

(19)



österreichisches
patentamt

(10)

AT 502 207 A1 2007-02-15

(12)

Österreichische Patentanmeldung

(21) Anmeldenummer:

A 108/2006

(22) Anmeldetag:

24.01.2006

(43) Veröffentlicht am:

15.02.2007

(51) Int. Cl.⁸: **B03C 3/00** (2006.01),
B03C 3/12 (2006.01),
G01N 15/02 (2006.01)

(30) Priorität:

05.08.2005 AT A 1327/05 beansprucht.

(73) Patentanmelder:

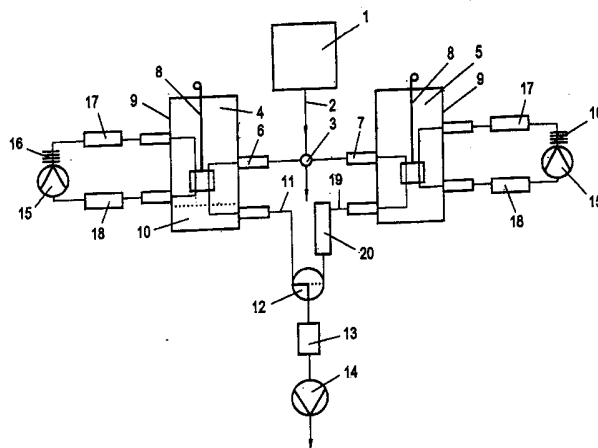
UNIVERSITÄT WIEN
A-1010 WIEN (AT)
TECHNISCHE UNIVERSITÄT WIEN
A-1040 WIEN (AT)

(72) Erfinder:

SZYMANSKI WLADYSLAW W. DR.
PRESSBAUM (AT)
REISCHL GEORG DR.
WIEN (AT)
LASCHOBER CHRISTIAN DIPL.ING.
WIEN (AT)
ALLMAIER GÜNTER DR.
WIEN (AT)

(54) VERFAHREN ZUM KLASSIFIZIEREN UND TRENNEN VON TEILCHEN SOWIE VORRICHTUNG ZUR DURCHFÜHRUNG DIESES VERFAHRENS

(57) Bei einem Verfahren zum Klassifizieren und Trennen von Teilchen in einem Fluidstrom, bei welchem die Teilchen versprüht und elektrisch geladen werden und in einem elektrischen Feld abgelenkt werden, wird ein Teilstrom des Teilchenstromes in eine erste, als Analysator (4) betriebene Trennvorrichtung eingebracht und unter Variation der angelegten Hochspannung bzw. des elektrischen Feldes abgelenkt, wobei Teilchen in Abhängigkeit von Trennkriterien wie beispielsweise Ladung oder Teilchengröße in eine Detektorkammer (10) gelangen. Die einer in der Detektorkammer (10) erfassten Spezies entsprechende Hochspannung und/oder Feldstärke wird als Referenzwert gelesen und/oder gespeichert und sodann der Teilchenstrom in einen Separator (5) umgeleitet, in welchem die zuvor als Referenzwert ermittelte Hochspannung und/oder Feldstärke eingestellt wird und Teilchen der im Analysator (4) in die Detektorkammer (10) abgelenkten Spezies entsprechend angereichert und ausgetragen werden.



AT 502 207 A1 2007-02-15

Zusammenfassung:

Bei einem Verfahren zum Klassifizieren und Trennen von Teilchen in einem Fluidstrom, bei welchem die Teilchen versprüht und elektrisch geladen werden und in einem elektrischen Feld abgelenkt werden, wird ein Teilstrom der geladenen bzw. ionisierten Teilchen in einen Analysator (4) eingebracht und unter Variation der angelegten Hochspannung bzw. des elektrischen Feldes abgelenkt, wobei Teilchen in Abhängigkeit von Trennkriterien wie beispielsweise Ladung oder Teilchengröße in eine Detektorkammer (10) gelangen. Die einer in der Detektorkammer (10) erfassten Spezies entsprechende Hochspannung und/oder Feldstärke wird als Referenzwert gelesen und/oder gespeichert. Der Teilchenstrom wird in einen Separator (5) geleitet, in welchem die zuvor als Referenzwert ermittelte Hochspannung und/oder Feldstärke eingestellt wird und Teilchen der im Analysator (4) in die Detektorkammer (10) abgelenkten Spezies entsprechend angereichert und ausgetragen werden.

(Fig. 1)

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zum Klassifizieren und Trennen von Teilchen in einem Fluidstrom, bei welchem die Teilchen versprüht und elektrisch geladen werden und in einem elektrischen Feld abgelenkt werden sowie auf eine Vorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens.

Unter Teilchen werden nachfolgend Moleküle, Molekülaggregate, Nanoteilchen und Bruchstücke von Materie verstanden, welche geladen, ungeladen oder als Radikale vorliegen können.

Für das Auftrennen kleinster Teilchen sind eine Reihe von Vorrichtungen vorgeschlagen worden. Als auf den Markt erhältliche Produkte sind zu aller erst Elektrosprayaerosolgeneratoren zu nennen, bei welchen wasserlösliche oder suspendierbare, nicht flüchtige Teilchen und Flüssigkeit eingesetzt werden, um durch Sprühen Teilchen herzustellen. Jeder Sprühtropfen trocknet in einer derartigen Einrichtung zu einem Teilchen, welches in der Folge mit einem Trägergas als Aerosol ausgestoßen werden kann. Handelsübliche Geräte erreichen hierbei eine Teilchengenerationsrate von 10^7 Teilchen pro cm^3 , wobei die elektrische angelegte Spannung zunächst überaus kleine, geladene Teilchen erzeugt, welche in einer Ionisationskammer, insbesondere unter Verwendung radioaktiver Strahlen, neutralisiert werden bevor das Aerosol aus dem Generator austritt.

Mit derartigen Einrichtungen ist allerdings in aller Regel nur ein mehr oder minder polydisperses Aerosol erzielbar und es liegen Teilchen unterschiedlicher Größe in variablen Größenverteilungen vor. Auch wenn mit entsprechenden Elektrosprayaerosolgeneratoren die Größenverteilungen ebenso wie die Größe der Teilchen relativ gering gehalten werden kann, gelingt es mit derartigen Einrichtungen nicht, definierte Teilchen einer einheitlichen Größe zu erzeugen bzw. zu analysieren.

Um derartige polydisperse Submikrometeraerosole in der Folge weiter aufzutrennen, sind handelsübliche differentielle Mobilitätsanalysatoren (DMAs) bekannt geworden, welche es erlauben, aus einem polydispersen Aerosol Teilchen einer ge-

wünschten Größe bzw. Masse als monodisperses Aerosol abzutrennen. Derartige DMAs sind als elektrostatische Separatoren ausgebildet, wobei ein polydisperses Aerosol zunächst ionisiert bzw. geladen wird und in der Folge im Inneren eines derartigen DMA entsprechend der Strömungsgeschwindigkeit, der Masse und der Ladung zu einer zentralen Elektrode abgelenkt wird. Die zentrale Elektrode derartiger DMAs ist bei den bekannten Einrichtungen in der Regel negativ geladen, sodass ausschließlich positiv geladene Teilchen erfasst bzw. gesammelt werden können. Wenn im Bereich der Elektroden für die Flugbahn eines bestimmten geladenen Teilchens bestimmter Größen eine entsprechende Durchtrittsöffnung zur Verfügung gestellt wird, gelingt es, Teilchen einer exakt definierten Größe aus einem derartigen DMA auszutragen. Neutrale Teilchen ebenso wie negative Teilchen werden mit einer derartigen Einrichtung nicht erfasst, wobei die elektrische Mobilität das Kriterium für die entsprechende Ablenkung ist. Eine bestimmte Bahn eines Teilchens mit einer bestimmten Ladung und einer bestimmten Größe kann durch Anlegen unterschiedlicher Spannungen bzw. eines unterschiedlichen elektrischen Feldes vorgegeben werden. Mit Rücksicht auf die polydispersen Submikrometeraerosole kann durch Variation der elektrischen Spannung ein Größenverteilungsspektrum aufgenommen werden, da ja bei unterschiedlichen Spannungen Teilchen unterschiedlicher Größe jeweils ausgetragen werden.

Die Erfindung zielt nun darauf ab, eine Einrichtung der eingangs genannten Art zu schaffen, mit welcher es möglich ist nicht nur die Größenverteilung und die anteilmäßigen Mengen unterschiedlicher Partikelgrößen in einem polydispersen Aerosol zu bestimmen, sondern auch in Übereinstimmung mit den aufgefundenen Größenverteilungen eine gezielte Anreicherung monodisperser Aerosole mit bestimmten definierten Eigenschaften zu gewährleisten. Zur Lösung dieser Aufgabe besteht das erfindungsgemäße Verfahren im Wesentlichen darin, dass ein Teilstrom der geladenen bzw. ionisierten Teilchen in einen Analysator eingebracht und unter Variation der angelegten Hochspannung bzw. des elektrischen Feldes abgelenkt wird, wobei

Teilchen in Abhängigkeit von Trennkriterien wie beispielsweise Ladung oder Teilchengröße in eine Detektorkammer gelangen, dass die einer in der Detektorkammer erfassten Spezies entsprechende Hochspannung und/oder Feldstärke als Referenzwert gelesen und/oder gespeichert wird und dass der Teilchenstrom in einen Separator geleitet wird, in welchem die zuvor ermittelte Hochspannung und/oder Feldstärke eingestellt wird und Teilchen der im Analysator in die Detektorkammer abgelenkten Spezies entsprechend angereichert und ausgetragen werden. Dadurch, dass neben einem Analysator auch ein entsprechender Separator eingesetzt wird und die jeweils im Analysator erfasste Spezies anhand der angelegten Hochspannung und/oder Feldstärke als Referenzwert auch in dem baugleichen Separator abgeschieden wird, kann zum einen im Analysator zunächst sicher gestellt werden, dass eine bestimmte Spezies bei einer bestimmten angelegten Spannung vorhanden ist, deren genaueres Studium in der Folge erst nach Anreicherung möglich ist. Für die rein qualitative Analyse, welche Mengen bzw. welche Teilchengrößenverteilung im polydispersen Teilchenstrom vorlegt, genügt eine einfache Detektorkammer, mit welcher beispielsweise lediglich die akkumulierte Ladung integriert gemessen wird. Eine derartige Analyse führt aber automatisch zur Neutralisation der Teilchen und erlaubt es daher nicht, derartige Teilchen in der Folge gezielt auszutragen und beispielsweise in einer für eine quantitative oder detailliertere Analyse geeignete Form zu bringen. Für Elektronenmikroskopische Untersuchung kann mit Vorteil eine größere Anzahl derartiger Partikel auf einem entsprechenden Träger gesammelt werden und es muss vor allen Dingen sichergestellt werden, dass es sich bei den auf diese Weise gesammelten Teilchen tatsächlich um Teilchen einheitlicher Größe handelt, um Aussagen über die zu analysierenden Teilchen unter einem Elektronenmikroskop machen zu können. Dadurch, dass nun die jeweils bestimmten Trennkriterien folgenden Teilchen bei Anlegen identischer Hochspannung und/oder Feldstärke im Separator als geladene Teilchen und monodisperser Aerosolfluss ausgetragen werden können, wird die Möglichkeit geschaffen diese monodispersen Aerosole nun elektrostatisch auf einem

Abscheider zu sammeln, wobei hier wiederum die Möglichkeit geschaffen wird, die Abscheidung von separierten Ionen bzw. Nanopartikeln direkt auf einem Grid oder einer Membran vorzunehmen und in der Folge andere spezifische Messungen mit derartigen angereicherten monodispersen Partikeln vorzunehmen, wie beispielsweise massenspektrometrische, immunologische, funktionale, optische oder elektronenmikroskopische Untersuchungen. Wesentlich ist hierbei, dass eine kontinuierliche Anreicherung und damit eine entsprechende größere Menge des monodispersen Aerosols zur Ansammlung identischer Teilchen in größerer Menge erfolgt und damit die Bereitstellung eines entsprechenden Samples für weiterführende Untersuchungen ermöglicht wird.

In besonders vorteilhafter Weise ist die Ausbildung so getroffen, dass die Detektorkammer als Faraday'scher Käfig ausgebildet ist und dass die in die Detektorkammer mit den Teilchen eingetragene elektrische Ladung über die Zeit gemessen und als Maß für die in der Zeiteinheit in der Sammelkammer akkumulierte Teilchenzahl bzw. Teilchenmasse eingesetzt wird. Eine derartige Ladungsmessung ergibt über die Zeit einen gemessenen Strom, welcher zunächst zu aller erst die Existenz einer bestimmten Teilchenmasse bzw. einer bestimmten Teilchengröße voraussagen lässt. Weiterführende Informationen können mit den Ergebnissen einer derartigen Detektorkammer kaum gewonnen werden.

Um sicherzustellen, dass im Analysator und im Separator identische Verhältnisse herrschen und daher tatsächlich im Separator bei Anlegen identischer elektrischer Parameter, wie beispielsweise Hochspannung oder Feldstärke, auch gleiche monodisperse Teilchenströme zu erzielen sind, wird das Verfahren bevorzugt so durchgeführt, dass die mit dem Fluidstrom in den Analysator und den Separator eingetragenen Teilchen in laminarer Strömung geführt werden, wobei vorzugsweise das Trägerfluid zur Aufrechterhaltung einer laminaren Strömung im Analysator und im Separator im Kreislauf gepumpt und auf gleiche Temperatur thermostatiert bzw. gekühlt wird. Durch die verwendeten Pumpen kann sich eine kleine Temperaturerhöhung der im Kreislauf geführten laminaren Strömung ergeben, sodass es für

identische Bedingungen im Analysator und Separator von wesentlicher Bedeutung ist, hier beide Kreisläufe auf gleiche Temperatur zu thermostatisieren bzw. zu kühlen.

Wie bereits erwähnt, ist es wesentliches Ziel des erfindungsgemäßen Verfahrens, eine bestimmte Spezies für weiterführende Untersuchungen anzureichern oder überhaupt in größerer Menge herzustellen, wofür erfindungsgemäß mit Vorteil so vorgegangen wird, dass die im Separator angereicherten Teilchen auf einem entsprechenden Träger gesammelt und mit diesem ausgetragen werden.

Für das erfindungsgemäße Verfahren werden in vorteilhafter Weise paarweise selektierte handelsübliche differenzielle Mobilitätsanalysatoren eingesetzt. Diese Anordnung erlaubt es, neben der präzisen Ermittlung von für eine Klassifikation bzw. Separation geeigneten Trennkriterien ohne weiteren Umbau unmittelbar eine Anreicherung vorzunehmen. Gleichzeitig kann naturgemäß eine Qualitätskontrolle vorgenommen werden, wenn derartige angereicherte Teilchen zumindest teilweise dem Analysator rückgeführt werden, um auf diese Weise durch neuerliche Variation der angelegten Hochspannung bzw. des elektrischen Feldes die erzielte Reinheit bzw. die Gleichförmigkeit der angereicherten Teilchen zu verifizieren^{en}. Eine derartige Rückführung ist aber insbesondere dann von besonderem Interesse, wenn die angereicherten Teilchen einer Behandlung unterzogen werden, welche die Eigenschaften der ausgetragenen Teilchen beeinflussen soll. Erfindungsgemäß wird mit Vorteil zu diesem Zwecke so vorgegangen, dass die den Separator verlassenden Teilchen einer chemischen und/oder thermischen Behandlung und/oder einer Behandlung mit elektromagnetischer oder Partikelstrahlung unterworfen werden und anschließend ausgetragen werden. Eine derartige Behandlung kann insbesondere bei biologischen Materialien, wie beispielsweise Proteinen, zur Abspaltung von Bruchstücken vorgenommen werden. Insbesondere kann es beispielsweise gelingen, virale Proteine abzuspalten, um auf diese Weise nicht pathogene Produkte zu erzielen. Die chemische Behandlung kann wiederum unter anderem auch zu einem Andocken von biologischem Material an entsprechenden Andockstel-

len führen. Beispielsweise kann zum Zwecke einer Modifikation in einer Behandlungskammer das Anlagern von Immunglobulinen vorgesehen sein oder eine Reihe von Chemikalien eine entsprechende Modifikation der angereicherten Teilchen ermöglichen. Um nun das Ergebnis einer derartigen Modifikation durch die genannten Behandlungsmethoden zu verifizieren, erlaubt es das erfindungsgemäße Verfahren in besonders einfacher Weise, die neuerliche Auftrennung der entstandenen Bruchstücke bzw. der durch Anlagerung entstandenen größeren Partikel nach Art von Fingerprints in dem parallel dazu bereitstehenden Analysator vorzunehmen. Zu diesem Zweck wird mit Vorteil das erfindungsgemäße Verfahren so durchgeführt, dass die der Behandlung unterworfenen Teilchen in für analytische Zwecke ausreichender Menge ionisiert und dem Analysator zur Ermittlung eines charakteristischen Spektrums unter Variation der Spannung und/oder des elektrischen Feldes rückgeführt werden.

Die erfindungsgemäß verwendete Vorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens greift auf bekannte Einrichtungen zurück. Das Wesen liegt hier in der spezifischen Verschaltung der bekannten Einrichtungen zu einer für die Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens geeigneten Einrichtung, welche erfindungsgemäß im Wesentlichen darin besteht, dass ein Elektrosprüh- bzw. Aerosolgenerator unter Zwischenschaltung eines Ionisators bzw. einer Teilchenladestation mit zwei parallel oder alternativ beschickbaren differentiellen Mobilitätsanalysatoren (DMA) verbunden ist und dass an einem der DMAs eine Messeinrichtung zum Erfassen der Teilchen, die bei einem definierten elektrischen Feld bzw. definierter elektrischer Spannung in die Messeinrichtung gelangen, angeschlossen ist und dass die den gemessenen Teilchen entsprechende elektrische Spannung bzw. das elektrische Feld mit entsprechenden Stellgliedern in der zweiten DMA gekoppelt ist und am Ausgang der zweiten DMA eine Sammelkammer angeordnet ist.

Mit Vorteil ist die Ausbildung hierbei so getroffen, dass an dem zweiten DMA eine Einrichtung zum Abscheiden der bei der gewählten Spannung selektierten Teilchen nachgeschaltet ist, wobei vorzugsweise die Abscheideelektrode der Einrichtung zum

elektrostatischen Abscheiden der Teilchen als Elektronenmikroskopgrid oder als Membrane ausgebildet ist.

Die oben erwähnte Modifikation der ausgetragenen Teilchen lässt sich erfindungsgemäß in besonders einfacher Weise in einer gesonderten Behandlungskammer vornehmen, wofür die Ausbildung mit Vorteil so getroffen ist, dass die Austragsöffnung des zweiten DMA mit einer Behandlungskammer für die ausgetragene Spezies verbunden ist. Für die neuerliche Analyse der in der Behandlungskammer entstandenen Produkte ist die Ausbildung besonders vorteilhaft so getroffen, dass zwischen der Austragsöffnung der Behandlungskammer und der Aufgabeöffnung des ersten DMA eine Rückführungsleitung angeordnet ist, über welche wahlweise die behandelte Spezies dem als Analysator ausgebildeten DMA aufgegeben wird. Wenn bei der erfolgten Behandlung die ursprünglich vorhandenen elektrischen Ladungen neutralisiert wurden, muss für die neuerliche Analyse im Analysator eine entsprechende Ionisation erfolgen, wofür die Ausbildung so getroffen sein kann, dass in die Rückführungsleitung ein Ionisator eingeschaltet ist.

Die Erfindung wird nachfolgend anhand eines in der Zeichnung schematisch dargestellten Ausführungsbeispiels näher erläutert. In dieser zeigen Fig.1 eine schematische Darstellung der erfindungsgemäßen Einrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens, Fig.2 einen Schnitt durch einen elektrostatischen Nanopartikelabscheider, Fig.3 eine vergrößerte Darstellung eines handelsüblichen differentiellen Mobilitätsanalysators, wie er für Teile im Nanometerdurchmesserbereich zum Einsatz gelangen kann und Fig.4 eine schematische Darstellung einer abgewandelten Einrichtung mit Nachbehandlung der ausgetragenen Spezies.

In Fig.1 ist mit 1 ein handelsüblicher Elektrospray-generator bezeichnet. Die getrockneten, elektrostatisch versprühten Teilchen gelangen mit einem Fluidstrom als Aerosol über eine Leitung 2 zu einem Ventil 3 und können hierbei wahlweise in einen ersten als Analysator geschalteten, differentiellen Mobilitätsanalysator 4 oder einen zweiten als Anreicherungsseparator geschalteten, differentiellen Mobilitäts-

analysator 5 geleitet werden. Die Fluidströme werden hier schematisch über mit 6 bzw. 7 bezeichnete Einstoßöffnungen in die elektrostatischen Separatoren eingebracht, wobei jeweils eine zentrale Elektrode 8 mit Hochspannung beaufschlagt wird. Das Gehäuse 9 der im Prinzip baugleichen DMAs ist geerdet. Über die Anschlüsse 6 bzw. 7 wird ein Gemisch aus positiv bzw. negativ geladenen und neutralen Teilchen eingestoßen, wobei geladene Teilchen in Richtung zur zentralen Elektrode 8 abgelenkt werden und entsprechend gesammelt werden. Schematisch erfolgt die Sammlung im ersten DMA 4 in einem Faraday'schen Käfig 10, wobei das entsprechend neutralisierte Gemisch über eine Leitung 11 und ein Ventil 12, einen Filter 13 und eine Pumpe 14 abgezogen werden kann. Je nach angelegter Hochspannung erfolgt in dieser DMA 4 eine Größenklassifizierung im Nanometer- bis Mikrometerbereich, wobei eine laminare Strömung durch einen im Kreislauf geführten Fluidstrom aufrechterhalten wird, wofür eine Pumpe 15, ein Kühler 16 und ein Filter 17 für die Rückführung des Fluids eingesetzt werden. In identischer Weise sind die entsprechenden Bauteile auch bei dem zweiten DMA 5 bezeichnet, wobei in beiden Fällen vor dem Eintrag in die Pumpen 15 eine entsprechende Baueinheit 18 umfassend einen Trockner, einen Kohlefilter und einen Absolutfilter vorgeschaltet ist, um sicherzustellen, dass tatsächlich lediglich Fluid, nicht aber unerwünschte Teilchen, im Kreislauf geführt werden.

Nach Verifizierung, dass bei Anlegen einer bestimmten Spannung an die Elektrode eine entsprechende Menge an monodispersen Teilchen aus dem polydispersen, über den Anschluss 6 zugeführten Aerosol in die als Faraday'schen Käfig ausgebildete Detektorkammer gelangt ist, kann bei Anlegen einer identischen Spannung an die Elektrode des zweiten DMA 5 die Anreicherung erfolgen, wofür lediglich das Ventil 3 entsprechend umgeschaltet werden muss und das Aerosol nun über den Anschluss 7 an den zweiten DMA 5 geführt wird. Hier können die noch geladenen Partikel beispielsweise über den Anschluss 19 abgezogen und einem in Fig.2 vergrößert dargestellten elektrostatischen Nanopartikelsampler 20 zugeführt werden. Um

auch hier die laminare Strömung aufrecht zu erhalten, muss das Ventil 12 in diesem Falle gleichfalls umgeschaltet werden, um eine gerichtete Strömung zu gewährleisten.

Bei dem in Fig.2 vergrößert dargestellten elektrostatischen Nanopartikelsampler 20 handelt es sich im einfachsten Fall um eine geerdete metallische Kammer 21, in welcher unter Zwischenschaltung eines Isolators 22 eine eingebaute Elektrode 23 gehalten ist. Die Elektrode ist wiederum mit einer entsprechenden Hochspannung beaufschlagt und weist eine Sammleroberfläche auf, welche die unmittelbare Weiterverwendung der angereicherten und abgetrennten Partikel, beispielsweise in der Elektronenmikroskopie oder in einer Immunanalyse, ermöglicht.

In Fig.3 ist nun der Aufbau eines DMA detailliert dargestellt. Ein derartiger DMA 24 weist einen Anschluss 25 für die Zufuhr polydisperser Submikrometerpartikel auf, welche über einen Ringkanal 26 unter Ausbildung eines laminaren Stroms in den DMA 24 einströmen. Die Wand 27 des DMA ist geerdet, wobei positiv geladene Teilchen in Richtung zu einer zentralen, negativ geladenen Elektrode 28 abgelenkt werden. Die sich ergebende Partikelbahn 29 entsprechend der Masse und der Teilchengröße sowie der jeweils angelegten Spannung ist für eine bestimmte Spezies schematisch mit 30 angedeutet. Bei definierter Spannung gelangt nur eine Spezies definierter Teilchengröße bzw. definierter Teilchenmasse zu dem Durchtrittsschlitz 31 unterhalb der Elektrode 28 und kann über den Kanal 32 gesammelt und ausgetragen werden. Die laminare Strömung wird durch ein über den Anschluss 33 im Kreislauf geführtes Gas aufrechterhalten, welches entsprechend den Pfeilen 34 einen laminaren Strömungsmantel an der Außenseite der im Wesentlichen zylinderförmigen Elektrode 28 ausbildet. Zur Kreislaufführung des Gases ist eine Pumpe 35 vorgesehen, wobei ein Filter 36 für eine entsprechende Reinigung sorgt. Überschüssiges Gas kann über einen gesonderten Anschluss ausgetragen werden. Bei dieser Ausbildung ergibt sich somit, dass ein polydisperses Aerosol, welches über den Anschluss 25 zugeführt wird, bei einer definierten, an die Elektrode 28 angelegten Spannung zu

einem monodispersen Aerosol am Auslass des Kanals 32 führt, welcher in der Folge einer kumulierten Abscheidung unterworfen werden kann.

In Fig.4 wurden für gleiche Bauteile gleiche Bezugszeichen verwendet. An den differenziellen Mobilitätsanalysator 5, welcher der Anreicherung dient, ist hier anstelle des zuvor beschriebenen Nanopartikelsamplers eine als Sampler und Modifikator dienende Behandlungskammer 37 angeschlossen. In dieser Behandlungskammer 37 können nun entsprechende Behandlungsverfahren auf die angereicherten Partikel ausgeübt werden, wofür Chemikalien eingebracht werden können oder die Behandlungskammer einfach beheizt wird. Schließlich können elektromagnetische Strahlen oder Partikelstrahlen in der Behandlungskammer 37 zum Einsatz gelangen. Die entsprechend modifizierte Produkte, welche sowohl aufgrund von Anlagerungen eine größere Teilchengröße aufweisen können als auch in Folge von Abspaltungen oder Zertrümmerungen in eine Reihe von kleineren Partikeln zerfallen sein können, können nun über die Leitung 38, in welche ein neuerlicher Ionisator 39 eingeschaltet sein kann, dem als Analysator ausgebildeten ersten differenziellen Mobilitätsanalysator 4 rückgeführt werden. Hier wird in bereits beschriebener Weise neuerlich ein Spektrum bzw. ein Fingerprint der nunmehr ausgebildeten Teilchen nach der Behandlung erstellt, und es kann eine neuerliche Anreicherung der gewünschten Spezies nach der Behandlung durch entsprechende Umschaltung der Ventile 3 bzw. 12 erwirkt werden.

Insgesamt ergibt sich somit eine besonders einfache Qualitätskontrolle und Überprüfung der in einer Behandlungskammer erfolgten Umsetzungen durch neuerliche Analyse der entstandenen Bruchstücke, modifizierten Nanopartikel bzw. Agglomerate, wobei zu jedem Zeitpunkt in Kenntnis der jeweils gewünschten Spezies eine entsprechende Anreicherung erfolgen kann. In diesem Fall genügt es, die Behandlungskammer 37 in einfacher Weise als Sampler zu schalten und ein entsprechendes Feld für die Abscheidung aufzubauen.

P a t e n t a n s p r ü c h e :

1. Verfahren zum Klassifizieren und Trennen von Teilchen in einem Fluidstrom, bei welchem die Teilchen versprüht und elektrisch geladen werden und in einem elektrischen Feld abgelenkt werden, dadurch gekennzeichnet, dass ein Teilstrom der geladenen bzw. ionisierten Teilchen in einen Analysator eingebracht und unter Variation der angelegten Hochspannung bzw. des elektrischen Feldes abgelenkt wird, wobei Teilchen in Abhängigkeit von Trennkriterien wie beispielsweise Ladung oder Teilchengröße in eine Detektorkammer gelangen, dass die einer in der Detektorkammer erfassten Spezies entsprechende Hochspannung und/oder Feldstärke als Referenzwert gelesen und/oder gespeichert wird und dass der Teilchenstrom in einen Separator geleitet wird, in welchem die zuvor ermittelte Hochspannung und/oder Feldstärke eingestellt wird und Teilchen der im Analysator in die Detektorkammer abgelenkten Spezies entsprechend angereichert und ausgetragen werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Detektorkammer als Faraday'scher Käfig ausgebildet ist und dass die in die Detektorkammer mit den Teilchen eingetragene elektrische Ladung über die Zeit gemessen und als Maß für die in der Zeiteinheit in der Sammelkammer akkumulierte Teilchenzahl bzw. Teilchenmasse eingesetzt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die den Separator verlassenden Teilchen einer chemischen und/oder thermischen Behandlung und/oder einer Behandlung mit elektromagnetischer oder Partikelstrahlung unterworfen werden und anschließend ausgetragen werden.

4. Verfahren nach Anspruch 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, dass die der Behandlung unterworfenen Teilchen in für analytische Zwecke ausreichender Menge ionisiert und dem Analysator zur Ermittlung eines charakteristischen Spektrums unter Variation der Spannung und/oder des elektrischen Feldes rückgeführt werden.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die mit dem Fluidstrom in den Analysator und den Separator eingetragenen Teilchen in laminarer Strömung geführt werden.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass das Trägerfluid zur Aufrechterhaltung einer laminaren Strömung im Analysator und im Separator im Kreislauf gepumpt und auf gleiche Temperatur thermostatiert bzw. gekühlt wird.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass die im Separator angereicherten Teilchen auf einer Oberfläche eines Trägers abgeschieden und mit diesem ausgetragen werden.

8. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass ein Elektrosprüh- bzw. Aerosolgenerator (1) unter Zwischenschaltung eines Ionisators bzw. einer Teilchenladestation mit zwei parallel oder alternativ beschickbaren differentiellen Mobilitätsanalysatoren (DMA) (4,5) verbunden ist und dass an einem (4) der DMAs eine Messeinrichtung (10) zum Erfassen der Teilchen, die bei einem definierten elektrischen Feld bzw. definierter elektrischer Spannung in die Messeinrichtung (10) gelangen, angeschlossen ist und dass die den gemessenen Teilchen entsprechende elektrische Spannung bzw. das elektrische Feld mit entsprechenden Stellgliedern in dem zweiten DMA (5) koppelbar ist und am Ausgang des zweiten DMA (5) eine Sammelkammer (20) angeordnet ist.

9. Vorrichtung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass an dem zweiten DMA (5) eine Einrichtung zum Abscheiden der bei der gewählten Spannung selektierten Teilchen nachgeschaltet ist.

10. Vorrichtung nach Anspruch 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Austragsöffnung (19) des zweiten DMA (5) mit einer Behandlungskammer (37) für die ausgetragene Spezies verbunden ist.

11. Vorrichtung nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass zwischen der Austragsöffnung der Behandlungskammer

000750
13

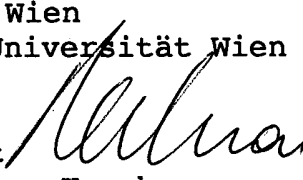
(37) und der Aufgabeöffnung des ersten DMA (4) eine Rückführungsleitung (38) angeordnet ist, über welche wahlweise die behandelte Spezies dem als Analysator ausgebildeten DMA (4) aufgegeben wird.

12. Vorrichtung nach Anspruch 11 oder 12, dadurch gekennzeichnet, dass in die Rückführungsleitung (38) ein Ionisator (39) eingeschaltet ist.

13. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 8 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass die Abscheideelektrode (23) der Einrichtung zum elektrostatischen Abscheiden der Teilchen als Elektronenmikroskopgrid oder als Membrane ausgebildet ist.

Wien, am 24. Jänner 2006

Universität Wien
Technische Universität Wien
durch:

Patentanwalt 
Dipl.Ing. Marc Keschmann
für Dr. Thomas M. Haffner
(unter Berufung auf die ihm
erteilte Unterbevollmächtigung)

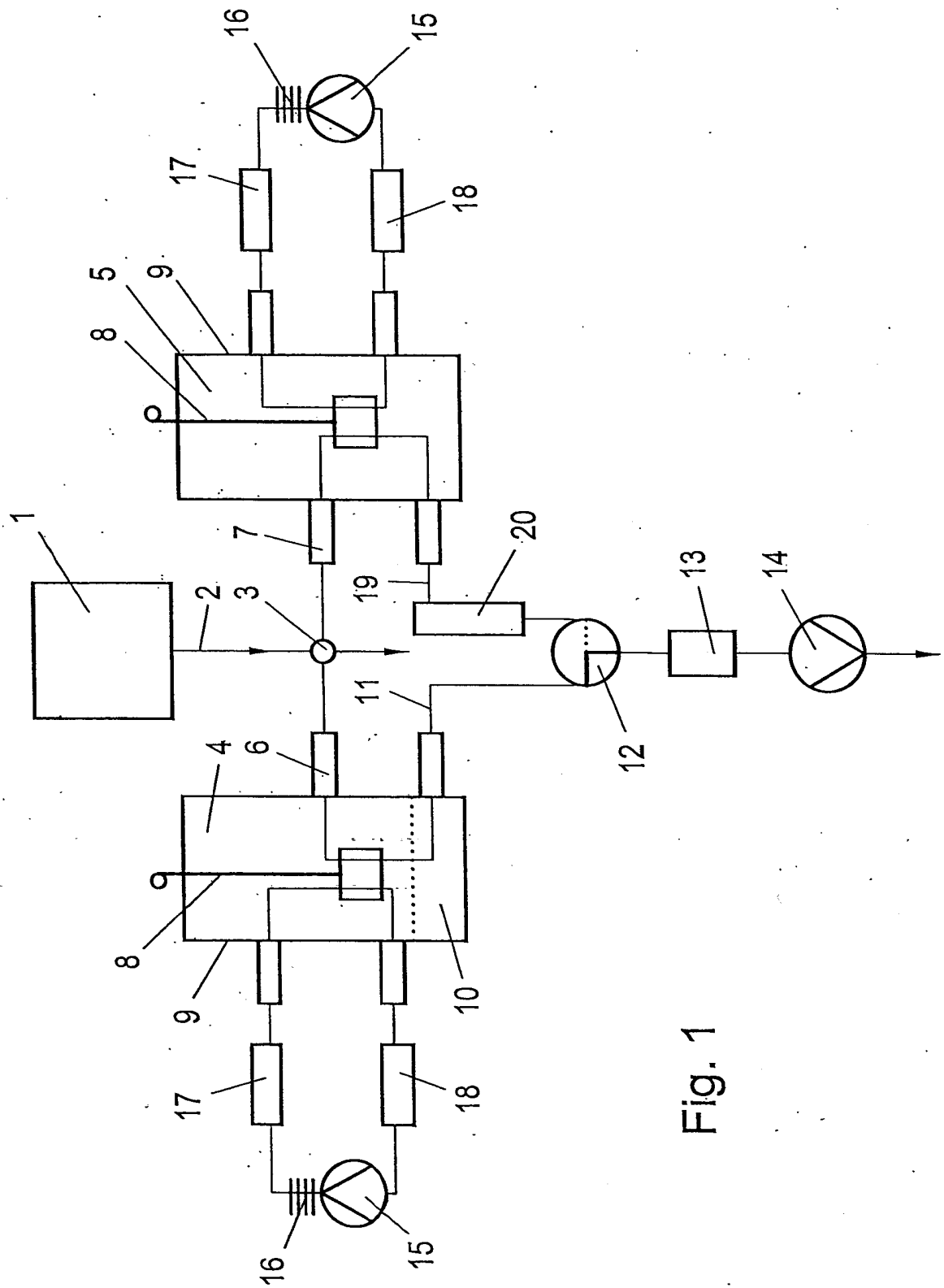


Fig. 1

000752

41 397

1

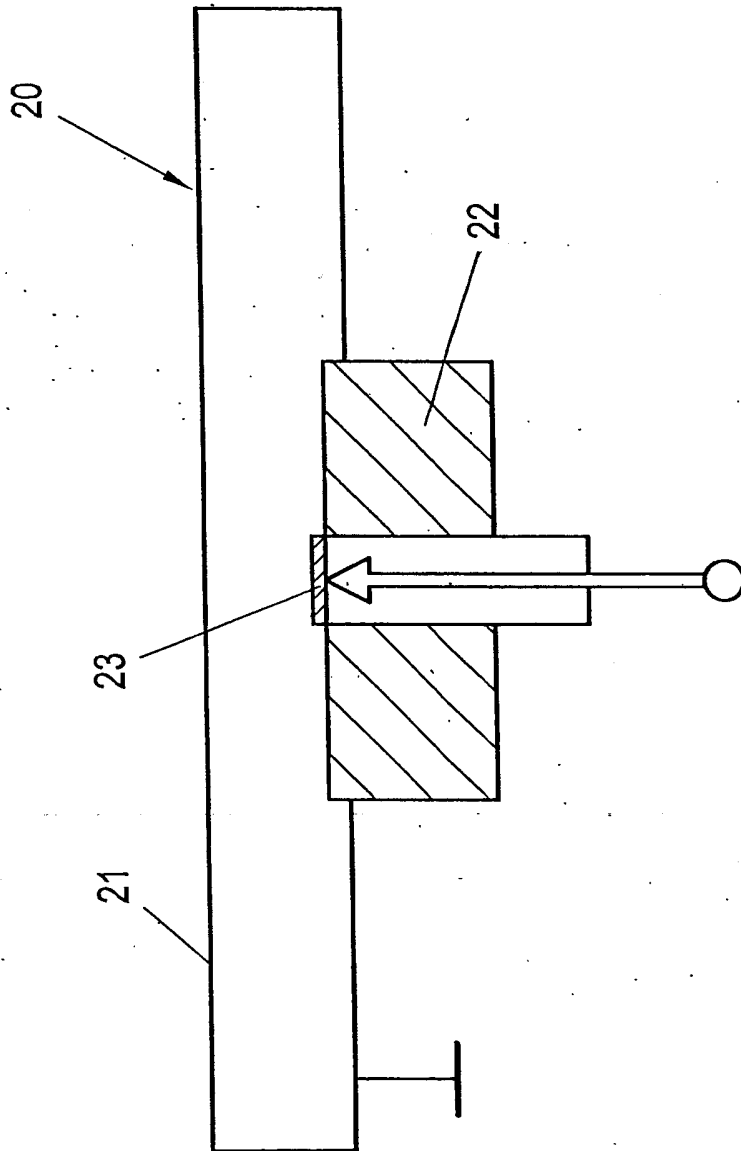


Fig. 2

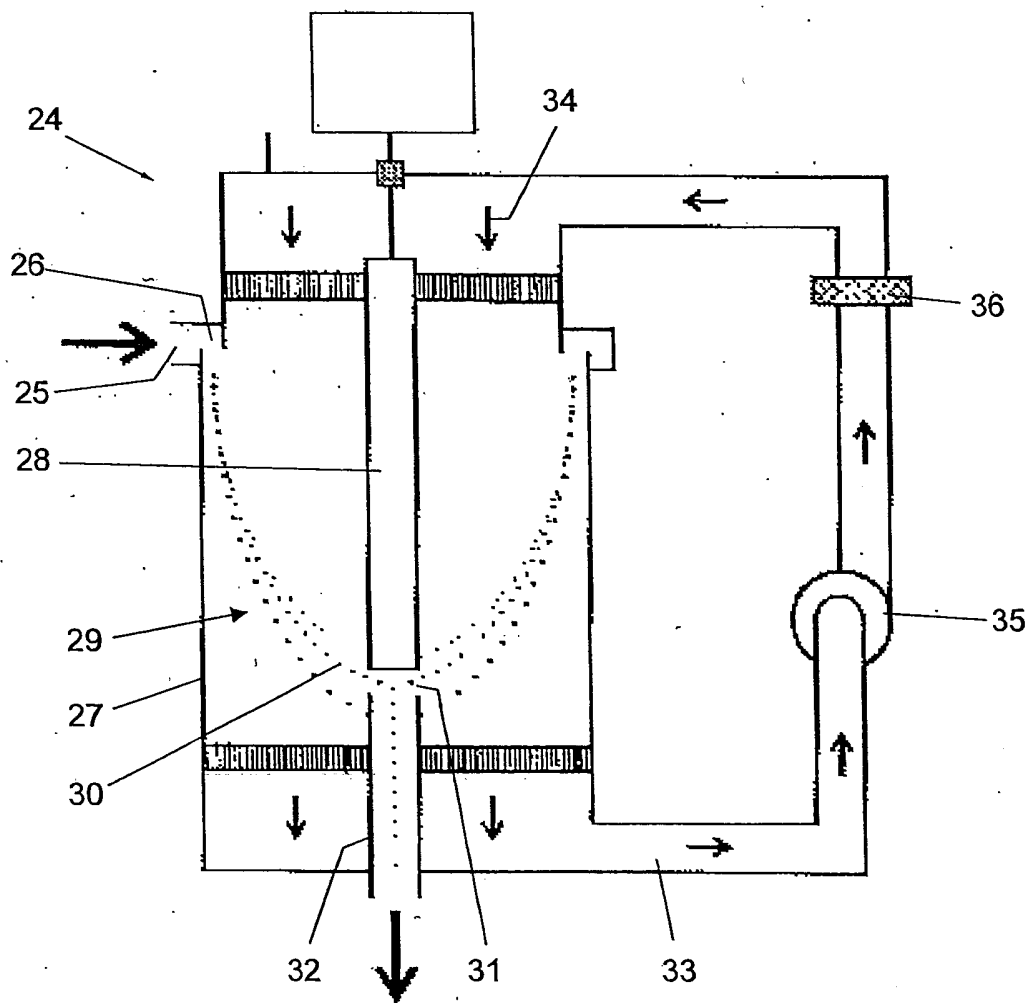


Fig. 3

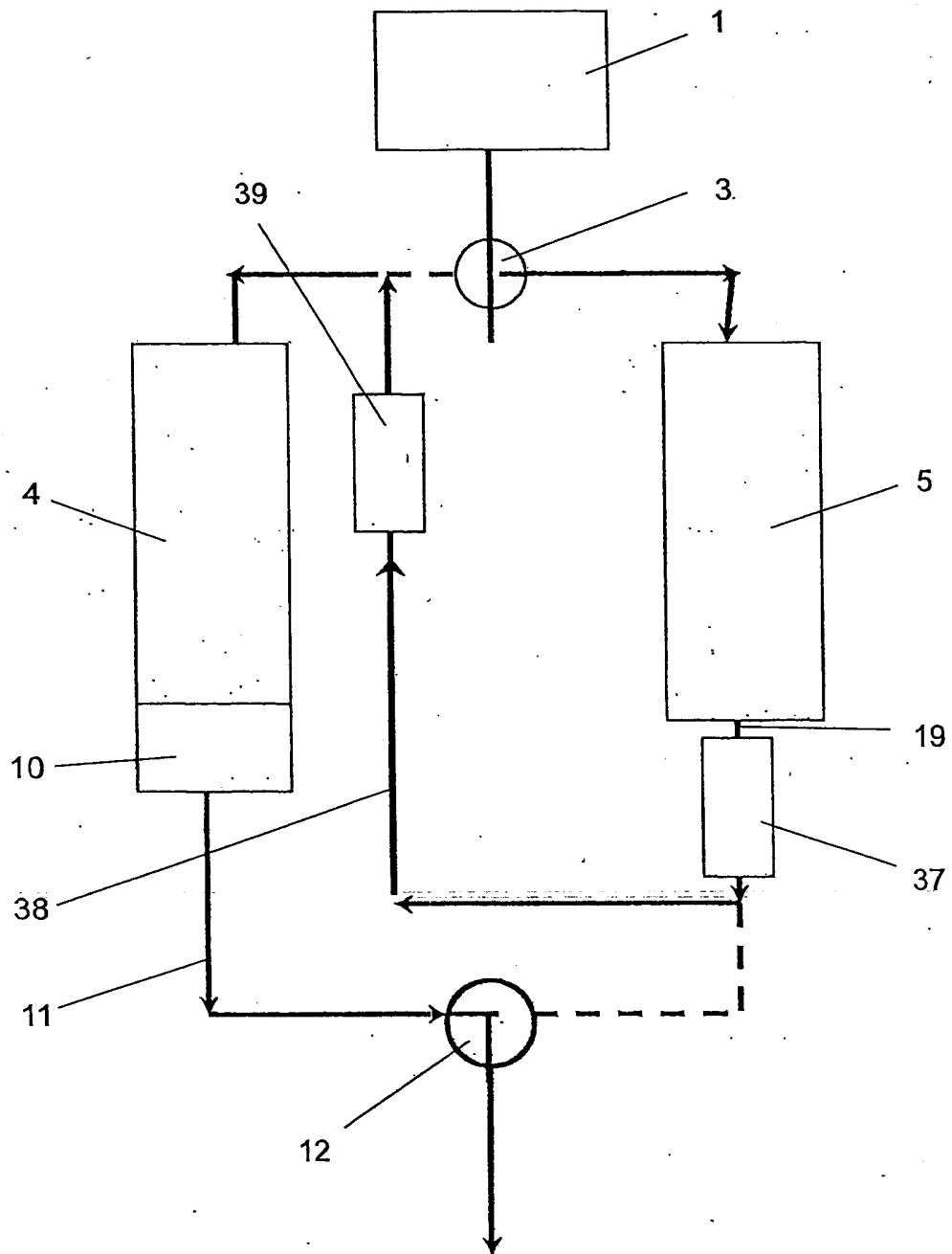


Fig. 4

P a t e n t a n s p r ü c h e :

1. Verfahren zum Klassifizieren und Trennen von Teilchen in einem Teilchenstrom, bei welchem die Teilchen versprüht und elektrisch geladen werden und in einem elektrischen Feld abgelenkt werden, dadurch gekennzeichnet, dass ein Teilstrom des Teilchenstromes in eine erste, als Analysator betriebene Trennvorrichtung eingebracht und unter Variation der angelegten Hochspannung bzw. des elektrischen Feldes abgelenkt wird, wobei Teilchen in Abhängigkeit von Trennkriterien wie beispielsweise Ladung oder Teilchengröße in eine Detektorkammer gelangen, dass die einer in der Detektorkammer erfassten Spezies entsprechende Hochspannung und/oder Feldstärke als Referenzwert gelesen und/oder gespeichert wird und dass sodann der Teilchenstrom in einen Separator umgeleitet wird, in welchem die zuvor ermittelte Hochspannung und/oder Feldstärke eingestellt wird und Teilchen der im Analysator in die Detektorkammer abgelenkten Spezies entsprechend angereichert und ausgetragen werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Detektorkammer als Faraday'scher Käfig ausgebildet ist und dass die in die Detektorkammer mit den Teilchen eingetragene elektrische Ladung über die Zeit gemessen und als Maß für die in der Zeiteinheit in einer dem Separator nachgeschalteten Sammelkammer akkumulierte Teilchenzahl bzw. Teilchenmasse eingesetzt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die den Separator verlassenden Teilchen einer chemischen und/oder thermischen Behandlung und/oder einer Behandlung mit elektromagnetischer oder Partikelstrahlung unterworfen werden und anschließend ausgetragen werden.

4. Verfahren nach Anspruch 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, dass die der Behandlung unterworfenen Teilchen in für analytische Zwecke ausreichender Menge ionisiert und dem Analysator zur Ermittlung eines charakteristischen Spektrums

NACHGEREICHT

unter Variation der Spannung und/oder des elektrischen Feldes rückgeführt werden.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die mit dem Fluidstrom in den Analysator und den Separator eingetragenen Teilchen in laminarer Strömung geführt werden.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass das Trägerfluid zur Aufrechterhaltung einer laminaren Strömung im Analysator und im Separator im Kreislauf gepumpt und auf gleiche Temperatur thermostatiert bzw. gekühlt wird.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass die im Separator angereicherten Teilchen auf einer Oberfläche eines Trägers abgeschieden und mit diesem ausgetragen werden.

8. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass ein Elektrosprüh- bzw. Aerosolgenerator (1) unter Zwischenschaltung eines Ionisators bzw. einer Teilchenladestation mit zwei parallel oder alternativ beschickbaren differentiellen Mobilitätsanalysatoren (DMA) (4,5) verbunden ist und dass an einem (4) der DMAs eine Detektorkammer (10) zum Erfassen der Teilchen, die bei einem definierten elektrischen Feld bzw. definierter elektrischer Spannung in die Detektorkammer (10) gelangen, angeschlossen ist und dass die den gemessenen Teilchen entsprechende elektrische Spannung bzw. das elektrische Feld mit entsprechenden Stellgliedern in dem als Separator ausgebildeten zweiten DMA (5) koppelbar ist und am Ausgang des Separators (5) eine Sammelkammer (20) angeordnet ist.

9. Vorrichtung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass der Separator (5) eine Einrichtung zum elektrostatischen Abscheiden der bei der gewählten Spannung selektierten Teilchen als Sammelkammer (20) nachgeschaltet ist.

10. Vorrichtung nach Anspruch 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Austragsöffnung (19) des Separators (5) mit einer als Behandlungskammer (37) ausgebildeten Sammelkammer für die ausgetragene Spezies verbunden ist.

NACHGEREICHT

11. Vorrichtung nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass zwischen der Austragsöffnung der Behandlungskammer (37) und der Aufgabeöffnung des ersten DMA (4) eine Rückführungsleitung (38) angeordnet ist, über welche wahlweise die behandelte Spezies dem als Analysator ausgebildeten DMA (4) aufgegeben wird.

12. Vorrichtung nach Anspruch 11 oder 12, dadurch gekennzeichnet, dass in die Rückführungsleitung (38) ein Ionisator (39) eingeschaltet ist.

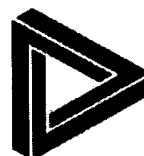
13. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 8 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass die Abscheideelektrode (23) der Sammelkammer (20) als Elektronenmikroskopgrid oder als Membrane ausgebildet ist.

Wien, am 19. Oktober 2006

Universität Wien
Technische Universität Wien
durch:

Patentanwalt
Dr. Thomas M. Haffner

NACHGEREICHT



Klassifikation des Anmeldungsgegenstands gemäß IPC⁸:
B03C 3/00 (2006.01); **B03C 3/12** (2006.01); **G01N 15/02** (2006.01)

Klassifikation des Anmeldungsgegenstands gemäß ECLA:

Recherchierter Prüfstoff (Klassifikation):
B03C 3/00, 3/12; G01N 15/02

Konsultierte Online-Datenbank:
EPODOC, PAJ, WPI

Dieser Recherchenbericht wurde zu den am **24. Jänner 2006** eingereichten Ansprüchen erstellt.

Kategorie ¹⁾	Bezeichnung der Veröffentlichung: Ländercode, Veröffentlichungsnummer, Dokumentart (Anmelder), Veröffentlichungsdatum, Textstelle oder Figur soweit erforderlich	Betreffend Anspruch
A	US 2005/0045818 A1 (J. FERNANDEZ DE LA MORA et al) 3. März 2005 (03.03.2005) <i>Zusammenfassung; Anspruch 1; Fig. 1</i> --	1,5
A	US 6 230 572 B1 (D.Y.H. PUI et al.) 15. Mai 2001 (15.05.2001) <i>Zusammenfassung; Ansprüche; Fig. 1,2</i> ---	1,5

Datum der Beendigung der Recherche:
26. Juli 2006

☐ Fortsetzung siehe Folgeblatt

Prüfer(in):
Dr. ERBER

¹⁾ Kategorien der angeführten Dokumente:

- X Veröffentlichung von **besonderer Bedeutung**: der Anmeldungsgegenstand kann allein aufgrund dieser Druckschrift nicht als neu bzw. auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden.
- Y Veröffentlichung von **Bedeutung**: der Anmeldungsgegenstand kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren weiteren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann nahellegend ist.

- A Veröffentlichung, die den **allgemeinen Stand der Technik** definiert.
- P Dokument, das **von Bedeutung** ist (Kategorien X oder Y), jedoch **nach dem Prioritätstag** der Anmeldung veröffentlicht wurde.
- E Dokument, das **von besonderer Bedeutung** ist (Kategorie X), aus dem ein **älteres Recht** hervorgehen könnte (früheres Anmeldedatum, jedoch nachveröffentlicht, Schutz ist in Österreich möglich, würde Neuheit in Frage stellen).
- & Veröffentlichung, die Mitglied der selben **Patentfamilie** ist.