

# 高浓度二氧化硅纳米颗粒料浆中粗颗粒的浓度评价

## — 通过动态图像分析方法检测异物 —

二氧化硅被广泛应用于半导体等电子部件的密封材料以及涂料填料等各种领域。如果在二氧化硅中包含异常的粗颗粒（异物或凝聚物），电子零部件会发生成形不良、绝缘不良、电气性能不良，而涂料会发生涂膜强度下降、涂敷不均等现象。

评价二氧化硅的尺寸主要使用激光衍射式粒度分布测定装置（以下简称 LD）和扫描电子显微镜（以下简称 SEM）等。但是上述设备在测试过程中也存在一些问题，例如 LD 检测微量粗颗粒灵敏度较低，SEM 的观察视野狭窄，导致检测时间过长，无法确保足够的测量数量，而且无法获得浓度信息等等。与之相比，动态图像分析方法可以在短时间内定量获得大量的颗粒图像，因此，适用于快速进行微量粗颗粒检测和浓度评价。

动态颗粒图像分析系统 iSpect™ DIA-10（图 1）是一种依据动态图像分析方法，获取液体样品中的颗粒图像，进行粒径分布、颗粒浓度和形状检测的装置。采用很少遗漏的光学系统（拍摄效率 90% 以上），可以几分钟之内分析数万个颗粒。另外，本产品采用了微量池方式，针对样品容器内白浊、不透光的样品也可以完成检测，并通过原液或减小稀释倍数检测，减少预处理的麻烦和对样品的影响。

本文中介绍使用 iSpect DIA-10，以原液的状态评价二氧化硅纳米颗粒料浆中粗颗粒浓度的实例。

H. Maeda



图 1 动态颗粒图像分析系统 iSpect™ DIA-10

### ■ 样品和方法

样品使用的是标称直径  $0.2 \mu\text{m}$  的二氧化硅料浆（浓度： $50 \text{ mg/mL}$ ）。图 2 所示为二氧化硅料浆的外观。分别按照表 1 所示的条件，对样品液原液以及使用孔径  $0.8 \mu\text{m}$  的注射器式过滤器对原液进行过滤的液体进行了检测。

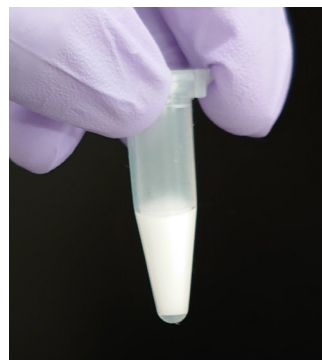


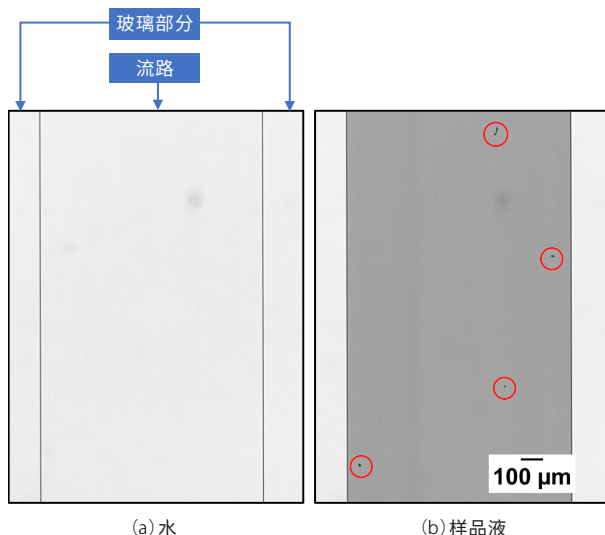
图 2 标称直径  $0.2 \mu\text{m}$  的二氧化硅料浆的外观

表 1 测定条件

帧速率	: 8 帧 / 秒
效率	: 97 %
样品量	: $50 \mu\text{L}$
阈值	: 130
流速	: $0.1 \text{ mL/min}$

### ■ 检测结果

图 3 所示为装置拍摄的微量池的图像（图像为灰阶图）。从图 3 可知，在 (a) 水中，流路和玻璃部分均可以透光。在 (b) 样品液中，亚微米颗粒未作为颗粒识别出来，流路整体因浓度原因而看上去较暗。从图 2 的外观来看，尽管看上去白浊、完全不透光，但微池的厚度只有  $120 \mu\text{m}$ ，可以进行检测并检出粗颗粒（红色圆圈是检出的颗粒）。



(a) 水

(b) 样品液

图 3 微量池的图像

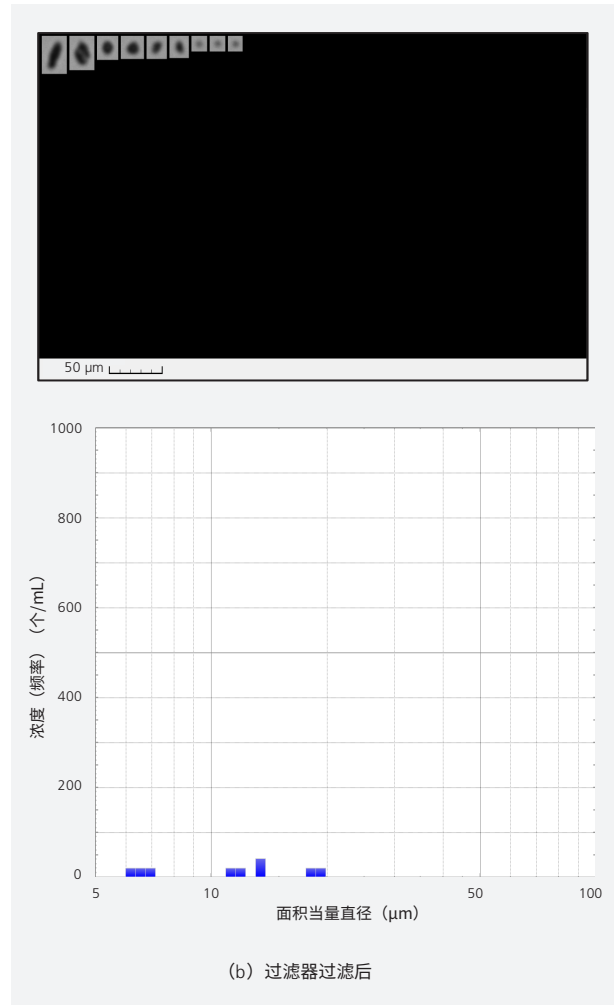
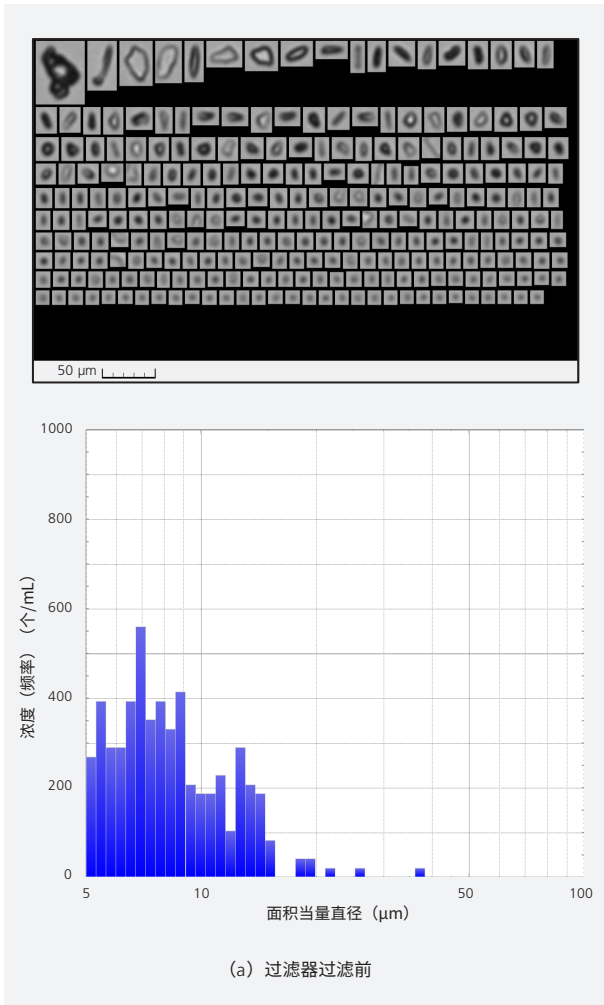


图4 标称直径 0.2 μm 的球状二氧化硅料浆过滤前后的颗粒图像及粒径分布

图4所示为标称直径 0.2 μm 的球状二氧化硅料浆在过滤前后的颗粒图像及粒径分布。从过滤器过滤前的颗粒图像来看，可以观察到长边超过 10 μm 的鳞片状、折射率接近水的颗粒（颗粒折射率越是接近溶剂，图像越接近透明）。从粒径分布来看，检出的主要是 10 μm 左右的颗粒，呈最大面积当量直径接近 40 μm 的分布。而与过滤前相比，过滤器过滤后的颗粒明显减少。另外，还可以观察到超过过滤器孔径 0.8 μm 的颗粒，表明经过过滤后，仍不能完全去除超过过滤器孔径的颗粒。

表2 过滤器过滤前后的颗粒浓度

	观测颗粒数 (个)	颗粒浓度 (个/mL) *
过滤器过滤前	266	5511
过滤器过滤后	9	186
颗粒去除率 (%)	96.6	

\* 颗粒浓度根据观测颗粒数、微池容积、拍摄张数计算。

具体的颗粒浓度变化如表2所示。过滤器过滤前的颗粒浓度为 5511 个/mL，过滤器过滤后为 186 个/mL，过滤器的颗粒去除率为 96.6%。

## 总结

使用 iSpect DIA-10 对 50 mg/mL 的标称直径为 0.2 μm 的市售二氧化硅料浆原液进行直接检测，成功完成了对 μm 量级的粗颗粒的过滤前后浓度的定量评价。另外，发现粗颗粒并不能按过滤器孔径完全去除，通过检测进行确认是非常重要的。iSpect DIA-10 采用微量池方式，针对高浓度的亚微米颗粒料浆，也可以按原液或减小稀释倍数进行检测。检出效率高，可在短时间内完成检测，因此，对质量控制中的粗颗粒（异物或凝聚物）检测和浓度评价是有效的。

岛津应用云



iSpect 是岛津制作所株式会社在日本及其他国家的商标。



岛津企业管理（中国）有限公司  
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话：800-810-0439  
400-650-0439

免责声明：

\* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；  
\* 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。  
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2020年6月