

島津試験 CSC ニュース No.232

レーザ回折・散乱法における適正試料濃度について

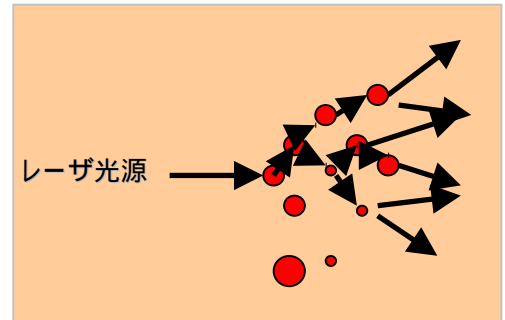


Fig.1 多重散乱

レーザ回折・散乱法において、測定結果を左右する要因は幾つかありますが、試料濃度もそのひとつです。多くの市販の装置において、何らかの形で適正試料濃度が示されるようになってはいますが、それぞれの装置の判定基準が何に基づいているかは不明確ですし、試料によっては、装置の表示に従っていても、必ずしも適正な測定結果が得られるとは限らない場合があります。今回のニュースでは、レーザ回折・散乱法における適正試料濃度をどのように決めるべきかということ、を、原理的な側面から見直してみたいと思います。

レーザ回折・散乱法における生データは回折・散乱光強度です。例えば、試料濃度を2倍にしたとき、回折散乱光強度も単純に2倍になれば、測定結果はまったく同じになります。試料濃度と散乱光強度が直線的な関係にあることが重要です。そのためには、1個の粒子で散乱された光は、別の粒子で散乱されることなく、直接センサに入ってくなくてはなりません。しかし、試料濃度が高くなりすぎると、多重散乱 (Fig.1) の影響により直線性が悪くなってきます。そうすると、粒度分布の測定結果に

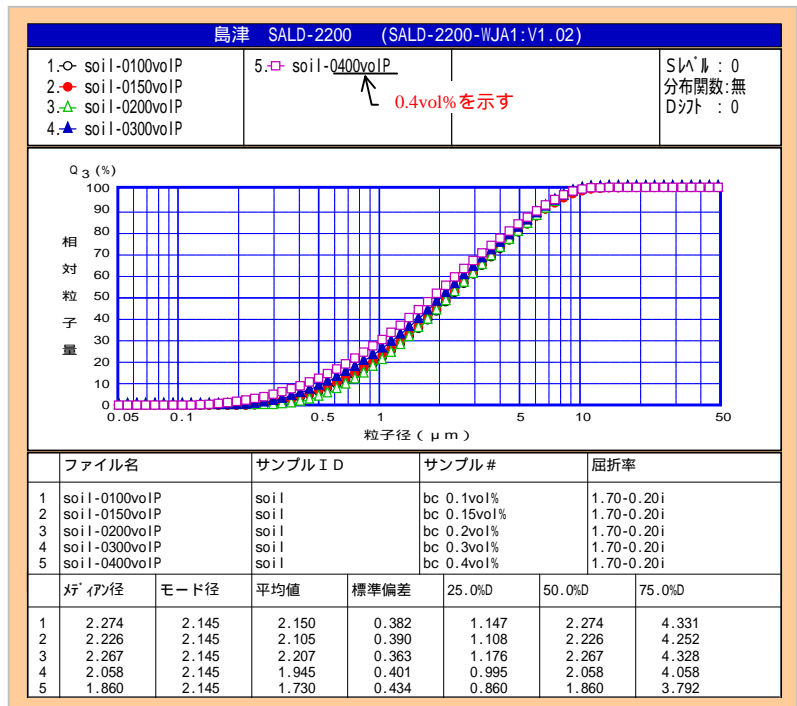


Fig.2 粒子濃度が粒度分布に与える影響

は変化が現われ、その時の試料濃度は適正濃度と言えなくなります。

Fig.2は、ある粉体の試料濃度を種々変更して(0.1, 0.15, 0.2, 0.3, 0.4vol%) 粒度分布を測定した結果です。試料濃度が0.2vol%以下の範囲では粒度分布に目立った変化は見られませんが、0.3vol%あたりからは試料濃度が高くなるにつれて微粒子が増えてくる傾向を示しています。Fig.3には試料濃度と吸光度の関係を示します。やはり、0.3vol%あたりから直線性が崩れています。

Fig.4には散乱光強度分布の変化を示します。粒度分布・吸光度の変化と同様、0.3vol%付近からピーク位置が高角度(右側)側に動いていっているのがわかります。特に側方・後方散乱光(センサ素子番号の66番以降)の領域では、高濃度領域で明らかに分布の形が異なっているのがわかります。つまり、この濃度より高い濃度では、試料濃度と散乱光強度の直線性が崩れているのです。

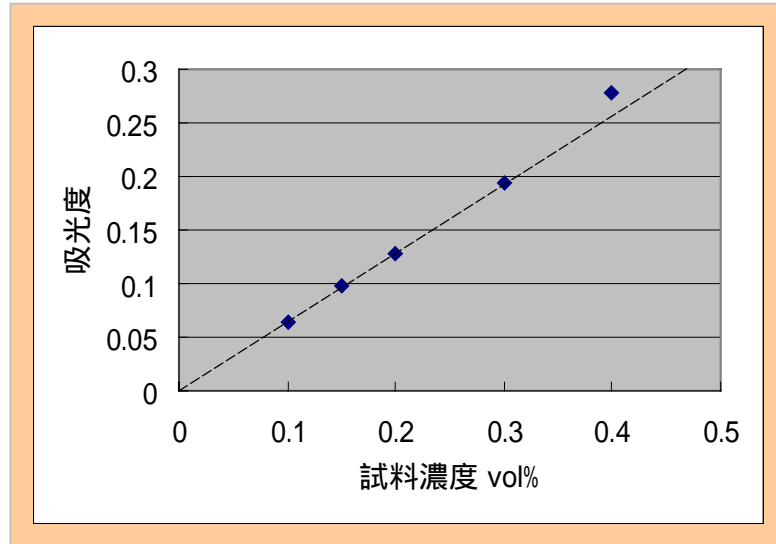


Fig.3 試料濃度と吸光度の関係

以上のことから、レーザ回折・

散乱法における適正試料濃度の判断は、散乱光強度分布の変化、ひいては吸光度が直線的に変化をする領域が適正領域ということがわかります。簡単な判断基準としては、粒度分布が大きく変化をしない領域ということでもいいでしょう。

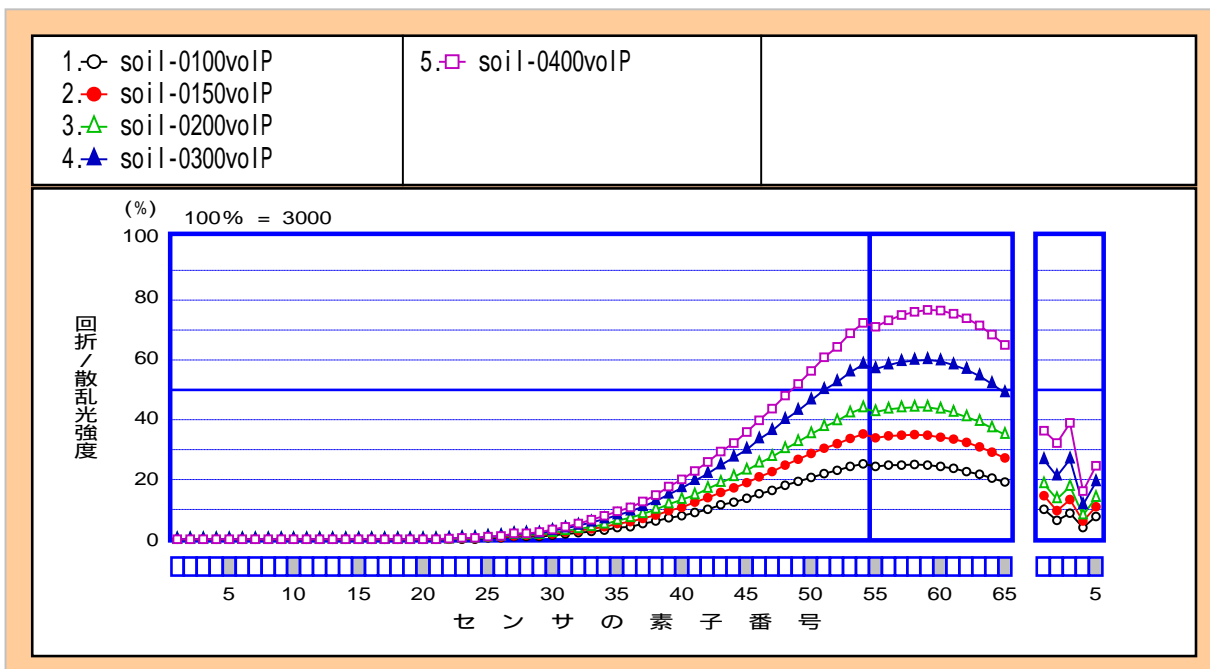


Fig.4 試料濃度と散乱光強度分布の関係