

# Partikelgrößenmeßtechnik im Vergleich

## Schwerpunkt: Laserbeugung und dynamische Lichtstreuung

### Laser diffraction and dynamic light scattering: Particle analysers compared

**M. Osterhold,  
Wuppertal,  
Germany**

Das Fließverhalten von Suspensionen und Emulsionen wird neben den rheologischen Eigenschaften der kontinuierlichen Phase vor allem durch die Eigenschaften der als Partikel oder Tröpfchen vorliegenden dispersen Phase bestimmt. Hierbei spielt neben der Konzentration (Volumenanteil) insbesondere die Partikelgröße bzw. Partikelgrößenverteilung eine entscheidende Rolle.

So können Veränderungen der Teilchengrößenverteilung – z.B. durch Flockulation oder durch Schwankungen beim Herstellungsprozeß – zu extremen Beeinflussungen des rheologischen Verhaltens der Suspensionen bzw. Emulsionen führen. Aus diesen Gründen wird zur Überprüfung und Sicherung der Produktkonstanz die Partikelgrößenanalyse sowohl in der Qualitätsprüfung als auch in der Entwicklung zur Charakterisierung disperser Systeme eingesetzt.

Die von den Herstellern angebotenen Partikelanalysegeräte basieren teilweise auf völlig unterschiedlichen physikalischen Prinzipien. Durch die stetige Weiterentwicklung und Miniaturisierung der Lasertechnik sowie der Elektronik und Computertechnik sind heute Geräte, die auf der Laserbeugung oder der Photonen-Korrelations-Spektroskopie basieren, immer weiter verbreitet. Während Geräte zur Laserbeugung (LB) vornehmlich Partikel im Mikrometerbereich erfassen, wird die Photonen-Korrelations-Spektroskopie (PCS) – auch bekannt als dynamische Lichtstreuung – im Sub-Mikrometer-Bereich eingesetzt.

Bei Geräten, die nach dem Laserbeugungsprinzip arbeiten, wird Laserlicht, das auf die zu untersuchenden Partikel trifft, gebeugt. Das entstehende Beugungsmuster, das für eine bestimmte Teilchengrößenverteilung charakteristisch ist, wird von einem Detektor als Lichtenergieverteilung registriert und anschließend an eine Rechner-Einheit weitergegeben, die die Partikelgrößenverteilung aus dem detektierten Beugungsmuster berechnet. Die zu analysierenden Teilchen können als flüssige Suspension/Emulsion, bei manchen Geräten auch als trockene Pulver, vorliegen. Je nach Größenbereich basiert die rechnerische Auswertung der Teilchengrößenverteilung entweder auf der Fraunhofer-Theorie (> einige Mikrometer), die keine Kenntnis des Berechnungsindex der Teilchen voraussetzt, oder auf der Mie-Theorie, die insbesondere im Sub-Mikrometer-Bereich eingesetzt werden sollte und für sehr große Teilchen in die Fraunhofer-Näherung übergeht.

The flow behaviour of suspensions and emulsions is determined not only by the rheological properties of the continuous phase but, above all, by the properties of the disperse phase, which consists of particles or droplets. Here, the particle size and particle size distribution play a decisive role, in addition to volume concentration.

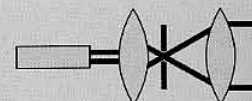
Changes in particle size distribution caused, for example, by flocculation or variations of production conditions, can seriously affect the rheological behaviour of the suspension or emulsion. This is why particle size analysis is used in quality control, to check that the product's properties are constant, as well as to characterise disperse systems.

The particle analysers on the market are based on very different physical principles. Laser instruments, electronic equipment and computers are being constantly improved and miniaturised, so that the use of instruments based on laser diffraction or photon correlation spectroscopy is becoming more and more widespread. Whereas laser diffraction instruments are used mainly for measuring particles in the micrometer range, photon correlation spectroscopy, also known as dynamic light scattering is used for sub-micrometer particles.

In laser diffraction instruments, the laser beam is diffracted by the particles under investigation. The diffraction pattern which is characteristic for a specific particle size distribution is recorded by a detector in the form of light energy distribution and then passed on to a computer which calculates the particle size distribution from the diffraction pattern. The analysed particles can be present in the form of liquid suspensions or emulsions, whilst certain instruments can also handle dry powders. The mathematical evaluation of particle size distribution is based either on Fraunhofer's theory (> some micrometers) which does not assume knowledge of the refractive index of the particles, or on Mie's theory which should be used particularly for particles in the sub-micrometer range and, for very large particles, goes over into Fraunhofer's theory.



Hersteller/ Vertrieb Manufacturer/sales	Bezeichnung Identifying code	Meßmethode Test method	Laser Laser	Meßbereich Measuring range ( $\mu\text{m}$ )	Größenklassen (LB) Winkelbereich (PCS) Size (LB) Angle range (PCS)
Quantachrome GmbH Eismannsberger Straße 34 8901 Eurasburg (Generalvertretung der Cilas-Geräte)	Cilas 920	LB	Laserdiode 820 nm, 3 mW	0.7 – 400	30
	Cilas 1064	LB	Laserdiode, 830 nm, 3 mW	0.1 – 500	100
	Microscan II	Sedimentation	—	0.1 – 300	
Shimadzu Europe GmbH Albert-Hahn- Straße 6–10 4100 Duisburg 29	SALD-1100	LB	Laserdiode, 780 nm, 3 mW	0.1 – 500	32
	SALD-2001	LB/Streuung	Laserdiode, 680 nm, 3 mW	0.03 – 280	101
	SA-CP4	Sedimentation/ Zentrifugation	—	0.01 – 500	
Sympatec GmbH Burgstätter Str. 6 3392 Clausthal-Zellerfeld	Helos BA Helos KA Helos LA Helos Vario	LB	HeNe, 5 mW	0.1 – 175 0.1 – 875 0.1 – 1750 0.5 – 2625	31
	OpusCilas 920	Ultraschall- Spektrometrie	—	5 – 3000	31



Auswertung Evaluation	Analysen- zeit Time needed for analysis	Computer Computer	Einsatz Application	Proben Samples	Anmerkungen Comments
Fraunh.	3 min	optional	Labor	Emulsionen/Susp.	Optionen: Trockendispergierung, Probenwechsler, Partikelbetrachtung mit CCD-Kamera Options: dry dispersion, sample changer, particle observation with CCD camera
Fraunh.		80386	Labor	Emulsionen/Susp.	Optionen wie Cilas 920 Options like Cilas 920
Röntgen- aBsrption		80386	Labor	Suspensionen	
Fraunh./Mie/ side scattering		optional	Labor	Emulsionen/Susp.	Leichte Bedienung durch „Touch Screen“, Gesamtmeßbereich in drei Einzelmeßbereiche aufteilbar Easy to use thanks to touch screen, total measuring range can be divided into three separate ranges
Fraunh./Mie	10 – 30 s	80386	Labor	Emulsionen/Susp.	
Stokes-Gesetz		—	Labor	Suspensionen	Eingabe aller Parameter über Funktionstasten Input of all parameters via function keys
Fraunh.	1 – 10000 s	diverse	Labor u. auto-line	Emulsionen, Susp., Pulver	Versch. Naß- und Trockendispergier- einrichtungen für alle Helos-Modelle erhältlich; Spray-Messungen möglich; Gesamtmeßbereich durch Linsenwechsel in versch. Meßbereiche aufteilbar Dry sample dispenser, wet and dry dispersing system for all Helos models available, spray measurement possible, measuring range can be divided into different separate ranges by lens change
Ultraschall- schwächung			on-line, Prozeß	Emulsionen, Susp.	

