

島津試験 CSC ニュース No.249

レーザー回折・散乱法における高濃度試料の測定
-くぼみセルの応用-

島津試験 CSC ニュース No.242 で、高濃度試料の測定について、ご紹介させていただきました。この測定手法を用いると、数%~20%程度(試料の粒度分布および物質の性質により変化します)の濃度の粒度分布測定が可能となりました。

しかし、これだけでは従来の測定手法での測定濃度(100ppm 程度)と%オーダー以上の高濃度領域が可能となり、その中間的な濃度の試料を測定することができません。

今回は、レーザー回折・散乱法を用いた中間的な濃度(0.1~数%)での測定手法についてご紹介いたします。

まず、前回でもご紹介させていただきましたが、高濃度測定の考え方を紹介します。

レーザー回折・散乱法における通常の測定では、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くなります)。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枚のスライドガラスで試料を挟み込み測定します。しかし、この手法では、数%以上の濃度の粒子では測定が可能ですが、それ以下の濃度の試料の場合、逆に散乱光が微弱になり、測定が困難となります。そのため、Fig.3 に示すようなガラス板に穴を空け、溝の深さで光路長を変更します。具体的な光路長については、表 1 に示します。

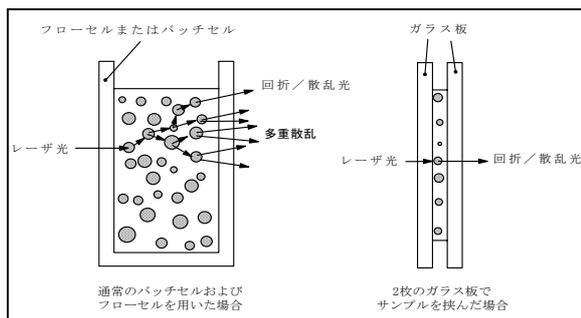


Fig.1 通常濃度セル(左)と高濃度セル(右)

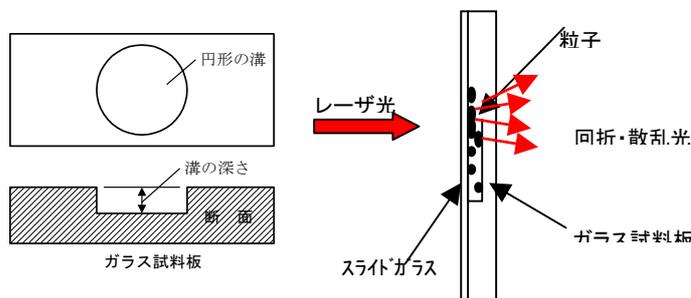


Fig.2 くぼみセル

表1 くぼみセル

くぼみの深さ	サンプル量
0.5 mm (500 μm)	0.15 cc
0.4 mm (400 μm)	0.12 cc
0.3 mm (300 μm)	0.09 cc
0.2 mm (200 μm)	0.06 cc
0.1 mm (100 μm)	0.03 cc
0.05 mm (50 μm)	0.015 cc
くぼみ無し	0.01 cc以下

今回は、ポリスチレンラテックス(原液 10vol%)を試料として用い0.05~10vol%程度で測定を行い、セルの光路長および試料濃度の関係をみました。Fig.4に通常濃度での測定結果、Fig.5に原液での測定結果(高濃度測定システム)に、各粒子濃度に対する10%,50%,90%径の推移を示します。

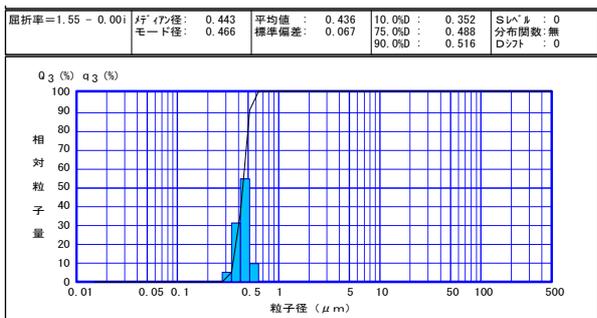


Fig.3 通常濃度での粒度分布

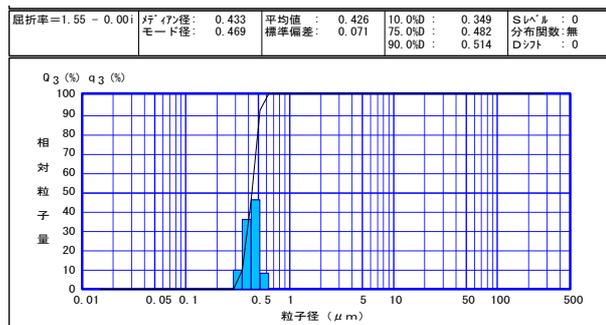


Fig.4 高濃度濃度での粒度分布(原液 10%)

ここから、どの濃度でも粒度分布は安定しており、多重散乱の影響がないことがわかります。また、通常の高濃度測定(くぼみ無し)では、2%程度以上の測定が可能な事がわかります。よって、通常の高濃度での測定は数 100ppm であることから、この中間的な濃度については、光路長を変更したセル(くぼみセル)を使用することにより測定が可能となる事がわかります。

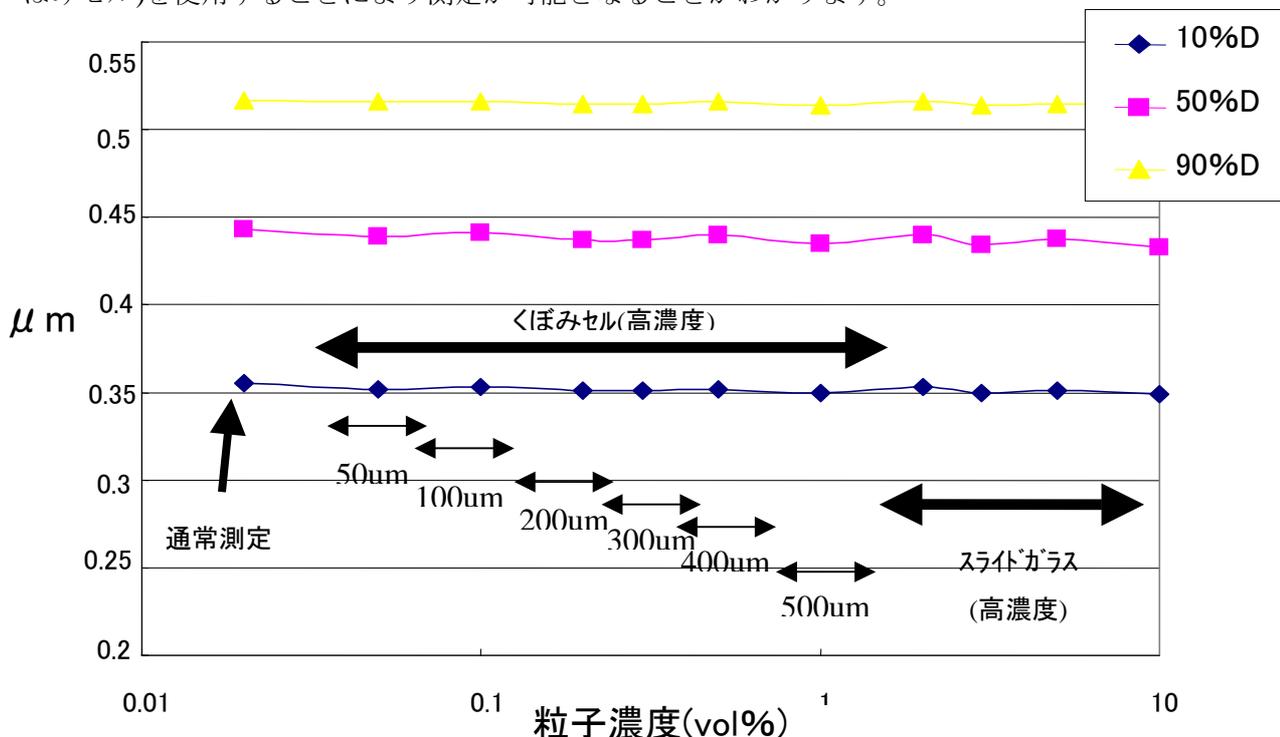


Fig.5 濃度変化による粒径の推移

*本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の島津 Web で閲覧できます。初版発行:2006年7月