

島津試験 CSC ニュース No.216

レーザ回折・散乱法における適正屈折率の選択について

レーザ回折・散乱法を原理とする粒度分布測定装置において、粒子の屈折率パラメータを如何に適正化するかは非常に重要な問題です。試料の粒子径や粒度分布によっては、屈折率パラメータが測定結果にほとんど影響を与えないケースも多くありますが、一般的に 5 μm 以下の粒子を含む試料においては、屈折率パラメータが少なからず測定結果に影響を与えます。

レーザ回折・散乱法における適正屈折率パラメータの選択法としては、早川らの方法 (JFCC の方法)¹⁾²⁾がよく知られていますが、測定原理的な側面からの理解はあまりされていないように思います。そこで今回のニュースでは、早川らの方法について、そちらの視点から解説を加えてみたいと思います。

Fig.1 は公称値約 2 μm の炭化ケイ素研磨剤粉体をレーザ回折式粒度分布測定装置 SALD-2200 で測定し、屈折率パラメータを数種類変更して得られた粒度分布を重ね描きしたものです。一連のデータの中で、10%粒子径が最大値をとるのは屈折率パラメータが “2.65-0.00i” のときで、早川らの方法に従えば、この値が最適屈折率ということになります。確かに、このときの粒度分布は Fig.2 に示すように、公称値に近いものとなっています。

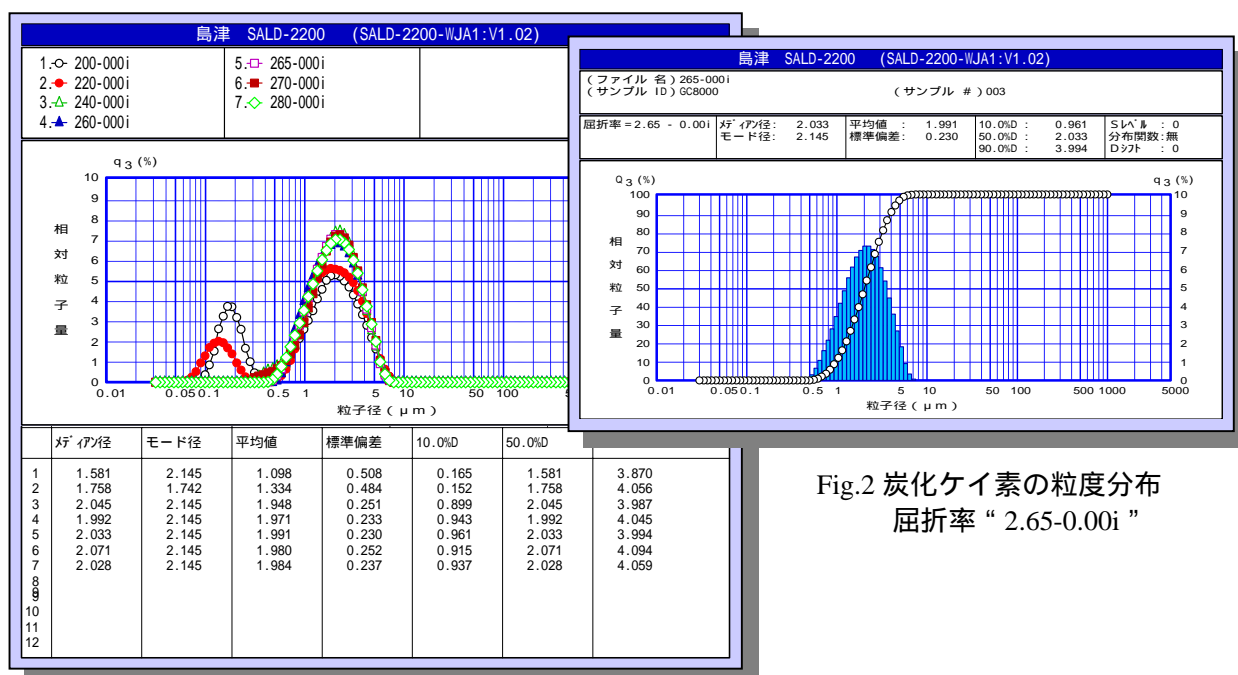


Fig.2 炭化ケイ素の粒度分布
屈折率 “2.65-0.00i”

Fig.1 屈折率を種々変更したときの粒度分布の変化

Fig.3 には上記の炭化ケイ素の光強度分布を示します。この光強度分布は図中の赤矢印で示した部分に特徴があります。前方散乱の領域にピークを持ちながら、側方・後方散乱光が非常に高くなっています。一般に試料の屈折率が大きい場合、このような側方・後方散乱光の非常に強い特徴的なパターンが得られます。実際、炭化ケイ素の屈折率は文献値で 2.65³⁾です。

Fig.4 には 1 μ m と 0.2 μ m のポリスチレン粒子の光強度分布を重ねて示しています。この 2 つの光強度分布を合成すると、Fig.3 の光強度分布に近いものになることが推測されます。つまり、1 μ m と 0.2 μ m のポリスチレン粒子を混合して測定すると、側方・後方散乱光が不連続に大きくなる光強度分布が得られることとなります。仮に、屈折率値としてポリスチレンの文献値である 1.59 に近い値を与えて炭化ケイ素の試料を測定すると、装置は 1 μ m 程度の粒子と 0.2 μ m 程度の粒子が混合されたものと誤認し、サブミクロン域にゴーストピークを持った測定結果になります。しかし、炭化ケイ素の適正屈折率を与えてやれば、側方・後方散乱光が強くなっているのは、試料の高屈折率によるもので微粒子が存在するわけではないという判断になり、Fig.2 のような測定結果となるのです。

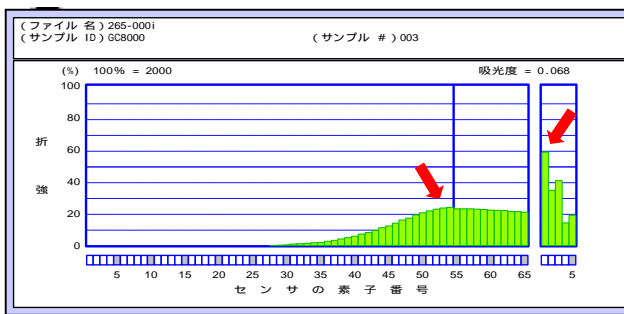


Fig.3 炭化ケイ素の光強度分布

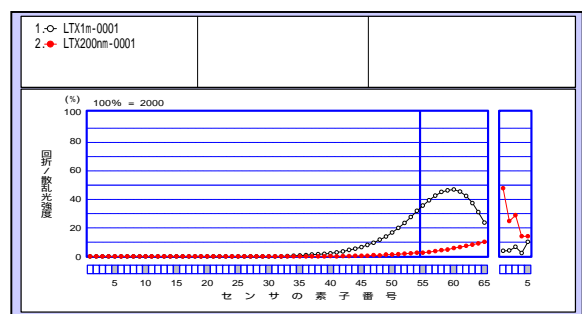


Fig.4 1 μ m と 0.2 μ m の粒子の光強度分布

以上の結果を踏まえて早川らの方法を見直して見ましょう。

この方法は、ひとつの測定結果に対して屈折率パラメータを種々変更し複数の粒度分布を得ます。そして、その中から 10% 粒子径が最大値をとるときの値を最適屈折率とする方法です。上で解説したとおり、適正な屈折率パラメータより小さい値を設定したとき、サブミクロン域にゴーストピークが出現することになります。屈折率パラメータを適正值に向かって大きくしていくと、ゴーストピークを生み出している側方・後方の散乱光は、微粒子の存在によるものではなく高屈折率に起因するものということになり、ゴーストピークは徐々に小さくなっていき最後には消えてしまいます。ゴーストピークが生じているときには、10% 粒子径は微粒子側に引きずられています。屈折率パラメータが適正值に設定され、ゴーストピークが消えてしまった状態では、10% 粒子径は大きい数値をとることになります。つまり、早川らの方法は、屈折率パラメータの不適合により発生しているゴーストピークがきれいに消えてしまう屈折率値を探す方法と言えます。ただし、サブミクロン領域に実際にピークを持つ試料では、この方法を適用するとそのピークが消えるところを適正屈折率としてしまい、適用不可能となることがあります²⁾。一般的な試料についての本方法の有効性は、いろいろなレーザー回折式粒度分布測定装置で経験的に立証されています。

また以上の議論から、側方・後方散乱光が前方散乱光と不連続な形で高い強度を持つ場合、試料は比較的大きい屈折率値を持つと判断することも可能になります。レーザー回折式粒度分布測定装置における光強度分布データの有効性がお分かりいただけだと思います。

参考文献 1) 早川ら：粉体工学誌 Vol.30 No.9 PP.652-659(1993) 2) 早川ら：粉体工学誌 Vol.32 No.11 PP.796-803(1995) 3) JIS Z8820-1