

Tipps zur Dispergierung von statisch aufgeladenem oder hydrophobem Probenmaterial für die Partikelmessung

Der Computer ist nur so schlau wie sein Benutzer. Diesen Spruch kennen wir alle und er gilt mindestens ebenso für hochpräzise, vollautomatische Analysegeräte, wie etwa das FRITSCH **Partikelmessgerät ANALYSETTE 22 NeXT**. Auch wenn vieles hier bereits automatisch geschieht, gilt es insbesondere bei schwierig zu dispergierenden Proben als Anwender*in einige Tricks und Tipps zu kennen, um eine optimale Analyse zu gewährleisten.



Abb. 1: Vordispergierung der Probe im Ultraschallbad

Partikelmessung einfach zu dispergierender Proben

Viele Proben bedürfen aufgrund ihrer stofflichen Eigenschaften einer besonderen Vorbereitung für die Messung. Wenn eine Dispergierung notwendig ist, um die primären Partikel messen zu können, so ist die Nass-Dispergierung für die meisten Proben die ideale Form. Durch Vorversuche muss geprüft werden, auf welche Weise sich das Probenmaterial benetzen und dispergieren lässt. Die Flüssigkeit sollte den Feststoff möglichst spontan und vollständig benetzen! Bei der Nass-Dispergierung, wird das Probenmaterial in einen geschlossenen Flüssigkeitskreislauf gegeben und kontinuierlich durch die Messzelle gepumpt. Problemlose Proben, die ohne größeren Aufwand direkt in die Wasseroberfläche eintauchen und keinen hohen Feinanteil besitzen, können direkt in die **Nass-Dispergierereinheit** der ANALYSETTE 22 NeXT als Feststoff portionsweise

eingegeben und reproduzierbar gemessen werden. Bei stärker gebundenen Agglomeraten ist oft eine vorangehende Ultraschallbehandlung der Probe hilfreich.

Während des Pumpvorgangs im Messkreislauf kann Ultraschall eingekoppelt werden, um die Agglomerate zu zerstören und einzelne, separierte Partikel zu erhalten. Die zusätzliche Ultraschallunterstützung mit möglichst maximaler Leistung verkürzt im Allgemeinen die Dispergier-Dauer wesentlich.

Einfach zu dispergierende Proben charakterisieren sich durch eine geringe Reaktivität und ein einfaches Lösungsverhalten. Als prominente Beispiele wären Sand oder Aluminiumoxid zu nennen. Bei Sand ist nur die erste Phase als Dauer kritisch, während welcher sich der Feinanteil von der Oberfläche der groben Partikel löst und in Lösung begibt. Als Resultat erscheint eine trübe Lösung über dem grobkörnigen Sediment. Um abschließend das Ergebnis nicht zu verfälschen muss eine repräsentative Teilprobe entnommen werden, ohne dabei sedimentierte Partikel zu vernachlässigen. Noch einfacher lässt sich eine feine Aluminiumoxid Probe analysieren. Sedimentation oder unzureichende Dispergierung spielen hierbei zumeist keine Rolle.

Schwieriger zu dispergierende Proben für die Partikelmessung vorbereiten

Im Falle von statischer Aufladung (vorkommend beispielsweise bei Polymeren) oder auch hydrophoben Eigenschaften (beispielsweise bei Backkakao) sollte eine Spatelmenge des Stoffes in einem kleinen 50 ml Erlenmeyerkolben gegeben werden und dann zuerst mit 1 (bis 2) Tropfen eines Netzmittels (Tensid, oder verdünnte Tensidlösung) versetzt und mit einem Glasstab angeteigt werden, bis die Probe vollständig benetzt ist. Nun gibt man tropfenweise Wasser dazu und verrührt weiter.

Die jetzt vorhandene ca. 20-30 ml-Suspension wird im Ultraschallbad dispergiert. Befindet sich die Probe bereits in der Dispergiereinheit und schwimmt auf der Oberfläche kann die Probe wie folgt noch benetzt werden: mit einem Glasstab oder der Spatelspitze wird ein kleiner Tropfen eines Netzmittels (z.B. Dusazin 901, Teepol, Tween 80 oder Pril) auf die Flüssigkeitsoberfläche gebracht/berührt und verteilt. Sofort ist feststellbar, dass die gebildete Haut aufbricht und der Feinanteil in Suspension geht. Nachfolgend findet eine Behandlung durch Ultraschall statt, um die von den o.g. Tensiden chemische Wirksamkeit auch noch physikalisch zu unterstützen.

Die allermeisten Proben erreichen durch diese Behandlung ihre enddispergierte Phase, und somit eine reproduzierbare Partikelgrößenverteilung. Es gibt jedoch die ein oder andere Probe, welche auf bestimmte Tenside oder sogar die Ultraschall-Behandlung nicht wie erwartet reagiert. In diesem Fall werden Mehrfachmessungen deutlich gröber oder aggregieren sichtbar im Ultraschallbad. Vertreter dieser Probengruppe wären beispielsweise besondere Metalllegierungen oder vereinzelte pharmazeutische Wirkstoffe.



Abb. 2: Pipettieren der vordispersierten Probe in die Nass-Messeinheit der A-22 NeXT

Ihre Partikelgrößen-Messung ist nur so gut wie Ihre Dispergierung

Die Suche nach dem geeigneten Tensid und des nachfolgenden Dispergier-Prozesses kann einerseits relativ schnell und einfach gelingen, aber vereinzelt durchaus mühsam erscheinen. Sollte allerdings keinesfalls nachlässig behandelt werden, da die Dispergierung der Probe enormen Einfluss auf die Qualität der Partikelmessung hat. Zur zielgerichteten Orientierung dienen diverse Literaturquellen sowie die Fritsch-Datenbank oder unser kompetentes Berater-Team.

Final steht für jede Probe eine reproduzierbare Methode, die jedem Anwender*in die Möglichkeit bietet, eine sichere und aussagekräftige Partikelgrößenanalyse durchzuführen.

Autor: Leos Benes, Leiter Anwendungstechnisches Labor

E-Mail: benes@fritsch.de