Lasermeßtechnik weiterentwickelt

Verbessertte Partikelanalyse in Flüssigkeiten

R. Steiner, M. Klotz; Ulm

Partikeln in Flüssigkeiten zu analysieren, war bisher mit grundsätzlichen Schwierigkeiten verbunden. Auf der Basis von Laserlicht weiterentwickelte Technik und ein neues Konzept für den Zählablauf erschließt neue Bereiche für die Partikelzählung. In der Mikrobiologie lassen sich zum Beispiel schon bei etwa 100 Keimen/ml sehr schnell Ergebnisse erzielen und Wachstumskurven aufnehmen.

Die Analyse von Partikeln in Flüssigkeiten nach Größe und Anzahl ist im Submikrometerbereich immer noch problematisch. Die Ursachen sind physikalischer und technischer Natur. Durch den geringen Brechungsindexunterschied zwischen Flüssigkeit und Partikel sind die Laser-Streulichtamplituden wesentlich kleiner als bei Messungen in Luft. Dieser Nachteil läßt sich ausgleichen, wenn die Laserlichtquelle entsprechend fokussiert wird. Dann jedoch wird das Messvolumen sehr klein und die Messung geringer Partikelkonzentrationen erschwert, besonders, wenn nicht im Durchfluß gemessen werden kann oder darf, um Kontaminationen zu vermeiden. Auch die Linearität der Partikelzählung über einen größeren Konzentrationsbereich ist bei einfachen Streulichtmessungen nicht gegeben.

Ein wesentlicher Entwicklungsschritt ist hierzu am Institut für Lasertechnologien in der Medizin an der Universität Ulm (ILM) gelungen. Einige bestehende Nachteile konnten dabei beseitigt werden. Durch Rückkopplung des Detektorsignals mit der Laserlichtquelle, der Auswahl des Diodenlasers und der Verfeinerung des Meßprinzips ließen sich große Fortschritte erreichen.

Meßprinzip

Für die Analyse von Partikeln größer als ein Mikrometer im Durchmesser bietet sich die Laserbeugung oder Abschattung des Laserlichts durch die Partikel als Meßmethode an. Diese versagt jedoch, wenn man in den Submikrometerbereich vorstoßen will. Laser-Streulichtanalysen helfen hier weiter unter Ausnutzung der Mie-Streuung (für Partikeln bis herab zur Größenordnung der Wellenlänge des Laserlichts) oder der Rayleigh-Streuung bei kleineren Teilchen (wesentlich kleiner als die Wellenlänge des Laserlichts).

Als Laser werden Diodenlaser neuester Bauart eingesetzt mit Wellenlängen zwischen 670 und 780 nm, also noch im sichtbaren Bereich, und Leistungen zwischen 1 und 20 mW. Der Strahlengang ist in

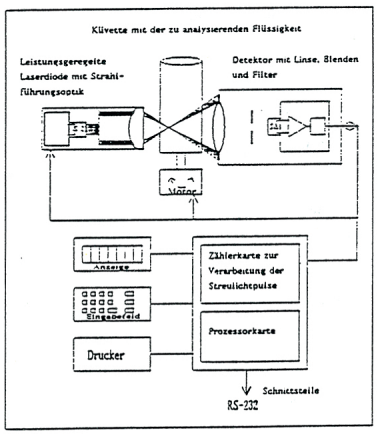

Bild 1
Schematischer Aufbau der Meß anordnung

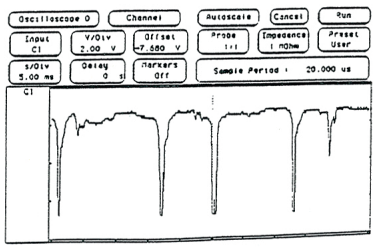

Bild 2
Detektorsignal von Partikeln

Bild 1 dargestellt. Das parallel gerichtete Laserlicht wird durch ein optisches System in zwei gleichstarke Teilstrahlen aufgeteilt und mit einer Zylinderlinse in die Probenkammer fokussiert. Dadurch entsteht im Kreuzungspunkt der Teilstrahlen ein zylinderförmiges, scharf umgrenztes Meßvolumen von 20 μm x 50 μm x 500 μm zwischen Glaswand und Mitte der Meßküvette. Das vorwärts gerichtete Streulicht wird durch eine Empfangsoptik auf einem Detektor abgebildet (Bild 2). Die Abschattung eines Zentralstrahls erübrigt sich, da die Teilstrahlen in ihrem weiteren Verlauf durch die Küvette die Öffnung des Detektors nicht erreichen. Da die Optik das Meßvolumen gleichzeitig auf der Detektorfläche abbildet, kann durch eine Meßblende unspezifisches Streulicht ausgeblendet werden. Dies erhöht die Auflösung der Partikel-Größenverteilung erheblich.

In einer stationären Küvette kann das Meßvolumen, das von der Strahlgeometrie bestimmt wird, noch dadurch vergößert werden, daß die Küvette oder Meßampulle sich über einen spindelförmigen Antrieb schraubenförmig durch den Laserstrahl bewegt. Als eigentliches Meßvolumen erhält man somit einen Hohlzylinder, dessen Geometrie sich beliebig einstellen läßt. Besonders für geringe Partikelkonzentrationen oder bei Gefahr einer Kontamination (Bakterien, Viren) ist diese Technik von Vorteil.

Entsprechend der Absorptionseigenschaften des flüssigen Mediums, in dem die Partikeln gemessen werden sollen, oder bei größeren Konzentrationen kommt es zu unterschiedlichen Intensitätsniveaus der Streulichtamplitude und des mittleren DC-Anteils. Das führt normalerweise zu Zählratenschwankungen und falscher Größenklasseneinteilung. Abhilfe schafft hier eine Rückkopplung des Lasers, so daß ein konstantes mittleres DC-Niveau des Dektektorausgangsstroms gehalten wird. Dadurch erhält man Streulichtamplituden, die dem Partikelvolumen entsprechen, lineare Zählraten über 4 Zehnerpotenzen und somit eine reproduzierbare Größenklassifikation.

Erheblicher Aufwand wurde in die Auswahl des geeigneten, schnellen Detektors (Si-Photodiode) gesteckt und in die nachgeschaltete Detektorelektronik, denn große Empfindlichkeit und Schnelligkeit sind kontraindizierte Größen. Bild 2 zeigt einen Ausschnitt aus dem anfallenden Detektorsignal. Zusammen mit dem eingebauten Mikroprozessor, der die Steuerung des Gerätes und die Partikelanalyse übernimmt, erlaubt der leistungsfähige Detektor, den Meßbereich deutlich unter 1 μm auszudehnen.

Meßtechnik

Die Proben werden in einzelne runde Glasküvetten mit einem Durchmesser von 14 bis 25 mm (2 bis 5 ml) gefüllt. So lassen sich z.B. Wachstumskurven von Bakterien sehr schnell ohne lange Wartezeiten bestimmen und die Wirkung von Bakteriostatika austesten. Die Küvette wird in das Gerät eingeführt und das Gerät gestartet. Statt offener Küvetten können auch geschlossene Ampullen eingesetzt werden. Bei hohen Ansprüchen an die Meßqualität kommen jedoch nur geschliffene Gläser in Frage. Die Höhe der Behälter kann zwischen 30 und 50 mm liegen.

Per Software kann der Größenbereich vorgewählt werden, der dann für die Messung in 8 Größenklassen unterteilt wird. Die Probe wird über eine Spindel in 40 Umdrehungen 1 cm weit nach unten bewegt. Dabei werden die Partikeln, die durch das Meßvolumen wandern, entsprechend der Signalamplitude, Signalbreite und Anzahl ausgewertet. Am unteren Meßpunkt erfolgt eine Richtungsumkehr und die Probe wird wieder nach oben bewegt. Dadurch wird jede Probe zweimal gemessen. Die Zählraten werden gemittelt, weil die Verteilungen ja identisch bleiben. Die Messungen erfolgen erst einige Sekunden nach Beginn der Drehung, damit die Flüssigkeitssäule die gleiche Drehgeschwindigkeit wie die Glaswand annehmen kann. Das Resultat ist ein Ausdruck der Partikelzahl in den 8 Größenklassen. Neben Anzeige und Ausdruck steht auch eine RS-232 Schnittstelle zur Verfügung.

Meßpraxis

Durch den Einsatz neuer Technologien beim Aufbau des Detektorsystems und das völlig neue Konzept des Zählablaufes läßt sich der »Partikel Monitor« in Bereichen der Partikelzähltechnik einsetzen, die bisher noch nicht erschlossen werden konnten. In der Mikrobiologie lassen sich sehr schnell, bei etwa 100 Keimen/ml Ergebnisse erzielen und Wachstumskurven aufnehmen. Das gleiche gilt für Algen, Bakterien und weitere zelluläre Mikroorganismen. Die Auftrennung der Proben in einzelne Küvetten macht sich hier positiv bemerkbar. Dadurch lassen sich Kontaminationen vermeiden, und die Reinigung der Probenbehälter wird ebenfalls erleichtert. Wasseranalysen und die Partikelbelastung sind weitere Anwendungsfelder.

Die Kontrollen von abgefüllten Ampullen oder in Ampullen gewonnenem Probenmaterial lassen sich schnell und problemlos nach Partikelgehalt durchführen. Durch die Handlichkeit des Geräts läßt es sich an verschiedenen Orten einsetzen und benötiget keine labormäßige Umgebung. Die technischen Daten des Geräts (Bild 3) sehen folgendermaßen aus:

Partikelkonzentration:
bis 50000/mm²
Küvettendurchmesser: 10 bis 25 mm
Meßdauer: 1 min
Empfindlichkeit: < 1 μm (0,3 μm)
Versorgung:
115VAC; 230VAC; 24VDC
Abmessungen: 35cm x35cmx36cm
Gewicht: 7 kg