

Nicomp® N3000 動的光散乱 (DLS) 粒度分布測定装置

高分解能、粒度分布、
およびゼータ電位測定



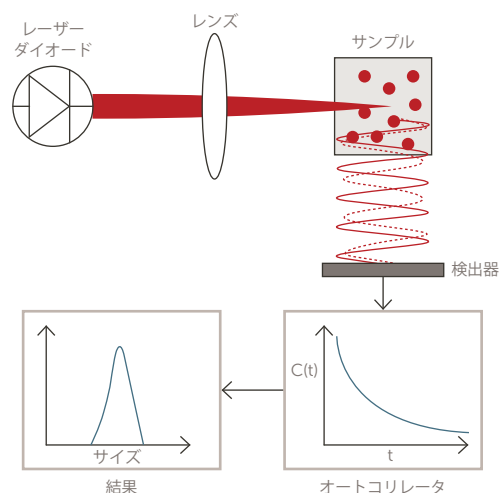
動的光散乱

動的光散乱 (DLS) は、ナノ粒子の粒度分布測定に適した方法です。DLS は多くのサンプルに対して比較的容易に利用できる手法です。サンプルを適切な濃度に調整し、キュベットセルを装置内にセットし、測定パラメータを設定するだけでその結果を表示します。サンプル特性にもよりますが、測定可能範囲は 0.3 nm ~ 10 μm です。

基本原理

サンプルをキュベットセルに入れると、セルの中で粒子がブラウン運動をします。小さい粒子の方が大きい粒子よりも速く動きます。

このセルを装置内にセットし、レーザーを照射します。ブラウン運動による散乱光を特定の角度の検出器で捉えます。散乱光の時間的信号を利用して、小さな粒子ほど速く減衰し、大きな粒子ほど遅く減衰する自己相関関数を算出します。自己相関関数から拡散係数 (D) を求めます。ストークス・アインシュタインの式を用いて、粒子の半径 R を求めます。



$$D = kT/6\pi\eta R$$

ここで

D = 拡散係数

R = 粒子の半径

k = ボルツマン定数

T = ケルビン温度

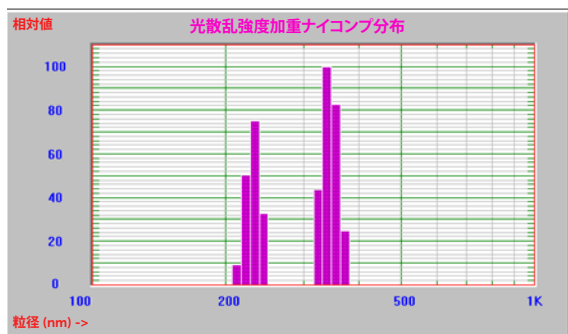
η = 溶剤のせん断粘度

結果

Nicomp (ナイコンプ) の測定による基本的な結果には、強度の平均粒子径、分布の幅 (多分散指数、PI)、カイ二乗計算が含まれます。カイ二乗の値が約 3 より大きい場合、単峰性のガウス分布の結果ではなく、マルチモダルなナイコンプアルゴリズムを検討する必要があります。

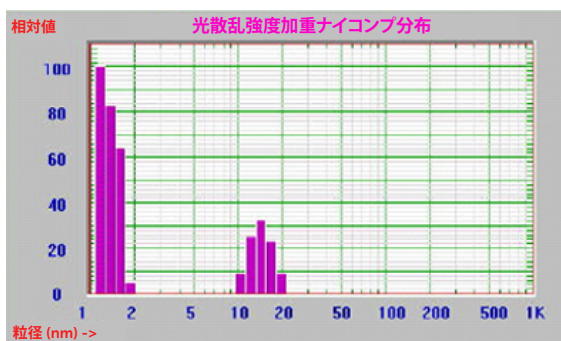
近接したマルチモダルの粒度分布を解析できる ナイコンプアルゴリズム

N3000 の大きな利点となる独自の特長は、マルチモダルなナイコンプアルゴリズムです。他のマルチモダルなアルゴリズムでは、ピークとピークの間が 2 倍 (200 – 400 nm) 離れている必要があります。しかし、ナイコンプアルゴリズムなら、220 nm と 340 nm という近接したピークを解析できます (下図参照)。

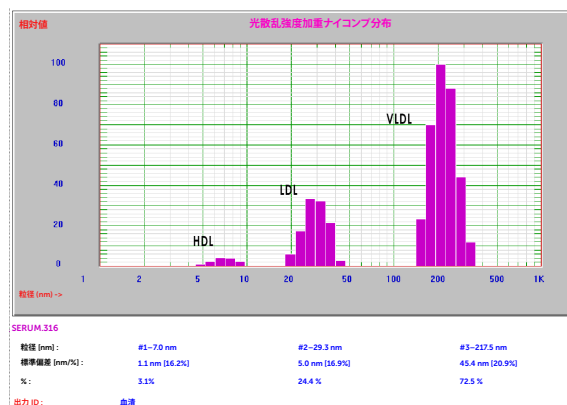


220 nm と 340 nm の PSL (ポリスチレンラテックス) 標準

N3000 では、この結果を導き出すことは容易です。単に優れた検出精度によって、サンプル内で主要なピークがどこにあり、2 番目に凝集している集団がどこにあるかが表示されているだけです。下図の結果は、フラーレンの主要ピークが 1.3 nm、2 番目の凝集体のピークが 14.6 nm にあることを示しています。



下図のように、ナイコンプアルゴリズムでは、コレステロールのような 3 つのピークを持つ結果を取得することもできます。



以上は、ナイコンプアルゴリズムの高く優れた分解能を示す数多くの測定結果から 3 つのみになりますが、紹介させていただきました。

アプリケーション

ナイコンプ N3000 の動的光散乱 (DLS) 機能は、ナノメートルレベルの粒子の高精度なサイズ測定を実現します。以下のようなアプリケーションに最適です。

- 研磨剤
- 学術/研究
- 飲料
- CMP スラリー
- コロイダルシステム
- 化粧品
- 分散液
- エマルジョン
- ドラッグデリバリー
- 燃料添加剤
- インク
- リポソーム
- 高分子
- 金属類
- ミセル
- ナノ粒子
- 塗料/顔料
- 医療用コロイド
- ポリマー
- タンパク質
- 半導体
- 特殊配合薬品

システムを容易に拡張して ゼータ電位分析に対応

ゼータ電位は、粒子またはエマルション液滴表面の電荷を測定したものです。この電荷は分散安定性の指標となります。ゼータ電位が 0 に近い分散液は一般的に不安定で、凝集や相分離を起こしやすくなります。ゼータ電位が高いほど、高い分散安定性が期待できます。

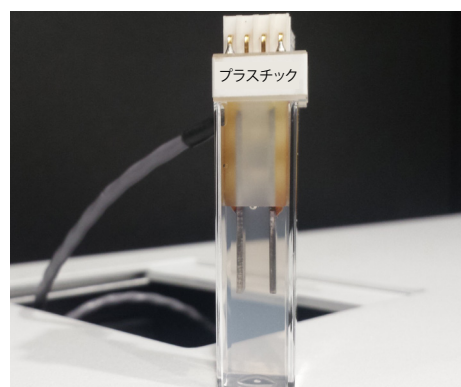
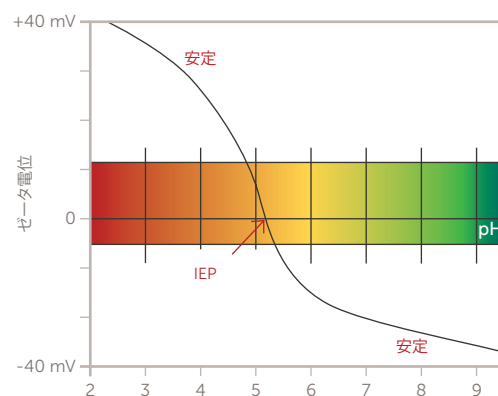
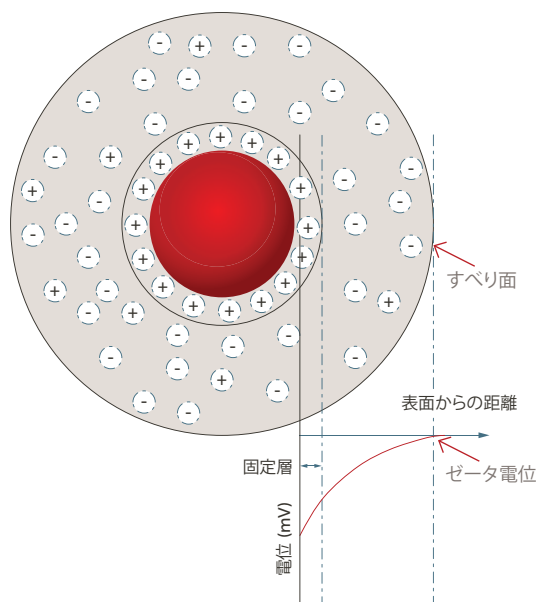
測定

サンプルをピペットで標準的な角型セルに入れ、ディップ型のパラジウム電極をそのセルに挿入します。電極から電場を印加すると、粒子は自身が帯びている電荷と反対の電極へ向かって移動します。粒子の移動方向によって、粒子が正の電荷を帯びているか、負の電荷を帯びているかが分かります。粒子の移動速度によって、電荷の大きさが計算できます。

ナイコンプでは、特許取得済みの非常に高感度かつ堅牢性の高い DSP ベースの位相解析光散乱 (PALS) 手法を使用して、この粒子移動を測定します。低電場で測定できるため、タンパク質やその他の生体分子など壊れやすいサンプルにやさしい測定が可能です。

アプリケーション

ゼータ電位の最も一般的な用途は、新しい懸濁液やエマルションの配合です。粒度分布とゼータ電位はどちらも、時間経過に対して安定している配合を示すのに役立つ指標です。また、ゼータ電位が 0 になる pH (等電点：IEP) を特定する用途にも使用できます。



ナイコンプの固有機能

オプションおよびアクセサリ

標準構成のナイコンプには、12 mW の赤色レーザーダイオードと 90° の PMT 検出器が含まれています。お客様のサンプルとアプリケーションに最適なシステムを簡単に構成できるよう、幅広いオプションとアクセサリが用意されています。

高出力のレーザーダイオード – 小さな粒子や散乱の弱い粒子に対する感度を向上させます。15 mW、35 mW の赤色レーザーダイオードのオプションがあります。

アバランシェフォトダイオード (APD) 検出器 – 光の散乱が弱い希薄な高分子系のサンプルに対して S/N 比と感度を向上させます。その結果、大幅なコストアップなしに、光電子増倍管のゲインが 7 倍に向上します。多くのシステムはゼータ電位用に PMT、粒度分布用に APD の 2 つの検出器を搭載して販売されています。

低容量セル – 粒度分布測定とゼータ電位の両方に適しています。すべてのナイコンプシステムには、分析前に遠心分離を簡単に行える 300 μ L の円形セルが 1 箱付属しています。

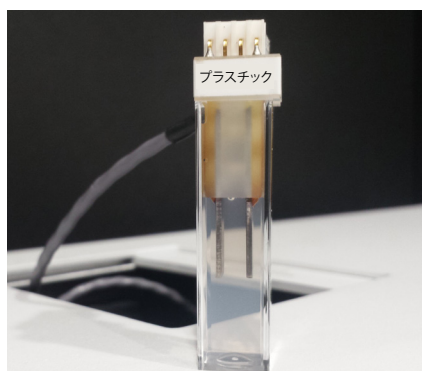
自動希釈 (特許取得済) – 高濃度サンプルを手作業で希釈する必要がなくなります。自動希釈によって再現性の高い結果が得られるサンプルの典型例は高濃度エマルションです。

多角度ゴニオメーター – このオプションにより、ナイコンプは市場で唯一、低価格で入手できる多角度 DLS システムとなっています。上級ユーザー、複雑な分布、大きな粒子への感度を向上させるのに最適です。

オートサンプラー – 自動バッチサンプリングを可能にするモジュールです。自動希釈と組み合わせることで、完全自動の運用が可能になります。

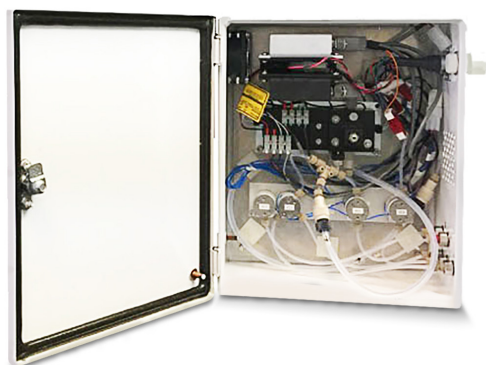
位相解析光散乱 (PALS) – 高イオン強度または有機溶剤環境で微小な位相シフトを測定し、感度を高め、ゼータ電位の測定結果を改善します。すべてのナイコンプ Z3000 システムには、周波数分析ゼータ電位も付属しています。

高電圧ゼータ電位電極 – 有機溶剤の高電場 (最大 250 V/cm) での測定を可能にします。

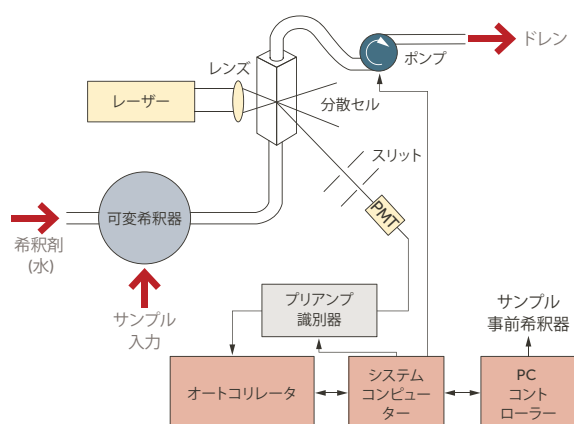


オンラインアプリケーション

ナイコンプオンラインモジュール – 製造プロセスのオンラインモニターを可能にします。

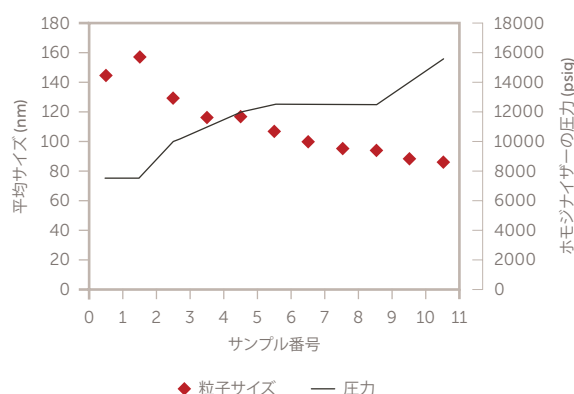


サンプルポートを製造プロセスラインに接続します。ナイコンプのフルイデックス装置は、受け取ったサンプルを測定に適した濃度に希釈し、測定を実行した後、サンプルを排出するか、製造プロセスに戻します。サイズ測定は、通常、2～3分ごとに実行されます。

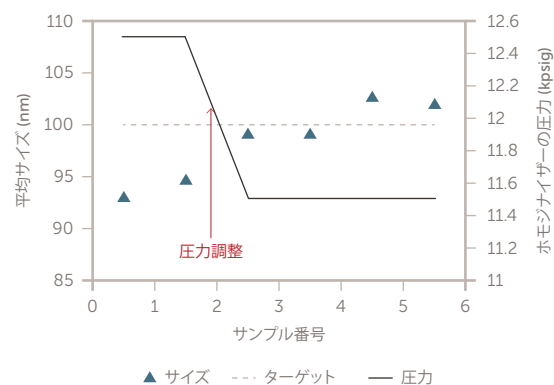


これは、高圧ホモジナイザーの下流に設置されたナイコンプオンラインシステムの例です。サンプルはプロセス薬液に合わせて調整された水によって自動的に希釈されます。

1 回目の実験では、ホモジナイザー処理中のさまざまな圧力値 (黒の線グラフ) で 11 個のインプロセスサンプルを取り、圧力とサイズの相関関係を得ました (赤の菱形)。



2 回目の実験では、最初のサイズの測定値が目標サイズよりも 5～7 nm 小さかったため、目標サイズの 100 nm を達成するために圧力調整を行いました。



結果の信頼性を極限まで高める、インテグリスの 包括的な粒子分析装置シリーズ

インテグリスでは、ユニークな光学的粒子検出 (SPOS) システムの AccuSizer® (アキュサイザー) シリーズも提供しています。アキュサイザーは液中パーティクルカウンターであるとともに高度な粒度分布測定装置でもあります。幅広いサイズ (150 nm ~ 2500 µm) とサンプル濃度に対応できるよう、さまざまなアキュサイザーセンサーとサンプラーフルイデックス装置が開発されています。

ナイコンプとアキュサイザーを組み合わせることで、エマルジョンと懸濁液の安定性について他にはない知見が得られます。ナイコンプは平均サイズを、アキュサイザーは分布の端から端までを広く捉えることができます。

詳細情報

詳細情報および最新情報については、インテグリスまでお問い合わせください。
www.entegris.com の [お問い合わせ](#) ページから最寄りのインテグリスをご確認いただけます。

販売条件

全ての購入は、インテグリスの販売条件に従うものとします。インテグリスの「販売条件 (Entegris Terms and Conditions of Sale)」は、www.entegris.com のホームページのフッターにある [販売条件](#) をクリックすると、閲覧または印刷することができます。



日本インテグリス合同会社

本社 | 〒108-0073 東京都港区三田 1-4-28 三田国際ビルディング TEL (03) 5442-9718 FAX (03) 5442-9738

Entegris®, Entegris Rings Design®, およびその他の製品名は Entegris, Inc. の商標です。詳細は www.entegris.com の [規定/商標](#) をご覧ください。全てのサードパーティの製品名、ロゴ、企業名、商標、登録商標は、それぞれその所有者に帰属します。それらの使用は、商標権所有者との提携、同者による支援、推奨を示すものではありません。

©2018-2019 Entegris, Inc. | All rights reserved. | 7130-10438TAN-0519-ja