

高濃度シリカナノ粒子スラリー中の粗大粒子の濃度評価

– 動的画像解析法による異物検出 –

シリカは半導体などの電子部品の封止材や塗料の充填剤など幅広い分野で用いられています。シリカに意図しない粗大粒子（異物や凝集物）が含まれている場合、電子部品においては成形不良・絶縁不良・電気特性不良の発生、塗料においては塗膜の強度低下・ムラの発生などの不良原因となる可能性があります。

シリカのサイズ評価にはレーザ回折・散乱式粒子径分布測定装置（以下、LD）や走査電子顕微鏡（以下、SEM）などが用いられています。しかし、LD の場合は微量の粗大粒子の感度が低いこと、SEM の場合は観察視野が狭いため測定時間が長くなり、計測数を十分に確保できないうえに、濃度情報が得られない、といった問題があります。一方、動的画像解析法は短時間で定量的に多数の粒子の画像を得ることができるため、微量な粗大粒子の検出および濃度評価を迅速に行う目的に適しています。

ダイナミック粒子画像解析システム iSpect™ DIA-10（図1）は、動的画像解析法に基づき、液体試料中の粒子画像を取得し、粒子径分布・粒子濃度・形状測定を行う装置です。見逃しが少ない光学系（撮影効率 90%以上）で数分で数万個の粒子の解析が可能です。またマイクロセル方式を採用しており、サンプル容器内では白濁して光を透過しないような試料でも測定できることがあり、原液ないしは低希釈率で測定することで、前処理の手間や希釈による試料への影響を少なく出来る可能性があります。

ここでは、iSpect DIA-10 を用いてシリカナノ粒子スラリー中の粗大粒子濃度を原液のまま評価した事例を紹介します。

H. Maeda



図1 ダイナミック粒子画像解析システム iSpect™ DIA-10

■ 試料と方法

試料には市販の呼び径 0.2 μm のシリカスラリー（濃度：50 mg/mL）を用いました。図2にシリカスラリーの外観を示します。試料液の原液および、これを孔径 0.8 μm のシリンジフィルタによりろ過した液体をそれぞれ表1の条件で測定しました。

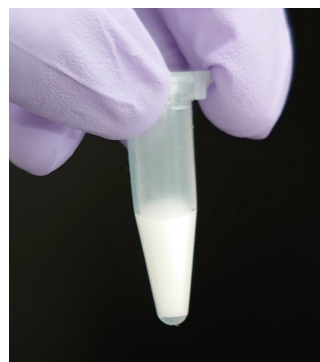


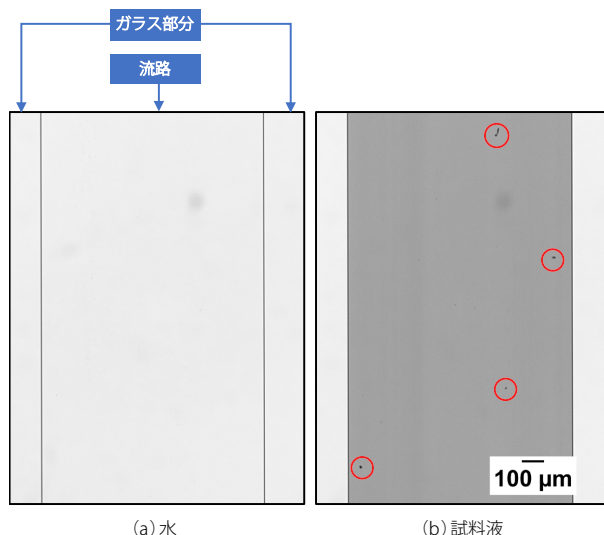
図2 呼び径 0.2 μm のシリカスラリーの外観

表1 測定条件

Frame rate	: 8 frame/sec
Efficiency	: 97 %
Sample amount	: 50 μL
Threshold	: 130
Flow rate	: 0.1 mL/min

■ 測定結果

図3に装置で撮影したセルの画像を示します（画像はグレースケールです）。図3から、(a) 水では流路とガラス部分のいずれも同じように光が透過していることが分かります。(b) 試料液については、サブミクロンの粒子は粒子としては識別しておらず、流路全体が濃度に応じて暗く見えています。図2の外観からは白濁して完全に光を透過しないように見えますが、マイクロセルの厚みが 120 μm と薄いため、測定が可能になり、粗大粒子の検出が出来ます（赤丸内が検出された粒子）。



(a) 水

(b) 試料液

図3 セルの画像

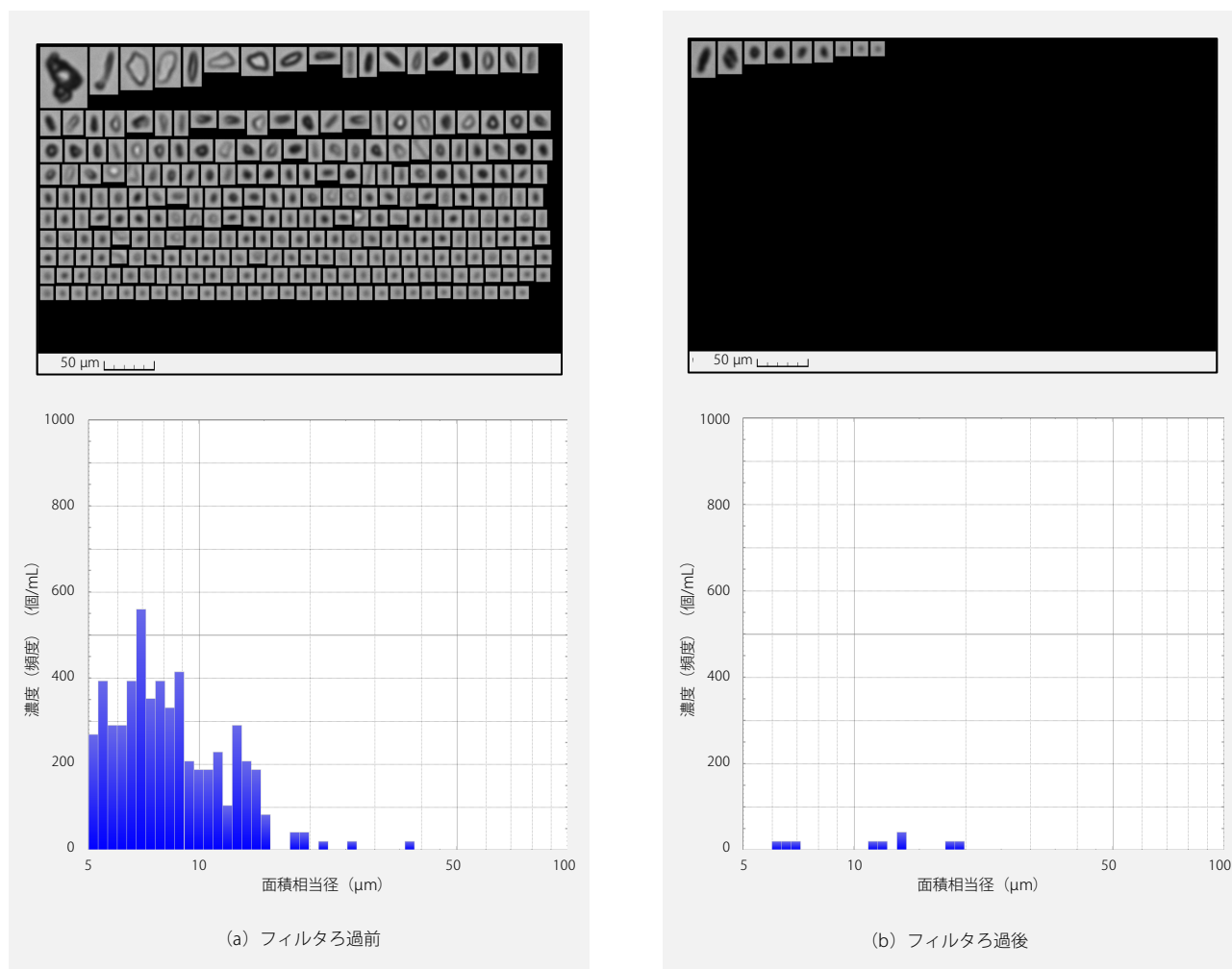


図4 呼び径 0.2 μm の球状シリカスラリーのろ過前後の粒子画像および粒子径分布

図4に呼び径 0.2 μm のシリカスラリーのろ過前後の粒子画像および粒子径分布を示します。フィルタろ過前の粒子画像から、長辺が 10 μm を超える鱗片状で屈折率が水に近い粒子が確認できます（屈折率が溶媒に近い粒子ほど、画像が透明に近くなります）。粒子径分布から、主に 10 μm 前後の粒子が多く検出されており、最大で面積相当径 40 μm 弱までの分布となっていることが分かります。一方、フィルタろ過後はフィルタろ過前と比較して粒子が減少していることが分かります。またフィルタ孔径である 0.8 μm を超える粒子が見られることから、ろ過を行ったとしてもフィルタ孔径以上の粒子が完全に除去されるわけではないことが分かります。

表2 フィルタろ過前後の粒子濃度

	観測粒子数 (個)	粒子濃度 (個/mL) *
フィルタろ過前	266	5511
フィルタろ過後	9	186
粒子の除去率 (%)	96.6	

* 粒子濃度は観測粒子数、セル容積、撮影枚数から計算。

具体的な粒子濃度の変化を表2に示します。フィルタろ過前の粒子濃度は 5511 個/mL、フィルタろ過後は 186 個/mL で、フィルタによる粒子の除去率は 96.6 %でした。

■ まとめ

iSpect DIA-10 を用い、50 mg/mL の呼び径 0.2 μm の市販シリカスラリーを原液のまま測定し、μm オーダーの粗大粒子のフィルタろ過前後の濃度を定量的に評価することができました。また粗大粒子が必ずしもフィルタ孔径通りに除去されるとは限らず、測定による確認が重要であることがわかりました。iSpect DIA-10 はマイクロセル方式により高濃度のサブミクロン粒子のスラリーも原液もしくは低希釈率で測定することが可能です。検出効率が高く、短時間で測定可能なため、品質管理における粗大粒子（異物や凝集物）の検出および濃度評価に有効です。

iSpect は、株式会社 島津製作所の日本およびその他の国における商標です。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2020年6月
島津コールセンター ☎ 0120-131691
(075) 813-1691

※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。改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。