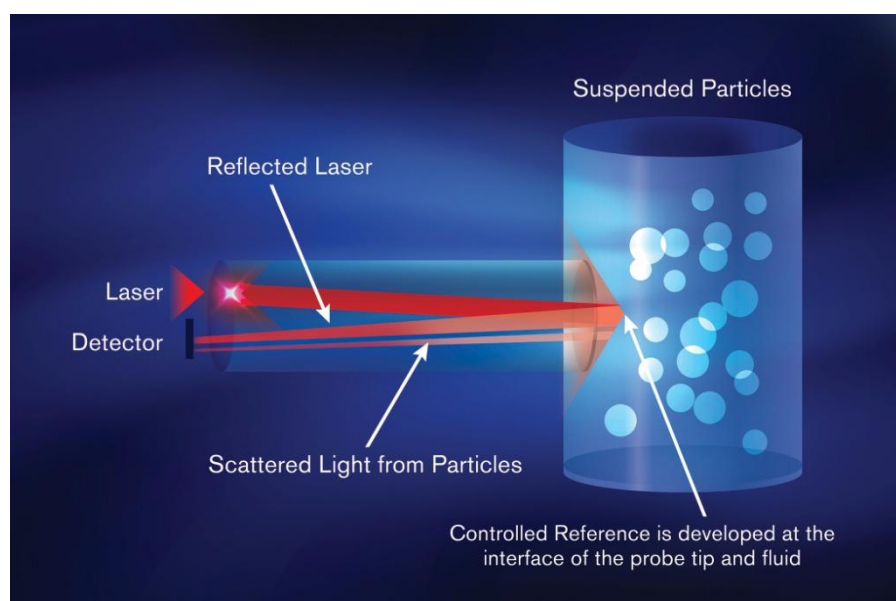


دستگاه DLS سری NANO-flex®

تفرق نور پویا (DLS) Dynamic light scattering یکی از روش های مناسب برای تعیین توزیع ابعاد ذرات است. اساس روش تفرق نور پویا (DLS) Dynamic light scattering، بر مبنای حرکت براونی ذرات در سوسپانسیون کلوئیدی است که از این طریق می توان توزیع ابعاد ذرات در یک محلول را مشخص نمود. در ادامه به بررسی اصول و ساز و کار مبانی تفرق نور پویا (DLS) Dynamic light scattering و همچنین معرفی دستگاه اندازه گیری نانوذرات DLS NANO-flex® 180° به منظور سنجش توزیع سایز نانوذرات، مبتنی بر روش تفرق بازگشتی دینامیکی نور پویا (DLS) Dynamic light scattering تحت زاویه 180° خواهیم پرداخت.

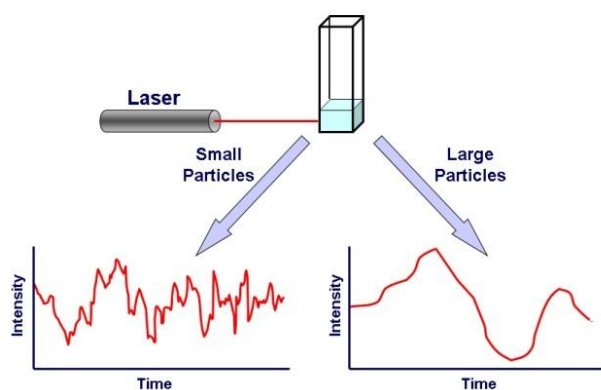


۱- مقدمه ای بر اساس روش پراکندگی دینامیکی (DLS)

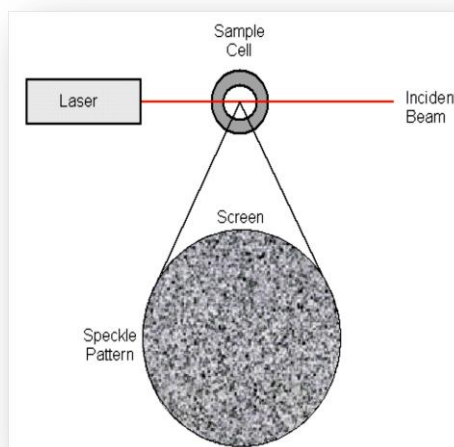
روش پراکندگی دینامیکی نور یا تفرق نور پویا که اصطلاحاً DLS (Dynamic light scattering) نامیده می شود یکی از روش های مناسب برای تعیین توزیع ابعاد ذرات است. در روش (DLS) Dynamic light scattering، از روی حرکت براونی ذرات در فاز سیال می توان توزیع ابعاد ذرات در یک محلول را مشخص کرد. اندازه گیری حرکت براونی ذرات بوسیله محاسبه میزان نوسانات شدت پرتوهای نور متفرق شده توسط ذرات کوچک و بزرگ تعیین می گردد.

دستگاه اندازه گیری نانوذرات (Dynamic light scattering) DLS NANO-flex® 180° ساخت شرکت ParticleMetrix از روی تغییرات الگوی نقطه ای که به صورت کم نور شدن و یا پر نور شدن نقاط تیره و روشن است، می تواند تغییرات شدت پرتوهای نور متفرق شده توسط ذرات را محاسبه کند که تعیین شدت تفرق پرتوهای نور، به اندازه گیری حرکت براونی ذرات منتهی می شود (شکل ۱). همانطور که گفته شد و با توجه به شکل ۲، سرعت حرکت براونی ذرات با اندازه آنها در ارتباط است (معادله استوک - انیشتین)، به طوری که هر چه ذراتی که مورد آزمایش قرار می گیرند بزرگ تر باشند، شدت نوسانات و یا تغییرات الگوی نقطه ای آنها نیز آرام تر است و در نتیجه شیب نمودار نزولی همبستگی در این ذرات در محدوده زمانی مشخص، با شیب کمتری سقوط می کند.

Intensity Fluctuations and Brownian Motion



شکل ۲. مکانیزم برخورد نور لیزر با ماده



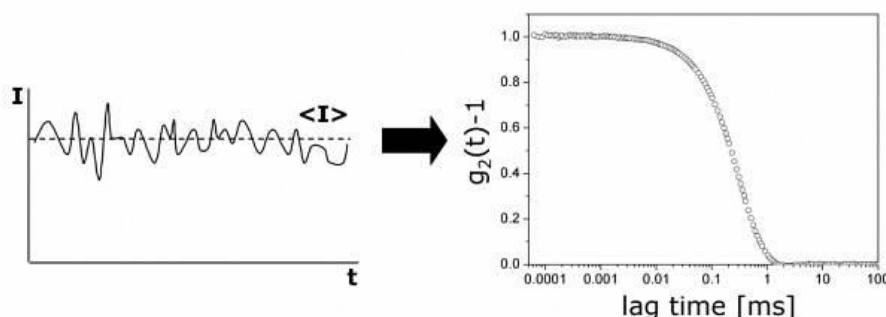
شکل ۱. الگوی نقطه ای

بنابراین، از نقطه نظر میکروسکوپیکی ذرات موجود در محلول با پراکنده نمودن نور و تجزیه و تحلیل نوسانات نور پراکنده شده این اطلاعات را در مورد ذرات در اختیار ما قرار می دهد. در حالت آزمایشگاهی آنچه شدت نوسانات را مشخصه یابی می کند، مطابق رابطه ی زیر به دست می آید؛

$$L \quad (۱)$$

ضریب پخش D به شعاع R (شعاع سطح مقطع ذرات کروی موجود در محلول ها) وابسته است که مطابق رابطه - ی استوکس - انیشتین (رابطه ۱) به دست می آید. بطوریکه k_B ثابت بولتزمن، T دما و η ویسکوزیته حلال است. این رابطه در واقع مربوط است به پخش ذرات کروی موجود در محلول ها.

همبستگی شدت را می‌توان توسط یک سخت افزار الکترونیکی (کورلیتور دیجیتالی) و نرم افزار تحلیلی آن مطابق شکل ۳ به دست آورد. $g_2(t)$ تابع همبستگی شدت بوده و نتیجه‌ی مشخصه‌یابی نوسانات شدت است.

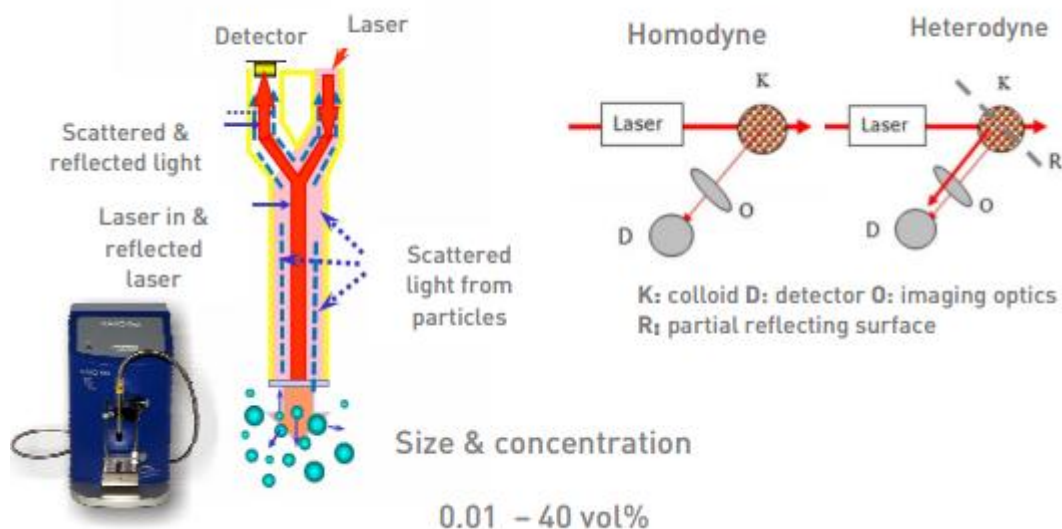


شکل ۳. نمودار تابع همبستگی شدت توسط کورلیتور دیجیتالی

با استفاده از الگوریتم‌های بدست آمده از نرخ شیب نزولی نمودار همبستگی، دستگاه (Dynamic light scattering) DLS می‌تواند توزیع اندازه ذرات مورد آزمایش را بر حسب شدت نور متفرق شده از ذرات ارائه داد.

۲- روش تفرق بازگشتی (Back-Scatter) تحت زاویه ۱۸۰°

مکانیزم روش DLS-180° در دستگاه اندازه‌گیری نانوذرات (Dynamic light scattering) NANO-flex® 180° DLS هتروداين، به گونه‌ای می‌باشد که پرتو لیزری توسط یک فیبر اپتیکی و یک پنجره‌ی سفایر (Sapphire) بر روی سطح نمونه متمرکز می‌شود. پنجره‌ی سفایر بخشی از نور فرودی لیزر را بازتاب می‌کند. به دلیل برخورداری دستگاه اندازه‌گیری نانوذرات (Dynamic light scattering) NANO-flex® 180° DLS هتروداين از نرخ سیگنال به نویز بالا، دیگر نیازی به استفاده از آشکار سازهای پیشرفته و پرهزینه نمی‌باشد. شکل ۴ شمایی است از دستگاه اندازه‌گیری نانوذرات (Dynamic light scattering) NANO-flex® 180° DLS دارای هندسه‌ی تفرق بازگشتی هتروداين؛



شکل ۴ شمای دستگاه اندازه‌گیری نانوذرات (Dynamic light scattering) DLS NANO-flex®180° دارای هندسه‌ی تفرق بازگشتی هتروداين

زمانی که پرتوهای نور مرئی به ذرات برخورد می‌کنند، در اثر برخورد پرتوهای نور با ذرات، جهت حرکت آنها تغییر نموده و درجهت‌های مختلف متفرق می‌شوند. حال برای اندازه‌گیری شدت تفرق نور باید در تمام جهات از آشکارساز برای اندازه‌گیری پرتوهای متفرق شده استفاده نمود که میسر نیست. به آشکارساز که در مسیر بازگشت پرتوهای پراکنده شده قرار می‌گیرند، آشکارساز تفرق بازگشتی گفته می‌شود که نام آنها برگرفته از موقعیت قرارگیری آنها نسبت به زاویه تابش نور مرئی است. قرارگیری آشکارساز در این زاویه باعث می‌شود که آشکارساز شدت تفرق بازگشتی را ثبت نماید. بنابراین یکی از اصلی‌ترین مزایایی که دستگاه اندازه‌گیری نانوذرات (Dynamic light scattering) DLS NANO-flex®180° دارای هندسه‌ی تفرق بازگشتی هتروداين دارد مقرون به صرفه بودن و دقت بالای آن به واسطه‌ی وجود هندسه‌ی تفرق بازگشتی ۱۸۰ درجه در آن نسبت به سایر نمونه‌ها می‌باشد که سبب شده است دستگاه اندازه‌گیری نانوذرات DLS NANO-flex®180° (Dynamic light scattering) دارای هندسه‌ی تفرق بازگشتی هتروداين از میزان نرخ سیگنال به نویز بالایی برخوردار باشد.

همچنین دستگاه اندازه‌گیری نانوذرات (Dynamic light scattering) DLS NANO-flex®180° دارای مزیت‌هایی است که عبارتند از:

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

✓ 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 دستگاه اندازه‌گیری نانوذرات (Dynamic light scattering) NANO-flex®180° DLS هتروداين، 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، می‌توان آزمون توزیع اندازه ذرات را به عمل آورد.

✓ در هنگام انجام آزمون به طرق مختلف، آلاینده‌هایی نظیر گرد و غبار وارد محلول پخش کننده 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 (۱).

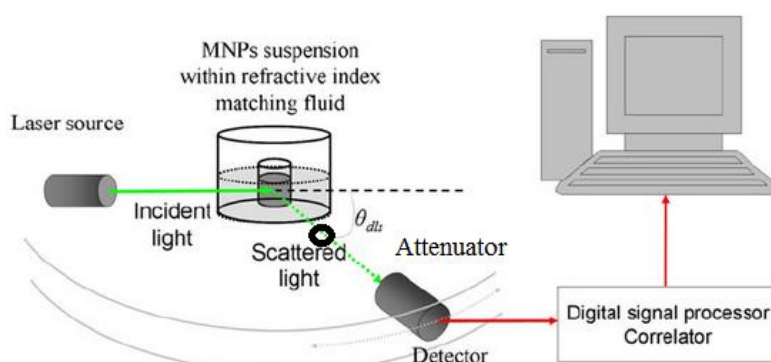
۱- اجزاء دستگاه DLS (Dynamic light scattering)

تمام دستگاه‌های DLS (Dynamic light scattering) که برای آزمون توزیع اندازه ذرات به کار می‌روند، از لحاظ اجزای تشکیل دهنده اصلی، شامل چندین قسمت مجزا می‌باشند که شماتیک ساده‌ای از چیدمان دستگاه DLS (Dynamic light scattering) در شکل ۵ آورده شده‌است. یکی از قسمت‌های اصلی دستگاه DLS (Dynamic light scattering)، منبع نور لیزر دستگاه DLS (Dynamic light scattering) است که نقش آن تولید نور مورد نیاز برای تابش بر نمونه مورد آزمایش است.

نوری که از منبع نور لیزر دستگاه DLS (Dynamic light scattering) تابیده می‌شود، قبل از رسیدن به نمونه، باید از قسمتی به نام تضعیف‌کننده نور عبور نماید. نقش تضعیف کننده این است که میزان شدت نور تابیده شده از منبع را با توجه به نوع نمونه مورد آزمایش تضعیف نماید. تضعیف کننده می‌تواند میزان نور تابیده شده را برحسب درصد تابش از ۰ درصد تابش تا ۱۰۰ درصد تابش تغییر دهد. زمانی که شدت نور متفرق شده از نمونه زیاد باشد، به گونه‌ای 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، تضعیف کننده 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 ایده آل فراهم نماید.

نور تابیده شده از منبع نور لیزر، بعد از عبور از تضعیف کننده با نمونه مورد آزمایش که به حالت سوسپانسیون و یا امولسیون درون یک کووت تزریق شده است، برخورد می نماید. کووت یا سل یکی از اجزای اصلی دستگاه DLS است که نمونه درون آن ریخته می شود؛ در واقع نمونه در این مکان قرار می گیرد. بیشتر نوری که به کووت می رسد، بدون اینکه تغییری در جهت حرکت آن ایجاد شود، به طور مستقیم از آن عبور می نماید. اما مقدار نوری که به نمونه آزمایشی رسیده است، در اثر برخورد با ذرات نمونه آزمایشی متفرق می شود. همان نور متفرق شده تحت زاویه ای مشخص به وسیله آشکارساز که یکی دیگر از اجزای دستگاه است، دریافت می شود. وظیفه آشکارساز، اندازه گیری و ثبت شدت تفرق نور است. در واقع الگوی نقطه ای، که پیش تر درباره آن صحبت شد، با استفاده از آشکارساز به دست می آید. سیگنال شدت تفرق که به شکل الگوی نقطه ای که با استفاده از آشکارساز ثبت شده است پردازشگر کورلیتور (Digital signal processor correlator) ارسال می شود. در ادامه با مقایسه شدت تفرق در فاصله های مختلف زمانی، نرخ اختلاف شدت را در زمان های مختلف می توان محاسبه نمود.

در آخرین مرحله نیز اطلاعات به دست آمده، به رایانه انتقال داده می شود و رایانه با یک نرم افزار مخصوص، داده های ارسالی را آنالیز می نماید و اطلاعات مربوط به توزیع اندازه ذرات نمایش داده می شود.



شکل ۵. شمایی از چیدمان ساده ی دستگاه DLS و اجزاء آن

۲- معرفی سیستم DLS (Dynamic light scattering) سری Nano-flex®

دستگاه اندازه گیری نانوذرات DLS (Dynamic light scattering) NANO-flex® 180° دارای هندسه ی تفرق بازگشتی هتروداين ۱۸۰° دستگاه (Dynamic light scattering) سری Nano-flex®، ساخت شرکت Particle mertrix GmbH کشور آلمان، در زمینه ی مشخصه یابی ذرات کلونیدی موجود در محلول ها بر اساس روش پراکندگی نور دینامیکی (DLS) (Dynamic light scattering) است. در دستگاه اندازه گیری نانوذرات NANO-flex® 180° DLS هتروداين بازه ای از ۰,۳ nm تا ۱۰ μm سایز ذرات، ابزاری قدرتمندی می باشد. دستگاه اندازه گیری نانوذرات DLS (Dynamic light scattering) NANO-flex® 180° دارای هندسه ی تفرق بازگشتی

هتروداین ۱۸۰° مناسب برای موادی است که غلظت آنها در حد ppm تا میزان ۴۰٪ حجم کل، بسته به نوع نمونه است. که در حالت مینیمم یک قطره می باشد.



شکل ۶. دستگاه اندازه گیری نانوذرات (Dynamic light scattering) DLS NANO-flex® 180°.

۳- توزیع سایز ذرات

همانطور که پیش از این ذکر شد، دستگاه (Dynamic light scattering) DLS NANO-flex® 180° قابلیت اندازه گیری توزیع سایز ذرات را در بازه ی ۰,۳ nm تا ۱۰ μm دارا می باشد. اساس عملکرد دستگاه NANO-flex® 180° DLS مبتنی است بر تفرق بازگشتی دینامیکی نور (Dynamic light scattering) (DLS) تحت زاویه ی ۱۸۰° مطابق ساختار هتروداین (چند ساختاری) (Heterodyne 180° back scattering) مربوط به Nanotracer® های مشخصه یابی شده می باشد، که به واسطه ی برخورداری از قابلیت عملکرد انتخابی بالا و همچنین سازگاری خوب آن با نمونه هایی با توزیع سایز وسیع، در حوزه ی نانو توجه همگان را به خود جلب نموده است. همچنین دستگاه (Dynamic light scattering) DLS NANO-flex® 180°، دارای رزولوشن بالای (دقت تصویر و وضوح) می باشد. لازم به ذکر است که درمورد نمونه هایی با تراکم ذرات بالا (نمونه هایی که از غلظت بالایی برخوردار هستند) (Highly concentrated sampling)، اندازه گیری ها بدون دخالت پراکندگی های چندگانه انجام می شود. وجود پراکنش بازگشتی Nanotracer® در دستگاه (Dynamic light scattering) DLS NANO-flex® 180°

سبب گشته که بتوان از آن به عنوان یک پراب منعطف دارای قطر ۸ میلی‌متر در ساختار این سیستم استفاده کرد. بنابراین وجود این پراب سبب شده که در هر حالتی چه به صورت مستقیم و درجا و چه به صورت استوانه-ای قابلیت اندازه‌گیری را در Stabino® داشته باشد.



One drop

in nearly every vessel

online

with Stabino®

۴ مزایای برخورداری از ساختار DLS-180° در دستگاه (Dynamic light scattering) NANO-flex® 180° DLS

- ✓ برخورداری از کوتاهترین مسیر نوری (کمتر از ۳,۰ μm)
- ✓ عدم وجود پراکندگی نور چندگانه
- ✓ توانایی کاربری در تمام نمونه‌هایی شفاف تا مات
- ✓ توانایی عملیاتی تا میزان ۴۰٪ v/v از (LOQ) ۰,۸ تا حد ۱۰۰۰۰ نانومتر
- ✓ با افزایش یافتن غلظت نمونه نتایج حاصل از سایز ذرات تغییر نمی‌کند (وابسته نبودن نتایج حاصل به غلظت نمونه در این روش)
- ✓ برخورداری از رنج دینامیکی و رزولوشن بالا

۵ کاربردهای عملیاتی درجا و آنی دستگاه (Dynamic light scattering) NANO-flex® 180° DLS

در دستگاه (Dynamic light scattering) DLS NANO-flex®180° به واسطه‌ی قرارگیری پراب اندازه‌گیری در داخل یک راکتور (و یا در داخل یک محفظه‌ی نگهدارنده)، این پراب به راحتی می‌تواند اطلاعات مربوط به سایز ذرات را به صورت درجا و آنی به دست آورد. اگر همین پراب به واسطه‌ی یک بازوی مکانیکی نگهداری شود، داده‌برداری و اندازه‌گیری‌های چندگانه نیز ممکن خواهد شد. در ضمن لازم به ذکر است که، سفارشات درخواست شده از سوی سفارش دهنده، قابلیت نصب بر روی دستگاه (Dynamic light scattering) NANO-flex®180° DLS را خواهند داشت. شکل زیر تصویر یک سلول اندازه‌گیری فشار می‌باشد که در دستگاه DLS NANO-flex®180° تعبیه شده‌است.



۶- لوازم و تجهیزات جانبی دستگاه (Dynamic light scattering) DLS NANO-flex®180°



Flow/pressure measuring cell



Battery



Bag



Transport case

۷ مشخصات تحلیل گر اطلاعات فنی کلوئیدی دستگاه اندازه گیری نانوذرات (Dynamic light

NANO-flex® 180° DLS(scattering دارای هندسه ی تفرق بازگشتی هتروداين ۱۸۰°

اساس روش اندازه گیری	هندسه ی تفرق بازگشتی ۱۸۰° هتروداين - پراکندگی تقویت شده ی لیزری بر اساس روش مرجع (FFT-PS)
محدوده ی سائز اندازه گیری	0.3 nm - 10 µm
Measurement period	from 10 sec.
قابلیت اندازه گیری مستقیم	✓
قابلیت تکرارپذیری	1% with standard dispersion

محدوده ی PH	۱-۱۴
Temperature range	0°C - 90°C
Conductivity	independent
Sample concentration	up to 40 vol.%*
Sample volume	from 10 µl
Sample type	organic or aquaeous
Molecular weight determination	300 Da - 20 Mda (hydrodynamc and Debye)
Dimensions (WxHxD)	180x300x260
Weight	6 kg
Power supply	90 - 240 V

۱. داود قرایلو، ساسان مرادده؛ تعیین توزیع اندازه ذرات در ابعاد نانو با استفاده از دستگاه تفرق نور پویا، فصلنامه ی تخصصی دانش آزمایشگاهی ایران، شماره ۴، ۱۳۹۳، صفحه ی ۱۴-۲۰.