

粒度分布測定におけるサンプリングエラーについて

The Sampling Error in Particle Size Distribution measurement

レーザ回折式粒度分布測定装置は分解能の高さや迅速な測定、そして優れた再現性等を特長とする粒度分布測定装置ですが、試料の取扱いを誤ってしまうとその性能をフルに引き出せないことがあります。

粒度分布測定装置ですから、測定対象は当然、色々な大きさの粒子を含んでいます。オペレータは、測定対象試料から装置に投入すべき少量の試料を採取する場合、全ての粒子を均等にサンプリングするよう、すなわち、サンプリングの段階で試料の粒度分布を変えてしまわないように注意をしなければなりません。

湿式分散の方式で測定を行う場合、一般的にはビーカーなどの容器中で試料懸濁液を調製し、ここから少量

の懸濁液を採取して測定装置に投入するというのが行なわれます。この方法は、外部の分散機（超音波バスや超音波ホモジナイザ）が使用できるなどのメリットを生みますが、試料によってはサンプリングの問題を引き起こすことがあります。試料の密度が大きい時や粗大粒子を含んでいる場合がそれに当たります。

今回のニュースでは、どのようにサンプリングエラーが起るのか、また、どうすればそれを防いで良い測定結果を得ることができるのかを解説いたします。

測定装置としては島津のスタンダード機であるSALD-2200を使用しました。

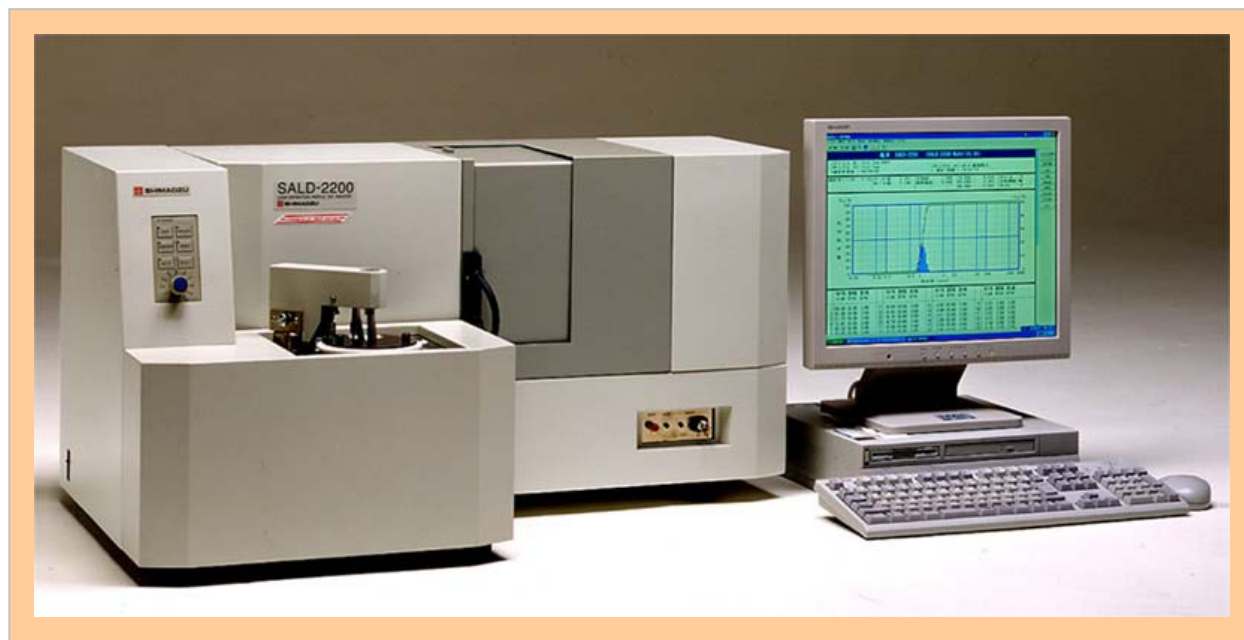


Fig.1 SALD-2200 湿式フローシステムの外観写真
SALD-2200 Flow-thru Cell Model

試料としてケイ砂を用いました。試料を少量（薬さじの小さい側で2杯程度）ピーカに採り、ヘキサメタリン酸ナトリウムの0.2wt%水溶液を加えて、100Wの超音波バス中で3分間分散処理しました。この懸濁液を母液として、よく撈拌しながら一部を採取して測定装置のサンプルバスに投入して測定しました。再現性をチェックするため、同じ母液から3回サンプリング

して測定しました。結果をまとめてFig.2に示します。測定結果にばらつきがあることがわかりいただけだと思います。この原因は、主としてピーカ中の粗粒子の沈降にあると考えられますので、懸濁液状態でサンプル調製することに問題があると考えなければなりません。

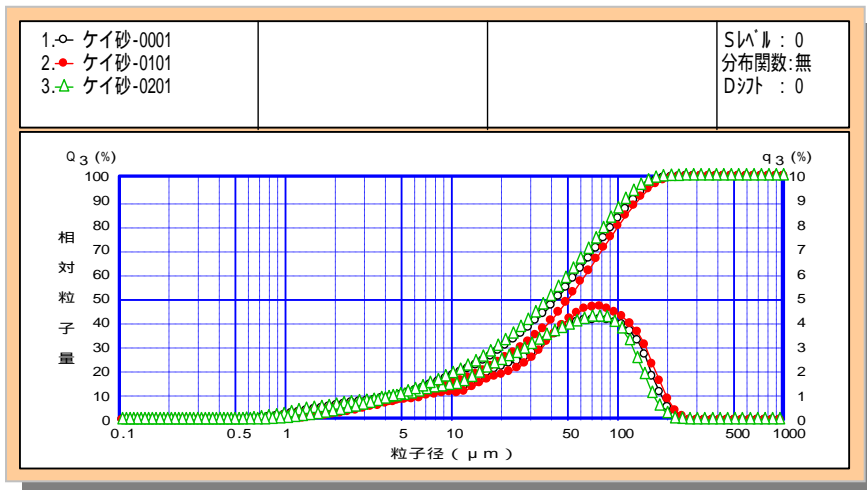


Fig.2 懸濁液状態でサンプリングした場合のケイ砂の粒度分布測定の再現性
Reproducibility of particle size distribution of quartz sand when sampling in suspension

そこで試料を懸濁液にせず、ピーカ中で極少量の分散媒で湿らせたペースト状にして装置のサンプルバスに投入し、循環しながら内蔵超音波で分散処理した後に測定しました。これにより、ピーカ中での粒子の沈降の問題は無くなり、かつ、事前に媒液になじませておくことで、サンプルバス内での分散性も向上させることができます。Fig.3はこの方法で3回測定した

結果です。Fig.2に比べて、明らかにデータのばらつきが小さくなっていることがお分かりいただけると思います。

比較的重い粗粒子を含んだ試料については、このペースト状でのサンプリングが有効です。装置の性能を十分引き出せるよう、試料前処理には注意して測定を行なって下さい。

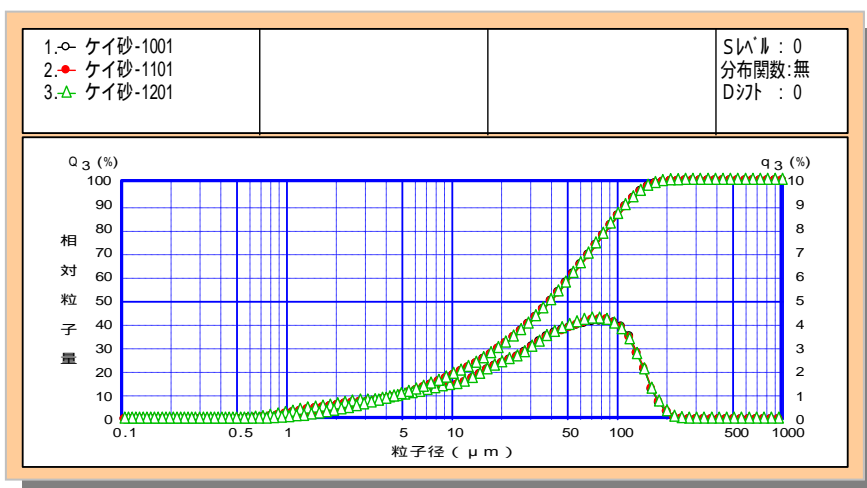


Fig.3 ペースト状でサンプリングした場合のケイ砂の粒度分布測定の再現性
Reproducibility of particle size distribution of quartz sand when sampling in paste

初版発行:2007年12月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

試験計測グループ

秦野 京都
TEL (075)823-1153

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。改訂版は右に示す島津WEBで閲覧できます。

会員情報提供サービス「Shim-Solutions Club」にご登録下さい。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
いろいろな情報提供サービスが受けられます。