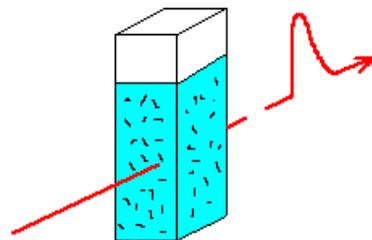


# APD 100

## ANISOTROP PARTICLE DETECTOR

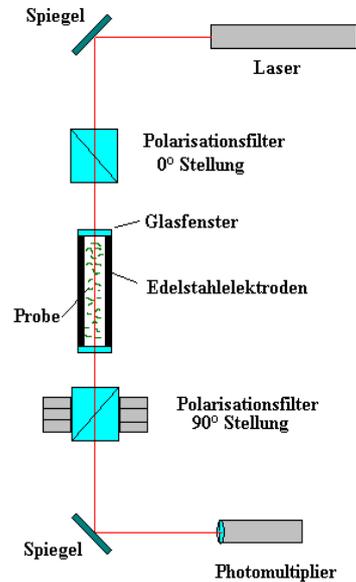


**SUCK WISsenschaftliche Geräte**  
**ENTwicklung**  
<http://suck.de>

# Photometersystem APD 100

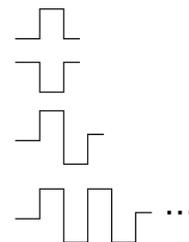
## Photometer

Rotationsdiffusionskoeffizient  
 Achsenverhältnis  
 Partikelgrößenverteilung  
 Kerrkonstante  
 Dipolcharakter  
 optische Phasenverschiebung  
 Vorzeichen der Doppelbrechung  
 Brechungsindexdifferenz



## Hochspannungspulser

Einzelschuß positiv  
 Einzelschuß negativ  
 Pulsumkehr  
 Rechteckwechselfspannung

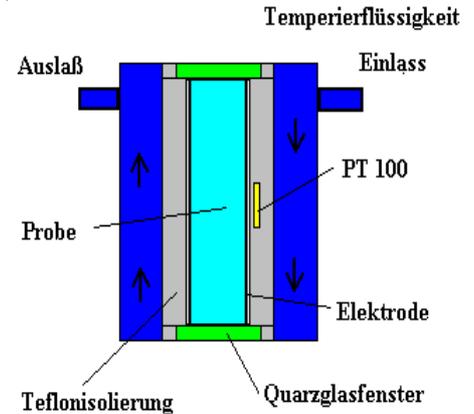


## Funktionsweise

Viele Moleküle und Teilchen zeigen Anisotropien aufgrund ihrer Bindungsstrukturen. Verschiedene optische Phänomene beruhen auf dieser Richtungsabhängigkeit, wobei der optische Brechungsindex am bekanntesten ist. Die Anisotropie des optischen Brechungsindex führt zu einer optischen Doppelbrechung  $\Delta n = n_x - n_y$  der Teilchen ( $n_x$  und  $n_y$  sind die optischen Brechungsindizes in x bzw. in y Richtung). Eine schwach konzentrierte Lösung zeigt generell keine Doppelbrechung, da die Teilchen durch Brownsche Molekularbewegung gleichmäßig im Raum verteilt sind. Werden die Partikel jedoch ausgerichtet, wird das System optisch doppelbrechend. Ein schnelles und einfaches Verfahren ist die Ausrichtung durch ein elektrisches Feld. Das Anlegen eines elektrischen Feldes über der Küvette bewirkt ein Ausrichten der anisotropen Aggregate. Linear polarisiertes Licht eines Helium-Neon Lasers trifft auf die zu untersuchende Probe, und aus dem linear polarisierten Licht wird elliptisch polarisiertes Licht, welches den zweiten Analysator durchdringen kann. Die detektierte Intensität am Photomultiplier ist dann ein Maß für die Doppelbrechung der untersuchten Probe.

## Küvettenaufbau

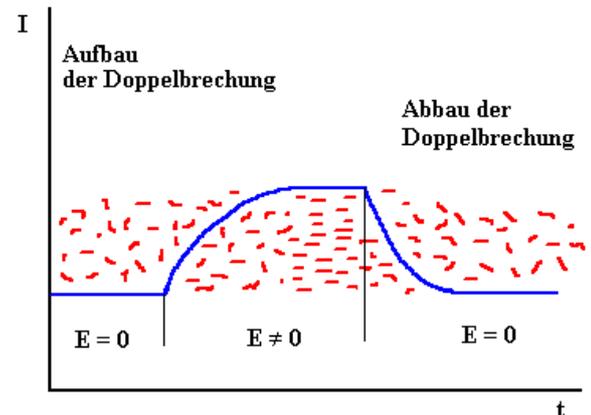
Das Einhalten der exakten Temperatur auf ist zwingend notwendig, da der Rotationsdiffusionskoeffizient stark von der Temperatur abhängt. Durch die anzulegende Hochspannung bestand in früheren Versionen die Schwierigkeit einer exakten Temperierung. Temperiert wurde hauptsächlich das Gehäuse. Als Hersteller von wissenschaftlichen Meßgeräten suchen wir nach Lösungen und ständigen Verbesserungen, um den ständig wachsenden Bedürfnissen gerecht zu werden. Unser erfahrenes Team aus Ingenieuren und Konstrukteuren hat sich diesem Problem gestellt und eine neue Probenzelle entwickelt. Im neuen Design ist eine direkte Ankopplung der Temperierung gelungen, und damit die erforderliche Temperaturstabilität erreicht. Die zu untersuchende Probe befindet sich zwischen zwei Edelstahlelektroden, die aus Sicherheitsgründen in Teflon eingebettet sind. Ein -und Auslaßkapillaren ermöglichen es dem Anwender die Meßzelle -wenn erforderlich- auch im Durchfluß zu betreiben. Für die Küvettenfenster werden nur Spezialgläser verwendet, die nach einem speziellen Verfahren an der Kerr-Zelle befestigt werden. Standardgläser zeigen eine zu große Spannungsdoppelbrechung und sind daher nicht geeignet.



## Aufbau der Doppelbrechung

Die maximale Ausrichtung der Teilchen im elektrischen Feld hängt von der Dauer des angelegten Hochspannungsimpulses ab. Dieses Feld beeinflusst die elektrische Polarisierbarkeit der Teilchen. Erhöht man die angelegte Spannung über den Elektroden, so bewirkt dies eine stärkere Ausrichtung der Teilchen und demzufolge einen Anstieg der elektrisch induzierten Doppelbrechung.

Nach Abschalten der angelegten Hochspannung relaxieren die Teilchen in ihren ursprünglichen Zustand. Dieser Relaxationsprozeß ist charakteristisch für Größe und Form der Partikel. Translatorische Bewegungen der Teilchen sind im allgemeinen vernachlässigbar, wenn die Dauer des angelegten Hochspannungsimpulses klein ist ( $\mu\text{s}$ -  $\text{ms}$ ).



# Messungen

## Kerr- Konstante

In Lösungen von optisch anisotropen Teilchen ist aufgrund der Zufallsverteilung der Partikel generell keine Doppelbrechung zu beobachten. Bei Anlegen eines äußeren elektrischen Feldes kann aber Doppelbrechung beobachtet werden. Die Signalhöhe dieser induzierten Doppelbrechung ist mit dem Grad der Orientierung der anisotropen Aggregate in Verbindung zu bringen. Diese elektrisch induzierte Doppelbrechung wurde 1875 von Kerr beobachtet und das sogenannte Kerrgesetz, die quadratische Abhängigkeit der Doppelbrechung vom angelegten elektrischen Feld, wurde von ihm 1880 mathematisch formuliert.

$$B := \frac{\Delta n}{\lambda \cdot E^2}$$

E: Angelegtes elektrisches Feld

$\Delta n$ :  $n_x - n_y$

$\lambda$  : Wellenlänge des Lichts

B: Kerrkonstante

## Rotationsdiffusionskonstante

Nach Abschalten der angelegten Hochspannung relaxieren die Teilchen mit einer definierten Zeitkonstanten in ihren ursprünglichen Zustand. Dieser Relaxationsprozeß ist charakteristisch für Größe und Form der Partikel. Die Relaxation wird für eine monodisperse Lösung durch eine einfache Exponentialfunktion beschrieben. Bei polydispersen Lösungen ist der zeitliche Verlauf der Doppelbrechung durch folgende Gleichung gegeben.

$$\Delta n(t) := \sum_i (\Delta n_0)_i \cdot e^{-6 \cdot D_i \cdot t}$$

$\Delta n(t)$  ist der Wert der Doppelbrechung zur Zeit  $t$  nach Abschalten des elektrischen Feldes,  $\Delta n_0$  der Sättigungswert der Doppelbrechung und  $D_i$  der Rotationsdiffusionskoeffizient der  $i$ -ten Teilchenart. Mittels des Rotationsdiffusionskoeffizienten sind ebenso Aussagen über die Achsenverhältnisse der Aggregate möglich. Zugrunde liegen hier folgende mathematische Beziehungen:

$$D_R := \frac{3 \cdot k \cdot T}{16 \cdot \pi \cdot \eta \cdot a^3} \cdot \left( \ln \left( \frac{2 \cdot a}{b} \right) - 1 \right) \quad \text{Ellipsoid}$$

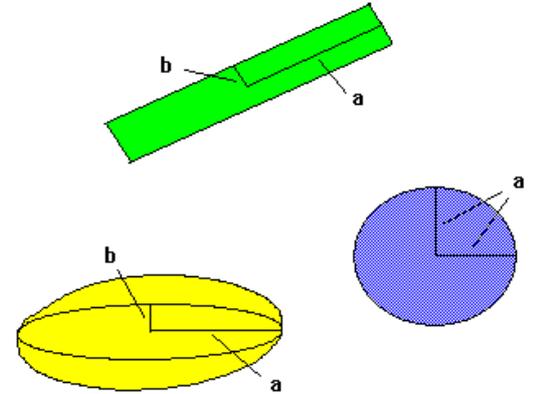
$$D_R := \frac{3 \cdot k \cdot T}{8 \cdot \pi \cdot \eta \cdot a^3} \cdot \left( \ln \left( \frac{2 \cdot a}{b} \right) - 0.8 \right) \quad \text{Zylinder}$$

$$D_R := \frac{k \cdot T}{8 \cdot \pi \cdot \eta \cdot a^3} \quad \text{Kugel}$$

# Messungen

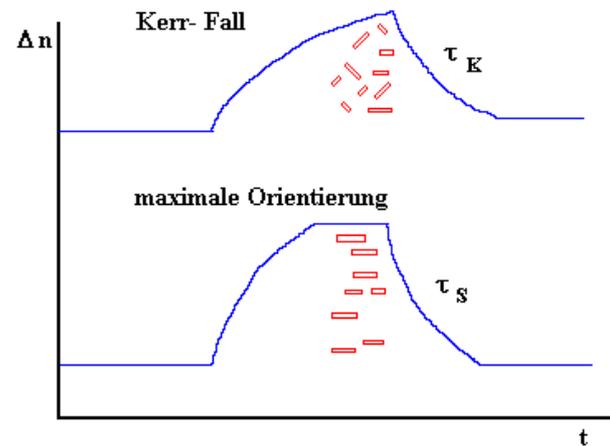
## Achsenverhältnisse

Die Kenntnis des Rotationsdiffusionskoeffizienten ermöglicht die Berechnung des Achsenverhältnisses  $a/b$ . Kennt man, wie z. B. bei Tensiden die Länge eines Monomeren aus Literaturdaten, so ist die Stäbchenlänge des Zylinders aus dem Achsenverhältnis zu bestimmen. Zur genauen Bestimmung der Teilchenlängen anisotroper Aggregate ist deshalb die Kenntnis einer Aggregatdimension notwendig.



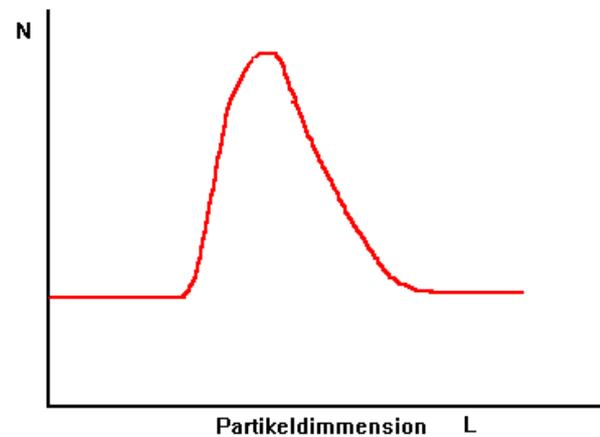
## Partikelgrößenverteilung

Unter Vorgabe des Diffusionskoeffizienten bei einem starken elektrischen Feld (maximale Orientierung der Aggregate) und im Kerr-Fall (Doppelbrechung ist proportional dem Quadrat des elektrischen Feldes) kann mit einer Log-normal Verteilung die Partikelgrößenverteilung berechnet werden. Neben der Messung des Rotationsdiffusionskoeffizienten ist die Kenntnis des Achsenverhältnisses  $R$  notwendig. Die äquivalente Partikelgrößenverteilung für Kugelsymmetrie erhält man für  $R = 1$ .



## Log-normal Verteilung

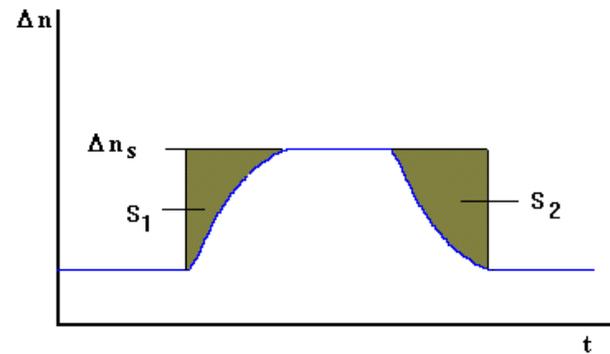
$$f(l) := \frac{1}{\sigma \cdot l \cdot \sqrt{2 \cdot \pi}} \cdot e^{-\frac{\ln\left(\frac{l}{m}\right)^2}{2 \cdot \sigma^2}}$$



# Messungen

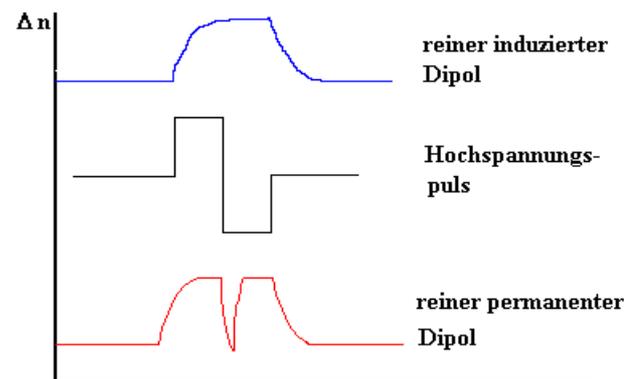
## Induzierte Dipole

Leitfähige Substanzen werden üblicherweise durch die Anwendung kurzer Hochspannungspulse untersucht. Um übermäßige Erwärmung sowie elektrophoretische Effekte der Probe soweit wie möglich auszuschließen, wird die Verwendung kurzer Impulse empfohlen. Die Impulszeit muß aber so lang sein, daß sich ein stationärer Wert  $\Delta n_s$  für die Doppelbrechung einstellen kann. Sind bei der Auf- und Abwärtskurve die einhüllenden Flächen  $S_1$  und  $S_2$  gleich, so handelt es sich um einen rein induzierten Dipol.



## Dipolcharakter

Die Pulsumkehrmethode liefert ein schnelles Verfahren zur Untersuchung des Dipolcharakters. Nach dem Erreichen des stationären Zustandes der Doppelbrechung wird das elektrische Feld schnell umgepolt. Damit kann man feststellen, ob ein permanentes oder induziertes Dipolmoment die Hauptursache für die elektrisch induzierte Doppelbrechung ist. Die Umpolung hat bei einem rein induzierten Dipolmoment keinen Einfluß auf die Doppelbrechung. Zu einem Minimum in  $\Delta n$  führt hingegen ein Dipolmoment parallel zur Achse größter Polarisierbarkeit, wie es z.B. bei Wasser der Fall ist.



## Rechteckwechselfspannungen

Werden die Polarisationswechsel sehr schnell wiederholt, so können langsame Prozesse dem Feld nicht mehr folgen. Hiermit können schnelle Polarisationserscheinungen untersucht werden.

## Vorzeichen der Doppelbrechung

Der Einsatz einer  $\lambda/4$  Platte ermöglicht die Bestimmung des Vorzeichens der Doppelbrechung. Die  $\lambda/4$  Platte ist so im Strahlengang angeordnet, daß ihre langsame Achse einen Winkel von  $3\pi/4$  mit dem elektrischen Feld bildet. Beim Austritt des Lichts aus der  $\lambda/4$  Platte ist das Licht wieder linear polarisiert, jedoch um die Phasenverschiebung  $\delta/2$  verdreht. Die Drehung der PolarisationsEbene ist ein Maß für die Doppelbrechung. Wird der Analysator um einen kleinen Winkel aus der gekreuzten Position ( $90^\circ$  Stellung) herausgedreht, so ist das Vorzeichen der Doppelbrechung detektierbar.

## Allgemeine Informationen

Das Photometersystem APD 100 und der Hochspannungspulser HV 5000 ist von Herrn Dr. Suck konzipiert worden. Unser Entwicklungsteam setzte neue Maßstäbe, indem intelligente Elektronik die Steuerung des Hochspannungspulsers übernimmt.

### Meßzellen

Suck fertigt alle gängigen Meßgeometrien aus Spezialwerkstoffen. Aufbauend auf unseren Erfahrungen bieten wir unseren Kunden auch Spezialgeometrien an.

### Entwicklungslabor

An unserem Standort in Siegen befindet sich neben dem Applikationslabor die gesamte Elektronik und Softwareentwicklung. Sollten Sie Probleme bei der Bedienung des Gerätes oder bei einer Applikation haben, so stehen Ihnen unsere Ingenieure jederzeit zur Verfügung. Darüber hinaus bieten wir Ihnen kundenspezifische Entwicklungen an.

## Spezifikationen APD 100

<b>APD 100</b>		
Lasereinstellung	[nm]	632,8 Helium Neon
Glan -Thompson Prismen		Löschungsvermögen $10^{-6}$ aus schlieren -und blasenfreiem Kalkspat
$\lambda/4$ Platte		für $\lambda = 632$ nm Restreflektion ca. 0,1 % mit Doppelschichten entspiegelt
Feineinstellung Drehscheibe	[°]	0,017
Rotationsdiffusionskoeffizient	[s <sup>-1</sup> ]	$< 10^6$
Brechungsindexdifferenz		$> 10^{-9}$
Temperaturbereich	[°C]	0-100
Elektrodenabstand	[mm]	2,5
Küvettenlänge	[mm]	50
<b>HV 1000/2500/5000</b>		
Spannungsbereich	[V]	50-1000/50 -2500/ 50-5000
Leistungsbereich	[A]	0,5
Triggerausgang		5 V TTL - Logik
Pulsdauer	[s]	$5,0 \cdot 10^{-6}$ bis 0,32
Pulsformen		Einzelchuß, Pulsumkehr, Rechteckwechsel
Flanken- und abfallzeiten	[s]	$100 \cdot 10^{-9}$