

# 顕微動的光散乱法による濃厚系の粒径分布測定

(物性研究所) 廣井卓思、柴山充弘

## Particle size distribution analysis for dense system by dynamic light scattering microscope

(The Institute for Solid State Physics) Takashi Hiroi, Mitsuhiro Shibayama

### 【研究の目的】

高分子溶液やコロイド溶液の物性を考える上で、粒子の粒径分布は最も重要な情報の一つである。この分布を求める手法として最も広く知られている手法が、動的光散乱法 (Dynamic Light Scattering, 以下 DLS) である。通常の DLS は、試験管中の溶液にレーザーを照射し、試料からの散乱光強度の時間相関の時間平均  $\langle I_s(0) I_s(\tau) \rangle_T =: g^{(2)}(\tau)$  を取得する (図 1)。溶液中の粒子が Brown 運動していることを反映して、この関数は指数函数的に減衰する。そして、この減衰の速さから、粒子の拡散係数  $D$  の分布を求めることができる。さらに、Stokes-Einstein の式を用いて拡散係数の分布を粒径  $R_h$  の分布に変換することができる。このように簡便に粒径分布を測定することができる DLS であるが、白濁系に応用できない、有色系に応用できない、空間分解能が低い、など様々な問題を抱えている。

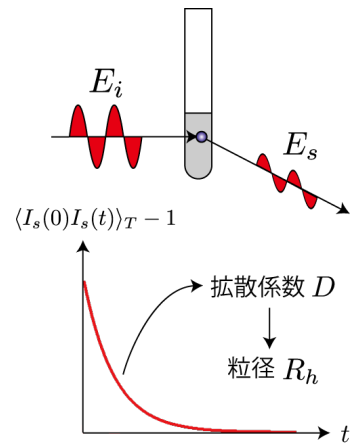


図 1. 一般的な DLS

本研究では、顕微鏡下で DLS を測定することでこれらの問題を一度に解決した。その際に、時間相関関数の初期振幅を利用して、サンプルからの Rayleigh 散乱光と裏面反射光を解析的に分離することに成功した。

### 【実験】

今回製作した装置を図 2 に示す。入射光は顕微鏡下の対物レンズで試料に照射し、そこから出てきた後方散乱光を同一の対物レンズで集光し、検出器 (アバランシェフォトダイオード (APD) とオートコリレーター) へ導いた。共焦点の光学系となるようにピンホールを設置し、多重散乱や裏面反射など、試料の焦点以外からの散乱光を可能な限り除去した。試料溶液は、ホールスライドガラスとカバーガラスで封入した。この光学配置により、従来の DLS の被照射体積 (一辺が約  $100 \mu\text{m}$ ) と比較して、格段に小さい被照射体積 (一辺が約  $1 \mu\text{m}$ ) を達成することに成功し、また光路長が短くなったことで強い吸収のある物質に対しても DLS を測定できるようになった。

試料としては、粒径が較正されているポリスチレンビーズを用いた。

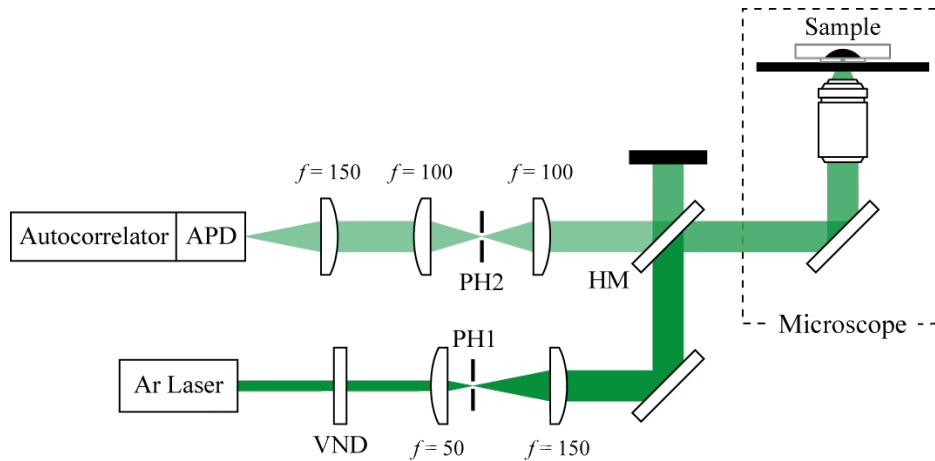


図 2. 顕微動的な光散乱の装置図

PH : ピンホール、VND : 可変減光フィルター、HM : ハーフミラー

### 【結果・考察】

直径 50 nm のポリスチレンビーズ (1 wt%) を顕微鏡下で DLS 測定した結果を図 3 に示した。測定する際の焦点の位置によって、指数関数の減衰から計算される見かけ上の拡散係数  $D_A$  が、初期振幅  $g^{(2)}(0) - 1$  と共に大きく変化することが分かった。これは、ピンホールで取り除ききれなかった、カバーガラスからの裏面反射がローカルオシレーターとなっていることに由来すると考えられる。この過程が正しいとした場合、初期振幅  $A$  は、 $D_A$  と以下のような関係式で結ばれる (部分ヘテロダイン法) :

$$D_A = \frac{1 - \sqrt{1 - A}}{A} D \quad (1)$$

ここで、 $D$  は実際の拡散係数を表す。図 3 の右上には、式(1)で表した関係が、任意に選んだ 10 点の測定結果で成り立つことを示した (傾きが  $D$  を表す)。当日は、本装置を濃厚溶液の測定に応用した例を報告する[1]。

[1] Takashi Hiroi and Mitsuhiro Shibayama, *Optics Express*, accepted.

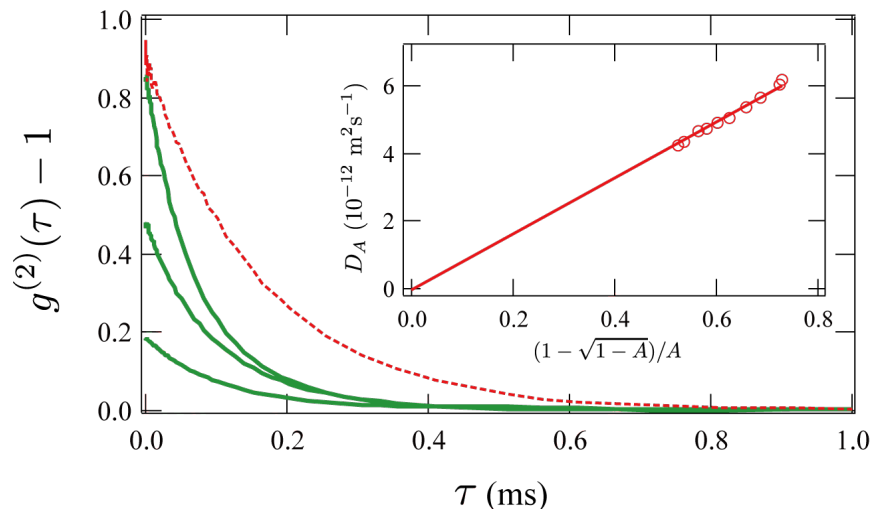


図 3. ポリスチレンビーズ (直径 50 nm) の測定結果  
点線は通常の DLS での測定結果、実線は顕微 DLS での測定結果。  
図の右上は式(1)でのフィッティング結果を示した。