

---

---

**Гранулометрический анализ.  
Динамическое рассеяние света**

*Particle size analysis — Dynamic light scattering (DLS)*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 22412:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2247ae82-b70a-4975-8434-4b03bde93d60/iso-22412-2008>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R  
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер  
ISO 22412:2008(R)

**Отказ от ответственности при работе в PDF**

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или вывести на экран, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на загрузку интегрированных шрифтов в компьютер, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe – торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 22412:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2247ae82-b70a-4975-8434-4b03bde93d60/iso-22412-2008>



**ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ**

© ISO 2008

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO по адресу, указанному ниже, или членом ISO в стране регистрации пребывания.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Опубликовано в Швейцарии

## Содержание

Страница

Предисловие .....	iv
Введение .....	v
1 Область применения .....	1
2 Нормативные ссылки .....	1
3 Термины и определения .....	1
4 Обозначения, аббревиатуры и единицы .....	2
5 Принципы .....	3
5.1 Общие положения .....	3
5.2 Оптическое детектирование DLS .....	4
6 Расчёт среднего размера частиц и PI .....	4
7 Аппаратура .....	5
8 Предварительные процедуры .....	6
8.1 Расположение приборов .....	6
8.2 Подготовка испытательного образца .....	6
9 Методика измерений .....	6
10 Проверка системы .....	7
11 Повторяемость .....	7
12 Протокол испытания .....	8
Приложение А (информативное) Анализ корреляционных функций и частотный анализ .....	10
Приложение В (информативное) Влияние концентрации .....	15
Библиография .....	18

## Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, установленными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы этого документа могут быть объектом патентных прав. ISO не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 22412 подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 24, *Определение характеристик частиц, включая просеивание*, Подкомитетом SC 4, *Определение характеристик частиц другими методами, кроме просеивания*.

ISO 22412:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2247ae82-b70a-4975-8434-4b03bde93d60/iso-22412-2008>

## Введение

Определение гранулометрического состава<sup>1)</sup> в субмикронном диапазоне размеров выполняется в настоящее время в рабочем порядке на основе использования метода динамического рассеяния света (DLS). Успешное применение данной методики основано на том факте, что она позволяет получить оценки среднего размера и распределения по размерам при измерениях в течение нескольких минут, выполняемых с помощью удобных серийных измерительных приборов. Тем не менее для правильного применения этих измерительных приборов и при интерпретации получаемых результатов необходимо соблюдать некоторые меры осторожности.

Для этой цели был разработан стандарт ISO 13321. В этом стандарте установлены методики, необходимые для правильного определения размера частиц методом фотонной корреляции. Применение указанных в стандарте ISO 13321 приборов ограничено низкими концентрациями частиц в целях исключения помех, связанных с многократным рассеянием. В настоящее время существуют приборы, позволяющие исключить такое ограничение применения. Следовательно, существует потребность в международном стандарте, предназначенном для определения размера частиц методом DLS, пригодным в широком диапазоне концентрации дисперсных систем, и позволяющем пользователям получать хорошее межлабораторное согласование точности и воспроизводимости результатов.

В области метода DLS<sup>2)</sup> было разработано несколько методик. Эти методики могут быть классифицированы двумя способами:

- a) по различию при анализе данных (метод корреляции и метод частотного анализа);
- b) по различию оптической схемы (гомодинная и гетеродинная детектирующая оптика).

В настоящее время существуют приборы с различными видами фиксированных и подвижных схем ячеек.

Хотя метод DLS позволяет определять распределение частиц по размеру, данный международный стандарт ограничивается описанием распределения по размерам с помощью только двух жёстких признаков: по среднему размеру и коэффициенту полидиспертности. Используется много различных методов расчёта полного распределения частиц по размеру. Однако воспроизводимость результатов расчётов различными методами в настоящее время недостаточно хороша для включения в настоящий международный стандарт. В связи с этим не существует стандартного алгоритма, который может быть включён в стандарт.

---

1) Определение частицы согласно NIST состоит в следующем: "Любая трёхмерная неоднородность конденсированной фазы в дисперсной системе может, как правило, рассматриваться как частица" (Ссылка [19]).

2) Метод DLS позволяет исследовать динамику зависящих от времени явлений, например движения частиц. Этот метод, объединённый с корреляционным методом анализа данных, часто называют спектроскопией с фотонной корреляцией.



# Гранулометрический анализ. Динамическое рассеяние света

## 1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод применения динамического рассеяния света (DLS) для целей оценки среднего размера частиц и измерения ширины распределения в основном частиц субмикронного размера или диспергированных в жидкостях капель.

Данный международный стандарт применяется при измерениях в широком диапазоне разбавленных и концентрированных суспензий. Принцип метода DLS такой же, как применяемый для разбавленных дисперсных систем. Однако вводятся некоторые дополнительные требования к схемам приборов и технические условия при подготовке испытательных образцов, а также некоторые рекомендации по правильной интерпретации результатов измерений в случае концентрированных дисперсных систем.

ПРИМЕЧАНИЕ Метод спектроскопии с фотонной корреляцией для разбавленных дисперсных систем описан в ISO 13321.

## 2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными при применении данного документа. Для жестких ссылок применяется только цитированное издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 13321:1996, *Анализ гранулометрический. Спектроскопия с фотонной корреляцией*

## 3 Термины и определения

Для целей данного документа применяются указанные ниже термины и определения.

### 3.1

**средний диаметр частицы**  
**average particle diameter**

$\bar{x}_{DLS}$

среднеарифметический диаметр частиц по взвешенной интенсивности гармоники (динамического рассеяния света)

ПРИМЕЧАНИЕ Средний диаметр частиц выражается в нанометрах. Типичные средние диаметры частиц находятся в диапазоне от 1 нм до приблизительно 1000 нм.

### 3.2

**коэффициент полидисперсности**  
**polydispersity index**

**PI**

безразмерная мера ширины распределения размера частиц

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Адаптировано из ISO 13321:1996, 2.2.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 PI обычно имеет значения меньше 0,1 в случае монодисперсных испытательных образцов.

**3.3  
объём рассеяния  
scattering volume**

$V$   
область падающего лазерного луча, просматриваемая оптическими детекторами

ПРИМЕЧАНИЕ Адаптировано из ISO 13321:1996, 2.3.

**3.4  
интенсивность рассеяния  
скорость счёта  
фототок  
scattered intensity  
count rate  
photocurrent**

$I_s$   
интенсивность света, рассеянного частицами в объёме рассеяния; на практике число импульсов фотонов в единицу времени или ток фотодетектора, пропорциональный интенсивности рассеяния при измерении детектором

**3.5  
проверка характеристик  
qualification**

проверка (с помощью динамического рассеяния света) на эталонном материале соответствия рабочих характеристик прибора техническим условиям

**3.6  
валидация  
validation**

проверка (с помощью динамического рассеяния света) на эталонном материале приемлемости методики для всех элементов области применения

**4 Обозначения, аббревиатуры и единицы**

$C(\Gamma)$	функция распределения скоростей затухания или обратных характеристических частот	произвольные единицы	
$D$	коэффициент трансляционной диффузии	кв. метры в секунду	$m^2/c$
$D_c$	коэффициент коллективной диффузии	кв. метры в секунду	$m^2/c$
$D_s$	коэффициент самодиффузии	кв. метры в секунду	$m^2/c$
$g^{(1)}(\tau)$	нормализованная функция корреляции электрического поля	произвольные единицы	
$G^{(2)}(\tau)$	функция корреляции интенсивности	произвольные единицы	
$I_s$	интенсивность рассеяния, скорость счёта, фототок		
$n$	коэффициент преломления дисперсионной среды	безразмерная	
$P(\omega)$	спектральная плотность мощности	произвольные единицы	
PI	коэффициент полидисперсности		



$\Delta Q_{\text{int},i}$	количество частиц размера $x_i$ по взвешенной интенсивности	произвольные единицы	
$V$	объём рассеяния		
$x$	диаметр сферической частицы	нанометры	nm
$\bar{x}_{\text{DLS}}$	средний диаметр частиц	нанометры	nm
$\Gamma$	скорость затухания и характеристическая частота	обратные секунды	$s^{-1}$
$\bar{\Gamma}$	средняя величина скорости затухания взвешенная по интенсивности	обратные секунды	$s^{-1}$
$\eta$	вязкость дисперсионной среды	миллипаскаль секунды	mPa·s
$\theta$	угол рассеяния	градусы	°
$\lambda_0$	длина волны лазера вакууме	нанометры	nm
$\mu_2$	вторичный кумулянт взвешенного по интенсивности распределения размеров	произвольные единицы	
$\rho$	плотность частиц	граммы на кубический см	$g/cm^3$
$\tau$	время корреляции	секунды	s
$\varphi$	объёмная фракция частиц	произвольные единицы	
$\omega$	угловая частота	обратные секунды	Hz

## 5 Принципы

### 5.1 Общие положения

Частицы субмикронного размера, взвешенные в жидкости, находятся в постоянном случайном Броуновском движении вследствие взаимодействия с молекулами жидкой фазы суспензии. Согласно теории Броуновского движения Стокса-Эйнштейна (Ссылка [16]), движение частиц при низкой концентрации определяется вязкостью и температурой жидкости суспензии, а также размерами частиц. По измерениям движения частиц в жидкости с известной температурой и вязкостью может быть определён размер частиц. При низких концентрациях частиц эта величина называется гидродинамическим размером частиц (см. ISO 13321). При повышении концентрации существенное значение приобретает множественное рассеяние и взаимодействия частица-частица. Влияние множественного рассеяния может быть исключено с помощью специальной схемы измерений. Взаимодействия частица-частица приводят к тому, что может быть измерен только видимый размер частиц (см. Приложение В). Методика DLS (Ссылки [15], [17], [18]) позволяет наблюдать движение оптическим способом. Взвешенные частицы освещаются источником когерентного светового излучения. Рассеянный от движущихся взвешенных частиц свет имеет зависящую от времени фазу, создаваемую в результате зависящего от времени положения частицы. Зависящая от времени фаза рассеянного светового излучения может рассматриваться либо как зависящий от времени сдвиг фазы, либо как сдвиг спектральной частоты от центральной частоты источника излучения. При измерениях в течение некоторого интервала времени случайное движение частиц формирует распределение сдвига оптической фазы или сдвига спектральной частоты.

## 5.2 Оптическое детектирование DLS

5.2.1 Применение когерентного оптического опорного сигнала позволяет при интерференции оптических волн выполнить преобразование от спектральных центральных частот к разнице между частотами светового излучения (сдвигам частот). В методе DLS сдвиг частот имеет величину от 1 Гц до 100 кГц, легко определяемую с помощью электронных приборов на умеренной частоте. Обычно используются два метода опорных частот, проиллюстрированные на Рисунке 1.



### Обозначение

- 1 рассеянный свет
- 2 часть нерассеянного луча
- 3 детектор
- 4 автокоррелятор или анализатор спектра

Рисунок 1 — Оптическая схема метода DLS

5.2.2 Гомодинное детектирование [см. Рисунок 1 а)] называют также детектированием с опорным пучком, являющимся частью предметного пучка, или детектированием по самобиению. Смешение в оптическом детекторе всего уловленного рассеянного света создаёт опорный сигнал для измерений по разнице частот или фаз.

5.2.3 Гетеродинное детектирование [см. Рисунок 1 б)] называют также детектированием по биению на опорном сигнале или детектированием на контролируемом опорном сигнале. Рассеянный свет смешивается с частью падающего светового излучения. Падающее световое излучение без сдвига предоставляет опорный сигнал для измерений по разнице частоты или фазы.

5.2.4 Возникающий выходной сигнал детектора при любом режиме измерений содержит распределение частот или зависящих от времени фаз, соответствующее размеру частиц, взвешенных в суспензии. Выходной сигнал детектора имеет две компоненты; постоянный уровень, соответствующий средней интенсивности собранного светового излучения, и зависящую от времени компоненту, представляющую влияние DLS. Зависящая от времени компонента подвергается анализу с целью определения распределения размера частиц согласно теории DLS.

Зависящий от времени сигнал обычно обрабатывается одним из двух указанных ниже методов: функции временной корреляции или спектра частотного распределения мощности. Эти два метода математически связаны. Функция временной корреляции представляет собой преобразование Фурье спектра частотного распределения мощности. В Приложении А приведены две методики анализа DLS.

## 6 Расчёт среднего размера частиц и PI

Зарегистрированные детектором сигналы могут быть обработаны и проанализированы методами анализа корреляционной функции и частотного анализа. Краткое описание этих методов приведено в Приложении А. Отметим, что корреляционные функции и спектр распределения мощности по частоте являются парными при преобразовании Фурье. В обоих методах распределение размеров может быть получено в виде дискретного набора диаметров,  $x_i$ , и соответствующих взвешенных по интенсивности величин  $\{\Delta Q_{int,i}, x_i, i = 1 \dots N\}$ .

Исходя из этого набора, средний диаметр (взвешенный по интенсивности),  $\bar{x}_{DLS}$ , оценивается по Уравнению (1):

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

а PI (мера ширины распределения), оценивается по Уравнению (2):

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

В качестве альтернативы данные корреляционной функции могут быть проанализированы методом кумулянтов, представленным в А.1.3.2, позволяющим получить также взвешенный по интенсивности средний диаметр,  $\bar{x}_{DLS}$ , и PI. Отметим, что полученное при кумулянтном анализе значение PI может отличаться от оценок по уравнению (2).

## 7 Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура, и, в частности, следующее.

**7.1 Лазер**, монохроматический, излучающий поляризованный свет, компонента электрического поля которого перпендикулярна плоскости, образуемой падающим и детектируемыми лучами (вертикальная поляризация). Могут быть использованы многие типы лазеров, например газовые лазеры (He-Ne лазер, Ar лазер), твердотельные лазеры, твердотельные лазеры с диодной накачкой, и лазерные диоды.

**7.2 Оптика** — линзы и оборудование, используемые для фокусировки падающего луча лазера в объеме рассеяния и детектирования рассеянного излучения. Оптическое волокно часто используется в качестве части системы детектирования и в оптических устройствах направления света.

**7.3 Держатель испытательного образца**, позволяющий выполнять контроль и измерение температуры с точностью  $\pm 0,3$  °C.

**7.4 Детектор фотонов**, имеющий выходной сигнал, пропорциональный интенсивности рассеянного света. Обычно используются также фотоумножитель, лавинный фотодиод или фотодиод.

**7.5 Блок обработки сигнала**, для приёма сигнала с зависящей от времени интенсивностью и выдачи на выходе функции автокорреляции, функции кросс-корреляции или спектра мощности входного сигнала.

**7.6 Вычислительный блок**, способный выполнять обработку сигнала для получения размера частиц и распределения частиц по размерам. Некоторые вычислительные блоки используются для обработки сигнала.