

單微粒感應耦合電漿質譜儀應用於錫奈米粒子之量測

許家晴^{1*}, 陳春華², 廖晏瑩¹, 賴孟慈², 許卿恒³, 蘇秋瑾^{2*}

1台灣安捷倫科技股份有限公司
2工業技術研究院材化所
3台灣巴斯夫股份有限公司

2021
環分年會

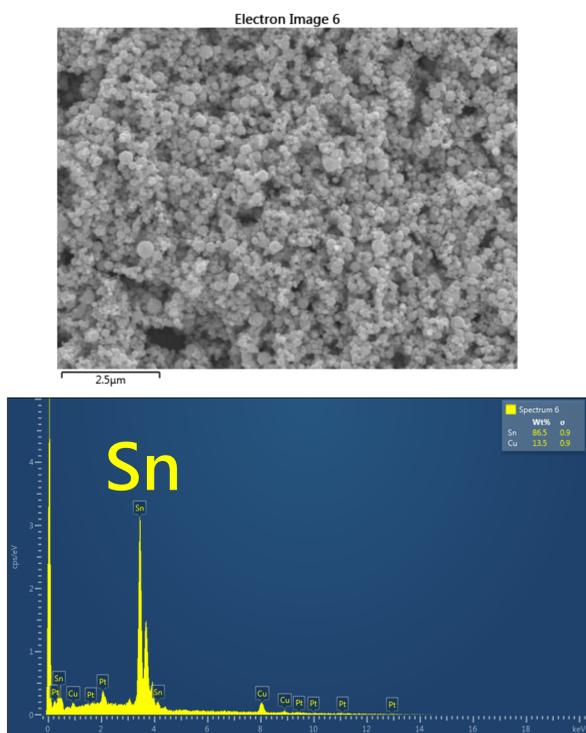


Introduction

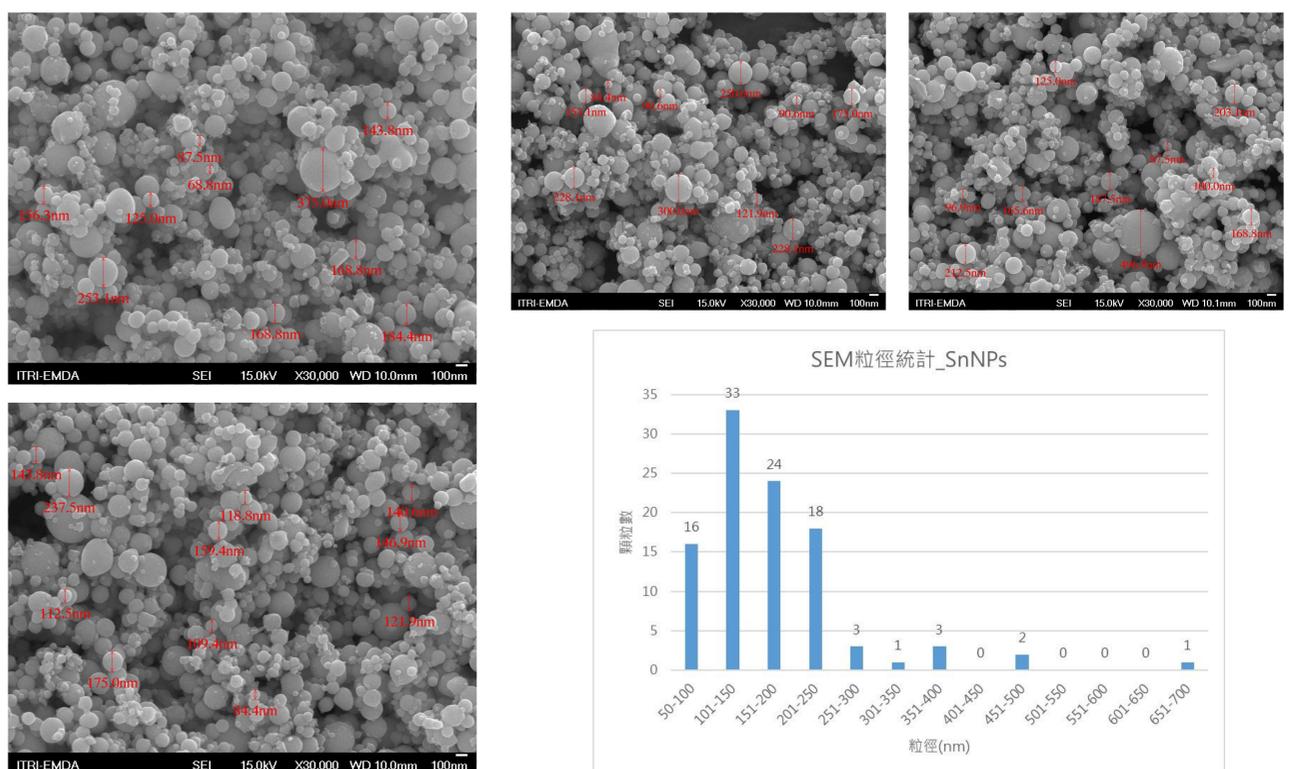
由於錫奈米粒子具有較大的比表面積、熔融溫度低、成本低且具有耐腐蝕的特性，不容易在空氣中氧化，因此被廣泛用於氣體偵測器、印刷電子產品的導電油墨、電子產品中的無鉛焊料以及鋰和鈉離子電池中的陽極材料作為相變材料。當此材料被廣泛應用後對於環境也會造成一定程度的影響，此外人體若攝入過量錫，可能會引發胃痛、貧血及肝、腎問題。因此，本研究以單微粒感應耦合電漿質譜儀(spICP-MS) 建立錫奈米粒子(Tin Nanoparticles)的分析技術並同時以掃描式電子顯微鏡(SEM)進行驗證。於spICP-MS以粒徑分布均一的奈米粒子標準品(如奈米銀、奈米鐵)為RM進行粒徑分布及粒子濃度的計算，比較不同RM間計算結果的差異，並藉由SEM影像進行結果驗證。初步分析結果如下圖所示，單微粒感應耦合電漿質譜儀能分析尺寸分布大的錫奈米粒子，了解樣品中實際尺寸分布情況，分析結果與影像觀測相符。藉由此研究持續提升環境中工程奈米粒子的檢測能力，所建立的工程奈米粒子檢測技術，後續亦可應用於分析環境中的水體或製程廢水中的工程奈米粒子，有助於探討環境中奈米粒子之特性。

SEM/EDS分析

Sn奈米粒子組成分析



Sn奈米粒子SEM影像及尺寸分布統計

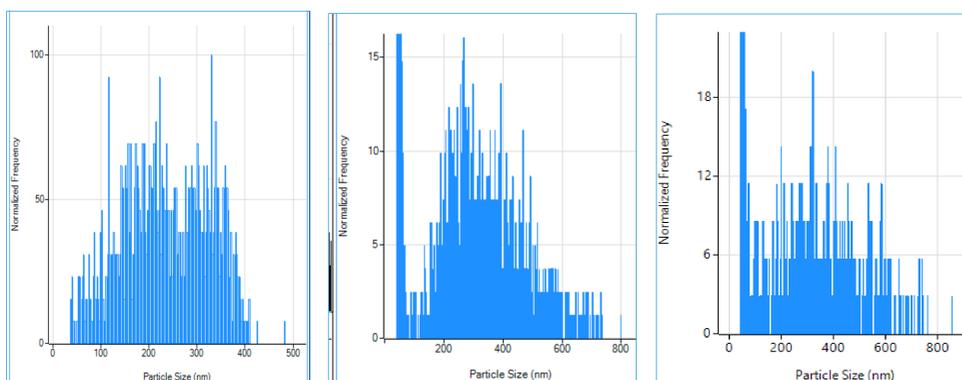


spICP-MS量測分析Sn奈米粒子尺寸

RM: Fe 30nm
Matrix: DIW

RM: Fe 30nm
Matrix: PGME

RM: Ag 40nm
Matrix: DIW



以spICP-MS分析Sn奈米粒子，無論使用奈米銀或奈米鐵為RM，在水或是有機溶劑PGME中具有一致的結果。尺寸分布範圍均在100~600nm之間。

spICP-MS分析Sn奈米粒子尺寸_震盪影響

RM: Ag 40nm
Matrix: DIW

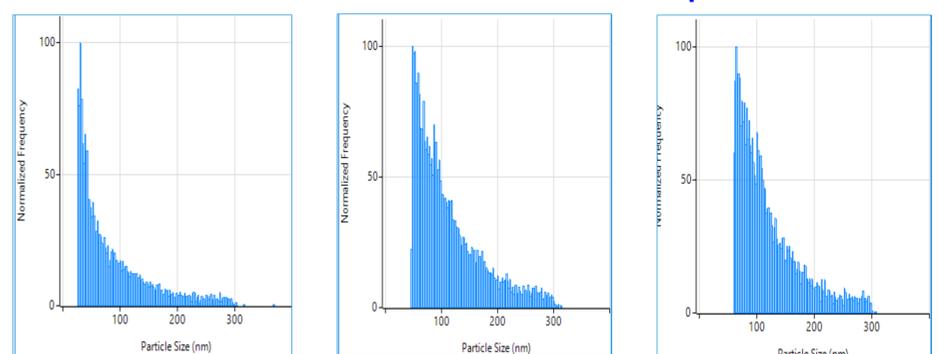
RM: Ag 40nm
Matrix: DIW

RM: Ag 40nm
Matrix: DIW

Ultrasonic: 2.5hr

Ultrasonic: 3.5hr

Ultrasonic: 3.5hr
Tip sonicate 6min

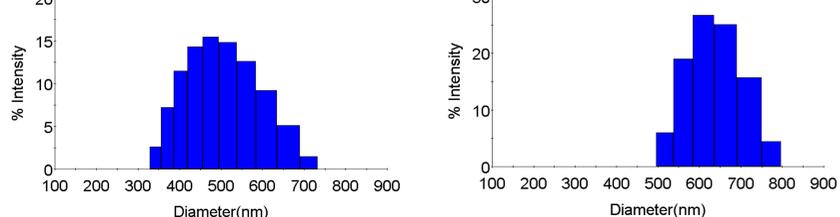


將Sn奈米樣品經超音波震盪後，聚集的大顆粒被分散，超過300nm的顆粒顯著降低，<100nm的顆粒顯著增加。

DLS量測分析Sn奈米粒子圖譜

超音波震盪前

超音波震盪前



以DLS進行量測，樣品濃度約300ppm，尺寸分布範圍約350~750nm；震盪後尺寸分布範圍約500~800nm。

Conclusion

- 由EDS觀測確認奈米粒子的組成為Sn，統計SEM影像的Sn奈米粒子尺寸其顆粒大小主要分布介於50~300nm，但也觀測到顆粒有團聚現象。
- 以spICP-MS分析Sn奈米粒子，即使使用不同RM，在水或有機溶劑PGME中，Sn奈米粒子尺寸分布接近；而經過震盪後，液體內顆粒聚集減少，液體內<100nm分布增加。
- DLS受限於偵測器感度，所需樣品濃度偏高，對於易聚集的氧化物奈米粒子不易量到其真實尺寸分布。
- 總而言之，EDS的分析結果僅能代表局部的狀態，適合觀測大粒子；spICP-MS的分析結果較能代表溶液中粒子分布的整體狀態。