

微小粒子の分析方法

～最適な手法を選択するためのポイント～

微小粒子の分析方法としては、電子顕微鏡観察、シングルパーティクルICP-MS、動的光散乱などが挙げられる。目的に応じた最適な手法を選択するため、これら3手法の特徴をまとめた。また、各手法で得られる情報を比較するため、標準粒子を測定した結果についても紹介する。

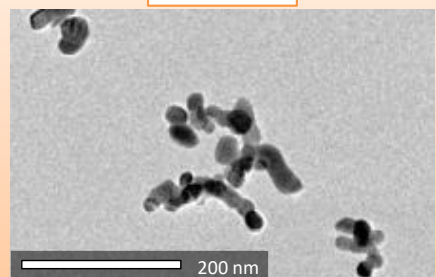
各手法の概要

分析手法	原理	取得情報	特徴と適用例
◆電子顕微鏡観察 (SEM, TEMなど)	電子線と試料との相互作用(散乱、回折、干渉現象など)を利用して、観察を行う。	・形状 ・粒径 ・組成	特徴 <ul style="list-style-type: none"> ・粒子を直接観察可能 ・個々の粒子の組成を測定可能 ・測定可能粒径…数Å～数mm ・局所観察となるため、試料全体の情報取得が困難 適用例 担持触媒金属粒子の分析
◆シングルパーティクル ICP-MS (spICP-MS)	測定液中の粒子をプラズマでイオン化し、元素ごとに分離して検出する。検出頻度から濃度を、信号強度から粒径を算出する。	・粒径分布 ・粒子濃度 ・元素情報	特徴 <ul style="list-style-type: none"> ・低濃度の粒子(約1万個/mL)を測定可能 ・金属種を識別して測定可能 ・測定可能粒径: 数十nm～数百nm ・金属元素を含まない粒子は測定不可能 適用例 薬液中の不純物粒子分析
◆動的光散乱 (DLS)	液中でブラウン運動をする粒子に光を照射し、散乱光に生じる揺らぎを解析することで粒径情報を得る。	・粒径分布	特徴 <ul style="list-style-type: none"> ・粒子組成の制約なしに粒径を測定可能 ・粒子情報(屈折率など)が不必要 ・測定可能粒径: 1 nm～数百nm ・低濃度の粒子は測定(検出)が困難 適用例 ポリマーの分散状態変化の解析

各手法での粒子分析例

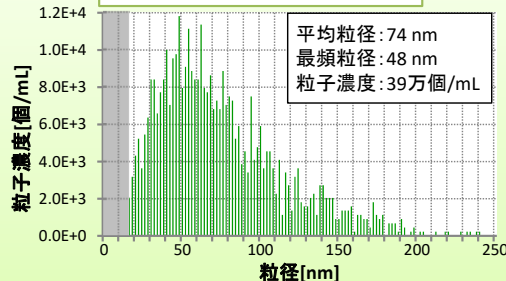
ZrO₂ 粒子分散液

◆ TEM画像



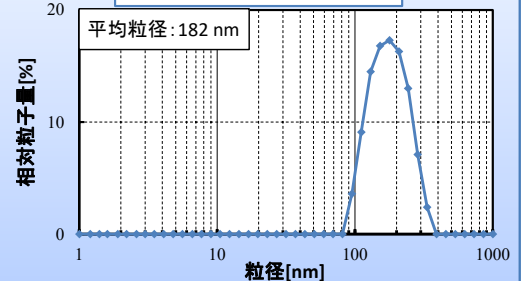
粒子の凝集を確認。
1次粒子の大きさ・形にばらつきがある。

◆ spICP-MSによる分析結果



数十～数百nmの広い粒径範囲の粒子を検出。
*)1次粒子と凝集した粒子の両方が検出されたと考えられる。

◆ DLSによる分析結果

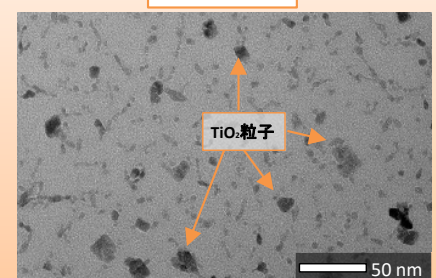


100～300 nm程度の粒子を検出。

*)凝集して大きくなった粒子からの散乱光が支配的となり、小さな1次粒子を検出できなかった可能性がある。

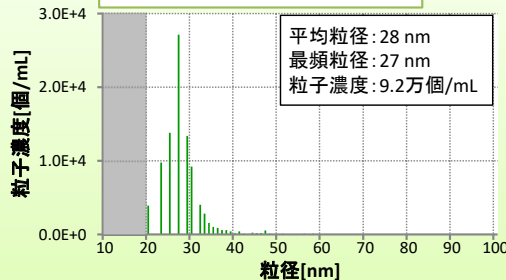
TiO₂ 粒子分散液

◆ TEM画像



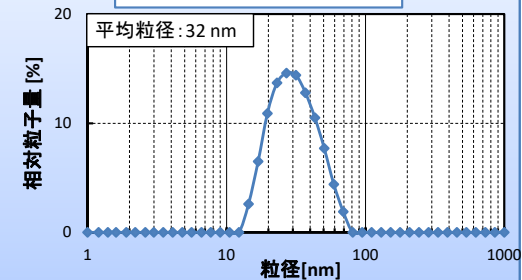
粒子は凝集していない。
20 nm以下の粒子を多数確認。

◆ spICP-MSによる分析結果



30 nm付近が平均粒径となるシャープな粒径分布を取得。
*)20 nmより小さい粒子は感度不足のため検出できていない。

◆ DLSによる分析結果



30 nm付近が平均粒径となる粒径分布を取得。

目的に合わせた手法をご提案いたします。粒子分析でお困りでしたら、是非ご相談ください！！