

## レーザー回折・散乱式粒子径分布測定装置による 乾式（空气中）での粒子径分布測定事例

キーワード：粒子径分布測定、粉体、レーザー回折・散乱式、乾式測定

### はじめに

レーザー回折・散乱式の粒子径測定装置は、流体中の粒子に進入した光の回折・散乱パターンにより粒子の大きさを計測します。一般的なレーザー回折・散乱法による測定では、凝集塊を解砕した一次粒子径の測定を目的とすることが多く、気相中では微粒子が凝集しやすいことから、湿式（液相中）で測定する場合があります。しかしながら、乾いたそのままの状態を測定したい粉体（造粒粉、溶解・膨潤する粉体、空気中での凝集状態を観察したい粉体）もあり、その場合、乾式測定も有力な測定方法となります。最近のレーザー回折・散乱式測定装置では、様々な分散手法の乾式測定ユニットが具備されており、分散能力・再現性も向上しています。乾式測定の特徴を以下に示します<sup>1)</sup>。

- ・空気中を含め、使用環境の粒子径分布を評価することができる。
- ・液中で溶解、反応、および膨潤する試料を測定できる。
- ・磁性粉体および溶媒中で凝集する粉体など、湿式で分散が難しい試料を測定できる。
- ・造粒粉等の液中で壊れやすい試料を測定できる。また、分散能力を変化させて測定することで顆粒強度について比較、推測できる。
- ・粗粒域の測定において沈降による誤差が無い。
- ・湿式測定よりも多くの試料を投入でき、サンプリング誤差が少ない。
- ・溶媒、界面活性剤および分散方法の選定が不必要であり、測定条件の検討が容易である。

本報では、新たに導入したレーザー回折散乱式の粒子径分布測定装置 LS13 320 XR（ベックマン・コールタ社製）を用いて乾式測定により沈降およびサンプリングによる誤差が湿式測定に比べて改善された事例について紹介します。本装置ではトルネード陰圧吸引式を採用しており（表 1、図 1）、サイク

表 1 LS 13 320 XR 乾式測定ユニットの仕様

測定原理	ブラウンホーファー回折、ミー散乱
光源	半導体レーザー（波長785 nm）
測定粒子径範囲	0.4 μm～3500 μm
必要試料量	約10 ml
分散方式	トルネード陰圧吸引式 （吸引圧により分散能力を調整）
測定時間	約90秒

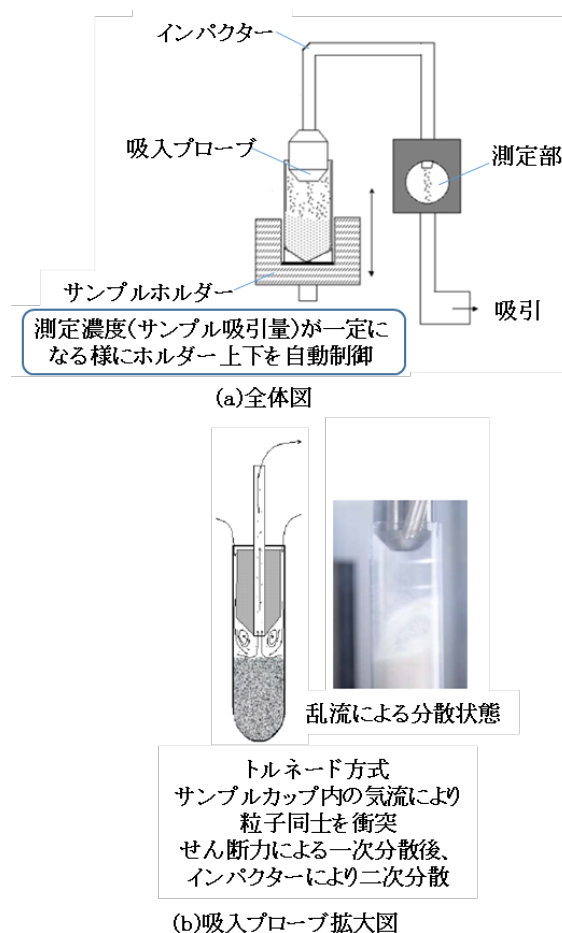


図 1 乾式ユニットの模式図 (a)全体図、  
(b)吸入プローブ拡大図

ロン機構により凝集の解砕および試料濃度の調整を行うことで、測定者によらない再現性に優れた測定が可能となっています。操作は簡便で、サンプル

ホルダーに所定量の粉体を投入し、吸引圧力と測定時の粒子濃度を設定するだけです。

### 測定事例

乾式および湿式測定例、ならびに各測定の繰り返し精度の違いが見られた測定例について紹介します。3D プリント(粉末床熔融結合方式)用マルエージング鋼粉末の粒子径分布測定結果を図2および表2に示します。乾式および湿式法によりそれぞれ5回ずつ測定した結果ですが、乾式測定では湿式測定に比べて再現性の良い結果となっています。この要因としては、乾式はサンプリング量が多く(乾式:約10 ml、湿式:約0.1 ml)、偏析による測定誤差が少ないことが考えられます。特に、今回の試料は、マイクロメートルオーダーで分布の幅が広く比重が大きいことから偏析の程度が大きかったと推察されます。また、乾式と湿式で測定結果に差異がみられ乾式の測定値が僅かに大きくなっています。この要因としては、粒子径の算出については乾湿で計算方法の違いがあることおよび測定セル内の粒子の沈降・分散状態および粒子の向きが散乱光強度に影響したことが考えられます。

### おわりに

従来より行われてきた乾式測定は、必要とする試料量が多く、また、試料を一定濃度で測定部に供給することが難しいことから再現性が低く、測定に熟練を要するものでした。しかし、最近では試料量

が少なく、かつ再現性に優れた結果が得られるようになってきました。当研究所においても、製品ロット間の差異および粉末作製条件を変化させたときの微小差異の検出に活用しています。特に、乾式測定は数マイクロメートルから数百マイクロメートルに広がる分布を持つ粉体、すなわち、サンプリング誤差が大きく、液中での沈降速度が大きく変わる粉体に向いていると言えます。本研究所ではレーザ回折散乱式粒子径分布測定装置を依頼試験および装置使用によりご利用いただけます。お客様の試料に合わせて測定方法を提案させていただきますので、お気軽に担当者までご相談下さい。

### 参考文献

- 1) 松野 秀彦, 乾式分散方式による粒度分布計測の可能性の検討, 粉体工学, (1990)

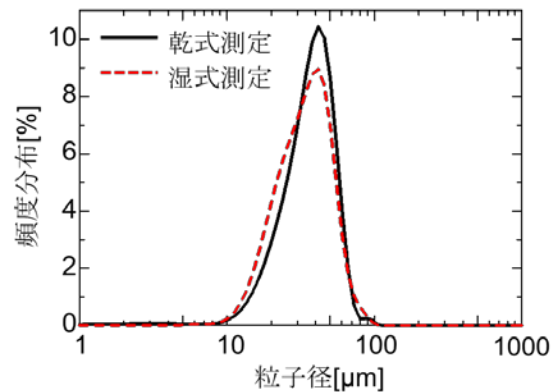


図2 乾式および湿式測定によるマルエージング粉末の測定結果

表2 乾式および湿式測定による繰り返し精度

乾式測定							
	N=1	N=2	N=3	N=4	N=5	平均値	変動係数[%]
D <sub>10</sub> [μm]	20.8	20.8	20.8	20.7	20.6	20.7	0.35
D <sub>50</sub> [μm]	37.3	37.4	37.3	37.1	37.1	37.2	0.30
D <sub>90</sub> [μm]	55.5	55.8	55.5	55.6	55.5	55.6	0.22
湿式測定							
	N=1	N=2	N=3	N=4	N=5	平均値	変動係数[%]
D <sub>10</sub> [μm]	18.2	18.2	17.9	18.4	18.5	18.2	1.18
D <sub>50</sub> [μm]	34.3	34.7	34.0	34.3	34.5	34.4	0.63
D <sub>90</sub> [μm]	54.2	55.3	53.5	54.7	54.4	54.4	1.06