



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران
۲۱۳۰۴
چاپ اول

۱۳۹۵

INSO
21304
1st.Edition

2017

فناوری نانو- مشخصه یابی نانومواد با استفاده
از پراکندگی نورپویا (DLS) - روش آزمون

**Nanotechnologies- Characterization of
nanomaterials by dynamic light scattering
(DLS) - Test method**

ICS: 07. 30;19.120

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران- ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۱۰۳ و ۸۸۸۸۷۰۸۰

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ کرج- ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.org.ir

وبگاه: <http://www.isiri.org>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No.1294 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.org.ir

Website: <http://www.isiri.org>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهی‌نامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، کالیبراسیون وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2- International Electrotechnical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«فناوری نانو - مشخصه یابی نانومواد با استفاده از پراکندگی نورپویا (DLS) - روش آزمون»

رئیس:

میر کاظمی، سید محمد
(دکترای مهندسی مواد)

سمت و/یا محل اشتغال:

عضو هیئت علمی دانشگاه علم و صنعت ایران

دبیر:

سهرابی جهرمی، ابوذر
(دکترای نانوفناوری)

مدیر عامل شرکت راصد توسعه فناوری‌های پیشرفته

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اگند، روح‌اله

(کارشناسی ارشد مهندسی مواد)

کارشناس استاندارد - شرکت راصد توسعه فن‌آوری‌های پیشرفته

اکبریان، سعید

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

مسئول آزمایشگاه DLS - مرکز تحقیقات بیوشیمی و بیوفیزیک
دانشگاه تهران

اسلامی پور، الهه

(کارشناسی ارشد زیست شناسی)

کارشناس کمیته استانداردسازی - ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

بهارى، محسن

(کارشناسی ارشد مهندسی نفت)

کارشناس گروه تجزیه و مواد - پژوهشگاه صنعت نفت

پوی پوی، حسن

(کارشناسی ارشد شیمی)

دبیر کمیته استانداردسازی - ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

گل‌زردی، سمیرا

(کارشناسی ارشد، مهندسی مواد)

کارشناس کمیته استانداردسازی - ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

میر کاظمی، سید محمد

(دکترای مهندسی مواد)

عضو هیئت علمی دانشگاه علم و صنعت ایران

ویراستار:

سیفی، مهوش
(کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)

کارشناس استاندارد - نایب رئیس کمیته فنی متناظر فناوری نانو

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ح	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف، نمادها و کوتاه‌نوشت‌ها
۲	۳-۱ اصطلاحات و تعاریف
۳	۳-۲ نمادها و کوتاه‌نوشت‌ها
۴	۴ مبانی کلی پراکندگی نورپویا
۶	۴-۱ تابع همبستگی
۸	۴-۲ ارتباط تابع همبستگی با اندازه ذره
۹	۴-۳ محاسبه قطر متوسط ذره و ضریب بس پراکندگی
۱۱	۴-۴ تحلیل تابع همبستگی
۱۱	۴-۵ روش تجمعی
۱۱	۴-۶ بررسی اپتیک دستگاه DLS
۱۳	۴-۷ تحلیل بسامد
۱۴	۵ تجهیزات و ابزار دستگاهی DLS
۱۵	۵-۱ لیزر
۱۵	۵-۲ متوقف‌کننده پرتو
۱۶	۵-۳ سلول
۱۶	۵-۴ آشکارساز
۱۶	۵-۵ ارتباط دهنده
۱۶	۵-۶ عدسی
۱۷	۵-۷ نگهدارنده آزمون

۱۷	۶ آماده‌سازی جهت انجام آزمون
۱۷	۱-۶ موقعیت دستگاه
۱۷	۲-۶ محیط مایع و گازی پخش ذرات
۱۷	۱-۲-۶ محیط مایع
۱۸	۲-۲-۶ محیط گازی
۱۸	۳-۶ آماده‌سازی نمونه
۱۸	۱-۳-۶ بازرسی نمونه
۱۸	۲-۳-۶ تهیه نمونه
۱۹	۳-۳-۶ پراکنده‌سازی
۲۱	۴-۳-۶ غلظت
۲۳	۷ اندازه‌گیری
۲۳	۱-۷ اصول کلی
۲۳	۲-۷ آماده‌سازی دستگاه و اندازه‌گیری اولیه
۲۵	۳-۷ روش اندازه‌گیری
۲۷	۸ کالیبراسیون تکمیلی
۲۸	۹ الزامات آزمون DLS جهت اندازه‌گیری توزیع اندازه نانومواد
۳۲	۱۰ گزارش آزمون
۳۳	پیوست الف (آگاهی‌دهنده)- روش تجمعی و محاسبه دامنه تابع $G2(\tau)$ در زمان صفر (B)
۳۵	پیوست ب (آگاهی‌دهنده)- پیشنهاداتی برای آماده‌سازی نمونه
۴۰	پیوست پ (آگاهی‌دهنده)- اثرات غلظت
۴۴	پیوست ت (آگاهی‌دهنده)- ضرایب شکست مواد مورد استفاده در آزمون DLS
۵۱	پیوست ث (آگاهی‌دهنده)- فرم استاندارد پیشنهادی جهت گزارش‌دهی آزمون DLS

پیش‌گفتار

استاندارد «فناوری نانو- مشخصه‌یابی نانومواد با استفاده از پراکندگی نورپویا (DLS) - روش آزمون» که پیش‌نویس آن بر اساس پژوهش انجام شده تهیه و تدوین شده است، پس از بررسی در کمیسیون‌های مربوط، در سی و هشتمین اجلاس هیئت کمیته ملی استاندارد فناوری نانو مورخ ۱۳۹۵/۱۱/۹ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون‌های مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

نتایج پژوهشی که برای تهیه و تدوین این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

۱- استاندارد ملی ایران، شماره ۱۶۲۴۷: سال ۱۳۹۲، آنالیز اندازه ذره، پراکندگی نور دینامیک (DLS).

۲- ISO 13099-2:2012, Colloidal systems - Methods for zeta-potential determination - Part 2:

Optical methods.

۳- ISO 13321:1996, Particle sSize aAnalysis - Photon correlation spectroscopy.

مقدمه

امروزه اندازه ذرات در محدوده کمتر از میکرومتر (برای مثال نانوذرات) را می‌توان با استفاده از روش بنیادین پراکندگی نور پویا (DLS)^۱ (که به آن روش طیف‌سنجی همبستگی فوتون^۲ نیز گفته می‌شود) اندازه‌گیری کرد. پراکندگی نور پویا، روشی فیزیکی است که برای تعیین توزیع ذرات موجود در محلول‌ها و سوسپانسیون (تعلیق)^۳ استفاده می‌شود. اساس کار این روش برهم‌کنش نور با ذره است. شدت نور پراکنده‌شده به وسیله نانوذرات موجود در سوسپانسیون که با زمان تغییر می‌کند، با استفاده از روابط ریاضی، به قطر هیدرودینامیک ذره ارتباط داده می‌شود. یکی از مزیت‌های این روش زمان اندازه‌گیری کوتاه آن است. حرکت براونی (کاتوره‌ای)^۴ ذرات درون مایع پراکنده‌ساز^۵، وابسته به اندازه ذرات است. هرچه اندازه ذره درون مایع بزرگ‌تر باشد، حرکت براونی ذره نیز آهسته‌تر می‌شود و به همین ترتیب، با کوچک‌تر شدن اندازه ذره، حرکت ذره سریع‌تر می‌شود. در این روش اندازه ذرات با اندازه‌گیری حرکت براونی آنها و یا به عبارت دیگر میزان جابجایی ذرات تعیین می‌شود.

هنگامی که پرتو لیزر با بسامد معین به ذرات متحرک برخورد کند، نور با بسامد متفاوت پراکنده‌شده و در فاز نور پراکنده‌شده، نوسان ایجاد می‌شود. میزان تغییر در بسامد نور پراکنده‌شده مرتبط با اندازه ذرات بوده و برای تعیین اندازه ذرات استفاده می‌شود. ذرات کوچک‌تر تغییر بیشتری در بسامد نور ایجاد می‌کنند.

-
- 1- Dynamic Light Scattering
 - 2- Photon Correlation Spectroscopy (PCS)
 - 3- Suspension
 - 4- Brownian Motion
 - 5- Dispersant

« فناوری نانو - پراکندگی نور پویا (DLS) برای مشخصه‌یابی نانو مواد - روش آزمون »

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد ارائه روش آزمون مشخصه‌یابی میانگین و توزیع نانومواد با استفاده از روش پراکندگی نور پویا (DLS) است. این استاندارد شامل روش آزمون زتاپتانسیل نمی‌شود. استاندارد حاضر بر مبنای استانداردهای بین‌المللی گردآوری شده است.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد ملی ایران به آن ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آنها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از این مراجع برای کاربرد این استاندارد الزامی است.

2-1 ISO 22412: 2008 Particle Size Analysis—Dynamic Light Scattering (DLS).

2-2 ISO 13320: 2009 Particle Size Analysis—Laser Diffraction Methods.

2-3 ISO 14488: 2007 Particulate Materials—Sampling and Sample Splitting for the Determination of Particulate Properties.

2-4 ASTM E2490: 2009 Standard Guide for Measurement of Particle Size Distribution of Nanomaterials in Suspension by Photon Correlation Spectroscopy (PCS).

2-5 Dynamic light scattering, Robert Pecora, ISBN-13: 978-1-4612-9459-7, Plenum Press, New York, 1985.

۳ اصطلاحات و تعاریف، نمادها و کوتاه‌نوشت‌ها

در این استاندارد اصطلاحات با تعاریف زیر به کار می‌رود.

۱-۳ اصطلاحات و تعاریف

۱-۱-۳

ارتباط دهنده

correlator

قسمتی از دستگاه DLS است که میزان شباهت بین شدت دو سیگنال در یک محدوده زمانی مشخص را محاسبه می‌کند.

۲-۱-۳

حجم پراکندگی

scattering volume (V)

بخشی از پرتو لیزر فرودی است که به وسیله آشکارساز دریافت می‌شود. یادآوری - معمولاً بزرگی حجم پراکندگی از مرتبه 10^{-6} سانتی متر مکعب است.

۳-۱-۳

حرکت براونی/کاتوره‌ای

brownian motion

حرکت تصادفی ذرات بر اثر اعمال نیرو از سوی مولکول‌های مایع، حرکت براونی گفته می‌شود.

۴-۱-۳

نرخ میزان شدت جریان نوری پرتوهای پراکنده شده

scattered intensity count rate photocurrent

(I_s)

شدت نور پراکنده شده به وسیله ذرات در حجم پراکندگی است. در عمل، تعداد فوتون‌های تابیده شده، متناسب با شدت نور پراکنده شده (که به وسیله آشکارساز اندازه‌گیری می‌شود) است.

۵-۱-۳

ضریب بس پراکندگی

polydispersity index (pdi, PI)

کمیت بدون بعد است که میزان گستردگی توزیع اندازه ذره را بیان می‌کند (با ارجاع به معادلات ۷ الی ۱۰).

۶-۱-۳

قطر متوسط ذره

average particle diameter (X_{DLS})

قطر متوسط حاصل از میانگین هماهنگ شدت نور است.
یادآوری- متوسط قطر ذره در محدوده نانومتر بیان می‌شود. (10^{-9} متر).

۲-۳ نمادها و کوتاه نوشت‌ها

ضریب نفوذ	D
ثابت بولتزمن	k یا k_B
شدت نور	I
عدد آووگادرو	N_A
ضریب شکست حقیقی محیط	n
مشخصه لورنزی (نصف عرض پیک در میانه ارتفاع)، نرخ میرایی	Γ
پتانسیل زتا	ζ
گرانروی محیط	η یا η_0
زاویه بین پرتوی نوری و پراکنده شده	θ
زاویه بین دو پرتوی متقاطع	θ'
طول موج	λ
تحرك الكتروكوچى (الکتروفورز)	μ
تحرك الكتروكوچى (الکتروفورز) مایع	μ_{e0}
بسامد	ν
زمان تاخیر در تابع شدت پراکندگی	τ
کسر حجمی	φ
بسامد چرخشی ($=\pi V^2$)	ω
غلظت ذرات	c
تابع شدت همبستگی خودکار	$G_2(\tau)$
تعداد ذرات در حجم پراکندگی	N_V
چگالی ذرات	ρ
تجمع دوم	μ_2

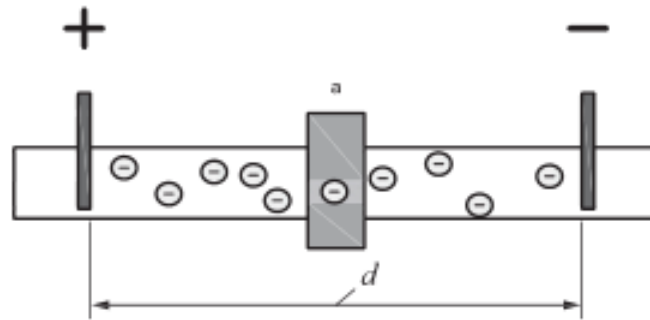
A_i	بازدهی خاموشی کلاس اندازه i
f	فاصله کانونی عدسی
k	عدد موج در محیط ($=\pi/\lambda^2$)
k_p	بخش موهومی (جذب) ضریب شکست ذره
I_a	فاصله میان شیء پراکنده کننده و آشکارساز
I_b	طول مسیر روشن شده توسط ذرات
m_{rel}	نسبت ضریب شکست مختلط ذره به محیط
M	ماتریس مدل
n_m	بخش حقیقی ضریب شکست محیط
n_p	بخش حقیقی ضریب شکست ذره
\underline{n}_p	ضریب شکست مختلط ذره
O	تاریکی (عبور ۱۰۰) برای تک پراکندگی قابل محاسبه است
x	قطر ذره
x_i	قطر هندسی میانگین ذرات کلاس i
α	پارامتر بدون بعد اندازه ($= \pi \times n_m$)
$\Delta Q_{3,i}$	کسر حجمی کلاس اندازه i
σ	انحراف معیار استاندارد

۴ مبانی کلی پراکندگی نور پویا

اساس روش پراکندگی نور پویا اشتراک زیادی با روش‌های نوری اندازه‌گیری ذرات باردار شده دارد. به‌طور کلی در این روش‌ها یک سوسپانسیون از یک مایع که ذرات باردار در آن به‌خوبی پراکنده شده باشند، درون یک سلول^۱ استوانه‌ای یا مستطیلی شکل قرار می‌گیرند (مطابق شکل ۱). درون این سلول نیز دو الکتروود به فاصله مشخصی نسبت به یکدیگر قرار دارند. با اعمال اختلاف پتانسیل بین دو الکتروود، ذرات باردار از الکتروود منفی به سمت الکتروود مثبت حرکت نموده (فرآیند الکتروکوچی (الکتروفورز)) و همچنین جریان آرام^۲ از مایع در امتداد دیواره‌های موئینی^۳ حرکت می‌کنند (فرآیند الکترواسمز). جهت حرکت و سرعت این جریان به بزرگی و علامت بار الکتریکی دیواره بستگی دارد. لذا سرعت نهایی سیال، برآیند سرعت‌های ناشی از

1- Cell
2- Laminar flow
3- Capillary walls

فرآیندهای الکتروکوچی و الکترواسمز است. اندازه‌گیری سرعت ذرات در مکان‌های گوناگون با استفاده از روش تصویربرداری از ذره (روش میکروسکوپی) و یا روش‌های پراکندگی نور الکتروکوچی انجام می‌شود. با استفاده از سرعت و جهت حرکت ذرات و همچنین زمان عبور، اختلاف پتانسیل اعمالی و فاصله بین الکترودها، تحرک پذیری^۱ ذرات تعیین می‌شود که می‌توان با استفاده از روش‌های تئوری محاسباتی، پتانسیل زتای ذرات را نیز اندازه‌گیری کرد.



راهنما:

d فاصله

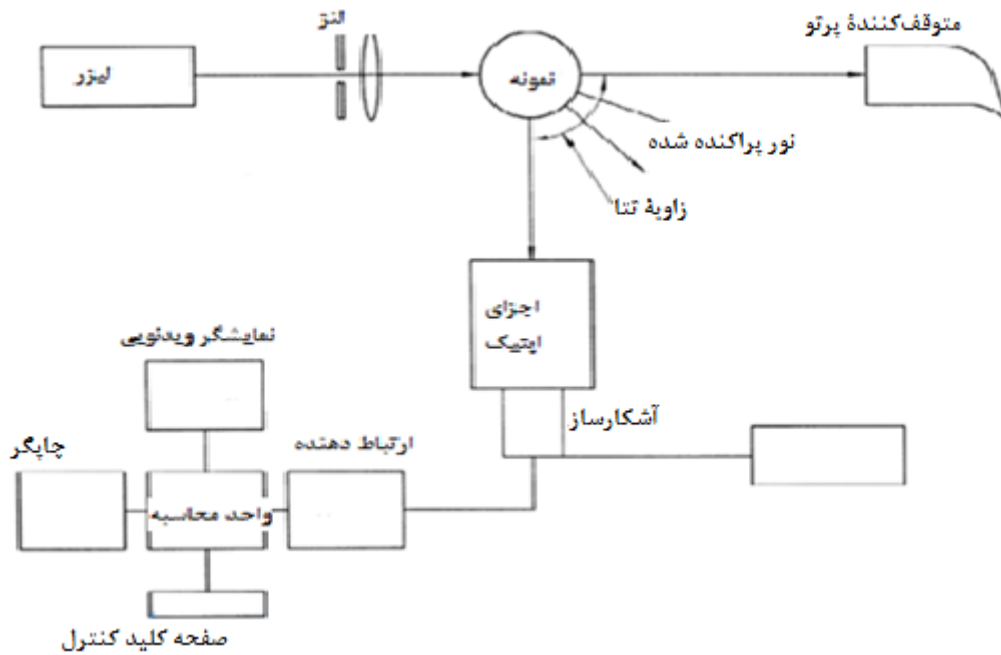
a ناحیه اندازه‌گیری

شکل ۱- طرحواره روش نوری اندازه‌گیری اندازه ذرات (روش الکتروکوچی)

پرتوی همگن و تک‌فام لیزر با طول موج λ را می‌توان به ذرات تاباند و نور پراکنده شده ناشی از برهم‌کنش بین ذرات و نور لیزر را ثبت و بررسی نمود. با استفاده از یک ارتباط‌دهنده، تغییرات ایجاد شده در تابع شدت خودهمبستگی^۲ و با استفاده از روابط مشخص، اندازه این ذرات به دست می‌آید. شکل ۲ طرحواره اساس کار در روش DLS را نشان می‌دهد. لازم به ذکر است که در روش میکروسکوپی پراکندگی نوری نیز همین سازوکار برقرار است.

1- Mobility

2- Autocorrelation function



شکل ۲- طرحواره اساس کار در روش DLS

۱-۴ تابع همبستگی^۱

از آنجا که ذرات موجود در محلول، حرکت براونی دارند، شدت نور پراکنده شده $I(t)$ نسبت به زمان نوسان دارد. با استفاده از این نوسانات می‌توان اطلاعاتی از سرعت حرکت ذره به دست آورد.

تحلیل زمانی این نوسانات به وسیله یکی از اجزای دستگاه به نام ارتباط‌دهنده انجام می‌شود. اساس کار ارتباط‌دهنده، محاسبه میزان درجه شباهت بین شدت دو سیگنال (ورودی و پراکنده شده) در یک محدوده زمانی مشخص می‌باشد. اگر شدت سیگنال در یک قسمت از الگوی نقطه‌ای در زمان t با شدت سیگنال همین قسمت در یک فاصله کوتاه زمانی به طور مثال $t+\tau$ مقایسه شود، تشابه و ارتباط نزدیک دو سیگنال به یکدیگر مشخص می‌شود. اگر همین عمل را در یک بازه زمانی که کمی بزرگ‌تر از حالت قبل است به طور مثال $t+2\tau$ تکرار شود، میزان شباهت از حالت $t+\tau$ کمتر است. اگر شدت سیگنال این قسمت در لحظه t با شدت سیگنال در یک زمان با فاصله زمانی زیاد مقایسه شود ($t \rightarrow \infty$) دو سیگنال هیچ ارتباطی با یکدیگر نخواهند داشت. بنابراین ارتباط بین دو سیگنال از یک قسمت از الگوی نقطه‌ای با گذشت زمان کاهش می‌یابد. تابع همبستگی به صورت زیر طبق معادله ۱ تعریف می‌شود:

(فرمول ۱)

$$\langle I(t).I(t+\tau) \rangle = G_2(\tau)$$

تابع همبستگی فقط به اختلاف زمانی τ بستگی دارد و مستقل از زمان دلخواه t است. نماد $\langle \dots \rangle$ نشانگر مقدار میانگین کمیت $I(t).I(t+\tau)$ برای زمان‌های گوناگون است. اگر تعداد ذرات یکنواخت در حجم اندازه‌گیری v زیاد باشد، $G_2(\tau)$ به صورت تابعی از اختلاف زمانی τ یک کاهش نمایی دارد.

(فرمول ۲)

$$G_2(\tau) = A[1 + B \exp(-2\Gamma\tau)]$$

در معادله بالا، A یک ثابت مستقل از زمان است که با مجذور متوسط زمانی شدت نور پراکنده شده $\langle I \rangle$ متناسب است. می‌توان B را به‌عنوان یک فاکتور دستگاه در نظر گرفت ($B \geq 1$). فرض کنیم ذرات به صورت کروی و همسان باشند، در این صورت نرخ میرایی^۱ (Γ) با استفاده از ضریب نفوذ انتقالی ذرات (D) از رابطه $\Gamma = Dq^2$ به دست می‌آید، که \vec{q} بردار پراکندگی و به صورت اختلاف بردار موج پراکنده شده (\vec{k}_s) و بردار موج فرودی (\vec{k}_i) تعریف می‌شود ($\vec{q} = \vec{k}_s - \vec{k}_i$):

(فرمول ۳)

$$q = \frac{4\pi n}{\lambda} \sin\left(\frac{\theta}{2}\right)$$

که در آن:

n ضریب شکست محیط مایع، θ زاویه پراکندگی و λ طول موج لیزر است.

بین حرکت براونی ذرات و یا به عبارت دیگر پارامتر ضریب نفوذ انتقالی با اندازه ذرات، رابطه‌ای وجود دارد. با استفاده از رابطه بین حرکت براونی و اندازه ذرات که موسوم به معادله استوکس-انیشیتین^۲ است، اندازه ذرات به دست می‌آید:

(فرمول ۴)

$$x = \frac{KT}{3\pi\eta D}$$

در این رابطه، x قطر هیدرودینامیکی ذرات^۳، T دمای مطلق، η گرانیوی^۴، K ثابت بولتزمن و D ضریب نفوذ انتقالی ذرات هستند. لازم به ذکر است که اندازه ذرات به دست آمده از این روش، اندازه حقیقی ذرات نیست، بلکه اندازه قطر هیدرودینامیکی آنها است. زمانی که ذره درون مایع قرار می‌گیرد، لایه‌ای دور ذره تشکیل می‌شود و سطح آن را می‌پوشاند که به لایه دوگانه (مضاعف) الکتریکی^۵ معروف است. زمانی که با روش DLS

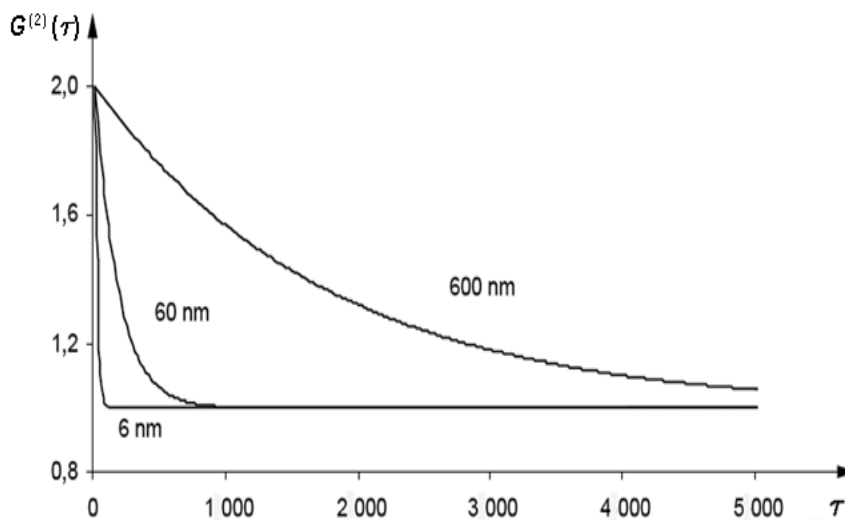
1- Decay Rate
2- Stokes-Einstein equation
3- Hydrodynamic diameter
4- Viscosity
5- Electrical double layer

اندازه ذره محاسبه می‌شود، در واقع اندازه ذره به‌علاوه لایه مضاعف الکتریکی به‌وجود آمده در پیرامون آن به دست می‌آید.

همانطور که در معادله استوکس- انیشتین نیز دیده می‌شود، برای محاسبه اندازه ذرات، پارامترهای ضریب نفوذ انتقالی ذره، گرانشی و دمای مطلق مورد نیاز است. در انجام این آزمون پارامترهای گرانشی و دمای مطلق باید به نرم‌افزار دستگاه داده شود و دستگاه با محاسبه پارامتر ضریب نفوذ انتقالی که با اندازه‌گیری حرکت براونی ذرات حاصل می‌شود، می‌تواند توزیع اندازه ذرات را تعیین کند. لازم به ذکر است که حرکت براونی ذرات، یکی از عواملی است که پارامتر ضریب نفوذ انتقالی به آن وابسته است و عوامل دیگری مانند غلظت سوسپانسیون، ساختار سطح و شکل هندسی ذرات نیز، می‌توانند به اندازه چند نانومتر روی نتایج به دست آمده از این روش تاثیرگذار باشند.

۲-۴ ارتباط تابع همبستگی با اندازه ذره

سرعت حرکت براونی ذرات به اندازه آنها بستگی دارد (معادله استوکس- انیشتین)، به‌طوری که ذرات بزرگ‌تر، آرام‌تر از ذرات کوچک‌تر حرکت می‌کنند. پس هرچه ذرات بزرگ‌تر باشند، شدت نوسانات و یا تغییرات الگوی نقطه‌ای آنها نیز آرام‌تر است و در نتیجه نمودار نزولی همبستگی در این ذرات در محدوده زمانی مشخص، با شیب کندتری کاهش می‌یابد. این حالت در مورد ذرات کوچک‌تر کاملاً برعکس است، یعنی شدت نوسانات و تغییرات الگوی نقطه‌ای با سرعت بیشتری رخ می‌دهد و به‌همین دلیل شیب نمودار نزولی همبستگی در یک محدوده زمانی مشخص تندتر است.



شکل ۳- تابع همبستگی بر حسب زمان τ (μs) برای ذرات کوچک و بزرگ

دستگاه DLS می‌تواند توزیع اندازه ذرات را بر اساس شدت نور پراکنده شده از آنها ارائه دهد. در برخی از آزمایشات، توزیع اندازه ذرات بر حسب تعداد^۱ و یا حجم ذرات^۲ مورد نیاز است. به وسیله تئوری مای^۳ توزیع اندازه ذرات بر اساس شدت^۴ نور پراکنده شده را می‌توان به توزیع اندازه ذرات بر حسب حجم تبدیل کرد. توزیع اندازه ذرات بر حسب تعداد نیز با استفاده از توزیع اندازه ذرات بر حسب حجم قابل محاسبه می‌شود.

یادآوری - خطاهای کوچکی در جمع‌آوری داده‌ها در نمودار همبستگی به وجود می‌آید. در نمودار توزیع اندازه ذرات بر حسب شدت نور پراکنده شده این خطاها قابل چشم پوشی هستند، اما می‌تواند باعث انحراف بزرگی در توزیع اندازه ذرات بر حسب تعداد شود.

۳-۴ محاسبه قطر متوسط ذره و ضریب بس پراکندگی

برای نمونه‌هایی که دارای ذرات چندگونه (غیریکنواخت) هستند. رابطه (۲) به صورت زیر نوشته می‌شود:

(فرمول ۵)

$$G_2(\tau) = A [1 + B g_1^2(\tau)]$$

که در آن $g_1(\tau)$ به صورت زیر با تابع توزیع نرخ میرایی $G(\Gamma)$ رابطه دارد:

(فرمول ۶)

$$g_1(\tau) = \int_0^{\infty} G(\Gamma) \exp(-\Gamma\tau) d\Gamma, \int_0^{\infty} G(\Gamma) d\Gamma = 1$$

در معادله (۶)، $G(\Gamma) d\Gamma$ با کسری از شدت نور پراکنده شده توسط ذرات متناسب است به گونه‌ای که نرخ میرایی در محدوده Γ و $\Gamma+d\Gamma$ باشد. انواع مختلفی از بس پراکندگی‌ها وجود دارد که ممکن است بر روی توزیع نرخ‌های میرایی تاثیر گذار باشد:

۱- بس پراکندگی در اندازه، یعنی همه ذرات دارای یک شکل و ترکیب شیمیایی هستند. به طور مثال گره‌های همگن و همسان که فقط در یک بُعد خطی ذرات متفاوت هستند؛

۲- بس پراکندگی در شکل، یعنی ذرات از نظر شکل متفاوت هستند، به طور مثال شکل‌های مختلفی از گره‌ها، صفحه‌ها و میله داشته باشند ولی در حجم و ترکیب شیمیایی یکسان هستند؛

۳- مواد غیرهمگن و ناهمسان^۵؛

۴- ترکیب همه انواع بس پراکندگی‌های بالا.

1- Number
2- Volume
3- Mie theory
4- Intensity
5- Nonhomogeneous

برای اندازه‌گیری اندازه ذرات به وسیله DLS، فقط نوع اول بس پراکندگی فرض می‌شود و توزیع نرخ میرایی با توجه به دو پارامتر زیر مشخص می‌شود:

الف - متوسط نرخ میرایی $\langle \Gamma \rangle$

(فرمول ۷)

$$\langle \Gamma \rangle = \int_0^{\infty} \Gamma G(\Gamma) d\Gamma$$

ب - ضریب بس پراکندگی (pdi)

(فرمول ۸)

$$pdi = \frac{\mu_2}{\langle \Gamma \rangle^2}, \quad \mu_2 = \int_0^{\infty} (\Gamma - \langle \Gamma \rangle)^2 G(\Gamma) d\Gamma$$

توجه کنید که اگر $G(\Gamma)$ یک تابع توزیع گاوسی^۱ داشته باشد، $G(\Gamma) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp[-\frac{(\Gamma - \langle \Gamma \rangle)^2}{2\sigma^2}]$ که در آن σ انحراف معیار است، ضریب بس پراکندگی pdi به صورت زیر با $\langle \Gamma \rangle$ و σ رابطه دارد:

(فرمول ۹)

$$pdi = \frac{\sigma^2}{2\langle \Gamma \rangle^2}$$

از آنجا که قطر ذره که از معادله استوکس-انیشیتین به طور معکوس با نرخ میرایی متناسب است (معادله ۴) را ببینید) متوسط قطر ذره x_{DLS} از معادله زیر به دست می‌آید:

(فرمول ۱۰)

$$\frac{1}{x_{DLS}} = \int_0^{\infty} \frac{1}{x} G[\Gamma(x)] d\left(\frac{1}{x}\right)$$

که در آن $G[\Gamma(x)] d\left(\frac{1}{x}\right)$ بیانگر کسر شدت نور پراکنده شده توسط ذراتی است که قطر آنها در محدوده x و $x+dx$ است.

یادآوری ۱ - توجه کنید که $G(\Gamma)$ به طول موج لیزر و همچنین زاویه پراکندگی θ بستگی دارد، بنابراین برای یک نمونه داده شده، x_{DLS} و pdi هم به کمیت‌های بالا بستگی خواهند داشت.

یادآوری ۲ - برای توزیع ذراتی که دارای قطرهای کمتر از ۳۰ نانومتر هستند، کمیت‌های x_{DLS} و pdi به طول موج لیزر و زاویه پراکندگی وابسته نیستند. در این حالت توصیه می‌شود که از لیزرهای با توان بالا و طول موج‌های متفاوت (مانند لیزر یون آرگون که دارای طول موج‌های ۴۸۸ نانومتر و ۵۱۴/۵ نانومتر هستند) استفاده شود.

1- Gaussian distribution

۴-۴ تحلیل تابع همبستگی

تابع همبستگی شامل اطلاعات ضریب نفوذ انتقالی (D) است که در معادله استوکس-انیشیتین استفاده می‌شود و به وسیلهٔ تطبیق تابع همبستگی با یک الگوریتم مناسب به دست می‌آید. برای تحلیل تابع همبستگی دو روش استفاده می‌شود:

۴-۴-۱ روش تحلیل تجمعی^۱

در این تحلیل، متوسط اندازه ذرات و ضریب بس پراکندگی تعیین می‌شود.

۴-۴-۲ روش تحلیل توزیعی^۲

در این تحلیل، توزیع اندازه واقعی ذرات با استفاده از داده‌های مناسب، تعیین می‌شود.

۵-۴ روش تجمعی

روش تجمعی در استانداردهای ISO 13321 و ISO 22412 مربوط به پراکندگی نور پویا تعریف می‌شود. این روش فقط متوسط اندازه ذرات^۳ و تخمینی از پهنای توزیع (ضریب بس پراکندگی) را ارائه می‌دهد. در این روش، گرانروی و ضریب شکست بستر مایع مورد نیاز است. تابع همبستگی، حول مقدار متوسط نرخ میرایی بسط داده می‌شود. با در نظر گرفتن بسط (تا مرتبه دوم)، معادله (۵) را می‌توان به صورت زیر تقریب زد:

(فرمول ۱۱)

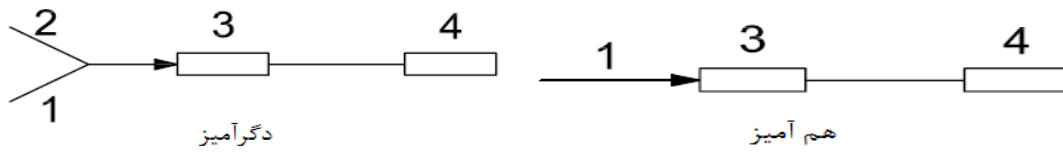
$$G_2(\tau) = A[1 + B \exp(-2\Gamma\tau + \mu_2\tau^2)]$$

معادله بالا یک معادله کلی است که با استفاده از آن می‌توان پارامترهای Γ و μ_2 را به دست آورد، در نتیجه با داشتن این دو پارامتر، متوسط قطر ذره X_{DLS} و ضریب بس پراکندگی pdi تعیین می‌شود (به پیوست الف مراجعه شود).

۶-۴ بررسی اپتیک دستگاه DLS

استفاده از یک مرجع نوری هم‌آمیز^۴ اجازه می‌دهد تا از طریق تداخل امواج نوری، طیف بسامدهای فرودی به بسامدهای نورمختلف تبدیل شوند (تغییر بسامدها). برای DLS، تغییر بسامدها در حدود ۱ هرتز تا ۱۰۰ کیلوهرتز است. دو روش مرجعی که معمولاً استفاده می‌شود، در شکل ۴ نشان داده شده است.

1- Cumulants analysis
2- Distribution analysis
3- Z-average
4- Homodyne



راهنما:

- ۱ نور پراکنده شده
- ۲ بخشی از پرتو پراکنده نشده
- ۳ آشکارساز
- ۴ ارتباط دهنده

شکل ۴- آرایش اپتیکی DLS

آرایش اپتیکی هم‌آمیز: ترکیب تمام پرتوهای پراکنده شده، برای بسامد یا اندازه‌گیری اختلاف فاز استفاده می‌شود.

آرایش اپتیکی دگرآمیز^۱: نور پراکنده شده با بخشی از نور پراکنده نشده (فرودی) ترکیب می‌شود. در اینجا این نور فرودی جابه‌جا نشده، مرجعی برای بسامد یا اندازه‌گیری اختلاف فاز است.

نتایج خروجی آشکارساز از هر دو حالت آرایش اپتیکی عبارت است از:

الف- توزیع بسامدها

ب- وابستگی زمانی فازها، که بیانگر اندازه ذرات موجود در مایع است.

خروجی آشکارساز دارای دو مولفه است:

الف- مولفه ثابت، که بیانگر متوسط شدت نور جمع‌آوری شده است؛

ب- مولفه متغیر با زمان، که بیانگر اثر DLS است. مولفه وابسته به زمان برای تعیین توزیع اندازه ذرات با استفاده از تئوری DLS، تجزیه و تحلیل می‌شود.

سیگنال وابسته به زمان به‌طور کلی توسط یکی از دو روش زیر پردازش می‌شود:

الف- تابع همبستگی مبتنی بر زمان^۲؛

ب- طیف توان مبتنی بر بسامد^۳.

دو روش با روابط ریاضی با هم ارتباط دارند، روش اول تبدیل فوریه روش دوم است.

1- Hetrodyne
2- Time-Based correlation fcnction
3- Frequency-based power spectrum

۷-۴ تحلیل بسامد

برای یک سامانه تک پراکنده^۱ معادله طیف توان $P(\omega)$ توسط معادله (۱۲) برای آرایش اپتیکی هم‌آمیز و معادله (۱۳) برای آرایش اپتیکی دگرآمیز ارائه می‌شود.

(فرمول ۱۲)

$$P(\omega) = I_s \Gamma^2 \frac{2\Gamma}{\omega^2 + (2\Gamma)^2}$$

(فرمول ۱۳)

$$P(\omega) = I_0 \Gamma \frac{\Gamma}{\omega^2 + \Gamma^2}$$

در این رابطه، I_0 شدت نور فرودی، I_s شدت نور پراکنده‌شده، Γ نرخ میرایی (مشخصه بسامد) و ω بسامد زاویه‌ای است. مشخصه بسامد Γ با متوسط قطر ذره X_{DLS} طبق معادله (۴) بیان می‌شود.

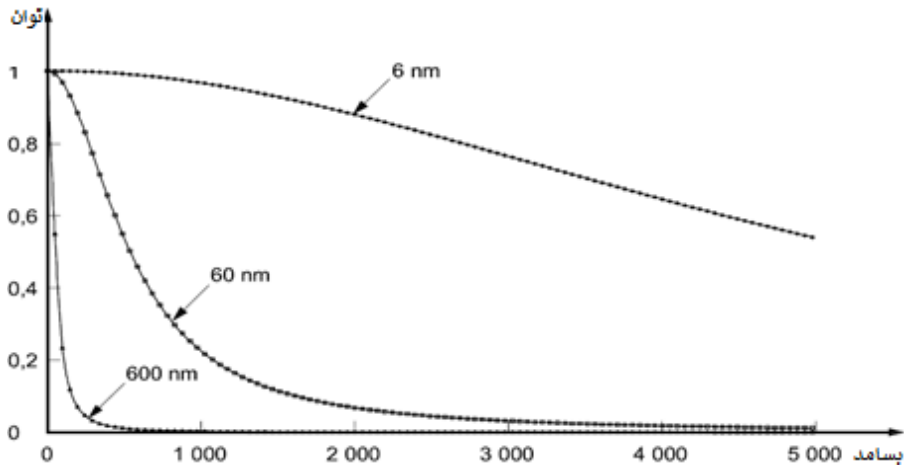
در آرایش هم‌آمیز، دامنه طیف توان با متوسط مجذور شدت نور پراکنده‌شده $I_s \Gamma^2$ و همچنین غلظت نمونه متناسب است. در این حالت آرایشی اپتیکی فرض می‌شود که پرتو پراکنده‌نشده با پرتوی فرودی ترکیب نمی‌شود و همچنین شرط $I_0 \ll I_s$ برقرار است. این تضمین‌کننده حالت آرایشی اپتیکی کاملاً هم‌آمیز است.

در حالت آرایشی اپتیکی دگرآمیز، بخشی از خروجی نور مرجع با نور پراکنده‌شده کل ترکیب می‌شود. یعنی بخشی از پرتو فرودی با نور پراکنده‌شده ترکیب می‌شود. در حالت آرایشی اپتیکی دگرآمیز، طیف توان همیشه یک مولفه از حالت آرایشی اپتیکی هم‌آمیز را خواهد داشت. برای اینکه یک حالت آرایشی اپتیکی دگرآمیز، خالص در نظر گرفته شود، باید مولفه حالت آرایشی اپتیکی هم‌آمیز در مقایسه با مولفه حالت آرایشی اپتیکی دگرآمیز خیلی کوچک باشد ($I_0 \ll I_s$). در غلظت‌های بالا و بنابراین در $I_s \ll I_0$ باید احتیاط کرد تا شرط $I_0 \ll I_s$ برقرار باشد. در حالت آرایشی اپتیکی دگرآمیز طیف توان با مشخصه بسامد Γ و در حالت آرایشی اپتیکی هم‌آمیز طیف توان با مشخصه بسامد 2Γ ترکیب می‌شود.

طیف توان، یک تابع لورنتزین^۲ است که با معادلات (۱۲) و (۱۳) ارائه می‌شود. مشخصه بسامد Γ متناسب با معکوس اندازه ذره بوده و بیانگر نصف توان طیف دگرآمیز است (2Γ در حالت آرایشی اپتیکی هم‌آمیز).

شکل ۵ نمودار طیف توان بر حسب بسامد برای اندازه‌های مختلف ذرات در حالت آرایشی اپتیکی دگرآمیز را نشان می‌دهد. معادله معکوس مشخصه بسامد با اندازه ذرات مشاهده می‌شود.

1- Monodisperse
2- Lorentzian function



شکل ۵- طیف توان در حالت آرایشی اپتیکی دگرآمیز

برای یک سامانه غیریکنواخت طیف توان نرمال شده، با توزیع مشخصه بسامد و یا معکوس نرخ‌های میرایی $c(\Gamma)$ ارتباط دارد و برای هم‌آمیز و دگرآمیز با معادلات زیر محاسبه می‌شود.

(فرمول ۱۴)

$$P_1(\omega) = \int_0^{\infty} c(\Gamma) \frac{2\Gamma}{\omega^2 + (2\Gamma)^2} d\Gamma$$

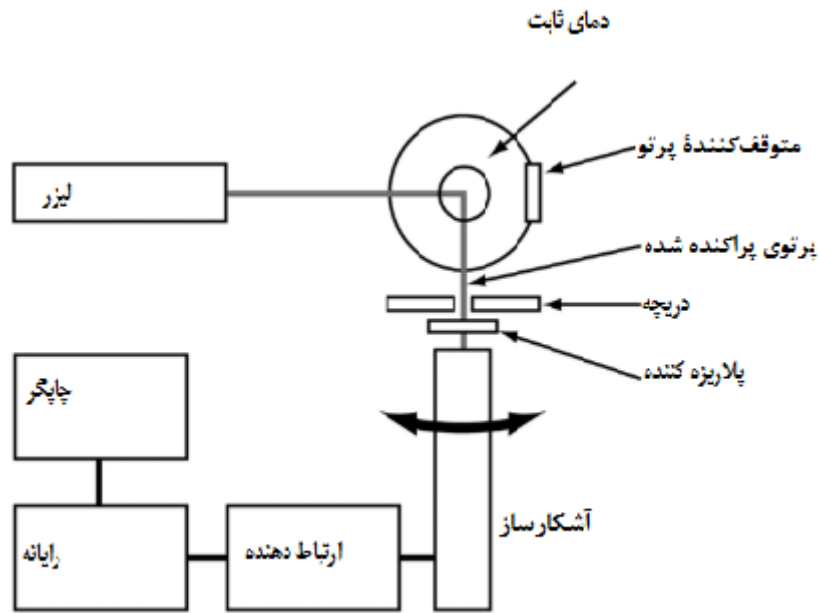
(فرمول ۱۵)

$$P_1(\omega) = \int_0^{\infty} c(\Gamma) \frac{\Gamma}{\omega^2 + \Gamma^2} d\Gamma$$

معادلات بالا با یک روش مشابه که در تجزیه و تحلیل تابع همبستگی استفاده می‌شود، برای توزیع‌های اندازه ذرات قابل حل هستند.

۵ تجهیزات و ابزار دستگاہی DLS

طرحواره بخش‌های دستگاہ DLS در شکل ۶ ارائه شده است.



شکل ۶- طرحواره اجزاء اصلی دستگاه

۱-۵ لیزر

در اکثر دستگاه‌ها از یک لیزر هلیم-نئون با نور تکفام و با طول موج $632/8$ نانومتر با توان معمول ۲ میلی‌وات به عنوان منبع نور استفاده می‌شود. برای اندازه‌گیری ذرات کوچک دارای قطر کمتر از ۳۰ نانومتر، استفاده از لیزر با توان بالا (۱۵ میلی‌وات تا ۲۵ میلی‌وات) توصیه می‌شود (مانند لیزر یون آرگون که دارای طول موج‌های ۴۸۸ نانومتر یا $514/5$ نانومتر هستند).

۲-۵ متوقف‌کننده پرتو^۱

نوری که از منبع نور لیزر دستگاه تابیده می‌شود، قبل از رسیدن به نمونه، باید از قسمتی به نام تضعیف‌کننده نور عبور کند. نقش تضعیف‌کننده این است که میزان شدت نور تابیده‌شده از منبع را با توجه به نوع نمونه مورد آزمایش تضعیف می‌کند. تضعیف‌کننده می‌تواند میزان نور تابیده‌شده را بر حسب درصد تابش از $0/0003$ درصد تا ۱۰۰ درصد تغییر دهد. هنگامی که شدت نور پراکنده‌شده از نمونه زیاد باشد، به‌طوری که انجام آزمایش ممکن نباشد، (مثل نمونه‌هایی که غلظت بالایی دارند و یا نمونه‌هایی که میزان پراکندگی نور در آنها بالا است) تضعیف‌کننده می‌تواند با کاهش شدت نور به اندازه مناسب، شرایط را برای انجام آزمون در وضعیت ایده‌آل فراهم کند.

1-Beam stopper

۳-۵ سلول

تمامی سلول‌ها سه نقش اصلی بر عهده دارند: نگهداری نمونه، اعمال میدان الکتریکی به نمونه و فراهم‌آوری مجرای ورود و خروج نور.

۴-۵ آشکارساز

بیشترین نوری که به سلول می‌رسد، بدون اینکه تغییری در جهت حرکت آن ایجاد شود، به‌طور مستقیم از آن عبور می‌کند. اما مقداری از نور در اثر برخورد با ذرات نمونه پراکنده می‌شود. همانطور که در شکل ۶ نیز مشاهده می‌شود، نور پراکنده‌شده با زاویه ۱۷۳ و ۹۰ درجه (با توجه به مدل و با در نظر گرفتن معادله $\sin[\theta/2] = \frac{\sqrt{2}}{2} \times \frac{\lambda_0}{632.8}$) به وسیله آشکارساز دریافت می‌شود. وظیفه آشکارساز، اندازه‌گیری و ثبت شدت نور است. در واقع الگوی نقطه‌ای به وسیله آشکارساز به دست می‌آید.

۵-۵ ارتباط دهنده

شدت سیگنال نور پراکنده‌شده که به شکل الگوی نقطه‌ای که به وسیله آشکارساز ثبت شده است، بزرگنمایی و تفکیک‌شده و سپس به صورت رقمی شده^۱ (به صورت پالس) به ارتباط دهنده ارسال می‌شود. ارتباط‌دهنده با مقایسه شدت نور در فواصل مختلف زمانی، نرخ اختلاف شدت نور را در زمان‌های مختلف محاسبه می‌کند. در آخرین مرحله نیز اطلاعات به دست آمده توسط ارتباط‌دهنده، به رایانه انتقال داده می‌شود و در رایانه با یک نرم‌افزار مخصوص آنالیز شده و اطلاعات مربوط به توزیع اندازه ذرات نمایش داده می‌شود.

۶-۵ عدسی

یکی از اجزای جانبی دستگاه عدسی است که کار آن، متمرکز کردن پرتوهای تابیده شده از منبع نور می‌باشد. با توجه به خصوصیات نمونه مورد آزمایش، محدوده مورد بررسی در نمونه می‌تواند تغییر کند. انتخاب این محدوده از نمونه، به وسیله تغییر در فاصله موجود بین عدسی با سلول انجام می‌گیرد.

۵-۷ نگهدارنده آزمون^۱

بخشی از تجهیزات دستگاه DLS است که قادر به کنترل و اندازه‌گیری دما با دقت $\pm 0.3^{\circ}\text{C}$ است.

۶ آماده‌سازی جهت انجام آزمون

۱-۶ موقعیت دستگاه

بر اساس استاندارد ISO 13320، دستگاه اندازه‌گیری DLS باید در محیطی عاری از آلودگی، ارتعاش مکانیکی، نوسان دمایی و نوفه الکتریکی اضافی و همچنین به دور از تابش مستقیم نور خورشید و جریان باد قرار داشته باشد. لازم به ذکر است، در محیط آزمایشگاه باید تمامی ملاحظات ایمنی و بهداشتی رعایت شده باشد. همچنین دستگاه باید دارای یک پایه محکم داخلی برای استقرار تجهیزات لیزری بر روی آن باشد. در غیراین صورت می‌توان دستگاه را بر روی میزهای محکمی سوار نمود تا انطباق محوری^۲ آن دچار تغییر نشود.

۲-۶ محیط مایع و گازی پخش ذرات^۳

۱-۲-۶ محیط مایع

از هر مایع شفاف با ضریب شکست مشخص می‌توان جهت پخش ذرات استفاده کرد.

مایع مورد استفاده جهت پخش پودرها باید دارای شرایط زیر باشد:

الف- نسبت به طول موج کاری منبع نور دستگاه شفاف باشد؛

ب- با مواد مورد استفاده در دستگاه برهم‌کنش فیزیکی و یا شیمیایی نداشته باشد؛

پ- ذرات را در خود حل نکرده و یا موجب تغییر قطر آنها نشود؛

ت- عاری از حباب و یا سایر ذرات (ناخالصی) باشد؛

ث- سوسپانسیون پایداری را ایجاد کند؛

ج- ضریب شکست بسیار متفاوتی با نمونه داشته باشد؛

چ- گرانش آن به اندازه‌ای باشد که بتوان از آن دوباره استفاده نمود؛

ح- برای سلامتی مضر نبوده و ایمنی مناسبی داشته باشد؛

1- Test sample/specimen holder
2- Alignment
3- Dispersion liquids and gasses

معمولا می توان از آب استفاده کرد. البته گاهی مقداری مواد فعال سطحی نیز به آب اضافه می شود تا کشش سطحی آن را کاهش داده و موجب افزایش ترشوندگی ذرات شود. همچنین ممکن است از مقداری پراکنده ساز^۱ (معمولا پلی الکترولیت) نیز برای پایدارسازی محلول استفاده شود.

می توان از مایعات آلی مانند اتانول، ۲- پروپانول، n- هگزان و یا ایزواکتان نیز استفاده نمود. برای مشاهده جزئیاتی بیشتر در مورد نحوه پخش مواد در مایعات آبی می توان به استاندارد ISO 14488 مراجعه نمود.

یادآوری - لازم به ذکر است که در صورت استفاده از مایعاتی که فشار بخار بالایی دارند، باید فرآیند فراصوت در محیط بسته انجام شود. تبخیر مایعات آلی فرار ممکن است موجب تغییر و نوسان در ضریب شکست محیط آبی و به دنبال آن ایجاد خطا در اندازه گیری اندازه ذرات شود.

۲-۲-۶ محیط گازی

برای پراکنده سازی ذرات در حالت خشک (بدون حضور محیط مایع) می توان از گاز فشرده استفاده کرد. در این صورت لازم است که گاز مورد نظر عاری از چربی، رطوبت و همچنین ذرات ناخالصی باشد. برای دستیابی به چنین شرایطی به یک خشک کن به همراه فیلتر نیاز است. در مواردی که از اسپری استفاده می شود باید دقت شود که تبخیر مایع موجب ایجاد خطا در اندازه گیری ذرات نشود. هر گونه سامانه ایجاد خلاء باید از منطقه اندازه گیری دور باشد تا خروجی هوای گرم، باعث ایجاد خطا در منطقه اندازه گیری نشود.

۳-۶ آماده سازی نمونه

۱-۳-۶ بازرسی نمونه

بازرسی نمونه به صورت چشمی و یا با استفاده از میکروسکوپ انجام می شود. این بازرسی شامل: بررسی محدوده اندازه و شکل ذرات و بررسی اینکه ذرات نمونه به خوبی توزیع شده اند، می شود.

۲-۳-۶ تهیه نمونه

حجم معینی از نمونه را با استفاده از روش مناسب تفکیک ذرات (مانند فیلر چرخان^۲) مطابق استاندارد ISO 14488 آماده سازی نمایید.

نمونه هایی که مقادیر بسیار کمی دارند را باید از خمیر همگنی از ذرات که درون مایع توزیع شده باشند به دست آورد. این خمیرها با چکاندن پراکنده ساز به صورت قطره قطره و پخش نمودن همزمان آن در نمونه به

1- Dispersant

2- Rotating riffler

دست می‌آیند. این کار باید تا حدی که خمیر شبیه به عسل و یا خمیر دندان شود، انجام گیرد و اگر خمیر رقیق‌تری به دست آمد، باید آماده‌سازی آنرا مجدداً انجام داد.

اگر بیشترین اندازه از حد اندازه‌گیری بیشتر شد، باید ذرات درشت را با استفاده از الک اولیه از نمونه جدا کرده و میزان و درصد آنرا نیز گزارش نمود.

به دلیل اینکه نمونه‌سازی و رقیق‌سازی، بدون تغییر در توزیع اندازه ذرات، بسیار دشوار است، اسپری‌ها، هواسل‌ها و حباب‌های گازی موجود در مایع، در صورتی که غلظت کافی داشته باشند، به‌طور مستقیم اندازه‌گیری می‌شوند. اگر قطرات درون هوای ساکن اسپری شده باشند، قطرات کوچک‌تر، سریعتر از قطرات بزرگ‌تر سرعت خود را از دست می‌دهند و این موضوع موجب ایجاد خطا در پتانسیل سرعت می‌شود. لذا ترجیح داده می‌شود از اسپری در جریان هوای متحرک متناسب استفاده نمود.

همچنین باید ملاحظاتی برای جلوگیری از تبخیر قطرات در نظر گرفته شود چراکه موجب ایجاد خطای زیاد به‌خصوص در مورد ذرات (کوچکتر) از محدوده میکرومتر می‌شود. تبخیر سریع این نمونه‌ها موجب کاهش اندازه قطرات و یا گاهی تبخیر کامل آنها می‌شود. همچنین تغییرات در ضریب شکست محیط اطراف قطرات (در اثر تحولات ذره و کاهش دمایی در حین تبخیر) می‌تواند موجب خطا در توزیع اندازه شود.

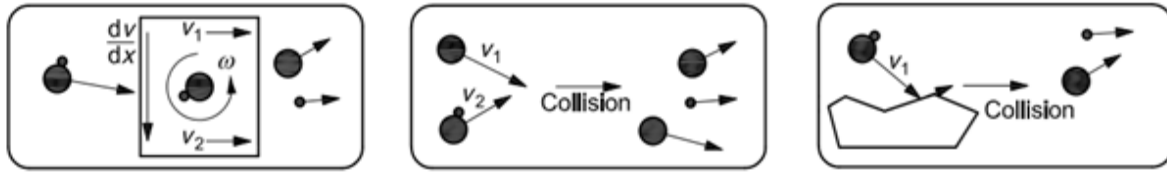
۳-۳-۶ پراکنده‌سازی

پودرهای خشک را می‌توان در مایع و یا هوا پراکنده نمود. البته روش پخش باید از قبل مشخص بوده و متناسب با هدف اندازه‌گیری باشد. به‌طور مثال باید در نظر داشت که آیا قرار است انبوهه شدن ذرات تشخیص داده شود و یا اینکه نمونه به ذرات اولیه تقسیم و پراکنده شود.

شرایط انتقال ذرات در منطقه اندازه‌گیری باید در نظر گرفته شود. شار ماده باید به حدی باشد که اطمینان حاصل شود ذرات با اندازه‌های گوناگون از منطقه اندازه‌گیری با سرعت مشابهی عبور می‌نمایند و از خطای سرعت جلوگیری شود. ذراتی که نسبت منظر بالایی دارند تمایل زیادی به جهت‌گیری ترجیحی در شرایط شاری موجود در سلول از خود نشان می‌دهند، به‌گونه‌ای که حتی در جریان متلاطم جهت‌گیری آنها کاملاً از بین نمی‌رود.

۱-۳-۳-۶ پراکنده‌سازی در محیط گاز

برای پخش در گاز باید از پراکنده‌ساز خشک مناسب استفاده نمود. در مورد ذرات درشتی که آزادانه حرکت می‌کنند، سقوط آزاد ناشی از جاذبه ثقل معمولاً کافی است. برای پراکنده ساختن ذرات کلوخه شده، از گاز فشرده شده و یا خلاء با استفاده از تنش برشی و از هم باز شدن کلوخه‌ها به‌صورت مکانیکی در اثر برخورد ذره-ذره و ذره-دیواره مطابق شکل ۷ استفاده می‌شود.



الف- برخورد ذره با دیواره ب- برخورد ذره- ذره ج- ایجاد گرادیان سرعت در اثر تنش برشی

شکل ۷- مراحل پراکنده ساختن ذرات بوسیله تنش برشی و از هم باز شدن مکانیکی

برای اندازه‌گیری باید کسر کاملی (شامل ذرات با اندازه گوناگون و کسر حجمی مشخص) از ماده برداشته شود. تمامی ذرات به صورت ایده‌ال باید دارای سرعت مشابهی در محدوده اندازه‌گیری باشند. نمونه باید عاری از ناخالصی باشد. همچنین باید میزان پراکنندگی را با روش‌هایی مانند مقایسه مستقیم پراکنندگی خشک با پراکنندگی در مایع و تغییر در انرژی پراکنده‌سازی (برای مثال فشار هوا) کنترل نمود. معمولاً با افزایش این انرژی، میزان ذرات کوچک به دلیل بهبود پراکنندگی افزایش یافته و سپس در آن توزیع اندازه ثابت می‌ماند. در انرژی‌های بالاتر، ممکن است میزان ذرات کوچک به دلیل خرد شدن^۱ ذرات کاهش یابد. اگر چنین وضعیت ثابتی (پلاتو)^۲ در منحنی ظاهر شد، مرکز آن انرژی بهینه پراکنندگی را نشان می‌دهد. یادآوری- پلاتو معمولاً و به‌طور مثال در مورد ذرات انبوهه و یا ترد حاصل نمی‌شود.

۶-۳-۳-۲ پراکنده‌سازی در محیط مایع

برای آماده‌سازی پراکنده‌های مایع، باید از استاندارد ISO 14488 استفاده کرد. به‌طور کلی برای پراکنده-سازی مایع می‌توان از سه روش خمیرسازی^۳، هم زدن^۴ و اعمال فراصوت^۵ استفاده کرد. یک بررسی چشمی/ میکروسکوپی اولیه را می‌توان بر روی محلول پراکنده‌شده انجام داد. همچنین می‌توان با اعمال جریان فراصوت در مراحل میانی، یک اندازه‌گیری با دستگاه پراکنندگی لیزر نیز انجام داد. اگر مواد به خوبی پراکنده-شده باشند و ترد و یا محلول نباشند، توزیع اندازه‌گیری شده نباید تغییر محسوسی پیدا کند.

با توجه به استاندارد ISO 14488 کمترین حجم موردنیاز برای ماده با افزایش عرض توزیع اندازه ذره افزایش می‌یابد تا ذرات درشت بیشتری را در بر گیرد. به تبع این موضوع، حجم سیال پراکنده‌ساز نیز برای ایجاد غلظت واحد مناسبی افزایش می‌یابد. توضیحات تکمیلی در مورد نحوه آماده‌سازی در پیوست ب ذکر شده است.

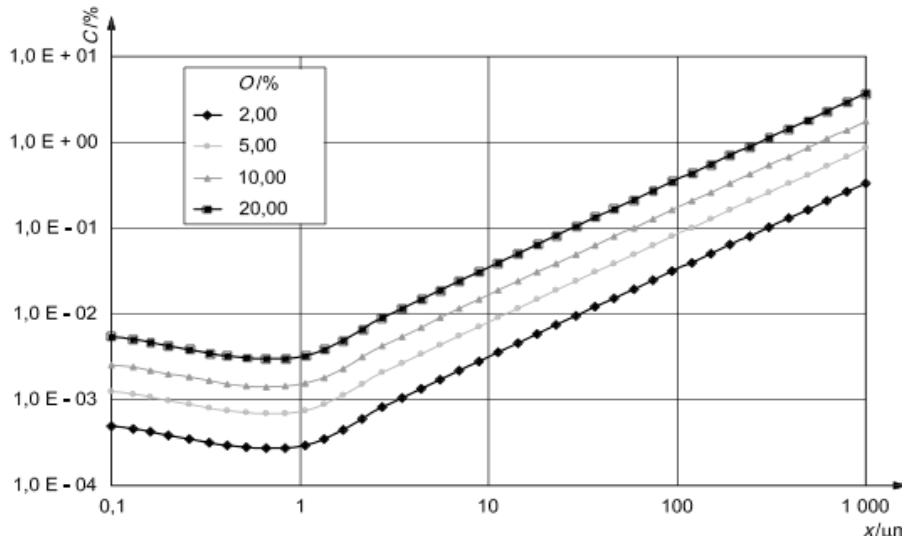
-
- 1- Comminution
 - 2- Plateau
 - 3- Pasting
 - 4- Stirring
 - 5- Sonication

۴-۳-۶ غلظت

در غلظت‌های کم، شدت پراکندگی با افزایش تعداد ذراتی که اندازه مشخص دارند، به خطی افزایش می‌یابد. ولی در برخی مواقع، پرتوی پراکنده شده توسط ذرات همسایه نیز مجدداً پراکنده می‌شود. این پراکندگی چندگانه موجب ایجاد خطا در اندازه‌گیری توزیع اندازه ذره می‌شود. لذا غلظت ذرات در منطقه اندازه‌گیری باید در محدوده‌ای باشد که اولاً از عدم تاثیر پراکندگی چندگانه بر نتایج اندازه ذرات اطمینان داشت و از طرف دیگر، سیگنال کافی (به عبارت دیگر، نسبت سیگنال به نوفه^۱ متناسب با دقت حالت آرایشی اپتیکی موردنظر در اندازه‌گیری) را حاصل کند. لذا همواره یک حد مجاز برای غلظت در اندازه‌گیری ذرات (متناسب با محدوده اندازه ذره) وجود دارد.

به‌طور کلی اثر پراکندگی چندگانه، افزایش زاویه پراکندگی و پیرو آن جابجایی توزیع اندازه ذرات به سمت مقادیر کوچکتر است. برای غلظت ذرات نمی‌توان محدوده دقیق‌تری مشخص نمود. زیرا تابعی از اندازه، عرض توزیع اندازه ذره، پهنای پرتوی لیزر و طول پیمایش ذرات پراکنده شده در ناحیه اندازه‌گیری است. فقط به‌عنوان یک معیار می‌توان گفت برای اندازه‌گیری در سلولی با طول پیمایش ۲ میلی‌متر، غلظت حجمی برای آنالیز ذرات با اندازه ۱ میکرومتر حدود ۰/۰۰۲ درصد و برای ذرات ۱۰۰ میکرومتری ۰/۲ درصد است. برای جزئیات بیشتر می‌توان به دستورالعمل هر دستگاه مراجعه نمود.

در دستگاه‌های پراکندگی لیزر، معمولاً از آشکارسازهای تاریکی^۲ و یا عبوری برای ثبت پراکندگی صفر درجه استفاده می‌شود. از خروجی تاریکی و یا عبور می‌توان برای تعیین غلظت مورد نیاز مناسب (جهت عدم وقوع تاریکی) استفاده کرد. شکل ۸ ارتباط غلظت، اندازه ذرات و تاریکی را ارائه می‌نماید.



راهنما:

C: غلظت ذرات

1- Noise
2- Obscure detector

O: تاریکی

X: اندازه ذره

ضریب شکست محیط، $n = 1/33$ ، طول موج، $\lambda = 633 \text{ nm}$ ، طول پیمایش تحت تابش، $I_b = \text{mm}$
ضریب شکست (مختلط) ذره: $n_p = 1/59 - 0/1i$

شکل ۸ - نمودار غلظت - اندازه برای مقادیر تاریکی گوناگون

غلظت نشان داده شده در نمودار شکل ۸ از معادله بیر-لامبرت^۱ محاسبه شده است.

(فرمول ۱۶)

$$C = - \frac{2 \ln(1 - O)}{3 I_b \sum A_i \left(\frac{\Delta Q_{3,i}}{x_i} \right)}$$

که در آن:

A_i ، I_b ، O ، x_i و $\Delta Q_{3,i}$ به ترتیب بازده میرایی^۲ کلاس اندازه i ، طول پیمایش تحت تابش حاوی ذرات، تاریکی، متوسط قطر هندسی ذره و کسر حجمی کلاس i هستند.

به‌طور کلی در غلظت‌های بالا، کسر حجمی ذرات کوچک در توزیع اندازه بیشتر می‌شود. اگر ذرات بزرگتر از ۱۰۰ میکرومتر باشند، تاریکی در بالاتر از ۳۰٪ نیز نمی‌تواند باعث ایجاد پراکندگی چندگانه شود. برای اطمینان از حدود تاریکی مناسب، باید اندازه‌گیری را در غلظت‌های دلخواه انجام داده و جابجایی‌های به‌دست آمده در توزیع اندازه را پایش نمود. در پیوست ج چند روش برای کمینه کردن اثر پراکندگی چندگانه توضیح داده شده است.

۶-۳-۴-۱ الزامات سطح کمینه و بیشینه برای غلظت

غلظت نمونه باید بالای یک سطح کمینه^۳ باشد و نباید از یک سطح بیشینه^۴ بیشتر شود. سطح کمینه توسط دو الزام زیر مشخص می‌شود:

الف - شدت نرخ شمارش نور پراکنده‌شده^۵ از نمونه (مایع + ذرات) باید حداقل ۱۰ مرتبه بزرگتر از شدت نرخ شمارش نور پراکنده‌شده از مایع باشد.

ب - تعداد ذرات در حجم پراکندگی (N_v) باید حداقل حدود ۱۰۰۰ باشد (هر تعدادی در محدوده ۱۰۰۰-۵۰۰ قابل قبول است).

1- Beer-Lambert equation
2- Extinction efficiency
3- Minimum level
4- Maximum level
5- Count rate

یادآوری- تعداد ذرات در حجم پراکندگی را می‌توان از قطر متوسط X_{DLS} ، کسر حجم ذرات ϕ و مقدار حجمی (V) به وسیله معادله $N_v = 6\phi V / \pi X_{DLS}^3$ تخمین زد.

مقدار معمول اندازه v ، ۶ سانتی‌متر مکعب تا ۱۰ سانتی‌متر مکعب است (مقدار آن با استفاده از مشخصات داده‌شده از طرف سازنده دستگاه تعیین می‌شود). معادله بالا فقط مربوط به نمونه‌های یکنواخت است، برای نمونه‌های غیریکنواخت ممکن است تعداد ذرات در حجم پراکندگی بیشتر از چیزی باشد که معادله بالا پیش‌بینی می‌کند.

تعیین سطح بیشینه برای غلظت ذرات براین اساس است که پراکندگی باید تنها از یک ذره اتفاق بیفتد و پراکندگی چندگانه ایجاد نشود. اگر بخواهیم سهم قابل توجهی از پراکندگی چندگانه وجود نداشته باشد، باید نکات زیر رعایت شود:

۱- در بازرسی چشمی، نمونه کدر نباشد (شفاف باشد). این نکته باید قبل از اینکه نمونه در داخل دستگاه قرار داده شود مورد بررسی قرار می‌گیرد.

۲- کمترین عرض از مبدا تابع $G2(\tau)$ باید 0.18 باشد (برای تعیین آن به مشخصات دستگاه مراجعه شود).

۷ اندازه‌گیری

۱-۷ اصول کلی

برای اندازه‌گیری توزیع اندازه ذرات، مراحل زیر در استاندارد ISO 13320 توصیه شده است.

۲-۷ آماده‌سازی دستگاه و اندازه‌گیری اولیه

بعد از انتخاب محدوده اندازه ذرات موردنظر برای اندازه‌گیری و همچنین انطباق محوری نوری دستگاه، یک اندازه‌گیری اولیه در محیطی که قصد دارید در آن اندازه‌گیری انجام شود، انجام دهید تا عملکرد صحیح دستگاه بررسی شود و سیگنال زمینه ایجادشده را بعد از اندازه‌گیری نمونه، بتوان از سیگنال زمینه اندازه‌گیری شده برای ذرات کسر نمود.

۱-۲-۷ آماده‌سازی نمونه

آماده‌سازی باید با توجه به توضیحات ارائه شده در بند ۶ انجام شود. همچنین دقت شود که نمونه، معرف تمام ماده باشد. میزان نمونه نیز باید با توجه به حداقل دقت مورد نظر برای اندازه‌گیری باشد. شرایط پراکنده‌سازی نیز باید به‌صورتی باشد که باز شدن کلوخه کاملی را ایجاد نماید و غلظت آن به حدی باشد که پراکندگی منفرد^۲ رخ دهد.

1- Intercept
2- Single scattering

۲-۲-۷ جمع‌آوری اطلاعات از الگوی پراکندگی

برای جمع‌آوری اطلاعات باید زمان کافی داد تا اطلاعات آماری مربوط به نمونه نمایش داده شود. سپس باید اثر مدت زمان اندازه‌گیری سپری شده^۱ بر اندازه‌گیری را بررسی نمود. برای هر بخش از آشکارساز، یک سیگنال متوسط (گاهی با انحراف معیار استاندارد) محاسبه می‌شود. سیگنال‌های خالص^۲ را نیز می‌توان از کم کردن سیگنال‌های زمینه به دست آورد. بزرگی سیگنال اجزای آشکارساز بستگی به محیط، شدت نور و همچنین بازده کوانتوم دارد. اندازه و موقعیت اجزای آشکارساز و همچنین فاصله کانونی عدسی‌ها، ناحیه زوایای پراکندگی برای هر جزء را تعیین می‌کند. عموماً تمام این مولفه‌ها در شرکت سازنده مشخص و در رایانه ذخیره شده‌اند.

بیشتر دستگاه‌ها توان پرتوی لیزر مرکزی را اندازه‌گیری می‌کنند. میزان تفاوت اندازه‌گیری میان نمونه پراکنده شده و اندازه‌گیری اولیه بعنوان مقادیر تاریکی و عبوری ارائه می‌شود که معیاری برای میزان کل نور پراکنده شده و غلظت ماده است.

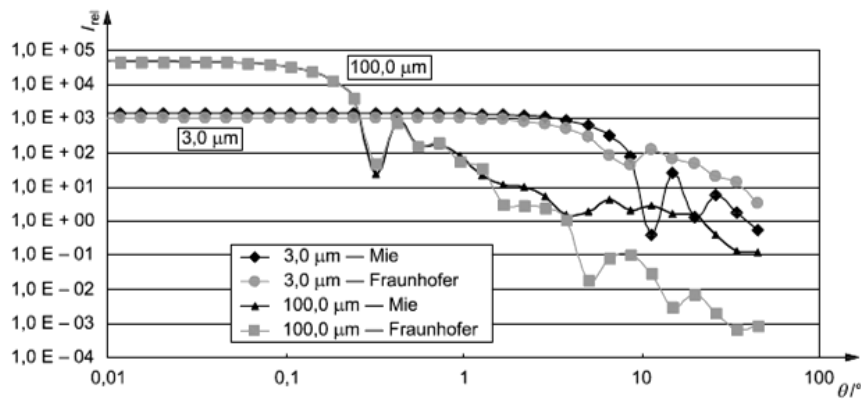
۳-۲-۷ انتخاب مدل صحیح

معمولاً از تئوری مای و یا تقریب فرانیهوفر^۳ برای محاسبه آرایه‌های پراکندگی استفاده می‌شود. این آرایه‌ها سیگنال در واحد حجم ذره را (در کلاس اندازه مورد نظر) به ازای هر عنصر آشکارساز نشان می‌دهند. انتخاب مدل بستگی به محدوده اندازه ذرات، خواص نوری و همچنین کاربرد آنها دارد.

در مدل مای، ضرایب شکست محیط و ذره و یا نسبت آنها باید به دستگاه داده شود تا محاسبات آرایه‌های مدل انجام پذیرد. پیوسته ضرایب شکست را برای مایعات و جامدات گوناگون نشان داده است.

درک تاثیر ضریب شکست بر پراکندگی نور از ذرات برای انتخاب صحیح یکی از مدل‌های مای یا فرانیهوفر بسیار تاثیرگذار است. انتخاب نادرست مدل و یا ضرایب شکست، خطای زیادی در اندازه‌گیری توزیع اندازه ذرات ایجاد می‌نماید. لذا برای قابل ردیابی بودن نتایج، باید ضرایب شکست اعمالی و مدل انتخابی برای محاسبات در گزارش آورده شود. شکل ۸ نشانگر تاثیر نوع مدل انتخابی بر روی نتایج توزیع اندازه ذرات شفاف ۳ میکرومتر و ۱۰۰ میکرومتر است.

1- Elapsed measurement duration
2- Net signals
3- Fraunhofer



راهنما:

زاویه پراکندگی: θ ,

شدت نسبی: I_{rel} ,

ضریب شکست محیط (آب): $n_{H_2O} = ۱.۳۳$

طول موج: ۶۳۳ nm ,

ضریب شکست ذره (مختلط): $n_p = ۱.۵۹ - ۰.۰۱i$

شکل ۹ - تاثیر نوع مدل انتخابی بر روی نتایج توزیع اندازه ذرات شفاف ۳ میکرومتری و ۱۰۰ میکرومتری

انتخاب صحیح مدل را می توان با در نظر گرفتن اندازه ذره، ضریب شکست واقعی و جذب (بخش موهومی ضریب جذب) انجام داد. در صورتی که بیشتر ذرات، نمونه بزرگتر از ۵۰ میکرومتر باشند، مدل مای و فرانهورف نتایج مشابهی را ارائه می دهند. اما برای ذراتی در محدوده ۲ میکرومتر تا ۵۰ میکرومتر، نزدیکی نتایج حاصل از این دو مدل بستگی به اندیس مختلط جذب دارد. برای مواد کدر، تطبیق زیاد و برای ذرات شفاف نیز تطبیق بسیار کمی در نتایج حاصل از اعمال دو مدل وجود خواهد داشت. برای ذرات کوچکتر که شامل نانومواد نیز می شود، تئوری مای کاربردی تر است.

۷-۲-۴ تبدیل الگوی پراکندگی به توزیع اندازه ذره

الگوریتم های ریاضی فراوانی برای این منظور طراحی شده اند. برای مطالعه ی بیشتر این الگوریتم ها به منابع ذکر شده در استاندارد ISO 13320 مراجعه شود.

۷-۳ روش اندازه گیری

قبل از شروع و در هر بار اندازه گیری، با در نظر گرفتن دستورالعمل دستگاهی، موارد زیر انجام شود:

الف- قبل از روشن نمودن دستگاه اطمینان حاصل نمایید که اتصال الکتریکی اجزای دستگاه و تجهیزات مربوط از قبیل حمام فراصوت، پراکنده ساز خشک و راه گاه های خلاء برقرار باشد تا مانع ایجاد جرقه و اشتعال حلال های آلی و یا انفجار ناشی از تخلیه الکتروستاتیک جلوگیری شود.

ب- پس از روشن نمودن دستگاه، زمان کافی داده شود تا شرایط پایدار شود. لیزرهای گازی مانند هلیم-نئون به زمان کافی (معمولاً بیش از ۳۰ دقیقه) برای گرم شدن نیاز دارند.

پ- دستگاه مورد بازرسی قرار گرفته و در صورت لزوم محدوده اندازه‌گیری و همچنین عدسی‌ها تنظیم شوند. در دستگاه‌هایی که به‌طور دستی انطباق محوری آنها انجام شده است، با مشاهده سیگنال عناصر آشکارساز اطمینان حاصل نمایید که آشکارساز به درستی در صفحه کانونی عدسی قرار دارد. سیگنال زمینه بدون ذرات باید پایین‌تر از حد آستانه مشخص تعریف‌شده برای دستگاه و پراکنده‌ساز باشد. در غیر این صورت اجزای نوری دستگاه را تمییز نمایید.

ت- اطمینان حاصل نمایید که ذرات فقط به‌گونه‌ای در فاصله کاری مشخص از عدسی در معرض پرتوی لیزر قرار گرفته‌اند که تمام تابش پراکندگی‌های مربوط به ذرات از منفذ دریچه شفاف عدسی عبور کرده و بر روی آشکارساز متمرکز می‌شود.

ث- عملکرد دستگاه از نظر دقت و صحت اندازه‌گیری در فواصل زمانی مشخص را با استفاده از اندازه‌گیری یک ماده مرجع با اندازه مشخص و ثبت نتایج آن ارزیابی کنید.

ج- محیط پراکنده‌ساز را بررسی نموده و نمونه‌ای از آن برای ثبت نرخ متوسط شمارش پراکنده‌شده^۱ استفاده شود.

چ- سپس نمونه کامل (شامل پراکنده‌ساز و پودر) را درون دستگاه قرار داده و زمان دهید تا نمونه به تعادل دمایی با نگهدارنده نمونه برسد. صحت ثبت دما باید $0/3$ درجه سلسیوس باشد.

یادآوری- یک مایع برای رسیدن به تعادل دمایی و تغییر 3 درجه سلسیوس، 10 دقیقه زمان نیاز دارد. اگر دمای نمونه به تعادل نرسد، خطای محاسبه اندازه ذرات به ازای هر درجه سلسیوس، 2% خواهد بود. راه دیگری برای ایجاد تعادل دمایی این است که دمای محیط اندازه‌گیری شود و سپس دمای نگهدارنده نمونه نیز با دقت $0/3$ درجه سلسیوس مطابق با آن تنظیم شود. پس نمونه در این حالت در دمای محیط به تعادل دمایی رسیده و سپس بلافاصله بعد از قرارگیری داخل دستگاه، دمای آن متعادل شده و اندازه‌گیری شود.

ح- مشخصات نمونه، طول موج لیزر، زاویه پراکندگی، دما، ضریب شکست و گرانیوی مایع پراکنده‌ساز ثبت شود.

خ- یک اندازه‌گیری اولیه برای بررسی اینکه غلظت کم (کمتر از 1000 ذره در حجم پراکندگی) و یا زیاد نباشد انجام شود (به زیر بند ۶-۳-۴-۱ مراجعه شود). بررسی کنید که شدت پراکندگی بین 5 kcounts/s تا 1000 kcounts/s باشد. در غیر این صورت اندازه‌گیری را با غلظت یا توان دیگری انجام دهید.

د- برای هر نمونه، حداقل 6 مرتبه اندازه‌گیری انجام دهید که هر کدام حداقل 60 ثانیه طول میکشد. برای شدت 2 kcounts/s، حداقل 120000 شمارش^۱ وجود خواهد داشت.

1- Average count rate scattered

ذ- قطر متوسط ذرات (x) و ضریب بس پراکندگی (pdi) را از برای هر یک از اندازه‌گیری‌ها با استفاده از روابط زیر محاسبه نمایید.

(فرمول ۱۷)

$$\langle x \rangle = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N x_i$$

(فرمول ۱۸)

$$S_{N-1} = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (x_i - \langle x \rangle)^2}$$

ر- در حالت اندازه‌گیری به روش تر، دقت شود که در بستر مایع پراکنده‌ساز حباب وجود نداشته باشد. حباب‌ها غالباً در سطح مایع ظاهر شده و به صورت نوسانات تصادفی سیگنال در آشکارسازهای کم زاویه و یا نوسانات شدید خروجی تاریک قابل تشخیص هستند. لذا ترجیحاً از عوامل کف‌ساز^۲ اجتناب شود.

ز- در حالت اندازه‌گیری به روش خشک، دقت شود که واحد دُزنسجی^۳ پراکنده‌ساز، دبی جرمی یکنواختی را ایجاد می‌کند.

ژ- برای هواسل^۴ها و اسپری‌ها، اطمینان یابید که هیچ نور محیطی به‌طور مستقیم و یا بعد از پراکندگی به آشکارساز نمی‌رسد. مطمئن شوید که دبی قطرات/ ذرات یکنواخت است.

س- در صورت امکان تاثیر مدل نوری را بر روی توزیع اندازه ذرات بررسی نمایید.

۸ کالیبراسیون تکمیلی

اندازه‌گیری به روش DLS نیازی به کالیبراسیون ندارد ولی برای بررسی صحت عملکرد دستگاه، باید مواد مرجعی با اندازه مشخص را در فواصل زمانی گوناگون اندازه‌گیری کرد.

به این منظور بر اساس استاندارد ISO 13321، استفاده از مایعات پراکنده‌ساز حاوی ذرات پلی استایرن لاتکس با توزیع اندازه تقریباً یکنواخت و اندازه متوسط در حدود ۱۰۰ نانومتر به عنوان مواد مرجع جهت کالیبراسیون و بررسی عملکرد دستگاهی توصیه می‌شود. در این موارد، مقادیر اندازه‌گیری شده نباید با مقدار واقعی اندازه ذره بیش از ۲٪ اختلاف داشته باشند. همچنین تکرارپذیری که عبارت است از $\frac{100 S_{N-1}}{\langle x \rangle}$ نیز باید بهتر از ۲٪ بوده و ضریب شکست نیز باید کوچکتر از ۰/۱ باشد.

1- Counts
2- Foaming agents
3- Dosing unit
4- Aerosol

یادآوری- تکرارپذیری معیاری کمی برای بیان امکان تکرار مجدد نتایج اندازه‌گیری است که با معادله آماری $\frac{100 S_{N-1}}{\langle x \rangle}$ بیان می‌شود. در این رابطه، $\langle x \rangle$ و S_{N-1} به ترتیب متوسط و کمیت آماری و دارای مقادیر اندازه‌گیری شده‌ای است که با استفاده از روابط ۱۷ و ۱۸ قابل محاسبه هستند.

یادآوری- پلی استایرن مرجع با اندازه متوسط ۱۰۰/۷ نانومتر را نیز می‌توان جهت کالیبراسیون استفاده نمود. روش آماده‌سازی و اندازه‌گیری این ماده مرجع در پیوست ب ذکر شده است.

۹ الزامات آزمون DLS جهت اندازه‌گیری توزیع اندازه نانومواد

براساس آنچه در استاندارد ASTM E2490 ذکر شده است، اندازه‌گیری مواد در نانومقیاس (کمتر از ۱۰۰ نانومتر) و غلظت‌های بسیار کم الزامات و ویژگی‌های خاصی دارد که باید آن را مورد توجه قرار داد. مهمترین این موارد به اختصار در ذیل آورده شده است:

الف- غلظت پراکنده‌ساز و خطای حاصل از آن بسیار اهمیت دارد. به‌گونه‌ای که غلظت ذرات لاتکس که در محلول نمک طعام رقیق (10^{-3} مولار)، ۶۰ نانومتر اندازه‌گیری شده‌اند، در غلظت (10^{-6} مولار)، ۷۰ نانومتر اندازه‌گیری و محاسبه شده است. به همین دلیل از پراکنده‌سازهای رقیقی موسوم به «مایع مادر»^۱ استفاده می‌شود.

ب- بسیاری از مواد به‌ویژه مواد زیستی که در محلول‌های بافر اندازه‌گیری می‌شوند، پایدار نیستند. ناپایداری در این موارد ممکن است موجب کلوخه شدن و ته‌نشینی ذرات شود. برای حل این مشکل و پراکنده‌سازی ذرات در مایع، از فرآیند سانتریفوژ کردن استفاده می‌شوند.

برای بررسی اولیه عملکرد دستگاه باید از مواد مرجعی با pdi کمتر از ۰/۱ (توزیع بسیار یکنواخت) استفاده نمود.

پ- تفاوت ضرایب شکست ذرات و پراکنده‌ساز باید زیاد باشد.

ت- میزان پراکندگی ذرات شدیداً به اندازه وابسته است. وقتی که اندازه ذره، بسیار کوچک و در ناحیه رایل^۲ ($d \geq \lambda/6$) باشد، شدت پراکندگی ذرات با مجذور حجم ($I \propto r^6 \propto V^2$) متناسب است. لذا اگر لیزر مورد استفاده در دستگاه از نوع هلیم-نئون باشد، این مقدار ۶۰ نانومتر خواهد شد، یعنی ذرات ۶ نانومتری، 10^6 برابر بیشتر از ذرات ۶ نانومتری پراکندگی ایجاد می‌نمایند. این موضوع بدان معنا است که در اندازه‌گیری توزیع اندازه ذرات نانومواد نمی‌توان از آشکارسازهای معمولی استفاده کرد و برای ثبت نتایج حتماً باید از ارتباط‌دهنده استفاده نمود.

1- Mother liquor
2- Releigh region

ث- در ناحیه رایل، شدت پراکندگی پرتو با طول موج لیزر مورد استفاده رابطه‌ای معکوس دارد ($I \propto \lambda^{-4}$). لذا نصف کردن طول موج، شدت پراکندگی را ۱۶ برابر می‌نماید. اما استفاده از طول موج کم، موجب همپوشانی با لبه جذب و به دنبال آن حذف برخی از سیگنال‌ها می‌شود.

ج- برای ذرات غیرکروی، چرخش ذرات موجب تغییر در شرایط پراکندگی می‌شود و شدت، بستگی شدیدی به جهت‌گیری ذرات دارد. لذا در این محدوده تئوری مای دقت چندانی ندارد. در این محدوده معادله $R_h = \frac{kT}{6\pi\eta D}$ صادق است. البته در این رابطه، چگالی ذرات لحاظ نشده است. همچنین مقدار به‌دست آمده نشانگر قطر هیدرودینامیک ذرات است و لذا، برای ذرات دارای ریخت‌شناسی غیرکروی، چندان مناسب نیست. در این حالت گرانشی سوسپانسیون نیز نسبت به سوسپانسیون رقیق و یا عاری از ذره متفاوت خواهد بود. ضریب نفوذ نیز دو نوع است: انتقالی و چرخشی که در واقع برای ذرات کروی، از ضریب نفوذ چرخشی صرف نظر می‌شود و ضریب نفوذ انتقالی ($D = \frac{kT}{6\pi\eta R_h}$) مبنای این رابطه قرار می‌گیرد. این در حالی است که برای ذرات غیر کروی، ضریب نفوذ، ترکیبی از ضرایب نفوذ انتقالی و چرخشی ($D = \frac{kT}{8\pi\eta R_h^3}$) خواهد بود.

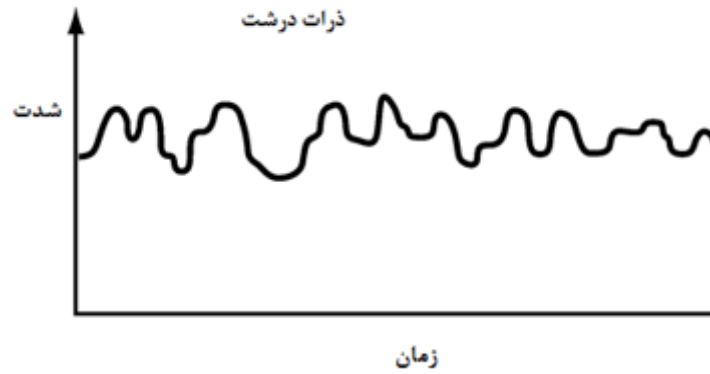
چ- در اندازه‌گیری ذرات فرض بر این است که حرکت آنها تصادفی باشد، حرکت غیر تصادفی ناشی از شرایط سامانه موجب خطای شدید اندازه‌گیری می‌شود. لذا باید همواره دما و پایداری ذرات در سوسپانسیون بررسی شوند و در صورت ته‌نشین شدن و رسوب سوسپانسیون، استفاده از این روش برای اندازه‌گیری ذرات توصیه نمی‌شود. جدول ۱ زمان پایداری ذرات را در سوسپانسیون، بر اساس اندازه و چگالی آنها نشان می‌دهد. لذا برای نانوذرات می‌توان گفت که همواره در آب به صورت معلق در بستر مایع باقی خواهند ماند.

جدول ۱- زمان لازم برای ته نشینی ۱ cm از ذرات درون آب

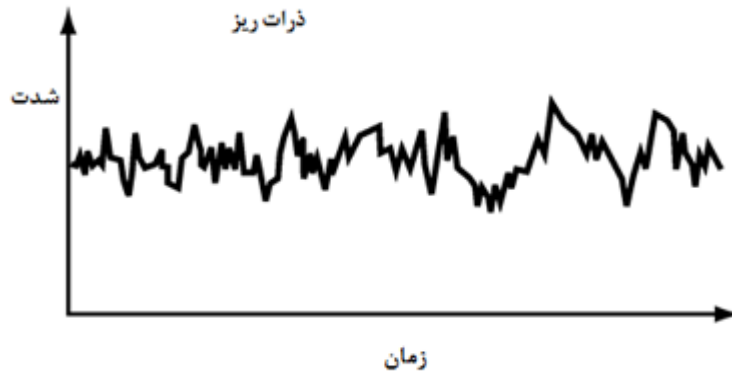
اندازه (μm)	اندازه (nm)	چگالی (kg/m)	چگالی آب (kg/m)	گرانروی در دمای محیط (Poise)	دقیقه	ساعت	روز
0.01	10	2500	1000	0.008905	1815494.39	30258	1261
0.1	100	2500	1000	0.008905	18154.94	302.58	12.61
1	1000	2500	1000	0.008905	181.55	3.03	0.126
10	10000	2500	1000	0.008905	1.82	0.03	0.001
100	100000	2500	1000	0.008905	0.02	0.00	0.000
0.01	10	3500	1000	0.008905	1089296.64	18154.94	756
0.1	100	3500	1000	0.008905	10892.97	181.55	7.56
1	1000	3500	1000	0.008905	108.93	1.82	0.076
10	10000	3500	1000	0.008905	1.09	0.02	0.001
100	100000	3500	1000	0.008905	0.01	0.00	0.000
0.01	10	4200	1000	0.008905	851013.00	14183.55	591
0.1	100	4200	1000	0.008905	8510.13	141.84	5.91
1	1000	4200	1000	0.008905	85.10	1.42	0.059
10	10000	4200	1000	0.008905	0.85	0.01	0.001
100	100000	4200	1000	0.008905	0.01	0.00	0.000
0.01	10	5500	1000	0.008905	605164.80	10086.08	420
0.1	100	5500	1000	0.008905	6051.65	100.86	4.20
1	1000	5500	1000	0.008905	60.52	1.01	0.042
10	10000	5500	1000	0.008905	0.61	0.01	0.000
100	100000	5500	1000	0.008905	0.01	0.00	0.000

ح- در الگوی شدت پراکندگی ذرات، افت و خیزهایی^۱ مشاهده می شود (شکل ۱۰- الف) که به دلیل حرکت و نفوذ ذرات درون پراکنده ساز است. هرچه اندازه ذرات کوچکتر باشد، سرعت نفوذ آنها بالاتر خواهد بود و لذا بیشتر دچار افت و خیز می شوند (شکل ۱۰- ب). در زمان δt (در حد میلی ثانیه و یا نانو ثانیه)، سیگنال دائمی با سیگنال در زمان صفر برابر است و سپس به دلیل میرایی نور و افزایش سیگنال های جذب شده، مطابق با شکل ۱۰ به صورت نمایی تغییر می کند (به پیوست الف نیز مراجعه شود). این میزان میرایی و جذب در ذرات کوچک بیشتر است و نمودار $\log [G]$ بر حسب t را رسم نمود (شکل ۱۰- پ). شیب این نمودار با معکوس اندازه ذرات و عدد ثابت مرتبط با میزان نوفه موجود در سامانه، متناسب است. البته این روش فقط برای به دست آوردن مقدار متوسط شدت ارتباط دهنده و برای ذراتی با توزیع همگن، کاربرد دارد. برای نمونه- هایی که دارای توزیع ناهمگنی از اندازه ذرات هستند نیز، منحنی فوق به صورت خطی نخواهد بود (به پیوست الف نیز مراجعه شود). ضرایب معادله الف-۷، تعیین کننده اندازه متوسط شدت ارتباط دهنده و انحراف معیار در توزیع گاوسی شکل خواهند بود.

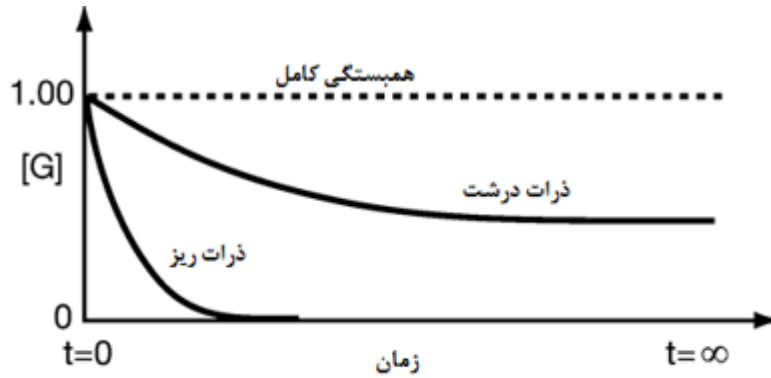
1- Fluctuation



الف- افت و خیزهای موجود در الگوی شدت پراکندگی ذرات (درشت)



ب- الگوی پراکندگی ذرات ریز جهت مقایسه



پ- نمودار $\log [G]$ بر حسب t

شکل ۱۰- نمودارهای مرتبط با همبستگی ذرات بر حسب زمان

خ- برای خطای حداکثر ۰.۱٪، به حداقل ۱۰۰۰۰ ذره برای آماده‌سازی نیاز است (خطا متناسب است با: $(1/n)^{1/5}$). همچنین انجام بیش از حد فرآیند فراصوت (بجز در مواد حساس دارای نسبت منظر بالا و مواد زیست‌شناختی)، تمیزی فیلتراسیون تا ۲۰ نانومتر، غلظت مناسب (در محدوده‌ای که سیگنال کافی بدهد

و موجب پراکندگی چندگانه نیز نشود)، پایداری دمایی (با دقت $\pm 0.1^\circ\text{C}$) از مهمترین شرایط اندازه‌گیری نانوذرات است.

د- توصیه می‌شود به جای انجام یک اندازه‌گیری با زمان طولانی، چندین اندازه‌گیری^۱ با زمان‌های کوتاه انجام داد و سپس متوسط آنرا در نظر گرفت. در اندازه‌گیری‌های با زمان کوتاه، اثرات نوفه حاصل از غبار به خوبی قابل مشاهده است و می‌توان نتایجی را که با مقدار متوسط تفاوت زیادی دارند، از متوسط‌گیری حذف نمود. توصیه می‌شود برای موادی که ضریب شکست نسبی نزدیک به ۱ دارند، زمان اندازه‌گیری را طولانی نمود.

ذ- برای کالیبراسیون و بررسی عملکرد دستگاهی DLS در اندازه‌گیری نانومواد، می‌توان از مواد مرجع RM8011، RM8012 و RM8013 (نانوذرات طلا با ابعاد ۱۰، ۳۰ و ۶۰ نانومتر) استفاده کرد. نتایج اندازه‌گیری هر آزمایشگاه باید نزدیکی $\pm 3\sigma$ به مقدار معیار داشته باشند. برای مطالعه بیشتر به استاندارد ASTM E2490 مراجعه شود.

یادآوری- انحراف معیار اندازه‌گیری (σ) و برابر با مجذر مجموع مربع تفاضل مقادیر اندازه‌گیری شده از مقدار متوسط اندازه‌گیری است.

۱۰ گزارش آزمون

موارد مورد نیاز برای ارائه در گزارش مطابق با ارجاع به این استاندارد ملی در تطابق با استاندارد ASTM E2490 عبارتند از:

- نام کاربر دستگاه؛
- نام و محل آزمایشگاه؛
- تاریخ؛
- نوع و شماره اموال دستگاه؛
- در صورت استفاده از حمام فراصوت، مدت زمان استفاده از دستگاه و توان به کار گرفته شده؛
- روش نمونه‌سازی مورد استفاده؛
- اطلاعات کامل برای معرفی نمونه؛
- روش انجام آزمون با ارجاع به استاندارد روش آزمون؛
- مقدار گرانیوی بستر مایع پراکنده‌ساز؛
- ضریب شکست ذرات؛
- ضریب جذب ذرات؛

- _ ضریب شکست بستر مایع پراکنده‌ساز؛
 - _ دمای انجام آزمون؛
 - _ روش پراکنده کردن نمونه در مایع پراکنده‌ساز؛
 - _ نام بستر مایع پراکنده‌ساز و روش تصفیه آن؛
 - _ عوامل پراکنده‌ساز ذرات در بستر مایع و غلظت آن؛
 - _ غلظت نمونه مورد بررسی؛
 - _ متوسط قطر ذره X_{DLS} و ضریب بس پراکندگی pdi سه بار آزمون.
- یادآوری-** در صورتی که غلظت در اندازه ذرات تاثیر گذار است، اندازه دو پارامتر X_{DLS} و pdi باید در حداقل غلظت به دست آید.

پیوست الف

(آگاهی دهنده)

روش تجمعی و محاسبه دامنه تابع $G_2(\tau)$ در زمان صفر (B)

در روش تجمعی، تابع همبستگی حول مقدار متوسط نرخ میرایی بسط داده می‌شود. با در نظر گرفتن مرتبه دوم بسط، معادله $G_2(\tau) = A[1 + B g_1^2(\tau)]$ را می‌توان به صورت زیر تقریب زد:
(فرمول الف-۱)

$$G_2(\tau) = A[1 + B \exp(-2\Gamma\tau + \mu_2\tau^2)]$$

که در آن :

$$\mu_2 = (\langle \Gamma^2 \rangle - \langle \Gamma \rangle^2)$$

متوسط اندازه ذره x_{DLS} ، با توجه به متوسط نرخ میرایی $\langle \Gamma \rangle$ به وسیله روابط زیر محاسبه می‌شود:
(الف-۲)

$$\Gamma = Dq^2$$

(الف-۳)

$$x = \frac{KT}{3\pi\eta D}$$

و ضریب بس پراکندگی pdi به صورت زیر تعریف می‌شود:

(الف-۴)

$$pdi = \frac{2\mu_2}{\langle \Gamma \rangle^2}$$

معکوس خطی رابطه (الف-۱) را می‌توان به صورت زیر نوشت:

(الف-۵)

$$y(\tau) = \frac{1}{2} \ln[G_2(\tau) - A] = \frac{1}{2} \ln AB - \Gamma\tau + \frac{1}{2} \mu_2\tau^2$$

(الف-۶)

$$(j=1,2,3\dots m) \quad y(\tau_j) = a_0 - a_1\tau_j + a_2\tau_j^2$$

در این حالت ضریب بس پراکندگی pdi با توجه به ضرایب a_1 و a_2 به صورت زیر نوشته می‌شود:

(الف-۷)

$$pdi = 2 a_2/a_1^2$$

مقدار واقعی دامنه تابع $G_2(\tau)$ در زمان صفر (B) با توجه به مقادیر a_0 و A برابر است با:

(الف-۸)

$$B = [\exp(2a_0)]/A$$

که باید نسبت $B/B_{\max} \leq 0.80$ برقرار باشد.

پیوست ب

(آگاهی دهنده)

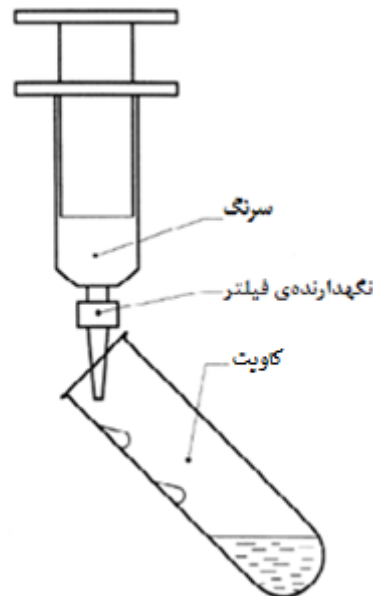
توصیه‌هایی برای آماده‌سازی نمونه

ب-۱ بر اساس استاندارد ISO 13321، آماده‌سازی نمونه شامل ۳ مرحله پالایش، تمیز نمودن سلول و آماده‌سازی مایع پراکنده‌ساز می‌شود. در این پیوست آماده‌سازی حلال / سوسپانسیون شرح داده می‌شود. یکی از منابع خطا در آزمایش DLS، وجود غبار^۱ در فرآیند است که موجب ایجاد سیگنال خطا و به دنبال آن اندازه‌گیری نامناسب اندازه ذرات نمونه است. غبار را می‌توان با فیلتر کردن و یا تقطیر حذف نمود. گاهی تقطیر را چندمرحله‌ای انجام می‌دهند. البته ممکن است برای یون‌زدایی مایع و همچنین حذف عناصر ناخالصی با غلظت بسیار جزیی، تقطیر را نیز انجام داد.

ب-۲ فیلتر کردن

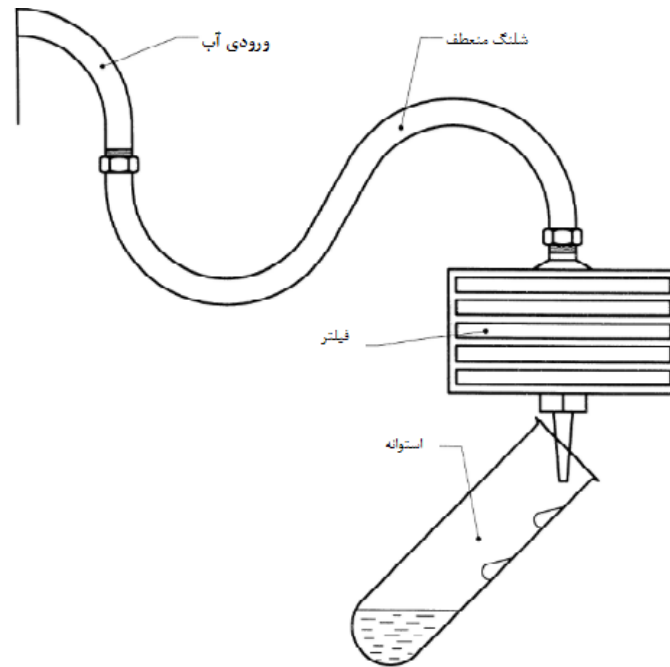
ب-۲-۱ آب

برای فیلتر کردن مقادیر جزیی، از سرنگ ۲۰ میلی گرمی با قطر ۲۵ میلی متر و اندازه سوراخ نازل ۰/۲ میکرومتر استفاده شود (شکل ب-۱). برای جلوگیری از ورود گرد و غبار و بسته شدن فیلتر توسط ذرات درشت، باید سرنگ و نازل آن را چندین بار شستشو داد.



شکل ب-۱- سرنگ ۲۰ میلی گرمی برای فیلتر کردن مقادیر جزیی از آب

برای فیلتر کردن مقادیر زیاد نیز از فیلتری ۴۷ میلیمتری و یا بزرگتر و اندازه سوراخ نازل ۰/۲ میکرومتر استفاده شود. البته قبل از آن باید با ۲۰ میلی لیتر آب شهر درون آن را شست تا ذرات احتمالی موجود بر سطح فیلتر حذف شود (شکل ب-۲).



شکل ب-۲- فیلتر کردن مقادیر زیاد، فیلتر ۴۷ میلیمتری.

ب-۲-۲ حلال‌های آلی

اگر حلال با جنس فیلتر پلاستیکی سازگار باشد، می‌توان از روش اشاره شده در بند ب-۱-۲ استفاده کرد. در غیر این صورت راهگاه را با فولاد زنگ‌نزن و جنس فیلتر را با ماده‌ای سازگار با آن حلال تعویض نمایید. جداول سازگاری مواد از طریق سازندگان فیلترها در دسترس است.

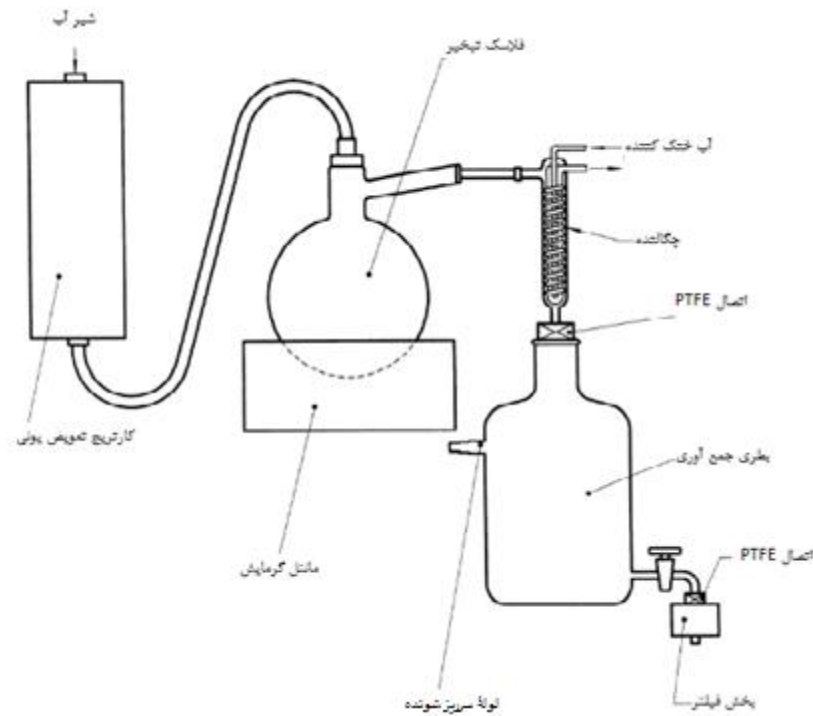
برای فیلتر کردن مقادیر کم، از نگهدارنده فیلتر ۱۳ میلی‌متری از جنس فولاد ضدزنگ و فیلترهای سرنگ‌دار استفاده نمایید.

ب-۳ پالایش

ب-۳-۱ آب

غبار، تنها مانع برای پراکندگی نور از مایعات نیست. یون‌های پسماند فلزی نیز ممکن است شیمی و شکل پراکندگی را تحت تاثیر قرار دهند. این یون‌ها ممکن است موجب پایداری ماده شده و یا موجب افت و خیز در نمودار شدت پراکندگی شوند. شکل ذرات نیز ممکن است موجب تغییر در ضریب نفوذ شده و بنابراین نتایج اندازه‌گیری اندازه ذرات را تغییر دهند.

سامانه‌های پالایش تجاری آب شامل کارتریج‌هایی با قابلیت تعویض یون (یون‌ها را حذف نموده و مواد ناخالصی آلی بسیار جزئی را جذب سطحی می‌نمایند) و نیز فیلترهایی با ورقه‌های ۰/۲ میکرومتر هستند. شکل ب-۳ نشانگر یک پالایشگر با کارتریج تعویض یونی است. در تمامی اتصالات از پلی تترا فلورواتیلن^۱ استفاده شود، بجز در لوله‌های ورودی کارتریج و درگاه‌های آب خنک‌کننده که از پلی وینیل کلراید^۲ استفاده می‌شود.



شکل ب-۳ - یک پالایشگر با کارتریج تعویض یونی.

ب-۳-۲ حلال‌های آلی

از ساختاری مانند آنچه در زیربند ب-۲-۱ تویج داده شده، استفاده شود. با این تفاوت که راهگاه‌ها از فیلترهای پلاستیکی با یک PTFE با قطر ۴۷ میلیمتر تعویض شده و تمام لوله‌های PVC نیز با PTFE جایگزین گردند.

ب-۴ تمیز کردن سلول

مانند مرحله پالایش، تمیز کردن سلول نیز بستگی به کاربرد آن دارد. ساده‌ترین روش تمیز کردن سلول این است که غبار آنرا به وسیله دممش هوای فشرده از بین رود. باید توجه داشت که اثر انگشت نباید بر روی مجاری ورودی و خروجی نور مانده باشد. برای این منظور باید سلول را از بالاترین قسمت آن نگه داشت.

1- Polytetrafluoroethylene (PTFE)
2- Polyvinyl chloride (PVC)

ب-۴-۱ آب و شوینده

ساده‌ترین روش برای شستن سلول، ریختن مقداری آب مقطر درون سلول و شستن آن است. نباید از برس استفاده شود چراکه ممکن است موجب ایجاد خراش (حتی در حد میکرومتر) و به دنبال آن ایجاد خطا در اندازه‌گیری شوند. بجای آن از تکان دادن سلول استفاده می‌شود.

برای تمیز کردن بهتر، می‌توان از به‌کارگیری حمام فراصوت به مدت چند دقیقه به همراه گرما استفاده شود. لازم به ذکر است که برای خشک کردن باید سلول را برعکس نمود تا از ورود غبار به آن جلوگیری شود.

ب-۴-۲ اسید

گاهی ذرات نمونه به‌طور سطحی به دیواره سلول جذب می‌شوند و با آب قابل شستشو نیستند. اگر آب فیلترشده به صورت یکنواخت خشک نشد، مراحل زیر را انجام دهید:

سلول را به مدت ۱ ساعت درون سولفوریک اسید خیسانده و با استفاده از انبرک پوشش داده شده با PTFE آنرا از اسید خارج کنید. سپس با آب مقطر شستشو داده و در محلول شستشو فراصوت کنید. سپس چندین مرتبه با آب مقطر شستشو داده و سپس روی آن را پوشانده و خشک کنید.

ب-۵ آماده‌سازی مایع پراکنده‌ساز

باید همه ابزار و اجزای مرتبط با آماده‌سازی را به‌خوبی شستشو داد. آب فیلترشده را نباید برای مدت زمان طولانی ذخیره کرد، چون امکان رشد باکتری‌ها در آن وجود دارد که بر روی پراکندگی نور توسط ذرات تاثیر می‌گذارند. لذا در صورت امکان می‌توان هر روز مقدار کمی از مایعات پراکنده‌ساز را آماده کرد و در غیراینصورت، باید آنرا قبل از استفاده فیلتر کرد.

تا حد امکان باید از اسپری کردن مایع پراکنده‌ساز به درون فلاسک‌ها خودداری کرد و اجازه داد مایع از یک سطح تمیز و صاف به‌صورت آرام وارد آن شود. با این روش غبار کمتری جذب نمونه می‌شود.

هرگز نمونه‌ها را به شدت تکان ندهید، چراکه این روش موجب محبوس شدن هوای حاوی غبار درون آن و تاثیر بر روی نتایج حاصل می‌شود. افزودن رقیق‌ساز می‌تواند موجب کاهش این اثر شود.

اگر ذرات به یکدیگر متصل باشند و به خوبی وارد مایع پراکنده‌ساز نشوند، می‌توان در مرحله اول از چند قطره اتانول و در مرحله بعد از آب برای خیساندن آنها استفاده کرد.

از عوامل پایدارکننده سطحی بیش از حد استفاده نشود. مواد فعال سطحی می‌توانند موجب افت و خیزهایی در منحنی نتایج نهایی شوند.

ب-۶ آماده‌سازی سوسپانسیون لاتکس

از لاتکس ۱۰۰ نانومتری که موجب پراکندگی مناسب شود برای بررسی صحت عملکرد دستگاهی و انطباق محوری آن و همچنین تعیین عرض از مبدأ بیشینه (B_{max}) استفاده می‌شود.

نباید از نمونه‌های لاتکسی که از تاریخ تولیدشان بیش از ۱ سال گذشته است، استفاده کرد. این نمونه‌ها را باید درون ظروف دربسته و در دمای اتاق نگهداری کرد.

میزان ۲۰۰ میلی‌لیتر از محلول آب‌نمک با غلظت ۱۰ میلی‌مول بر لیتر آماده نمایید. از فیلتر ۰/۲ میکرومتری برای فیلتر نمودن مایع استفاده نمایید. یک ظرف ۲۵ میلی‌لیتری را با محلول فیلتر شده شستشو دهید. یک سلول متناسب با نمونه را نیز شستشو داده و روی هر دو را بیوشانید تا برای مصرف آماده شوند.

نمونه‌های لاتکس معمولاً در بطری‌های کوچک عرضه می‌شوند. این مواد دارای عوامل فعال‌کننده سطحی هستند و غلظت معمول آنها بین ۲٪ تا ۱۰٪ مقدار بار جامد است. سپس ۲۰ میلی‌لیتر از محلول آب‌نمک آماده‌شده را به آن اضافه کنید. این تعلیق، توزیع اندازه ذرات بسیار خوبی دارد و برای اندازه‌گیری با لیزر هلیوم-نئون با توان ۵ mW مناسب است. اگر توان لیزر بسیار بالاتر از ۵mW بود، تنها از یک قطره از محلول آب‌نمک استفاده شود و یا در دو مرحله رقیق‌سازی انجام گردد.

سپس سوسپانسیون را به مدت دو دقیقه (با وقفه‌های چند ثانیه‌ای) فراصوت نمایید.

پس از آن یک سلول ابتدا با آب مقطر و سپس با آب مقطر یون‌زدایی شده بشویید و بعد از آن نمونه را در آن بریزید. اطراف سلول را در صورتی که خیس است خشک کنید (این کار را با دستمال کاغذی زیر انجام ندهید چراکه امکان ایجاد خراش وجود دارد).

نمونه را مطابق روش اندازه‌گیری اشاره شده در بند ۷ در برابر پرتو لیزر قرار داده تا اندازه‌گیری انجام شود. اگر خطوط پراکندگی بسیار ضخیم و مغشوش باشند، نمونه بیش از حد غلیظ است و باید آنرا رقیق کنید. خطوط پراکندگی بسیار ضعیف (به‌طور مثال نسبت به خطوط پراکندگی آب فیلترشده که در آزمایش اولیه به‌دست آمده است چندان قابل رویت نباشند) نیز نشانگر رقیق بودن نمونه است و باید مقداری لاتکس به آن اضافه کرد.

پیوست پ

(آگاهی دهنده)

اثرات غلظت

پ-۱ مقدمه

روش DLS حرکت براونی ذرات را بررسی می‌کند. در صورتی که نمونه رقیق و از ذرات کروی همسان تشکیل شده باشد می‌توان ضریب نفوذ D را اندازه گرفت و با استفاده از معادله استوکس-انیشستین اندازه ذرات را به دست آورد. حال اگر غلظت نمونه زیاد باشد، چندین محدودیت وجود خواهد داشت. این موارد شامل پراکندگی‌های چندگانه، برهم کنش ذرات با یکدیگر، اثرات جمعی ذرات می‌شود.

پ-۲ محدودیت‌های پراکندگی چندگانه

در تحلیل DLS، فرض می‌شود که نور فقط از یک ذره پراکنده می‌شود و به آشکارساز می‌رسد. هنگامی که غلظت نمونه بالا باشد احتمال اینکه نور فرودی با برخورد با چند ذره پراکنده شود، زیاد است. در این مواقع آزمایش تابع همبستگی و طیف توان به خوبی با معادلات (۶)، (۱۴) یا (۱۵) توصیف نمی‌شود. حال سوالی که پیش می‌آید این است که چگونه می‌توان اثر پراکندگی چندگانه را کمینه کرد.

پ-۳ روش‌هایی برای کمینه کردن اثر پراکندگی چندگانه

چندین روش برای کمینه کردن اثر پراکندگی چندگانه استفاده می‌شود. روشی که در سامانه‌های نوری به کار می‌رود، کمینه کردن مسیر نوری در داخل و خارج آزمون است. روش‌هایی برای کمینه کردن مسیر نوری در آزمون وجود دارد، از جمله به کارگیری اپتیک بازگشتی^۱ است. اپتیک بازگشتی اجازه می‌دهد تا یک یک طول مسیر کوتاه طراحی شود. حتی اگر آزمون کدر باشد پراکندگی چندگانه ممکن است در طول مسیرهای کوتاه نوری قابل چشم‌پوشی باشد.

در نمونه‌هایی با ذرات بزرگ و همچنین در نمونه‌هایی با غلظت بالا، عدسی متحرک با افزایش فاصله خود با سلول، محدوده ابتدایی سلول را مورد تابش پرتوها قرار می‌دهد تا نتیجه حاصله از آزمون دارای کمترین خطا و اشتباه باشد. بنابراین برای آزمون با غلظت بالا، اندازه‌گیری روی حجم نزدیک به دیواره سلول انجام می‌شود (به شکل ۷ مراجعه شود).

راه دیگر استفاده از روش همبستگی تقاطعی^۲ است. دو پرتوی نور تکفام بر روی نمونه متمرکز می‌شود. هم‌پوشانی دو پرتوی نور، حجم اندازه‌گیری را تشکیل می‌دهد. نور پراکنده شده توسط ذرات به وسیله دو

1- Backscatter optics

2- Cross-Correlation

آشکارساز نمایان می‌شوند. بنابراین در یک حجم اندازه‌گیری، دو اندازه‌گیری پراکندگی مستقل از هم انجام می‌شود. این موضوع اثر پراکندگی چندگانه روی نتایج اندازه‌گیری را کاهش می‌دهد.

با توجه به شکل ۶، آشکارساز با زاویه پراکندگی ۱۷۳ درجه نسبت به راستای تابش پرتو استفاده می‌شود. به آشکارسازهایی که در این زاویه قرار می‌گیرند، آشکارسازهای پراکندگی بازگشتی گفته می‌شود، که نام آنها برگرفته از موقعیت قرارگیری آنها نسبت به زاویه تابش نور می‌باشد.

استفاده از این روش همانطور که در بالا اشاره شد دارای مزیت‌هایی می‌باشد که عبارتند از:

پ-۱-۳ مهمترین ویژگی استفاده از روش پراکندگی بازگشتی این است که پرتو تابیده شده مسیر کوتاه‌تری را داخل نمونه طی می‌کند و الزام عبور پرتو از تمام نمونه وجود ندارد. این مزیت روش پراکندگی بازگشتی باعث می‌شود که امکان انجام آزمون از نمونه‌های غلیظ، وجود داشته باشد.

پ-۲-۳ زمانی که پرتوهای نور توسط یک ذره پراکنده می‌شوند، حرکت خود را در مسیر پراکندگی ادامه می‌دهند. در مسیر پراکندگی، امکان برخورد پرتوهای پراکنده‌شده با ذرات دیگر وجود دارد. به برخورد پرتوهای پراکنده‌شده توسط یک ذره با ذرات دیگر، اثر پراکندگی چندگانه گفته می‌شود. ویژگی استفاده از روش پراکندگی بازگشتی، کاهش اثر پراکندگی چندگانه است که کاهش این اثر دو مزیت را به همراه دارد:

۱- با بهره‌گیری از روش پراکندگی بازگشتی، میزان بروز خطاهای ناشی از اثر پراکندگی چندگانه کاهش می‌یابد.

۲- با کاهش اثر پراکندگی چندگانه، می‌توان آزمون توزیع اندازه ذرات را برای نمونه‌هایی با غلظت‌های بالاتر، انجام داد.

پ-۳-۳ در هنگام انجام آزمون به طرق مختلف آلاینده‌هایی مانند گرد و غبار وارد نمونه می‌شوند. اندازه آلاینده‌ها معمولاً خیلی بزرگ‌تر از اندازه ذراتی هستند که مورد آزمایش قرار می‌گیرند (اغلب، جهت پرتوهای نور پراکنده‌شده از ذرات خیلی بزرگ به سمت جلو می‌باشد). بنابراین با اندازه‌گیری پرتوهای پراکندگی بازگشتی نمونه‌ها، اثر آلاینده‌هایی نظیر گرد و غبار تا حد زیادی کاهش می‌یابد.

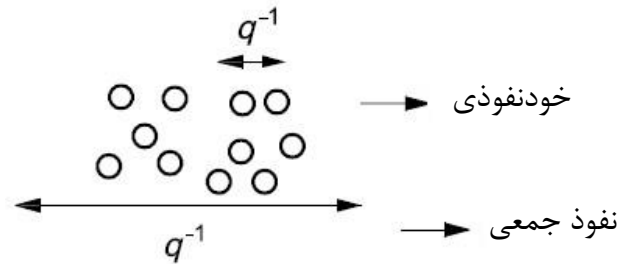
پ-۴ محدودیت‌های برهم‌کنش ذرات با یکدیگر

تئوری DLS فرض می‌کند که ذرات موجود در نمونه فقط با مولکول‌های بستر مایع پراکنده‌ساز برهم‌کنش دارند. هنگامی که غلظت نمونه افزایش می‌یابد، میانگین فاصله فضایی بین ذرات کاهش می‌یابد. در نتیجه برهم‌کنش بین آنها افزایش می‌یابد. برای نمونه‌های غلیظ، DLS به جای اندازه‌گیری ضریب نفوذ D برای تک ذره، نشر دسته‌جمعی^۱ از ذرات را اندازه‌گیری می‌کند. بسته به اندازه ذرات، غلظت، زاویه پراکندگی و طول

موج لیزر دو ضریب نفوذ مختلف می‌توانند مهم باشند. نسبت متوسط فاصله ذرات (h)، به معکوس بردار پراکندگی (q^{-1}) مشخص خواهد کرد که موقعیت‌های زیر رخ می‌دهد (شکل پ-۱).

الف- اگر $q^{-1} < h/2\pi$ باشد، در حضور دیگر ذرات ضریب نفوذ تک ذره مشاهده می‌شود (خودنفوذی^۱).

ب- اگر $q^{-1} > h/2\pi$ باشد، نشر جمعی بخشی از ذرات مشاهده می‌شود (نفوذ جمعی^۲).



شکل پ-۱- اثر نسبت فاصله متوسط ذرات و معکوس بردار پراکندگی روی نشر

هر دو حالت آرایشی اپتیکی می‌توانند به وسیله ضرایب نفوذ متفاوت توصیف شوند، یعنی ضرایب نفوذ تک‌ذره (D_s) و ضریب نفوذ جمعی (D_c). هر دو ضریب نفوذ به طریق مختلف به غلظت وابسته هستند.

هنگامی که آزمون رقیق باشد، معکوس بردار پراکندگی q^{-1} (معادله ۳) کوچکتر از متوسط فاصله ذرات است.

(فرمول پ-۱)

$$\frac{h}{2\pi} = \frac{x}{2(6\pi^2\phi)^{\frac{1}{3}}}$$

در رابطه بالا، x اندازه متوسط ذره و ϕ کسر حجمی است. بنابراین در این حالت ضریب D_s مشاهده می‌شود.

به‌هرحال، هنگامی که غلظت ذرات افزایش یابد، متوسط فاصله ذرات از معکوس بردار پراکندگی کوچکتر

می‌شود. در نتیجه به جای نشر تک ذره (D_s)، نشر جمعی ذرات (D_c) مشاهده می‌شود. برهم‌کنش ذرات یک

تأثیر مهم بر ضریب نفوذ ذرات دارد. در نتیجه، اندازه ذرات که توسط معادله استوکس-انیشیتین محاسبه

می‌شوند، با توجه به ضریب نفوذ اندازه‌گیری شده می‌توانند با غلظت ذرات کاهش و یا افزایش یابند.

یادآوری- توجه کنید که موضوع اشاره شده در بالا و به ویژه برای ضریب نفوذ انتقالی در معادله استوکس-انیشیتین،

فقط برای ذرات کروی در نظر گرفته می‌شود. برای ذرات غیرمقارن، ضریب نفوذ اندازه‌گیری شده برهم‌نهی ضریب

نفوذ انتقالی و چرخشی است.

پ-۵ اندازه‌گیری سوسپانسیون‌ها با غلظت بالا

1- Self diffusion

2- Collective diffusion

برای یک نمونه ناشناخته، نمی‌توان پیش‌بینی کرد که کدام یک از محدودیت‌های غلظت که در بالا ذکر شد بر روی اندازه ذرات تاثیر خواهد گذاشت. بنابراین توصیه می‌شود، اندازه‌گیری چندین بار تکرار شود. در غلظت‌های بالای پراکندگی چندگانه، برهم‌کنش ذره-ذره و دیگر اثرها (مانند هندسه غیرکروی بودن ذرات) ممکن است بر نتایج اندازه‌گیری اثر بگذارند. در این مورد، برای اینکه اطمینان حاصل شود نتایج اندازه‌گیری تحت تاثیر محدودیت‌های غلظت قرار نگرفته است، مقایسه نتایج با نمونه‌ای دارای غلظت صفر ضروری است. به عبارت دیگر اگر برای اینکه اطمینان حاصل شود که اندازه ذره تحت تاثیر عوامل بالا قرار نگرفته است، باید نتایج اندازه‌گیری نمونه را با نتایج اندازه غلظت صفر مقایسه کرد.

یادآوری- توجه کنید که با رقیق کردن نمونه، ممکن است اندازه ذره به دلیل تغییرات در شیمی نمونه و یا گسترش لایه الکتریکی اطراف ذره، تغییر کند. بنابراین اندازه ذراتی که با معادله استوکس-انیشتین برای یک نمونه با غلظت ثابت و متناهی محاسبه می‌شود، می‌تواند به عنوان یک اندازه‌گیری مرجع برای اهداف کنترل کیفیت استفاده شوند.

پیوست ت
(آگاهی دهنده)

ضرایب شکست مواد مورد استفاده در آزمون DLS

جدول ت-۱- مواد مایع

ضریب شکست محیط (n_m)	طول موج پرتو لیزر در هوا (نانومتر)	ماده
1.359	589	استون
1.460	589	کربن تترا کلرید/ تترا کلرو متان
1.477	589	روغن کرچک
1.446	589	کلروفرم/ تری کلرو متان
1.424	589	سیکلو هگزان
1.47 to 1.48	589	دکالین/ دکا هیدرو نفتالن
1.409	589	n -دکان
1.447	589	دی اتیلن گلیکول
1.353	589	دی اتیل اتر/ اتوکسی اتان
1.361	589/687	اتان
1.496	589	اتیل بنزن
1.432	589	اتیلن گلیکول / ۱ و ۲- اتان دیول
1.413	589	فلوروکربن ۱۱۲
1.475	589	گلیسرول / ۱ و ۲ و ۳- پروپان تریول
1.386	589	n -هیپتان
1.373	589	n -هگزان
1.378	589	ایزو پروپیل الکل / ۲- پروپانول
1.478	589	روغن دانه کتان
1.329	589	متانول
1.379	589	متیل (اتیل) کتون (MEK) / ۲-
		بوتانول
1.468	589	روغن زیتون
1.47	589	پلی اتیلن گلیکول
~ 1.40	589	روغن سیلیکون (دی متیل)
1.42 تا 1.53	589	روغن سیلیکون (متیل-فنیل)
1.497	589	تولوئن
1.477	589	تری کلرو اتیلن/ تری کلرو اتن
1.391	589	۲و۲و۴ - تری متیل پنتان
1.333	589	آب

جدول ت -۲- مواد جامد

نام / فرمول شیمیایی	ضریب شکست		طول موج در هوا
	بخش حقیقی (n_p)	بخش موهومی (K_p)	(nm)
دوده استیلین	1.56 تا 1.99	0.3 to 0.5	633
آگات (کوارتز ناخالص)	ca. 1.54	*	589
آلومینیت ($Al_2(SO_4)(OH)_4 \cdot 7H_2O$)	1.47 تا 1.46	*	589
آلومنیوم	1.48	3.9	657
(هیدرو) اکسیدهای آلومنیوم (بوکسیت)	1.75 تا 1.56	*	589
(هیدرو) اکسیدهای آلومنیوم (بوهمیت)	1.67 تا 1.64	*	589
(هیدرو) اکسیدهای آلومنیوم (کوراندوم)	1.77 تا 1.76	*	589/668
(هیدرو) اکسیدهای آلومنیوم (دیازپور)	1.75 تا 1.68	*	589
(هیدرو) اکسیدهای آلومنیوم (جیبسیت)	1.60 تا 1.56	*	589
(هیدرو) اکسیدهای آلومنیوم (یاقوت)	1.77 تا 1.76	*	589/668
(هیدرو) اکسیدهای آلومنیوم (سافایر)	1.77 تا 1.76	*	589/668
آلونیت ($(K.Na)Al_3(SO_4)_2(OH)_6$)	1.59 تا 1.57	*	589
آنالسیت ($NaAlSi_2O_6 \cdot H_2O$)	1.49 تا 1.48	*	589
آناتاز (TiO_2)	2.56 تا 2.49	*	589
آندالوسیت (Al_2OSiO_4)	1.65 تا 1.63	*	589
آنهدریت ($CaSO_4$)	1.61 تا 1.57	*	589
آنورتوکلاز ($(Na,K)AlSi_3O_8$)	1.53 تا 1.52	*	589
آپاتیت ($Ca_5(PO_4)_3(OH,F,Cl)$)	1.67 تا 1.63	*	589
آراگونیت ($CaCO_3$)	1.69 تا 1.53	*	589
باریت ($BaSO_4$)	1.65 تا 1.64	*	589
ترکیبات باریم (باریم)	1.65 تا 1.64	*	589
ترکیبات باریم (باریم زرد)	1.98 تا 1.94	*	589
ترکیبات باریم (ویتریت)	1.68 تا 1.53	*	589
باریم زرد ($BaCrO_4$)	1.98 تا 1.94	*	589
بائوکسیت ($AlO(OH)$)	1.75 تا 1.56	*	589
بیسواکس (سفید)	1.47 تا 1.45	*	589
بریل (زمرّد)	1.60 تا 1.56	*	589

نام / فرمول شیمیایی	ضریب شکست		طول موج لیزر در هوا (nm)
	بخش حقیقی (np)	بخش موهومی (kp)	
بوهمیت (AlO(OH))	1.64 تا 1.67	*	589
بوراکس (Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O)	1.45 تا 1.47	*	589
بروکیت (TiO ₂)	2.58 تا 2.70	*	589
بروسیت (Mg(OH) ₂)	1.56 تا 1.60	*	589
کلسیت (CaCO ₃)	1.49 تا 1.74	*	589/643
ترکیبات کلسیم (آنهیدریت)	1.57 تا 1.61	*	589
ترکیبات کلسیم (آپاتیت)	1.63 تا 1.67	*	589
ترکیبات کلسیم (آرگونیت)	1.53 تا 1.69	*	589
ترکیبات کلسیم (کلسیت)	1.49 تا 1.74	*	589/643
ترکیبات کلسیم (گچ)	1.51 تا 1.65	*	589
ترکیبات کلسیم (دولومیت)	1.50 تا 1.68	*	589
ترکیبات کلسیم (فلوریت)	1.43 تا 1.44	*	589
ترکیبات کلسیم (جیپسوم)	1.52 تا 1.53	*	589
ترکیبات کلسیم (واتریت)	1.55 تا 1.65	*	589
ترکیبات کلسیم (وولاستنیت)	1.62 تا 1.65	*	589
کادمیم زرد (CdS)	2.35 تا 2.53	*	589/625
کربن (C)	2.0	1.0	633
کربن سیاه	1.6 تا 2.0	0.3 to 0.8	633
واکس کارناتوبا	1.47	*	589
گچ (CaCO ₃)	1.51 تا 1.65	*	589
کوارتز کلسدونی (ناخالص، فیبری)	1.54	*	589
کانولینیت رس چینی	1.56	*	589
کوراندوم (Al ₂ O ₃)	1.76 تا 1.77	*	589/668
الماس	2.41 تا 2.42	*	589/644
دیازپور (AlO(OH))	1.68 تا 1.75	*	589
دولومیت (CaMg(CO ₃) ₂)	1.50 تا 1.68	*	589
یاقوت (Be ₃ Al ₂ Si ₆ O ₁₈)	1.56 تا 1.60	*	589
فلوریت (CaF ₂)	1.43 تا 1.44	*	589/644
گارنت (آلومنیوم سیلیکات مخلوط)	1.71 تا 1.89	*	589
ژیپسیت (Al(OH) ₃)	1.56 تا 1.60	*	589
شیشه، برو سیلیکات (NIST-SRM 1820)	1.487	*	436
شیشه (NIST-SRM 1822)	1.529	*	436
شیشه ("سنگ چخماق" سیلیکات سنگین)	1.65	*	589/656
شیشه ("سنگ چخماق" سیلیکات بسیار سنگین)	1.89	*	589/656
جنوتیت (FeO(OH))	2.26 تا 2.52	*	589

نام / فرمول شیمیایی	ضریب شکست		طول موج لیزر در هوا (nm)
	بخش حقیقی n_p	بخش موهومی	
	(λ)	(K_p)	
طلا	0.28	2.2	600
طلا	0.31	2.7	650
گرافیت	1.8	0.6 to 0.8	633
گرینوکیت (CdS)	2.53 تا 2.51	*	589
جیپسوم (CaSO ₄ ·2H ₂ O)	1.53 تا 1.52	*	589
هالیت (NaCl)	1.544	*	589
هائوسمانیت (Mn ₃ O ₄)	2.5 تا 2.1	*	671
هماتیت (Fe ₂ O ₃)	3.2 تا 2.9	0.01	589
ایلیت (KAl silicate)	1.61 تا 1.54	*	589
آهن	1.51	1.6	589
آهن	1.70	1.8	668
جاروسیت (KFe ₃ (SO ₄) ₂ (OH) ₆)	1.82 تا 1.72	*	589
کائولینیت (Al ₄ Si ₄ O ₁₀ (OH) ₈)	1.57 تا 1.53	*	589
کیسريت (MgSO ₄ ·H ₂ O)	1.58 تا 1.52	*	589
لئوسیت (KAlSi ₂ O ₆)	1.51	*	589
مگنسیت (MgCO ₃)	1.78 تا 1.51	*	589
ترکیبات منیزیم (بروکیت)	1.60 تا 1.56	*	589
ترکیبات منیزیم (دولومیت)	1.68 تا 1.50	*	589
ترکیبات منیزیم (کیسريت)	1.58 تا 1.52	*	589
ترکیبات منیزیم (مگنزیت)	1.78 تا 1.51	*	589
ترکیبات منیزیم (پریکلاز)	1.735	*	589
ترکیبات منیزیم (سرپنتاین)	1.57 تا 1.53	*	589
ترکیبات منیزیم (اسپینل)	1.72 تا 1.71	*	589/656
ترکیبات منیزیم (تالک)	1.60 تا 1.54	*	589
مگنتیت (Fe ₃ O ₄)	2.42	*	589
مالاچیت (Cu ₂ (OH) ₂ (CO ₃))	1.91 تا 1.65	*	589
ماسگانیت ((NH ₄) ₂ SO ₄)	1.53 تا 1.52	*	589
میکا (آلومنیوم سیلیکات ترکیب شده)	1.70 تا 1.53	*	589
مویسانیت (SiC)	2.69 تا 2.65	*	589
آپال (SiO ₂ ·nH ₂ O)	1.46 تا 1.41	*	589
آرتوکلار (KAlSi ₃ O ₈)	1.54 تا 1.52	*	589
پریکلار (MgO)	1.735	*	589
پلاتین	2.2	2.1	633
پلی کربنات	1.59	*	687
پلی متیل متاکریلات	1.49	*	589

نام / فرمول شیمیایی	ضریب شکست		طول موج در هوا (nm)
	بخش حقیقی (n_p)	بخش موهومی (K_p)	
پلی استایرن	1.59 تا 1.60	*	589
پلی استایرن - بوتادین	1.52 تا 1.59	*	540/589
پلی وینیل کلرید (PVC)	1.52 تا 1.55	*	589
کوارتز (SiO_2)	1.54 تا 1.55	*	589/768
سنگ نمک (NaCl)	1.541/1.544	*	589/640
کوراندوم یاقوت	1.76 تا 1.77	*	589/668
روتایل (TiO_2)	2.56 تا 2.90	*	589/691
کوراندوم سافایر	1.76 تا 1.77	*	589/668
سرپنتاین ($Mg_3Si_2O_5(OH)_4$)	1.53 تا 1.57	*	589
سیلیکا (SiO_2)	1.46	*	589/644
سیلسیم	4.2	0.1	589
کاربید سیلسیم (SiC)	2.64 تا 2.65	*	589/616
اکسید سیلسیم (آگات)	ca. 1.54	*	589
کلسدونی	1.54	*	589
انواع شیشه	1.49 تا 1.89	*	436 تا 656
عقیق	1.41 تا 1.46	*	589
کوارتز	1.54 تا 1.55	*	589/768
سیلیکا	1.46	*	589/644
تری دیمیت	1.47 تا 1.48	*	589
نقره	0.13	3.99	633
اسپینل ($MgAl_2O_4$)	1.71 تا 1.72	*	589/656
گوگرد	1.96 تا 2.25	*	589
سیلویت (KCl)	1.49	*	589
تالک ($Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$)	1.54 تا 1.60	*	589
تنوریت (CuO)	2.63	*	589
دی اکسید تیتانیوم (آناز)	2.49 تا 2.56	*	589
دی اکسید تیتانیوم (بروکیت)	2.58 تا 2.70	*	589
دی اکسید تیتانیوم (روتایل)	2.56 تا 2.90	*	589/691
توپاز ($Al_2SiO_5(OH,F)_2$)	1.61 تا 1.64	*	589

تری دیمیت (SiO ₂)	1.47 تا 1.48	*	589
تنگستن	2.76	1.0	578
واتریت (CaCO ₃)	1.55 تا 1.65	*	589
ویتریت (BaCO ₃)	1.53 تا 1.68	*	589
ولاستونیت (CaSiO ₃)	1.62 تا 1.65	*	589
زیرکن (ZrSiO ₄)	1.92 تا 2.02	*	589

پیوست ث

(آگاهی دهنده)

فرم استاندارد پیشنهادی جهت گزارش‌دهی آزمون DLS

فرم پیشنهادی زیر بر اساس استاندارد ISO 13321 تهیه و جهت گزارش‌دهی استاندارد نتایج آزمون DLS پیشنهاد شده است.

فرم گزارش آزمون DLS

۱- شرایط آزمایش

نام و مکان آزمایشگاه: کاربر انجام آزمون:

استاندارد مورد ارجاع انجام آزمون:

تاریخ:

۲- مشخصات نمونه

الف- توصیف کلی نمونه:

ظاهر نمونه: شفاف نیمه شفاف کدر

ب- ریخت‌شناسی ذرات نمونه:

کروی همگن کروی غیرهمگن یک‌شکل و همگن بودن ذرات نامعلوم
است غیرکروی همگن غیرکروی و غیر همگن

۳- مشخصات دستگاه

الف- شرکت سازنده، نوع، مدل، شماره اموال و زمان آخرین کالیبراسیون دستگاه:

.....

ب- منبع لیزر

نوع: طول موج: nm توان: mw

قطبش: عمودی افقی زاویه پراکندگی: °

۴- شرایط اندازه‌گیری

دما و رطوبت محیط آزمایشگاه:

غلظت‌های مختلف تهیه شده از نمونه:

چگالی ذرات: g/cm^3 - ضریب شکست ذره:

برای هر غلظت تعیین کنید: - شماره غلظت: - کسر حجم ذره (ϕ):

دمای نمونه (حدود $\pm 0/3^\circ\text{C}$):

روش پراکنده‌سازی ذرات در بستر مایع:

گرانروی بستر مایع پراکنده‌ساز: (mPa.s (or cP)

ضریب شکست بستر مایع پراکنده‌ساز:

برای روزنه یا پیکربندی نوری انتخابی

حجم اندازه‌گیری شده (V) :

مدت زمان آزمایش (≤ 60 s):

تعداد آزمایشات (≤ 3):

۵- نتایج اندازه‌گیری

جدول متوسط قطر ذرات (X_{DLS}) و ضریب بس‌پراکندگی ذرات (pdi):

Run No.	$X_{DLS} [I/V/N]^*$ (nm)	pdi
2		
3		

*I: Intensity

V: Volume

N: Number

۶- ملاحظات: