

広帯域粒子径分布測定装置の紹介

キーワード：粒度分布、粒子径、レーザ・回折散乱、動的光散乱、分散

はじめに

粒度分布測定装置は、粒子の大きさの分布を測定する装置です。粒子の大きさを直接測定しているのではなく、粒子の大きさと 관련된物理量を測定し、その結果を計算して粒子径の分布(粒度分布)を求めます。

平成 16 年度大型設備開放機器整備事業により 1nm から 2mm までの範囲の粒度分布を測定できる広帯域粒子径分布測定装置が設置されています。この装置の概要および粒度分布を測定する際の注意点について説明します。

装置の概要

広帯域粒子径分布測定装置は、レーザ・回折散乱式測定部、動的光散乱式測定部および計測装置制御部により構成されています。レ

ーザ・回折散乱式測定部では、He-Ne レーザ(波長 632.8nm)およびタングステンランプを光源とする光を粉末試料に照射し、散乱光パターンを計測します。得られた散乱光データを Mie 散乱理論に従って粒度分布を計算します。動的光散乱式測定部では、あらかじめ液体中に分散された粉末粒子に半導体レーザ(波長 650nm)からの光を照射し、散乱光を計測します。液体中に分散している粒子は粒子径に応じた速度でブラウン運動をしています。粒子からの散乱光は、光のドップラー効果により粒子の移動速度の大きさに応じて波長がシフトします。波長のシフト量および強度を測定し、動的光散乱理論により粒度分布を計算します。計測装置制御部は、パソコンおよびプリンターより構成され、測定装置の制御、

表 1 装置の仕様

レーザ・回折散乱式測定部

測定原理	Mie 散乱理論
測定粒子径範囲	0.02 ~ 2000 μm
測定方式	マニュアルフローセル測定、マニュアルバッチセル測定(専用のバッチセルを使用します。)
測定必要試料量	10mg ~ 5g(フローセル使用時、但し試料により異なります。)
分散媒	約 200ml(フローセル使用時)。主に水を使用しますが、エタノールやエチレングリコールなどの有機溶媒も使用可能です。

動的光散乱式測定部

測定原理	動的光散乱理論
測定粒子径範囲	1nm ~ 6 μm
測定必要試料溶液量	約 0.1 ~ 15mL
使用可能な分散媒	水、有機溶媒
粘度の測定範囲	0.4 ~ 10mPa \cdot s(バイアル瓶を使用して測定を行う場合)

データ解析、測定結果の印刷などを行います。レーザ・回折散乱式測定部および動的光散乱式測定部の仕様は表1の通りです。粒度分布の計算の際、分散媒および試料の屈折率の値が必要となります。

粒度分布の測定上の注意

粒度分布測定では、粒子が分散媒に均一に分散している必要があります。粒子径の小さな粒子ほど凝集しやすく、2次粒子や3次粒子を形成します。そのため粒子が凝集した状態で粒度分布測定を行うと、凝集粒子の大きさを測定して、正確な測定結果が得られません。正確な粒度分布を測定するためには、分散媒の選択、分散剤や界面活性剤の使用、超音波の照射等を行い、粒子を良好な分散状態にする必要があります。

分散媒として水を使用する場合、分散剤としてはヘキサメタリン酸ナトリウム、ニリン酸ナトリウム(ピロリン酸ナトリウム)を使用し、濃度は0.2%程度にします。泡の生成を防ぐため、界面活性剤の使用量はできるだけ少量にします。水に溶解する試料では有機溶媒の使用を検討します。

レーザ・回折散乱式測定部には、超音波プローブが内蔵されています。超音波を照射して凝集を解きほぐし、測定を行うようにします。凝集しやすい試料の場合は、超音波を照射しながら測定を行うことも可能です。ただし、試料によっては超音波照射により再凝集するものもありますので注意が必要です。動的光散乱式測定部では、超音波を照射して、2次凝集粒子をなくした後、すみやかにサンプルセルに分散液を入れて測定を行います。

分散液の濃度も測定結果に影響を与えます。レーザ・回折散乱式測定部と動的光散乱式測定部では、測定に適した濃度は異なりますが、薄すぎるとデータの精度が低下し、濃すぎると散乱光が別の粒子にあたって

再度散乱される多重散乱と呼ばれる現象が起こり、粒子径分布が小さい方にシフトします。そのため、精度良く測定を行うには、分散液の濃度調整が必要な場合があります。

屈折率の値は解析結果に影響を与えます。文献値を調べることとなりますが、屈折率の値が見つからない場合、近い組成をもつ物質の屈折率を用います。有機物の場合、屈折率の値は1.6程度となります。混合物の場合は、含有量の多い物質の値、または含有量の割合に応じて平均の屈折率を計算して使用します。金属やカーボンブラックなど有色の物質粒子の場合、文献値を参考にして虚数項を含む屈折率を使用します。

粒度分布の測定例

市販のアルミナ粉末(平均粒径 $0.6 \mu\text{m}$, 純度 99.6%)を濃度 0.2%のヘキサメタリン酸ナトリウム水溶液に分散し、粒度分布をレーザ・回折散乱式測定部にて測定した結果を図1に示します。超音波の照射時間は0分、1分、2分および3分としました。超音波を照射する時間が長いほど、粒子の凝集がほぐれて分布が小さい方に移動していることがわかります。照射時間が2分と3分の測定結果では差がないことから、この試料の場合、2~3分の超音波照射により粒子の分散がおり、粒度分布測定が可能であることがわかります。ピーク値および平均粒径の値も $0.6 \mu\text{m}$ 付近となっています。

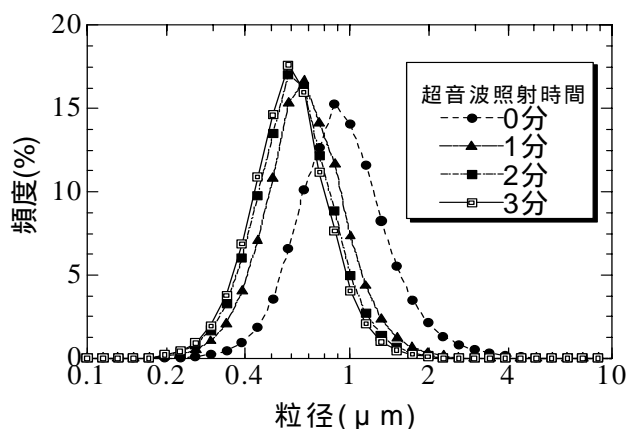


図1 市販のアルミナ粉末の粒度分布を、超音波照射時間を変えて測定した結果