

DLS数据解析

Nicomp® 系统

概述

Entegris Nicomp®动态光散射（DLS）系统是一种易于使用的粒度和zeta电位分析仪。本技术文档显示了Nicomp的典型结果，并对声场对数据进行解析说明。

简介：动态光散射

DLS 技术是测量 1 nm 至约 10 μm 悬浮液粒径的理想方法（取决于颗粒密度）。Nicomp系统的简化光学图如图1所示。

粒子布朗运动产生的光散射导致探测器上的光字计数波动。波动的时间特征用于创建相关函数，由此确定平移扩散系数D。然后使用斯托克斯-爱因斯坦方程计算粒径R：

$$D = kT / 6\pi\eta R$$

说明：
 k = 玻尔兹曼常数
 η = 溶剂的粘度
 T = 温度 (K)
 R = 粒子半径

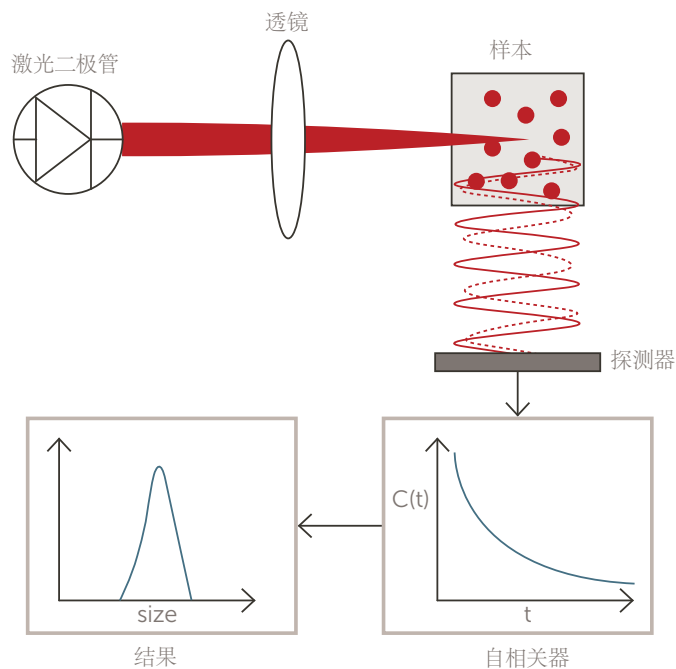


图 1. DLS光学器件

结果解析

窄分布的聚苯乙烯乳胶标准品（PSL）的典型结果如图2所示。

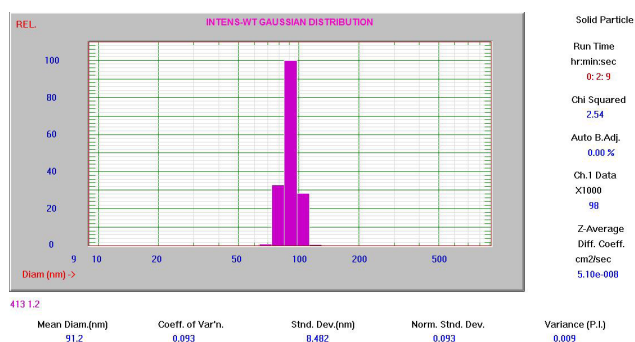


图 2. Nicomp DLS 结果

这是一个强度加权高斯分布，因此完整的结果可以用两个数字定义；平均值和均方差。但是DLS¹的ISO标准建议应使用平均值和多分散指数PI报告结果。

ISO 22412-2008中使用的命名法在技术上是准确的，但在现实中很少使用。例如，用于强度加权平均直径的术语是 $\bar{x}_{DLS}$ 。在Nicomp软件中，这个值是平均直径。在其他供应商的软件中，这有时被称为Z平均值或Zave。因此，要按照 ISO % 22412-2008 中的指导报告 Nicomp 结果，要展示的两个值是平均直径和方差（PI）。

下面描述了图 2 中从左到右、从上到下显示的所有报告值。

平均直径 = 强度分布的平均直径（光强径），还有

$\bar{X}_{DLS}$ 和 Zave。 Coeff. Of Var'n. = 强度分布的变化系数

= 标准偏差/平均值

Std. Dev. = 强度分布的标准偏差, 占总分布的 $68.2\% \pm 1\sigma$ 以内

Norm. Std. Dev. = Std. Dev./Mean

方差 (PI) = 多分散系数, 定义如下

$$PI = 2\bar{X}_{DLS}^{-2} \frac{\sum_{i=1}^N \Delta Q_{int,i} (1/x_i^2 - 1/\bar{X}_{DLS}^2)}{\sum_{i=1}^N \Delta Q_{int,i}}$$

说明:

$\Delta Q_{int,i}$: 粒径为 x_i 的颗粒的强度加权量。粒径分布可以得到为直径, x_i 和相应的强度加权量的离散集合 $\{\Delta Q_{int,i}, x_i, i = 1 \dots N\}$

“Solid Particle” = Nicomp 软件在从强度分布转换为基于体积或数量的分布时, 使用两种折射率模型。“Solid Particle”模型假设颗粒的折射率 RI 与分散液体的 RI 之间存在很大差异。“Vesicle”模型假设 RI 颗粒/RI 液体的比例更接近, 并针对脂质体进行了优化。

注意: 这些模型不影响强度结果, 只影响体积和数量结果。

Run Time = 测量持续时间的长度

Chi Squared = 拟合优度计算

注: 此值还指示应使用高斯还是多模态 Nicomp 结果。如果卡方值低于 2-3, 则建议使用高斯结果。对于大于 3 的卡方值, 请考虑使用 Nicomp 结果。

AutoB. Adj. = 自动基线调整。当存在一些大颗粒或原始数据嘈杂时, 相关函数的基线可能会不稳定。较高的 Auto B. Adj 调整值表示数据存在噪声, 可能需要更好的样品制备。

Ch 1.Data X1000 = 相关函数中通道 # 1 的内容。值越高, 表示函数中的统计准确性越高。

Z-Average Diff Coeff= 斯托克斯-爱因斯坦方程中使用的扩散系数 D, 用于将扩散系数转换为粒径。

分布类型

图 2 所示的结果是高斯结果;完全由平均值和标准差（或 PI）定义。高斯分布的特征是, 总数的 68% 与平均值相差在 1 个标准差范围内, 如图 3 所示。

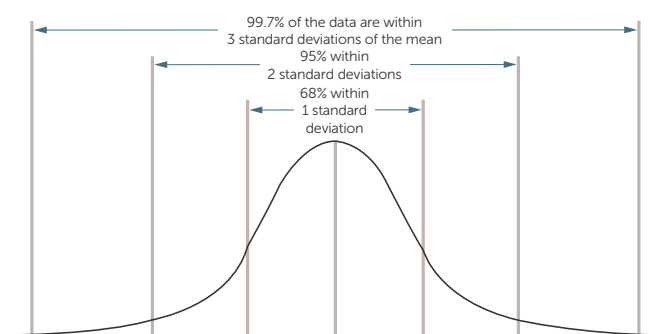


图3. 高斯分布

对于具有多个峰的样品, 使用独特的 Nicomp 计算来解析多峰。较大的卡方值表示简单的高斯结果不能很好地表示原始数据。独特的 Nicomp 分布分析使用的一般数学过程称为拉普拉斯变换反演 (“ILT”)。这种相当复杂的技术也被用于分析其他科学领域的各种问题, 与光散射无关。具体的数学过程是高斯（累积量）分析中使用的最小二乘计算的更复杂的版本;它被称为非负最小二乘 (“NNLS”) 分析。

如图4所示的结果具有较高的 Chi 平方值, 这意味着高斯结果与原始数据的最佳拟合, 应考虑 Nicomp 结果。Nicomp 结果如图5所示。

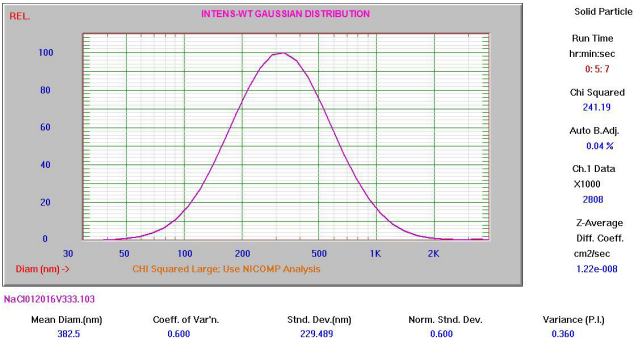


图4.高Chi平方结果，高斯结果

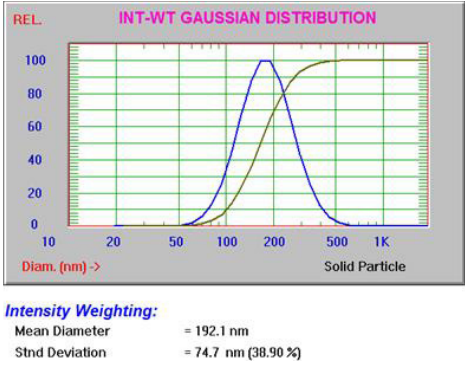


图7. 体积分布结果（体径径）

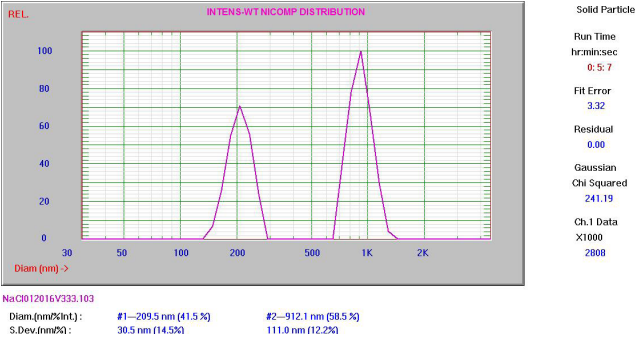


图5.Nicomp 结果

DLS 测量的主要结果是强度加权分布。结果可以转换为数量或体积分布，以便与其他技术进行比较。例如，由于显微镜产生数量加权分布，因此数量分布将显示更接近SEM结果的结果。强度分布将类似于窄对称分布的体积或数量分布。对于更广泛的分布，结果将按照从大到小的一般顺序出现相当大的差异：强度>体积>数量。样品的强度、体积和数量结果的比较如图6-8所示。

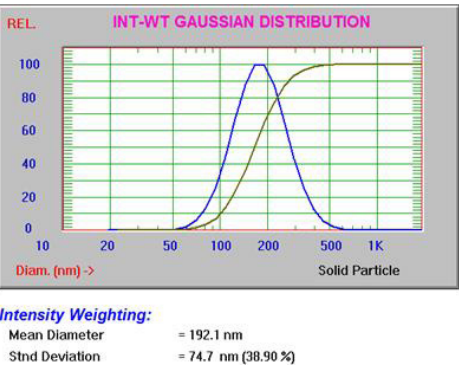


图6. 强度分布结果（光强径）

数字加权

平均直径	81.5 nm
基准偏差	31.699 nm (38.90%)

图8. 数量分布结果（数量径）

数据也可以显示为低于所选百分比的累积结果，如图9所示。

累积结果

25% of distribution	<85.2 nm
50% of distribution	<90.8 nm
75% of distribution	<96.6 nm
90% of distribution	<102.3 nm
99% of distribution	<112.7 nm
80% of distribution	<98.2 nm

注意：最后一个百分比（在本例中为 80%）可由操作者在“控制”菜单中更改。

图9.累积结果

21 CFR 第 11 部分软件

Nicomp Net 21 CFR Part 11软件的结果打印输出如图10所示。

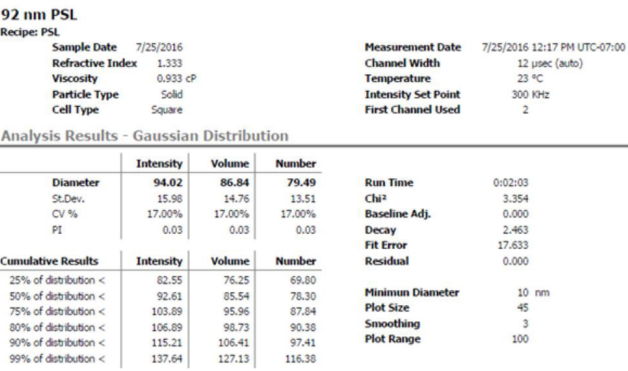


图 10.符合 21CFR11 标准的软件的结果

此图中显示的结果与本文档前面显示的结果基本相同，但存在以下差异：

在图11所示的“分析结果”中，“直径”结果实际上是基于强度、体积和数量分布的平均结果。

分析结果 – 高斯分布

	INTENSITY	VOLUME	NUMBER
Diameter	94.02	86.84	79.49
St. Dev.	15.98	14.76	13.51
CV %	17.00%	17.00%	17.00%
PI	0.03	0.03	0.03

图 11.21CFR11软件的平均直径结果

在本例中，强度平均直径 (或 Z average, or $\bar{X}_{DLs}$) 为 94.02 nm.

ZETA电位

Nicomp系统还可用于测量样品的zeta电位。zeta电位是距离颗粒表面一小段距离的电荷，如图12所示。

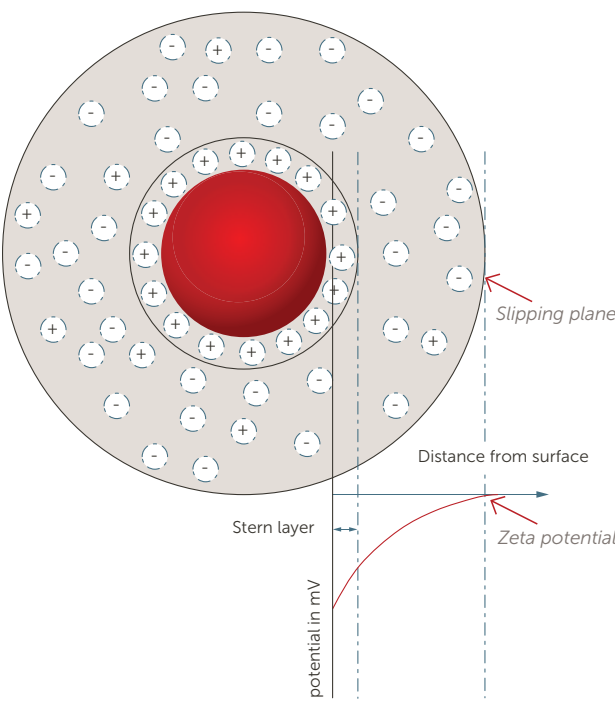


图12 Zeta 电位

通过向悬浮液施加电场并测量粒子运动的速度和方向来分析Zeta电位。zeta电位测量的主要结果是电泳迁移率 μ 然后使用以下公式计算zeta电位：

$$\xi = \eta \mu / \epsilon$$

Where:
 ξ = zeta potential
 η = viscosity of solvent
 μ = electrophoretic mobility
 ϵ = dielectric constant of solvent

Nicomp可以通过检测频率或相移来测量粒子运动。首选方法是使用相位分析光散射（PALS）技术测量相移。

Nicomp系统的典型zeta电位结果如图13所示。

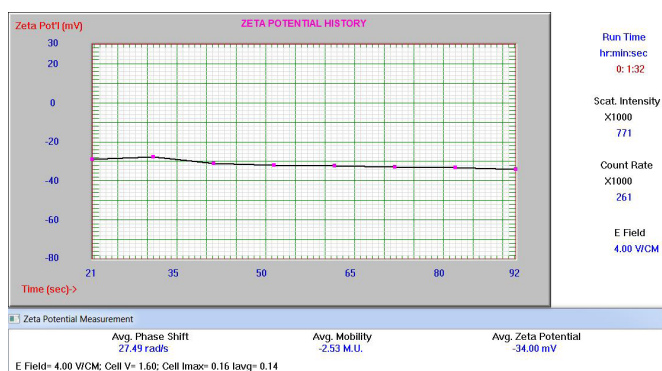


图 13. Zeta 电位结果

此测量值要关注的结果值是平均 Zeta 电位，在本例中为八次测量后的累积值。强烈建议进行多次 zeta 电位测量并使用平均值。

有时，最好的方法是进行多次运行，每次运行进行多次分析 - 然后取多次运行的平均值。在进行最终平均计算时，不包括罕见和异常的 zeta 电位值。

对于此示例，用户选择施加 4 V/cm 的电场强度。显示的平均位移为 27.9 rad/s，平均 μ 为 -2.53 m.U.，zeta 电位为 -34.00 mV。

引用

1 ISO 22412 -2008 Particle size analysis — Dynamic light scattering (DLS)



上海奥法美嘉科技有限公司

上海市 闵行区 浦江镇 浦江高科技园F区
新骏环路 588 号 23 幢 402 室

Customer Service
Tel: 400-829-3090
Email: info@Alpharmaca.com



官方公众号



官方服务号