

多分散銀ナノ粒子懸濁液のサイズ測定 非対称フローFFF-DLSとバッチ式DLSの比較

一般情報

ID0053

アプリケーション：ナノ粒子

テクノロジー：AF4-DLS、バッチ式 DLS

機器構成：AF2000 MT、Malvern Zetasizer Nano

キーワード：非対称フロー・フィールド・フロー・フラクショネーション、動的光散乱、銀ナノ粒子

はじめに

動的光散乱法(DLS)は懸濁液中のナノ粒子のサイズ測定に用いられる一般的な分析手法です。

その使いやすさから世界中の分析室で利用されています。しかし、DLSは多分散サンプルの特性評価において欠点があります。それは散乱光の強度(I)が粒子径(d) の 6 乗($I \propto d^6$)に比例するレイリー近似に起因しています。つまり、60nmの粒子は6nmの粒子の100万倍の光を散乱し、それによって混合物中に存在するより大きい粒子に測定が偏り、誤った粒子サイズの結果になります。^[1] この欠点を克服する一つの可能性は、DLS分析の前に非対称フローFFF(AF4) にて多分散サンプルを分離し、DLSをオンライン検出器として使用し、溶出する単分散サンプルを測定する方法です。このアプリケーションでは、バッチ式DLSとAF4にDLSを接続した(AF4-DLS)との比較を紹介します。異なるサイズ(20nm、40nm、60nm) の銀ナノ粒子(AgNP)の測定を比較します。結果からはDLS分析の前にAF4を使用することの利点が明確に示されています。

非対称フローFFF

AF4では、送られた粒子や分子のブラウン運動に対するクロスフロー分離力の反作用により狭いリボン状の流路内で分離されます。

粒子は放物線状の異なる流れの中で、流体力学的サイズに応じて分離されます。この結果粒子は小さいものから順に溶出されます(図1)^[2]。

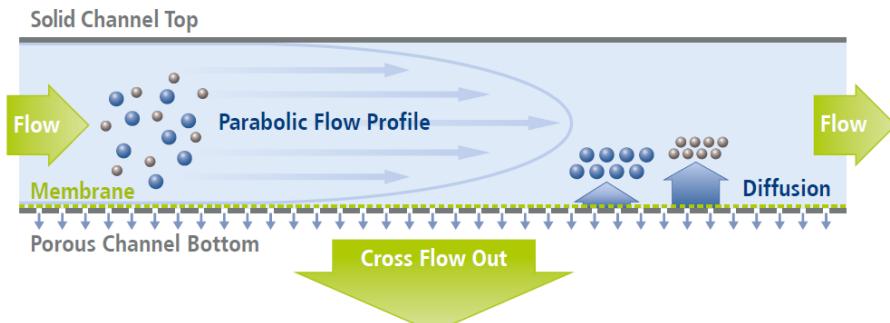


図1: AF4 の分離原理

AF4-DLS 対 バッチ式DLS

AgNPのサイズ測定をAF4-DLSとバッチ式DLSで比較するために、単一サイズ(20nm、40nm、60nm)のAgNPと、この3種類を同じ重量で混合した懸濁液を調整しました。一種類のAgNPサイズのみを含む懸濁液で得られたサイズは、メーカーの提供値と一致しましたが、バッチ式DLSは、3種類の混合物の粒子サイズは測定できず、小さい粒子サイズを識別することもできませんでした。(図2)。

DLSのバッチモードとは対照的に、AF4-DLSは1回の測定で3種類の混合物でも全てのAgNPを分離し、正確にサイズを測定することが出来ました。(図3)。

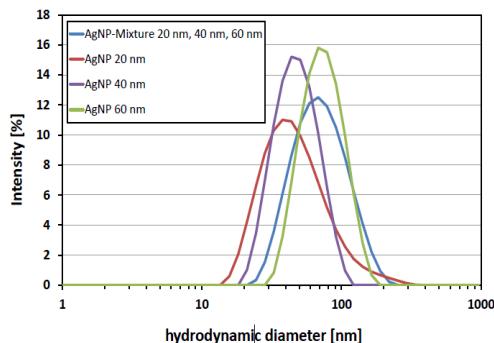


図2: バッチモードで DLS から取得した 1 : 1 : 1 (w%) 混合物の単一 AgNP および AgNP の濃度別サイズ分布

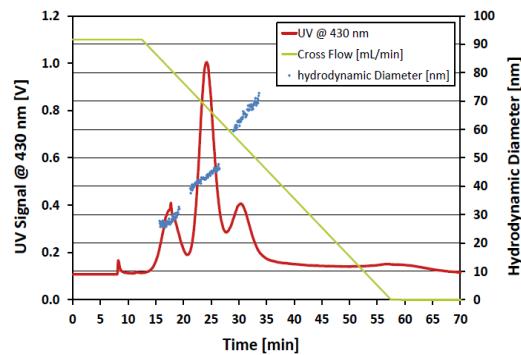


図3: AgNP の 1 : 1 : 1 (w%) 混合物の AF4-DLS フラクトグラム

測定した粒子サイズは表1に示しています。バッチ式DLSによる3種類の混合物の平均サイズは60nmへ偏って評価されています。

D(h)z - 平均値 [nm]				
AgNP-標準	バッチ式DLS	平均偏差	AF4-DLS	平均偏差
20nm	31.1	0.6	30.6	0.6
40nm	42.8	0.2	47.2	0.6
60nm	65.3	0.8	62.5	1.1
20nm+40nm+60nm ミックス	61.2	0.9	28.7 44.0 65.1	0.3 0.4 0.6

表1: バッチ式DLSとAF4-DLSによる3種類のAgNPの測定結果

まとめ

本アプリケーションでは、AF4-DLSとバッチ式DLSを使用して3種類のサイズが異なるAgNPとその混合物懸濁液のサイズ測定を行いました。得られた結果は、DLS分析の前の分離工程がバッチ式DLSよりも優れていることを示しています。バッチ式DLSは3種類のAgNP混合物を分離することが出来ず、さらに小さな粒子サイズも測定できませんでした。対照的に、AF4-DLSは3種類のAgNP混合物を分離することができ、多分散サンプルのサイズ分布を評価することが出来ました。

参考文献

- [1] Dynamic Light Scattering: An Introduction in 30 Minutes, Technical Note, 2017, Malvern Pananalytical.
- [2] Heinzmann G. and Meier F., Field-Flow Fractionation: A powerful technology for the separation and advanced characterization of proteins, antibodies, viruses, polymers and nano-/microparticles, 2017, <http://www.chemeurope.com/en/whitepapers/126566/field-flow-fractionation-a-powerful-technology-for-the-separation-and-advanced-characterization.html>