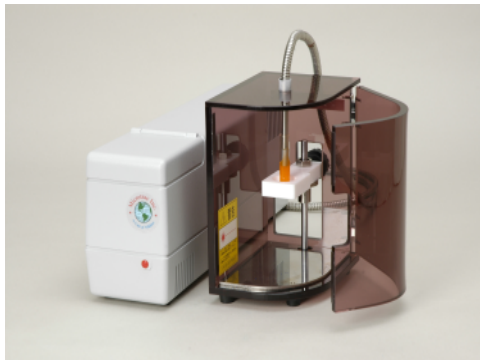


NEWSLETTER #4 April 2006

Größenbestimmung an Nanodispersionen mit DLS - Eintauchsonde

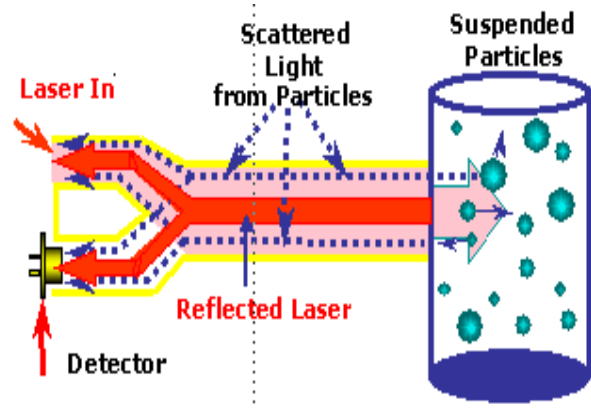
In den meisten Analysegeräten, die für die Partikelgrößenbestimmung an kolloidalen Stoffsystemen ausgelegt sind, werden Einweg- oder Glasküvetten eingesetzt. Der NANOTRAC von Microtrac ermöglicht es, mit einer Eintauchsonde das Produkt auf einfachste Weise direkt im Probengefäß zu vermessen. Probenmengen von 1 ml reichen aus.



DAS MESSPRINZIP

Das Messprinzip dieses Analysegerätes beruht auf der dynamischen Lichtstreuung (DLS) in einer 180° Heterodyn - Rückstreuunganordnung. Bei dieser Geometrie wird zum gestreuten Licht ein Teil des Laserstrahls dazugemischt. Dies hat denselben positiven Effekt auf das Signal/Rausch - Verhältnis wie die Überlagerung aller Lichtwellenlängen in einem Fourier - Spektrometer.

Das 780 nm Laserlicht wird auf der einen Seite einer Lichtfaser - Gabel eingekoppelt. Zurück kommt in derselben Faser der Anteil des an der Glaswand reflektierten Laserlichts und das von der Probe rückwärts gestreute Licht. Beides teilt sich gleichmäßig auf die beiden Gabeläste auf. So kann im zweiten Ast der Gabel ein Detektor angebracht werden, in dem das gemischte Licht registriert wird. Die Fluktuation des Signals, das durch die Brown'sche Bewegung im Streulicht und damit im Gesamtsignal erzeugt wird, trägt über die bekannte Stokes - Einstein Beziehung die Information über die Partikelgrößenverteilung. Der Größenbereich reicht von 0,8 bis 6500 nm.



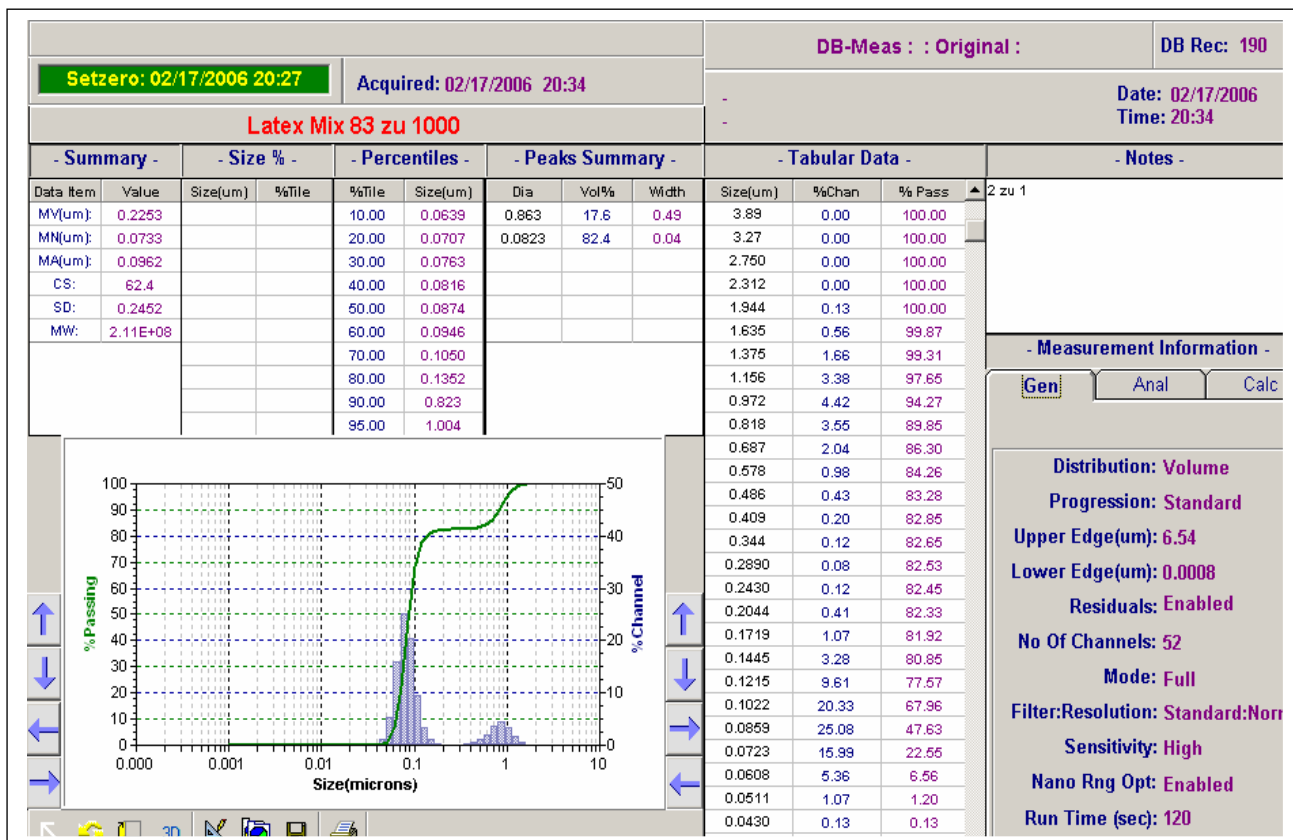
EXPERIMENTELLES

Der flexible Sensorkopf wird direkt in die Probe eingetaucht, die in Ruhe sein muss. Vorteil hierbei ist die Ersparnis an Küvetten und die in-situ Möglichkeit. Nach 30 bis 120 Sekunden Messzeit liegt das Ergebnis vor. Die für die Absolutgenauigkeit erforderlichen Stoffkonstanten wie Brechungsindex und Absorption der Partikeln sowie die Viskosität des umgebenden flüssigen Mediums sind meist bekannt und stehen als Stoff - Datenbank zur Verfügung. Zusätzlich bietet die Software optische Methoden für absorbierende und nicht-sphärische Proben.

BEISPIELE

Die im folgenden beschriebenen Beispiele wurden alle im Laborbereich gemessen.

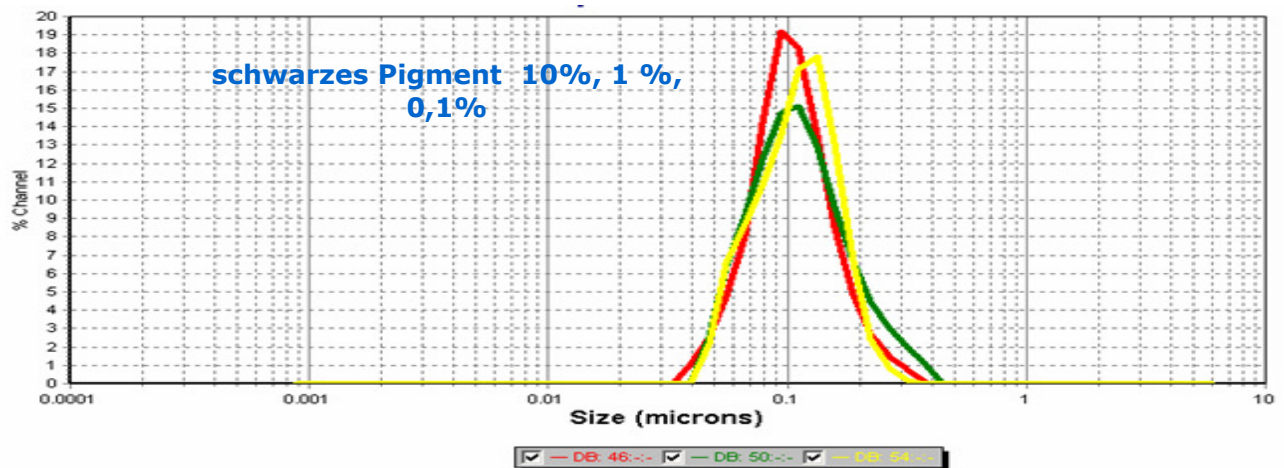
2 Tropfen 83 nm PSL / 1 Tropfen 1 µm PSL 1%ig



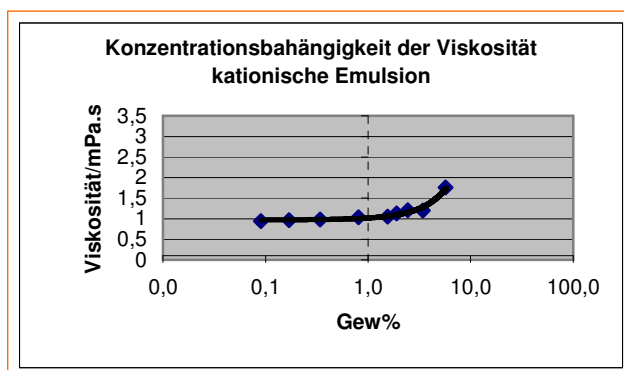
Konzentrationsreihe an einer schwarzen Probe

Ein 10%-iges schwarzes Pigment soll mit DLS auf seine Partikelgrößenverteilung hin untersucht werden. Um sicher zu sein, dass das Messergebnis bei 10 Gewichtsprozent der Realität entspricht, wurde die Konzentration variiert. Generell ist bei jeder DLS – Analyse darauf zu achten, dass sich die Probe bezüglich Viskosität im „Einstein’schen Bereich“ (meist < 3mPas), also im linearen Bereich der Viskosität befindet. Dort ändert sich das Ergebnis nur geringfügig.

Dunkle Proben sind grundsätzlich optisch schwierig oder gar nicht messbar. Bei der Rückstreuung sind die kurzen Lichtwege in der Probe von Vorteil.



Messung der Viskosität einer kationischen Emulsion aus der Papieranwendung



Handliches Rotations-Viskosimeter VM-10A

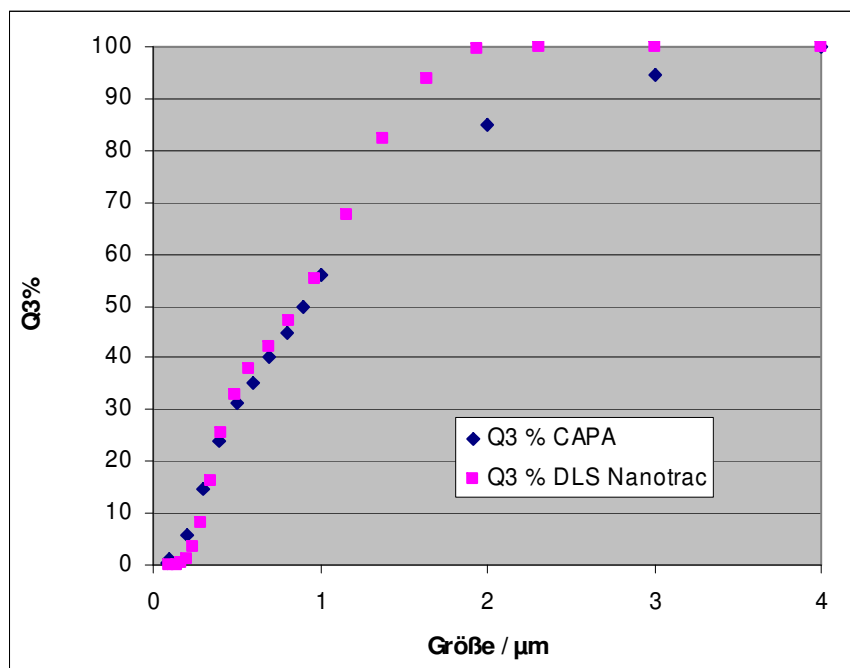
Die Emulsion ist nur bis 1% Brown'sch, darüber beginnt sie zu vernetzen. Eine DLS – Analyse ist dann nicht mehr möglich.

Vergleich der DLS mit der Scheibenzentrifuge

Es ist immer gut, eine Methode auch mit einer anderen zu vergleichen. Bei der DLS bietet sich der Vergleich mit den Zentrifugenmethoden an. Sie haben zwar nicht den ganz hohen dynamischen Messbereich wie die DLS, jedoch liegt dieser höher als derjenige von Elektronenmikroskopen.

Im folgenden Beispiel werden die Ergebnisse einer Küvettenzentrifuge von Horiba und dem Nanotracer übereinander gelegt. Die Übereinstimmung ist gut.

Vergleich DLS NANOTRAC mit Zentrifuge CAPA



Abschließend kann gesagt werden, dass die Methode mit kleinsten Probemengen auskommt und für die meisten technischen Anwendungen mit sehr guten und sicheren Ergebnissen aufwarten kann. Die Auflösung ist erstaunlich gut, gerade wenn Mischungen vorliegen. Die Ergebnisse sind trotzdem stabil.

Stand April 2006

PARTICLE METRIX GmbH