

## **Die Größenbestimmung und Verteilung von Nanopartikeln in Flüssigkeiten**

Die DLS - Dynamische Lichtstreuungs - Messung ist bekanntermaßen eine leistungsfähige und vielseitige Technik zur Größen- und Mengenbestimmung von Partikeln geringer Feret-Durchmesser in Flüssigkeiten. Die Methode beruht auf der Analyse durch die Brownsche Bewegung bedingter Partikel - Bewegungen im flüssigen Medium. Sie erlaubt vor Allem Größen-Bestimmungen im Nanometer- lt. Herstellerangabe bis hinein in den Mikrometer - Bereich. Die bekannten Nachteile der Streulicht-Messmethode beim Messen dunkel gefärbter Dispersionen oder solchen von sehr hoher Dichte sind Laser-Absorption und Mehrfachstreuung. Der für die im Clear & Clean Forschungslabor eingesetzte Nano-Partikel-Analysator bewältigt diese Herausforderungen vor Allem durch eine originelle Konstruktion der Messzelle. (Tafel 1) Daraus resultieren die folgenden Verbesserungen gegenüber dem Stand der Technik :

- Der Aufbau des Streulicht-Sensors hat eine höhere Effizienz für kleinere, intransparente Proben. und:
- Die flüssige Probe wird nach Pipettenauftrag geräteseitig in die Form eines flüssigen Films zwischen 460 nm und 1000 µm Dicke gebracht, die geräteseitig einstellbar ist. Dadurch ist es möglich geworden, Artefakte infolge von Mehrfachstreuung und Laser-induzierte thermische Effekte durch Licht - Absorption weitgehend zu vermeiden.

### Innovative Geometrie

Bei der Messzelle trifft ein Laserstrahl auf eine der Katheten - Flächen eines rechtwinkligen, optischen Prismas. Er tritt durch diese hindurch und wird im Glas-Volumen inwendig von der Hypotenuse - Fläche des Prismas rechtwinklig nach oben hin abgelenkt. Der Strahl durchdringt dann ein Quarzglas, auf dem sich die zu analysierende Probe befindet. In der Probe bewirkt der Strahl eine Lichtstreuung. Das Streulicht gelangt auf die Hypotenuse - Fläche des Prismas, wird dort in einem Winkel von 135° relativ zur Achse des einfallenden Strahls abgelenkt, von einem Sekundärelektronen - Vervielfacher oder einer Avalanche - Diode aufgenommen und in ein elektrisches Signal gewandelt. Die Messzelle ist zudem durch eine mechanische Vorrichtung hermetisch abgeschlossen, die u.a. aus einem beweglichen Glasstab mit einer Photonen - Falle besteht. Der Glasstab hat sowohl die Funktion den überschüssigen Teil des übertragenen Lichts zu absorbieren und zweitens die Probendicke bis hin zu einigen hundert Nanometern zu reduzieren.

### Voreinstellungen

Um eine der Empfindlichkeit des Photomultipliers angepasste Streulicht - Intensität sicherzustellen, wird diese vor Beginn der Messung eingestellt. Gleichzeitig wird dabei das Korrelogramm eines Impulshöhen - Analysators erzeugt.

### Die Messwert-Ausgabe

Die Messwertausgabe des Vasco-Photonen - Korrelations - Spektroskops erfolgt in drei Parametern:

1. Die relative Intensität: Das ist die Verteilung der Streulicht - Intensität aufgetragen über eine Anzahl von Kanälen aufsteigender Partikeldurchmesser von 0 - 10 µm.
2. Der relative Volumenanteil: Das ist das Partikelvolumen in %, aufgetragen über eine Anzahl von Kanälen aufsteigender Partikeldurchmesser von 0 - 10 µm..
3. Die relative Partikelmenge: Das ist die Partikelanzahl in %, aufgetragen über eine Anzahl von Kanälen aufsteigender Partikeldurchmesser von 0 - 10 µm..

Alle erhaltenen Messwerte beziehen sich also auf einen bestimmten Kanal relativ zur jeweiligen Gesamtheit der gemessenen Streulicht-Intensität, des Partikel - Volumens und der Partikelmenge.

Die Anzahl der Kanäle ist vom Geräte-Bediener einstellbar

### Die Applikationen

Mit dem Partikelzähler ist es lt. Herstellerangabe möglich, Partikelproben des Durchmesser-Bereichs 1 nm bis 10 µm zu bestimmen. Dies jedoch nicht allein: Im Rahmen der Analyse von Partikelmengen über einen relativ großen Scanbereich von Partikelgrößen ist es auch möglich Fingerprint-Vergleiche durchzuführen. Es soll jedoch nicht verschwiegen werden, dass der Zähler bei einem Teilchenangebot überwiegend großer Partikel im Bereich von 2-10 µm bei uns bisher nicht wirklich einwandfrei funktionierte. Er ist für Partikel im Bereich von < 0,5 µm und darunter konzipiert und dort versieht er seinen Dienst einwandfrei.

### Literatur

„Nanoparticle Tracking Analysis - A Review of Applications and Usage, 2010 -2012“ Bob Carr, NanoSight Ltd. UK, Matthew Wright, Malvern Instruments Inc. USA