



بیست و پنجمین کنفرانس اپتیک و  
فوتونیک ایران و یازدهمین کنفرانس  
مهندسی و فناوری فوتونیک ایران،  
دانشگاه شیراز،  
شیراز، ایران.  
۹-۱۱ بهمن ۱۳۹۷



## اندازه‌گیری پراکندگی دینامیکی نور نانوذرات درون مایع

محمد امین امیری رخشوار، سید حسن توسلی

تهران، ولنجک، دانشگاه شهید بهشتی، پژوهشکده لیزر و پلاسما

چکیده- پراکندگی دینامیکی نور یکی از متداول‌ترین روش‌ها جهت تعیین توزیع اندازه نانوذرات درون مایع است. در این روش، با مشاهده افت و خیزهای شدت نور پراکنده شده از نانوذرات در زمان، قطر ذرات محاسبه می‌شود. در این مقاله، چیدمان آزمایشگاهی روش پراکندگی دینامیکی نور با استفاده از یک لیزر ۵۳۲ نانومتر و آشکارساز PMT راه‌اندازی و نتایج عملی حاصل از این چیدمان برای نمونه نانوذرات نقره ارائه شده است. بافت‌نگاشت توزیع اندازه حاصل از این آزمایش با نتایج دستگاه آزمایشگاهی استاندارد مقایسه شده که تطبیق بسیار خوبی را نشان می‌دهد.

کلیدواژه- پراکندگی دینامیکی نور، بافت‌نگاشت توزیع اندازه، توزیع اندازه نانوذرات

## Dynamic Light Scattering Measurement of Nanoparticles in Liquids

Mohammad Amin Amiri Roshkar, Seyed Hasan Tavassoli

Laser and Plasma Research Institute, Shahid Beheshti University, Velenjak, Tehran, Iran

Abstract- Dynamic light scattering is one of the most commonly used methods for determining the size distribution of nanoparticles in liquids. In this method, the particle diameter is calculated by monitoring the time fluctuations in the intensity of the scattered light from the nanoparticles. In this paper, the experimental setup of the dynamic light scattering method using a 532 nm laser and a PMT detector has been installed and the practical results of this setup for samples of silver nanoparticles are presented. The size distribution histogram obtained from this experiment has been compared with the results of a standard laboratory device, which indicates an excellent match.

Keywords: Dynamic light scattering, the size distribution histogram, the size distribution of nanoparticles

## مقدمه

روش پراکندگی دینامیکی نور روشی غیر تصویری برای تعیین اندازه متوسط و توزیع اندازه ذرات موجود در سوسپانسیون و یا پلیمرهای موجود در محلول می‌باشد. از این روش می‌توان برای تعیین اندازه ذرات کوچک‌تر از یک نانومتر تا چند میکرومتر استفاده کرد [۱].

وقتی یک باریکه نور هم‌دوس مانند لیزر به یک محیط محلول حاوی ذرات می‌تابد، ذرات نور را در جهات مختلف پراکنده می‌کنند. چون قطر نانوذرات (ابعاد ۱ تا ۱۰۰ نانومتر) خیلی کوچکتر از طول موج لیزر (در اینجا ۵۳۲ نانومتر) است این پراکندگی برای نانوذرات از نوع پراکندگی ریلی است و برای ذرات بزرگتر به ترتیب از الگوی پراکندگی می و پراش فرانوفر پیروی می‌کند [۳]. بدلیل حرکت حرارتی (براونی) ذرات در داخل محلول، شدت نور پراکنده شده با افت و خیزهایی در زمان همراه می‌شود. از آنجا که سرعت حرکت ذرات بزرگتر در محلول کندتر است، فرکانس تغییرات شدت نور پراکنده شده توسط آنها نیز کمتر است و بالعکس. با محاسبه تابع خودهمبستگی (ACF) شدت، یک نمودار نمایی کاهشی بدست می‌آید که نرخ کاهش آن وابسته به اندازه ذرات است.

به کمک محاسبات آماری بر روی داده‌های حاصل از روش پراکندگی دینامیکی نور می‌توان اطلاعات مفیدی از مشخصات ذرات استخراج نمود. از جمله می‌توان بافت-نگاشتی از توزیع اندازه ذرات ترسیم کرد. در این پژوهش، ایده مذکور در محیط آزمایشگاهی اجرا و نتایج تجربی اندازه‌گیری پراکندگی دینامیکی نور بر روی نمونه نانوذرات نقره با نتایج دستگاه آزمایشگاهی استاندارد مقایسه و گزارش شده است که تطبیق خوبی را نشان می‌دهد.

## تئوری و روش آزمایش

روش پراکندگی دینامیکی نور بر پایه ارتباط میان اندازه ذرات و الگوی حرکت براونی (حرارتی) آنها می‌باشد. این ارتباط بوسیله رابطه استوکس-انیشیتین تعریف می‌شود:

$$D = \frac{k_B T}{3\pi\eta d} \quad (1)$$

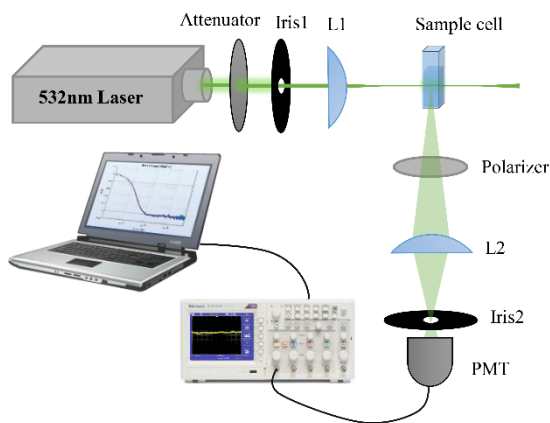
بر اساس این رابطه هر چه اندازه ذرات ( $d$ ) کوچکتر باشد، ضریب پخش آنها ( $D$ ) بزرگتر است یعنی حرکت آنها در محلول سریعتر است و بالعکس. در این معادله،  $d$  قطر هیدرودینامیک ذرات،  $\eta$  ویسکوزیته محلول و  $k_B T$  انرژی حرارتی است.

در این روش، باریکه یک لیزر به عنوان چشمه هم‌دوس به نمونه ذرات موجود در یک محلول که دارای حرکت براونی هستند تابانده می‌شود. ذرات در مسیر پرتو لیزر، نور را در جهات مختلف پراکنده می‌کنند. در یک زاویه مشخص نسبت به راستای انتشار باریکه فرودی، تغییرات شدت نور پراکنده شده در زمان بوسیله آشکارساز ثبت می‌شود.

نور پراکنده شده از ذرات در حال حرکت، حاوی اطلاعاتی از الگوی حرکتی آنها است. بدین ترتیب که هر چه افت و خیزهای شدت نور پراکنده شده در زمان سریعتر باشد، یعنی ضریب پخش بزرگتر است و بالعکس.

برای استخراج رابطه کمی بین تغییرات شدت و ضریب پخش، ابتدا باید تابع خودهمبستگی (ACF) سیگنال پیوسته ناشی از آشکارساز را محاسبه کرد. این کار اغلب بوسیله دستگاه کرولاتور انجام می‌گیرد [۲]. برازش تابع محاسبه شده، یک نمایی کاهشی است:

$$G(\tau) = \exp(-\Gamma \tau) \quad (2)$$



شکل ۱: نمایی از چیدمان آزمایش

پاسخ طیفی ۵۳۲ نانومتر مدل Hamamatsu R6355، ثبت می‌شود. به منظور اطمینان از ایجاد مساحت همدوسی مناسب بر روی صفحه آشکارساز، یک روزنه به قطر ۱ میلی-متر قبل از آن قرار داده شده است.

در نهایت سیگنال حاصل از PMT با کمک اسیلوسکوپ دیجیتالی Tektronix 2024B در فرکانس 100 kHz استخراج و برای محاسبه تابع خودهمبستگی (ACF) و سایر تجزیه و تحلیل‌ها به رایانه ارسال می‌شود. از آنجا که پرتو لیزر قطبیده عمودی است، نور پراکنده شده توسط ذرات نیز دارای قطبش عمودی بوده و قطبندگی خطی مانند یک فیلتر از ورود پرتوهای مزاحم جلوگیری می‌کند.

## نتایج

با استفاده از چیدمان پراکندگی دینامیکی نور توصیف شده در بالا، مشخصات دو نمونه نانوذره نقره در اندازه‌های متوسط ۶۰ و ۱۲۰ نانومتر و یک نمونه با توزیع وسیع‌تر حول اندازه متوسط ۷۰ نانومتر مطالعه شد.

تغییرات شدت ثبت شده بوسیله PMT از طریق اسیلوسکوپ دیجیتالی استخراج و به رایانه ارسال شده است. به کمک نرم‌افزار متلب (MATLAB) خودهمبستگی زمانی

نرخ کاهش این تابع ( $\Gamma$ ) بوسیله معادله زیر به ضریب پخش ذرات در محلول مرتبط می‌شود:

$$D = \frac{q^2}{\Gamma} \quad (3)$$

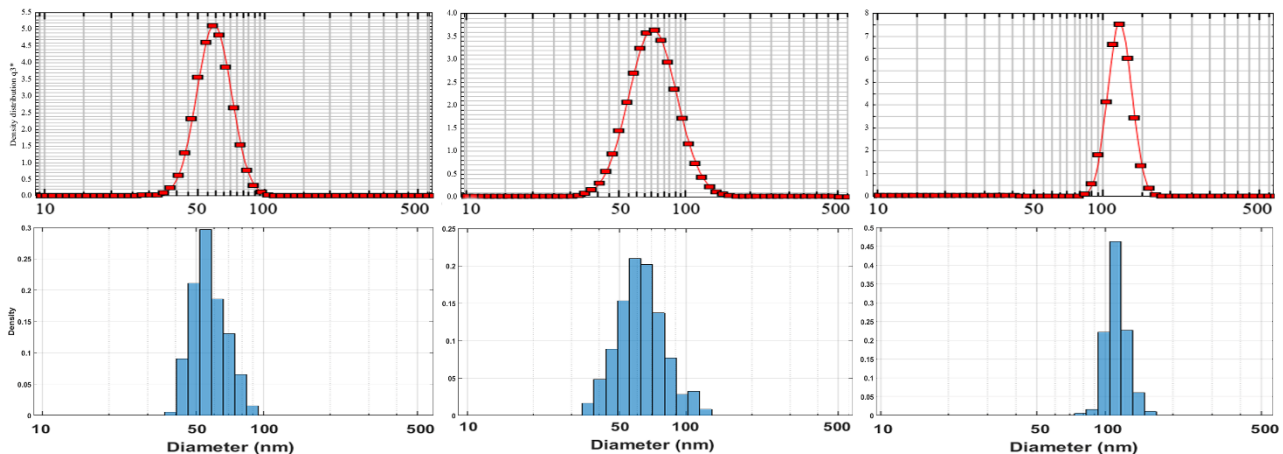
در این معادله  $q$  بردار پراکندگی است که به صورت زیر تعریف می‌شود:

$$q = \frac{4\pi n_0}{\lambda_0} \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \quad (4)$$

که  $\lambda_0$  طول موج لیزر در خلاء،  $n_0$  ضریب شکست محلول و  $\theta$  زاویه مشاهده پراکندگی نسبت به راستای انتشار است [۳ و ۲]. بدین ترتیب بوسیله  $\Gamma$  بدست آمده از رابطه (۲) و استفاده از روابط (۳) و (۴) و در نهایت جایگذاری  $D$  در رابطه (۱)، قطر هیدرودینامیک ذره ( $d$ ) بدست می‌آید. این فرایند تنها برای نمونه‌های دارای اندازه واحد معتبر است. برای تحلیل نمونه‌های دارای توزیع اندازه (اغلب نمونه‌ها)، از روش‌های ریاضی مختلفی استفاده می‌شود. از جمله روش Cumulants، روش CONTIN و روش کمترین مربعات نامنفی (NNLS) است [۴].

## چیدمان آزمایش

در چیدمان این آزمایش (شکل ۱)، از یک لیزر ۵۳۲ نانومتر با قطبش عمودی برای تحریک نانوذرات استفاده شده است. باریکه لیزر پس از عبور از کاهنده شدت و روزنه، بوسیله عدسی L1 درون ظرف نمونه حاوی نانوذرات نقره معلق در آب کانونی می‌شود. نور پراکنده شده در زاویه ۹۰ درجه نسبت به راستای انتشار باریکه، پس از عبور از یک قطبندگی خطی با محور عبور عمودی، بوسیله عدسی همگرای L2 با فاصله کانونی ۷۵ میلی‌متر جمع‌آوری می‌شود. افت و خیزها در شدت نور جمع‌آوری شده، بوسیله یک آشکارساز از نوع افزایشده فوتونی (PMT) با بهره ۱۰<sup>۴</sup> و بیشینه طول موج



شکل ۳: نمودار توزیع اندازه نانوذرات نقره با اندازه متوسط تقریبی ۶۰، ۷۰ و ۱۲۰ نانومتر به ترتیب از چپ به راست. پایین: بافت‌نگاشت تجربی حاصل از این پژوهش. بالا: نتایج دستگاه آزمایشگاهی استاندارد. (محور افقی به صورت لگاریتمی ترسیم شده است.)

جدول ۱: مقایسه نتایج تجربی با نتایج آزمون استاندارد. مقادیر بر حسب نانومتر می‌باشد.

شماره نمونه	نتایج آزمون استاندارد		نتایج تجربی	
	اندازه متوسط	انحراف معیار	اندازه متوسط	انحراف معیار
نمونه ۱	۵۷,۶۹	۱۰,۶۶	۵۸,۰۸	۱۰,۵۷
نمونه ۲	۶۸,۶۶	۱۸,۸۰	۶۴,۰۹	۱۶,۵۹
نمونه ۳	۱۱۷,۹۰	۱۴,۳۳	۱۱۳,۳۳	۱۲,۵۷

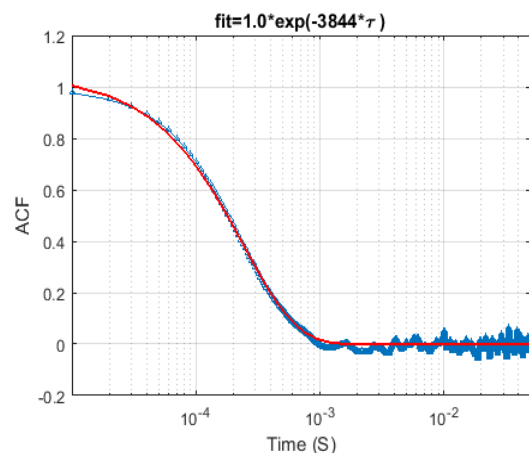
### نتیجه‌گیری

اندازه‌گیری پراکندگی دینامیکی نور بر روی نانوذرات نقره معلق در آب بوسیله چیدمان شکل ۱ صورت گرفت. بافت-نگاشت توزیع اندازه و اندازه متوسط برای هر نمونه بدست آمد. اندازه متوسط بدست آمده برای نمونه‌های ۱ تا ۳ دارای خطای مطلق به ترتیب ۰,۳۹، ۴,۵۷ و ۴,۵۷ نانومتر و درصد خطای نسبی به ترتیب ۰,۶۸، ۶,۶۶ و ۳,۸۸ درصد بود.

### مرجع‌ها

- [1] B. J. Berne, R. Pecora, *Dynamic Light Scattering: With Applications to Chemistry, Biology, and Physics*, Dover, 2000.
- [2] R. Pecora, *Dynamic Light Scattering Applications of Photon Correlation Spectroscopy*, Springer, 1985.
- [3] Renliang Xu, *Particle Characterization: Light Scattering Methods*, Springer, 2000.
- [4] W. Schärfl, *Light Scattering from Polymer Solutions and Nanoparticle Dispersions*, p. 57-58, Springer, 2007.

آن بدست آمده سپس به تابع نمایی (رابطه ۲) برازش شده است (شکل ۲). برای هر نمونه ۲۰۰ بار، هر کدام به طول ۵۰۰ میلی ثانیه سیگنال شدت بر حسب زمان استخراج شده است. تابع خود همبستگی زمانی با بیشینه زمان تأخیر ۵۰ میلی ثانیه برای هر یک، محاسبه و در نهایت بافت‌نگاشتی از توزیع فراوانی مقادیر بدست آمده ترسیم شده است (شکل ۳). توزیع اندازه بدست آمده از این آزمایش با مقدار گزارش شده بوسیله دستگاه آزمایشگاهی استاندارد مقایسه شده است (شکل ۳). همچنین مقادیر اندازه متوسط و انحراف معیار در جدول (۱) آورده شده است که نزدیکی خوبی را نشان می‌دهد.



شکل ۲: تابع خودهمبستگی نسبت به زمان تأخیر به همراه نمودار برازش شده برای نمونه با اندازه متوسط ۶۰ نانومتر.