

ห้ามใช้หรือยึดถือร่างนี้เป็นมาตรฐาน  
มาตรฐานฉบับสมบูรณ์จะมีประกาศในราชกิจจานุเบกษา

ร่าง

มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

วิธีการวิเคราะห์ขนาดอนุภาค

ด้วยเทคนิค Dynamic light scattering

PARTICLE SIZE ANALYSIS

USING DYNAMIC LIGHT SCATTERING (DLS)

สำหรับเสนอคณะกรรมการวิชาการพิจารณาร่างมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

กระทรวงอุตสาหกรรม ถนนพระรามที่ 6 กรุงเทพฯ 10400

โทรศัพท์ 0 2202 3490

## คณะผู้จัดทำร่างมาตรฐาน

### มาตรฐานวิธีการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคด้วยเทคนิค Dynamic light scattering

#### ที่ปรึกษา

นายชัยณรงค์ เชิดชู

ศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ

นายศิริศักดิ์ เทพาคำ

ศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ

#### ประธาน

นางฉลอง เลาจริยกุล

ศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ

#### รองประธาน

นายประสงค์ นรจิตร์

กรมโรงงานอุตสาหกรรม

#### กรรมการ

นางสาวทิพิชา โปษยานนท์

สำนักงานคณะกรรมการสุขภาพแห่งชาติ

นางนราพร รังสิมันต์กุล

สถาบันพัฒนาอุตสาหกรรมสิ่งทอ

นายสมศักดิ์ ศรีสุภรวาณิชย์

สภาอุตสาหกรรมแห่งประเทศไทย

นางครุณี เอ็ดเวิร์ดส

หอการค้าและสภาหอการค้าแห่งประเทศไทย

นางสุพิน แสงสุข

สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

นายวิสันติ เลาหอุดมโชค

กรมสวัสดิการและคุ้มครองแรงงาน

นางสาวจริยา บัวเจริญ

สถาบันมาตรวิทยาแห่งชาติ

นางกนกวรรณ บุญยาภิธาน

สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

นางสาวพิกุลทอง ขอเพิ่มทรัพย์

ศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ

นางสาวสุภาพันธุ์ บุณนาค

นางสาวฉวีวรรณ ทรัพย์เจริญกุล

นางสาวภนิดา เกษมโชติช่วง

#### กรรมการและเลขานุการ

นายณัฐพันธุ์ สุภกา

ศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ

ปัจจุบันการวัดขนาดอนุภาคในระดับนาโนสเกลโดยใช้เทคนิคการกระเจิงของแสง (ดีแอลเอส) วิธีการนี้สามารถวิเคราะห์ขนาดเฉลี่ยและการกระจายตัวของขนาดอนุภาคภายในระยะเวลาอันสั้น ใช้งานง่าย และมีเครื่องมือจำหน่ายในท้องตลาด อย่างไรก็ตามควรระมัดระวังการใช้งานเครื่องมือและการประเมินผลการวัด การวัดขนาดอนุภาคด้วยวิธีดีแอลเอสนั้นมีการพัฒนาขึ้นมาหลายเทคนิค สามารถแบ่งออกเป็น 2 เทคนิคใหญ่ ๆ ด้วยกันคือ

- 1) เทคนิคการวิเคราะห์โดยอาศัยความแตกต่างในการวิเคราะห์ข้อมูล
- 2) เทคนิคการวิเคราะห์โดยอาศัยความแตกต่างของการติดตั้งแหล่งกำเนิดแสง

ถึงแม้เทคนิคดีแอลเอสเป็นเทคนิคที่ใช้หาค่าการกระจายตัวของขนาดอนุภาคได้ แต่ในมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมฉบับนี้กล่าวถึงการกระจายตัวของขนาดใน 2 รูปแบบ เท่านั้นคือ ขนาดอนุภาคเฉลี่ย และดัชนีการกระจายตัวของขนาดอนุภาค สำหรับการคำนวณค่าการกระจายตัวของขนาดอนุภาคแบบเต็มรูปแบบนั้นทำได้หลายวิธี แต่ในปัจจุบันผลที่ได้จากแต่ละวิธียังขาดความแม่นยำในการทำซ้ำ และยังไม่มียุคตอนที่เป็มาตรฐานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้ จัดทำขึ้นตามความร่วมมือระหว่างสำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมกับศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้กำหนดขึ้นโดยอาศัยข้อมูลจากผู้ทำ ผู้ใช้ และเอกสารต่อไปนี้เป็นแนวทาง

- |   |   |
|---|---|
| ISO 22412: 2008   | Particle size analysis-Dynamic light scattering (DLS)                   |
| ISO 13321: 1996   | Particle size analysis-Photon correlation spectroscopy                  |
| I-NN-TSL-09   | วิธีปฏิบัติงาน เรื่อง การวิเคราะห์ขนาดอนุภาค ศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ |
| คู่มือการใช้เครื่องจากผู้ผลิต Zetasizer Nano Series User Manual (MAN 0317 Issue 1. 1Feb 2004) |   |

## สารบัญ

	หน้า
1. ขอบข่าย	1
2. บทนิยาม	1
3. สัญลักษณ์ ตัวอย่าง ความหมายและหน่วย	2
4. หลักการ	3
5. การคำนวณของค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาค และค่าพีไอ	5
6. องค์ประกอบของเครื่อง	5
7. ขั้นตอนเบื้องต้น	6
8. ขั้นตอนการวัด	7
9. สมบัติของระบบ	8
10. การทำซ้ำ	8
11. รายงานผลการทดสอบ	8
ภาคผนวก ก.	10
ภาคผนวก ข.	15

# มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

## วิธีการวิเคราะห์ขนาดอนุภาค

### ด้วยเทคนิค Dynamic light scattering

#### 1. ขอบข่าย

- 1.1 มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมฉบับนี้ กล่าวถึงวิธีการหาขนาดอนุภาคด้วยเทคนิคการกระเจิงของแสง (ดี แอลเอส) (dynamic light scattering: DLS) เพื่อหาขนาดเฉลี่ยของอนุภาค และการกระจายของขนาดอนุภาค ที่มีขนาดไม่เกิน 1 000 nm ในของเหลว ซึ่งขนาดอนุภาคที่ได้จากเทคนิคดีแอลเอสเป็นขนาดอนุภาคเทียบเท่าของอนุภาคทรงกลม
- 1.2 มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมฉบับนี้ใช้สำหรับการวัดอนุภาคที่กระจายในของเหลวที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ หลักการของเทคนิคดีแอลเอสเหมือนกับการวัดการละลายของสาร สามารถประยุกต์กับสารแขวนลอยที่เจือจาง และเข้มข้นได้ อย่างไรก็ตามผู้ทำการวัดควรระมัดระวังในการปรับเตรียมเครื่องมือ การเตรียมสารตัวอย่าง การตีความผลการวัด และการวัดตัวอย่างที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ

#### 2. บทนิยาม

ความหมายของคำที่ใช้ในมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมฉบับนี้ มีดังต่อไปนี้

- 2.1 การตรวจสอบความใช้ได้ (validation) หมายถึง การพิสูจน์คุณสมบัติเทียบกับวัสดุอ้างอิงด้วยวิธีการที่ยอมรับในการวัดวัสดุอื่น ๆ ในหัวข้อเดียวกัน
- 2.2 ความเข้มของการกระเจิงของแสง อัตราการนับ กระแสโฟตอน (scattered intensity, count rate, photocurrent;  $I_s$ ) หมายถึง ความเข้มแสงที่กระเจิงเนื่องจากอนุภาคภายในปริมาตรการกระเจิงของแสง จำนวนคลื่นโฟตอนต่อหน่วยเวลา หรือ กระแสจากเครื่องรับสัญญาณซึ่งเป็นสัดส่วนกับความเข้มของการกระเจิงที่วัดได้จากตัวรับสัญญาณ
- 2.3 คุณสมบัติ (qualification) หมายถึง การพิสูจน์คุณสมบัติเทียบกับวัสดุอ้างอิงด้วยเครื่องมือที่สามารถวัดข้อมูลที่ต้องการกับวัสดุอ้างอิงนั้นได้
- 2.4 ดัชนีการกระจายตัว (polydispersity index;  $PI$  (พีไอ)) หมายถึง ปริมาณไม่มีหน่วยที่บอถึงการกระจายตัวของขนาดอนุภาค

หมายเหตุ 1. พัฒนามาจาก ISO 13321 : 1996, 2.2

2. ค่าพีไอจะมีค่าน้อยกว่า 0.1 เมื่อทดสอบตัวอย่างที่มีขนาดอนุภาคสม่ำเสมอ

2.5 เทคนิคดีแอลเอส หมายถึง การวัดขนาดอนุภาคที่แขวนลอย และเคลื่อนที่อยู่ภายในตัวกลางที่เป็นของเหลว โดยใช้แสงเลเซอร์

2.6 ปริมาตรการกระเจิงของแสง (scattering volume;  $V$ ) หมายถึง ส่วนของลำแสงเลเซอร์ที่อุปกรณ์เชิงแสงของตัวรับสัญญาณตรวจพบ

หมายเหตุ พัฒนามาจาก ISO 13321 : 1996, 2.3

2.7 เส้นผ่านศูนย์กลางกลางของอนุภาคเฉลี่ย (average particle diameter;  $\bar{x}_{DLS}$ ) หมายถึง ค่าเฉลี่ยถ่วงน้ำหนักแบบฮาโมนิกซ์ของเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาค

หมายเหตุ เทคนิคดีแอลเอสรายงานขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคเฉลี่ยในหน่วยนาโนเมตร โดยอยู่ในช่วง 1 nm ถึง 1000 nm

### 3. สัญลักษณ์ ตัวย่อ ความหมายและหน่วย

3.1	$C(\Gamma)$	การกระจายของอัตราการเสื่อมสลายหรือส่วนกลับของความถี่	หน่วยใด ๆ
3.2	$D$	สัมประสิทธิ์การแพร่	$m^2/s$
3.3	$D_c$	สัมประสิทธิ์การแพร่รวม	$m^2/s$
3.4	$D_s$	สัมประสิทธิ์การแพร่ด้วยตัวเอง	$m^2/s$
3.5	$g^{(1)}(\tau)$	ฟังก์ชันสนามไฟฟ้าสัมพันธ์ (ปกติ)	หน่วยใด ๆ
3.6	$G^{(2)}(\tau)$	ฟังก์ชันความเข้มแสงสัมพันธ์	หน่วยใด ๆ
3.7	$I_0$	ความเข้มของแสงตกกระทบ	หน่วยใด ๆ
3.8	$I_s$	ความเข้มของแสงกระเจิง อัตราการเกิดโฟตอน กระแสโฟตอน	หน่วยใด ๆ
3.9	$n$	ค่าดัชนีหักเหของแสงในตัวกลาง	ไม่มีหน่วย
3.10	$P(\omega)$	สเปกตรัมของกำลัง (แสง)	หน่วยใด ๆ
3.11	PI	ดัชนีการกระจายตัว	ไม่มีหน่วย
3.12	$\Delta Q_{int,i}$	ปริมาณอนุภาคถ่วงน้ำหนักตามขนาดอนุภาค $x_i$	หน่วยใด ๆ
3.13	$V$	ปริมาตรการกระเจิง	หน่วยใด ๆ
3.14	$x$	เส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคทรงกลม	nm
3.15	$\bar{x}_{DLS}$	เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาค	nm
3.16	$\Gamma$	อัตราการเสื่อมสลายและลักษณะเฉพาะของความถี่	$s^{-1}$
3.17	$\bar{\Gamma}$	อัตราการเสื่อมสลายถ่วงน้ำหนักเฉลี่ย	$s^{-1}$
3.18	$\eta$	ความหนืดของตัวกลาง	mPa.s
3.19	$\theta$	มุมกระเจิง	°

3.20	$\lambda_0$	ความยาวคลื่นของเลเซอร์ในสุญญากาศ	nm
3.21	$\mu_2$	ค่าสัมประสิทธิ์การกระจายตัวของขนาด	หน่วยใด ๆ
3.22	$\rho$	ความหนาแน่นอนุภาค	g/cm <sup>3</sup>
3.23	$t$	เวลาสัมพัทธ์	s
3.24	$\varphi$	สัดส่วนปริมาตรของอนุภาค	หน่วยใด ๆ
3.25	$\omega$	ความถี่เชิงมุม	Hz
3.26	$T$	อุณหภูมิสัมบูรณ์	K
3.27	$k_B$	ค่าคงตัวของโบลต์ซมันน์	J/K

#### 4. หลักการ

##### 4.1 ทัวไป

อนุภาคนาโนที่แขวนลอยอยู่ในของเหลวมีการเคลื่อนที่แบบสุ่มอย่างสม่ำเสมอ หรือเรียกว่าการเคลื่อนที่แบบบราวน์ (Brownian motion) อันเกิดจากปฏิสัมพันธ์ระหว่างอนุภาคกับโมเลกุลของของเหลวตัวกลาง การเคลื่อนที่ของอนุภาคที่ความเข้มข้นต่ำสามารถคำนวณได้จากความหนืดของของเหลวตัวกลาง อุณหภูมิ และขนาดของอนุภาค ตามสมการสโตกส์และไอน์สไตน์ (Stokes and Eienstein) แสดงในสมการ (ก.8) ดังนั้นหากทำการวัดการเคลื่อนที่ของอนุภาคในของเหลวที่รู้อุณหภูมิและความหนืด ก็สามารถคำนวณขนาดของอนุภาคได้ ขนาดอนุภาคที่ความเข้มข้นต่ำจะเป็นขนาดอนุภาคแบบไฮโดรไดนามิก (hydrodynamic particle size) เมื่อความเข้มข้นของอนุภาคในของเหลวมากขึ้น ทำให้การกระเจิงเป็นแบบทวิคูณ และเกิดปฏิสัมพันธ์กันระหว่างอนุภาค การปรับระบบการวัดสามารถช่วยลดผลกระทบจากการกระเจิงแบบทวิคูณ ทั้งนี้ขนาดอนุภาคที่วัดได้จะเป็นขนาดภายนอกอนุภาค (apparent particle size) เทคนิคดีแอลเอสอาศัยการวัดการเคลื่อนที่ของอนุภาคเชิงแสง โดยใช้แสงจากแหล่งกำเนิดแสงอาพันธ์ (coherent light source) ฉายลงบนอนุภาคที่แขวนลอยในของเหลว แสงกระเจิงอันเนื่องจากการเคลื่อนที่ของอนุภาคนั้นมีเฟสที่ขึ้นกับเวลา (time-dependent phase) ซึ่งเกิดการตำแหน่งที่สัมพันธ์กับเวลา (time-dependent position) เฟสที่ขึ้นกับเวลาของแสงกระเจิงนี้สามารถพิจารณาเป็นการเลื่อนของเฟสหรือการเลื่อนของความถี่จากความถี่กลางของแสงจากแหล่งกำเนิดแสง เมื่อทำการวัดไปช่วงเวลาหนึ่ง การเคลื่อนที่แบบสุ่มของอนุภาคทำให้เกิดการกระจายตัวของเฟสและการเลื่อนของความถี่แสง

##### 4.2 การตรวจวัดเชิงแสงดีแอลเอส (DLS optical detection)

4.2.1 การใช้มาตรฐานเชิงแสงแบบอาพันธ์ (coherent optical reference) เพื่อให้คลื่นแสงเกิดการแทรกสอดทำให้สามารถแปลงค่าความถี่กลางของสเปกตรัม (spectral central frequencies) ให้เป็นค่าความต่างของ

ความถี่แสงที่เปลี่ยนแปลงไป โดยมีค่าระหว่าง 1 Hz ถึง 100 kHz ซึ่งสามารถวัดได้โดยเครื่องวัดความถี่แบบอิเล็กทรอนิกส์รุ่นใหม่วิธีการมาตรฐานแสดงในรูปที่ 1



- หมายเหตุ
- 1 คือ แสงกระเจิง
  - 2 คือ สัดส่วนของแสงที่ไม่กระเจิง
  - 3 คือ ตัวตรวจวัด
  - 4 คือ เครื่องวัดสัมพัทธ์อัตโนมัติ (autocorrelator) หรือ เครื่องวิเคราะห์สเปกตรัม

รูปที่ 1 การจัดเรียงเชิงแสงสำหรับดีแอลเอส (ข้อ 4.2.1)

- 4.2.2 การตรวจวัดแบบโฮโมไดนา (รูปที่ 1ก) หรือ การเปรียบเทียบกับตัวเอง (self-referencing หรือ self-beating detection) อาศัยการผสมของแสงกระเจิงทั้งหมดที่ตัวตรวจวัดเชิงแสงเพื่อเป็นมาตรฐานอ้างอิงในการวัดการเลื่อนความถี่หรือการเลื่อนเฟส
- 4.2.3 การตรวจวัดแบบเฮเทอโรไดนา (รูปที่ 1ข) หรือ การเปรียบเทียบกับมาตรฐานอ้างอิง (reference beating หรือ controlled reference detection) อาศัยการผสมกันระหว่างแสงกระเจิงกับแสงจากแหล่งกำเนิดแสงบางส่วน แสงจากแหล่งกำเนิดแสงทำหน้าที่เป็นมาตรฐานอ้างอิงสำหรับวัดการเลื่อนความถี่หรือการเลื่อนเฟส
- 4.2.4 ข้อมูลที่ได้จากการตรวจวัดทั้ง 2 ชนิดประกอบด้วย การกระจายตัวของความถี่ หรือเฟสที่สัมพันธ์กับเวลา ซึ่งเป็นตัวแทนของขนาดอนุภาคที่แขวนลอย ข้อมูลที่ได้จากตัวตรวจวัดมีองค์ประกอบ 2 ส่วน คือ ปริมาณที่เป็นค่าคงที่ แสดงถึงค่าเฉลี่ยความเข้มแสงที่ตรวจวัดได้ และ ปริมาณที่ขึ้นกับเวลาซึ่งแสดงถึงผลที่เกิดผลกระทบดีแอลเอส (DLS effect)

การประมวลผลสัญญาณที่ขึ้นกับเวลาทำได้โดยใช้ ฟังก์ชันสหสัมพันธ์ตามเวลา (time-based correlation function) หรือ การใช้สเปกตรัมกำลังของความถี่ (frequency-based power spectrum) ซึ่งทั้ง 2 วิธีการมีความสัมพันธ์กันทางคณิตศาสตร์ รายละเอียดอธิบายในภาคผนวก ก.



## 5. การคำนวณของค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาค และค่าพีไอ

การประมวลผลและวิเคราะห์สัญญาณที่ตรวจวัดได้ ทำโดยวิธีการวิเคราะห์ฟังก์ชันสหสัมพันธ์และการวิเคราะห์ความถี่

**หมายเหตุ** การวิเคราะห์ทั้งสองวิธีมีความสัมพันธ์เชิงการเปลี่ยนแปลงฟูเรียร์ (Fourier transform) โดยการกระจายตัวของขนาดอนุภาคนั้นแสดงเป็นชุดข้อมูลที่ไม่ต่อเนื่องกันของเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาค ( $x_i$ ) และ ปริมาณความเข้มถ่วงน้ำหนัก  $\{\Delta Q_{int,i}, x_i, i = 1 \dots N\}$

จากชุดข้อมูลดังกล่าว ค่าเฉลี่ยของเส้นผ่านศูนย์กลางอนุภาค (ความเข้มถ่วงน้ำหนัก) หรือ  $\bar{x}_{DLS}$  สามารถคำนวณได้จากสมการ (2)

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

และค่าพีไอ (การวัดความกว้างของการกระจายตัว) สามารถคำนวณได้จากสมการ (3)

$$PI = 2\bar{x}_{DLS}^2 \frac{\sum_{i=1}^N \Delta Q_{int,i} (1/x_i^2 - 1/\bar{x}_{DLS}^2)}{\sum_{i=1}^N \Delta Q_{int,i}} \quad (3)$$

ข้อมูลฟังก์ชันสหสัมพันธ์สามารถวิเคราะห์โดยใช้วิธีคัมแลนท (cumulant method) เพื่อหาค่าความเข้มถ่วงน้ำหนักเฉลี่ยของเส้นผ่านศูนย์กลาง  $\bar{x}_{DLS}$  และค่าพีไอ

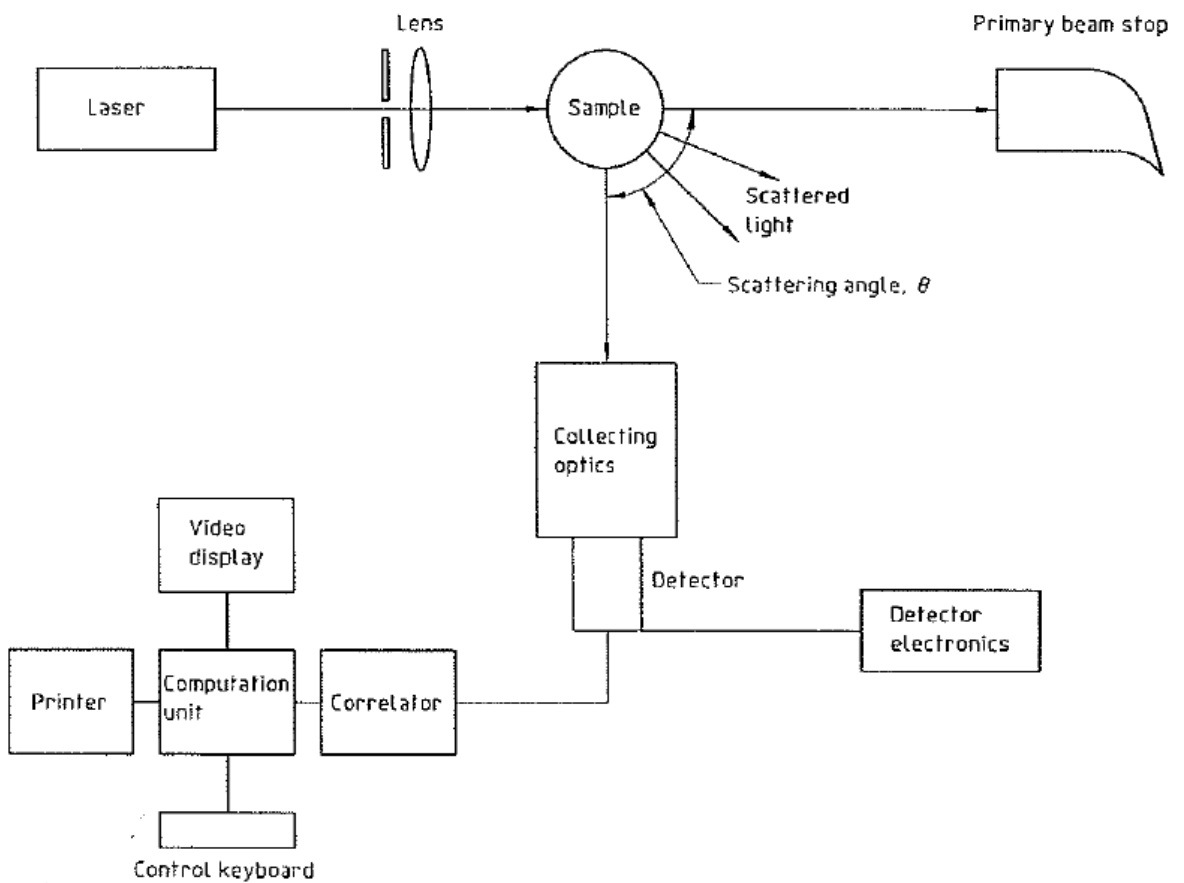
**หมายเหตุ** ในทางปฏิบัติค่าพีไอที่คำนวณได้จากการวิเคราะห์ตามวิธีคัมแลนทอาจแตกต่างจากค่าที่ได้จากการคำนวณจากสมการ (3)

## 6. องค์ประกอบของเครื่อง

องค์ประกอบทั่วไปของเครื่องที่ใช้ในห้องปฏิบัติการดังแสดงในรูปที่ 2 มีดังนี้

- 6.1 เลเซอร์แสงเดี่ยว (monochromatic laser) ทำหน้าที่ให้แสงที่โพลาไรซ์กับสนามไฟฟ้า ซึ่งตั้งฉากกับระนาบที่เกิดจากรังสีจากแหล่งกำเนิดแสง และรังสีที่ตรวจวัดได้ (โพลาไรซ์แนวตั้ง) เลเซอร์ที่ใช้ได้แก่ ฮีเลียม-นีออนเลเซอร์ อาร์กอนเลเซอร์ โซลิดสเตทเลเซอร์ ไดโอดเปล่งโซลิดสเตทเลเซอร์ และไดโอดเลเซอร์
- 6.2 องค์ประกอบเชิงแสง (optics) เลนส์ และอุปกรณ์รวมแสงจากแหล่งกำเนิดเพื่อส่งไปยังปริมาตรการกระเจิงของแสง และตัวตรวจวัดแสงกระเจิง นิยมใช้เส้นใยนำแสงในระบบตรวจวัด และนำส่งแสง
- 6.3 ช่องใส่ตัวอย่าง (test sample holder) ต้องสามารถวัดและควบคุมอุณหภูมิให้อยู่ภายใน  $\pm 0.3 \text{ }^\circ\text{C}$  ได้

- 6.4 ตัวจับโฟตอน (photon detector) นิยมใช้ตัวตรวจวัดแสงทวีคูณ และแอ่วัลแลนซ์โฟโตไดโอด หรือโฟโตไดโอด ในการตรวจจับโฟตอนซึ่งสัมพันธ์โดยตรงกับความเข้มของแสงกระเจิง
- 6.5 หน่วยประมวลผล ประมวลผลสัญญาณความเข้มที่สัมพันธ์กับเวลา แล้วแสดงผลสหสัมพันธ์อัตโนมัติ (autocorrelation) สหสัมพันธ์ข้าม (cross-correlation) หรือสเปกตรัมของกำลังของสัญญาณ
- 6.6 คอมพิวเตอร์ ประมวลผลสัญญาณเพื่อคำนวณขนาดอนุภาคและการกระจายของขนาดอนุภาค บางครั้งทำหน้าที่เป็นหน่วยประมวลผลด้วย



รูปที่ 2 – ส่วนประกอบทั่วไปของดีแอลเอส (ข้อ 6.)

## 7. ขั้นตอนเบื้องต้น

- 7.1 สถานที่ตั้งเครื่องมือ  
วางเครื่องในสภาพแวดล้อมที่สะอาดปราศจากสัญญาณไฟฟ้ารบกวน แรงสั่นสะเทือน และแสงแดดกระทบโดยตรง

**คำเตือน** เครื่องดีแอลเอสประกอบด้วยเลเซอร์พลังงานต่ำถึงปานกลางซึ่งอาจทำให้ตาบอดถาวรได้ ไม่ควรมองเลเซอร์ในแนวลำแสงหรือแสงสะท้อน ตรวจสอบให้แน่ใจว่าไม่มีชิ้นงานที่มีผิวสะท้อนอยู่ในแนวลำแสงก่อนเปิดเลเซอร์ จัดให้มีข้อบังคับเรื่องความปลอดภัยจากการใช้แสงเลเซอร์ในบริเวณที่ทำงาน

## 7.2 การเตรียมตัวอย่าง

ตัวอย่างควรประกอบด้วยอนุภาคที่กระจายตัวในของเหลวได้ดี โดยของเหลวที่ใช้ควรมีสมบัติดังนี้

- 7.2.1 ไม่ละลายอนุภาค หรือทำให้อนุภาคบวม หรือรวมตัวกัน
- 7.2.2 ใส และไม่ดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นที่ใช้
- 7.2.3 ผ่านการกรองตามมาตรฐาน ISO 13321
- 7.2.4 มีค่าดัชนีหักเหต่างจากค่าดัชนีหักเหของอนุภาค
- 7.2.5 ค่าดัชนีหักเหและค่าความหนืดมีความถูกต้องมากกว่า  $\pm 0.5\%$
- 7.2.6 ให้สัญญาณความเข้มต่ำเมื่อทำการตรวจสอบการปนเปื้อนของเครื่องมือ
- 7.2.7 สอดคล้องกับข้อแนะนำของเครื่องมือในเรื่องการตรวจสอบการกระเจิงพื้นหลัง

## 8. ขั้นตอนการวัด

เครื่องมือต้องผ่านการติดตั้งอย่างถูกต้อง และผู้ทำการวัดต้องมีความคุ้นเคยกับเครื่องมือและคู่มือการใช้งานเป็นอย่างดี

- 8.1 เปิดเครื่องทิ้งไว้ประมาณ 15 min ถึง 30 min เพื่อให้ความเข้มของเลเซอร์และอุณหภูมิบริเวณช่องใส่ตัวอย่างเสถียร
- 8.2 ตรวจสอบการกระเจิงแสงพื้นหลังจากตัวกลาง โดยต้องมีค่าอยู่ภายในช่วงที่เครื่องมือสามารถตรวจวัดได้ และทำการบันทึกค่าเฉลี่ยของความเข้มของแสงกระเจิง
- 8.3 นำตัวอย่างข้อ 7.2 ใส่ในช่องใส่ตัวอย่างและทิ้งให้อุณหภูมิระหว่างตัวอย่างและช่องใส่ตัวอย่างสมดุล อุณหภูมิควรควบคุมไว้ที่  $\pm 0.3$  °C

**หมายเหตุ** ค่าความไม่แน่นอนของขนาดอนุภาคที่กระจายตัวในน้ำที่อุณหภูมิห้องมีค่าประมาณ 2% ต้องสาเซลเซียส หากอุณหภูมิของตัวอย่างและช่องในตัวอย่างไม่สมดุลกัน ควรตรวจสอบให้แน่ใจว่าไม่มีฟองอากาศในตัวอย่าง

- 8.4 บันทึกรายละเอียดของตัวอย่าง เวลาที่ทำการวัด ณ สถานที่จริง และระยะเวลาที่ใช้ในการวัด อุณหภูมิ ดัชนีการหักเหของแสง ความหนืดของตัวกลาง ความเข้มข้นของอนุภาค ความยาวคลื่นของเลเซอร์ และมุมกระเจิง
- 8.5 ตรวจสอบความเข้มเฉลี่ยของแสงกระเจิงของตัวอย่าง โดยควรมีค่าสูงกว่าความเข้มเฉลี่ยของแสงกระเจิงของตัวกลาง ควรทำการวัดซ้ำอย่างน้อย 3 ครั้งและบันทึกผล
- 8.6 บันทึกค่าเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาค ( $\bar{x}_{DLS}$ ) และค่าพีไอ (PI)

- 8.7 ตรวจสอบหลังทำการวัดเสร็จว่าไม่มีการตกตะกอนอย่างมีนัยสำคัญเกิดขึ้นกับตัวอย่าง ในกรณีที่พบการตกตะกอนแสดงว่าตัวอย่างอาจเกิดการเกาะแน่นแล้วตกตะกอน หรือวัสดุที่ใช้อาจไม่เหมาะสม

## 9. สมบัติของระบบ

- 9.1 ประสิทธิภาพของเครื่องมือสามารถตรวจสอบ โดยโดยใช้อนุภาคอ้างอิงที่ได้รับการรับรอง (certified reference material) หลังจากทำการติดตั้งเครื่องแล้วเสร็จ และทำซ้ำเป็นประจำตามช่วงเวลาที่กำหนด
- 9.2 ในกรณีที่ผลการวัดไม่เป็นไปตามสมบัติของเครื่องมือ แสดงว่าการกระจายตัวของอนุภาคมีปัญหา ซึ่งอาจเกิดจากการเตรียมตัวอย่างตามข้อ 7.2 หรือจากเครื่องมือเอง
- 9.3 อนุภาคโพลีสไตรีนที่มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคแคบและมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยประมาณ 100 nm สามารถใช้ในการตรวจสอบประสิทธิภาพของเครื่องดีแอลเอสได้ โดยผลการวัดควรมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยคลาดเคลื่อนได้ไม่เกิน  $\pm 2\%$  ของค่าอ้างอิง ความสามารถในการวัดซ้ำต้องไม่เกิน 2% และค่าพีไอไม่เกิน 0.1

## 10. การทำซ้ำ

- 10.1 สำหรับอนุภาคที่มีการกระจายตัวแตกต่างจากอนุภาคในข้อ 9. ความสามารถในการวัดซ้ำของขนาดอนุภาคเฉลี่ยต้องไม่เกิน 5% การทำซ้ำควรทำอย่างน้อย 3 ครั้ง ในกรณีที่สามารถทำได้ควรทำซ้ำ 6 ครั้ง

## 11. รายงานผลการทดสอบ

รายงานผลการทดสอบควรประกอบด้วยข้อมูลต่อไปนี้

- 11.1 ขนาดอนุภาคเฉลี่ย และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานซึ่งได้จากผลการวัดซ้ำอย่างน้อย 3 ครั้ง
- 11.2 ค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของค่าพีไอ ที่ได้จากการวัดซ้ำอย่างน้อย 3 ครั้ง
- 11.3 ในกรณีที่ขนาดอนุภาคเฉลี่ย และค่าพีไอแปรผันตามความเข้มข้น ต้องรายงานค่าที่ได้จากการประมาณค่าที่ความเข้มข้นเจือจางที่สุด หรือจากผลการวัดที่ความเข้มข้นต่ำที่สุด
- 11.4 ข้อมูลทั้งหมดที่จำเป็นในการบ่งชี้ตัวอย่าง รวมถึงรูปร่างและความเป็นเนื้อเดียวกันของอนุภาค
- 11.5 วิธีการสุ่มตัวอย่าง (ถ้าทราบ)
- 11.6 วิธีการทดสอบ รวมถึงเอกสารมาตรฐานที่ใช้อ้างอิง
- 11.7 ประเภทและหมายเลขเครื่องมือ
- 11.8 สภาวะในการกระจายตัว
- 11.8.1 ของเหลวที่ใช้ในการกระจายตัวและขั้นตอนการเตรียม
- 11.8.2 ความเข้มข้นของอนุภาค
- 11.8.3 ชนิดและความเข้มข้นของสารช่วยในการกระจายตัว

- 11.8.4 ขั้นตอนการทำให้กระจายตัว
- 11.8.5 สภาวะ โชนิกะชั้น: ความถี่ และกำลังที่ใช้ (ถ้าจำเป็น)
- 11.9 สภาวะการวัด
  - 11.9.1 ความเข้มข้นที่ใช้วัด
  - 11.9.2 ความหนืด และดัชนีหักเหของของเหลวที่ใช้ในการกระจายตัว
  - 11.9.3 อุณหภูมิของตัวอย่าง
- 11.10 การบ่งชี้ผู้ทำการวิเคราะห์
  - 11.10.1 ชื่อและสถานที่ตั้งของห้องปฏิบัติการ
  - 11.10.2 ชื่อหรือชื่อย่อของผู้ทำการวัด
  - 11.10.3 วันที่
- 11.11 ข้อมูลอื่น ๆ ที่ไม่ได้ระบุในมาตรฐานอุตสาหกรรมฉบับนี้ที่มีอิทธิพลต่อผลการวัด

ภาคผนวก ก.

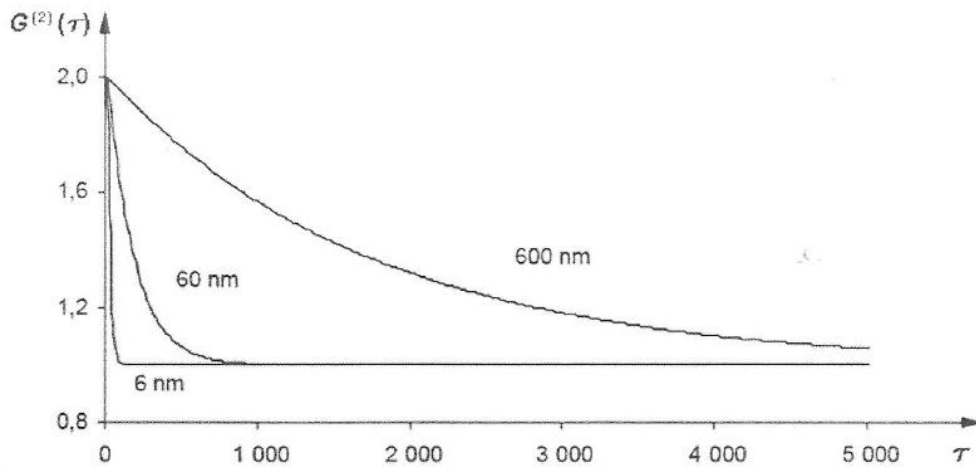
ฟังก์ชันสหสัมพันธ์และการวิเคราะห์ความถี่

(ข้อ 4.2)

ก.1 การวิเคราะห์ฟังก์ชันสหสัมพันธ์

ก.1.1 สหสัมพันธ์อัตโนมัติ

เมื่อฉายแสงเลเซอร์ไปยังตัวอย่างภายในเซลล์ที่มีปริมาตรขนาดเล็ก ทำให้เกิดการกระเจิงของแสงโดยอนุภาคในตัวอย่งและวัดค่าแสงที่กระเจิงโดยตัวตรวจวัด แสงที่ตัวตรวจวัด ณ เวลาหนึ่ง ๆ คือผลรวมของแสงกระเจิงที่ส่องจากอนุภาคทั้งหมดภายในปริมาตรที่แสงเลเซอร์ฉายและอยู่ในทิศทางของตัวตรวจวัด ความเข้มของแสงกระเจิงสัมพันธ์กับเวลาหนึ่งตามรูปที่ ก.1



รูปที่ ก.1 ฟังก์ชันความเข้มแสงสัมพันธ์อัตโนมัติ (มาตรฐาน)

(ข้อ ก.1.1)

ก.1.2 สหสัมพันธ์ข้าม

เมื่อฉายแสงเลเซอร์ 2 ลำที่มีจุดโฟกัสที่ตัวอย่าง แสงทั้ง 2 ลำเกิดการตัดกันภายในตัวอย่างโดยปริมาตรที่ถูกวัดคือบริเวณที่แสงทั้ง 2 ลำตัดกัน ตัวตรวจวัด 2 ตัวทำการตรวจวัดแสงที่กระเจิงโดยอนุภาค ดังนั้นจึงถือได้ว่าเป็นการวัดการกระเจิงของแสงที่อิสระต่อกัน 2 การวัดที่ได้จากการวัดเดียวกัน ซึ่งเป็นการลดอิทธิพลจากการกระเจิงแบบทวีคูณ (ดูภาคผนวก ข.) ผลการวัดฟังก์ชันสหสัมพันธ์มีลักษณะคล้ายฟังก์ชันสหสัมพันธ์อัตโนมัติในรูปที่ ก.1

ก.1.3 การวิเคราะห์ข้อมูล

ก.1.3.1 การวิเคราะห์ฟังก์ชัน

การวิเคราะห์ฟังก์ชันความเข้มแสงสัมพันธ์ ( $G^{(2)}(\tau)$ ) ทั้งแบบอัตโนมัติและแบบข้ามใช้กับความแปรปรวนเชิงสถิติของความเข้มแสงกระเจิง โดยกำหนดให้

$$G^{(2)}(\tau) = \langle I_{sA}(t)I_{sB}(t+\tau) \rangle \tag{ก.1}$$

เมื่อ  $I_{sA}(t)$  คือความเข้มแสงกระเจิงจากลำแสง A ณ เวลา  $t$

$I_{sB}(t+\tau)$  คือความเข้มแสงกระเจิงจากลำแสง B ณ เวลา  $t+\tau$

วงเล็บมุมระบุถึงผลเฉลี่ยของปริมาณทั้งหมด ในกรณีที่ใช้ตัวตรวจวัดตัวเดียว ความเข้มแสง  $I_{sA}(t)$  และ  $I_{sB}(t)$  มีค่าเท่ากัน และฟังก์ชันความเข้มสัมพันธ์อัตโนมัติ สามารถหาได้จากสมการ (ก.2)

$$G^{(2)}(\tau) = \langle I_s(t)I_s(t+\tau) \rangle \tag{ก.2}$$

เมื่อ  $I_s(t)$  คือความเข้มแสงกระเจิง ณ เวลา  $t$

$I_s(t+\tau)$  คือความเข้มแสงกระเจิง ณ เวลา  $t+\tau$

ฟังก์ชันความเข้มแสงกระเจิงสัมพันธ์ของการวัดแบบโฮโมไดนาสม์สัมพันธ์กับฟังก์ชันสนามไฟฟ้าสัมพันธ์ ( $g^{(1)}(\tau)$ ) ตามสมการ (ก.3)

$$G^2(\tau) = A \left[ 1 + B |g^{(1)}(\tau)|^2 \right] \tag{ก.3}$$

เมื่อ  $A$  คือค่าตัวประกอบในการทำให้เป็นมาตรฐาน

$B$  คือค่าตัวประกอบเครื่องมือ

สำหรับตัวอย่างที่มีการกระจายตัวฟังก์ชัน ( $g^{(1)}(\tau)$ ) สัมพันธ์กับฟังก์ชันการกระจายตัวมาตรฐานของอัตราการผลิตสลาย ( $C(\Gamma)$ ) ตามสมการ (ก.4)

$$g^{(1)}(\tau) = \int_0^\infty C(\Gamma) \exp(\Gamma \tau) d\Gamma \tag{ก.4}$$

โดย 
$$\int_0^\infty C(\Gamma) d\Gamma = 1 \tag{ก.5}$$

อัตราการผลิตสลาย ( $\Gamma$ ) สัมพันธ์กับค่าสัมประสิทธิ์การแพร่แบบเคลื่อนที่ของอนุภาคทรงกลมตามสมการ (ก.6)

$$\Gamma = Dq^2 \tag{ก.6}$$

เมื่อ  $q$  คือโมดูลัสของเวกเตอร์การกระเจิงตามสมการ (ก.7)

$$q = 4\pi \sin(\theta/2) \lambda_0 \tag{ก.7}$$

เส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคทรงกลม ( $x$ ) คำนวณได้โดยการเปลี่ยนรูปสมการสโตกส์และไอน์สไตน์เป็นสมการ (ก.8) โดยตั้งอยู่บนสมมติฐานว่าตัวอย่างประกอบด้วยอนุภาคทรงกลมที่ไม่ทำปฏิกิริยาต่อกัน

$$x = \frac{k_B T}{3\pi\eta D} \tag{ก.8}$$

ก.1.3.2 วิธีคัมมูลแลนท์

ฟังก์ชันความเข้มแสงสัมพัทธ์มีการกระจายอยู่รอบค่าอัตราการเสื่อมสลายถ่วงน้ำหนักเฉลี่ยในรูปโพโลโนเมียล ซึ่งในทางปฏิบัติมักละเทอมที่ยกกำลังมากกว่า 2 เนื่องจากมีอิทธิพลน้อย

$$G^{(2)}(\tau) \approx A \left[ 1 + \exp(-2\bar{\Gamma}\tau + \mu_2\tau^2) \right] \tag{ก.9}$$

เมื่อ 
$$\mu_2 = \left( \overline{\Gamma - \bar{\Gamma}} \right)^2$$

ค่าคัมมูลแลนท์ที่คำนวณได้สัมพันธ์กับการกระจายของขนาดอนุภาคถ่วงน้ำหนัก ขนาดอนุภาคเฉลี่ยสามารถคำนวณได้จากสมการ (ก.6) ถึง (ก.8) โดยใช้ค่าอัตราการเสื่อมสลายถ่วงน้ำหนักเฉลี่ย

ค่าพีไอคำนวณได้จากสมการ (ก.10) โดยค่าพีไอที่คำนวณได้จากวิธีคัมมูลแลนท์อาจแตกต่างจากค่าที่ได้จากสมการ (2)

$$PI = \frac{2\mu_2}{\bar{\Gamma}^2} \tag{ก.10}$$

ก.1.3.3 การแปลงลาปลาซ (Laplace inversion) สำหรับการกระจายของขนาดอนุภาค

ใช้สมการ (ก.4) ในการคำนวณค่าการกระจายของอัตราการเสื่อมสลาย โดยอัตราการเสื่อมสลายสัมพันธ์กับขนาดอนุภาคตามสมการ (ก.6) ถึง (ก.8) การแก้สมการไม่เชิงเส้น (non-linear equation) ประกอบด้วยขั้นตอนต่าง ๆ ดังนี้

- (1) แปลงสมการ (ก.4) ให้เป็นเชิงเส้นโดยกำหนดช่วงขนาดอนุภาค แล้วแปลงเป็นค่าขนาดอนุภาค  $\{x_i, i=1 \dots N\}$
- (2) คำนวณปริมาณอนุภาคถ่วงน้ำหนักตามขนาดอนุภาค  $\{\Delta Q_{int,i}, i=1 \dots N\}$
- (3) รายงานค่า  $\Delta Q_{int,i}$  ตามขนาดอนุภาค  $x_i$  และสัดส่วนถ่วงน้ำหนักความถี่  $\Delta Q_{int,i} : \{\Delta Q_{int,i}, i=1 \dots N\}$

การกระจายตัวตามปริมาตรหรือจำนวนสามารถคำนวณได้หากทราบค่าดัชนีหักเหของแสงของอนุภาคและตัวกลาง

ก.2 การวิเคราะห์ความถี่

สำหรับระบบที่อนุภาคมีขนาดเท่ากัน (monodisperse system) สเปกตรัมของกำลังอธิบายตามสมการ (ก.11)

สำหรับการตรวจวัดแบบโฮโมไดน์ และสมการ (ก.12) สำหรับการตรวจวัดแบบเฮเทอโรไดน์



$$P(\omega) = \langle I_s \rangle^2 \frac{2\Gamma}{\omega^2 + (2\Gamma)^2} \tag{ก.11}$$

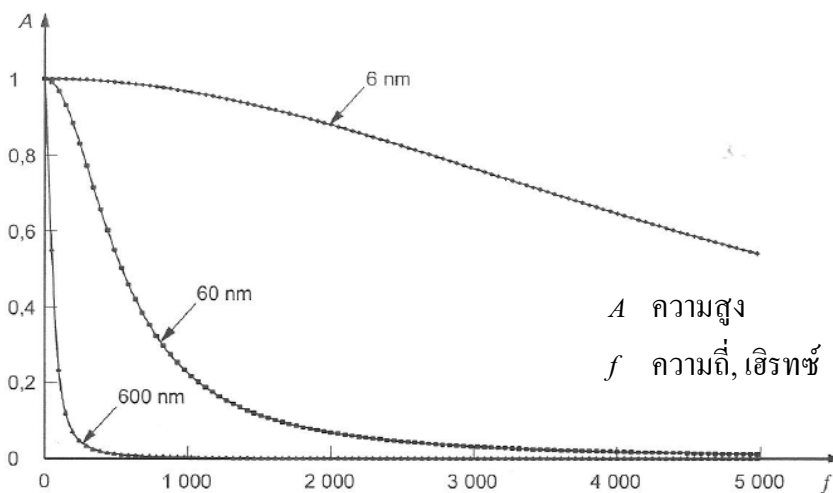
$$P(\omega) = I_0 \langle I_s \rangle^2 \frac{\Gamma}{\omega^2 + (\Gamma)^2} \tag{ก.12}$$

เห็นได้ว่าลักษณะเฉพาะของความถี่ที่มีความสัมพันธ์กับขนาดอนุภาคตามสมการ (ก.6) ถึง (ก.8)

ในระบบการวัดแบบโฮโมไดนัม ขนาดของสเปกตรัมของกำลังแปรผันกับค่าความถี่ของแสงกระเจิงกำลังสอง ซึ่งแปรผันกับความเข้มข้นของตัวอย่าง ระบบการวัดนี้ตั้งอยู่บนสมมติฐานว่าไม่มีแสงปฐมภูมิปนอยู่กับแสงกระเจิง คือ  $I_0 \ll \langle I_s \rangle$

สำหรับระบบการวัดแบบเฮเทอโรไดนัมนั้น อาศัยการผสมกันระหว่างแสงปฐมภูมิกับแสงกระเจิง ดังนั้นสเปกตรัมกำลังของระบบเฮเทอโรไดนัมจึงมีส่วนประกอบจากระบบโฮโมไดนัมอยู่ด้วยเสมอ ดังนั้นในการจัดการสเปกตรัมของกำลังเสมือนเป็นระบบเฮเทอโรไดนัมอย่างเดียวนั้น ต้องทำให้สัญญาณจากระบบโฮโมไดนัมมีอยู่น้อยที่สุดเมื่อเทียบกับสัญญาณจากระบบเฮเทอโรไดนัม คือ  $I_0 \gg \langle I_s \rangle$  สำหรับตัวอย่างที่มีความเข้มข้นสูงควรทำการวัดค่าความเข้มของแสงกระเจิงเพื่อให้มั่นใจว่า  $I_0 > \langle I_s \rangle$

สเปกตรัมกำลังเป็นฟังก์ชันแบบลอเรนเซียน (Lorentzian function) ดังแสดงในสมการ (ก.11) และ (ก.12) ลักษณะเฉพาะของความถี่แปรผกผันกับขนาดอนุภาค รูปที่ ก.2 แสดงสเปกตรัมกำลังของอนุภาคขนาดต่างๆ ในการวัดแบบเฮเทอโรไดนัมซึ่งแสดงให้เห็นถึงความสัมพันธ์แบบผกผันของลักษณะเฉพาะของความถี่กับขนาดอนุภาค



รูปที่ ก.2 สเปกตรัมกำลังของการวัดแบบเฮเทอโรไดนัม (มาตรฐาน)  
(ข้อ ก.2)

สำหรับระบบที่อนุภาคมีขนาดไม่เท่ากัน (polydisperse system) สเปกตรัมของกำลังมาตรฐานสัมพันธ์กับลักษณะการกระจายตัวของลักษณะเฉพาะของความถี่ หรือส่วนกลับของความถี่ตามสมการ (ก.13) สำหรับแบบไฮโมคายน์ และสมการ (ก.14) สำหรับแบบเฮทเทอโรคายน์

$$P_1(\omega) = \int_0^\infty C(\Gamma) \frac{2\Gamma}{\omega^2 + (2\Gamma)^2} d\Gamma \quad (ก.13)$$

$$P_1(\omega) = \int_0^\infty C(\Gamma) \frac{\Gamma}{\omega^2 + (\Gamma)^2} d\Gamma \quad (ก.14)$$

สมการ (ก.13) และ (ก.14) ใช้คำนวณการกระจายตัวของขนาดอนุภาคในลักษณะเดียวกับการวิเคราะห์ฟังก์ชันสหสัมพันธ์ คือ กำหนดชุดขนาดอนุภาค  $\{x_i, i=1\dots N\}$  แล้วคำนวณปริมาณอนุภาคถ่วงน้ำหนักตามขนาดอนุภาค  $\{\Delta Q_{int,i}, i=1\dots N\}$  การกระจายตัวตามปริมาตรหรือจำนวนสามารถคำนวณได้หากทราบค่าดัชนีหักเหของแสงของอนุภาคและตัวกลาง

## ภาคผนวก ข.

## ผลกระทบของความเข้มข้นต่อการวัดขนาด

## (ข้อ ก.1.2)

## ข.1 ทั่วไป

เทคนิคดีแอลเอสใช้หลักการตรวจจับการเคลื่อนที่แบบสุ่ม (การเคลื่อนที่แบบบราวน์) เทคนิคนี้สามารถวัดสัมประสิทธิ์การแพร่ที่สัมพันธ์กับขนาดอนุภาคด้วยสมการสโตกส์และไอน์สไตน์ได้เฉพาะอนุภาคทรงกลมที่กระจายตัวในของเหลวที่ความเข้มข้นต่ำเท่านั้น ในกรณีที่อนุภาคมีความเข้มข้นสูงขึ้นไปนั้นมีข้อจำกัดหลายประการ ปัญหาหลักเกิดจากการกระเจิงแบบทวีคูณทั้งจากการแพร่ของกลุ่มอนุภาค การแพร่ของอนุภาค และปฏิสัมพันธ์ระหว่างอนุภาค

## ข.2 ข้อจำกัดเนื่องจากการกระเจิงแบบทวีคูณ

การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคดีแอลเอสอยู่บนสมมติฐานว่าการวัดสามารถตรวจจับได้เฉพาะแสงกระเจิงเดี่ยวเท่านั้น เมื่อตัวอย่างมีความเข้มข้นสูงขึ้น ความน่าจะเป็นที่แสงกระเจิงเกิดการกระเจิงซ้ำอันเนื่องมาจากปฏิสัมพันธ์ระหว่างอนุภาคที่อยู่ในแนวแสงจะมีมากขึ้น ฟังก์ชันสหสัมพันธ์การทดลอง (experimental correlation function) หรือสเปกตรัมนั้นไม่สามารถอธิบายได้ด้วยสมการที่ (ก.4) (ก.13) หรือ (ก.14)

วิธีลดผลกระทบของการกระเจิงแบบทวีคูณมีอยู่ด้วยกันหลายวิธี ดังนี้

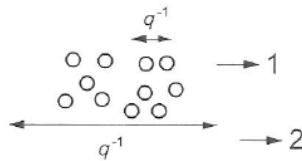
- (1) ใช้ระบบออปติกเพื่อลดระยะทางที่แสงเดินทางผ่านตัวอย่าง เช่น ใช้ออปติกที่ทำให้เกิดการกระเจิงกลับของแสง (backscatter) ออปติกชนิดแสงกระเจิงกลับช่วยให้ระยะทางที่แสงเดินทางสั้นลง สำหรับตัวอย่างทดสอบที่แสงที่มีระยะทางเดินแสงยาว อาจไม่ต้องคำนึงถึงการกระเจิงแสงแบบทวีคูณใน ระยะทางเดินแสงสั้นได้ นอกจากนี้สามารถเปลี่ยนตำแหน่งการวัดโดยเลื่อนตำแหน่งช่องใส่ตัวอย่าง วิธีการนี้ทำให้ปริมาตรที่วัดอยู่ใกล้กับผนังเซลล์สำหรับตัวอย่างที่มีความเข้มข้นสูงได้ หรือทำการเพิ่มความเข้มแสงของแสงตกกระทบที่บริเวณรอยต่อระหว่างตัวอย่างและหน้าต่างก่อนถึงตัวอย่าง ในกรณีนี้ ปริมาตรที่วัดอยู่บริเวณรอยต่อและใช้ระยะทางเพียงเล็กน้อยให้แสงเดินทางเข้าและกระเจิงกลับเข้าอุปกรณ์ตรวจวัด
- (2) ใช้วิธีสหสัมพันธ์ข้ามในข้อ ก.1.2 โดยวัดแสงกระเจิง 2 แนวใน 3 มิติพร้อม ๆ กัน โดยแสงกระเจิงทั้ง 2 แนวนี้ต้องมีเวกเตอร์การกระเจิงและปริมาตรการกระเจิงเหมือนกัน แต่มีเวกเตอร์ของคลื่นที่แตกต่างกัน แสงเลเซอร์ทั้ง 2 ลำนี้ ทำให้เกิดรูปแบบสเปกเคิล (speckle pattern) 2 แบบบนฉากรับแสงที่เหลื่อมกัน สัญญาณจากตัวตรวจวัด 2 ตัวที่วางอยู่ในตำแหน่งที่เกิดสเปกเคิลเท่ากันมีสหสัมพันธ์กัน อย่างไรก็ตาม สหสัมพันธ์ที่เกิดขึ้นมักไม่สมบูรณ์เนื่องจากตัวตรวจวัดสามารถเห็นแสงที่เกิดจากการกระเจิงอื่นด้วย และการกระเจิงแบบทวีคูณของแสงเลเซอร์นั้นไม่สหสัมพันธ์อย่างสิ้นเชิง ปัจจัยที่ส่งผลให้เกิดการกระเจิงแบบทวีคูณนี้ไม่ส่งผลต่อสัญญาณที่สัมพันธ์กับเวลา แต่ไปเพิ่มสัญญาณพื้นหลัง ซึ่งในทาง

ทฤษฎีวิธีการนี้สามารถจัดการการกระเจิงแสงแบบทวีคูณได้อย่างสิ้นเชิง แต่ในทางปฏิบัติวิธีการนี้ทำได้เพียงช่วยลดผลกระทบจากการกระเจิงแสงแบบทวีคูณเท่านั้น ค่าความเข้มข้นสูงสุดของวัสดุที่นำมาวัดต้องไม่เกินค่าการกระเจิงแสงที่เครื่องสามารถตรวจวัดได้ เช่นเดียวกันกับการกระเจิงกลับของแสง หากต้องการวัดตัวอย่างที่ความเข้มข้นสูงขึ้นต้องปรับลดระยะทางเดินแสงลง

**ข.3 ข้อจำกัดเนื่องจากปฏิสัมพันธ์ระหว่างอนุภาค**

ทฤษฎีดีแอลเอสสันนิษฐานว่าอนุภาคแขวนลอยทำปฏิสัมพันธ์เฉพาะกับโมเลกุลของตัวกลาง เมื่อความเข้มข้นสูงขึ้นระยะห่างระหว่างอนุภาคจะลดลงส่งผลให้ปฏิสัมพันธ์ระหว่างอนุภาคเพิ่มขึ้น สำหรับตัวอย่างที่เข้มข้นเทคนิคดีแอลเอสสามารถตรวจจับการแพร่ของกลุ่มอนุภาคแทนที่การตรวจจับการแพร่ของอนุภาคเดี่ยว ทั้งนี้ความละเอียดในการแยกค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ทั้ง 2 ชนิดขึ้นอยู่กับขนาดอนุภาค ความเข้มข้น, มุมกระเจิง และความยาวคลื่นแสงเลเซอร์ สัดส่วนของระยะห่างเฉลี่ยระหว่างอนุภาคกับส่วนกลับของเวกเตอร์การกระเจิงสามารถคำนวณได้ดังนี้

- (1) กรณีที่  $q^{-1} < h/2\pi$  การแพร่ของอนุภาคสามารถตรวจวัดด้วยเทคนิคดีแอลเอสได้
- (2) กรณีที่  $q^{-1} > h/2\pi$  การแพร่ของกลุ่มอนุภาค



**รูปที่ ข.1** อิทธิพลของระยะห่างระหว่างอนุภาคและเวกเตอร์การกระเจิงเนื่องจากการแพร่ของอนุภาค (1) และกลุ่มอนุภาค (2) (ข้อ ข.3)

ทั้ง 2 กรณีสามารถอธิบายได้ด้วยสัมประสิทธิ์การแพร่ด้วยตัวเอง ( $D_s$ ) และสัมประสิทธิ์การแพร่แบบกลุ่ม ( $D_c$ ) ซึ่งค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ทั้ง 2 แบบล้วนแปรผันกับความเข้มข้นในรูปแบบที่ไม่เหมือนกัน เมื่อทำการวัดตัวอย่างที่มีอนุภาคขนาดค่อนข้างใหญ่กระจายตัวอย่างเจือจาง ส่วนกลับของเวกเตอร์การกระเจิง ( $q^{-1}$ ) ตามสมการที่ (ก.7) มีค่าน้อยกว่าระยะห่างเฉลี่ยระหว่างอนุภาค

$$\frac{h}{2\pi} = \frac{x}{2(6\pi^2\phi)^{1/3}} \tag{ข.1}$$

- กำหนดให้  $x$  คือ เส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคทรงกลม
- $\phi$  คือ สัดส่วนปริมาตรของอนุภาค

ดังนั้นสามารถตรวจพบสัมประสิทธิ์การแพร่ด้วยตัวเองของอนุภาคแต่ละอนุภาคได้ แต่เมื่ออนุภาคมีความเข้มข้นสูงขึ้นหรืออนุภาคมีขนาดเล็กลง ระยะห่างเฉลี่ยระหว่างอนุภาคจะมีค่าน้อยกว่าเวกเตอร์การกระเจิง และตรวจพบสัมประสิทธิ์การแพร่แบบกลุ่มแทนสัมประสิทธิ์การแพร่ด้วยตัวเอง

ดังนั้นขนาดอนุภาคที่คำนวณจากค่าสัมประสิทธิ์การแพร่โดยใช้สมการสโตกสและไอส์ไตน์จึงมีโอกาสมีค่าสูงหรือต่ำ ขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของอนุภาคที่ทำการทดสอบ ซึ่งการใช้สมการสโตกสและไอส์ไตน์ข้างต้นเป็นการคำนวณสัมประสิทธิ์การเคลื่อนที่ของอนุภาคที่เป็นทรงกลมเท่านั้น สำหรับอนุภาคที่ไม่สมมาตร ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ที่วัดได้เป็นผลรวมของค่าสัมประสิทธิ์การเคลื่อนที่และค่าสัมประสิทธิ์การแพร่การหมุน

ปฏิสัมพันธ์ระหว่างอนุภาคเป็นปัจจัยที่สำคัญต่อการแพร่ของอนุภาคที่ทำการทดสอบ ซึ่งปฏิสัมพันธ์มีด้วยกันหลายรูปแบบตั้งแต่แรงดันน้ำไหล แรงผลักจากไฟฟ้าสถิต ไปจนถึงแรงดึงดูดอย่างแรงแวนเดอร์วาลส์ ซึ่งปฏิสัมพันธ์ต่าง ๆ เหล่านี้สามารถเกิดพร้อมกันได้ ดังนั้นผลการวัดค่าสัมประสิทธิ์การแพร่จึงไม่ใช่สมบัติของอนุภาค แต่เป็นสมบัติของอนุภาคทั้งหมดที่แขวนลอยอยู่ในตัวกลาง

#### ข.4 การวัดตัวอย่างความเข้มข้นสูง

สำหรับตัวอย่างที่ไม่ทราบข้อมูลนั้นทำให้ไม่สามารถคาดคะเนได้ว่าความเข้มข้นเท่าใดที่ทำให้เกิดข้อจำกัดที่กล่าวไว้ข้างต้นซึ่งส่งผลต่อขนาดปรากฏของอนุภาค ดังนั้นควรวัดค่าที่หลายความเข้มข้น กรณีวัดค่าที่ความเข้มข้นสูงขึ้น การกระเจิงแสงแบบทวิคูณ ปฏิสัมพันธ์ระหว่างอนุภาค รวมถึงผลกระทบอื่น เช่นความไม่เป็นทรงกลมของอนุภาค อาจส่งผลต่อขนาดที่วัดได้ ในกรณีนี้จึงต้องวัดค่าความเข้มข้นหลายจุดจนถึงค่าศูนย์เพื่อใช้ประเมินค่านอกช่วง เพื่อให้ได้ผลการวัดที่ไม่เอนเอียง ในระบบคุณภาพควรทำการหาค่าความเข้มข้นสูงสุดที่สามารถทำการวัดได้ของแต่ละวัสดุ ซึ่งหมายถึงกระบวนการตรวจสอบความใช้ได้ของการทดสอบด้วยเครื่องมืออื่น ๆ และควรระมัดระวังในการเจือจางตัวอย่างเนื่องจากขนาดอนุภาคอาจมีการเปลี่ยนแปลงเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงทางเคมีของตัวอย่าง อย่างไรก็ตามสามารถใช้สมการสโตกสและไอส์ไตน์คำนวณขนาดของอนุภาคที่ความเข้มข้นเฉพาะเพื่อใช้ในการควบคุมคุณภาพแม้ว่าขนาดอนุภาคอาจมีค่าไม่เท่ากับขนาดอนุภาคในตัวอย่างที่เจือจางตามมาตรฐาน ISO 13321