）突固めデータに関する2領域を平均化するように設定されている。これらは、10、20、50、及び100 mm / sにおける突固め係数として記録される。（ロータが粉体を通して上方に移動して突固められた粉体を持ち上げて分離する際の）凝集もまた最初の2サイクルから記録され平均化される。10 mm / sの最終2サイクルに関する突固め係数は平均化され、この平均の10 mm / sの最初の2サイクルからの平均に対する割合が誘導されて粉体がテスト中に破損したか否かが評価される。これは、「流れ安定性」として展開表の結果に示される。1.00に近い流れ安定性の数字は、テスト中に全く流れ安定性が変化しなかったことを意味する。数字が1.00より大なる場合、標本がテスト中に変化した（より高い突固め係数が生じる）ことが示される。数字が1.00より小なる場合は、標本は変化してより低い突固め係数が生じる。

【 0 0 5 2 】

流れ安定性が1.00に近く、且つ突固め係数がより高い流量において増加した場合、製品はより高い流量の流れに対してより抵抗を有する（そして、生産環境においてアンダフィルとなる場合がある）。流れ安定性が1.00に近く、且つ突固め係数がより高い流量において減少した場合、製品はより高い流量において流れに対してより少ない抵抗を有する（製品はより流れ易い）ということが示される。これは、製品環境におけるオーバーフィルを避けるように使用されることができ、流れ安定性が1.00と異なっていれば、製品は処理中あるいは輸送中に磨耗し易いことが示され、これは更にテクスチャアナライザを用いて粉体或いは顆粒に突固めテストを実施して製品を破碎する力を評価したり、製品の弾性特徴をテストしたりして調査することができる。

【 0 0 5 3 】

別のテストにおいて、物質は特定の略一定の歪みまで突固めされることができる。装置は、カラムの高さを（上述のように）突固めの前に計測する能力を有する。従って、特定の歪み度を生じるためにロータが容器の内部にどれくらいまで挿入されるべきかを決定することができる。この文脈での歪みとは、容器内の物質のカラムの「元の長さ」で割った「長さの変化」と定義される。このような条件下で螺旋前進を維持するために必要とされる回転運動は、ユーザによって決定されることも可能であるし、或いは全く使用しないことも可能である。操作モード中のデータ収集は任意である。この操作モードは、所定時間の経過後、或いは力の読取値が超過することにより終了されることができる。

【 0 0 5 4 】

更に別のテストにおいて、物質は一定の力条件の下で突固め（通気）されることができる。このモードにおいて、ロータが物質に貫通する時の最高速度を指定することができる。指定した力に達したら、ロータは停止したり他の作用／運動を実施したりせずに、物質に指定された力をかけ続けるための条件によってのみ決定される新しい速度で移動し続ける。速度の制御は、歪み計のモータ制御に対する出力の通常のフィードバックによって実施される。このような条件下での螺旋前進を維持するために必要とされる回転運動は、ユーザの決定によって使用されることもされないことも可能である。操作モード中のデータ収集は任意である。この操作モードは時間の経過或いは走行距離によって終了されることができる。

【 0 0 5 5 】

装置を軸方向力の検出に限定することにより、レオメータの実現が単純化される。レオメータは、埃、及び／又は湿気等の進入が問題となる汚染された環境で使用されることが多いため、部品の相対的回転による力を検出する必要性を回避することは有利である。更に、線形力を検出するために使用される装置は、トルクを検出する装置に比較してセットアップがより簡単であり、且つ信頼性がある用途が広い。

【 0 0 5 6 】

本発明の粉体流れアナライザを有する包括的なソフトウェアは、ピーク、中間閾値ピーク、勾配、経過時間及び距離イベント、平滑及び凹凸ライン比較、及び他の多くの特徴を含む略全てのデータ特性を認識し、記録することができる。更に、特別のテストイベントに適合するように、或いは標本の特殊な特徴を増幅するように、データ分析のための分析マクロを書くことができる。集められたデータには、軸方向走行距離、経過時間、軸方向にかけられた力が含まれる。一般的に、特定の粉体について下向き（突固め）及び上向き（通気）の力／成された仕事は、高度に反復可能な計測を提供する。標本間の比較対象とすべき計測のために、テスト容器内の標本の開始時の高さ（或いは容積）はアナライザによる最初のコンディショニング後に同一でなければならない。

【 0 0 5 7 】

標本容器の中身を横切る羽根を有するロータによって集められたデータは、標本チューブの多数の異なった充填量水準に対して軸方向に成された仕事（軸方向走行距離を乗じた軸方向力）を計算することにより分析されるということが理解されるであろう。このデータは上向きの運動及び下向きの運動について別々に集められ、成された仕事をY軸、標本の容積をX軸とするグラフにプロットされる。この技術により実証される関係は、指数関数に従って標本容積が増加するにつれて成された仕事が増加することを示す。しかし、この曲線関数の指数の大きさは非常に僅かであるため、現在のところ使用において充填容積に対して直線的であるとみなすことができる（すなわち、50 mmの内径を有する容器に対して120乃至180 ml）。この発見は、異なった容積を使用して同一製品の標本間の比較ができるため重要である。薬学産業において、ごく少量の標本しか入手できないことがあり、更に、標本が別々のオペレータによっていくつかの場所で準備される場合がある。

【 0 0 5 8 】

レオメトリ評価における軸方向力のみを計測は本発明に独特のものである。伝統的に

10

20

30

40

50

、関連する回転運動は無制限に実施できるため、レオメータはテストベッドの長さや容器の深さ及び他の物理的制限に依存せずにトルクを評価するものであった。過去に用いられた機械的計測方法は、回転サイクルの反復性のために定常状態における力の計測を必要としていた。しかし、本発明によれば、所定の速度において回転される螺旋形状の羽根の運動は標本にスラストを与える。従って、製品の「流れる」能力は、単に軸方向力を計測することにより計測できる。任意のタイプの製品の「流れ」は密度、そして粉体の場合にはパッキング密度にも依存するものである。入力トルクを計測する必要はない。これは製品のタイプにより異なるが、軸方向力ほど微妙な尺度ではない。ロータを直線移動と同時に軸方向に移動させることにより、ロータの作用は突固め作用あるいは持ち上げ作用となり得る。これらの作用が選択可能なデータ捕捉システムと共に用いられると、強力な分析ツールが提供される。

10

【0059】

当業者には、本発明に種々の変更及び変形が可能であることが明らかであろう。例えば、歯付き調時ベルトが特定の実施態様において図示されているが、モータはロータ部材を直接或いは他の形態の変速装置を介して回転駆動するように配置されることも可能である。またロータ部材は螺旋ネジ以外で例えばベルト等によって、或いはリニアモータからのダイレクト・ドライブを使用して直線的に移動させることも可能である。羽根と容器との相対移動は、容器の移動によっても同様に実現され得る。更に、ロードセルは容器を通して伝えられた力を検出するように配置されているが、容器の上部の軸に沿ってロータ部材を通して伝えられた力を検出するように配置することも可能である。同様に、物質を通したロータ部材の運動に対する抵抗の読取値を、部材を直線的に駆動するモータによって消費された電力から誘導することも可能である。例えば、モータに供給される電流をモニタリングすることができる。羽根は輪郭においてプロペラタイプのものとして記載されている。従って、物質が羽根の先端縁によって剪断されるとき、最も少ない擾乱しか生じない態様で羽根を使用することができる。しかし、より粗い羽根、或いはプロペラタイプでない輪郭も使用することが可能である。従って、当業者には本発明の範囲を逸脱せずに、開示された構成の変形形態が可能であることが理解されるであろう。すなわち、実施態様とその変形についての上記説明は例示としてなされたものであり、限定する目的を有するものではない。本発明は記載された請求項の精神と範囲とによってのみ限定されることが意

20

30

【図面の簡単な説明】

【0060】

【図1】本発明の第1実施態様によるレオメータの全体断面図。

【図2】図1のレオメータの部分図。

【図3】レオメータのガントリーの分解斜視図。

【図4】レオメータのガントリー部分の他の実施態様の分解斜視図。

【図5】レオメータの台座の分解斜視図。

【図6】レオメータの容器と羽根の詳細図。

【図7】図1のレオメータを含むレオメトリ測定システムの概略ダイヤグラム。

【符号の説明】

40

【0061】

10 フレーム

12 架台

14 立柱

16 ガントリーノアーム

18 プラットフォーム

20 容器

22 カラー

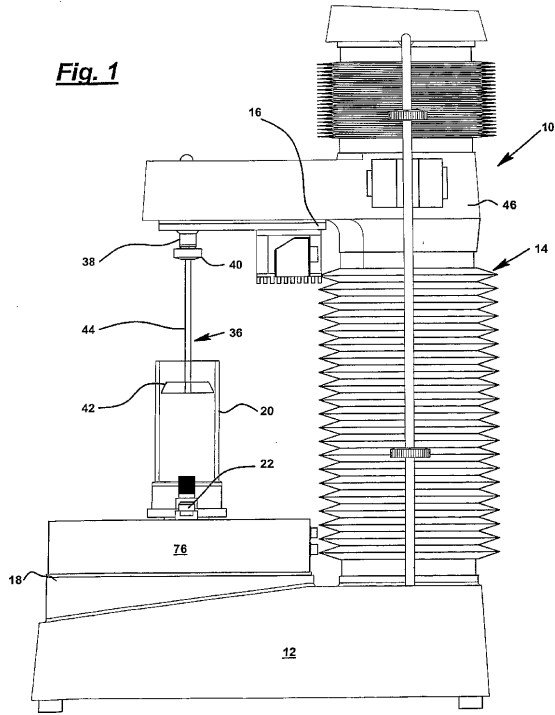
24 ベースプレート

26 回転駆動モータ

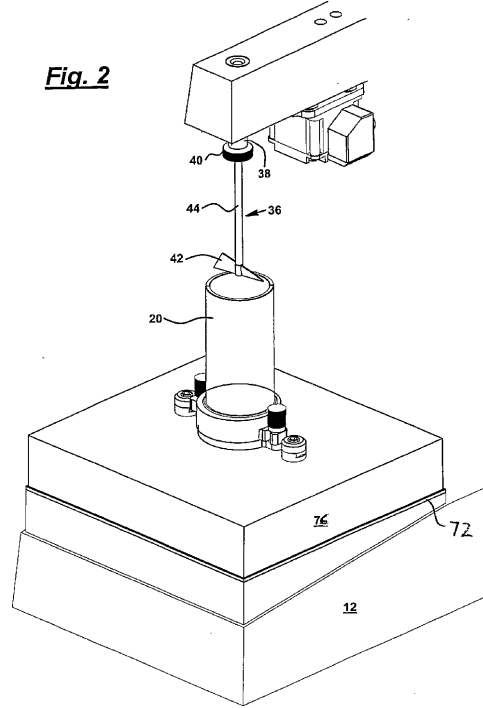
50

2 8	駆動軸	
3 0	歯車	
3 2	軸受組立体	
3 3	調時ベルト	
3 4	入力歯車	
3 6	ロータ部材	
3 8	出力	
4 0	カラー	
4 2	羽根	
4 4	垂直軸	10
4 6	ガントリー	
4 8	取付け部材	
5 0	ロッド/モータ	
5 2	上方/下方軸受	
5 4	スタンション	
5 6	駆動ホイール	
5 8	調時ベルト	
6 0	ステッパモータ	
7 0	アダプタ	
7 2	ベース	20
7 4	ロードセル	
7 6	カバー	
1 0 0	レオメータ	
1 0 2	変換器/コネクタ	
1 0 4	プロセッサ	
1 0 6	メモリ	
1 0 8	プロッタ	
1 1 0	入力/出力インタフェース	
1 1 2	ライン	
1 1 4	ライン	30

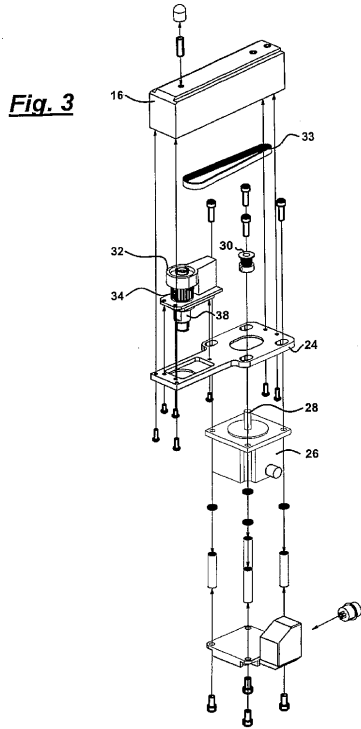
【 図 1 】



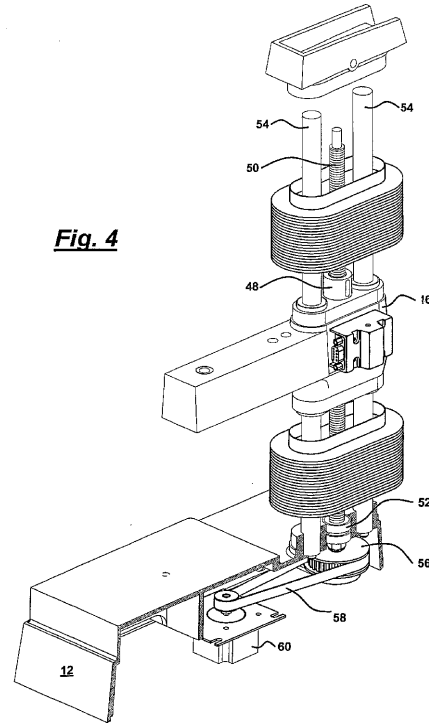
【 図 2 】



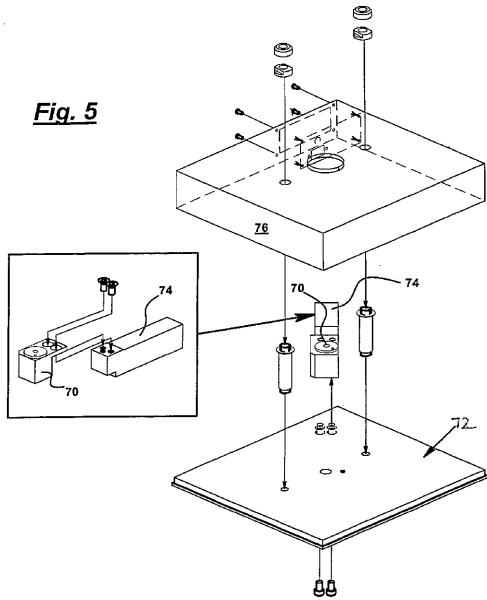
【 図 3 】



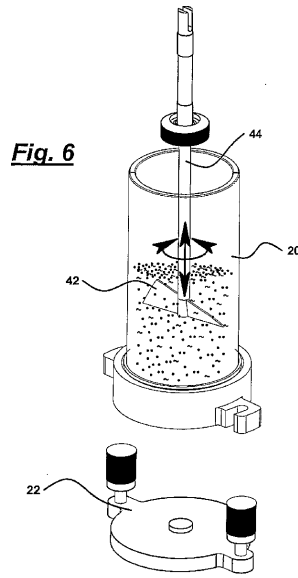
【 図 4 】



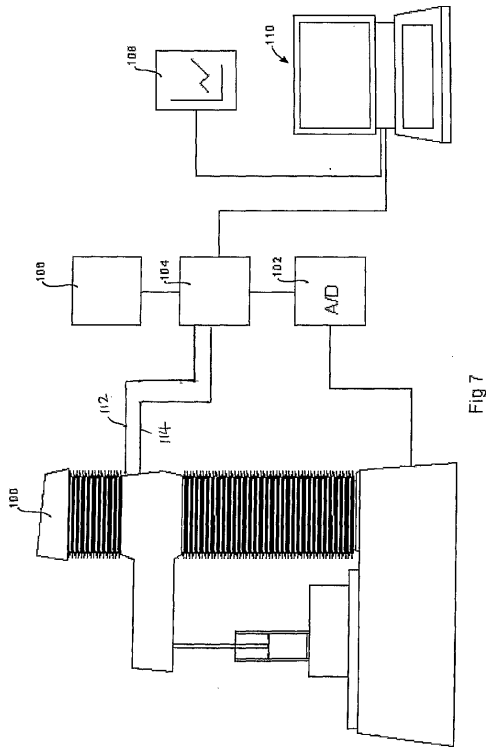
【 図 5 】



【 図 6 】



【 図 7 】



フロントページの続き

- (72)発明者 イアン、デイビッド、ベイトソン
イギリス国サレー、ゴダルミング、ラマス、ロード、ピエナ、コート、ステイブル、マイクロシス
テムズ、リミテッド
- (72)発明者 ティモシー、ニコラス、レイベン
イギリス国サレー、ゴダルミング、ラマス、ロード、ピエナ、コート、ステイブル、マイクロシス
テムズ、リミテッド
- (72)発明者 ジェームズ、アルフレッド、ウォーカー
イギリス国サレー、ゴダルミング、ラマス、ロード、ピエナ、コート、ステイブル、マイクロシス
テムズ、リミテッド

審査官 高見重雄

- (56)参考文献 特表2000-507354(JP,A)
特開平08-233721(JP,A)
特開2001-194283(JP,A)
特開平08-271400(JP,A)
特開昭54-003580(JP,A)
特表2000-509502(JP,A)
特開平09-096599(JP,A)
特開2001-124685(JP,A)
特表2002-502484(JP,A)
特表平09-512096(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
G01N 11/00-11/16