

奈米碳酸鈣及奈米珍珠粉之粒徑量測方法

Methods of Measuring the Particle Size of Nano-Calcium Carbonate and Nano-Pearl Powder

1. 適用範圍：本量測方法適用於奈米碳酸鈣及奈米珍珠粉粒徑大小/分布及元素鑑定之量測。
2. 檢驗方法：檢體經適當前處理後，以動態光散射粒徑分析儀(dynamic light scattering spectrometer, DLS)、掃描式電子顯微鏡(scanning electron microscope, SEM)或穿透式電子顯微鏡(transmission electron microscope, TEM)分析之方法。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 動態光散射粒徑分析儀：粒徑量測範圍0.6~6000 nm。
 - 2.1.2. 掃描式電子顯微鏡：附X射線能量分散光譜儀(energy dispersive spectroscope)。
 - 2.1.3. 穿透式電子顯微鏡：附X射線能量分散光譜儀。
 - 2.1.4. 真空鍍膜機(Vacuum sputter coaters)。
 - 2.1.5. 超音波振盪器(Ultrasonicator)。
 - 2.1.6. 離心機(Centrifuge)：可達1500 rpm以上。
 - 2.1.7. 旋渦混合器(Vortex Mixer)。
 - 2.2. 試藥：六偏磷酸鈉(sodium hexametaphosphate)及無水乙醇均採用試藥特級；去離子水(比電阻於25°C可達18 MΩ·cm以上)。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 離心管：15 mL及50 mL，PP材質。
 - 2.3.2. 濾膜：孔徑0.22 μm，PVDF材質。
 - 2.3.3. 比色管：10×10×45 mm，acryl/acrylic材質。
 - 2.3.4. 鍍碳銅網(Grid)。
 - 2.3.5. 電子顯微鏡用導電性碳膠帶。
 - 2.3.6. 試管。
 - 2.3.7. 濾紙。
 - 2.4. 0.5%六偏磷酸鈉溶液之調製：

取六偏磷酸鈉0.5 g，以去離子水溶解使成100 mL，經濾膜過濾。

2.5. 量測方法：

2.5.1. 動態光散射粒徑分析儀：

取檢體0.3 g，置於50 mL離心管中，加入0.5%六偏磷酸鈉溶液30 mL，旋渦混合均勻，靜置30分鐘。取出中間層懸浮液10 mL(避開上層泡沫)，置於15 mL離心管中，以1500 rpm離心20分鐘，將上層液移入試管中，超音波振盪20分鐘，取1 mL，置於比色管中，擦拭比色管透光面後置入動態光散射粒徑分析儀中，依下列條件進行量測^(註1)。重複量測6次，取其平均值(Z-average particle size)即為檢體之粒徑大小。另由分析軟體求得檢體之粒徑大小分布圖。

動態光散射粒徑分析條件^(註2)：

平衡時間：150秒。

平衡溫度：25°C。

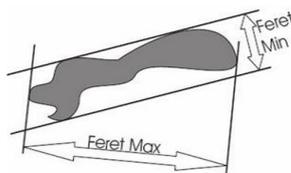
溶劑折射率：1.330。

註1：以動態光散射粒徑分析儀量測檢體前，應先以粒徑標準液(誤差10%以內)進行校正。量測時建議計數率(count rate)介於50~400 kCps (kilocounts per second)，微粒低於50表示檢體濃度過稀，高於400表示檢體濃度過濃，需進行適當調整。另建議多分散性指數(polydispersity index, PDI)小於0.3。

註2：上述測定條件不適時，可依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

2.5.2. 掃描式電子顯微鏡：

取適量檢體，均勻灑在導電性碳膠帶上，以噴氣吹球除去未黏著之檢體，置入真空鍍膜機中鍍膜後，以掃描式電子顯微鏡觀察。粒徑分析前，以X射線能量分散光譜確認待測粒子成分，且拍攝至少15張圖以上，從中取300顆以上之單一微粒^(註)進行尺寸量測，依下列計算式求出檢體之平均粒徑(nm)及長寬比(aspect ratio)，並分別繪製長軸尺寸及短軸尺寸之粒徑數量分布長條圖。



$$\text{檢體微粒之平均粒徑(nm)} = \frac{\sum \frac{(L+S)}{2}}{n}$$

$$\text{檢體微粒之長寬比} = \frac{\sum \frac{L}{S}}{n}$$

L：微粒之長軸尺寸

S：微粒之短軸尺寸

n：選取之微粒數， $n \geq 300$

註：被選取之粒子應儘量與其他粒子分離及具有清楚輪廓，且影像中只要是分離之粒子皆須被計數。

2.5.3. 穿透式電子顯微鏡：

取檢體0.3 g，置於50 mL離心管中，加入0.5%六偏磷酸鈉溶液30 mL，旋渦混合均勻，以無水乙醇稀釋1000倍，超音波振盪均勻，取10 μ L滴於培養皿之鍍碳銅網上，將培養皿之上蓋蓋上，於室溫靜置5至20分鐘，以濾紙吸除多餘液體，於室溫下乾燥。粒徑分析前，以X射線能量分散光譜確認待測粒子成分，且拍攝至少15張圖以上，從中隨機取300顆以上之單一微粒^(註)進行尺寸量測，依2.5.2節計算式求出檢體之平均粒徑(nm)及長寬比，並分別繪製長軸尺寸及短軸尺寸之粒徑數量分布長條圖。

註：被選取之粒子應儘量與其他粒子分離及具有清楚輪廓，且影像中只要是分離之粒子皆須被計數。

附註：1. 製備過程應穿戴適當之個人防護裝備(如:手套、實驗衣、護目鏡及呼吸器等)。

2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。

參考文獻：

1. ISO. 2012. Nanotechnologies- Guidance on physico-chemical characterization of engineered nanoscale materials for toxicologic

- assessment. ISO/TR 13014.
2. Merkus, H. G. 2009. Particle Size Measurements: Fundamentals, Practice, Quality. Springer.