



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۶۲۴۷

چاپ اول

اردیبهشت ۱۳۹۲

INSO

16247

1st. Edition

May.2013

آنالیز اندازه ذره - پراکندگی نور دینامیک
(DLS)

Particle size analysis - Dynamic light
scattering (DLS)

ICS:19.120

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است. تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود 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، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادات در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) 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 of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد
" آنالیز اندازه ذره – پراکندگی نور دینامیک (DLS) "

رئیس:

اتحادی، کامبیز
(لیسانس مهندسی الکترونیک)

سمت و / یا نمایندگی

رییس کالیبراسیون نیروگاه اتمی بوشهر

دبیران:

بهره مند، محمد رحیم
(فوق لیسانس مهندسی خاک شناسی)

معاونت فنی اداره کل استاندارد و تحقیقات
صنعتی استان بوشهر

خدری، صابر
(لیسانس مهندسی عمران)

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی
استان بوشهر

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

برسان، حمیده
(لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس مسئول اداره کل استاندارد و تحقیقات
صنعتی استان بوشهر

برکت، محمد
(فوق لیسانس شیمی آلی)

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی
استان بوشهر

حاجیان، علیرضا
(لیسانس مهندسی برق)

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی
استان بوشهر

حاجی زاده، صدیقه
(لیسانس میکروبیولوژی)

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی
استان بوشهر

دشتی، راضیه
(لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی
استان بوشهر

سرخوش، احمد
(فوق لیسانس مهندسی کشاورزی)

کارشناس معاونت برنامه ریزی استانداری بوشهر

سیفی، رضا
(لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس اداره استاندارد و تحقیقات صنعتی
شهرستان گناوه

کارشناس شرکت صنایع دریایی ایران (صدرا)

سیمي، علي
(لیسانس مهندسی عمران)

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی
استان بوشهر

شاهین زاده، قدرت اله
(لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس ژئو تکنیک آزمایشگاه فنی و مکانیک
خاک

عاقبی، شهرام
(فوق لیسانس مهندسی عمران)

رئیس اداره امور آزمایشگاه های اداره کل
استاندارد و تحقیقات صنعتی استان بوشهر

عزیزی، علي
(لیسانس مهندسی کشاورزی- صنایع غذایی)

مدیرکل اداره استاندارد و تحقیقات صنعتی استان
بوشهر

محتشم، امیرحسین
(لیسانس مدیریت صنعتی)

رئیس اداره اجرای استاندارد اداره کل استاندارد و
تحقیقات صنعتی استان بوشهر

مواجی، فریده
(لیسانس مهندسی کشاورزی -آبیاری و آبادانی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
ز	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۳	۴ نمادها، اختصارات و یکاها
۳	۵ اصول کلی
۵	۶ محاسبه متوسط اندازه ذره و PI
۵	۷ تجهیزات
۶	۸ روش های مقدماتی
۷	۹ دستورالعمل اندازه گیری
۷	۱۰ صلاحیت سامانه
۸	۱۱ تکرارپذیری
۸	۱۲ گزارش آزمون
۹	پیوست الف (اطلاعاتی) آنالیز بسامد و تابع همبستگی
۱۵	پیوست ب (اطلاعاتی) اثرات غلظت
۱۹	کتابشناسی

پیش گفتار

استاندارد " آنالیز اندازه ذرات - پراکندگی نور دینامیک (DLS) " که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط تهیه و تدوین شده و در یکصد و هشتاد و سومین اجلاس کمیته ملی استاندارد اندازه شناسی و اوزان ها و مقیاس ها مورخ ۱۳۹۰/۱۲/۲۲ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک 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 می شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

منبع و مآخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ISO 22412:2008, Particle size analysis - Dynamic light scattering (DLS).

امروزه اندازه گیری ذره در محدوده اندازه زیر میکرومتری، بر مبنای روش متداول پراکندگی نور دینامیک (DLS) انجام می گیرد. به طور اساسی موفقیت روش بر مبنای اصولی است که در آن تخمین‌های اندازه متوسط ذره و توزیع آن در زمان‌های اندازه گیری چند دقیقه‌ای حاصل می شود و دیگر آن که تجهیزات تجاری که برای کاربر ساده و در دسترس باشد مورد استفاده قرار می‌گیرد. با این وجود، استفاده مناسب از ابزار و شرح نتایج مورد نیاز با در نظر گرفتن احتیاط و جنبه های ایمنی لازم است.

به این منظور، استاندارد ملی ایران شماره ۱۱۷۸۹، تدوین شد. این استاندارد روش مورد نیاز برای تعیین اندازه درست ذره به وسیله تکنیک طیف سنجی همبستگی فوتون، را ارایه می کند. تجهیزات مشخص شده در استاندارد ملی ایران شماره ۱۱۷۸۹، به منظور جلوگیری از ایجاد اختلالات با توجه به پراکندگی چندگانه، به ذره با غلظت کم محدود شده‌اند. در حال حاضر تجهیزاتی که به دنبال کمینه کردن این محدودیت‌ها هستند، در دسترس می‌باشند. بنابراین، برای تعیین اندازه ذره به وسیله DLS که برای محدوده وسیع غلظت پراکنش‌ها مناسب باشد به استنادی نیاز است که امکان دهد کاربران توافق بین آزمایشگاهی خوبی در مورد درستی و تجدید پذیری به دست آورند.

چند روش برای DLS وجود دارد. این روش ها می توانند به دو طریق طبقه بندی شوند:

الف) به وسیله تفاوت میان آنالیز داده (روش همبستگی و روش آنالیز بسامدی)؛

ب) به وسیله تفاوت میان تنظیم اپتیکی (آشکارسازی اپتیکی همودین و هترودین).

امروزه تجهیزات هم به صورت ثابت و هم متحرک در دسترس هستند.

هر چند DLS تعیین توزیع اندازه ذره را امکان پذیر می سازد، این استاندارد فقط منحصر به توصیف توزیع اندازه با دو پارامتر می شود: یکی اندازه متوسط و دیگری ضریب بس پاشیدگی. روش های مختلفی برای محاسبه اندازه کامل توزیع ها مورد استفاده قرار می‌گیرند. به هر حال، در حال حاضر، تجدیدپذیری روش‌های مختلف محاسبه برای تمام توزیع های کامل، برای در برگرفتن یک استاندارد ملی کافی نیست. بنابر این امروزه، هیچ الگوریتم استاندارد شده‌ای که مجاز است در قالب یک استاندارد ملی درآید وجود ندارد.

آنالیز اندازه ذره – پراکندگی نور دینامیک (DLS)

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش کاربرد پراکندگی نور دینامیک (DLS) در تخمین متوسط اندازه ذرات و اندازه گیری محدوده توزیع اندازه ذرات که به طور عمده با اندازه زیرمیکرومتری یا قطرات پراکنده در مایعات هستند، می باشد.

این استاندارد برای اندازه گیری محدوده وسیعی از مخلوط های رقیق و غلیظ کاربرد دارد. اصول کلی DLS شبیه مخلوط در حالت رقیق می باشد. هر چند، الزامات ویژه ای برای راه اندازی وسیله اندازه گیری و ویژگی آماده سازی نمونه مورد آزمون و در کنار آن پیشنهادهای روی تفسیر صحیح از نتایج اندازه گیری ها برای مخلوط های غلیظ مورد نیاز می باشد.

یادآوری – جهت استفاده از روش طیف سنجی^۱ همبستگی فوتون برای مخلوط های رقیق به استاندارد ملی ایران شماره ۱۱۷۸۹، مراجعه شود.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه ها و تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه های بعدی آن ها مورد نظر است. استفاده از مرجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۱۷۸۹، آنالیز اندازه ذره- طیف سنجی همبستگی فوتون

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می رود:

۱-۳

متوسط قطر ذره



(پراکندگی نور دینامیک) شدت وزنی همساز^۲ متوسط حسابی قطر ذره

1 - Spectroscopy

2 - Harmonic

یادآوری- متوسط قطر ذره بر حسب نانومتر بیان می شود. محدوده متوسط قطرهای معمول ذرات، بین ۱ nm تا حدود ۱۰۰۰ nm می باشد.

۲-۳

شاخص پراکندگی^۱

PI

اندازه بدون بعد محدوده توزیع اندازه

یادآوری ۱- به استاندارد ملی ایران شماره ۱۱۷۸۹، مراجعه شود (طبق بند ۲-۲ این استاندارد).

یادآوری ۲- مقدار PI برای یک نمونه آزمون تک پاشیدگی به طور معمول کمتر از ۰٫۱ می باشد.

۳-۳

حجم پراکندگی^۲

V

بخشی از پرتو لیزر فرودی که به وسیله آشکارسازهای اپتیکی قابل مشاهده است.

یادآوری- به استاندارد ملی ایران شماره ۱۱۷۸۹، مراجعه شود (طبق بند ۲-۳ این استاندارد).

۴-۳

شدت پراکنده شده

نرخ شمارش

جریان فوتونی

I_s

شدت نور پراکنده شده به وسیله ذرات در حجم پراکندگی است. این کمیت در عمل، تعداد پالس های فوتون در واحد زمان یا جریان آشکارساز نوری است که متناسب با شدت پراکنده شده، به وسیله یک آشکار ساز اندازه گیری می شود.

۵-۳

صلاحیت^۳

(پراکندگی نور دینامیک) انطباق یک دستگاه با ویژگی هایش باید با ماده مرجع اثبات گردد.

۶-۳

صحه گذاری^۴

(پراکندگی نور دینامیک) قابل قبول بودن یک روش برای تمام عناصر موجود در محدوده اش باید با ماده مرجع صورت گردد.

1- Index polydispersity

2- Scattering volume

3- Qualification

4 - Validation

۴ نمادها، اختصارات و یکاها

یکای به صورت اختیاری	$C(F)$	تابع توزیع آهنگ های واپاشی یا بسامد های مشخصه معکوس
متر مربع بر ثانیه m^2/s	D	ضریب پخشیدگی گذرا
متر مربع بر ثانیه m^2/s	D_c	ضریب پخشیدگی جمعی
متر مربع بر ثانیه m^2/s	D_s	ضریب خود پخشیدگی
یکای به صورت اختیاری	$g^{(1)}(\tau)$	تابع همبستگی میدان الکتریکی نرمال
یکای به صورت اختیاری	$G^{(2)}(\tau)$	تابع همبستگی شدت
	I_s	شدت پراکنده شده، نرخ شمارش، جریان فوتونی
بدون بعد	n	شاخص شکست محیط پراکنش
یکای به صورت اختیاری	$P(\omega)$	طیف توان
	PI	شاخص چند پراکنندگی
یکای به صورت اختیاری	$\Delta Q_{int,i}$	مقدار شدت وزنی ذرات با اندازه x_i
	V	حجم پراکنندگی
نانومتر nm	x	قطر یک ذره کروی
نانومتر nm	\bar{x}_{DLS}	متوسط قطر ذره
معکوس ثانیه s^{-1}	Γ	آهنگ واپاشی و بسامد مشخصه
معکوس ثانیه s^{-1}	Γ	متوسط شدت وزنی آهنگ واپاشی
میلی پاسکال ثانیه mPa.s	η	گرانروی محیط پخش
درجه °	θ	زاویه پراکنندگی
نانومتر nm	λ_0	طول موج لیزر در خلاء
یکای به صورت اختیاری	μ_2	کومولان دوم شدت وزنی توزیع اندازه
گرم بر سانتی متر مکعب g/cm^3	ρ	چگالی ذره
ثانیه s	τ	زمان همبستگی
یکای به صورت اختیاری	φ	جزء حجمی ذره
معکوس ثانیه Hz	ω	بسامد زاویه ای

۵ اصول کلی

۱-۵ کلیات

ذراتی با اندازه کوچکتر از میکرومتر که در یک سیال معلق می باشند، دائم در حال حرکت براونی تصادفی که نتیجه برهم کنش با مولکول های سیال معلق می باشد، هستند. در نظریه استوکس- انیشتین حرکت براونی، حرکت ذره در غلظت های بسیار کم، به وسیله گرانروی سیال معلق، دما و اندازه ذره تعیین می گردد. با استفاده از اندازه گیری حرکت ذره در سیال با گرانروی و دمای مشخص، می توان اندازه ذره را تعیین نمود. در غلظت های ذره ای کم، این یک اندازه ذره هیدرودینامیکی می باشد (به استاندارد ملی ایران شماره

۱۱۷۸۹، مراجعه شود). در غلظت‌های افزایش یافته، پراکندگی چندگانه و برهم‌کنش‌های ذره-ذره با هم در مرتبط هستند. تأثیر پراکندگی چندگانه می‌تواند در طی انجام اندازه‌گیری از بین برود. بر هم کنش‌های ذره-ذره به این منظور است که تنها یک اندازه ظاهری ذره قابل اندازه‌گیری می‌باشد (به پیوست ب مراجعه شود). تکنیک DLS حرکت را به صورت اپتیکی کاوش می‌کند. ذرات معلق به وسیله یک منبع نوری همسان مشخص می‌شوند. نوری که به وسیله ذرات معلق در حال حرکت پراکنده می‌شود دارای یک فاز وابسته به زمان می‌باشد که از مکان وابسته به زمان بدست می‌آید. فاز وابسته به زمان نور پراکنش را هم می‌توان به عنوان تغییر فاز وابسته به زمان و یا هم می‌توان به عنوان تغییر بسامد طیفی از بسامد مرکزی منبع نور، در نظر گرفت. با اندازه‌گیری حرکت تصادفی ذره در طول زمان، توزیع تغییرات فاز تغییرات یا جابجایی بسامد طیفی شکل می‌گیرد.

۲-۵ آشکار سازی اپتیکی DLS

۱-۲-۵ استفاده از منبع نوری همگرا، اجازه تغییر از بسامدهای مرکزی طیفی را به بین بسامدهای مختلف نور از طریق تداخل موج نوری به ما می‌دهد (جابجایی بسامد). برای روش DLS، جابجایی بسامد بین ۱ hz تا ۱۰۰ khz متفاوت می‌باشد که به آسانی به وسیله تجهیزات الکترونیک با بسامد کم قابل شناسایی می‌باشد. دو روش معمول که در شکل ۱ آمده به طور عمده به عنوان مرجع مورد استفاده می‌باشند.



راهنما:

- ۱ نور پراکنده شده
- ۲ بخش پرتو پراکنده نشده
- ۳ آشکارساز
- ۴ خودهمبسته ساز یا آنالیز کننده طیف

شکل ۱ - آرایش اپتیکی برای DLS

۲-۲-۵ آشکارساز همودین (به شکل الف-۱ مراجعه شود) به عنوان آشکارسازی خود ارجاع یا خود زن شناخته می‌شود. اختلاط تمام نور پراکنده شده جمع آوری شده در آشکارساز نوری مبنایی را برای اندازه‌گیری تفاوت فاز یا بسامد فراهم می‌کند.

۳-۲-۵ آشکارساز هترودین (به شکل ب-۱ مراجعه شود) به عنوان آشکارسازی مبنای کنترل شده یا مبنای خود زن شناخته می‌شود. نور پراکنده شده با بخشی از نور تابشی ترکیب می‌شود. نور تابشی تغییر مکان نداده، مبنایی را برای اندازه‌گیری اختلاف فاز یا بسامد فراهم می‌کند.

۴-۲-۵ نتیجه خروجی آشکارساز در هر حالت شامل توزیع بسامدها یا فازهای وابسته به زمان معرف اندازه ذره ای از ذرات معلق می باشد. خروجی آشکار ساز دو مولفه دارد؛ مولفه اول یک سطح ثابت که بیان گر متوسط شدت نور جمع آوری شده می باشد و مولفه دیگر یک مولفه زمان متغیر که بیان گر اثر DLS است. مولفه وابسته به زمان برای تعیین توزیع اندازه ذره با استفاده از نظریه DLS آنالیز می شود.

سیگنال وابسته به زمان به طور عمومی به وسیله یکی از دو روش تابع همبستگی بر پایه زمان یا طیف توان بر پایه بسامد پردازش می شود. از لحاظ ریاضی هر دو روش به هم مربوط می باشند. تابع همبستگی بر پایه زمان، تبدیل فوریه طیف توان بر پایه بسامد می باشد. هر دو روش آنالیز DLS در پیوست الف ارائه شده است.

۶ محاسبه متوسط اندازه ذره و PI

سیگنال هایی که به وسیله آشکارساز گرفته می شوند، به وسیله آنالیز تابع همبستگی و آنالیز بسامد قابل پردازش و آنالیز می باشند. جهت دریافت اطلاعاتی در خصوص این روش ها به پیوست الف مراجعه شود. توجه کنید که توابع همبستگی و طیف های نیروی بسامدی، زوج های تبدیل فوریه می باشند. مجاز است در هر دو روش، توزیع های اندازه ها به صورت دسته ای مجزا از قطر ها (x_i) و مقادیر شدت وزنی متناظر $\{\Delta Q_{int,i}, x_i, i=1 \dots N\}$ بدست آید.

از این دسته، متوسط قطر (شدت وزنی)، \bar{x}_{DLS} با استفاده از معادله شماره ۱ تخمین زده می شود.

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^N \Delta Q_{int,i}}{\sum_{i=1}^N \frac{\Delta Q_{int,i}}{x_i}} \quad (1)$$

و PI (اندازه پهنای توزیع)، با استفاده از معادله ۲ تخمین زده می شود:

$$PI = 2 \bar{x}_{DLS}^2 \frac{\sum_{i=1}^N \Delta Q_{int,i} (1/x_i^2 - 1/\bar{x}_{DLS}^2)}{\sum_{i=1}^N \Delta Q_{int,i}} \quad (2)$$

می توان به طور جایگزین، اطلاعات تابع همبستگی را به وسیله روش کومولان ها مطابق با بند الف-۱-۳-۲، و هم چنین با ارایه متوسط قطر شدت وزنی (\bar{x}_{DLS}) و PI آنالیز کرد. توجه شود که در عمل PI بدست آمده از آنالیز کومولان ممکن است با PI بدست آمده از معادله ۲ متفاوت باشد.

۷ تجهیزات

تجهیزات آزمایشگاهی و سایر موارد به شرح زیر می باشد:

۱-۷ لیزر، تک رنگ، انتشار نور قطبیده ای که به وسیله مولفه میدان الکتریکی اش، عمود بر صفحه تشکیل شده به وسیله اشعه های تابشی و آشکارسازی باشد (قطبیت عمودی). استفاده از انواع زیادی از لیزرها مجاز است، مانند لیزرهای گازی (لیزر هلیم - نئون و لیزر آرگون)، لیزرهای حالت جامد، لیزرهای حالت جامد با پمپ دیودی و دیودهای لیزری

۲-۷ تجهیزات اپتیکی، عدسی ها و تجهیزات مورد استفاده برای متمرکز کردن نور تابشی لیزر درون یک حجم پراکندگی و برای آشکار سازی نور پراکنده شده است. فیبر های نوری اغلب به عنوان قسمتی از سیستم آشکار سازی و برای تحویل دهنده نور به تجهیزات اپتیکی استفاده می شوند.

۳-۷ نگهدارنده نمونه مورد آزمون، دارای توانایی کنترل و اندازه گیری دما با دقت $\pm 0.3^{\circ}\text{C}$ می باشد.

۴-۷ آشکارساز فوتونی، دارای یک خروجی متناسب با شدت نور پراکنده شده است. یک لوله تشدید کننده نوری، یک دیود بهمنی حساس به نور^۱ یا یک دیود حساس به نور به طور معمول مورد استفاده قرار می گیرد.

۵-۷ واحد پردازش سیگنال، دارای توانایی دریافت شدت سیگنال وابسته به زمان و دادن خروجی تابع همبستگی خودکار، تابع همبستگی متقابل یا طیف توان سیگنال ورودی است.

۶-۷ واحد محاسبات، دارای توانایی در پردازش سیگنال برای به دست آوردن اندازه ذره و توزیع اندازه ذره است. بعضی واحدهای محاسبه به عنوان واحد پردازش سیگنال نیز عمل می کنند.

۸ مراحل مقدماتی

۱-۸ جای گذاری وسایل

وسایل را در یک محیط تمیز، دور از سیگنال های ناخواسته الکتریکی شدید و لرزش های مکانیکی و نور مستقیم خورشید قرار دهید.

هشدار- وسایل DLS با یک لیزر با قدرت متوسط یا پایین مجهز شده اند که پرتو آن می تواند باعث آسیب بینایی دائمی شود. هرگز به طور مستقیم به مسیر پرتوی لیزر یا انعکاس آن نگاه نکنید. به طور کامل مطمئن شوید که سطوح بازتابنده، زمانی که لیزر روشن است در مسیر پرتو لیزر نباشد. به قوانین داخلی را برای ایمنی اشعه لیزر مراجعه کنید.

۲-۸ آماده سازی نمونه مورد آزمون

نمونه های آزمون باید دارای ذراتی باشند که در یک محیط مایع به خوبی قابل پراکنده شده باشد. مایع مذکور باید:

(الف) مواد ذره ای را حل، متورم و لخته نکند؛

(ب) دارای ضریب شکستی متفاوت با مواد ذره ای پراکنده باشد؛

(ج) دارای ضریب شکست و گرانیوی مشخص در بازه $\pm 0.5\%$ باشد؛

(د) هنگامی که وسایل مورد بررسی آلودگی قرار می گیرند، شدت سیگنال خیلی پایینی بدهد؛

(ه) با راهنمایی های دستگاه برای پراکندگی کمزینه تطابق داشته باشد؛

۹ دستورالعمل اندازه گیری

برای انجام یک اندازه گیری، نیاز است که دستگاه‌ها به خوبی نصب و تراز شوند و همچنین یک کاربر، آشنا با دستگاه و کتاب راهنمای آن باشد.

۱-۹ دستگاه را روشن کرده و اجازه دهید گرم شود. به طور معمول حدود پانزده دقیقه تا سی دقیقه زمان لازم است تا شدت لیزر به حالت پایدار رسیده و نگره‌دارنده نمونه به دمای دلخواه برسد.

۲-۹ محیط پاشنده را برای پراکندگی زمینه بررسی کنید، مطمئن شوید که حداقل در بازه راهنمای دستگاه باشد و شدت پراکنش میانگین آن را ثبت کنید.

۳-۹ نمونه آزمون (مطابق بند ۸-۲) را درون دستگاه قرار داده و اجازه دهید تعادل دمایی بین نمونه مورد آزمون و نگره‌دارنده نمونه برقرار گردد. دما باید تحت کنترل بوده و با دقت $\pm 0.3^{\circ}\text{C}$ اندازه گیری شود. اگر نمونه آزمون به تعادل دمایی نرسیده باشد، عدم قطعیت هایی که در اندازه ذره در مخلوط های آبی تعیین می شود تقریباً ۲٪ به ازای هر درجه سلسیوس در دمای محیط می باشد. اطمینان حاصل کنید که هیچ حباب هوایی در نمونه آزمون نباشد.

۴-۹ در صورتی که پارامترهای: مشخصات نمونه مورد آزمون، تناوب اندازه گیری و زمان اندازه گیری محلی واقعی، دمای اندازه گیری، ضریب شکست و گرانیوی محیط پاشیدگی، غلظت ذره، طول موج لیزر و زاویه پراکندگی، قابل انتخاب باشند، ثبت کنید.

۵-۹ شدت پراکنده شدن متوسط نمونه را بررسی کنید. شدت پراکنده شده باید بزرگتر از شدت پراکنش ذاتی محیط باشد. برای هر نمونه، حداقل سه اندازه گیری انجام داده و آن ها را ثبت کنید.

۶-۹ متوسط قطر ذره (\bar{X}_{DLS}) و PI را برای هر اندازه گیری ثبت کنید.

۷-۹ در پایان اندازه گیری، بررسی کنید که ته نشینی قابل توجهی در نمونه مورد آزمون اتفاق نیافتاده باشد. اگر ته نشینی مشاهده شد، در آن صورت ممکن است هر دو نمونه مورد آزمون تجمع و رسوب داده باشد و یا به طور اساسی برای اندازه گیری مناسب نباشد.

۱۰ صلاحیت سامانه

می توان عملکرد دستگاه را با استفاده از پراکندگی ذرات با اندازه تایید شده بعد از اولین نصب دستگاه و در فواصل زمانی معین بعد از آن، تایید کرد.

عدم موفقیت در تایید صلاحیت نشان دهنده وجود مشکلی در پراکنش ذره‌ای، هنگام آماده سازی نمونه مورد آزمون (طبق بند ۸-۲) یا دستگاه آزمون، می‌باشد.

پراکنش های لاتکس پلی استایرن با توزیع اندازه‌ای محدود و با قطر ذره‌ای متوسط که همان DLS اندازه گیری شده در محدوده ۱۰۰ nm است، باید مورد استفاده قرار گیرد. برای چنین پراکنش‌هایی، اندازه متوسط ذره اندازه گیری شده باید در بازه $\pm 2\%$ اندازه بیان شده و تکرارپذیری باید بهتر از ۲٪ باشد. همچنین PI باید کوچکتر از ۰٫۱ باشد.

۱۱ تکرار پذیری

برای پراکنش‌های متفاوت از آن چه برای تایید صلاحیت استفاده شده (به بند ۱۰ مراجعه شود)، تکرارپذیری تعیین متوسط اندازه ذره باید بهتر از ۵٪ باشد.

۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل حاوی اطلاعات زیر باشد:

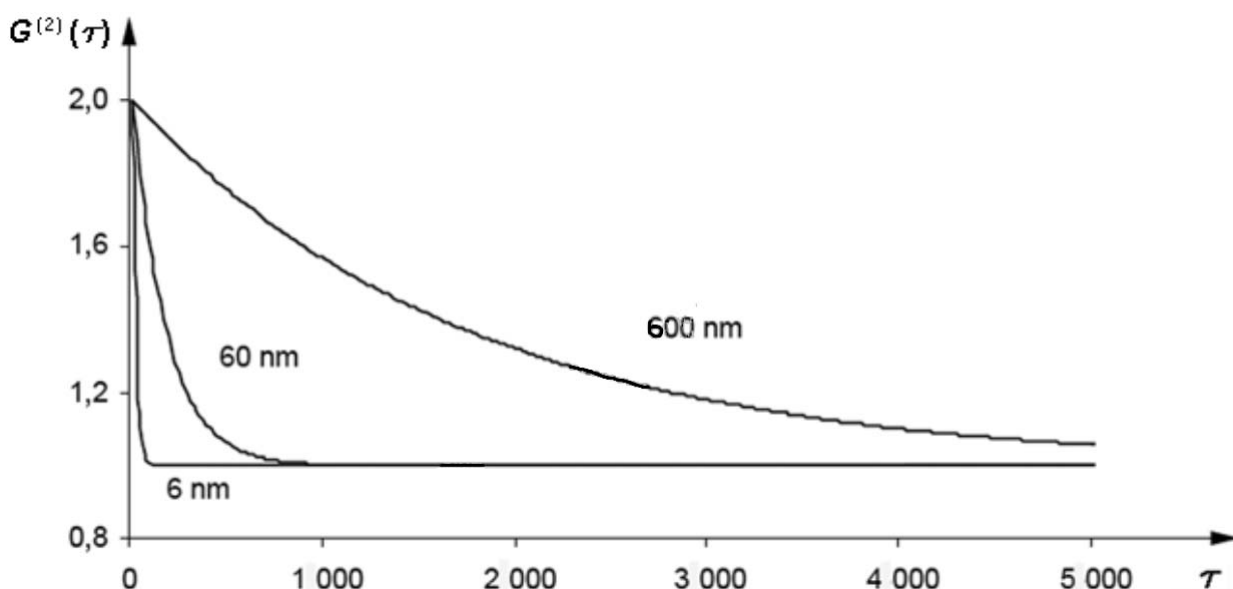
- ۱) متوسط اندازه ذره (\bar{X}_{DLS}) که میانگین و انحراف استاندارد حداقل سه بار اندازه‌گیری (مطابق با استاندارد ملی ایران، شماره ۱۱۷۸۹) باشد؛
- ۲) PI، که میانگین و انحراف استاندارد حداقل سه بار اندازه‌گیری (مطابق با استاندارد ملی ایران، شماره ۱۱۷۸۹) باشد؛
- ۳) اگر متوسط مقادیر \bar{X}_{DLS} و PI وابسته به غلظت باشند، مقادیر آن‌ها از رقیق بودن پایانی و پایین‌ترین غلظت درون یابی می‌شود؛
- ۴) تمام اطلاعات مورد نیاز برای تعیین مشخصات کامل نمونه شامل جزییات شکل و یکنواختی می‌باشد؛
- ۵) روش نمونه برداری مورد استفاده، اگر شناخته شده باشد؛
- ۶) روش آزمون استفاده شده به همراه ارجاع به این استاندارد ملی؛
- ۷) شماره و نوع دستگاه؛
- ۸) شرایط پراکنش:
- ۹-۱) مایع پراکنده کننده و روش پاک سازی آن؛
- ۹-۲) غلظت ذره‌ای ماده؛
- ۹-۳) مواد پراکنده ساز و غلظت آن‌ها؛
- ۹-۴) روش پراکنده سازی؛
- ۹-۵) شرایط فراسوت: بسامد و توان اعمال شده (در صورت نیاز)؛
- ۱۰) شرایط اندازه‌گیری:
- ۱۰-۱) غلظت های واقعی بررسی شده؛
- ۱۰-۲) گرانیوی و ضریب شکست مایع پراکنش؛
- ۱۰-۳) دمای نمونه؛
- ۱۱) مشخصات آزمون گر:
- ۱۱-۱) نام و مکان آزمایشگاه؛
- ۱۱-۲) نام کامل یا اختصاری کاربر؛
- ۱۱-۳) تاریخ؛
- ۱۲) ثبت تمام جزییات عملکردی که در این استاندارد مشخص نشده، یا به صورت اختیاری است، به همراه جزییات هر اتفاقی که ممکن است بر نتایج تاثیر بگذارد.

پیوست الف
(اطلاعاتی)
آنالیز بسامد و تابع همبستگی

الف-۱ آنالیز تابع همبستگی

الف-۱-۱ خود همبستگی^۱

یک پرتو نور لیزری هم‌گرا^۲ و تک‌رنگ، نمونه مورد آزمون با حجم کم در یک سلول را روشن می‌کند. نور پراکنده شده به وسیله ذرات در نمونه مورد آزمون به وسیله یک آشکارساز اندازه‌گیری می‌شود. نور پراکنش در آشکارساز در یک زمان مشخص، مجموع نور پراکنش ساطع شده از تمام ذره‌ها در حجم روشن شده در مسیر آشکار ساز می‌باشد. شدت نور پراکنش با یک مقدار تاخیری از خودش همبستگی دارد (برای اطلاعات بیشتر به بند الف-۱-۳ مراجعه شود). در شکل الف-۱ نمونه‌ای از تابع خود همبستگی نشان داده شده است.



راهنما:

$G^{(2)}(\tau)$ تابع خودهمبستگی
 τ زمان همبستگی

یکا به صورت اختیاری
میکروثانیه

شکل الف-۱ - توابع خود همبستگی (نرمال شده)

استاندارد ملی ایران شماره ۱۱۷۸۹، روش اجرایی‌های ضروری برای تعیین اندازه صحیح ذره با روش خود همبستگی را فراهم می‌کند. هر چند که به نمونه‌های رقیق محدود می‌باشد.

1 - Autocorrelation
2 - Coherent

الف-۱-۲ همبستگی متقابل

دو پرتو نوری لیزری همگرا و تک‌رنگ بر روی یک نمونه آزمون کانونی شده‌اند. دو پرتو نوری هم‌دیگر را در نمونه آزمون قطع می‌کنند. هم‌پوشانی دو پرتو لیزر حجم اندازه‌گیری را تشکیل می‌دهد. نور پراکنده شده به وسیله ذرات تحت زاویه پراکندگی به وسیله دو آشکار ساز ردیابی می‌شود. بنابراین، دو اندازه‌گیری مستقل پراکندگی در حجم با اندازه مشابه انجام می‌گیرد. این مسئله تاثیر پراکندگی چندگانه را روی نتیجه اندازه‌گیری کاهش می‌دهد (به پیوست ب مراجعه شود).

توابع همبستگی متقابل اندازه‌گیری شده شبیه به توابع خود همبستگی شکل الف-۱ می‌باشند.

الف-۱-۳ آنالیز داده‌ها

الف-۱-۳-۱ آنالیز توابع

آنالیز توابع خود همبستگی یا همبستگی متقابل برای نوسانات آماری شدت پراکنش به کار می‌رود (به استاندارد ملی ایران شماره، ۱۱۷۸۹، مراجعه شود).

به طور کلی، تابع همبستگی $(G^{(2)}(\tau))$ به وسیله معادله الف-۱ تعریف می‌شود.

$$G^{(2)}(\tau) = \langle I_{SA}(t) I_{SB}(t+\tau) \rangle \quad (\text{الف-۱})$$

که در آن:

$I_{SA}(t)$ شدت پراکنش پرتو A در زمان t می‌باشد؛

$I_{SB}(t+\tau)$ شدت پراکنش پرتو B در زمان $t+\tau$ می‌باشد.

گروه‌های زاویه‌دار نشان‌دهنده میانگین مجموع محتویاتشان می‌باشند. اگر تنها یک آشکار ساز مورد استفاده قرار گیرد، شدت‌های $I_{SA}(t)$ و $I_{SB}(t)$ با هم یکسانند و تابع شدت خود همبستگی به وسیله تابع $(G^{(2)}(\tau))$ مطابق معادله الف-۲ به دست می‌آید:

$$G^{(2)}(\tau) = \langle I_S(t) I_S(t+\tau) \rangle \quad (\text{الف-۲})$$

که در آن:

$I_S(t)$ شدت پراکنش در زمان t می‌باشد؛

$I_S(t+\tau)$ شدت پراکنش در زمان $t+\tau$ می‌باشد.

در حالت آشکارسازی همودین، تابع همبستگی شدت پراکنش $(G^{(2)}(\tau))$ به وسیله معادله الف-۳ (معادله سیگرت) به تابع همبستگی میدان الکتریکی $(g^{(1)}(\tau))$ مربوط می‌باشد.

$$G^{(2)}(\tau) = A \left[1 + B |g^{(1)}(\tau)|^2 \right] \quad (\text{الف-۳})$$

که در آن:

A ضریب نرمال سازی می‌باشد؛

B ضریب دستگاهی می‌باشد.

برای نمونه‌های چند پخشی ($g^{(1)}(\tau)$) به وسیله معادله الف-۴ به تابع توزیع نرمال شده از آهنگ‌های واپاشی ($C(\Gamma)$) مربوط می‌شود.

$$g^{(1)}(\tau) = \int_0^{\infty} C(\Gamma) \exp(-\Gamma\tau) d\Gamma \quad (\text{الف-۴})$$

با

$$\int_0^{\infty} C(\Gamma) d\Gamma = 1 \quad (\text{الف-۵})$$

آهنگ‌های واپاشی (Γ) به وسیله معادله الف-۶ به ضرایب پخش انتقالی ذرات کروی مربوط می‌شوند.

$$\Gamma = Dq^2 \quad (\text{الف-۶})$$

که در آن:

D ضریب پخش انتقالی دسته‌ای از ذرات تحت تابش می‌باشد؛

q مدول‌های بردار پراکندگی می‌باشد که به وسیله معادله الف-۷ به دست می‌آید.

$$q = 4\pi n \sin(\theta/2) / \lambda_0 \quad (\text{الف-۷})$$

که در آن:

n ضریب شکست محیط پراکنش می‌باشد؛

λ_0 طول موج لیزر در خلاء می‌باشد.

قطر ذره (x) به وسیله معادله استوکس - انیشتین از معادله الف-۸ محاسبه می‌شود. با فرض این که نمونه بررسی شده از یک دسته ذرات کروی شکل و بی اثر تشکیل شده است:

$$x = \frac{K_B T}{3\pi\eta D} \quad (\text{الف-۸})$$

که در آن:

D ضریب پخش انتقالی دسته‌ای از ذرات تحت تابش می‌باشد؛

K_B ثابت بولتزمن می‌باشد؛

T دمای مطلق می‌باشد؛

η گرانیوی محیط پراکنده کننده می‌باشد.

دو روش برای محاسبه متوسط اندازه ذره و PI وجود دارد.

الف-۱-۳-۲ روش کومولان‌ها

در روش کومولان‌ها، تابع همبستگی شدت ($G^{(2)}(\tau)$) حول مقدار متوسط (\bar{I}) بسط پیدا می‌کند که منجر به یک چند جمله‌ای می‌شود که به طور معمول در سری‌ها به منظور کاربردی شدن بعد از عبارت درجه دوم حذف می‌شوند (به معادله الف-۹ مراجعه شود).

$$G^{(2)}(\tau) \approx A [1 + B \exp(-2\Gamma\tau + \mu_2\tau^2)] \quad (\text{الف-۹})$$

که در آن:

$$\mu_2 = (\Gamma - \bar{\Gamma})^2 \quad (\text{الف-۱۰})$$

کومولان‌های محاسبه شده به شدت وزنی توزیع اندازه ذره مربوط می‌شوند. متوسط اندازه ذره (\bar{x}_{DLS}) با استفاده از معادلات الف-۶ تا الف-۸ با متوسط آهنگ واپاشی (Γ) محاسبه می‌شود.

IP به این صورت تعریف می‌گردد:

$$PI = \frac{2\mu_2}{\Gamma^2} \quad (\text{الف-۱۱})$$

توجه شود، که در عمل، PI به دست آمده از آنالیز کومولان ممکن است با PI تخمین زده شده از معادله ۲ متفاوت باشد.

الف-۱-۳-۳ معکوس لاپلاس برای توزیع اندازه ذره

در این روش‌ها، معادله الف-۴ برای توزیع آهنگ‌های واپاشی ($C(\Gamma)$) حل می‌شود. آهنگ‌های واپاشی (Γ) به وسیله معادله‌های الف-۶ تا الف-۸ به اندازه‌های ذره مرتبط هستند. چندین روش برای حل این معادله غیر خطی مورد استفاده قرار می‌گیرد. مرحله اول شامل خطی کردن معادله الف-۴ با تثبیت محدوده اندازه ذره و تقسیم محدوده به یک دسته گسسته از اندازه‌های ذره‌ای ثابت $\{x_i, i = 1 \dots N\}$ می‌باشد. در قدم دوم جزء شدت وزنی ذرات، $\{\Delta Q_{int,i}, i = 1 \dots N\}$ با اندازه‌های x_i تعیین می‌شود. توزیع اندازه ($\Delta Q_{int,i}(x_i)$) به عنوان یک دسته گسسته از قطرها (x_i) و جزء‌های شدت وزنی متناظر، $\{\Delta Q_{int,i}, x_i, i = 1 \dots N\}$ گزارش می‌شود.

اگر شاخص‌های شکست برای ذرات و محیط معلق کننده معلوم باشند، آن‌گاه توزیع‌ها مجاز است از طریق مبنای عددی یا حجمی به دست آید. روش‌های مختلفی مورد استفاده می‌باشد. در زمان انتشار این استاندارد هیچ الگوریتم استاندارد شده‌ای که بتواند در این استاندارد قرار بگیرد وجود ندارد.

الف-۲ آنالیز بسامدها

برای یک سامانه تک پاشیدگی، شکل‌های طیف نیرو ($P(\omega)$) برای آشکار ساز همودین از معادله الف-۱۱ و برای آشکار ساز هترودین از معادله الف-۱۲ بدست می‌آید.

$$P(\omega) = (I_s)^2 \frac{2\Gamma}{\omega^2 + (2\Gamma)^2} \quad (\text{الف-۱۲})$$

$$P(\omega) = I_0(I_s) \frac{\Gamma}{\omega^2 + \Gamma^2} \quad (\text{الف-۱۳})$$

که در آن:

شدت پرتو فرودی؛	I_0
شدت پراکنده شده؛	I_s
بسامد مشخصه و	Γ

ω بسامد زاویه ای است.

بنابراین، بسامد مشخصه (Γ) به وسیله معادله‌های الف-۶ تا الف-۸ به اندازه ذره (\bar{x}_{DLS}) مربوط می‌شود. در حالت همودین، دامنه طیف توان متناسب با مربع شدت پراکندگی ($(I_s)^2$) که متناسب با غلظت نمونه می‌باشد. به نظر می‌رسد که در این حالت، هیچ پرتو اولیه پراکنده نشده‌ای با نور پراکنده شده مخلوط نشده است. فرض بر این است که شرایط ($I_0 \ll I_s$) برقرار می‌باشد. این شرط این اطمینان را می‌بخشد که این حالت همودین خالص است و هیچ ترکیبی از هترودین در آن وجود ندارد.

در حالت هترودین، پرتو مرجع ورودی لیزر با نور پراکنده شده جمع آوری شده ترکیب می‌گردد. طیف توان در حالت هترودین همیشه دارای یک مولفه از حالت همودین خواهد بود. برای آن که طیف توان به عنوان هترودین خالص تلقی گردد، مولفه همودین باید به گونه‌ای تنظیم گردد که در مقایسه با مولفه هترودین بسیار کوچک باشد. اگر ($I_0 \gg I_s$) باشد این شرایط قابل دسترسی است. در غلظت‌های بالا و به تبع آن I_s بالا، برای اطمینان از این که با شرایط ($I_0 \gg I_s$) مطابقت داشته باشد. باید احتیاط را در دستور کار قرار داد. مخلوط حالت‌ها باعث ترکیب طیف‌های توان با بسامدهای مشخصه (Γ) در حالت هترودین و 2Γ ، در حالت همودین می‌شود.

چیش‌های زیادی برای تولید دستگاه‌هایی که در هر دو حالت همودین و هترودین کار کند، انجام گرفته است.

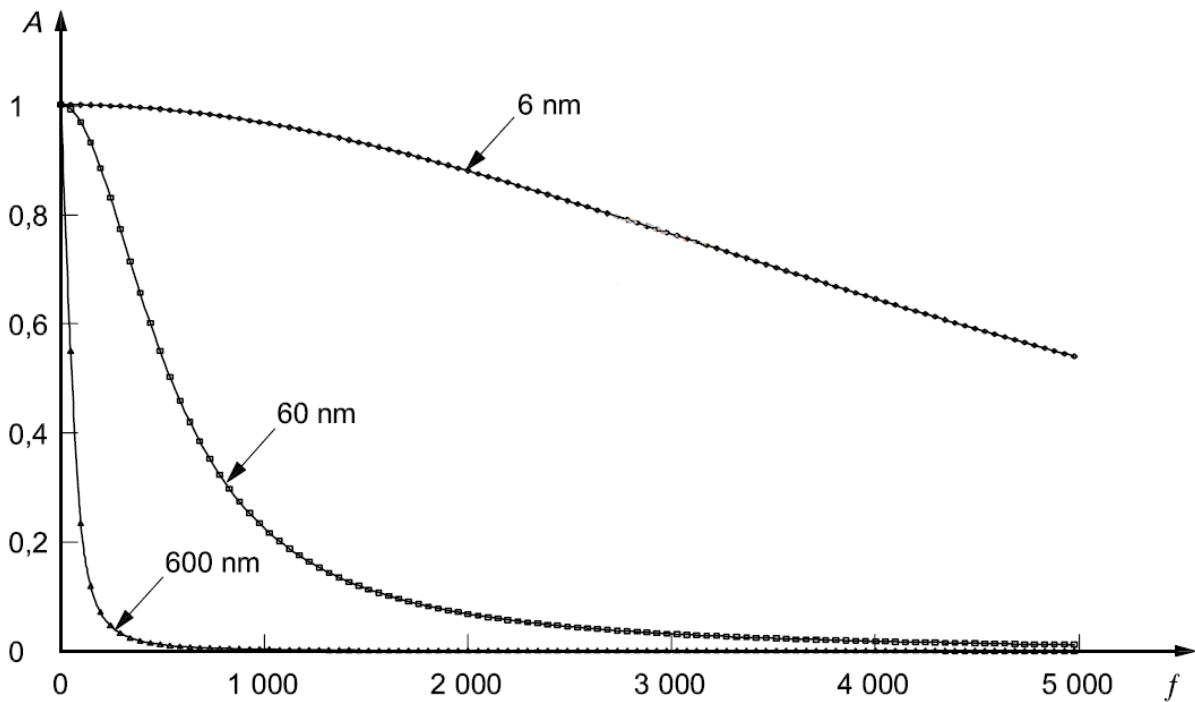
طیف توان یک تابع لورنتزی می‌باشد که با معادله‌های الف-۱۱ و الف-۱۲ به دست می‌آید. مشخصه بسامد (Γ) به طور معکوس با اندازه ذره متناسب است و نشان دهنده نقطه نیم توان از طیف هترودین می‌باشد (2Γ در حالت همودین). شکل الف-۲ طیف نیرو را برای اندازه‌های مختلف ذره در حالت هترودین نشان می‌دهد. رابطه معکوس بسامد مشخصه با اندازه ذره بدیهی می‌باشد.

برای یک سامانه چندپراکندگی، طیف‌های نیروی نرمال شده مربوط به توزیع فرکانس‌های مشخصه یا عکس نرخ واپاشی ($C(2\Gamma)$) می‌باشد که برای حالت‌های همودین و هترودین از معادله‌های الف-۱۳ و الف-۱۴ محاسبه می‌شود.

$$P_1(\omega) = \int_0^{\infty} C(\Gamma) \frac{\Gamma}{\omega^2 + (2\Gamma)^2} d\Gamma \quad (\text{الف-۱۴})$$

$$P_1(\omega) = \int_0^{\infty} C(\Gamma) \frac{\Gamma}{\omega^2 + \Gamma^2} d\Gamma \quad (\text{الف-۱۵})$$

معادله‌های الف-۱۳ و الف-۱۴ برای توزیع‌های ذره با روشی مشابه با روش مورد استفاده برای حل آنالیز تابع همبستگی حل می‌شوند. همچنین تکنیک‌های دیگری نیز به کار گرفته می‌شود. ابتدا، یک دسته از اندازه‌های ذره‌ای، $\{x_i, i = 1 \dots N\}$ مشخص می‌شود و سپس، کسر شدت وزنی ذرات $\{\Delta Q_{int,i}, i = 1 \dots N\}$ هر اندازه‌ای تعیین می‌گردد.



راهنما:

A دامنه، واحد دلخواه
 f بسامده، هرتز

شکل الف-۲ - طیف نیرو در حالت هترو دین (نرمال شده)

اگر شاخص‌های شکست برای هر دوی ذرات و محیط معلق کننده معلوم باشد، مجاز است توزیع‌ها را با یک مبنای عددی یا حجمی بدست آورد. روش‌های متفاوت زیادی استفاده می‌شود. در زمان انتشار، هیچ نوع الگوریتم استاندارد شده‌ای که بتوان در این استاندارد جا داد وجود ندارد.

پیوست ب
(اطلاعاتی)
اثرات غلظت

ب-۱ کلیات

DLS حرکت براونی تصادفی ذرات را جستجو می‌کند. تنها برای پراکنش‌های بسیار رقیق ذرات کروی، می‌توان ضریب پخشیدگی اندازه‌گیری شده را، از طریق معادله استوکس - انیشتین به اندازه ذره مربوط کرد. برای پراکنش‌های با غلظت بیشتر چندین محدودیت وجود دارد. عمده مشکلات ناشی از پراکنش چندگانه، بر هم کنش‌های ذره - ذره، خود پخشی و پخش جمعی می‌باشد.

ب-۲ محدودیت‌های پراکنش چندگانه

فرض می‌شود که آنالیز DLS تنها نور پراکنده شده تکی، جمع شده است. هر چه غلظت نمونه افزایش می‌یابد، احتمال این که نور پراکنده شده از طریق فعل و انفعال بعدی با سوسپانسیون در طول مسیری که نور به آشکار ساز می‌رسد، در بازه پراکنده گردد، افزایش می‌یابد. تابع همبستگی تجربی یا طیف توان به طور مناسب توسط معادله‌های الف-۴ و الف-۱۳ یا الف-۱۴ بیان نشده است. راهبردهای مختلفی برای کاهش تاثیر پراکنش چندگانه مورد استفاده قرار می‌گیرد. یک تکنیک، استفاده از یک سیستم اپتیکی که مسیر نور را درون و بیرون نمونه آزمونی کم می‌کند، می‌باشد. وسایلی بر مبنای کاهش مسیر نوری وجود دارد که بر اساس اپتیک backscatter طراحی شده‌اند. اپتیک backscatter، طراحی یک طول مسیر کوتاه را ممکن می‌سازد. حتی اگر نمونه آزمون از لحاظ اپتیکی برای طول مسیرهای طولانی مات باشد، مجاز است پراکنش چندگانه روی طول مسیرهای کوتاه ناچیز باشد. در یک اجرا، مکان اندازه‌گیری درون یک سلول، با حرکت دادن اجزای سلول تغییر می‌کند. بنابراین برای نمونه‌های آزمون با غلظت بالا، حجم اندازه‌گیری نزدیک به دیواره سلول واقع می‌باشد. در اجرای دیگر، بیشینه شدت نوری پرتو تابشی در وجه مشترک مایع و پنجره اپتیکی درون نمونه قرار دارد. حجم نمونه در این مورد در وجه مشترک قرار دارد و به یک طول مسیر حداقل برای وارد شدن نورو نیز برای جمع‌آوری نور backscatter، نیاز است.

راه دیگر برای استفاده از روش همبستگی متقابل مطابق با بند الف-۱-۲ است.

ایده این روش آن است که به طور هم‌زمان دو اندازه‌گیری پراکنش در یک هندسه سه بعدی در مسیری که دو بردار پراکنش و حجم پراکنش مشابه می‌باشند، انجام گیرد، اما بردارهای موج متناظر منطبق نمی‌باشند. روی یک صفحه در میدان دور دست، این دو پرتو لیزر دو الگوی نقطه‌ای تولید کرده که نسبت به یکدیگر جابجا می‌شوند. بدیهی است که سیگنال‌های دو آشکار ساز که در مکان نقاط معادل قرار گرفته‌اند، همبستگی دارند. هر چند همبستگی کامل نمی‌باشد، زیرا از یک طرف هر دوی آشکار سازها نور را از آزمون

۱ - در فیزیک backscatter به پراکنش شدن امواج، ذرات یا سیگنال‌های به سوی منبع تولید و یا مسیر حرکت اولیه اطلاق می‌گردد.

پراکندگی دیگر رصد می‌کنند و از طرف دیگر، نور چند پراکنشی پرتوهای لیزر ورودی کاملاً غیر همبسته می‌باشند. دو کمک نور پراکنش چندگانه به سیگنال آشکارساز هرچند به سیگنال وابسته به زمان کمک نمی‌کنند اما به بهبود زمینه منجر می‌شوند.

در اصل، این مسئله کمک گرفتن از پراکندگی چندگانه را مختل می‌کند. در عمل، اثرات پراکندگی چندگانه کاهش می‌یابند. محدودیت در غلظت‌های بالاتر برای ماده پراکنش، زمانی مطرح می‌شود که نور پراکنش دیگر قابل مشاهده نباشد. مشابه اپتیک‌های backscatter، غلظت‌های بالاتر می‌تواند از طریق کاهش طول مسیر نوری قابل دست‌یابی باشد.

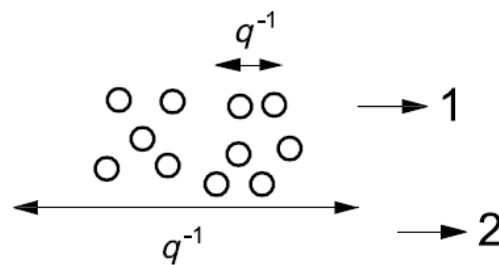
ب-۳ محدودیت‌های برهم‌کنشی ذره - ذره

در نظریه DLS فرض می‌شود که ذرات معلق تنها با مولکول‌های معلق محیط برهم‌کنش دارد. هر چقدر غلظت سوسپانسیون افزایش می‌یابد، متوسط فاصله بین ذرات کاهش می‌یابد و فعل و انفعالاتشان افزایش می‌یابد.

برای نمونه‌های غلیظ، DLS انتشار یک مجموعه کلی از تعداد زیادی ذره را بررسی می‌کند نه این‌که آن‌ها را به صورت ضریب انتشار ذره‌ای تکی در نظر می‌گیرد. با توجه به اندازه ذره، غلظت، زاویه پراکندگی و طول موج لیزر، دو ضریب پخشیدگی مختلف قابل شناسایی است. نسبت متوسط فاصله بین ذرات، h ، به معکوس مدول‌های بردار پراکندگی، q^{-1} ، تعیین خواهد کرد که کدام یک از شرایط زیر اتفاق می‌افتد (به شکل ب-۱ مراجعه شود).

اگر $q^{-1} < h/2\pi$ باشد، خودپخشیدگی ذرات منفرد در حضور تعداد زیادی از دیگر ذرات به وسیله DLS مشاهده می‌شود.

اگر $q^{-1} > h/2\pi$ باشد، پخشیدگی جمعی مجموعه‌ای از ذرات مشاهده می‌گردد.



راهنما:

- | | |
|--------------|---|
| خودپخشیدگی | ۱ |
| پخشیدگی جمعی | ۲ |

شکل ب-۱ تاثیر نسبت متوسط فاصله میان ذرات و مدول بردار پراکندگی معکوس در پخشیدگی

هر دو حالت به نام‌های خود پخشیدگی، D_s ، و انتشار جمعی، D_c ، قادر به توصیف شدن توسط یک ضریب پخشیدگی متفاوت هستند. هر دو ضرایب پخش از طریق مختلف وابسته به غلظت هستند.

وقتی که یک پراکنش رقیق از ذرات به طور نسبی بزرگ در نمونه آزمون اندازه گیری می‌شود، مدول‌های معکوس بردار پراکندگی، q^{-1} (به معادله الف-۷ مراجعه شود)، کوچک‌تر از متوسط فاصله بین ذرات می‌باشد.

$$\frac{h}{2\pi} = \frac{x}{2(6\pi^2\phi)^{1/3}} \quad (\text{ب-۱})$$

که در آن:

x اندازه ذره و

ϕ جزء حجمی ذره‌ای است.

بنابراین، ضریب خودپخشی هر ذره مشاهده می‌شود. هرچند، زمانی که غلظت ذره‌ای افزایش می‌یابد و یا برای ذرات نسبتاً کوچک‌تر متوسط فاصله بین ذرات، کوچک‌تر از بردار پراکندگی می‌شود؛ پخش جمعی ذرات به جای خود پخشی در نظر گرفته می‌شود.

در نتیجه، اندازه ظاهری ذره محاسبه شده به وسیله معادله استوکس - انیشتین از طریق ضریب پخش اندازه گیری شده می‌تواند با غلظت ذره ای کاهش و افزایش یابد.

توجه شود که بحث بالا و به خصوص معادله استوکس - انیشتین برای ضریب پخش انتقالی، تنها برای ذرات کروی صدق می‌کند. برای یک ذره ناهمگن، ضریب پخش اندازه گیری شده، انطباق (سوپرپوزیشن) ضرایب پخش انتقالی و دورانی می‌باشد.

در آخر این‌که برخوردهای بین ذره ای، تاثیر زیادی روی پخش ذره اندازه گیری شده دارند. چندین نوع بر هم کنش وجود دارد که محدوده آن بین مانع هیدرودینامیک خالص تا دفع الکترواستاتیک حاصله از وجود پتانسیل سطحی ذرات، جذب واندروالسی می‌باشد. هم‌چنین همگی این‌ها می‌توانند در یک زمان اتفاق بیافتند. به دلیل برخوردهای ذره‌ای، ضرایب پخش اندازه‌گیری شده، دیگر مشخصات فردی یک ذره نیستند، بلکه مشخصات کل سوسپانسیون می‌باشند.

ب-۴ اندازه گیری های سوسپانسیون‌های با غلظت بالا

برای یک نمونه ناشناس، امکان پیش بینی این‌که در چه غلظتی محدودیت‌های اشاره شده در بالا شروع به تاثیر روی اندازه ظاهری ذرات می‌کند وجود ندارد. بنابراین، توصیه می‌گردد که یک سری اندازه گیری‌ها بر روی چندین غلظت انجام شود. در غلظت‌های بالاتر، پراکندگی چندگانه، برخورد ذره - ذره و تاثیرات دیگر (مثل هندسه غیر کروی) ممکن است بر روی مقدار اندازه‌گیری شده تاثیر بگذارد. در این مورد، درون یابی اندازه ظاهری اندازه گیری شده تا غلظت صفر برای دستیابی به یک اندازه ذره عاری از هر گونه تاثیر ضروری می‌باشد. روندهای کنترلی بهتر است حداکثر غلظت مجاز برای اندازه گیری یک ترکیب ماده-مایع مخلوط کننده خاص تعیین کند. این بدان معنا است که روند تایید باید برای اندازه گیری یک نوع معین از نمونه در یک دستگاه معین انجام شود. در نظر داشته باشید که با رقیق کردن یک نمونه، اندازه ذره ممکن است به دلیل تغییرات در شیمی نمونه یا وسعت لایه مضاعف الکتریکی، تغییر کند. هرچند، اندازه ظاهری ذرات که با معادله استوکس - انیشتین برای یک غلظت ذره ای ثابت محدود محاسبه شده است می‌تواند برای کنترل کیفیت، مورد استفاده قرار گیرد، هر چند این اندازه ظاهری مجاز نیست مشابه آن اندازه‌ای که

به وسیله رقیق کردن نمونه به میزان غلظتی که در استاندارد ملی ایران به شماره ۱۱۷۸۹، پیشنهاد شده است، باشد.

کتاب شناسی

- [1] KOPPEL, D.E. Analysis of macromolecular polydispersity in intensity correlation spectroscopy: The method of cumulants. *J. Chem. Phys.* 1972, 57, pp. 4814-4820
- [2] BERNE, B.J., PECORA, R. Dynamic light scattering with applications to chemistry, biology, and physics. Wiley, New York, 1976. p. 376. [Reprinted by Dover, Mineola, NY, 2000]
- [3] PECORA, R., editor. Dynamic light scattering: Applications of photon correlation spectroscopy. Plenum, New York, 1985. 420 p.
- [4] CHU, B. Laser light scattering: Basic principles and practice, 2nd edition. Academic Press, Boston, 1991. 343 p. [Reprinted by Dover, Mineola, NY, 2007]
- [5] BROWN, W., editor. Dynamic light scattering, the method and some applications, Clarendon, Oxford, 1993. 735 p. (Monographs on the physics and chemistry of materials; No.49)
- [6] DE VOS, C., DERIEMAEKER, L., FINSY, R. Quantitative assessment of the conditioning of the inversion of quasi-elastic and static light scattering data for particle size distributions. *Langmuir*, 1996, 12, pp. 2630-2636
- [7] AUWETER, H., HORN, D.F. Fiber-optical quasi-elastic light scattering of concentrated dispersions. *J. Colloid Interface Sci.* 1985, 105, pp. 399-409
- [8] WIESE, H., HORN, D. Single-mode fibers in fiber-optic quasielastic light scattering: A study of the dynamics of concentrated latex dispersions. *J. Chem. Phys.* 1991, 94, pp. 6429-6443
- [9] DHADWAL, H.S., ANSARI, R.R., MEYER, W.V. A fiber optic probe for particle sizing in concentrated systems. *Rev. Sci. Instrum.* 1991, 62, pp. 2963-2968
- [10] BREMER, L., DERIEMAEKER, L., FINSY, R., GELADE, E., JOOSTEN, J.G.H. Fiber optic dynamic light scattering (FODLS); neither homodyne nor heterodyne. *Langmuir*, 1993, 9, p. 2008
- [11] ABERLE, L.B., HÜLSTEDE, P., WIEGAND, S., SCHRÖER, W., STAUDE, W. Effective suppression of multiply scattered light in static and dynamic light scattering. *Appl. Opt.* 1998, 37, pp. 6511-6524
- [12] OVERBECK, E., SINN, C. Three-dimensional dynamic light scattering. *J. Modern Opt.* 1999, 46, pp. 303-326
- [13] PUSEY, P.N. Suppression of multiple scattering by photon cross-correlation techniques. *Curr. Opin. Colloid Interface Sci.* 1999, 4, pp. 177-185
- [14] ABERLE, L.B., KLEEMEIER, M., HÜLSTEDE, P., WIEGAND, S., SCHRÖER, W., STAUDE, W. Comparison of 3D static light scattering experiments with Monte Carlo simulations. *J. Phys. D: Appl. Phys.* 1999, 32, pp. 22-29
- [15] DUBIN, S.B., LUNACEK, J.H., BENEDEK, G.B. Observation of the spectrum of light scattered by solutions of biological macromolecules. *Proc. Natl. Acad. Sci. USA* 1967, 57, pp. 1164-1171

[16] EINSTEIN, A. Investigations on the theory of the Brownian movement, FÜRTH, R., editor, COWPER, A.D., translator. Methuen, London, 1926. 124 p.

[17] PECORA, R. Doppler shifts in light scattering from pure liquids and polymer solutions. J. Chem. Phys. 1967, 40, pp. 1604-1614

[18] XU, R. Particle characterization: Light scattering methods. Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, 2000, 397 p. (Powder Technology Series, Vol. 13)

[19] HACKLEY, V.A., FERRARIS, C.F. The use of nomenclature in dispersion science and technology. National Technical Information Service, Springfield, VA, 2001. (NIST Recommended Practice Guide:

SP 945 and SP 946.) Also available (2008-01-03) at:

<http://www.fire.nist.gov/bfrlpubs/build02/art093.html>