

نویسندگان

داود قرایلو^۱، ساسان مرادده^۲

davoud.gharailou@gmail.com

تعیین توزیع اندازه ذرات در ابعاد نانو با استفاده از دستگاه تفرق نور پویا



چکیده

تفرق نور پویا^۱ یکی از روش‌های مناسب برای تعیین توزیع ابعاد ذرات است. در این روش، از روی حرکت براونی ذرات در سوسپانسیون کلوئیدی می‌توان توزیع ابعاد ذرات در یک محلول را مشخص نمود. در این مقاله، اصول و ساز و کار DLS مورد بررسی قرار می‌گیرد.

واژه‌های کلیدی

تفرق نور پویا، DLS، تعیین ابعاد ذرات، توزیع اندازه ذرات.

مقدمه

یکی از خواص مواد که از گذشته تا به امروز در حوزه‌های مختلف علمی و صنعتی مورد بررسی و آزمون قرار می‌گیرد، عامل اندازه ذرات است. این روزها، عامل اندازه ذرات در حوزه فناوری نانو به بحث روز تبدیل شده و در دنیا به سرعت در حال پیشرفت است. در واقع می‌توان گفت، یکی از مهمترین آزمون‌هایی که در حوزه فناوری نانو روی مواد و نمونه‌های آزمایشی انجام می‌گیرد، آزمون تعیین اندازه ذرات و در برخی موارد، تعیین توزیع اندازه ذرات است که عامل توزیع اندازه ذرات، در این مقاله مورد بحث و بررسی قرار می‌گیرد. یکی از روش‌هایی که با استفاده از آن می‌توان توزیع اندازه ذرات را حتی در ابعاد نانو به دست آورد، روش تفرق نور پویا است که به آن روش طیف‌سنجی همبستگی فوتون^۴ نیز گفته می‌شود. عملکرد این روش، براساس حرکت براونی^۵ ذرات معلق درون فاز مایع است و به همین دلیل نمونه‌هایی که با این روش می‌توانند مورد آزمایش قرار گیرند، باید به حالت سوسپانسیون و یا امولسیون باشند. دستگاه‌های متنوعی به وسیله شرکت‌های مختلف در سراسر جهان به منظور استفاده از این روش برای اندازه‌گیری و انجام آزمون ساخته شده‌است که با استفاده از روش مذکور می‌توانند توزیع اندازه ذرات را محاسبه نمایند. در همه این دستگاه‌ها ساز و کار اصلی شبیه به هم است و فقط در برخی از اجزاء جانبی با هم اختلاف دارند. در این مقاله، تئوری مورد استفاده در تعیین توزیع اندازه ذرات، اجزاء سازنده دستگاه و مراحلی را که برای به دست آوردن توزیع اندازه ذرات با استفاده از دستگاه طی می‌شود، به طور خلاصه بیان می‌کنیم.

تفرق نور پویا و حرکت براونی

همان‌طور که گفته شد، دستگاه DLS برای تعیین توزیع اندازه ذرات در ابعاد نانو از روش تفرق نور پویا استفاده می‌نماید. زمانی که ذرات درون محلول پخش‌کننده قرار می‌گیرند، مولکول‌های محلول پخش‌کننده نیرویی به ذرات اعمال می‌نمایند. اعمال این نیرو از سوی مولکول‌های محلول پخش‌کننده سبب حرکت ذرات می‌شود و ذرات درون محلول پخش‌کننده به‌طور تصادفی حرکت می‌نمایند. به حرکت تصادفی ذرات درون محلول پخش‌کننده بر اثر اعمال نیرو از سوی مولکول‌های محلول پخش‌کننده، حرکت براونی گفته می‌شود. در روش تفرق نور پویا با اندازه‌گیری حرکت براونی ذرات و یا به عبارت دیگر، میزان جابجایی ذرات درون محلول پخش‌کننده می‌توان به اندازه آنها پی برد. اندازه‌گیری حرکت براونی ذرات در این روش، با استفاده از دستگاه DLS و تابش پرتوهای نور مرئی از یک منبع نور از جنس نئون هلیوم با طول موج ۶۳۳ نانومتر و تجزیه و تحلیل نوسانات شدت نور متفرق شده در اثر برخورد پرتوهای نور با ذرات به‌دست می‌آید.

حرکت براونی ذرات درون محلول پخش‌کننده، وابسته به اندازه ذرات است. هر چه اندازه ذره درون محلول پخش‌کننده بزرگ‌تر باشد، حرکت براونی ذره آهسته‌تر شده و به همین ترتیب، با کوچک‌تر شدن اندازه ذره، حرکت آن درون محلول پخش‌کننده سریع‌تر می‌شود. البته لازم به ذکر است که حرکت براونی ذرات به عوامل دیگری نیز وابسته است که می‌توان از میان آنها به دما و ویسکوزیته اشاره نمود. توجه به این نکته لازم و ضروری است که عوامل تأثیرگذار در انجام آزمون، باید ثابت باشند در غیر این صورت، آزمون انجام شده می‌تواند دارای خطا باشد. سرعت حرکت براونی به‌صورت یک عامل ویژه تعریف می‌شود. این عامل که سرعت حرکت براونی ذرات را برای به‌دست آوردن آن محاسبه می‌شود، عامل ضریب نشر انتقالی^۷ نامگذاری شده‌است. بنابراین، محاسبه اندازه جابجایی ذرات درون محلول پخش‌کننده یا همان حرکت براونی ذرات منجر به دستیابی عامل ضریب نشر انتقالی خواهد شد.

معادله استوک - انیشتین^۸

بین حرکت براونی ذرات و یا به عبارت دیگر بین عامل ضریب نشر انتقالی با اندازه ذرات رابطه‌ای وجود دارد. با استفاده از این رابطه موجود بین حرکت براونی و اندازه ذرات که به رابطه استوک - انیشتین معروف است و همچنین با به‌دست آوردن ضریب نشر انتقالی می‌توان به توزیع اندازه ذرات نمونه مورد آزمایش دست یافت. معادله استوک - انیشتین به‌صورت زیر است:

$$d(H) = \frac{kT}{3\pi\eta D}$$

که در آن:

$d(H)$: اندازه هیدرودینامیکی، k : ثابت بولتزمن^۹، D : ضریب نشر انتقالی ذره، η : ویسکوزیته^{۱۰} و T : دمای مطلق است.

البته باید به این نکته نیز توجه داشت که اندازه ذرات به‌دست آمده با این روش، اندازه حقیقی ذرات نیستند، بلکه اندازه هیدرودینامیکی^{۱۱} آنها است. زمانی که ذره درون محلول پخش‌کننده قرار می‌گیرد، لایه‌ای دور ذره تشکیل می‌شود و سطح آن را می‌پوشاند که به لایه دوگانه الکتریکی^{۱۲} معروف است. هنگامی که با روش تفرق نور پویا اندازه ذره محاسبه می‌شود، در واقع اندازه ذره به‌علاوه لایه دوگانه الکتریکی به‌وجود آمده دور آن به‌دست می‌آید.

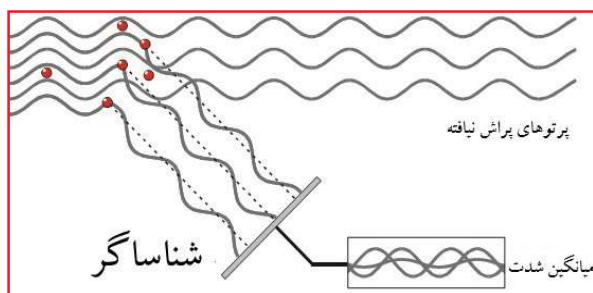
همان‌طور که در معادله استوک - انیشتین نیز دیده می‌شود، برای محاسبه اندازه ذرات، عوامل ضریب نشر انتقالی ذره، ویسکوزیته و دمای مطلق مورد نیاز است. در انجام این آزمون با دستگاه DLS عوامل ویسکوزیته و دمای مطلق باید به نرم‌افزار دستگاه داده شود و دستگاه با محاسبه عامل ضریب نشر انتقالی که با اندازه‌گیری حرکت براونی ذرات حاصل می‌شود، می‌تواند توزیع اندازه ذرات را تعیین نماید.

لازم به ذکر است که حرکت براونی ذرات، یکی از عواملی است که عامل ضریب نشر انتقالی به آن وابسته است و عوامل دیگری نظیر ملطت سوسپانسیون، ساختار سطح و شکل هندسی ذرات نیز می‌توانند به اندازه چند نانومتر روی نتایج به‌دست آمده از این روش، تأثیرگذار باشند. بعد از توضیحات داده شده درباره معادله استوک - انیشتین، حال روشی را که دستگاه DLS برای به‌دست آوردن اندازه حرکت براونی ذرات مورد استفاده قرار می‌دهد، شرح داده می‌شود.

تغییرات شدت تفرق نور و محاسبه میزان حرکت براونی ذرات

با توجه به مطالبی که بیان شد، از دستگاه DLS می‌توان برای اندازه‌گیری حرکت براونی ذرات مورد آزمایش و همچنین به‌منظور تعیین توزیع اندازه ذرات استفاده نمود. اندازه‌گیری حرکت براونی ذرات با استفاده از محاسبه میزان نوسانات در شدت پرتوهای نور متفرق شده به وسیله ذرات تعیین می‌شود. حال این سوال مطرح می‌شود که دستگاه چگونه می‌تواند با استفاده از نوسانات و یا به عبارت ساده‌تر، تغییرات شدت پرتوهای نور متفرق شده، اندازه حرکت براونی ذرات را تعیین نماید؟

همان‌طور که در شکل (۱) مشاهده می‌شود، پرتوهای نور از منبع تابش به سل نمونه یا کیووت^{۱۳} می‌تابند. پرتوهای نور تابیده شده به‌وسیله ذرات درون سوسپانسیون متفرق می‌شوند.



شکل ۱: تفرق نور به وسیله ذرات درون کیووت

دستگاه DLS از روی تغییرات الگوی نقطه‌ای که به صورت کم‌نور شدن و پرنور شدن نقاط تیره و روشن است، می‌تواند تغییرات شدت پرتوهای نور متفرق شده به وسیله ذرات را محاسبه نماید که تعیین شدت تفرق پرتوهای نور، به اندازه‌گیری حرکت براونی ذرات منتهی می‌شود.

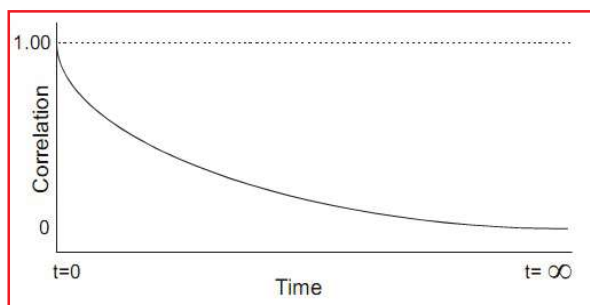
اگر در نزدیکی کیووت یک صفحه نمایش برای مشاهده شدت تفرق پرتوهای نور قرار بگیرد، تفرق پرتوهای نور به وسیله ذرات، روی این صفحه نمایش که شناساگر^{۱۴} نامیده می‌شود، قابل رؤیت است. روی شناساگر الگویی از نقاط تیره و روشن دیده می‌شود (شکل ۲). به الگوی نمایش نقاط تیره و روشن به وجود آمده روی شناساگر، الگوی نقطه‌ای^{۱۵} گفته می‌شود.

ارتباط سنج^{۱۶} و نمودار همبستگی^{۱۷}

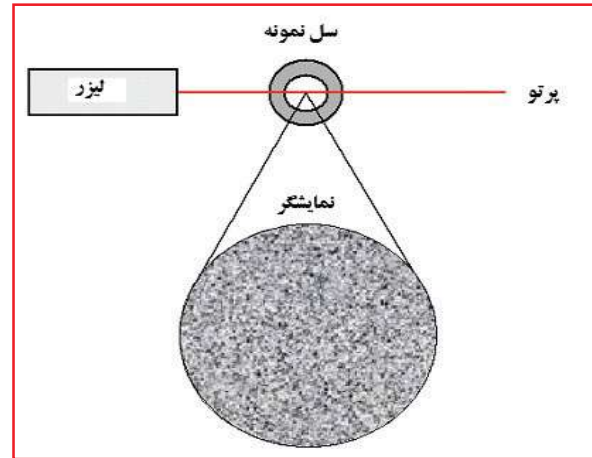
یکی از اجزای دستگاه DLS ارتباط نچ نام دارد که اساس کار آن، محاسبه میزان در شباهت بین شدت دو سیگنال به دست آمده از الگوی نقطه‌ای در یک محدوده زمانی مشخص است. در واقع می‌توان این‌طور بیان نمود که ارتباط سنج، مقایسه‌کننده سیگنال‌ها است. برا توضیح بهتر چگونگی عملکرد ارتباط سنج، قسمتی از الگوی نقطه‌ای که بر اساس تغییرات شدت تفرق پرتوهای نور ایجاد شده است، در نظر گرفته می‌شود. اگر شدت سیگنال در این قسمت از الگوی نقطه‌ای در زمان (t) با شدت سیگنال همین قسمت در یک فاصله کوتاه زمانی مثلاً (t+Δt) مقایسه شود، می‌توان مشاهده نمود که این دو سیگنال بسیار به یکدیگر شبیه هستند.

۱ همین عمل را در یک بازه زمانی که کمی بزرگ‌تر از حالت قبل است مثلاً (t+2Δt) تکرار شود، همین ارتباط و شباهت مشاهده می‌شود، و می‌توان شباهت از حالت (t+Δt) کمتر است. حال اگر شدت سیگنال این قسمت در لحظه (t) را با شدت سیگنال در یک زمان با فاصله زمانی زیاد مقایسه شود (t=∞)، دو سیگنال هیچ ارتباطی با یکدیگر نخواهند داشت. بنابراین، نتیجه‌ای که می‌توان گرفت این است که ارتباط بین دو سیگنال از یک قسمت از الگوی نقطه‌ای با گذشت زمان کاهش می‌یابد. داده‌های استخراج شده از این شباهت‌ها در نموداری بنام نمودار همبستگی نمایش داده می‌شود.

در این نمودار حداکثر میزان شباهت بین دو سیگنال از یک قسمت از الگوی نقطه‌ای، مربوط به شباهت سیگنال شدت در لحظه (t) با خودش است که برابر با عدد (۱) بوده و این عدد در حالتی که هیچ ارتباطی بین دو سیگنال وجود نداشته باشد، یعنی در لحظه (t=∞)، به سمت عدد صفر میل می‌نماید. در یک الگوی نقطه‌ای، فاصله زمانی دو لحظه‌ای که برای رسم نمودار همبستگی دو سیگنال به کار می‌رود، در حد میکروثانیه است.

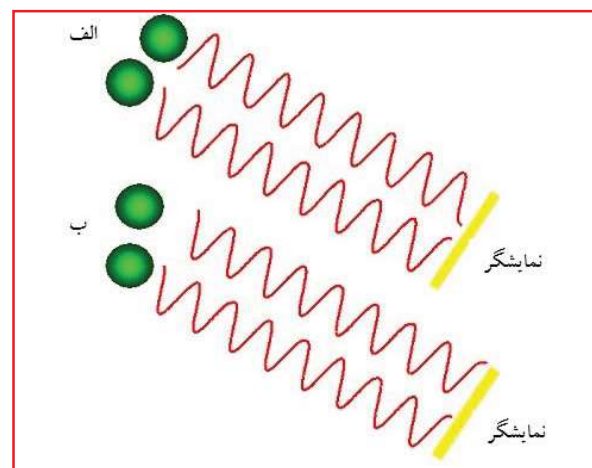


شکل ۴: نمودار همبستگی قسمتی از الگوی نقطه‌ای در بازه زمانی



شکل ۲: تصویری از الگوی نقطه‌ای

نقاط تیره و روشن به وجود آمده روی شناساگر، نشان‌دهنده شدت تفرق پرتوهایی از نور است که در اثر برخورد با ذرات، ایجاد شده‌اند و حرکت و جابجایی نقاط تیره و روشن و تغییر این الگو، بیانگر حرکت براونی ذرات است. با توجه به شکل (۳)، نقاط تیره مشاهده شده، مربوط می‌شود به تفرق پرتوهایی از نور که فرکانس طول موج آنها با یکدیگر غیر هم‌فاز هستند. زمانی که این پرتوها با یکدیگر تداخل دارند، تداخل آنها از نوع مخرب است به گونه‌ای که یکدیگر را تخریب می‌کنند (مانند ذرات الف) در شکل (۳). اما نقاط روشن دیده شده، مربوط به پرتوهایی از نور هستند که فرکانس طول موج آنها با یکدیگر هم‌فاز و تداخل فرکانس آنها با یکدیگر از نوع تداخل سازنده است (مانند ذرات ب) در شکل (۳).

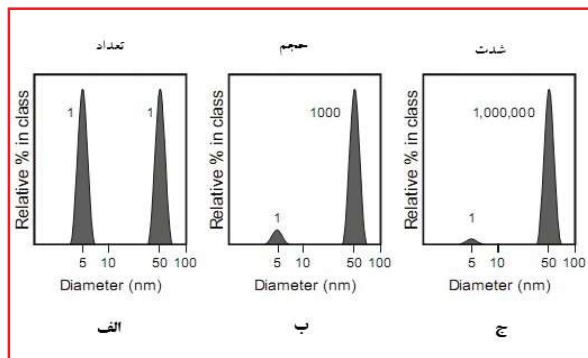


شکل ۳: نمایی از فرکانس طول موج‌های سازنده و مخرب

ذرات بر حسب شدت نور متفرق شده را می‌توان به توزیع اندازه ذرات بر حسب حجم تبدیل نمود. توزیع اندازه ذرات بر حسب تعداد نیز با استفاده از توزیع اندازه ذرات بر حسب حجم قابل محاسبه می‌شود. لازم به ذکر است که خطاهای کوچکی که در جمع‌آوری داده‌ها در نمودار همبستگی به وجود می‌آید و در نمودار توزیع اندازه ذرات بر حسب شدت نور متفرق شده ابل چشم‌پوشی است، می‌تواند به خطاهای بزرگی در توزیع اندازه ذرات بر حسب تعداد تبدیل شود.

مقایسه نمودارهای توزیع اندازه ذرات

نمودارهای توزیع اندازه ذرات در دستگاه DLS به سه شکل شدت نور متفرق شده، حجم و تعداد، ترسیم می‌شوند. بعد از دانستن چگونگی استخراج این نمودارها با استفاده از نمودار همبستگی، حال به این نکته که این نمودارها چه تفاوتی با یکدیگر دارند، پرداخته می‌شود. برای درک بهتر، این مطلب با یک مثال توضیح داده می‌شود. در این مثال فرض می‌شود که دو نمونه آزمایشی با تعداد ذرات مساوی وجود دارند که اندازه شعاع ذرات در یک نمونه ۵ نانومتر و در نمونه دیگر ۵۰ نانومتر است (در این مثال، شکل ذرات نیز کروی در نظر گرفته شده‌است). نمودارهای به دست آمده از دو نمونه در شکل (۷) آورده شده‌است.

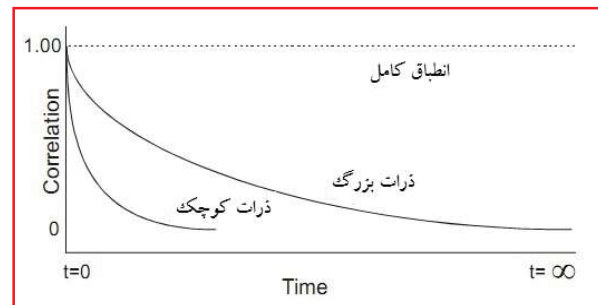


شکل ۷: نمودار توزیع اندازه ذرات در حالت‌های مختلف

همان‌طور که در نمودار (الف) دیده می‌شود، مساحت زیر منحنی توزیع اندازه ذرات بر حسب تعداد، برای هر دو نمونه با هم برابر است که تساوی این دو یک به خاطر برابر بودن تعداد ذرات در دو نمونه است. در نمودار (ب) که مربوط به نمودار توزیع اندازه ذرات بر حسب حجم می‌شود، پیک مربوط به نمونه‌ای که دارای ذرات با شعاع ۵۰ نانومتر است، ۱۰۰۰ برابر بزرگ‌تر از پیک مربوط به نمونه‌ای است که دارای ذرات با شعاع ۵ نانومتر است (حجم کره برابر است با $\frac{4}{3}\pi r^3$ به همین دلیل شعاع ذره به توان ۳ رسیده و اختلاف سطح زیر منحنی و نمونه به ۱۰۰۰ می‌رسد). نمودار (ج)، نمودار توزیع اندازه ذرات بر حسب شدت نور متفرق شده را نشان می‌دهد. شدت تفرق نور رابطه مستقیمی با اندازه ذره دارد که در این رابطه شعاع r^6 است. به همین دلیل، در دو نمونه‌ای که به عنوان مثال مطرح شده‌است، در نمودار توزیع اندازه ذرات بر حسب شدت نور متفرق شده، سطح زیر منحنی در نمونه‌ای که

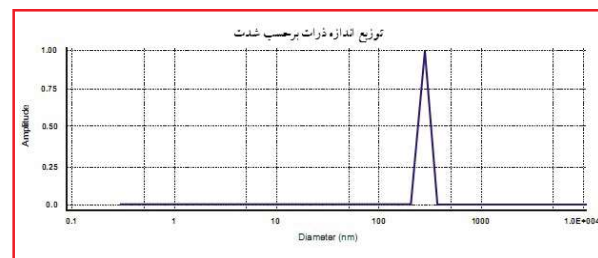
ارتباط تغییرات نمودار همبستگی با اندازه ذره

همان‌طور که در بخش‌های قبلی مقاله نیز گفته شده است، سرعت حرکت براونی ذرات با اندازه آنها در ارتباط است (معادله استوک-انیشیتین)؛ به طوری که حرکت براونی ذرات بزرگ‌تر، آرام‌تر از حرکت براونی ذرات کوچک‌تر است. پس هر چه ذراتی که مورد آزمایش قرار می‌گیرند بزرگ‌تر باشند، شدت نوسانات و یا تغییرات الگوی نقطه‌ای آنها نیز آرام‌تر است و در نتیجه شیب نمودار نزولی همبستگی در این ذرات در محدوده زمانی مشخص، با شیب کندتری سقوط می‌نماید. این حالت در مورد ذرات کوچک‌تر کاملاً برعکس است، یعنی این‌که در ذرات کوچک‌تر، نوسانات و تغییرات الگوی نقطه‌ای سرعت بیشتری رخ می‌دهد، به همین دلیل شیب نمودار نزولی همبستگی در این حالت در یک محدوده زمانی مشخص، با شیب تندتری در حال سقوط است. شیب نمودار نزولی همبستگی در نمونه‌هایی با ذرات ریز و درشت در شکل (۵) آورده شده‌است.



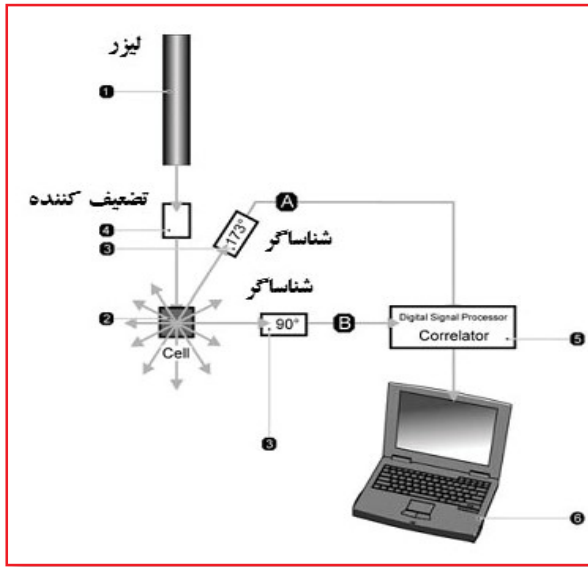
شکل ۵: نمودار همبستگی ذرات ریز و ذرات درشت بر واحد زمان

با استفاده از الگوریتم‌های به دست آمده از نرخ شیب نزولی نمودار همبستگی، دستگاه DLS، می‌تواند توزیع اندازه ذرات مورد آزمایش را بر حسب شدت نور متفرق شده از ذرات ارائه دهد. در این نمودار محور Xها توزیع اندازه ذرات است و محور Yها، شدت نسبی تفرق نور را نشان می‌دهد (شکل ۶).



شکل ۶: نمودار توزیع اندازه ذرات بر حسب شدت نور متفرق شده

از آنجایی که در برخی از آزمایش‌ها، توزیع اندازه ذرات بر حسب تعداد و یا حجم ذرات مورد نیاز است، باید نمودار توزیع اندازه ذرات بر حسب شدت نور متفرق شده را به نمودار توزیع اندازه ذرات بر حسب حجم و تعداد تبدیل نمود. ترسیم این نمودارها به کمک تئوری می^{۱۸} امکان‌پذیر است. به‌وسیله تئوری می، توزیع اندازه



شکل ۸: نمایی از اجزای اصلی دستگاه

روش تفرق بازگشتی^{۲۱}

زمانی که پرتوهای نور مرئی به ذرات برخورد می‌کنند، در اثر برخورد پرتوهای نور با ذرات، جهت حرکت آنها تغییر نموده و در جهت ای مختلف متفرق می‌شوند (شکل ۸). حال برای اندازه‌گیری شدت تفرق نور باید در تمام جهتها از شناساگرهایی برای اندازه پرتوهای متفرق شده استفاده نمود که میسر نیست. با مشاهده شکل (۸)، به خوبی مشخص است که با توجه به نوع دستگاه DLS، دو زاویه برای قرارگیری شناساگر در دستگاه تعبیه شده است. مدلی از دستگاه DLS که در این مقاله مورد بررسی قرار گرفته است، مدلی است که از شناساگر با زاویه تفرق ۱۷۳ درجه نسبت به راستای تابش پرتو استفاده می‌نماید. به شناساگرهایی که در این زاویه قرار می‌گیرند، شناساگرهای تفرق بازگشتی گفته می‌شود که نام آنها برگرفته از موقعیت قرارگیری آنها نسبت به زاویه تابش نور مرئی است. قرارگیری شناساگر در این زاویه باعث می‌شود که شناساگر شدت تفرق بازگشتی را ثبت نماید. استفاده از این روش دارای مزیت‌هایی است که عبارتند از:

۱. پرتو تابیده شده مسیر کوتاهتری را داخل نمونه طی می‌نماید و الزام عبور پرتو از تمام نمونه وجود ندارد. این مزیت روش تفرق بازگشتی باعث می‌شود که امکان انجام آزمون از نمونه‌های غلیظ، وجود داشته باشد.

۲. زمانی که پرتوهای نور به وسیله یک ذره متفرق می‌شوند، حرکت خود را در مسیر تفرق ادامه می‌دهند. در مسیر تفرق، امکان برخورد پرتوهای متفرق شده با ذرات دیگر وجود دارد و این اتفاق به وقوع می‌پیوندد. به برخورد پرتوهای متفرق شده به وسیله یک ذره با ذرات دیگر، اثر چندگانه گفته می‌شود. ویژگی استفاده از روش تفرق بازگشتی، کاهش اثر تفرق چندگانه است که کاهش این اثر دو مزیت را به همراه دارد: اول، با بهره‌گیری از روش تفرق بازگشتی، میزان بروز خطاهای ناشی از اثر چندگانه کاهش می‌یابد. دوم، با کاهش اثر چندگانه، از نمونه‌هایی با غلظت‌های بالاتر،

اندازه ذرات آن ۵۰ نانومتر است، ۱۰۶ برابر بزرگ‌تر از سطح زیر منحنی نمونه با اندازه ذرات ۵ نانومتر است.

اجزای دستگاه DLS

در این بخش از مقاله، اجزای تشکیل‌دهنده دستگاه به همراه نقش و کارکرد آنها، همچنین مراحل طی شده برای انجام آزمون توزیع اندازه ذرات بیان می‌شود. تمام دستگاه‌های DLS که برای آزمون توزیع اندازه ذرات به کار می‌روند، از لحاظ اجزای تشکیل‌دهنده اصلی، به (۶) قسمت مجزا تقسیم می‌شوند که تصویر بخش‌های مختلف دستگاه در شکل (۸) آورده شده است. یکی از قسمت‌های اصلی دستگاه، منبع نور لیزر دستگاه است که نقش آن تولید نور مورد نیاز برای تابش بر نمونه مورد آزمایش است. نوری که از منبع نور لیزر دستگاه تابیده می‌شود، قبل از رسیدن به نمونه، باید از قسمتی به نام تضعیف‌کننده^{۱۹} نور عبور نماید. نقش تضعیف‌کننده این است که میزان شدت نور تابیده شده از منبع را با توجه به نوع نمونه مورد آزمایش تضعیف نماید. تضعیف‌کننده می‌تواند میزان نور تابیده شده را برحسب درصد تابش از ۰/۰۰۳ تا ۱۰۰ درصد تابش تغییر دهد. زمانی که شدت نور متفرق شده از نمونه زیاد باشد، به‌گونه‌ای که انجام آزمایش ممکن نباشد، مثل نمونه‌هایی که غلظت بالایی دارند و یا نمونه‌هایی که میزان تفرق نور در آنها بالا است و همچنین در زمان‌هایی که میزان تفرق نور کمتر از حد مورد نیاز است، تضعیف‌کننده می‌تواند با کاهش شدت نور تابیده شده به اندازه مناسب و بهینه کردن مقدار شدت نور متفرق شده از نمونه، شرایط را برای انجام آزمون در وضعیت ایده‌آل فراهم نماید.

نور تابیده شده از منبع نور لیزر، بعد از عبور از تضعیف‌کننده با نمونه مورد آزمایش که به حالت سوسپانسیون و یا امولسیون درون کیووت^{۲۰} تزریق شده است، برخورد می‌نماید. کیووت یا سل یکی از اجزای اصلی دستگاه DLS است که نمونه درون آن ریخته می‌شود؛ در واقع نمونه در این مکان قرار می‌گیرد. بیشتر نوری که به کیووت می‌رسد، بدون اینکه تغییری در جهت حرکت آن ایجاد شود، به طور مستقیم از آن عبور می‌نماید. اما مقدار نوری که به نمونه آزمایشی رسیده است، در اثر برخورد با ذرات نمونه آزمایشی متفرق می‌شود. همان‌طور که در شکل (۸) نیز می‌توان مشاهده نمود، نور متفرق شده با زاویه ۱۷۳ درجه به وسیله شناساگر که یکی دیگر از اجزای دستگاه است، دریافت می‌شود. وظیفه شناساگر، اندازه‌گیری و ثبت شدت تفرق نور است. در واقع الگوی نقطه‌ای، که پیش‌تر درباره آن صحبت شد، با استفاده از شناساگر به دست می‌آید. سیگنال شدت تفرق که به شکل الگوی نقطه‌ای که با استفاده از شناساگر ثبت شده است به ارتباط‌سنج ارسال می‌شود. ارتباط‌سنج هم با مقایسه شدت تفرق در فاصله‌های مختلف زمانی، نرخ اختلاف شدت را در زمان‌های محاسبه می‌نماید. در آخرین مرحله نیز اطلاعات به دست آمده با استفاده از ارتباط‌سنج، به رایانه انتقال داده می‌شود و رایانه با یک نرم‌افزار مخصوص، داده‌های ارسالی را آنالیز می‌نماید و اطلاعات مربوط به توزیع اندازه ذرات نمایش داده می‌شود.

۱. از آنجائی که در روش تفرق نور پویا، تعیین اندازه ذرات درون محلول پخش‌کننده انجام می‌شود، اندازه ذرات، بزرگ‌تر از اندازه واقعی آنها است. علت بروز این مسئله، وجود لایه دوگانه الکتریکی است که ذره را احاطه کرده است.

۲. این روش مشابه بسیاری از روش های اندازه گیری ذره، شکل ذرات را به‌صورت کروی در نظر می‌گیرد. کروی در نظر گرفتن ذرات، سبب ایجاد درصدی اشتباه در نتیجه اعلام شده به وسیله دستگاه می‌شود. به‌عنوان مثال، اگر شکل ذرات به‌صورت میله‌ای باشد، در واقع طول میله به‌عنوان قطر یک کره در نظر گرفته می‌شود. بنابراین، تغییرات کوچک در طول میله می‌تواند به‌طور مستقیم روی اندازه ذرات تأثیرگذار باشد، در حالی که تغییرات در قطر میله، تأثیری روی اندازه ذرات اندازه‌گیری شده، نخواهد داشت.

۳. ساختار سطح ذره روی اندازه ذرات می‌تواند نقش داشته باشد. لایه دوگانه الکتریکی ایجاد شده روی سطوح صاف و مسطح مانند ی سطح پلیمری، بزرگ‌تر از لایه دوگانه الکتریکی به‌وجود آمده روی یک سطح ناهموار است.

۴. برخی از عوامل مورد نیاز برای انجام آزمون توزیع اندازه ذرات، نظیر ویسکوزیته محلول پخش‌کننده، ضریب جذب^{۲۲} نور ذره، ضریب شکست^{۲۳} محلول پخش‌کننده و ضریب شکست ذره و غیره به‌صورت دستی در رایانه متصل به دستگاه وارد می‌شود. لذا وجود دستگاه‌های آزمایشگاهی ویسکومتر^{۲۴} و رفراکتومتر^{۲۵} برای بالا بردن دقت نتیجه آزمون می‌تواند مفید باشد.

۵. حرکت براونی ذرات درون محلول پخش‌کننده با اندازه آنها رابطه دارد که این رابطه به معادله استوک - انیشتین معروف است. به غیر از اندازه ذره، عوامل دیگری نیز نظیر دما و غلظت سوسپانسیون نیز روی حرکت براونی ذره تأثیرگذارند. پس در هنگام انجام آزمون توزیع اندازه ذرات با دستگاه زتاسایزر، عامل دما باید ثابت بوده و عامل غلظت نیز باید مطابق با استاندارد باشد. استاندارد بین‌المللی غلظت در آزمون توزیع اندازه ذره ISO13321 part 8 1996 است که میزان این غلظت ۱۰ میلی‌مول نمک طعام است. میزان لایه دوگانه الکتریکی که در این غلظت به‌وجود می‌آید، همان اندازه‌ای است که قابل انتظار است.

۶. چون این روش آزمون قادر به ارائه توزیع اندازه ذرات است، در صنایع بسیاری مثل سرامیک و داروسازی که میانگین اندازه ذره ۱ بیت فراوانی دارد، رایج شده‌است.

۷. برخی از محصولات تولیدی به حالت سوسپانسیون هستند، به همین دلیل اندازه ذرات آنها در حالت سوسپانسیون حایز اهمیت است. دستگاه زتاسایزر برای انجام آزمون روی این دسته از نمونه‌ها بسیار مناسب است.

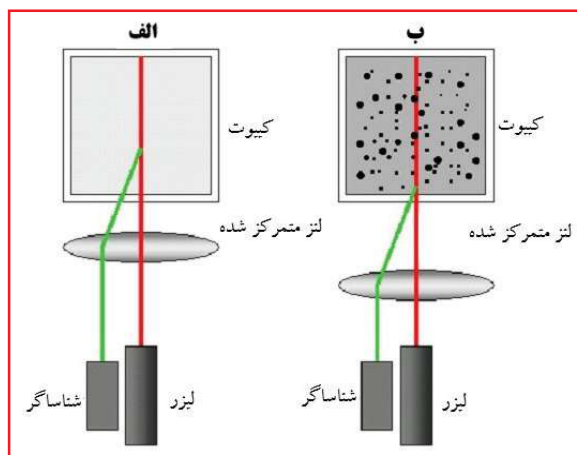
۸. توجه به توضیحات داده شده، به نظر نگارنده، انجام آزمون با روش دیگری مانند میکروسکوپ الکترونی عبوری که احتمال خطا در آن حداقل است، انجام شود و از آزمون توزیع اندازه ذرات با دستگاه زتاسایزر بهتر است که به‌عنوان مکمل سایر آزمون‌ها استفاده نمود.

می‌توان آزمون توزیع اندازه ذرات را به‌عمل آورد.

۳. در هنگام انجام آزمون به طرق مختلف، آلاینده‌هایی نظیر گرد و غبار وارد محلول پخش‌کننده و در واقع وارد نمونه آزمایشی می‌شوند. اندازه آلاینده‌ها معمولاً خیلی بزرگ‌تر از اندازه ذراتی هستند که مورد آزمایش قرار می‌گیرند. اغلب، جهت پرتوهای نور متفرق شده از ذرات خیلی بزرگ به سمت جلو است. بنابراین، با اندازه‌گیری پرتوهای تفرق بازگشتی نمونه‌ها، اثر آلاینده‌هایی نظیر گرد و غبار و در کل آلاینده‌های بزرگ تا حد زیادی کاهش می‌یابد.

قابلیت جابجایی لنز

یکی از اجزای جانبی دستگاه DLS نشان است که کار آن، متمرکز کردن رتوهای تابیده شده از منبع نور در یک محدوده از نمونه به‌منظور انجام آزمون است. با توجه به ویژگی‌های نمونه مورد آزمایش، محدوده مورد بررسی در نمونه می‌تواند تغییر کند. انتخاب محدوده‌ای از نمونه مورد آزمایش برای انجام آزمون، به‌وسیله جابجایی در فاصله موجود بین لنز با کیووت انجام می‌گیرد. شکل (۹) نمایی از چگونگی عملکرد این لنزها را در دستگاه DLS نشان می‌دهد. همان‌طور که در شکل نیز دیده می‌شود، در نمونه‌هایی با ذرات بزرگ و همچنین در نمونه‌هایی با غلظت بالا، لنز متحرک با افزایش فاصله خود با کیووت، محدوده ابتدایی کیووت را مورد تابش پرتوها قرار می‌دهد تا نتیجه حاصل از آزمون دارای کمترین خطا و اشتباه باشد. در نمونه‌هایی با ذرات کوچک و همچنین در نمونه‌های با غلظت کم، لنز متحرک با کاهش فاصله خود با کیووت، محدوده‌ای از نمونه را که مورد تابش پرتو قرار می‌گیرد، افزایش می‌دهد. افزایش منطقه مورد تابش به وسیله منبع نور و در واقع انجام آزمون در یک محدوده وسیع‌تر از نمونه، این امکان را فراهم می‌آورد که نتیجه به‌دست آمده از تعداد ذرات رری حاصل شود و این مسئله به این معنی است که جواب به میانگین توزیع اندازه ذرات نزدیک‌تر است.



شکل ۹: نمایی از لنز متحرک

پی نوشت

۱. کارشناس ارشد فناوری نانو، آزمایشگاه فناوری نانوکفا
۲. کارشناس ارشد مهندسی مواد، آزمایشگاه فناوری نانوکفا
3. Dynamic light scattering(DLS)
4. Photon Correlation Spectroscopy
5. Brownian Motion
6. Dispersant
7. Translational Diffusion Coefficient
8. Stokes-Einstein
9. Boltzmann's Constant
10. Viscosity
11. Hydrodynamic Diameter
12. Electrical double layer
13. Cell
14. Detector
15. speckle pattern
16. Correlator
17. Correlation Function
18. Mie
19. Attenuator
20. Cuvette
21. Back-Scatter
22. Absorption
23. Refractive Index
24. Viscometer
25. Refractometer

مراجع

- [1] Zetasizer Nano User Manual MAN0317 Issue 4.0 May 2008
- [2] www.malvern.com
- [3] www.wikipedia.com
- [4] Dynamic Light Scattering: An Introduction in 30 Minutes, DLS technical note, MRK656-01