

聚酰亚胺的粒度检测方案

作者: Janna Zhang 编辑: Jason Wu

摘要: **目的:** 针对聚酰亚胺 (PI胶) 进行全面的分析, 找到一种如何检测聚酰亚胺的分析方案。 **方法:** 针对于聚酰亚胺样品, 用AccuSizer 780 A7000 SIS进行粒度检测, 获得粒度分布的同时, 也可以对聚酰亚胺样品内部粒子的大小进行定量分析。 **结论:** 粒度分布对PI膜的性能有重要影响, SPOS技术凭借其超高的分辨率, 精准的颗粒计数功能, 超低的测试下限及超广的测量范围, 将成为面板行业客户的粒度测试的首要选择。

关键字: 聚酰亚胺、粒径、粒度检测、微米、PSS、AccuSizer 780

综述: 聚酰亚胺 (Polyimide) 作为综合性能最佳的有机高分子材料之一, 在液晶、微电子、分离膜等领域有着广泛的应用, 可以说“没有聚酰亚胺就不会有今天的微电子技术”。这篇技术文稿主要介绍的是单颗粒光学传感技术 (SPOS) 在PI材料的粒度测试方面的应用。

单颗粒光学传感技术 (SPOS) 的简介

单颗粒光学传感技术 (SPOS) 是一种用于测量溶剂中悬浮粒子的尺寸和浓度的通用技术。液体中的粒子流经样品池, 在激光光源的照射下, 进行粒子间的相互阻挡或者散射。(图1) 而粒子间的相互阻挡和散射是和粒子的大小和浓度是有关系的, 利用脉冲幅度分析器和校准曲线便可以得到悬浮粒子的浓度和粒子大小的分布。

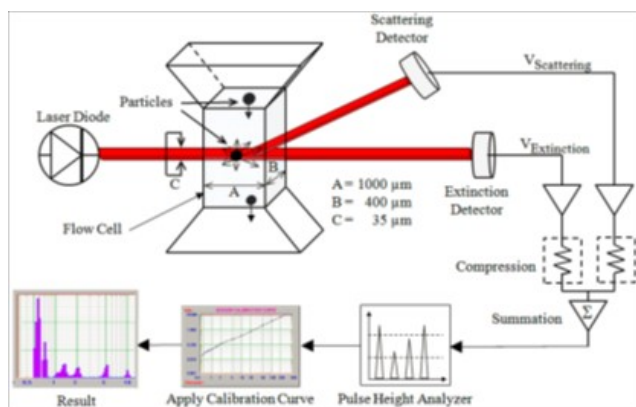


图1: LE 400-05 SPOS传感器

Accusizer 整套设备采用的是光阻结合光散射为一体的单颗粒光学传感的专利技术, 它可以检测和计数粒径在0.5μm以上的微粒 (图1), 较低的测试下限可以满足用户的需求。

PI (Polyimide) 膜 (微电子应用)

聚酰亚胺 (PI) 是指主链上含有酰亚胺环 (-CO-NH-CO-) 的一类聚合物, 分子结构十分稳定, 具有高模量、高强度、耐高低温、轻质、阻燃等特性。在有机高分子材料中, 位于金字塔的顶端。而PI膜目前主要应用于柔性印刷电路和电工绝缘材料等领域, 见下:

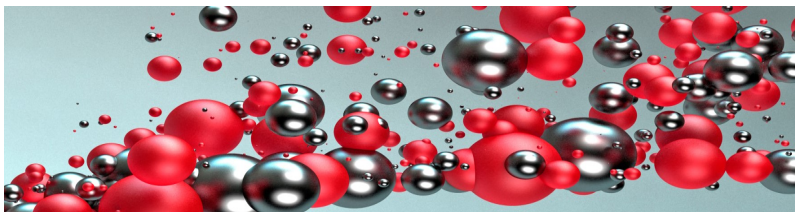
1、柔性屏基板膜: 显示行业中, OLED取代LCD成为行业趋势, 显示面板正沿着曲面→可折叠→可卷曲的方向前进, 实现柔性屏的关键在于有机发光材料和所用膜材。PI基板材料以其优良的耐高温特性、力学性能及耐化学稳定性见长, 是目前综合性能最佳的柔性基板材料。黄色PI是主流OLED产品中的基材, 透明PI是未来可折叠、可卷曲OLED产品中代替玻璃基板的最佳方案。

2、液晶取向排列剂: 液晶盒内直接与液晶接触的一薄层物质被称之为取向层, 作用是使液晶分子按一定的方向和角度排列, 直接影响显示性能的优劣。这种有机高分子薄膜的材料就是聚酰亚胺。PI通过二酐与二胺在低温下聚合反应生成聚酰胺酸 (简称PA), 高温下脱水发生环化反应成为聚酰亚胺。其中PA具有良好的可溶性, 易调节浓度和粘度, 适当固化条件下形成不溶的稳定的PI膜, PI膜表面以摩擦方式磨出沟槽, 使液晶分子定向排列。

Particle Sizing Systems

Building solutions one particle at a time.





聚酰亚胺的粒度检测方案

作者: Janna Zhang 编辑: Jason Wu

PI材料的粒度测试

PI材料的粒度分布直接影响其在电子行业的应用。杂质大粒子越多，膜的性能越差，SPOS技术可准确检测PI液中的粒径大小和浓度分布。根据其不同应用，客户的关注粒径点也不同，综合在 $0.5\mu\text{m}$ ， $0.8\mu\text{m}$ ， $1\mu\text{m}$ ， $3\mu\text{m}$ 等。Accusizer设备具有512个测试通道，32个自定义通道，超高分辨率及精准计数功能，完全可满足客户需求。

Accusizer结果:

一. 溶剂背景

PI胶的常用稀释溶剂为NMP、DMAC，为保证背景对测试结果无影响，需保证稀释溶剂及样品容器的洁净度，因此测试前对NMP溶剂进行过滤，直至大于 $0.5\mu\text{m}$ 的粒子浓度在100颗以下：

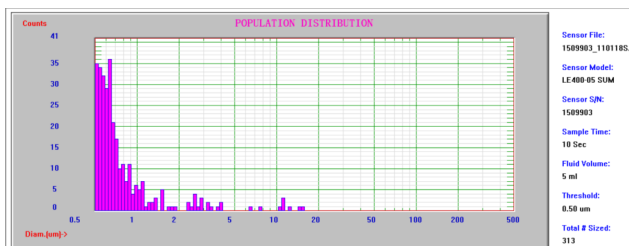


图2: NMP溶剂的测试结果

采用780SIS光学粒度分析仪测试过滤后的NMP溶剂，进样量5ml， $0.5\mu\text{m}$ 以上粒子为313#，浓度为63#/ml，满足洁净度要求，可用该溶剂测试PI胶。注意：实验需在洁净工作台上运行，排除环境中的粒子干扰，过滤时滤膜具有一定寿命，需及时更换。

二. 样品测试:

PI溶液为粘稠液体，其粘度和聚酰亚胺的含量和分子量有关，测试时不仅需要关注 $0.5\text{--}3\mu\text{m}$ 之间的小粒子， $100\mu\text{m}$ 以上的大粒子更会影响膜的粘结性和电损耗率。

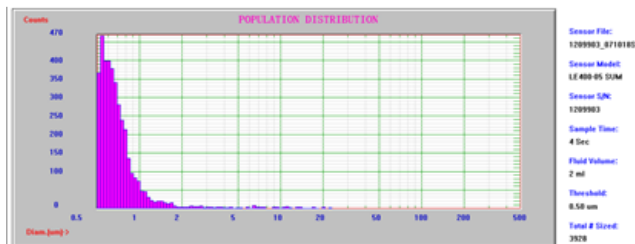


图3: PI测试结果-Number

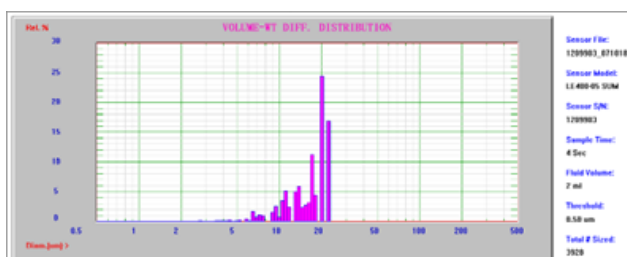


图4: PI测试结果-Volume

Accusizer软件采用同一数据源，呈现Number、Area、Number不同权重分布，可清晰检测出样品的整体粒径分布及尾端大粒子。

图5: 自定义通道分布

32个自定义通道可帮助客户自主选择目标粒径范围，减少数据分析量。

Number of Pulls = 1		Volume of Pull = 5.0 ml						
Large Volume Injectables		Cumulative Number of Particles Per Pull Volume						
PULL		CH1 0.7	CH2 0.8	CH3 0.9	CH4 1.0	CH5 2.0	CH7 10.0	CH8 25.0 [µm]
1		127	97	82	71	25	11	5
MEAN #		127	97	82	71	25	11	5
#/ml		25	19	16	14	5	2	1

结论:

在未来的微电子行业中，尤其是柔性OLED的生产制造，PI膜将凭借其优良的结构和功能成为新材料领域的热点。粒度分布对PI膜的性能有重要影响，SPOS技术凭借其超高的分辨率，精准的颗粒计数功能，超低的测试下限及超广的测量范围，将成为面板行业客户的粒度测试的首要选择。