

島津試験 CSC ニュース No.242

レーザー回折・散乱法における高濃度試料の測定
-多重散乱と試料濃度の関係-

多くの場合、“粒度分布測定”と言えば、一次粒子の粒度分布を意味するのが普通です。しかし、最近では様々な分野において、一次粒子の測定の目的以外に、製造工程中のものや分散状態にある懸濁液をそのまま測定する要求が増えてきました。

一般的に、レーザー回折・散乱法では多重散乱の影響を避けるため、濃度の低い状態(100ppm程度)で測定を行う必要があります。そのため粒子濃度が高い試料の場合、適正濃度まで希釈させなければなりません。その際、分散状態が変化する可能性もあるため、希釈せず粒子濃度が高いままで測定を行いたいとの声がよく聞かれます。

本ニュースでは、レーザー回折・散乱法での高濃度試料測定についてご紹介します。また、多重散乱の影響の程度は、試料の粒度分布および物質の性質により異なるため、物性の異なる試料についての試料濃度と多重散乱の影響についても検証を行いました。

レーザー回折・散乱法における通常の測定においては、セル部の光路長が数 mm 程度あるため高濃度試料をそのまま測定すると、Fig.1 左図のように多重散乱の影響を受け正確な結果を得ることが出来ません(一般的に多重散乱が起きると粒度分布は小粒径側にシフトするケースが多いです)。そのため、Fig.1 右図のように光路長を極力短くし、多重散乱の影響を最小限にして測定を行います。具体的には、2枚のライドガラスで試料を挟み込み測定します。

今回用いました試料は、シリカおよびアルミナです。異なる試料濃度で測定を行い粒度分布の変化をみました。Fig.2,3 に通常濃度における測定結果を示します。次に、粒子濃度を重量%で変化させながら、高濃度測定システムを用いて測定しました。Fig.4 にシリカ、Fig.5 にアルミナの各重量濃度に対する 10%,50%,90%径の推移を示します。

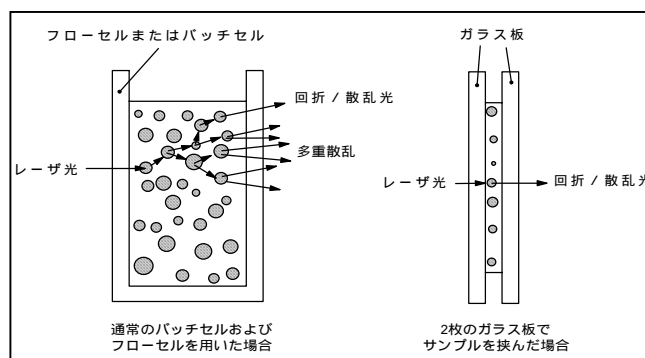


Fig.1 通常濃度セル(左)と高濃度セル(右)

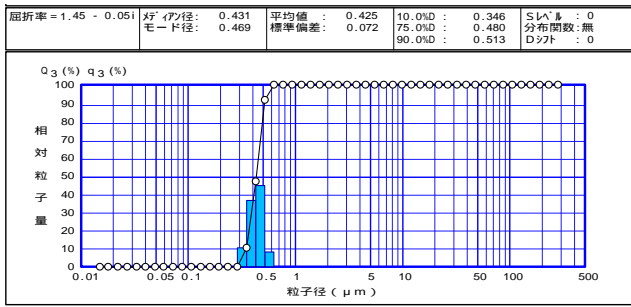


Fig.2 通常濃度での粒度分布(シリカ)

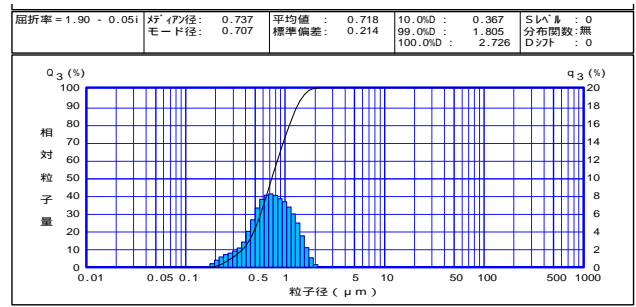


Fig.3 通常濃度での粒度分布(アルミナ)

この結果から、シリカは重量濃度 40%、アルミナは 30%以上で急激に各%粒子径が小さくなっていることがわかります。このことは、その濃度以上で多重散乱が起こっていることが考えられます。シリカの密度は約 2.0~2.2g/cm³、アルミナは 3.9~4.0 g/cm³ である事から、体積%としてシリカは約 20%、アルミナは約 8%までは、多重散乱の影響が少なく測定可能であることがわかります。

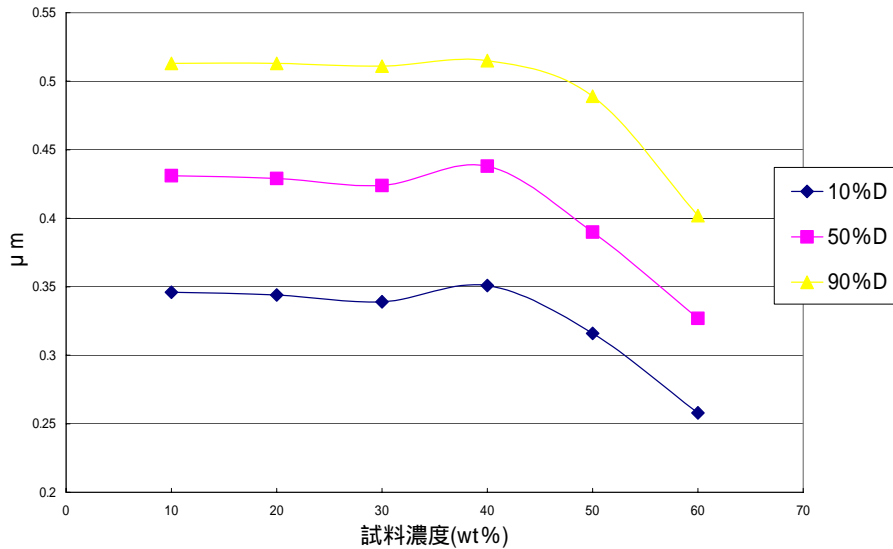


Fig.4 粒子濃度における粒径の変化(シリカ)

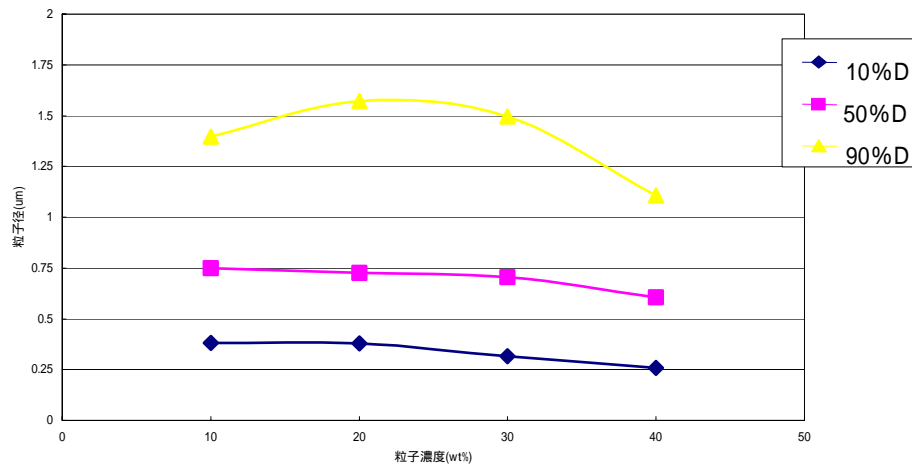


Fig.5 粒子濃度における粒径の変化(アルミナ)