اندازه‌گیری ابعاد نانو ذارت سیلیکای کروی معلق در آب با استفاده از روش پراش لیزر

[۱]، محمد حسین مهدیه[۱]مصطفی ربیع

۱. دانشکده فیزیک، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران

چکیده - اندازه‌گیری با اصول اپتیکی یکی از روش‌های اندازه‌گیری ابعاد ذرات است و استفاده از روش پراش لیزری، کاربردی‌ترین روش شناخته شده است. در روش پراش لیزری دقت اندازه‌گیری و همچنین گستره ابعاد ذرات نسبت به سایر روش‌ها بیشتر می‌باشد. در این مقاله اندازه‌گیری ابعاد نانو ذارت سیلیکای کروی معلق در آب با استفاده از روش پراش لیزر انجام شده است. شکل و اندازه ذرات در اندازه‌گیری به روش پراش لیزر بسیار مهم می‌باشد. شکل تمام نانو ذرات سیلیکای بکار رفته در این کار تحقیقاتی، شبه کروی بوده و ابعاد ذرات در محدوده ۴۰۰ – ۳۰۰ نانومتر بوده اند. در این مقاله هم‌چنین محاسباتی بر اساس نظریه "می" انجام شده است و نتایج حاصل از آن با نتایج آزمایشگاهی مقایسه شده و اندازه ابعاد ذرات بر اساس مقایسه این نتایج بر‌آورد شده است.

کلید واژه- ابعاد ذرات، پراش لیزر، نانو ذرات سیلیکا.

The Size Measurement of Spherical Silica Nanoparticles Suspended in Water Using Laser Diffraction Method

Mostafa Rabi[1], Mohammad Hosein Mahdieh[1]

1. Department of Physics, Iran University of Science and Technology, Tehran

Abstract- In measuring the particle size by optical techniques, laser diffraction has become popular due to its wider size range as well as accuracy. In this paper, the size measurement of spherical silica nanoparticles suspended in water using laser diffraction method was performed. The shape and size of particles in measuring by laser diffraction technique is very important. The shape of silica nanoparticles used in this study is almost spherical and the particles have a size within the range of 300 to 400 nm. Based on "Mie" theory, the scattered light was also calculated and the results were compared with those of experiment. The particle size was estimated by using the experimental and calculation results.

Keywords: Particle sizes, Laser diffraction, Silica nanoparticles.

این مقاله در صورتی دارای اعتبار است که در سایت www.opsi.ir قابل دسترسی باشد.

۱- مقدمه

اندازه گیری ابعاد ذرات با ابعاد نانویی و میکرونی از اهمیت خاصی برخوردار است. تغییر مشخصه ابعادی ذرات ریز ممکن است منجر به تغییر قابل توجهی درخصوصیات فیزیکی وشیمیایی آنها گردد [۱]. به همین دلیل اندازه گیری و تعیین مشخصات ابعادی ذرات ریز مهم می باشد. اساسا ذرات ریز اجسامی بسیار کوچک و دارای ابعاد طول، عرض و ارتفاع می‌باشند. اما تقریبا در بسیاری از روش‌های اندازه‌گیری ابعاد ذره معمولا یک عدد به عنوان اندازه متوسط ذره مشخص می‌شود. در ارزیابی ابعاد ذرات ریز در بسیاری مواقع، ذره را هم ارز با یک کره در نظر گرفته و قطر کره هم ارز به عنوان اندازه متوسط ذره بیان می-شود. بسته به روش اندازه‌گیری، ذره بر اساس پارامترهایی نظیر حجم، سطح مقطع، وزن، کمینه طول و بیشینه طول هم ارز با یک کره در نظر گرفته می‌شود[۱].

در روش‌های اپتیکی اندازه‌گیری ابعاد ذره، روش پراش لیزر دارای بیشترین گستره ابعاد ذرات و در عین حال بیشترین دقت اندازه‌گیری می‌باشد و به همین دلیل مهم-ترین و کاربردی‌ترین روش اپتیکی اندازه‌گیری ابعاد ذره می‌باشد و برای تعیین اندازه ذرات در محدوده چند نانومتر تا میکرون استفاده می شود[۲]. در روش پراش لیزر اغلب منظور از اندازه ذره، قطر کره‌ای است که حجم آن با حجم ذره برابر است[۱].

در این مقاله اندازه‌گیری ابعاد نانو ذارت سیلیکای کروی (و شبه کروی) معلق در آب مقطر با استفاده از روش پراش لیزر انجام شده است. در ابتدا توزیع شدت پراکندگی (I) برحسب زاویه پراکندگی (θ) نانو ذرات بطور تجربی اندازه گیری شده است. سپس با استفاده از نظریه پراکندگی "می"[1] توزیع شدت ذرات کروی در زوایای مختلف محاسبه شد. لازم به ذکر است در محاسبات نظری باید یک اندازه معین برای ذرات کروی در نظر گرفته شود. در این صورت برای هر ذره با اندازه معین یک توزیع شدتی بر حسب زاویه پراکندگی حاصل خواهد شد. به دلیل عدم اطلاع اولیه از ابعاد ذرات آزمایشگاهی محاسبات برای تعداد قابل توجهی از ذرات با اندازه‌های مختلف اجرا گردید و هر بار با نتایج آزمایشگاهی مقایسه گردید و نهایتا ابعاد ذراتی که نتایج محاسباتی آنها بهترین تطبیق را با نتایج تجربی داشت به عنوان نتیجه نهایی انتخاب گردید. بنابراین با مقایسه نمودار توزیع شدت پراکندگی حاصل از نتایج تجربی با نمودارهای توزیع شدت پراکندگی حاصل از نتایج محاسبه برای یک گستره از اندازه ابعاد ذره، محدوده ابعاد ذرات مورد آزمایش برآورد شده است.

در محاسبات نظریه پراکندگی"می" شکل و اندازه ذرات بسیار مهم می‌باشد[۳]. تصاویر گرفته شده از ذرات با میکروسکوپ الکترونی SEM تایید می‌کنند که شکل تمام نانو ذرات سیلیکای بکار رفته در این کار تحقیقاتی بطور یکنواخت کروی بوده و همچنین ابعاد ذرات در محدوده ۳۰۰-۴۰۰ نانومتر بوده است که این محدوده اندازه ابعاد ذرات با محدوده بدست آمده از نتایج آزمایشگاهی کاملا مطابقت داشت.

۲- نظریه پراکندگی "می" و نتایج محاسبات

نظریه "می"، پراکندگی یک موج تخت تک فام را از ذره کروی، ایزوتروپ، واقع در یک محیط غیرجذبی و غیر مغناطیسی توصیف می کند[۳]. در این نظریه پدیده‌های انعکاس، شکست و جذب هم در نظر گرفته می‌شود و این یکی از دلایل برتری نظریه "می" بر دیگر نظریه‌های پراکندگی می باشد.

با توجه با اینکه از نظریه "می" برای اندازه‌گیری ذرات با ابعاد در حد طول موج نور فرودی می‌توان استفاده کرد، لذا اندازه‌گیری ذرات با ابعاد کوچکتر از یک میکرون، از ویژگی‌های دیگر این نظریه می‌باشد[۴].

در محاسبات پراکندگی "می"، داده‌های ورودی عبارتنداز طول موج و قطبش نور فرودی، ضریب شکست ذرات و محیط اطراف آن، فاصله آشکار ساز تا ذرات، ضخامت ظرف حاوی ذرات، تعداد تقریبی ذرات تحت تابش و پارامتر اندازه (x) و خروجی محاسبات یک نمودار توزیع شدت پراکندگی برحسب زاویه پراکندگی برای هر ذره با اندازه مشخص می‌باشد [۳] .

در محاسبات پارامتر اندازه (Size parameter) یعنی (x) با رابطه (۱) مشخص می‌شود[۳]:

$$x = \frac{2\pi a m}{\lambda} \qquad (۱)$$

[1] Mie Scattering Theory

در رابطه (۱) a شعاع ذره، m ضریب شکست محیط اطراف ذره و λ طول موج نور فرودی در خلأ می‌باشد. داده‌های ورودی آزمایش در جدول ۱ بیان شده است.

جدول ۱: داده‌های ورودی محاسبات نظری تعیین اندازه ذره با استفاده از پراکندگی "می"

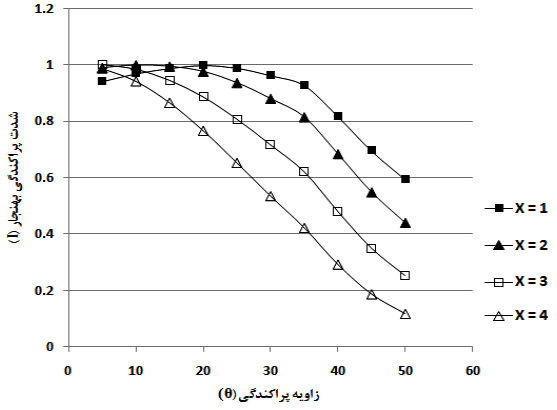
قطبش نور فرودی	غیرقطبیده
طول موج نور فرودی (لیزر He-Ne)	۶۳۲ nm
ضریب شکست ذرات (نانو سیلیکا)	۱/۴۵
ضریب شکست محیط اطراف ذرات (آب)	۱/۳۳
ضخامت ظرف شیشه ای حاوی ذرات	۳ mm
فاصله آشکارساز تا ظرف شیشه ای	۱۳۰ mm
تعداد تقریبی ذرات تحت تابش	$۱۰^{۵}$×۰/۲۷

بر اساس رابطه ۱ و مقادیر جدول ۱ می‌توان شعاع ذره متناظر با پارامتر اندازه را محاسبه نمود. نتایج این محاسبات در جدول ۲ خلاصه شده است.

جدول ۲: اندازه شعاع ذره متناظر با مقادیر پارامتر اندازه بر اساس محاسبات و داده های جدول ۱

پارامتر اندازه (x)	۱	۲	۳	۴
شعاع ذره (nm)	۱۵۰	۳۰۰	۴۰۰	۶۰۰

برای انجام محاسبات از نظریه "می" [۵و۶و۷و۸] و بر اساس داده‌های ورودی ذکر شده در جدول ۱و۲ استفاده شده است. نمودارهای توزیع شدت پراکندگی بهنجارشده بر حسب زاویه پراکندگی حاصل از محاسبات برای ذرات با ابعاد مختلف در شکل ۱ نشان داده شده است.



شکل ۱: توزیع شدت پراکندگی بهنجار شده بر حسب زاویه پراکندگی به ازای مقادیر X=1,2,3,4 پارامتر اندازه بر اساس محاسبات با استفاده از نظریه پراکندگی "می".

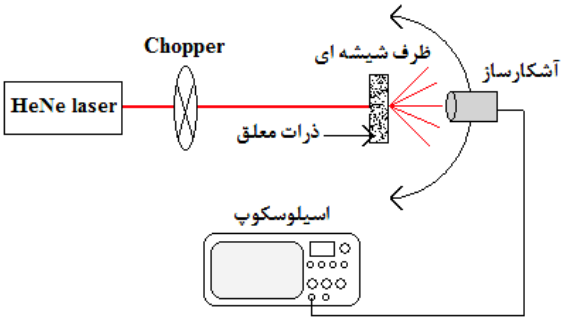
لازم به ذکر است برای مقایسه نمودارهای نظری را با نمودار تجربی، تمام مقادیر مربوط به شدت‌ها، به عدد یک بهنجار شده اند.

همان طور که در شکل ۱ مشاهده می شود با افزایش زاویه پراکندگی و دور شدن از زوایای مرکزی، شدت پراکندگی بهنجار شده کاهش یافته است.

۳- آزمایش و نتایج تجربی

در شکل ۲ تصویری طرحواره از چیدمان اپتیکی آزمایش نشان داده شده است. منبع نوری یک دستگاه لیزر هیلم-نئون گازی پیوسته با طول موج ۶۳۲ نانومتر و توان خروجی حداکثر ۳۰ میلی وات می باشد. نور این لیزر غیرقطبیده است. ظرف نگهدارنده نمونه از جنس شیشه معمولی و به شکل مکعب مستطیل در ابعاد ۲۵×۷۸×۴ میلیمتر می باشد.

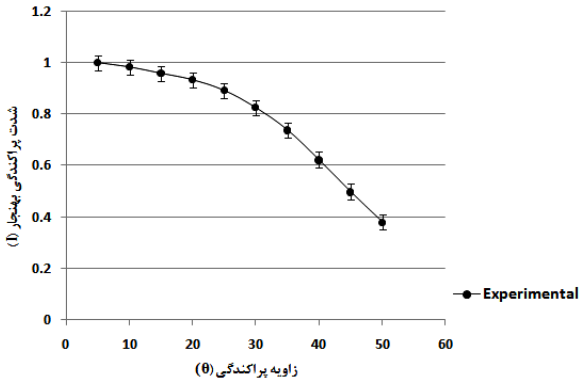
ابتدا پرتو لیزر از قطع کننده مکانیکی عبور کرده و سپس با ذرات معلق در آب داخل ظرف شیشه‌ای مخصوص برهم کنش می‌کند و در زوایای مختلف پراکنده می شود. با استفاده از یک آشکارساز که در فاصله معینی از ظرف شیشه ای قرار داشته و قابلیت چرخش در زوایای مختلف را دارد، پرتو پراکنده شده لیزر در زوایای مختلف ثبت می شود. میزان پراکندگی نور توسط ظرف شیشه ای بسیار ناچیز و قابل صرفنظر کردن است.



شکل ۲: تصویری طرحواره از چیدمان اپتیکی آزمایش.

آشکارساز به یک اسیلوسکوپ متصل شده، لذا می توان توزیع شدت پراکندگی بر حسب زاویه پراکندگی را بدست آورد. مکانی که آشکارساز در شکل ۲ در آنجا قرار دارد به عنوان $\theta = ^{\circ}$ در نظر گرفته می‌شود. شدت لیزر فرودی بر ذرات به عنوان شدت مرجع در نظر گرفته شده و شدت ثبت شده توسط آشکارساز در هر زاویه تقسیم بر شدت مرجع، به عنوان شدت نسبی در آن زاویه محاسبه می‌شود

و در نهایت تمام مقادیر مربوط به شدت‌ها، به عدد یک بهنجار می‌شود. نمودار تجربی توزیع شدت پراکندگی بهنجارشده بر حسب زاویه پراکندگی برای نانو ذرات سیلیکای معلق در آب در شکل ۳ نشان داده شده است.

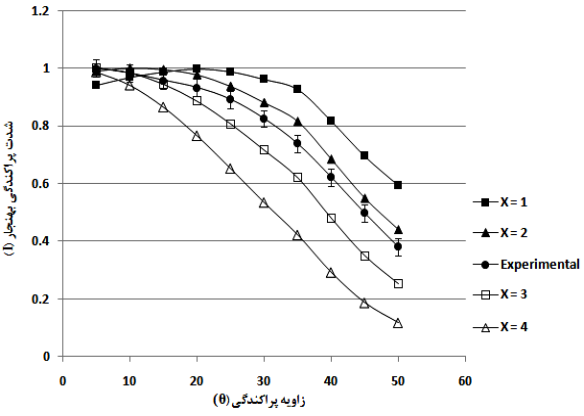


شکل ۳: نتایج تجربی نمودار توزیع شدت پراکندگی بهنجارشده بر حسب زاویه پراکندگی.

همان طور که در شکل ۳ نیز مشاهده می شود با افزایش زاویه پراکندگی و دور شدن از زوایای مرکزی، شدت پراکندگی بهنجارشده کاهش یافته است.

۴- مقایسه نتایج تئوری و تجربی

از مقایسه نتایج تجربی توزیع شدت پراکندگی بهنجارشده بر حسب زاویه پراکندگی با نتایج تئوری حاصل از محاسبات نظری بر اساس نظریه پراکندگی "می" و تطبیق نمودارهای آنها، می توان اندازه نانو ذرات سیلیکا کروی معلق در آب را تخمین زد.



شکل ۴: تطبیق نمودارهای محاسباتی و تجربی توزیع شدت پراکندگی بهنجار شده بر حسب زاویه پراکندگی.

همان طور که در شکل ۴ دیده می شود، منحنی تجربی بین منحنی‌های نظری مربوط به پارامتر اندازه x=۲ و x=۳ قرار گرفته است که طبق جدول ۲ به ترتیب بیانگر ذرات با قطر ۳۰۰ و ۴۰۰ نانومتر می باشند. بنابراین می-توان نتیجه گرفت، نانو ذرات سیلیکای بکار رفته در آزمایش، دارای ابعادی در محدوده ۴۰۰ – ۳۰۰ نانومتر می باشند. برای اطمینان از نتیجه بدست آمده، نانو ذرات سیلیکای بکار رفته در این آزمایش توسط میکروسکوپ الکترونی SEM اندازه‌گیری شدند و نتایج بدست آمده از تصاویر SEM نیز محدوده ۴۰۰ – ۳۰۰ نانومتر را برای اندازه نانو ذرات سیلیکا نشان داد.

۵- نتیجه‌گیری

از مقایسه نتایج تجربی حاصل از اندازه‌گیری توزیع شدت پراکندگی بر حسب زاویه پراکندگی ذارت کروی معلق در محلولبه روش پراش لیزر با نتایج تئوری حاصل از محاسبات نظری پراکندگی "می"، می‌توان اندازه ابعاد ذرات را با دقت ۰/۱ میکرون بدست آورد.

سپاسگزاری

از آقای حامد یعقوبی، فارغ التحصیل کارشناسی ارشد دانشکده مهندسی مواد و متالوژی دانشگاه علم و صنعت ایران که فرآیند سنتز نانو ذرات سیلیکای کروی و یکنواخت محلول در آب را انجام نمودند و در اختیار اینجانب قرار دادند، تشکر و قدردانی می‌نمایم.

مراجع

[1] H. Wang, P. LaValle, "*Particle Size Measurement and Distribution*", American Pharmaceutical Review, United States, 2004.
[2] J. P. M. Syvitski, "*Principles, Methods and Application of Particle Size Analysis*", Cambridge University Press, Cambridge, 1991.
[3] H. C. van de Hulst, "*Light Scattering by Small Particles*", J. Wiley & Sons, New York, Chapter 1, 1957.
[4] K. Leschonski, S. Rothele, U. Menzel, "A Special Feeder For Diffraction Pattern Analysis of Dry Powders", Part. Charact 1. , P161-166, 1984.
[5] I. Weiner, M. Rust, and T.D. Donnelly. "Particle Size Determination: An Undergraduate Lab in Mie Scattering." American Journal of Physics February 2001: 129-136.
[6] W. J. Wiscombe. "Mie Scattering Calculations: Advances in Technique and Fast, Vector-Speed Computer Codes." NCAR Technical Note. June 1996.
[7] Craig F. Bohren and Donald R. Huffman. "*Absorption and Scattering of Light by Small Particles.*" New York: Wiley, 1983.
[8] M. P. Schubmehl. "Mie Scattering Utilities". User's Guide Version 1.00. August 2002.