

水溶液中颗粒的精准表征：基于单粒子光散射技术的应用研究

摘要

本文基于 LUMiSpoc 单粒子光学计数器的技术特性及实际测样需求，探讨了水溶液中纳米及微米级颗粒的检测方案。针对水溶液颗粒检测中浓度范围宽、粒径跨度大、干扰因素多等难点，采用单粒子光散射技术（SPLS）实现了精准分析。该技术可在 40nm~8 μ m 粒径范围内实现高精度计数，浓度覆盖 $10^3 \sim 10^9$ #/mL，且重复测试相对标准偏差（RSD）低于 5%，为水溶液颗粒的质量控制与科研分析提供了可靠技术支撑。

关键词：水溶液颗粒；单粒子光散射技术；粒径分布；浓度检测；LUMiSpoc

一、水溶液颗粒检测的目的与难点

1.1 检测目的

在科研与工业领域，水溶液中颗粒的表征对产品质量控制和科学研究具有重要意义。例如，半导体工艺依赖超纯水清洗，颗粒残留会致晶圆缺陷，通过监测水溶液颗粒可判断清洗效果；医药中能保障制剂安全，新能源领域可优化材料制备，是质控与工艺优化的关键依据。通过精准检测颗粒的粒径分布、浓度及动态变化，可为工艺优化、质量评估和科研结论提供量化依据。

1.2 检测难点

水溶液颗粒检测面临多重技术挑战：一是浓度范围跨度大，传统方法易在高浓度时出现颗粒重叠干扰，

低浓度时信号难以捕捉；二是粒径覆盖广，从亚微米到微米级别的颗粒，甚至涵盖到纳米级别，不同尺寸颗粒的散射特性差异显著，对检测系统分辨率要求极高；三是干扰因素复杂，水溶液中的气泡、杂质等易产生假信号，影响目标颗粒识别。



图 1：LUMiSpoc 单粒子光学计数器

二、检测方法与技术原理

2.1 方法选择

针对上述难点，单粒子光散射技术（SPLS）凭借独特优势成为理想解决方案。该技术基于 LUMiSpoc 单粒子光学计数器实现，通过专利的光学设计与流体动力学聚焦技术，可对单个颗粒进行精准分析，无需复杂样品预处理即可覆盖宽粒径和浓度范围。

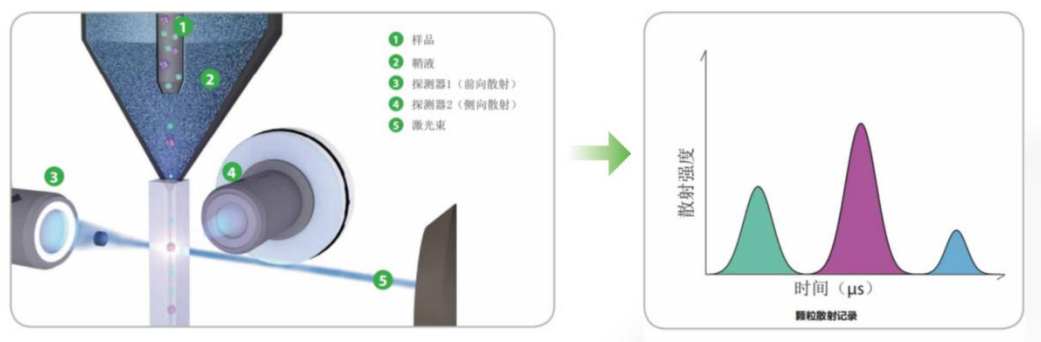


图 2: SPLS 单粒子光散射技术

2.2 技术原理

LUMiSpoc 采用 405nm 紫光二极管激光器，通过流体动力聚焦将水溶液中的颗粒排列成单一直线，样品流与外围鞘流形成流体壁以避免干扰。当颗粒穿过聚焦激光束时，系统通过前向和侧向双光电倍增管 (PMT) 同步记录散射信号，经放大、数字化处理后，基于米氏散射理论将散射强度转换为粒径分布与颗粒浓度。

聚苯乙烯混合物(8 种)

143 nm, 220 nm, 293 nm,

370 nm, 467 nm, 726 nm,

1537nm, 3066 nm

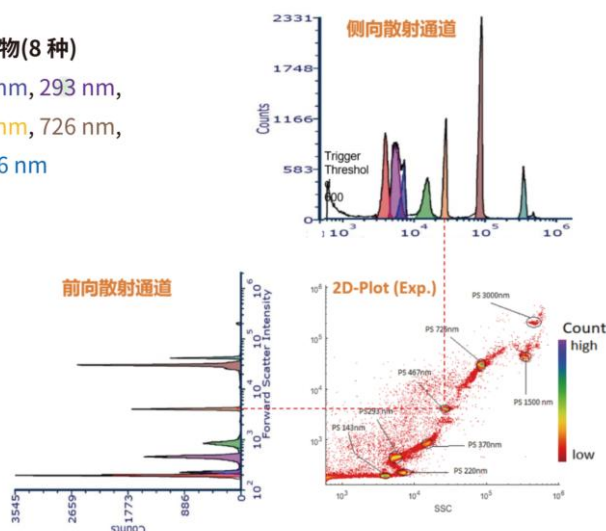


图 3: 双维度光散射检测

其核心优势包括：动态调节鞘液与样品流速比以适配不同浓度；双光路检测实现 10nm 超高分辨率；自动化流体管理保障全流程稳定性，颗粒计数精度 < 2%，最大计数速率达 10000 #/s。

三、检测数据与结果分析

3.1 检测条件与样品处理

- 设备型号：LUMiSpoc® 单粒子光学计数器（德国生产）；
- 检测原理：SPLS（单粒子光散射技术）；
- 样品类型：水溶液（颗粒折光率 1.5）；
- 测试参数：光源强度 120mW，单次测试时间 120s，体积流速比 550，共进行 6 次重复测试（剔除首次数据以减少背景干扰）；
- 校准标粒：Duke PSL 834nm 标准粒子，校准日期为检测当日。

3.2 检测结果

3.2.1 浓度分析

二维密点图中，横坐标为侧向信号强度，纵坐标为前向信号强度；颜色深浅代表颗粒浓度的浓稀程度。

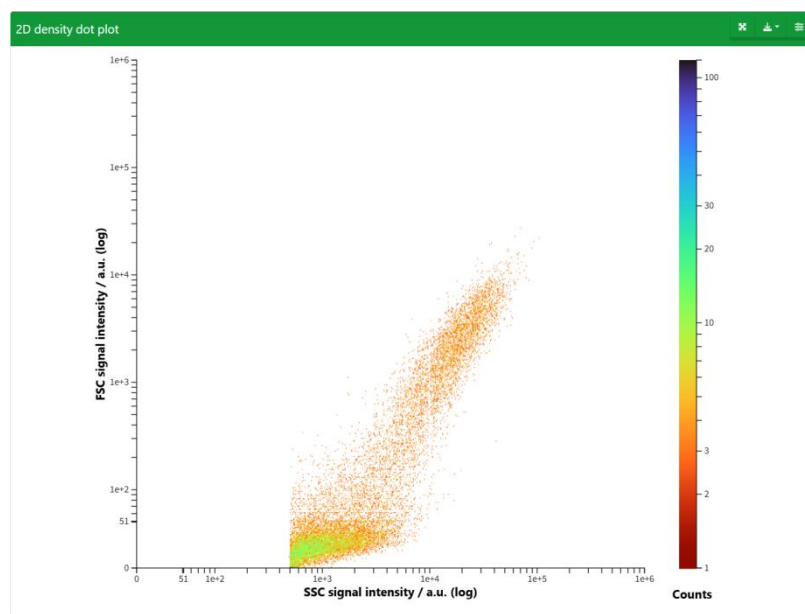


图 4：二维密度点图

3.2.2 粒度分布

根据实际分布情况，划分了 11 个粒径区间，测试下限下探至 40nm。

分辨率设置极低：5nm。

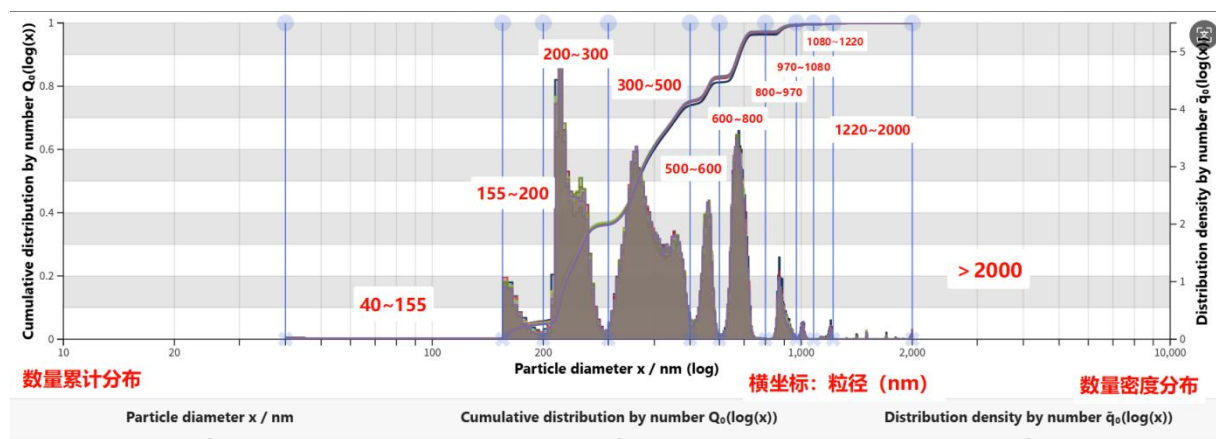


图 5：粒度分布图

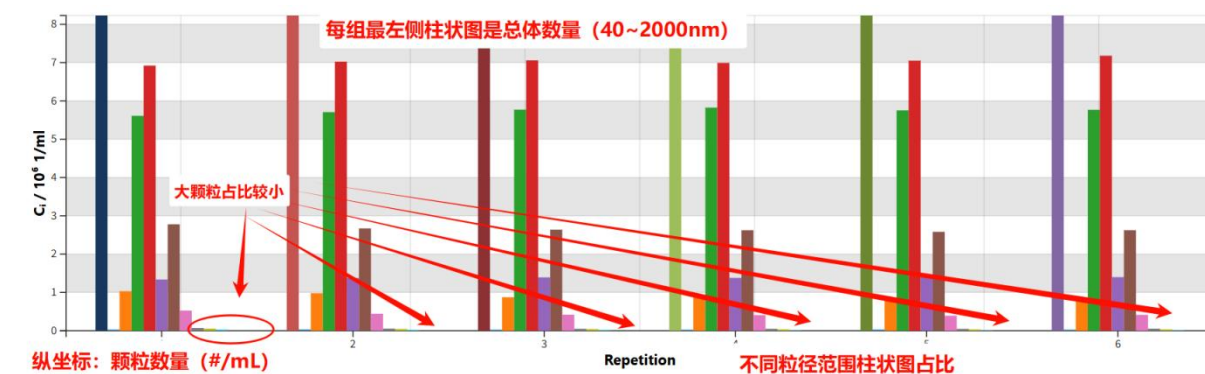


图 6：不同粒径范围颗粒数量占比柱状图

横坐标为六次重复测试和选择的分组模式，纵坐标为每毫升颗粒数量。

每组最左侧为 40~2000nm 总体的颗粒数量，其余柱状图代表各粒径范围的颗粒数量，可以最直观了解的了解颗粒分布。由此可以看出重复性良好。

3.2.3 样品测试结果

LUMiSpoc (单粒子光学计数器)

排 序	粒径范围	颗粒计 数	Rep1	Rep2	Rep3	Rep4	Rep5	Rep6	AVG	RSD (%)
--	Total 40~2000 nm	Counts #/mL	~~18381~~ 000	18346 600	18286 500	18274 700	18173 400	18361 100	18288 460	0.36
1	300~500 nm	Counts #/mL	~~69245~~ 00	70306 00	70629 00	69942 00	70538 00	71820 00	70647 00	0.90
		占比(%)	~~37.67~~	38.32	38.62	38.27	38.81	39.12	38.63	
2	200~300 nm	Counts #/mL	~~37670~~ 000	38320 000	38620 000	38270 000	38810 000	39120 000	38628 000	0.82
		占比(%)	~~30.56~~	31.09	31.57	31.9	31.67	31.41	31.53	
3	600~800 nm	Counts #/mL	~~30560~~ 000	31090 000	31570 000	31900 000	31670 000	31410 000	31528 000	0.86
		占比(%)	~~15.11~~	14.56	14.41	14.35	14.2	14.28	14.36	
4	500~600 nm	Counts #/mL	~~15110~~ 000	14560 000	14410 000	14350 000	14200 000	14280 000	14360 000	0.85
		占比(%)	~~7.27~~	7.49	7.61	7.54	7.86	7.62	7.62	
5	155~200 nm	Counts #/mL	~~72700~~ 00	74900 00	76100 00	75400 00	78600 00	76200 00	76240 00	1.67
		占比(%)	~~5.57~~	5.33	4.76	5.04	4.63	4.63	4.88	
6	800~970 nm	Counts #/mL	~~52550~~ 0	44240 0	41810 0	40860 0	39170 0	41460 0	41508 0	3.95
		占比(%)	~~2.86~~	2.41	2.29	2.24	2.16	2.26	2.27	
7	970~108 0nm	Counts #/mL	~~28600~~ 00	24100 00	22900 00	22400 00	21600 00	22600 00	22720 00	3.58

		占比 (%)	~~0.38~~	0.29	0.27	0.27	0.26	0.29	0.28	
8	1080~1220nm	Counts #/mL	~~38000~~ θ	29000 0	27000 0	27000 0	26000 0	29000 0	27600 0	4.35
		占比 (%)	~~0.29~~	0.24	0.23	0.18	0.18	0.19	0.20	
9	40~155nm	Counts #/mL	~~27100~~	29300	23900	23400	26600	24400	25520	8.55
		占比 (%)	~~0.15~~	0.16	0.13	0.13	0.15	0.13	0.14	
10	1220~2000nm	Counts #/mL	~~25900~~	19400	17900	12700	13200	13700	15380	17.75
		占比 (%)	~~0.14~~	0.11	0.1	0.07	0.07	0.07	0.08	
11	>2000nm	Counts #/mL	~~14000~~ θ	11000 0	10000 0	70000	70000	70000	93333	28.12
		占比 (%)	~~0.01~~	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	

该水溶液中**主体颗粒**集中在 **200~300** 和 **300~500nm**，颗粒数占比**均达到 30%以上**，微米级以上颗粒占比比较小；

对水溶液共测试 6 次，剔除第一次数据，整体数据**重复性极佳**，不同粒径范围内的偏差如图中 RSD (%) 一列所示。

3.2.4 粒度变化分析

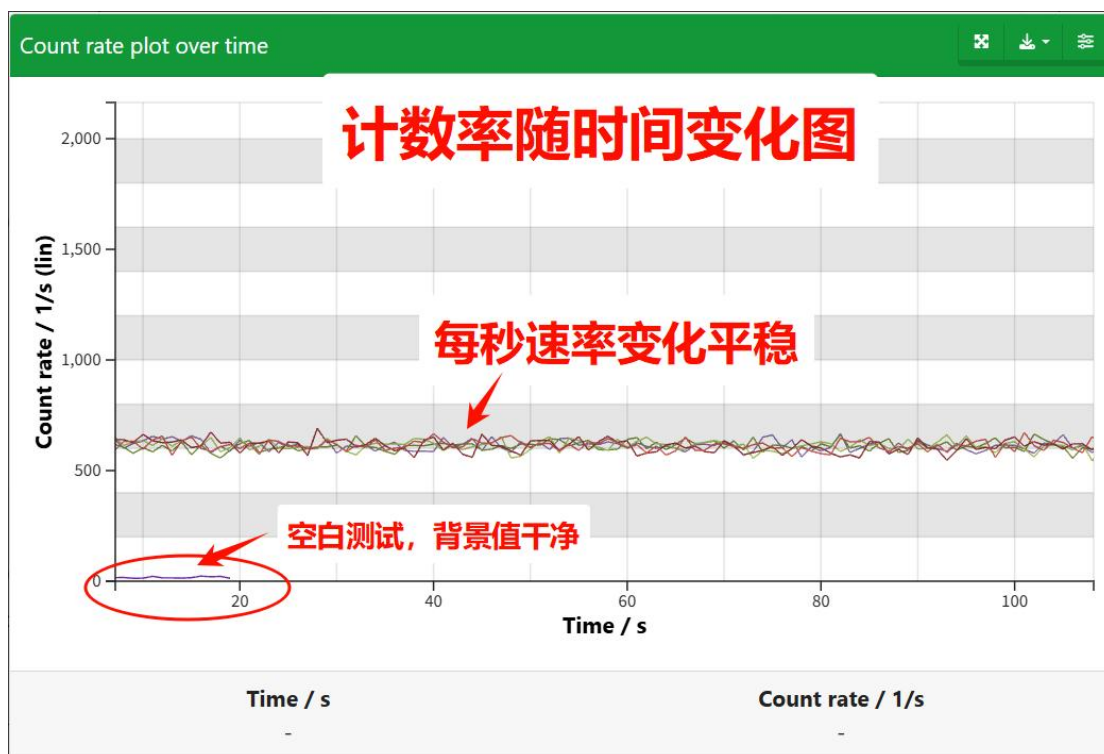


图 9：计数率随时间变化图

横坐标为时间（s），纵坐标为计数率。样品的每秒计数率变化变化平稳，测试数据稳定可靠。

四、结论

LUMiSpoc 单粒子光学计数器基于单粒子光散射技术，成功解决了水溶液颗粒检测中浓度范围宽、粒径跨度大、干扰多等难点。其 40nm~8 μ m 的动态粒径范围、 $10^3 \sim 10^9$ #/mL 的浓度覆盖能力及 < 2% 的计数精度，可满足半导体、医药、生物等多领域需求。实际检测数据表明，该技术在疫苗佐剂批次差异识别、超细气泡水分布分析、蛋白质聚集体动态监测等场景中表现出高精度、高重复性和高灵活性，为水溶液颗粒的精准表征提供了可靠技术方案。

参考文献

1. 《BS ISO 21501-2:2019》. 光散射液体颗粒计数器（LSLPC）的校准和验证方法 [S].