

Charakterisierung von Nano- und Mikropartikeln mit der Centrifugal Field-Flow Fractionation

Dr. Gerhard Heinzmann

Postnova Analytics GmbH

Bei der Centrifugal Field-Flow Fractionation, kurz auch als CFFF oder CF3 und früher häufig als Sedimentations FFF (SdFFF) bezeichnet, wird als Trennfeld ein Schwerfeld verwendet, das mittels einer rotierenden Kanaleinheit erzeugt wird (Abbildung 1).

Die schnelle Drehung des Trennkanals erzeugt ein Trennfeld, welches im rechten Winkel zum Elutionsfluss wirkt. Bei der Messung einer Probe werden die Partikel zunächst in den Trennkanal eingebracht. Während dieser Injektionszeit wird der Elutionsfluss im Bypass um den Trennkanal herum geleitet, so dass im Kanal selber kein Fluss mehr vorhanden ist. Die Probe kann im durch die Drehung induzierten Trennfeld relaxieren.

Es bildet sich ein Gleichgewicht zwischen dem durch die Drehung erzeugten Trennfeld und der Diffusion der Probe im Trennkanal aus. Kleinere und leichtere Probenmoleküle und Partikel werden sich in dieser Zeit näher zum Zentrum des Trennkanals hin ausrichten, während größere und schwerere Moleküle und Partikel sich näher zur äußeren Wand des Trennkanals bewegen.

Nach der Injektions- und Relaxationszeit, welche einige wenige Minuten dauert, wird der Elutionsfluss durch den Kanal geleitet. Im Trennkanal bildet sich nach kurzer Zeit ein laminares Strömungsprofil aus, bei dem die höchsten Fließgeschwindigkeiten in der Mitte des Kanals erreicht werden und die geringsten Fließgeschwindigkeiten am Rande des Kanals. Dadurch werden die kleineren und leichteren Probenanteile zuerst eluiert, da sich diese wie bereits erwähnt aufgrund ihrer höheren Eigendiffusion näher am Zentrum des Trennkanals aufhalten (Abbildung 2).

Die Centrifugal Field-Flow Fractionation eignet sich besonders gut für die Trennung von Nano- und Mikropartikeln aller Art.

Abbildung 3 zeigt die Auftrennung von Latex Nano- und Mikropartikeln im Größenbereich von 100 nm bis 1 µm.

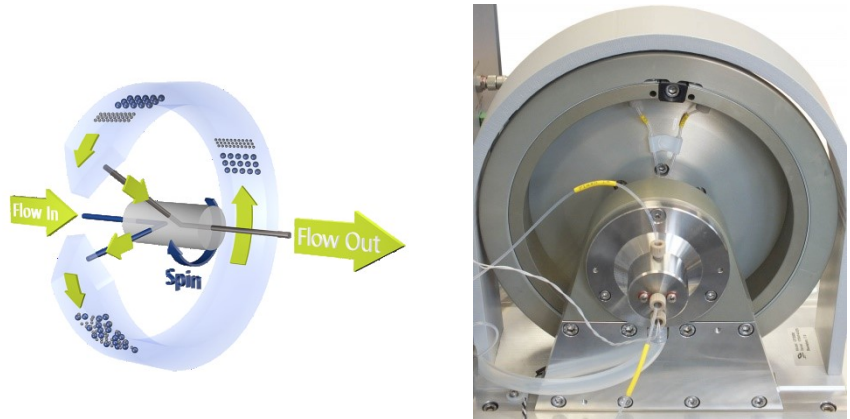


Abb. 1: Prinzip und Trennkanal der Centrifugal FFF

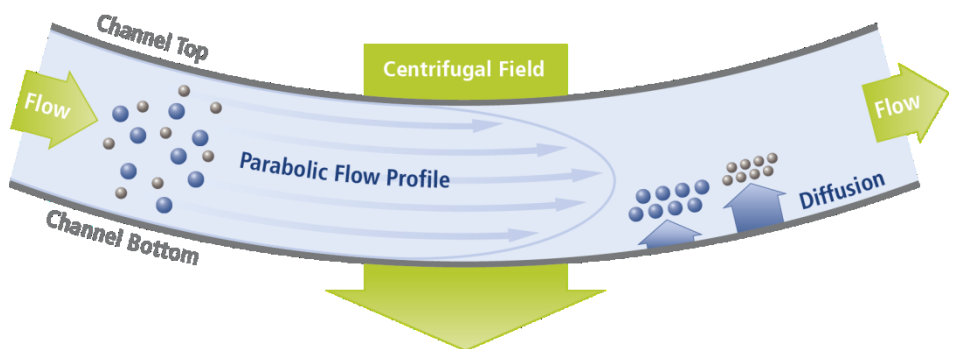


Abb. 2: Auftrennung einer Probe aufgrund der Massen-, Dichte- und Größenunterschiede im Trennkanal der Zentrifugal Feld-Fluss Fraktionierung

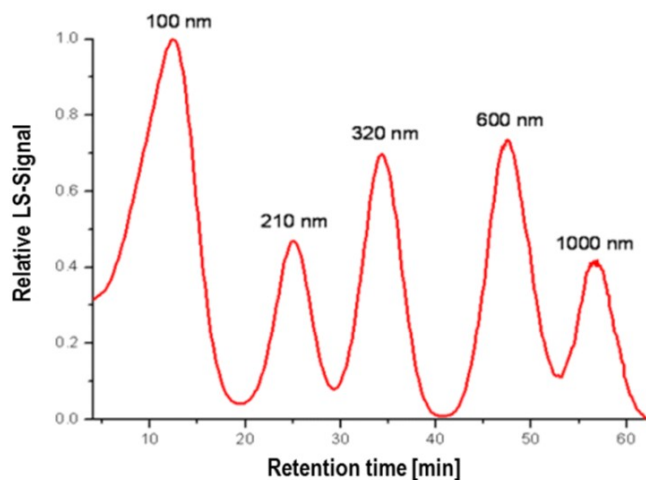


Abb. 3: Trennung einer Probe bestehend aus fünf verschiedenen Latex Nano- und Mikropartikeln mit einem Durchmesser von 100 nm bis 1 µm

Partikel die eine höhere Dichte aufweisen, wie z.B. metallische Nanopartikel, können mit einer sehr hohen Auflösung getrennt werden, da hier das Trennfeld besonders stark wirkt. Ein Beispiel hierfür ist die Trennung von Gold-Nanopartikeln, welche in Abbildung 4 aufgezeigt ist.

Wird als Detektor ein **statischer Lichtstreu-detektor (MALS = Multi Angle Light Scattering Detector)** verwendet, dann können direkt nach der Trennung absolute Partikelgrößen bestimmt werden. Auch die **dynamische Lichtstreuung (DLS)** kann als Online-Detektor im Durchfluss eingesetzt werden. **Im Fall der statischen Lichtstreuung (SLS)** werden die Trägheitsradien der Partikel bestimmt, im Fall der dynamischen Lichtstreuung (DLS) werden die hydrodynamischen Radien der Partikel bestimmt.

Ein wesentlicher Vorteil der Centrifugal Field-Flow Fractionation liegt darin begründet, dass mit dieser Technik Nano- und Mikropartikel nicht nur nach Ihrer Größe sondern auch nach Ihrer Dichte aufgetrennt werden können. So können z. B. Goldpartikel und Silberpartikel mit derselben Größe (20 nm) aufgetrennt werden, wie eindrucksvoll in Abbildung 5 gezeigt wird.

Die Centrifugal Field-Flow Fractionation wird oft auch mit einer ICP-MS als Detektor gekoppelt (z. B. Agilent 7700, 7900 und 8800), um nach der Trennung direkt die chemische Natur der Partikel identifizieren zu können. Für eine Kopplung der CF3 mit einer ICP-MS Anlage eignet sich z. B. ein Fluss von 0,5 mL/min. Der Fluss der CF3 kann dabei direkt in den Zerstäuber des ICP-MS Systems geleitet werden.

Das ICP-MS Interface Modell PN9050 von Postnova kann eingesetzt werden, um ein Startsignal vom Injektor der CF3 zur ICP-MS zu senden, so dass auch automatisierte Sequenzen gemessen werden können. Zum zweiten kann ein Fehlersignal von der ICP-MS zur CF3 gesendet werden, um dafür zu sorgen, dass im Fehlerfall, z. B. wenn das Plasma der ICP-MS erlischt, die Pumpe der CF3 abgeschaltet wird und der Fluss der CF3 in den Abfall umgeleitet wird. Damit ist sichergestellt, dass die ICP-MS-Anlage im Fehlerfall nicht beschädigt wird.

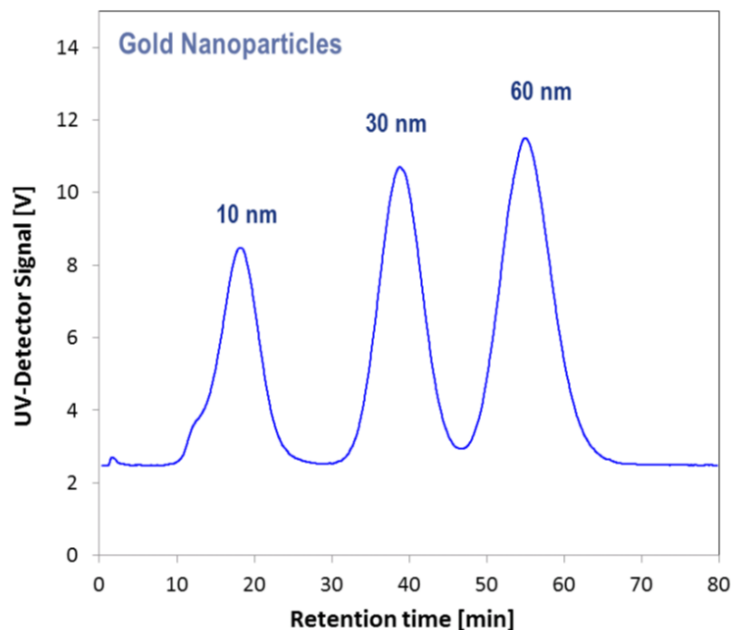


Abb. 4: Hochauflösende Trennung einer Probe bestehend aus drei verschiedenen Gold-Nanopartikeln mit einem Durchmesser von 10 nm bis 60 nm

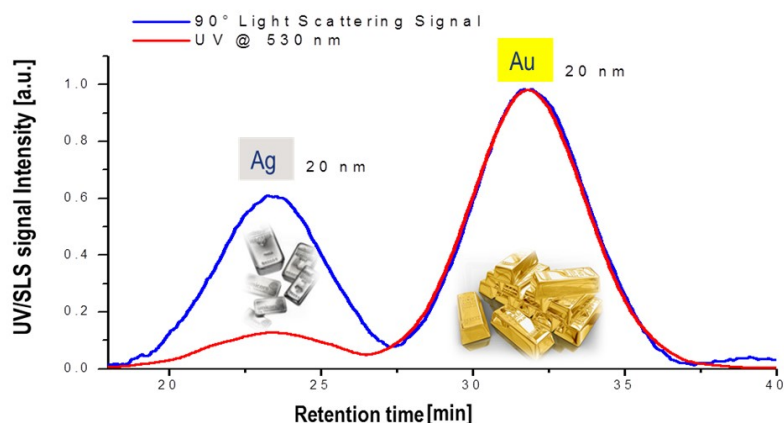


Abb. 5: Auftrennung einer Probe bestehend aus Silber- und Gold-Nanopartikel mit unterschiedlicher Dichte und identischer Größe (20 nm)