

HORIBA

Scientific

*Широкий рабочий диапазон
и высокая точность измерений
в области исследования наночастиц.*

Анализатор размеров наночастиц
nano **partica** sz-100



Высокотехнологичный анализатор решает широкий круг задач в сфере нанотехнологий. С его помощью можно провести измерение таких параметров наночастиц, как диаметр, дзета-потенциал и молекулярный вес.

Предназначен для простой и точной оценки размеров и стабильности дисперсии наночастиц. Ключевой прибор для проведения исследований в области нанотехнологий:

Анализатор наночастиц nano partica SZ-100

Исследования и разработки на атомном и молекулярном уровне направлены на достижение новой функциональности веществ и материалов.

Миниатюризация материалов и контроль на наноуровне являются необходимыми условиями разработки функциональных устройств, сочетающих в себе высокую производительность и низкое потребление энергии. Нанотехнологии играют ключевую роль во множестве областей, влияющих на нашу повседневную жизнь, включая производство продуктов питания и косметики.

**Простой и понятный многофункциональный анализ наночастиц!
В компактном корпусе реализовано проведение трех методов анализа с обеспечением высокой чувствительности и высокой точности каждого измеряемого параметра.**



Диапазон измерения диаметра частиц от 0,3 нм до 8 мкм

SZ-100 создан по технологии фотонной корреляционной спектроскопии и обладает невероятно широким рабочим диапазоном.

С этим инструментом доступен анализ образцов с диапазоном концентраций от нескольких ppm до более, чем 10 процентов.



Измерение дзета-потенциала в диапазоне от -200 до +200 мВ

С помощью специально разработанных компанией HORIBA микроэлектрофорезных ячеек доступно измерение образцов сверхмалых объемов – от 100 мкл.



Молекулярный вес от 1×10^3 до 2×10^7 г/моль

Молекулярная масса (Mw), а также второй вириальный коэффициент (A2) вычисляются путем проведения измерений статического рассеяния света при разных значениях концентрации образца с построением графика дебаевского приближения.

Высокопроизводительный анализатор SZ-100 обладает возможностью полной автоматизации измерения для быстрого определения свойств наночастиц!

- Анализатор SZ-100 охватывает широкий диапазон концентраций, позволяющий практически устранить необходимость в предварительной подготовке образца. Применение двухканальной оптической схемы обеспечивает измерение образцов с высокой концентрацией, например, суспензии пигментов или чернил, а также с низкой концентрацией, таких, как белки и полимеры.
- С помощью только одного прибора доступно измерение трех параметров, характеризующих наночастицы: диаметра, дзета-потенциала и молекулярной массы.
- Разработанные компанией HORIBA одноразовые ячейки для измерения дзета-потенциала предотвращают загрязнение пробы. Эта ячейка ультрамалого объема позволяет проводить измерения образцов объемом 100 мкл. Подходит для анализа разбавленных образцов.



Простой и удобный процесс измерения

Просто наполните ячейку и установите ее в анализатор.

Компактный корпус позволяет установить анализатор SZ-100 в любой лаборатории.

Порядок работы

01



[Отбор пробы]

Наполните ячейку для образца.

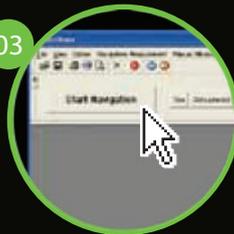
02



[Размещение ячейки]

Установите ячейку в анализатор.

03



[Начало измерения]

Нажмите кнопку запуска измерения.

04



[Отображение результатов]

Результаты измерений выводятся на монитор.

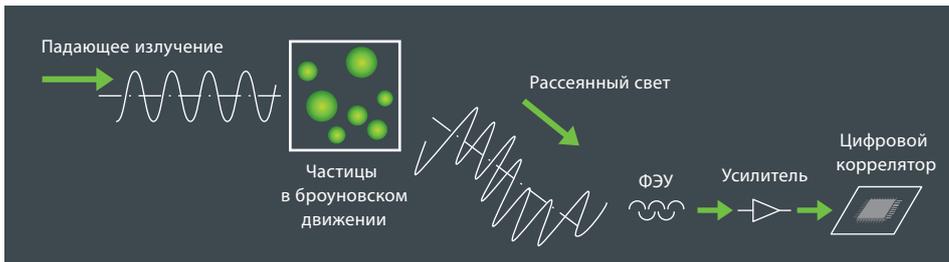
Не требует технического обслуживания

Не требуется проведение периодического технического обслуживания и очистки. После измерения ячейка для образца подлежит очистке или утилизации.

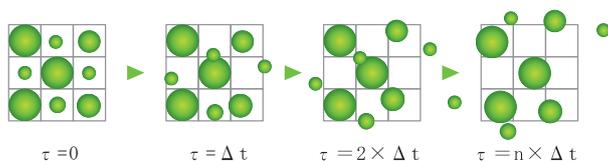


Принцип измерения размеров частиц

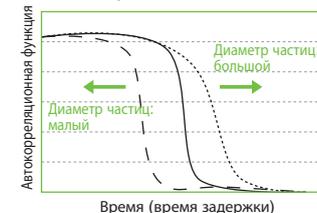
Динамическое рассеяние света является методом измерения размера мельчайших частиц. Дисперсные частицы, взвешенные в растворе и двигающиеся благодаря броуновскому движению, подвергаются лазерному излучению. Свет, рассеянный на частицах, регистрируется с помощью фотозлектронного умножителя (ФЭУ). Чем больше частица, тем медленнее броуновское движение, чем меньше частица – тем оно быстрее. Соответственно, свет, рассеянный на частицах, детектируется как колебательный сигнал, соответствующий скорости броуновского движения. Полученный сигнал позволяет вычислить автокорреляционную функцию и рассчитать распределение диаметров частиц.



Графическое изображение движения частиц



Соотношение между автокорреляционной функцией и диаметром частиц



Расчет автокорреляционной функции* включает в себя сравнение разницы между интенсивностью рассеянного света в момент времени (τ) и интенсивностью в момент времени после τ . Чем больше частица, тем медленнее движение. Для крупных частиц движение (изменение) после момента времени τ мало, и результат выглядит как кривая с плавным убыванием. Частицы меньшего размера быстрее и имеют более интенсивное движение, результатом чего является меньшее изменение через больший промежуток времени после момента τ (см. диаграмму выше).

По результатам этих вычислений строится диаграмма изменения, по которой определяется коэффициент диффузии, а диаметр частиц (d) рассчитывается из коэффициента дисперсии с использованием уравнения Стокса-Эйнштейна (см. уравнения ниже).

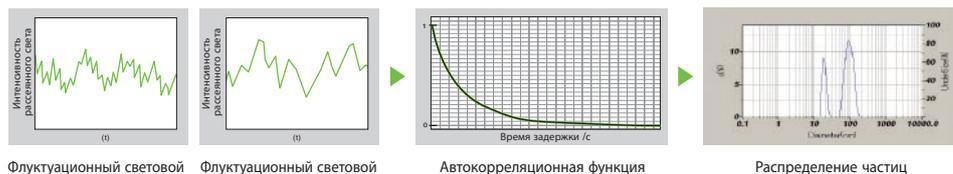
* Автокорреляционная функция дает представление об изменении флуктуации интенсивности рассеянного света с течением времени, представленной в виде квадратичной функции. Сравнивается интенсивность рассеянного света на момент времени (τ) и интенсивности после времени τ .

Расчет диаметра частиц (d) через коэффициент дисперсии с использованием уравнения Стокса-Эйнштейна.

$$G_2(\tau) = \exp(-2Dq^2\tau) + 1 \dots \dots \text{Квадратное автокорреляционное уравнение}$$

$$d = kT / 3\pi\eta D \dots \dots \text{Уравнение Стокса-Эйнштейна}$$

D : коэффициент дисперсии k : постоянная Больцмана q : вектор рассеяния T : абсолютная температура τ : время задержки
 η : вязкость дисперсной среды d : диаметр частиц



Особенности оригинальной оптической схемы HORIBA

1 Использование высокочувствительных оптических компонентов

Ключ к точной и быстрой оценке размера и дисперсии наночастиц заключается либо в использовании мощного лазерного источника света, либо в увеличении чувствительности детектора. Компания HORIBA использует наиболее чувствительные современные ФЭУ. Из-за того, что интенсивность рассеянного излучения обратно пропорциональна длине волны возбуждения, использование коротковолнового источника помогает достичь большей эффективности при проведении измерений в малом временном интервале. Однако использование ультрафиолетового источника ограничивается возможностью возникновения химических реакций или флюоресценции у некоторых образцов.

2 Соответствие стандартам

В основу работы SZ-100 заложен метод фотонной корреляционной спектроскопии, что соответствует стандартам ISO 13321:1996 и JIS Z8826:2005.

3 Автоматическая функция выбора оптимальных параметров измерения

Анализатор обладает функцией измерения интенсивности пропускаемого лазерного излучения, а также, при измерении неизвестного образца, автоматическим выбором соответствующего детектора.

Передовые разработки компании HORIBA позволяют с помощью одного прибора проводить анализ широкого спектра образцов с высокой и низкой концентрацией



Оптическая конфигурация, представленная ниже, позволяет автоматически выбирать угол детектирования в соответствии с концентрацией анализируемого образца.

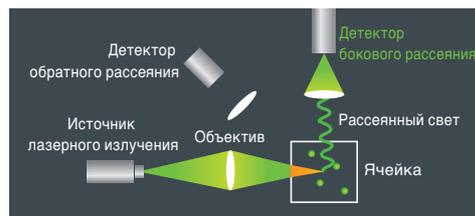
[Образцы с высокой концентрацией]

Чтобы избежать эффекта многократного рассеяния при измерении образцов с высокой концентрацией, используется техника детектирования обратного рассеянного излучения в непосредственной близости от поверхности ячейки.



[Разбавленные образцы]

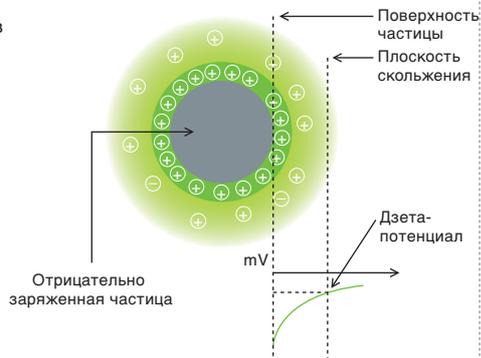
Для разбавленных образцов анализатор выбирает боковой детектор и выполняет измерение с высоким соотношением сигнал-шум.





Принцип измерения дзета-потенциала (лазерный доплеровский электрофорез)

Мельчайшие частицы или коллоиды, диспергированные в растворе, несут как положительный, так и отрицательный электрический заряд. Они окружены ионами с противоположным зарядом, которые подвержены термическому воздействию. Когда во время движения частиц раствор подвергается воздействию лазерного излучения, наблюдается рассеянный свет, определяющий доплеровское смещение. Величина доплеровского сдвига пропорциональна скорости движения. Другими словами, потенциал в плоскости скольжения (дзета-потенциал) измеряется путем вычисления величины изменения частоты рассеянного излучения. С помощью анализаторов размеров частиц измеряется дзета-потенциал, который используется для определения степени дисперсности.



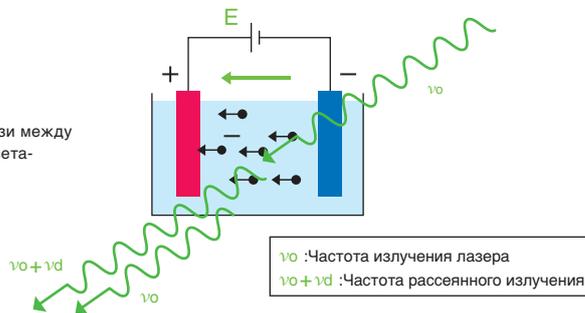
⊙ Электрофорез

Несмотря на то, что существует несколько методов измерения дзета-потенциала, в анализаторе HORIBA используется метод электрофореза. С помощью этого метода частицы образца, взвешенные в растворителе (показатель преломления растворителя = n), находятся в электронном поле (напряжения = E) и подвергаются воздействию лазерного излучения (длина волны = λv). Одновременно с приложением электрического поля происходит измерение сдвига частоты под углом θ . Благодаря этому между скоростью движения частиц (V) и подвижностью формируется соотношение $U = V/E$.

$$U = \frac{\lambda \cdot v d}{2 \cdot E \cdot n \cdot \sin(\theta/2)}$$

Следующее уравнение используется для связи между расчетной электрической подвижностью и дзета-потенциалом.

$$\zeta = \frac{U \eta}{\epsilon \cdot f(\kappa a)}$$



ζ : дзета-потенциал U : электрическая подвижность E : напряжение n : показатель преломления растворителя
 ϵ : диэлектрическая постоянная растворителя η : вязкость растворителя $f(\kappa a)$: коэффициент Генри

В анализаторе используется гетеродинная оптическая схема для определения скорости движения частиц и расчета электрической подвижности через частотное распределение интенсивности.

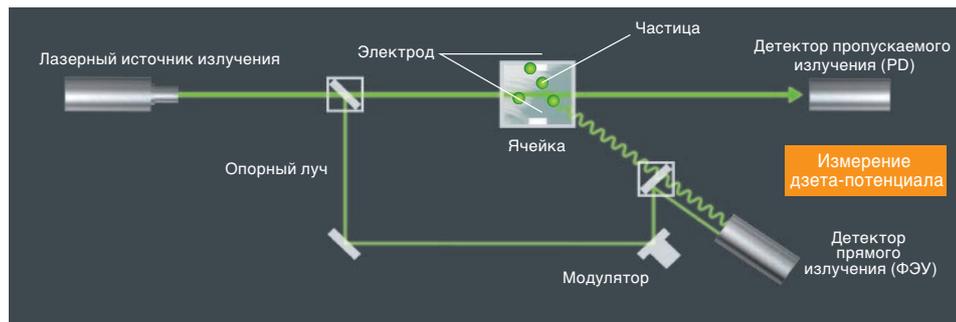
- 1 Наименьший необходимый объем образца составляет всего 100 мкл.
- 2 Алгоритмы проведения арифметических операций, от вычисления автокорреляционной функции с помощью преобразования Фурье до расчета электрической подвижности, основаны на многолетнем опыте специалистов компании HORIBA.

- 3 Результаты измерений с высокой воспроизводимостью обеспечиваются благодаря электроосмотическому противодействию потоку

При измерении дзета-потенциала, когда диспергированный в жидкости образец помещают в капиллярную ячейку и прикладывают электрическое поле, возникает явление, при котором жидкость движется параллельно движению растворенного вещества и заряженным частицам. Это явление называется электрофорез. Ионы, имеющие противоположный заряд частицам, собираются на стенках ячейки. Когда прикладывается электрическое поле, возникает поток газа, благодаря которому происходит перемещение ионов по направлению к противоположному полюсу. Также в противоположном направлении возникает поток, происходящий в непосредственной близости от центра ячейки. Такой поток называется электроосмотическим потоком. Так как электроосмотический эффект влияет на электрофорез, то его нужно учитывать при измерении дзета-потенциала.

Компания HORIBA увеличила точность измерений, разработав оригинальную герметичную кубическую ячейку, подверженную минимальному влиянию электроосмотического потока.

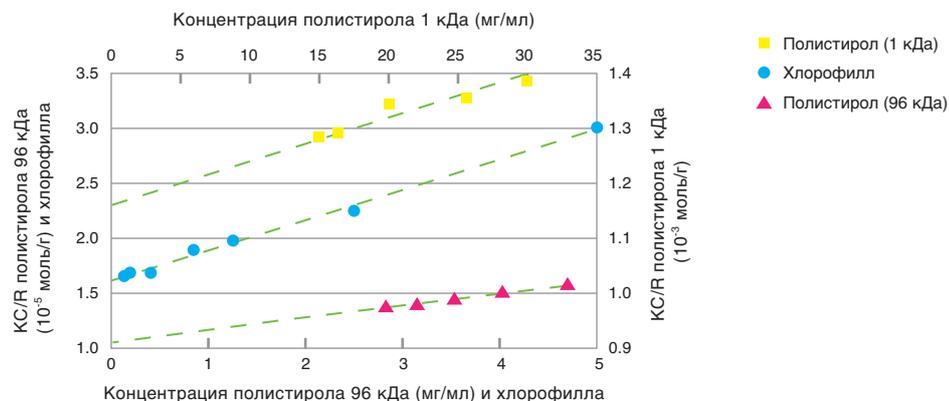
При обращении потока анализатор некоторое время обеспечивает беспрепятственное движение частиц с постоянной скоростью путем создания разряженного состояния, лишённого влияния тепла и остановки электроосмотического потока.



Принцип измерения молекулярной массы

Анализатор SZ-100 рассчитывает абсолютную молекулярную массу, выполняя измерения статического рассеяния света при изменении концентрации образца и с помощью графика функции Дебая. Этот метод пригоден для измерения в широком диапазоне частиц, даже биологических макромолекул, таких, как синтетические молекулы и белки.

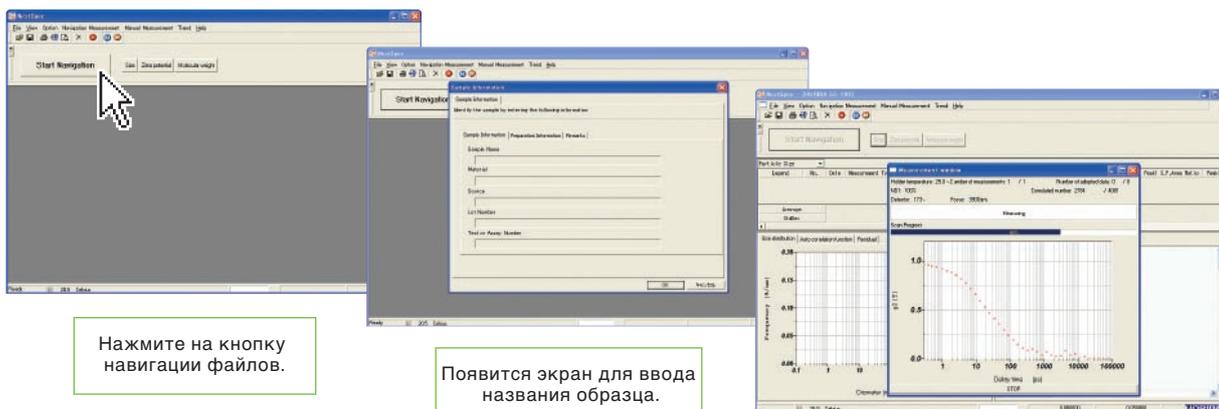
Измерение диаметра с использованием динамического рассеяния света также может быть выполнено для того же образца. На графиках ниже показаны типичные примеры измерения нескольких образцов.



Оператор выбирает режим измерения (диаметр частиц, дзета-потенциал или молекулярный вес), загружает образец, и, когда появится экран измерения, начинает измерение. Анализатор SZ-100 обеспечивает максимально простую и удобную эксплуатацию.

● Быстрый и простой процесс измерения с использованием навигации

Измерение начинается в соответствии с условиями, установленными с помощью функции навигации, а результаты измерений отображаются автоматически.



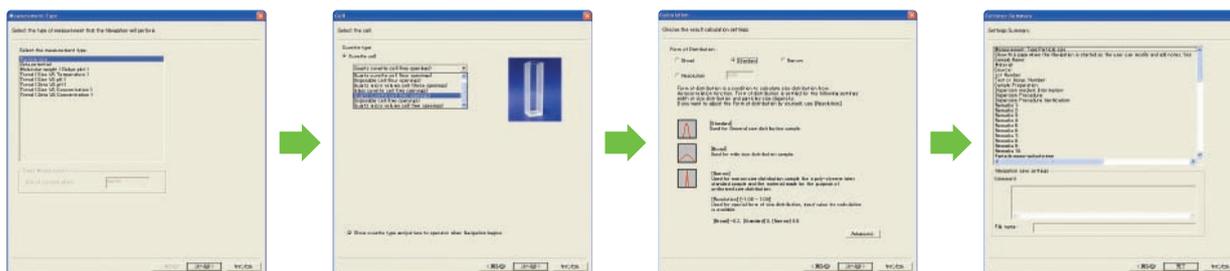
Нажмите на кнопку навигации файлов.

Появится экран для ввода названия образца.

После окончания ввода названия начнется измерение.

● Простое создание файла навигации

После того, как соответствующие условия измерения образца и процедуры были установлены в соответствии с целью анализа, создается файл навигации.



Выберите тип измерения (диаметр частиц, дзета-потенциал или молекулярный вес).

Выберите тип используемой в измерении ячейки.

Выберите условия измерения.

Присвойте подготовленному навигационному файлу имя. Сохраните файл, чтобы завершить процесс.

Программное обеспечение последовательно выполняет установленные измерения и процедуры, и создает навигационный файл.

● Гарантия точности и высокой производительности

Компания HORIBA подтверждает точность и воспроизводимость работы анализатора SZ-100, проводя измерение утвержденных стандартных образцов на каждом приборе (см. таблицу ниже). Для обеспечения высокого уровня и стабильной производительности, HORIBA поставляет продукцию, произведенную в соответствии с единой системой качества, используемой во всем мире*.

Диаметр частиц

Точность измерения размеров частиц подтверждается проведением калибровки с использованием стандартных частиц NIST из полистирольного латекса.

Стандартная величина диаметра частиц (нм)	Концентрация	Стандарт
100 нм	100 ppm	Средние значения диаметра частиц при проведении нескольких измерений находятся в пределах $\pm 2\%$ (не включает изменение в размере самих стандартных частиц).

Ниже указана воспроизводимость измерения размеров частиц.

Стандартная величина диаметра частиц (нм)	Концентрация	Стандарт
100 нм	100 ppm	Коэффициент вариации для 6 измерений составляет менее 0,02
100 нм	10 wt.%	Коэффициент вариации для 6 измерений составляет менее 0,05

* Согласно ISO 13321:1996, ISO 22412:2008 и JIS Z 8826:2005

Дзета-потенциал

Используя образец коллоидного диоксида кремния собственной разработки, компания HORIBA подтверждает высокую точность стандартной величины для значений менее -25 мВ. Вариация измерения составляет менее 10%.

Молекулярный вес

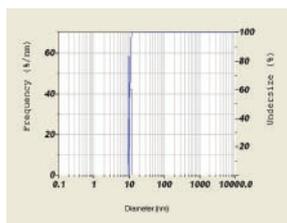
Измеренная величина находится в пределах $\pm 10\%$ от стандартной величины, откалиброванной с помощью стандартного образца полистирола (96 000 г/моль).

Применение

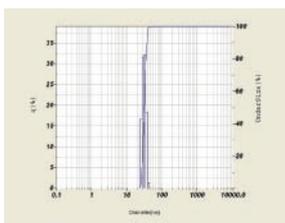
● Биоматериалы: результаты измерения коллоидных частиц золота

Коллоиды золота (NIST)	RM8011 (10 нм), 8012 (30 нм), 8013 (60 нм)
Номинальный диаметр	13.5 нм, 26.5 нм, 55.3 нм

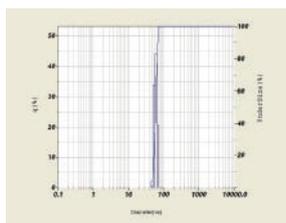
	RM8011	RM8012	RM8013
Средний диаметр (нм)	10.3	30.8	59.7



RM8011

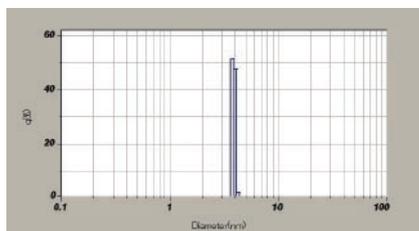


RM8012



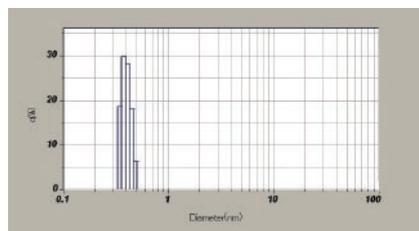
RM8013

● Результат измерения диаметра частиц лизоцима (из яичного белка, молекулярная масса около 14 000)



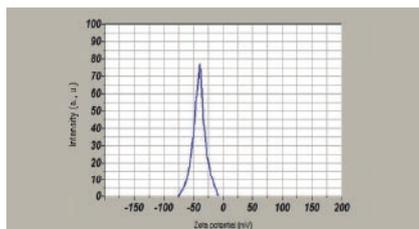
Концентрация образца: 0,1 мг/мл
Ацетатный буфер: pH = 4,3
Средний диаметр: 4,0 нм

● Результат измерения диаметра частиц гидрохлорида тиамин (витамин B1, молекулярная масса около 337)



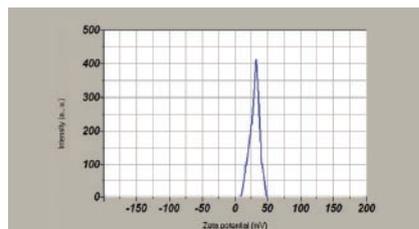
Концентрация образца: 300 мг/мл
Средний диаметр: 4,0 нм

● Результаты измерения дзета-потенциала Ludox SiO₂



Концентрация образца: доведена до 10% от массы с использованием раствора KCl с концентрацией 0,01 моль/мл
Дзета-потенциал: -38,3 мВ

● Результаты измерения дзета-потенциала a-FeOOH по NIST SRM 1980

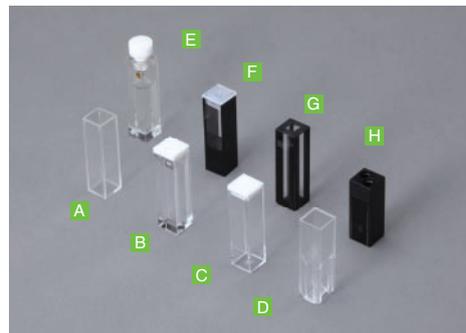


Концентрация образца: 50 ppm, pH=2,5
Подвижность: 2,53 ± 0,12 мкм²/см²/Па·с
Дзета-потенциал: 32,9 мВ

Аксессуары

● Типы ячеек для образцов и технические характеристики

Полный спектр ячеек для образцов, отличающихся объемом и видом растворителя.



Одноразовые ячейки для измерения дзета-потенциала (для измерения дзета-потенциала и диаметра частиц, 100 мкл, водные)

	Название ячейки	Тип измерения	Минимальный объем образца	Среда
A	Одноразовая ячейка	Диаметр частиц / молекулярная масса	1.2 мл	Водная
B	Полу-микро ячейка		500 мкл	Водная, Неводная
C	Стеклоячейка		1.2 мл	Водная, Неводная
D	Одноразовая полу-микро ячейка		600 мкл	Водная
E	Ячейка с крышкой		1.2 мл	Водная, Неводная
F	Микро-ячейка (только боковой детектор)		12 мкл	Водная, Неводная
G	Суб-микро ячейка		200 мкл	Водная, Неводная
H	Проточная ячейка		100 мкл	Водная, Неводная

● pH титратор

Это аксессуар, регулирующий pH образца посредством автоматического титрования. Является оптимальным решением для оценки диаметра частиц, изменения дзета-потенциала и стабильности.



Характеристики аксессуаров для pH титратора

- Количество бутылок для титрования: максимум 2
- Скорость потока образца: около 30-80 мл/мин
- Объем пробы раствора: 50-200 мл
- Диапазон регулировки pH: 1-13
- Источник питания: 200-240 В, 50/60 Гц, 45 ВА
- Размеры и вес:
Корпус: 468(Д) x 288(Ш) x 481(В) мм, вес около 12 кг
Мешалка: 225 (Д) x 118 (Ш) x 336 (В) мм, вес около 2,1 кг
Циркуляционный насос: 202 (Д) x 124 (Ш) x 122 (В) мм, вес около 1,7 кг

Характеристики SZ-100-S для проведения измерений

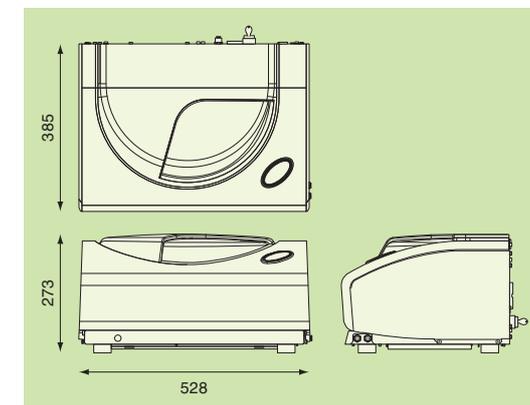
Модель	SZ-100-S (измерение размеров частиц и молекулярного веса)
Принцип измерения	Измерение диаметра частиц: фотонная корреляционная спектроскопия Измерение молекулярного веса: метод построения графика функции Дебая (интенсивность статического рассеянного света)
Диапазон измерений	Диаметр частиц: от 0,3 нм до 8 мкм Молекулярный вес: от 1×10^5 до 2×10^7 г/моль
Точность измерения диаметра частиц	$\pm 2\%$ для полистирольного латекса диаметром 100 нм (без учета стандартного отклонения размера самих частиц)
Ячейки	Кюветы
Время измерения	2 минуты при стандартных условиях (от начала измерения до появления результатов на мониторе)
Требуемый объем образца	Минимальный объем от 10 мкл*1 до 1,2 мл (зависит от материала ячейки)
Жидкости-носители	Вода, этанол, органические растворители

*1 : HELLMА флуоресцирующая ячейка номер 105.252-QS, H=8,5 мм, оптический путь 1010 мм

Спецификация (SZ-100-S и SZ-100-Z)

Оптическая схема измерительного блока	Источник излучения: полупроводниковый твердотельный лазер (длина волны 532 нм, мощность 10 мВт) Детекторы: ФЭУ
Класс безопасности лазера	Класс 1
Рабочая температура и влажность	15-35°C, относительная влажность 85% или менее
Температура держателя Регулировка температуры	1-90°C (до 70°C для ячеек с электродами и пластиковых ячеек)
Очистка	Доступно подключение источника азота
Источник питания	АС 100-240 В, 50/60 Гц, 150 ВА
Габариты	385 (Д) x 528 (Ш) x 273 (В) мм (включая выступающие части)
Вес	25 кг
Персональный компьютер	ПК, совместимый с Windows XP/Vista/7
Интерфейс	USB 2.0 (между измерительным блоком и ПК)
Операционная система	Windows XP/Vista/7
Принтер	Совместимый с Windows XP/Vista/7
Управление	Клавиатура и мышь

Габариты, мм



Характеристики SZ-100-Z для проведения измерений (Спецификация для проведения измерения диаметра частиц и молекулярного веса аналогична SZ-100-S)

Модель	SZ-100-Z (с возможностью измерения дзета-потенциала)
Принцип измерения	Измерение дзета-потенциала: лазерный доплеровский электрофорез
Диапазон измерений	От -200 до +200 мВ
Ячейки	Соответствующие ячейки с электродами
Время измерения	Около 2 минут при стандартных условиях
Требуемый объем образца	100 мкл
Жидкости-носители	Вода, этанол, органические растворители

Изделие класса 1 лазерной опасности



Обработка данных

Навигационные файлы обеспечивают простой ввод комплексных данных. / Хранение до 100 элементов данных в списке. / Отображение элементов данных с помощью одного щелчка мыши. / Представление pH, температуры и тенденции изменения концентрации образца.

Измерение размеров частиц

Отображение автокорреляционной функции в режиме реального времени. / Отображение медианного диаметра, особенностей поверхности, модового диаметра, среднего диаметра, стандартного отклонения, коэффициента неравномерности, величины диапазона значений, процентного диаметра (максимум 10 величин), усредненного дзета-потенциала, показателя полидисперсии. / График распределения размеров частиц, автокорреляционная функция, остаточная ошибка. / Показатель преломления, вязкость, диапазон вычисления и пересчет данных в зависимости от изменения сходимости.

Измерение молекулярного веса

Отображение в реальном времени графика функции Дебая. / Отображение молекулярной массы и второго вириального коэффициента. / Расчет данных по графику функции Дебая.

Измерение дзета-потенциала

Дзета-потенциал, стандартное отклонение, электрофорезная подвижность и усредненное значение дзета-потенциала на каждом пике. / Отображение графика дзета-потенциала, графика мобильности, пересчет данных.

Опции

Программное обеспечение соответствует 21 CFR часть 11. / Ячейка для органических растворителей для измерения дзета-потенциала. / Блок контроля уровня pH. / Сертификация IQ/OQ/PQ.

АО «Найтек Инструментс» –
эксклюзивный дистрибьютор
HORIBA Scientific в России
и странах СНГ



Тел. +7 (495) 661-0681
Факс +7 (495) 621-4155
e-mail: nytek@nytek.ru
www.nytek.ru