

Анализаторы размеров частиц серии Photocor

Руководство пользователя

Содержание

О руководстве	5
1. Описание анализаторов Photocor	6
Возможности анализаторов серии Photocor	6
Сравнение анализаторов серии Photocor	7
Правила эксплуатации анализатора.....	8
Требования к месту установки анализатора.....	8
Правила безопасности.....	8
Включение и выключение анализатора.....	9
2. Описание программного обеспечения	10
Программа управления измерениями Photocor.....	11
Режим измерения размеров частиц	11
Режим измерения дзета-потенциала.....	12
Введение в процедуру измерения размеров частиц.....	13
Интенсивность рассеяния - окно Count rate monitor.....	13
Корреляционная функция - окно Accumulation	14
Способы проведения измерения	16
Ручной режим.....	16
Режим Cycle	16
Режим макропрограммы	20
Организация и хранение результатов измерений.....	21
Параметры сохранения файлов измерений	21
Файл результатов измерений.....	22
Программа обработки данных DynaLS.....	23
3. Приготовление образцов	24
Концентрация образца	24
Очистка образца	25
Заполнение кюветы	25
4. Проведение измерений.....	26
Измерение размеров частиц	26
Установка кюветы с образцом в анализатор	26
Схема процесса измерения	27
1. Установка параметров измерения	27
Установка параметров сохранения файлов	27
Установка параметров измерения – окно Control.....	28
2. Процесс измерения	33
Ручной режим.....	33
Режим Cycle	34
Режим макропрограммы	34
3. Обработка результатов измерения.....	35

Результаты обработки данных.....	37
Представление результатов обработки	38
Повторная обработка файлов измерений.....	39
Дополнительные возможности программы DynaLS	39
Различные методы обработки данных	39
Настройка вывода результатов обработки	41
Пакетная обработка и сравнение файлов	42
Рекомендации по настройкам обработки.....	43
Настройка обработки базовой линии.....	43
Обработка методом Discrete Components.....	44
Настройка параметра Resolution Slider	44

Измерение дзета-потенциала45

Установка кюветы с образцом в анализатор	45
Схема процесса измерения.....	46
1. Установка параметров измерения	46
Установка параметров сохранения файлов	46
Установка параметров измерения – окно Control.....	46
2. Предварительная настройка режима измерения	47
3. Процесс измерения и просмотр результатов	48

5. Справочное руководство51

Программа управления Photocor51

Описание окон программы.....	51
Главное окно программы Photocor.....	51
Заголовок окна Photocor	52
Окно Accumulation.....	52
Окно Reading.....	53
Окно Count Rate Monitor	54
Окно Count Rate Distribution.....	55
Окно Temperature Monitor	55
Окно открытия файлов с результатами измерений	56
Окно результатов измерения Results	56
Окно Control.....	57
Описание пунктов меню программы	65
Панель меню программы Photocor	65
Меню File	65
Меню View	68
Меню Tools	68
Меню Macro	69
Меню Window	70
Меню Help	70
Панель инструментов Photocor	71
Статусная строка Photocor.....	71
Макрофункции.....	72
Макрофункции программы Photocor	72
Дополнительные возможности.....	77
Введение в программу новых растворителей	77

Программа обработки данных DynaLS	78
Основные окна программы	78
Окно менеджера файлов	79
Окно Data and Fitted Curve (Исходные данные и результаты обработки).....	79
Окно Residuals (Остатки)	80
Окно Solution (Результаты обработки в графическом виде)	80
Окно Peak Analysis (Результаты обработки в текстовом виде).....	81
Методы обработки данных	81
Метод регуляризации (Distribution Analysis).....	81
Метод дискретных компонент (Discrete Component Analysis).....	82
Метод кумулянтов	83
Дополнительные возможности	85
Использование настройки разрешения (Resolution Slider)	85
Программа Static Light Scattering.....	87
Теория.....	87
Основные положения	87
Метод Дебая	88
Методы двойной экстраполяции	88
Измеряемые величины	91
Инкремент показателя преломления.....	91
Приборная константа	91
Интенсивность рассеяния растворителя	92
Обработка экспериментальных данных	93
Основные возможности программы.....	93
Начало работы.....	93
Ввод данных.....	94
Построение диаграммы	96
Установка параметров	101
6. Теория	102
Динамическое рассеяние света	102
Основные идеи метода динамического рассеяния света.....	102
Принципы работы анализатора размеров частиц.....	105
Процесс измерения размеров частиц.....	106
Обработка корреляционной функции	107
Дзета-потенциал. Двойной электрический слой.....	108
Важность определения дзета-потенциала.....	109
Измерение дзета-потенциала	110
Принципы работы анализатора дзета-потенциала частиц	111
7. Установка анализатора	112
Установка анализатора Photocor Comact/Mini	112
Распаковка анализатора	112
Подключение анализатора	112
Требования к компьютеру.....	112
Установка программного обеспечения	112
Установка анализатора Photocor Complex	113
Схема анализатора Photocor Complex	113
Подключение системы управления Photocor Complex.....	114

8. Решение проблем.....	115
Ошибки при работе с программой Photocor	115
Ошибки при запуске программы Photocor	115
Ошибки после выхода компьютера из режима энергосбережения	115
Сплошная линия в окне Count rate monitor	115
Отсутствие данных в окне Accumulation.....	116
Программа Photocor не запускается.....	116
Ошибки при работе с программой DynaLS	117
При запуске программы возникают сообщения об ограничениях функциональности программы.....	117
Программа перестает обрабатывать файлы.....	117
Проблемы при одновременной загрузке большого количества файлов.....	117
Проблемы при загрузке файлов путем перетаскивания.....	117
Результат обработки представлен не в размерах	118
9. Приложения	119
Список совместимых виал и кювет	119
Краткий список поставщиков	121
Ссылки на основные каталоги.....	121
Дополнительные принадлежности.....	121
Принадлежности к анализатору Photocor Complex для измерений методом CPC	122
Вещество для заполнения кюветы	122
Иммерсионная кювета, используемая в Photocor Complex.....	122
10. Дополнительные ресурсы	123
Литература	123
Программное обеспечение	123

О руководстве

Данное руководство описывает работу анализаторов серии Photocor. Цель руководства заключается в описании всех деталей работы анализатора и программного обеспечения. Вместо полного названия анализатора в тексте, как правило, используется слово "анализатор".

При чтении руководства обращайте внимание на примечания, предупреждения и подсказки в специальных текстовых блоках.

Некоторые разделы руководства содержат ссылки на интернет ресурсы. Для того чтобы открыть эти ссылки, удобно использовать электронную версию руководства, которая входит в состав программного обеспечения анализатора.

1. Описание анализаторов Photocor

Возможности анализаторов серии Photocor

Анализаторы серии Photocor предназначены для измерения следующих характеристик дисперсных частиц:

- размер частиц
- дзета-потенциал
- молекулярная масса
- коэффициент диффузии

Принцип работы анализаторов основан на методе статического и динамического рассеяния света (фотонной корреляционной спектроскопии). Размер диспергированных в жидкости частиц и молекулярная масса полимерных молекул определяется измерением корреляционной функции флуктуаций интенсивности рассеянного света и интегральной интенсивности рассеяния.

Принцип измерения дзета-потенциала основан на методе динамического рассеяния света в режиме измерения скорости потока (в режиме лазерного доплеровского анемометра).

Диапазон измеряемых размеров находится в пределах от долей нм до 5-10 мкм. Детальные характеристики и возможности анализатора представлены в техническом паспорте к конкретной модификации анализатора. Мощность лазера анализатора находится в диапазоне от 2 до 35 мВт. Все анализаторы Photocor имеют режим проведения автоматических измерений, обработки и представления результатов анализа.

Отчет об проведенных измерениях включает в себя средний размер (радиус) частиц, стандартное отклонение, а также дополнительные параметры. Оценка стандартной неопределенности результатов измерений выполняется в соответствии с рекомендациями по межгосударственной стандартизации РМГ43-2001. Оценка повторяемости и воспроизводимости измерений соответствует ГОСТ Р ИСО 5725-2.

Анализатор подходит для широкого круга научно-исследовательских и прикладных задач в самых различных областях, включая физико-химические исследования, биохимию и биофизику, медицину и фармацевтику, нанотехнологии, метрологию, контроль технологических параметров в промышленности, профессиональное образование и др.

Анализатор соответствует российским ГОСТ Р 8.712-2010, ГОСТ Р 8.774-2011 и международным стандартам ISO13321-1996, ISO22412:2008 (по измерению размеров частиц методом динамического рассеяния света) и стандартам ISO13099-1-2012, ISO13099-2-2012 (по измерению дзета-потенциала).

Конструкция анализаторов Photocor и использованные в них технические решения защищены патентами Российской Федерации.

Сравнение анализаторов серии Photocor

Диапазон возможностей анализатора зависит от конкретной модификации и комплектации (заказанных опций). Для уточнения всех возможностей Вашей модификации анализатора ознакомьтесь с техническим паспортом к анализатору.

Для некоторых модификаций имеется возможность дооснащения или изменения конфигурации анализатора под конкретные задачи пользователя (установка дополнительных лазеров с различными длинами волн, дополнительных одноканальных и многоканальных фотоприемников и др.). Детальную информацию об этом можно получить у производителя.

Сравнительная таблица анализаторов серии Photocor

	Complex	Compact	Compact-Z	Mini
Измерение размеров частиц	●	●	●	●
Измерение дзета-потенциала	—	—	●	—
Измерение молекулярной массы	●	* ¹	* ¹	* ¹
Измерение высококонцентрированных образцов	○	○	○	—

○ - Опции, доступные при заказе анализатора

¹ - Измерение молекулярной массы возможно только методом Дебая.

Правила эксплуатации анализатора

Требования к месту установки анализатора

- Анализатор предназначен для эксплуатации в лабораторных условиях. Помещение, в котором эксплуатируют анализатор должно иметь класс чистоты не ниже 8 ИСО согласно ГОСТ ИСО 14644-1. Другие условия эксплуатации следует согласовывать с производителем.
- Измерения производятся при следующих условиях окружающей среды: температура окружающей среды: 20 ± 10 °С; влажность от 30% до 80%; напряжение питающей сети 230в (+6% -10%); давление от 84 до 106 кПа.
- Следует исключить засветку анализатора источниками света высокой интенсивности. Не допускается прямое попадание на анализатор солнечных лучей.
- В подавляющем большинстве случаев не требуется применения специального виброизолированного оптического стола. Однако при наличии значительных вибраций в зоне размещения анализатора (механические вибрации с частотами до 30Гц и амплитудой виброперемещений более 0,75мм) могут потребоваться меры по виброизоляции анализатора. Рекомендации можно получить у производителя.
- При наличии проблем с качеством электрического питания на рабочем месте рекомендуется использовать источник бесперебойного питания (ИБП).
- Анализатор и используемый в работе компьютер должны быть подключены к одному сетевому фильтру или ИБП. При таком подключении анализатор и компьютер будут иметь общий нейтральный провод питания (“землю”), что уменьшит вероятность возникновения электрических помех в условиях проблем с качеством электрического питания.

Правила безопасности

- Анализатор относится к классу защиты 0 по ГОСТ 12.2.007.0-75. Требования безопасности - согласно разделу 2 ОСТ 25.977-82 в части требований к электрическим анализаторам.
- Конструкция анализатора обеспечивает безопасный уровень лазерного излучения при проведении любых измерений на нем.

Включение и выключение анализатора

Для включения и выключения анализатора используйте выключатель, расположенный на задней панели анализатора рядом с сетевым разъемом.

Примечание: модификация анализатора Photocor Mini не требует включения питания.

Примерно через 10 секунд после включения анализатора можно запускать программу управления анализатором. Такая пауза необходима для того, чтобы завершилась загрузка внутреннего программно-аппаратного обеспечения анализатора.

Перед выключением анализатора желательно закрыть программу управления Photocor, иначе при повторном включении программа выдаст ошибку подключения к анализатору.

2. Описание программного обеспечения

Комплект программного обеспечения анализатора включает три программы:

- Программа Photocor для управления измерениями.
- Программа DynaLS для обработки результатов измерения размеров частиц.
- Программа Static Light Scattering для обработки результатов измерения методом статического рассеяния света.

Примечание: При измерении дзета-потенциала обработка экспериментальных данных происходит непосредственно в программе Photocor.

Программа управления измерениями Photocor

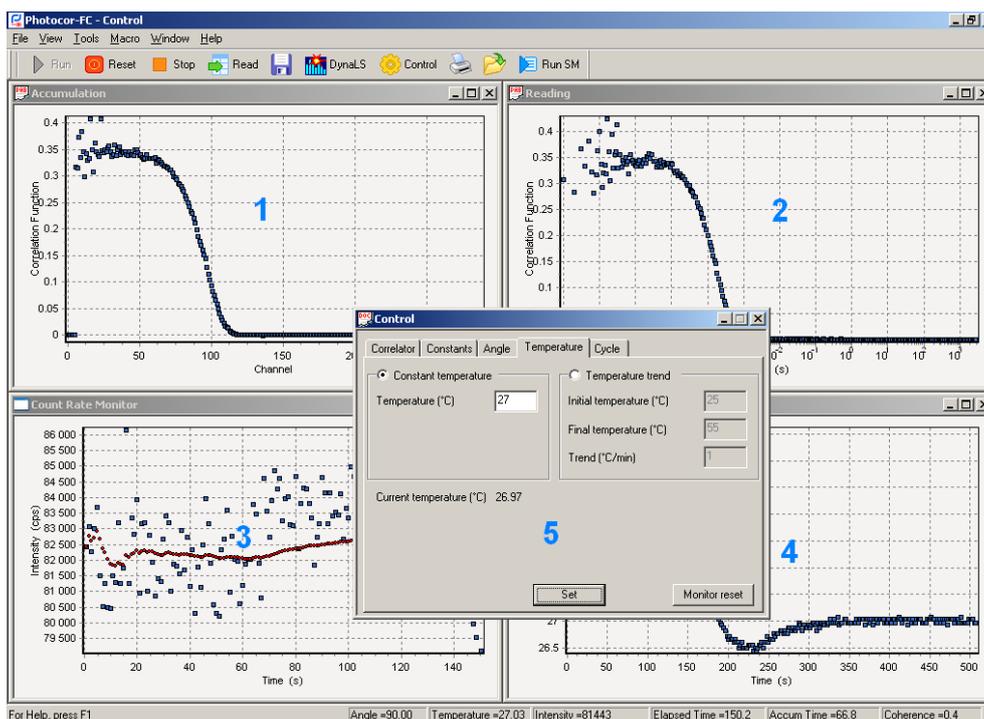
Программа управления измерениями может работать в двух режимах:

- Режим измерения размеров частиц (ярлык Photocor на рабочем столе)
- Режим измерения дзета-потенциала (ярлык Photocor-Z на рабочем столе)

Необходимый режим работы программы активируется с помощью соответствующего ярлыка на рабочем столе: Photocor для измерения размеров частиц или Photocor-Z для измерения дзета-потенциала. Чтобы перейти в другой режим работы, необходимо закрыть текущую программу, предварительно сохранив результаты работы, и запустить новый режим работы с помощью соответствующего ярлыка на рабочем столе.

Режим измерения размеров частиц

В режиме измерения размеров частиц, главное окно программы Photocor выглядит следующим образом:



Основные окна:

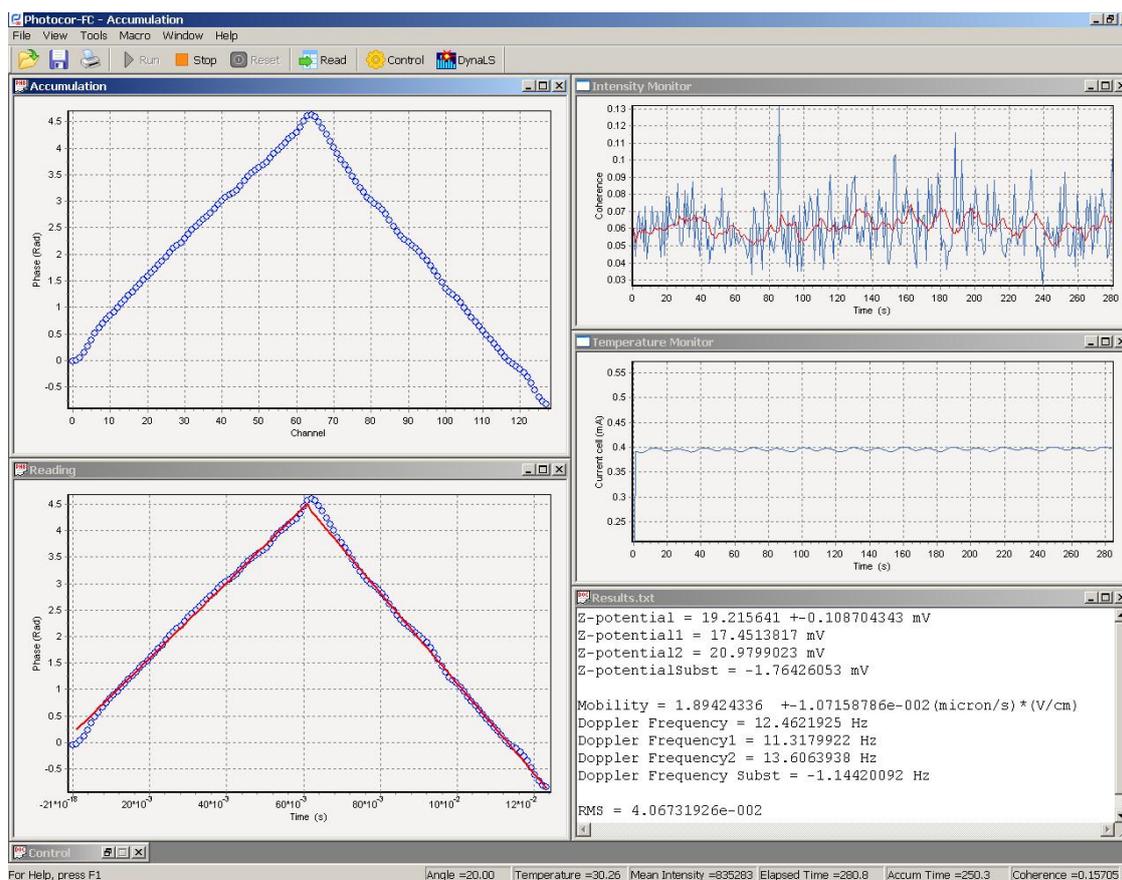
1. Окно Accumulation - монитор накопления корреляционной функции (в реальном времени).
2. Окно Reading - корреляционная функция, сохраненная в компьютере при нажатии кнопки Read, для последующей ее обработки.
3. Окно Count rate monitor - монитор интенсивности рассеянного света в реальном времени (для контроля качества измерений).

4. Окно Temperature - монитор температуры образца (в реальном времени).
5. Окно Control - управление анализатором и процессом измерений.

Режим измерения дзета-потенциала

Примечание: Данный режим измерений доступен только для модификации Compact-Z

При работе в режиме измерения дзета-потенциала главное окно программы Photocor-Z выглядит следующим образом:



1. Окно Accumulation - монитор накопления фазовой или корреляционной функции доплеровского сигнала (в реальном времени).
2. Окно Reading – фазовая или корреляционная функция доплеровского сигнала, сохраненная в компьютере при нажатии кнопки Read, для последующей ее обработки.
3. Temperature - монитор температуры образца (в реальном времени).
4. Окно Count Rate Monitor - монитор интенсивности или когерентности рассеянного света в реальном времени (для контроля качества измерений).
5. Окно Results – окно вывода результатов измерения дзета-потенциала, электрофоретической подвижности и погрешности измерения этих величин.
6. Окно Control - управление анализатором и процессом измерений.

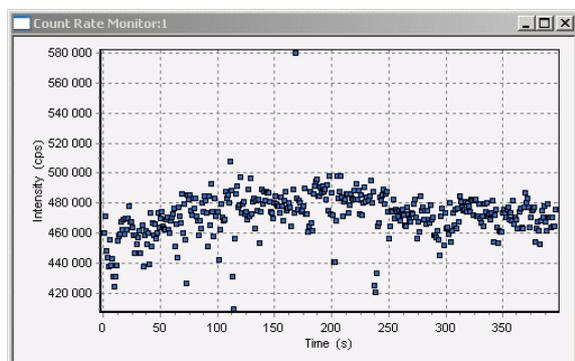
Введение в процедуру измерения размеров частиц

Следует обращать особое внимание на процедуру подготовки образцов и анализ экспериментальных данных. Образцы для исследования следует "обеспылить" – удалить большие паразитные частицы, которые могут сильно исказить результаты измерения.

При проведении измерений важно обращать внимание на информацию в следующих окнах реального времени:

- Count rate monitor – временная зависимость интенсивности рассеяния
- Accumulation - вид накапливаемой корреляционной функции

Интенсивность рассеяния - окно Count rate monitor



По оси ординат выводится значение интенсивности рассеяния в единицах cps (counts per second - отсчетов в секунду).

По оси абсцисс выводится время в секундах от начала текущего измерения.

Среднее значение интенсивности за все время измерения (Mean Intensity) выводится в статусной строке программы.

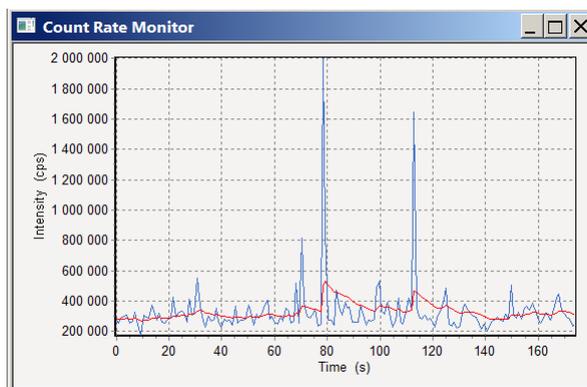
Качество измерения размеров частиц в существенной степени определяется интенсивностью рассеяния света для данного образца.

Для получения минимальной погрешности измерения желательно иметь оптимальную интенсивность рассеяния света: в пределах от 50000 cps до 1000000 cps. Погрешность измерения может значительно увеличиваться при интенсивности рассеяния света ниже 10000 cps и выше 2000000 cps.

Оптимальные значения интенсивности рассеяния проще всего получить, выбирая нужную концентрацию частиц в образце. Если это невозможно, то интенсивность рассеяния можно подбирать, изменяя мощность лазерного источника света, угол рассеяния и апертуру фотоприемника. В ряде случаев погрешность измерения может быть уменьшена при использовании специальных методик измерения.

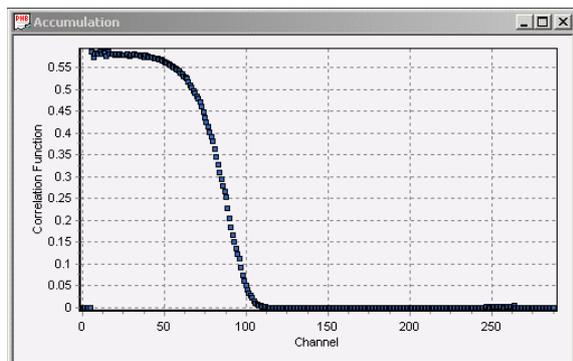
Интенсивность рассеяния измеряется в реальном времени, что позволяет оценивать коллоидную стабильность и оптическое качество образца, контролировать наличие в нем пыли или других больших частиц, которые могут существенно увеличить погрешность измерения.

Ниже приведен график временной зависимости интенсивности рассеянного света для иллюстрации случая плохого оптического качества образца. В рассеивающем объеме иногда "вплывают" большие паразитные частицы, что приводит к значительным выбросам в интенсивности рассеяния. Крупные частицы пыли могут попадать в образец из воздуха, со стенок кюветы, с наконечника пипетки и т.д. Большие частицы могут также присутствовать в исходной дисперсной системе или в растворителе, используемом для приготовления данной дисперсной системы. Во многих случаях оптическое качество образца может быть радикально улучшено фильтрацией через подходящий фильтр или с помощью ультрацентрифугирования как самого образца, так и компонентов, используемых для его приготовления.



Примечание: Результаты измерения интенсивности сохраняются в файле результатов измерения. Значения интенсивности можно посмотреть, открыв сохраненный файл программой Photosog или с помощью любого текстового редактора.

Корреляционная функция - окно Accumulation



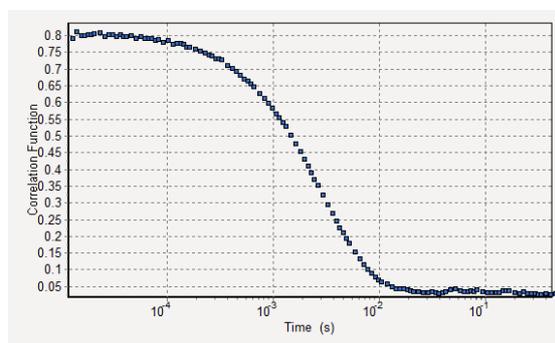
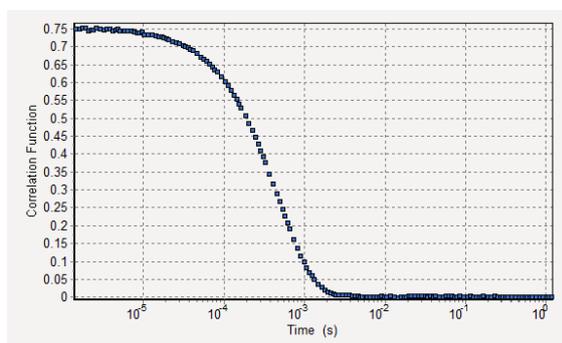
По оси ординат выводится нормированная амплитуда корреляционной функции.

По оси абсцисс выводятся номера каналов коррелятора (соответствующие временной шкале коррелятора).

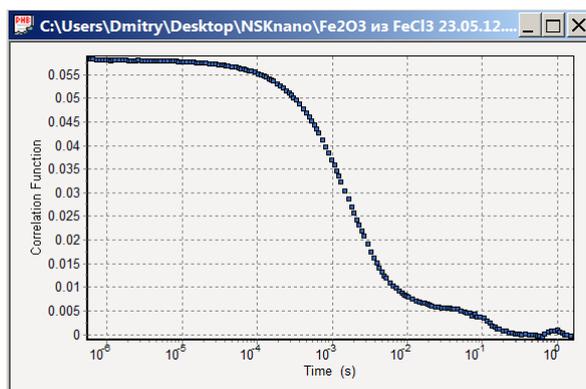
Значение амплитуды корреляционной функции в первых каналах характеризует степень когерентности рассеянного света, принятого фотоприемником. Когерентность можно интерпретировать также как отношение сигнал/шум оптического сигнала на входе фотоприемника. Желательно, чтобы значение когерентности для измеряемого образца было не ниже 0.1-0.2.

Временная корреляционная функция флуктуаций интенсивности рассеянного света – это исходная измеряемая величина. Значение характерного времени, которое находится из математической обработки измеренной корреляционной функции, позволяет вычислить коэффициент диффузии и размер частиц.

В качестве примера на графиках ниже показано как по виду корреляционной функции можно качественно оценить относительный размер частиц в образце. Для маленьких частиц спад экспоненты происходит в младших каналах корреляционной функции (соответствующих малым характерным временам – левый график), а при наличии больших частиц экспонента спадает в старших каналах (соответствующих большим характерным временам – правый график).



Если в образце присутствуют частицы двух и более размеров, то корреляционная функция будет состоять из двух и более экспонент, например, как показано ниже:



Базовая линия (Baseline или Background)

При интерпретации результатов измерения важен корректный учет базовой линии - постоянной некоррелированной части измеренной корреляционной функции (Baseline или Background). Программа управления анализатором осуществляет нормировку измеренной корреляционной функции на рассчитанное теоретическое значение базовой линии (равное значению корреляционной функции для бесконечного значения аргумента). В результате базовая линия нормированной корреляционной функции, которая выводится в анализаторе, равна нулю. При измерениях неидеальных образцов возможно смещение измеренной базовой линии (например, вследствие конвективных потоков жидкости, наличия значительных вибраций образца, паразитного рассеяния на частичках пыли и т.п.). При обработке результатов таких измерений бывает полезно учитывать не теоретическую величину базовой линии, а новое значение базовой линии с учетом искажающих факторов.

Для исключения влияния больших частиц на результаты измерений, в программе Photocor предусмотрен специальный режим измерений Cyscle, в котором возможна фильтрация данных с учетом изменения величины базовой линии, а также выбросов измеряемой интенсивности рассеяния.

Способы проведения измерения

Провести измерение размера частиц можно тремя способами:

- Ручной режим (используется чаще всего).
- Режим Cycle с функцией "защиты от пыли" (для некоторых образцов, которые сложно отфильтровать от пыли полностью).
- Режим макропрограммы (данный режим позволяет полностью автоматизировать измерения с помощью встроенного макроязыка).

Ручной режим

Данный режим используется в большинстве случаев, когда необходимо быстро оценить характеристики приготовленного образца – средний размер частиц, распределение частиц по размерам, интенсивность рассеяния, наличие больших частиц или пыли.

В ручном режиме запуск и остановка процесса накопления корреляционной функции производится вручную с помощью кнопок Run и Stop на панели инструментов программы.

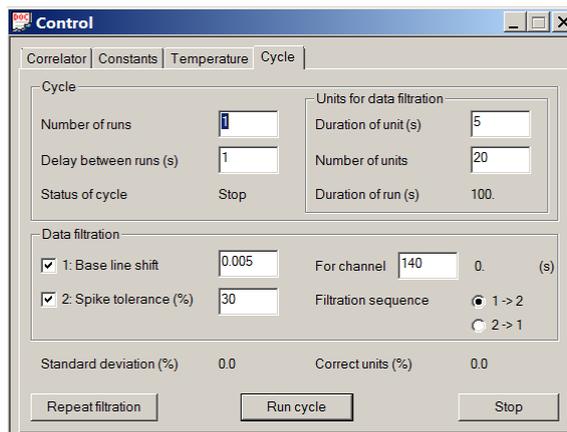


Режим Cycle

Режим Cycle можно использовать для образцов, из которых не удастся полностью удалить пыль с помощью фильтрации или центрифугирования. Тогда, редкие попадания пыли в рассеивающий объем, можно устранить, измеряя в режиме Cycle.

В данном режиме запуск и остановка измерений производится с помощью кнопок Run Cycle и Stop на вкладке Cycle в окне Control. Окно Control открывается с помощью кнопки Control на панели инструментов.

Как работает режим Cycle



При измерениях в режиме Cycle процесс накопления делится на короткие отрезки времени - "units". Обычная продолжительность юнита может быть в пределах 1 ... 30 сек. Количество юнитов может быть в пределах 10 ... 10 000 в зависимости от вашего образца и желаемой точности. Таким образом, в результате измерений Вы получаете 10 ... 10 000 корреляционных функций.

Регулируя параметр Spike tolerance (допустимое отклонение интенсивности рассеяния от среднего значения), Вы можете исключить из Ваших результатов, те измерения, где значения интенсивности рассеяния выходили за пределы, установленного Вами ограничения. Таким образом, Вы можете избавиться от влияния на Ваши результаты крупных частиц (например, пыли), которые дают высокие всплески интенсивности рассеяния и смещение базовой линии в последних каналах. Включать или отключать и назначать порядок выполнения типа фильтрации можно с помощью флажков 1 и 2.

Пользователь может выполнять фильтрацию данных с использованием двух параметров:

1. Назначая ограничение выбросов интенсивности через параметр "Spike tolerance". Если в процессе отдельного измерения (юнита) происходило превышение установленного ограничения, то данный юнит помечается как "плохой" и исключается при дальнейшем суммировании корреляционных функций.
2. Такая же процедура используется для базовой линии. Если базовая линия в процессе отдельного измерения смещалась выше назначенного значения, то данный юнит также помечается как "плохой".

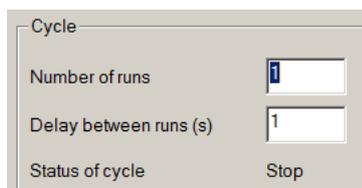
Правильность процедуры фильтрации данных может быть оценена с помощью числа "правильных" юнитов (Correct units) и стандартного отклонения (Standard deviation). Кнопка Repeat filtration позволяет проводить повторную фильтрацию для текущего набора данных после изменения параметров фильтрации (но не параметров самого цикла - длительности юнита и количества юнитов), не проводя все измерение заново для подбора оптимального значения порога для конкретного исследуемого образца.

После исключения "плохих" юнитов "правильные" юниты суммируются и полученная в результате корреляционная функция может быть обработана программой обработки DynaLS.

Примечание: Имеется возможность назначения очередности фильтрации данных 1 -> 2 (сначала фильтрация по базовой линии) или 2 -> 1 (сначала фильтрация по интенсивности). Однако, в большинстве случаев это не является принципиальным и не окажет существенного влияния на результат.

Рекомендации по настройке параметров в режиме Cycle

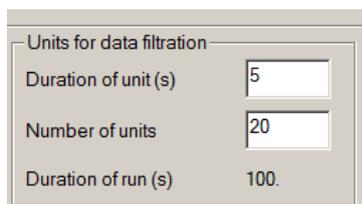
Настройка параметров Number of runs и Delay between runs



Cycle	
Number of runs	1
Delay between runs (s)	1
Status of cycle	Stop

Параметры Number of runs и Delay between runs позволяют сделать серию из нескольких последовательных измерений в режиме Cycle. Для большинства ситуаций достаточно одного измерения в режиме Cycle.

Настройка параметров Duration of units и Number of units



Units for data filtration	
Duration of unit (s)	5
Number of units	20
Duration of run (s)	100.

Параметры Duration of units и Number of units задают длительность одного измерения ("unit") и общее число таких измерений. Общее время измерения должно быть достаточным для получения необходимой статистической точности (чем больше время - тем выше точность).

Время одного измерения можно выбрать примерно в два раза меньше, чем время необходимое для измерения данного образца, при условии, что в нем не было бы пыли. Начать можно со значений длительности измерения от 10 до 30 секунд, и числа измерений равного 10-20.

Более точно эти параметры можно подобрать только исходя из получаемой в процессе измерения информации о данном образце - какая интенсивность рассеяния и как часто происходят всплески интенсивности из-за попадания пыли в измерительный объем.

Примечание: После установки параметров, в поле Duration of run можно узнать сколько времени займет весь процесс измерений.

Настройка параметров Data filtration

Data filtration

1: Base line shift 0.005 For channel 140 0. (s)

2: Spike tolerance (%) 30 Filtration sequence 1 -> 2
 2 -> 1

Standard deviation (%) 0.0 Correct units (%) 0.0

Repeat filtration Run cycle Stop

Рекомендации по подбору параметра Spike tolerance

Если установить высокое значение Spike tolerance – например, равным 100%, то данные не будут фильтроваться. При этом все данные измерений будут считаться корректными – см. параметр Correct units. Слишком низкое значение Spike tolerance – меньше 5%, приведет к тому, что большинство юнитов будут признаны некорректными из-за наличия реальных флуктуаций интенсивности рассеяния в каждом отдельном измерении.

Общие рекомендации для установки Spike tolerance

- Spike tolerance должен быть примерно в 3 раза больше шума (отклонения синих точек от среднего значения интенсивности – красной линии) на графике интенсивности во время пробного измерения.
- необходимо обращать внимание на количество Correct units в зависимости от установленного значения Spike tolerance, чтобы лучше подобрать оптимальное значение Spike tolerance.

Для более точного определения значения Spike tolerance можно провести пробное измерение в режиме Cycle и по значению Standard deviation (фактически отклонение от среднего значения) установить значение Spike tolerance в 3 раза больше, чем полученное значение Standard deviation.

Рекомендации по подбору параметра Baseline shift и For channel

Параметр Baseline shift задает допустимое смещение базовой линии. Для большинства образцов оптимальными значениями Baseline shift будут: от 0.001 до 0.005.

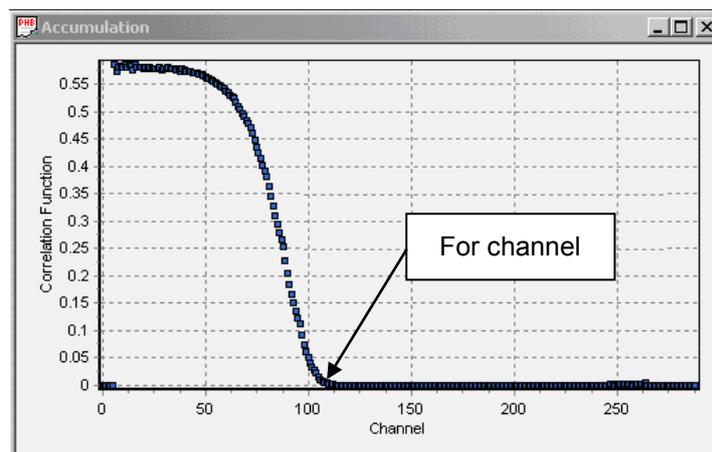
Параметр For channel задает канал по которому будут отслеживаться смещение базовой линии. Рекомендуется установить значения параметра For channel в диапазоне от 140-го до 180-го канала. Для измерений при стандартных условиях (угол рассеяния 90°; температура 20°; длина волны лазера 654 нм) можно использовать следующие значения:

- для частиц 5-30 нм - установить канал 140
- для частиц 50 нм - установить канал 155
- для частиц 100-250 нм - установить канал 170

Для более точного подбора параметра For channel необходимо запустить измерения в ручном режиме (с помощью кнопки Run на панели инструментов).

После некоторого времени (около 30-60 секунд для хорошо рассеивающих образцов и около 200 секунд для слаборассеивающих образцов), когда корреляционная функция примет достаточно гладкий вид, остановите измерение кнопкой Stop. Если во время измерения корреляционная функция успела деформироваться из-за попадания пыли в рассеивающий объем, то такое измерение не подходит, и необходимо провести другое (пока не удастся получить хорошую корреляционную функцию и успеть остановить измерение до ее деформации).

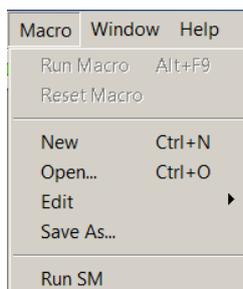
После такого тестового измерения, на графике Accumulation можно увидеть в каком канале корреляционная функция уже спала до нуля. Соответственно этот канал или более старший следует указывать в поле For channel (для приведенного графика оптимальным будет значение канала For channel после 112-115 – например 120).



Таким образом те измерения, где корреляционная функция выходила за установленный предел смещения Baseline shift для этого канала, не будут учитываться при суммировании данных.

Режим макропрограммы

Данный режим позволяет полностью автоматизировать процесс управления анализатором и измерениями с помощью написания макропрограммы для измерения. В этом режиме запуск и остановка макропрограммы, а так же другие действия с макропрограммой производятся с помощью меню Macro.



Основное отличие режима макропрограммы от ручного режима и режима Cycle заключается в том, что практически все действия по настройке параметров в окне Control и др. можно написать в виде макрокоманд. Это удобно, когда в процессе измерения надо регулярно менять

параметры измерений (например: температуру, угол рассеяния и т.д.), или когда измерения занимают продолжительное время.

Приведем пример простой макропрограммы:

```
Open_win_file_conf(0)      ' Открываем окно настройки сохранения файлов File setup
' настройки сохранения файлов также можно задать макрокомандами
set_angle(90)              ' Выставляем угол 90 град. на гониометре
delay(10)                  ' Добавляем задержку 10 сек. для установки угла
run_cycle(0)               ' Запускаем измерение в режиме Cycle
delay(-1)                  ' Ждем окончания работы цикла
```

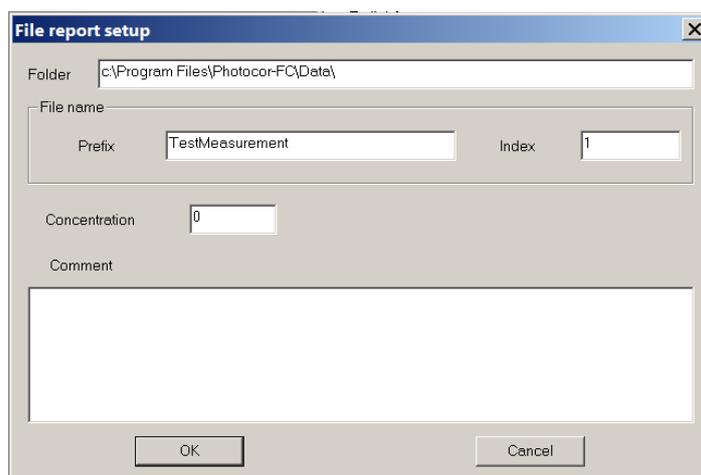
Примечание: Для более подробного ознакомления с работой в режиме макропрограммы обратитесь к разделу Макрофункции программы Photocor из Справочного руководства к программе Photocor.

Организация и хранение результатов измерений

Важным моментом при проведении большого количества измерений является правильная организация и хранение результатов измерений. Результаты, полученные после проведения измерения в программе Photocor, являются исходными данными. Поэтому желательно всегда сохранять эти данные. Не имея результатов измерения, Вы уже не сможете провести повторную обработку данных или посмотреть условия измерения.

Параметры сохранения файлов измерений

Параметры сохранения файлов измерений назначаются в программе Photocor, в меню File, пункт File setup.



Для удобного хранения Ваших данных создайте отдельную папку, где будут храниться все результаты измерений. Укажите путь к этой папке в пункте Folder.

Название образца можно задать в пункте File name - Prefix.

Для случаев, когда Вам необходимо провести целую серию измерений, можно создать отдельную папку с названием серии измерений или датой в качестве имени папки.

Примеры структуры хранения файлов измерений:

C:\Photocor Data\{Название Серии Измерений или Дата}\{Название Образца}.txt

Инкрементное авто-сохранение файлов

Пункт Index позволяет задать начальное значение индекса в имени файла. Таким образом, при каждом сохранении файл с использованием кнопки Save Auto на панели инструментов, к имени файла будет добавляться цифровой индекс.

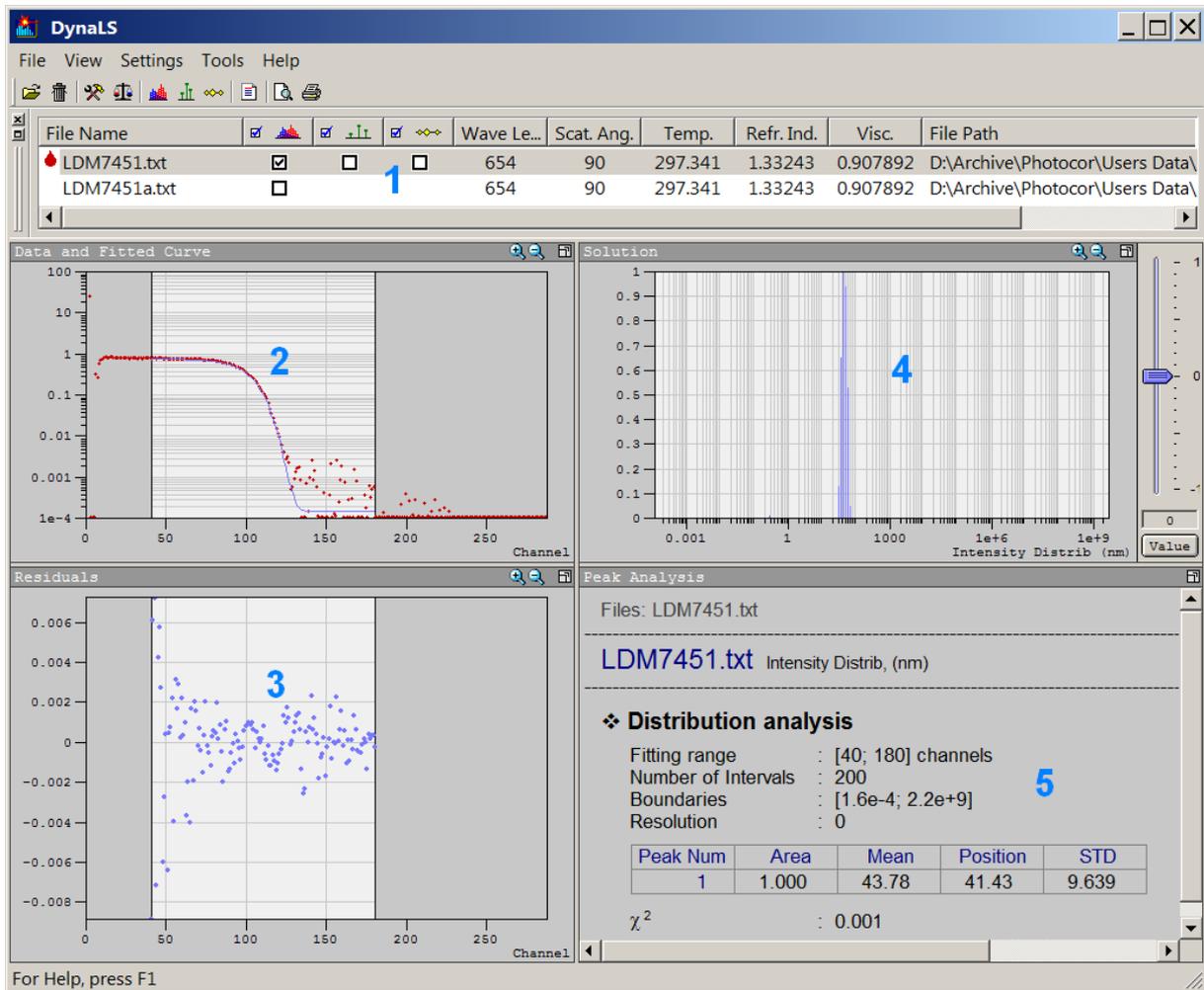
Файл результатов измерений

Файл измерений представляет собой текстовый файл с расширением .txt. Если открыть данный файл в текстовом редакторе, то в заголовке файла можно посмотреть все условия, при которых проводилось измерение.

Файл измерений можно открыть также в программе Photocor, чтобы посмотреть результаты измерения в графическом виде (корреляционную функцию и график интенсивности рассеяния). Если открыть файл измерений в программе обработки DynaLS, то возможно произвести повторную обработку результатов измерения.

Программа обработки данных DynaLS

Данное окно открывается при запуске программы DynaLS или при нажатии соответствующей кнопки в главном окне программы Photocor.



Главное окно программы DynaLS содержит следующие окна:

1. DynaLS File Manager - список загруженных для обработки файлов с данными и их основные параметры.
2. Data and Fitted Curve - исходная корреляционная функция и функция обработанная выбранной моделью.
3. Residuals - расхождение экспериментальных данных с выбранной моделью обработки.
4. Solution - результаты обработки в графическом представлении.
5. Peak Analysis - результаты обработки в виде таблицы.

3. Приготовление образцов

Аккуратное приготовление образца и правильной подбор концентрации частиц – это два наиболее важных требования для получения хороших результатов измерений.

Примечание: С общими принципами подготовки к проведению измерений можно ознакомиться в российском стандарте ГОСТ Р 8.774-2011 и международных стандартах ISO 13321-1996 и ISO 22412:2008.

Концентрация образца

В процессе приготовления образца необходимо правильно подобрать оптимальную концентрацию. Это улучшит точность измерений и позволит сократить время измерения.

При низкой концентрации число частиц в рассеивающем объеме будет недостаточно для накопления корреляционной функции с хорошей статистической точностью. Обычно малой концентрации частиц в образце соответствует низкое значение интенсивности рассеяния (в окне Count rate monitor).

Минимально допустимые значения интенсивности: от 10 000 cps.

Оптимальные значения: от 100 000 cps до 1 000 000 cps.

В случае высокой концентрации частиц в образце может возникнуть дополнительный эффект - многократное рассеяние света, которое вносит существенную погрешность в результат измерений.

Очень высокой концентрации частиц соответствует внешний вид образца: молочный, непрозрачный.

Чтобы измерить среднюю интенсивность рассеяния, выполните следующие действия:

1. Вставьте приготовленный образец в кюветное отделение термостата и запустите программу Photocor.
2. Откройте окно Count rate monitor, если оно не открылось после запуска программы.
3. Нажмите кнопку Run на панели инструментов и подождите 10-20 секунд для накопления достаточной информации.
4. Посмотрите среднее значение интенсивности рассеяния Mean signal intensity в статус баре или на графике Count rate monitor.

Очистка образца

Перед проведением измерений образец должен быть очищен от пыли и других нежелательных частиц. Особенно это важно при измерении маленьких частиц. Наличие крупных частиц пыли или других посторонних частиц негативно скажется на результатах измерения.

Для фильтрации образца от пыли можно использовать шприцевые фильтры - например, фирмы Millipore серии Millex или другие (см. [Syringe Filters, Disposable](#)). Такой способ фильтрации позволяет использовать фильтры с порами различных размеров, что позволяет удалять из образца частицы больше определенного размера. При невозможности отфильтровать образец обычными способами, можно использовать центрифугирование для осаждения крупных частиц.

Дополнительным положительным фактором является использование для приготовления дисперсной системы предварительно очищенного, обеспыленного растворителя.

Если в образце присутствуют большие частицы, которые появились в результате нежелательной агрегации исходных частиц, можно использовать обработку ультразвуком для разрушения этих агрегатов и восстановления исходного состояния дисперсной системы. Однако делать это надо с осторожностью, т.к. избыточное время обработки ультразвуком может приводить к обратному эффекту – частицы начинают активно агрегировать и устойчивость образца нарушается. Это происходит из-за повреждения оболочки частиц при слишком длительном времени обработки ультразвуком.

Заполнение кюветы

При заполнении кюветы необходимо обращать внимание на уровень образца в кювете.

Кювета должна быть заполнена образцом минимум на 18-20 мм по высоте от дна кюветы (измерение происходит на высоте 15 мм от дна кюветного адаптера).

При работе на анализаторе **Photocor Complex** уровень заполнения кюветы можно проверить через щель термостата в момент установки кюветы в термостат анализатора.

Кювету необходимо заполнять аккуратно, чтобы избежать возникновения воздушных пузырьков в образце. Для удобства заполнения кюветы рекомендуется использовать микродозаторы.

4. Проведение измерений

В данном разделе представлена типичная процедура измерения размеров частиц. Для более глубокого освоения метода динамического рассеяния света рекомендуется пользоваться другими разделами данного руководства, а также рекомендованной литературой, список которой представлен в конце данного руководства.

Примечание: С общими принципами проведения измерений можно ознакомиться в российском стандарте ГОСТ Р 8.774-2011 и международных стандартах ISO 13321-1996 и ISO 22412:2008.

Измерение размеров частиц

Установка кюветы с образцом в анализатор

- Приготовьте Ваш образец, пользуясь рекомендациями, описанными в разделе "Приготовление образцов".
- Всегда берите кювету только за верхнюю ее часть. Старайтесь не дотрагиваться до поверхности кюветы в рабочей области – на высоте $15 \text{ мм} \pm 2 \text{ мм}$ от дна кюветы.
- Перед установкой кюветы в анализатор полезно визуально оценить "оптическую чистоту" кюветы. На рабочей поверхности не должно быть царапин и дефектов стекла. При наличии внешних загрязнений поверхности (например, отпечатков пальцев) протрите кювету специальной салфеткой.
- Откройте крышку кюветного отделения анализатора и вставьте Ваш образец в кюветное отделение. Закройте крышку. После этого можно приступить к измерениям.

Схема процесса измерения

Измерение размеров частиц состоит из нескольких этапов:

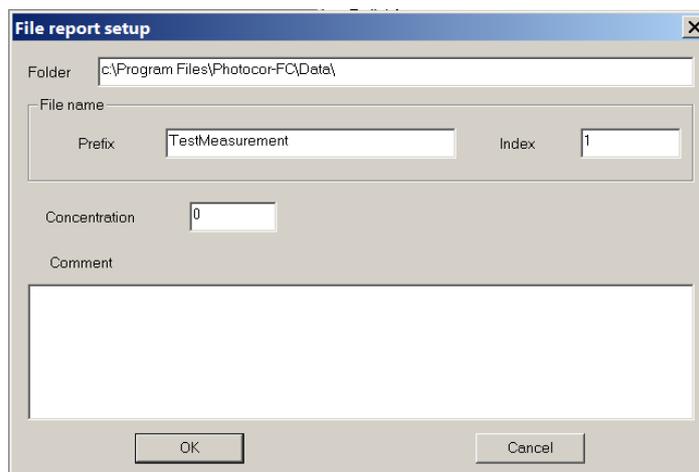
1. Установка параметров измерения.
2. Процесс измерения образца и сохранение результатов измерения.
3. Обработка полученных данных в программе DynaLS.

1. Установка параметров измерения

Запустите программу Photocor с помощью ярлыка на рабочем столе. Откроется главное окно программы Photocor.

Установка параметров сохранения файлов

В первую очередь необходимо установить параметры сохранения файлов в меню File, пункт File setup.



- Создайте папку, где Вы будете хранить файлы с результатами измерений.
- После этого укажите имя новой папки в пункте Folder.
- Задайте имя образца в поле Prefix.

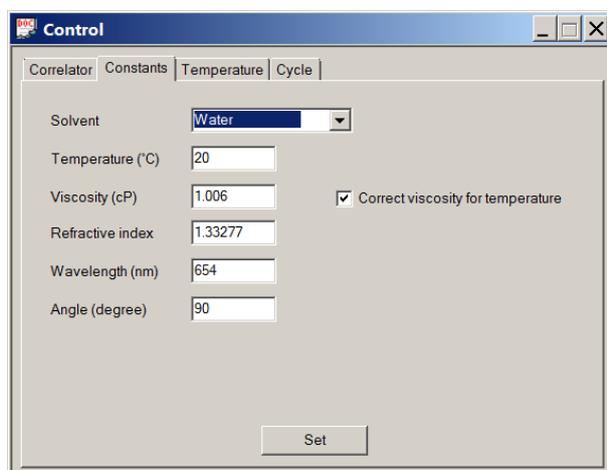
Для удобства последующей работы с данными, можно добавить комментарии об образце (например, состав образца, условия его приготовления и т.п.).

Установка параметров измерения – окно Control

Большинство настроек измерения производятся в окне Control. Открыть данное окно можно с помощью кнопки Control на панели инструментов. Для каждой группы настроек окно имеет отдельную вкладку:

- Correlator - для первоначальной настройки анализатора. Данная вкладка, как правило, настраивается один раз при установке анализатора и программного обеспечения.
- Constants - для установки физических параметров образца.
- Temperature - для установки необходимой температуры образца.

Вкладка Constants – установка параметров образца



Большинство параметров образца будут уставлены автоматически при выборе растворителя в поле Solvent.

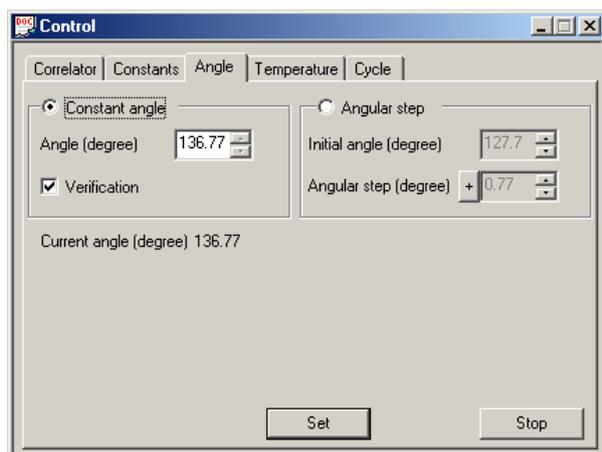
В программе уже введены параметры некоторых распространенных растворителей (Benzene, CCL4, Decane, Ethanol, Glycerine, Heptane, Hexane, Octane, Propanol, Toluene, Water).

Для активирования внесенных изменений, необходимо нажать кнопку Set.

Предупреждение: Важно правильно установить все необходимые параметры, поскольку данные величины используются в обработке данных и влияют на результаты обработки. Значение Wavelength устанавливается при первоначальной настройке анализатора. В некоторых модификациях анализатора значение Angle устанавливается автоматически.

Вкладка Angle – установка угла рассеяния

Примечание: Данный способ установки угла рассеяния доступен только для модификации Complex. При работе на других модификациях анализатора для выбора угла рассеяния используется вкладка Configuration.



На данной вкладке устанавливается угол рассеяния.

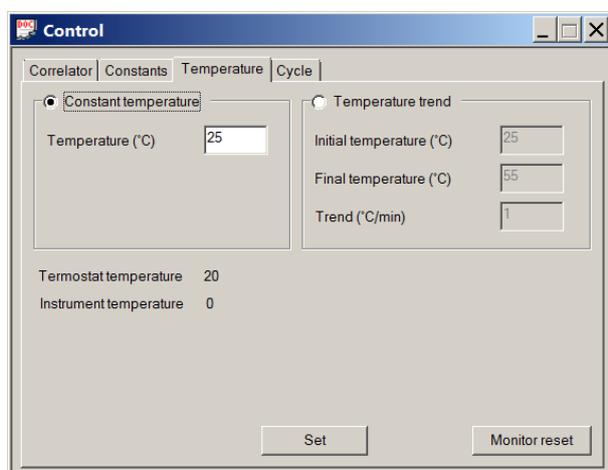
Диапазон установки угла рассеяния: от 10° до 150°.

Чаще всего для измерения размеров частиц используется угол 90°.

Флажок Verification производит процедуру правильности работы гониометра перед установкой угла.

Подсказка: На модификациях анализатора без автоматического гониометра, консоль гониометра перемещается пользователем вручную на необходимый угол (в соответствии со шкалой). Перед перемещением консоли необходимо освободить ручку-фиксатор консоли (движением против часовой стрелки), который находится на плоском основании анализатора, с левой стороны. После установки угла, значение угла необходимо ввести в поле Angle на вкладке Constants.

Вкладка Temperature – установка температурного режима измерений



На данной вкладке можно задать температуру кюветного отделения.

Допустимые значения температуры: от 5 до 90 °С.

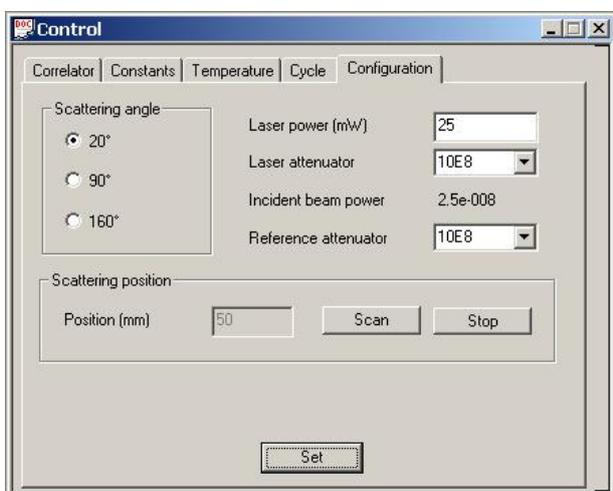
Установка температуры и процесс терморегулирования активируются нажатием кнопки Set.

Процесс установки и поддержания заданной температуры можно наблюдать в окне Temperature monitor.

После того, как заданная температура будет установлена, анализатор будет поддерживать данную температуру до тех пор, пока Вы не установите другое значение температуры.

Подсказка: Обратите внимание, что система измерения температуры в анализаторе показывает температуру кюветного отделения. Поэтому при любом изменении температуры кюветного отделения, необходимо дождаться соответствующего изменения температуры образца в кювете. Время ожидания выравнивания температуры зависит от величины установленного скачка температуры и качества теплового контакта кюветы со стенками кюветного отделения. Необходимое время выравнивания может варьироваться от 2-3 минут до 30 минут. Невыполнение данного требования может приводить к заметным ошибкам в измерении размера частиц, что обусловлено существенной зависимостью вязкости жидкости от температуры. Например, зависимость вязкости воды от температуры составляет около 2% на градус. Соответственно, такой же порядок ошибки будет наблюдаться в измеренном размере частиц в случае неустановившейся температуры образца.

Configuration – настройка аппаратной конфигурации анализатора



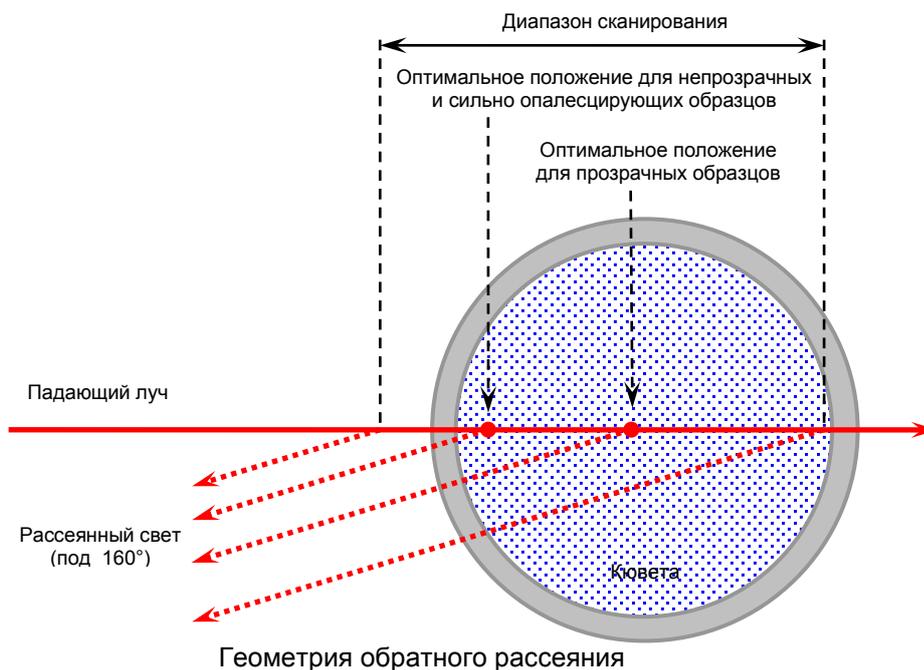
Вкладка Configuration позволяет задать мощность лазера, выбрать угол рассеяния, и произвести настройку интенсивности рассеяния света.

Подсказка: Для анализатора Photocor Compact-Z предусмотрена возможность гетеродинного режима измерения размера частиц под углом 20°. Мощность опорного (гетеродинного) луча устанавливается с помощью аттенюатора Reference attenuator. Данную опцию рекомендуется использовать после получения достаточных навыков в работе с обычной схемой измерения без опорного луча. При использовании обычной схемы измерения в окне Reference attenuator устанавливается значение 10E8, что соответствует отключению опорного луча.

Выбор положения рассеивающего объема (Scattering position)

При измерении размера частиц в режиме обратного рассеяния (под углом 160°), в особенности при исследовании малопрозрачных образцов возникает необходимость выбора положения рассеивающего объема. Для этого в анализаторе имеется специальная система смещения оптической оси рассеянного света с помощью прецизионного сдвигового устройства на шаговом двигателе. Оптимальное положение рассеивающего объема для определенного образца может быть найдено с помощью процедуры сканирования. Процедура сканирования запускается нажатием на кнопку Scan. Эта процедура длится несколько минут. При необходимости эта процедура может быть остановлена нажатием на кнопку Stop. Требуемое положение рассеивающего объема может быть задано в окне Position. Эта установка будет выполнена

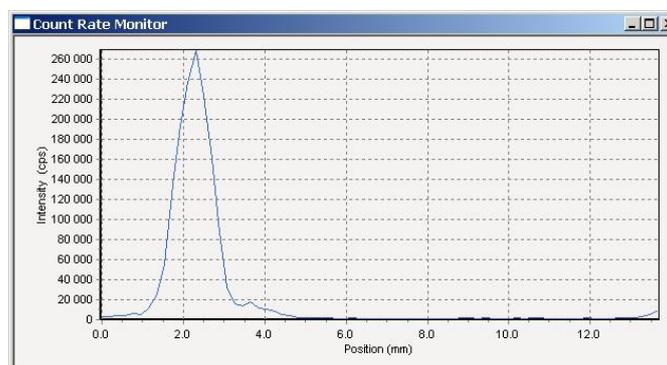
после нажатия на кнопку Set. Примеры сканирования и соответствующие рекомендации по выбору положения рассеивающего объема для различных образцов приведены ниже.



Подсказка: Для измерений могут быть использованы как цилиндрические, так и квадратные кюветы. Поправки на преломление учитываются при выборе типа кюветы (**Cell type**) во вкладке **Constant tab**.

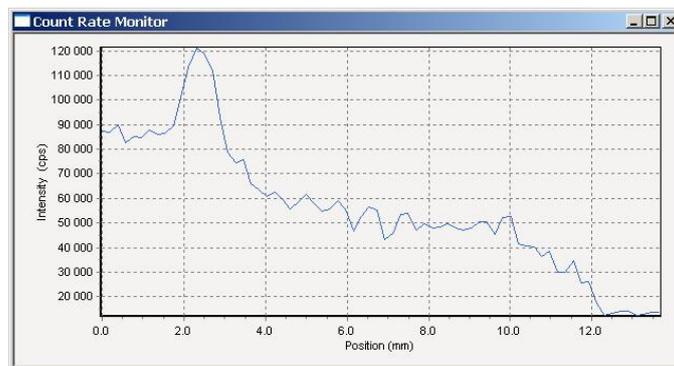
Примеры сканирования

1. Прозрачный образец с малым рассеянием (чистая вода)



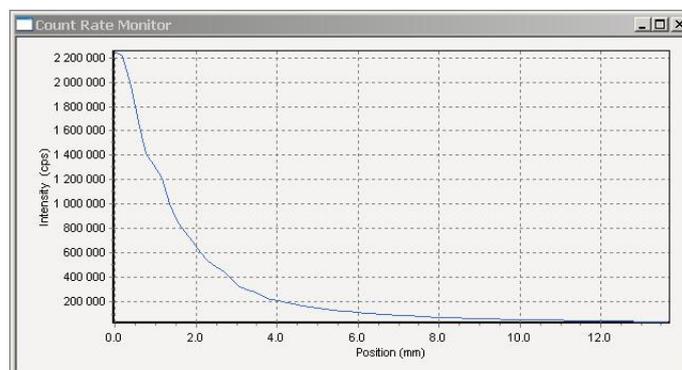
Максимум интенсивности рассеяния (2.5 мм) соответствует паразитному рассеянию ("блику") на внешней поверхности кюветы. Данное измерение позволяет проверить шкалу сканирования относительно положения кюветы.

2. Прозрачный образец (раствор полистирольного латекса в воде)



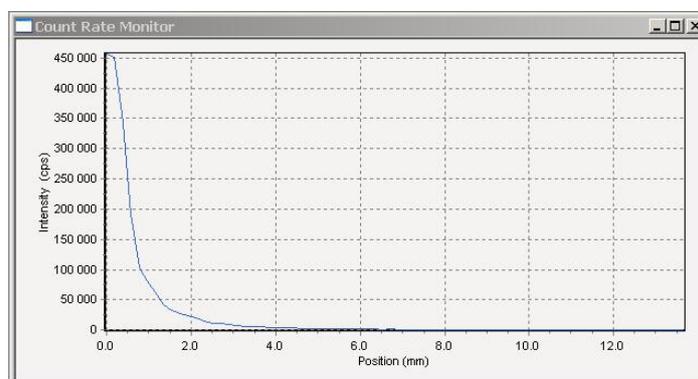
Максимум интенсивности рассеяния (2.5 мм) соответствует паразитному рассеянию ("блику") на внешней поверхности кюветы. Оптимальное положение рассеивающего объема – вблизи оси кюветы (координаты в пределах 6-10 мм).

3. Непрозрачный сильно опалесцирующий образец (полистирольный латекс с высокой концентрацией частиц).



Оптимальное положение рассеивающего объема – вблизи внутренней стенки кюветы (координаты в пределах 3-4 мм), где вклад многократного рассеяния мал.

4. Непрозрачный черный образец (полистирольный латекс в водном растворе черных чернил).



Оптимальное положение рассеивающего объема – вблизи внутренней стенки кюветы (координаты в пределах 3-4 мм), где интенсивность рассеяния в условиях сильного поглощения света еще достаточна для измерений.

2. Процесс измерения

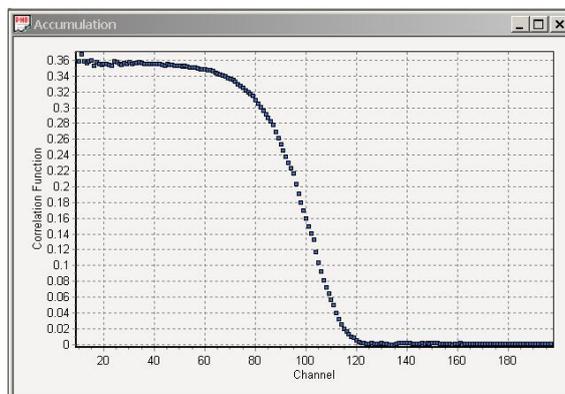
После задания всех необходимых параметров измерения в окнах Control и File setup, можно запускать процесс накопления корреляционной функции.

Простое измерение размера частиц удобно проводить в ручном режиме. При плохом оптическом качестве образца (наличии паразитных дисперсных частиц - "пыли"), может оказаться полезным использовать режим Cycle. Данный режим позволит во многих случаях улучшить качество измерения оптически "грязных" образцов.

Подсказка: Перед запуском процесса измерения необходимо убедиться, что открыты окна: Count Rate Monitor и Temperature. В противном случае информация из этих окон не будет использоваться при измерении и не сохраниться в файле результатов измерения. Если эти окна не открылись автоматически при запуске программы, откройте их с помощью меню View.

Ручной режим

1. Для проведения измерения в ручном режиме нажмите кнопку **Run** на панели инструментов программы для запуска процесса измерения.
2. Далее необходимо подождать 30-40 секунд или больше для накопления корреляционной функции. Время накопления зависит от качества образца и интенсивности рассеяния (концентрации частиц). Желательный вид накопленной корреляционной функции хорошего качества показан на графике:

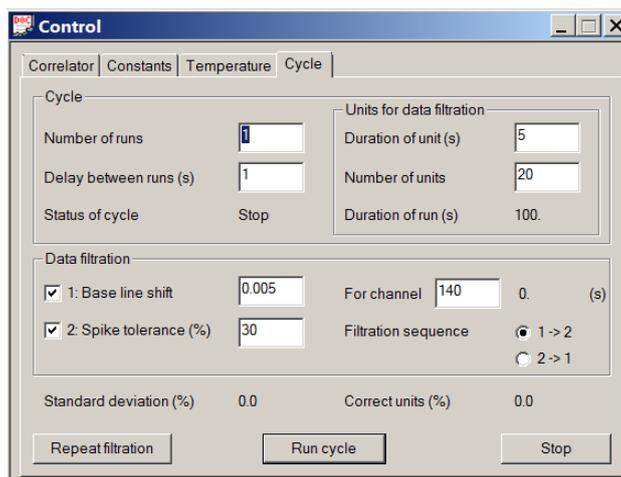


3. После получения удовлетворительной корреляционной функции, остановите процесс измерения с помощью кнопки Stop на панели инструментов.
4. Перенесите результат измерения из коррелятора анализатора в компьютер с помощью кнопки Read.
5. Если Вы хотите сохранить результаты измерения, нажмите кнопку Save Auto на панели инструментов или используйте пункт Save As в меню File (в случае, когда Вы хотите сохранить файл вручную, не используя установленные настройки сохранения файлов в меню File setup).
6. Далее можно выполнить обработку данных, следуя разделу руководства "Обработка результатов измерения".

Подсказка: Ручной режим измерений позволяет получать промежуточные результаты в процессе накопления корреляционной функции. Не останавливая процесса накопления, Вы можете в любой момент переносить текущую корреляционную функцию в компьютер (нажав кнопку Read) для дальнейшей обработки и сохранения.

Режим Cycle

1. Для проведения измерений в режиме Cycle перейдите на вкладку Cycle окна Control.



2. Задайте длительность измерения и параметры фильтрации, в соответствии с рекомендациями из раздела "Способы проведения измерения" – "Режим Cycle".
3. Нажмите кнопку Run Cycle для начала процесса измерений. Остановка измерений произойдет автоматически по истечении времени в строке Duration of run.
4. Если Вы хотите сохранить результаты измерения, нажмите кнопку Save Auto на панели инструментов или используйте пункт Save As в меню File (в случае, когда Вы хотите сохранить файл вручную, не используя установленные настройки сохранения файлов в меню File setup).
5. Далее можно выполнить обработку данных, следуя разделу руководства "Обработка результатов измерения".

Режим макропрограммы

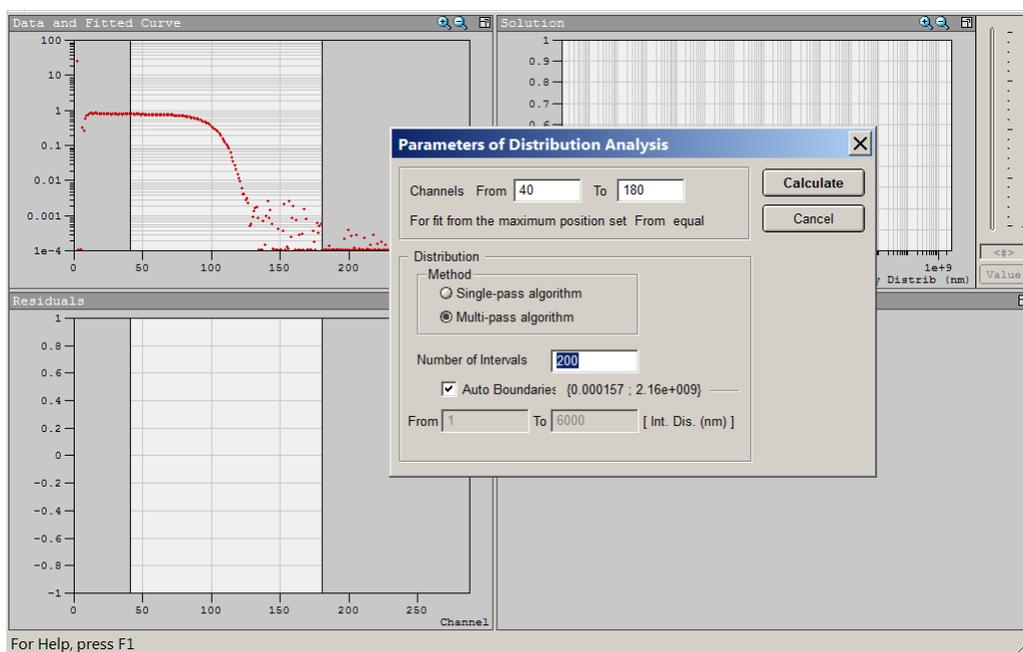
1. Для измерения в режиме макропрограммы необходимо открыть пункт New в меню Macro. Напишите макропрограмму, используя макрокоманды из справочного руководства к программе Photocor. Если у Вас уже есть заранее написанная макропрограмма, то используйте команду Open в меню Macro.
2. Для начала работы макропрограммы необходимо выбрать пункт Run Macro.
3. После окончания работы макропрограммы, в зависимости от заданного режима измерения, результаты измерения будут представлены или в окне Accumulation или в окне Reading.

4. Обработка и сохранение результатов обычно производится в макропрограмме, используя соответствующие макрокоманды. Варианты последующей ручной обработки данных и сохранения результатов также возможны.

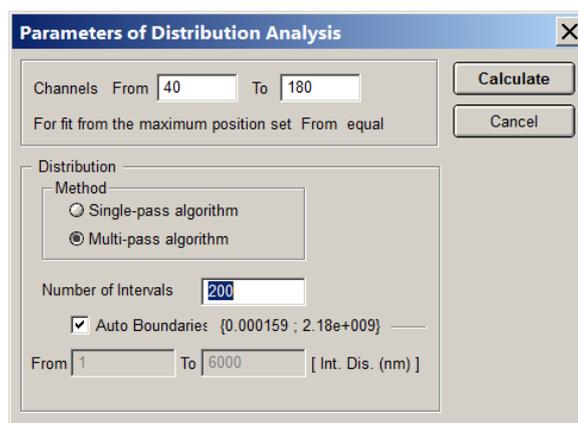
3. Обработка результатов измерения

Корреляционная функция, считанная в компьютер после нажатия кнопки Read, может быть обработана программой DynaLS. Для этого нужно нажать кнопку DynaLS для передачи данных в программу обработки. Если измерения проводились в режиме Cycle, то перед нажатием кнопки DynaLS необходимо выделить окно с корреляционной функцией, из которого она будет считана в программу DynaLS.

После передачи результатов измерений в программу обработки, откроется основное окно программы DynaLS.

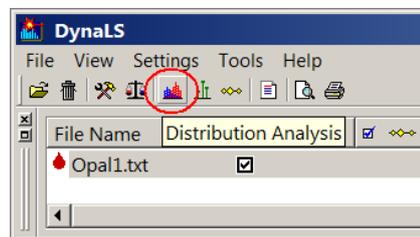


Поверх основного окна, появится окно выбора параметров обработки данных:



Программа DynaLS может быть запущена также независимо от программы Photocor с помощью ярлыка на рабочем столе. В этом случае программа DynaLS позволяет загружать ранее сохраненные файлы измеренных корреляционных функций с помощью меню File > Open. Возможна загрузка и обработка одновременно нескольких файлов.

Если Вы загрузили файл результатов измерений в программу DynaLS вручную, то вызвать окно выбора параметров обработки данных можно нажав кнопку **Distribution Analysis** на панели инструментов программы DynaLS.



Для обработки данных с помощью программы DynaLS необходимо предварительно задать следующие параметры:

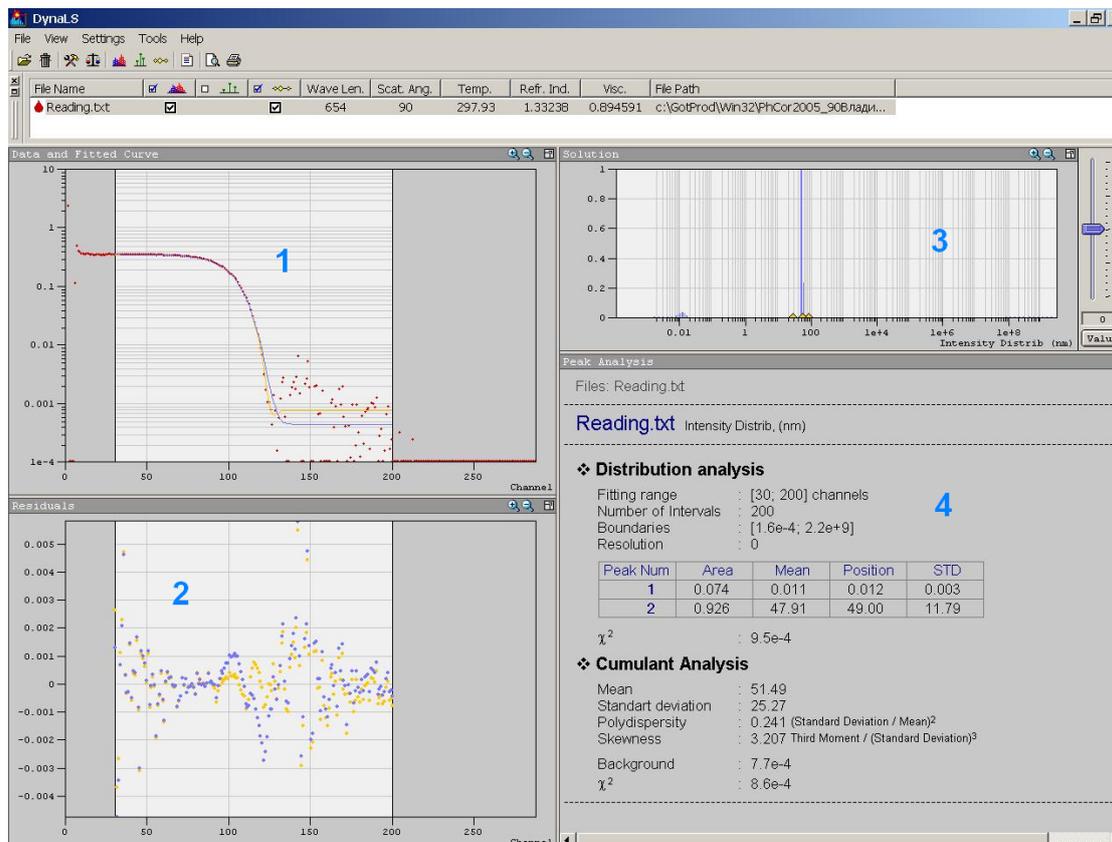
1. Channels - диапазон каналов (точек корреляционной функции), по которым будет производиться обработка (например, как показано выше: от 40 до 180). Нижняя граница задается не от нуля, чтобы исключить возможные паразитные корреляции фотоприемника и лазера. Верхняя граница задается ниже возможного максимального значения 256, чтобы уменьшить влияние паразитных больших частиц на результат обработки.
2. Рекомендуется использовать многопроходный алгоритм обработки– Multi-pass algorithm. При этом достигается максимальная точность обработки результатов измерений.
3. Рекомендуется использовать максимально возможное число точек решения – Number of intervals, равное 200. При этом достигается максимальное разрешение получаемых пиков распределения частиц по размерам.
4. Границы поиска решения – Boundaries, следует выбирать исходя из имеющейся у Вас предварительной информации об образце. При измерении образцов с уже известным диапазоном размеров полезно ограничить границы для более точной обработки результатов измерения. При обработке результатов измерения неизвестных образцов лучше использовать галочку "Auto Boundaries". При этом программа сама определяет необходимые границы поиска решения. При повторной обработке данных результатов можно сузить границы, исходя из полученного решения в режиме "Auto Boundaries".
5. После установки всех параметров нажмите кнопку **Calculate**.

Примечание: Для образца хорошего качества, в котором отсутствует пыль и правильно подобрана концентрация частиц, увеличение верхней границы поиска решения не должно существенно сказываться на результате обработки.

При возникновении сомнений в корректности результатов обработки, в первую очередь убедитесь в правильности настроек программы (параметры растворителя, угол, длина волны, температура, и т.д.)

Результаты обработки данных

После обработки данных Вы должны увидеть на экране примерно следующий результат:

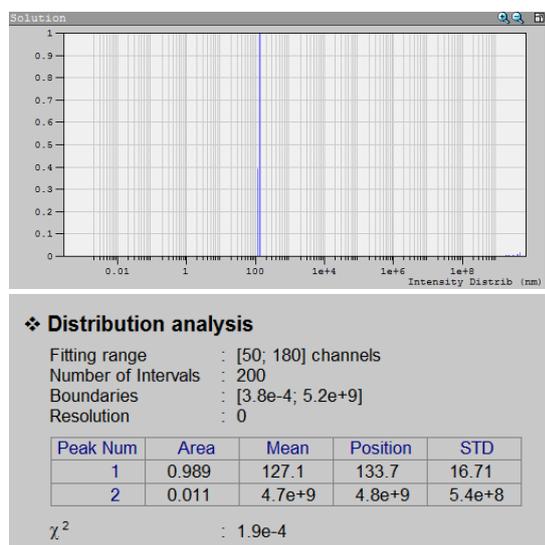


1. Левое верхнее окно программы (Data and fitted curve) отображает измеренную корреляционную функцию (точки) и результат обработки (сплошная линия).
2. В левом нижнем окне (Residuals) отображается расхождение экспериментальных данных с выбранной моделью обработки (т.н. невязка).
3. В правом верхнем окне (Solution) графически представлены результат обработки в виде пиков с различной амплитудой и шириной распределения, положение которых на шкале абсцисс соответствует **гидродинамическому радиусу** частиц.
4. Ниже в таблице представлены результаты обработки в текстовом виде. В столбце **Area** указан вклад в процентном отношении для каждого размера частиц.

Представление результатов обработки

В зависимости от выбранного метода обработки данных, результаты в окнах Solution и Peak Analysis могут быть представлены в различном виде. Для большинства ситуаций наиболее хорошо подходит метод Distribution Analysis, поскольку он является универсальным методом.

После обработки методом Distribution Analysis можно увидеть примерно следующий результат:



Окно Solution отображает результаты обработки в графическом представлении.

Строки после заголовка Distribution Analysis содержат параметры, при которых проводилась обработка.

В таблице представлен результат обработки в текстовом виде. Каждая строка с номерами 1, 2 и т.д. (столбец Peak Num) соответствует найденной компоненте распределения частиц по размерам /пику/, т.е. определенному размеру /радиусу/ частиц в нанометрах.

Значения в таблице представляют собой окончательный результат проведенных измерений.

- Столбец Area /площадь пика/ – интегральный вклад /доля/ каждой компоненты в интенсивность рассеяния. Параметр Area нормированный.
- Mean – среднее значение размера /радиус/ частиц в нанометрах.
- Position – значение размера, соответствующее максимальной амплитуде данного пика.

В общем случае именно значение Position следует принимать за результат обработки.

При получении узкого распределения по размерам значения Mean и Position будут иметь близкие значения. Такая ситуация характерна для мономодальных образцов, размер частиц в которых варьируется незначительно.

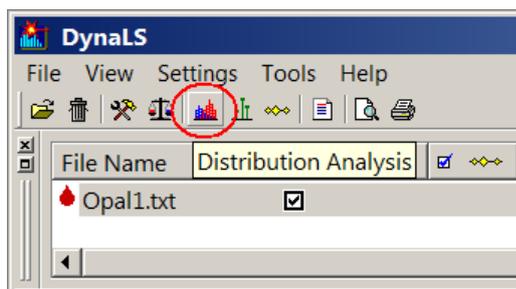
Значения STD (Standard deviation) и χ^2 (хи-квадрат) характеризуют точность обработки результатов измерений.

- Столбец STD – стандартное отклонение (абсолютная погрешность определения данного параметра). Термин стандартное отклонение используются в статистических методах анализа данных для обозначения разброса величины от среднего или ожидаемого значения.

- Строка χ^2 (хи-квадрат) – Этот интегральная относительная погрешность обработки (фактически это расхождение экспериментальных данных с выбранной моделью обработки /fitting/). Чем меньше значение хи-квадрат, тем лучше точность обработки. Типичные значения: Отлично - 0.1% (т.е. 10^{-3}) при когерентности 1 /идеальный случай/.

Повторная обработка файлов измерений

Для некоторых измерений может потребоваться повторная обработка для получения более качественных результатов. Тонкая настройка параметров обработки помогает получить более корректные и точные результаты. Как правило, это нужно для "сложных" образцов (например, когда не удастся хорошо отфильтровать образец или подобрать подходящую концентрацию).



Чтобы выполнить обработку данных с другими параметрами:

- нажмите кнопку **Distribution Analysis** на панели инструментов программы DynaLS.
- задайте новые настройки обработки в окне параметров
- нажмите **Calculate**

Дополнительные возможности программы DynaLS

Различные методы обработки данных



В программе DynaLS существуют три метода обработки данных:

1. Distribution Analysis: Метод регуляризации – полидисперсный анализ для нахождения распределения частиц по размерам.
2. Discrete Components: Метод дискретных компонент – прямая аппроксимация суммой нескольких экспонент (до 4 экспонент).
3. Cumulant Analysis : Метод кумулянтов – аппроксимация суммой кумулянтов (до 3 кумулянтов).

Обработка методом Distribution Analysis

В случае обработки данных методом Distribution Analysis результаты будут представлены в виде распределения частиц по размерам. Данный метод особенно подходит для случаев, когда отсутствует предварительная информация о диапазоне размеров частиц в образце.

Обработка методом Discrete Components Analysis

Метод дискретных компонент подходит для случаев, когда известно число моодисперсных компонент в образце. Для каждой компоненты подгоняется амплитуда и показатель экспоненты, а также величина базовой линии.

❖ Discrete Components Analysis		
Fitting range	: [50; 150] channels	
Exp Num	Amplitude	Position
1	0.355	130.8
2	0.070	130.6
3	0.059	131.7
Background	: 4.1e-4	
χ^2	: 3.8e-5	

Строка Background содержит отклонение базовой линии от нуля.

Обработка методом Cumulant Analysis

Метод кумулянтов подходит для моомодальных образцов с узким распределением. Данная модель обработки предполагает, что в образце присутствуют частицы только одного размера.

❖ Cumulant Analysis	
Mean	: 131.0
Standart deviation	: 14.55
Polydispersity	: 0.012 (Standard Deviation / Mean) ²
Skewness	: -6.738 Third Moment / (Standard Deviation) ³
Background	: 3.8e-4
χ^2	: 2.5e-5

- Mean - средний размер /радиус/ частиц в нанометрах.
- Polydispersity – этот параметр характеризуют ширину распределения частиц по размерам. Широкое распределение может говорить о наличие в образце более одного размера частиц. В таком случае можно попробовать обработать данные методом Distribution Analysis или Discrete Components Analysis.
- Skewness – асимметрия полученного распределения.

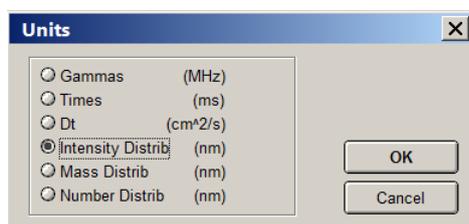
Настройка вывода результатов обработки

Результаты обработки могут быть представлены не только в единицах размера частиц (нм), но и в других единицах:

- Gammas – в шкале частот - в виде характерных частот спектра флуктуаций рассеянного света.
- Times – в шкале времени - в виде характерных времен корреляционных функций рассеянного света.
- Dt – в виде распределения частиц по коэффициентам диффузии.
- Intensity Distrib – обработка исходных результатов измерения флуктуаций интенсивности рассеяния.
- Mass Distrib – после обработки результатов в режиме Intensity Distrib полученные распределения пересчитываются в массовое распределение (с использованием модельных зависимостей интенсивности рассеяния света от размера частиц).
- Number Distrib – после обработки результатов в режиме Intensity Distrib полученные распределения пересчитываются в числовое распределение (с использованием модельных зависимостей интенсивности рассеяния света от размера частиц).

Примечание: Массовое и числовое представление полидисперсных распределений следует использовать с осторожностью. Вследствие чрезвычайно сильной зависимости интенсивности рассеяния от размера частиц результаты пересчета могут быть не вполне адекватны.

Если Вы запускаете программу DynaLS впервые, необходимо произвести предварительную настройку программы и указать в каких величинах мы хотим получать результаты. Для этого откройте меню программы **Settings** и нажмите пункт **Units**. Далее выберите пункт **Intensity Distrib** и нажмите **OK**.

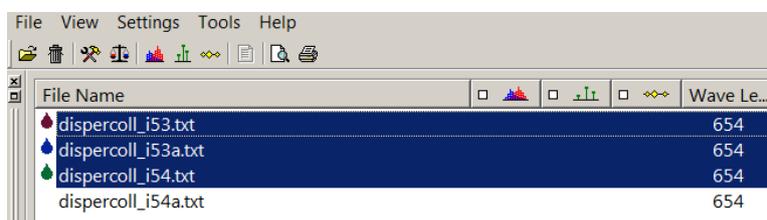


Пакетная обработка и сравнение файлов

В программе есть возможность производить одновременную обработку нескольких файлов. Такой режим работы с файлами может быть полезен для сравнения нескольких измерений одного образца или для сравнения схожих образцов. При выделении одновременно нескольких файлов графические данные из разных файлов будут накладываться друг на друга (разного цвета), и выводиться в одном окне.

Для выполнения одновременной обработки файлов:

- Загрузите в программу DynaLS несколько файлов с помощью меню File > Open.
- Затем в окне File Manager выделите необходимые файлы с помощью кнопки Ctrl на клавиатуре и левой кнопки мыши. Используя кнопку Shift и левую кнопку мыши можно выделить большой список файлов выбрав только первый и последний файл в списке.



- После выделения нескольких файлов, нужно выбрать модель обработки на панели инструментов и нажать Calculate после установки всех настроек обработки.

После выполнения пакетной обработки, можно снять выделение с файлов и перемещаться по списку с помощью стрелок вверх и вниз на клавиатуре. Либо можно выделить только некоторые из обработанных файлов. При этом результаты обработки сохраняются, пока Вы снова не запустите обработку каких-то файлов.

Рекомендации по настройкам обработки

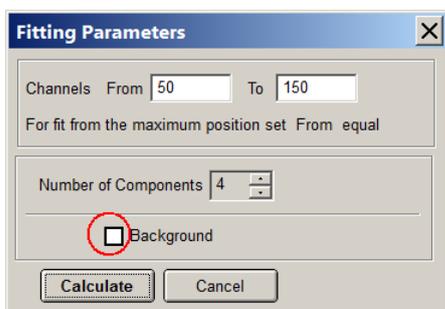
Настройка обработки базовой линии

При выполнении пакетной обработки методом **Discrete Components** (а) и во всех случаях обработки методом **Cumulant Analysis** (б), необходимо отключать галочку **Background**. Данная галочка фиксирует значение базовой линии при обработке корреляционной функции. Использование фиксированного значения базовой линии необходимо только в специальных случаях.

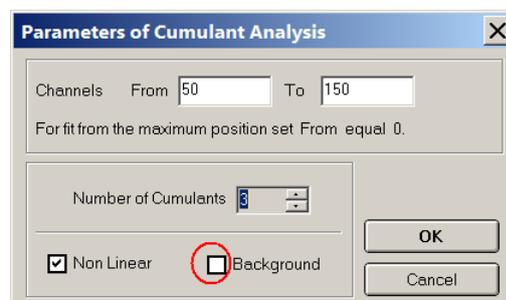
При таких настройках условия обработки отдельных файлов и результаты обработки этих файлов совместно с другими файлами будут идентичными.

Discrete Components (пакетная обработка нескольких файлов)

Cumulant Analysis (пакетная или одиночная обработка файлов)



а)

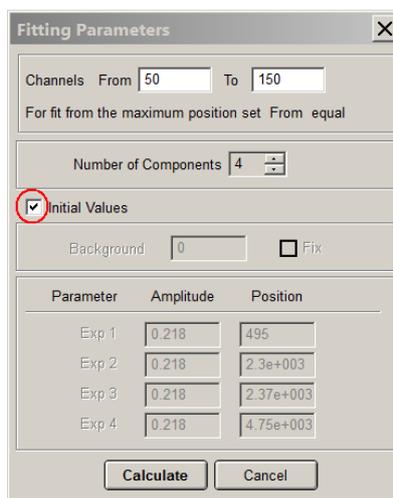


б)

Обработка методом Discrete Components

При обработке отдельных файлов методом **Discrete Components** в большинстве случаев предпочтительным является использовать галочку **Initial values** для автоматического подбора исходных параметров для метода наименьших нелинейных квадратов.

В случае ручной установки исходных параметров для Exp 1, Exp 2, Exp 3, Exp 4 рекомендуется не использовать галочку **Fix**, которая фиксирует значение базовой линии.



Parameter	Amplitude	Position
Exp 1	0.218	495
Exp 2	0.218	2.3e+003
Exp 3	0.218	2.37e+003
Exp 4	0.218	4.75e+003

Настройка параметра Resolution Slider

В программе есть возможность корректировать разрешающую способность обработки данных. В подавляющем большинстве случаев значение Resolution Slider изменять не рекомендуется. Программа обработки данных DynaLS автоматически подбирает оптимальное значение. В некоторых случаях увеличивая значение разрешения (Resolution) можно "вытащить" из плохих данных какой-то результат. Уменьшение разрешения приводит к "размыванию" или усреднению результата. Фактически, при уменьшении разрешения снижается точность подгонки модели обработки к экспериментальным данным.

Подсказка: Более подробно ознакомится с настройкой Resolution Slider можно в справочном руководстве к программе DynaLS.

Измерение дзета-потенциала

Примечание: Данный режим измерений доступен только для модификации Compact-Z

При измерении дзета-потенциала используются стандартные круглые кюветы 15x45 мм, объемом 4 мл. После заполнения кюветы образцом в нее вставляется специальная вставка с электродами. Перед установкой кюветы в анализатор необходимо убедиться, что установлен соответствующий адаптер для 15 мм кювет.

Подсказка: Кюветы для измерения дзета-потенциала можно приобрести по каталогам, используя следующие артикулы: Waters [WAT025051](#); Sigma-Aldrich [854189](#); La-Pha-Pack 15 14 0548

Установка кюветы с образцом в анализатор

- Приготовьте Ваш образец, пользуясь рекомендациями, описанными в разделе "Приготовление образцов". В кювету необходимо залить около 2 мл образца. Аккуратно вставьте адаптер электродов в кювету, не допуская утечки образца. Всегда берите кювету только за верхнюю ее часть. Старайтесь не дотрагиваться до поверхности кюветы в рабочей области – на высоте $15 \text{ мм} \pm 2 \text{ мм}$ от дна кюветы.
- Перед установкой кюветы в анализатор полезно визуально оценить "оптическую чистоту" кюветы. На рабочей поверхности не должно быть царапин и дефектов стекла. При наличии внешних загрязнений поверхности (например, отпечатков пальцев) протрите кювету специальной салфеткой.
- Откройте крышку кюветного отделения анализатора и вставьте Ваш образец в кюветное отделение. При этом обратите внимание на правильное положение разъема для подключения электродов.
- Закройте крышку. Подождите несколько минут для выравнивания температуры образца и термостата. При этом в кювете уменьшаются градиенты температуры и затухнут паразитные потоки жидкости, связанные с градиентами температуры, а также движения жидкости, связанные с помещением электродов в жидкость. После этого можно приступить к измерениям.

Схема процесса измерения

Процесс измерения дзета-потенциала состоит из нескольких этапов:

1. Установка параметров измерения.
2. Предварительная настройка режима измерения.
3. Процесс измерения образца и просмотр результатов.

1. Установка параметров измерения

Запустите программу Photocor-Z с помощью ярлыка на рабочем столе. Откроется главное окно программы Photocor-Z.

Настройка основных параметров режима измерения дзета-потенциала производится аналогично режиму измерений размеров частиц. Если Вы еще не ознакомились с соответствующим разделом руководства, изучите его перед началом работы.

Установка параметров сохранения файлов

В первую очередь необходимо установить параметры сохранения файлов в меню File, пункт File setup.

Установка параметров измерения – окно Control

Работа с основными вкладками – Correlator, Constants и Temperature практически не отличается от режима измерения размеров частиц.

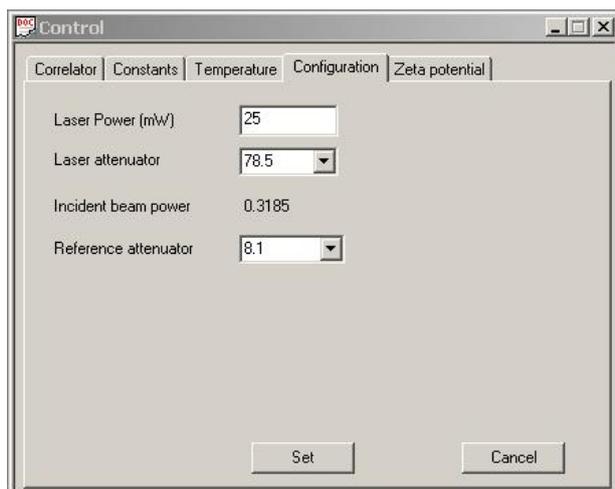
Перед проведением измерений необходимо перевести коррелятор в линейный режим работы. Для откорректируйте вкладку Correlator в окне Control и выберите пункт Linear в поле Channel spacing.

На вкладке Constants в окне Control необходимо выбрать растворитель в поле Solvent. Для дисперсий в "обычных" электролитах, нужно назначать в качестве растворителя воду, при этом вязкость будет рассчитана автоматически.

В режиме измерения дзета-потенциала помимо основного набора вкладок, для установки параметров измерения используются следующие вкладки:

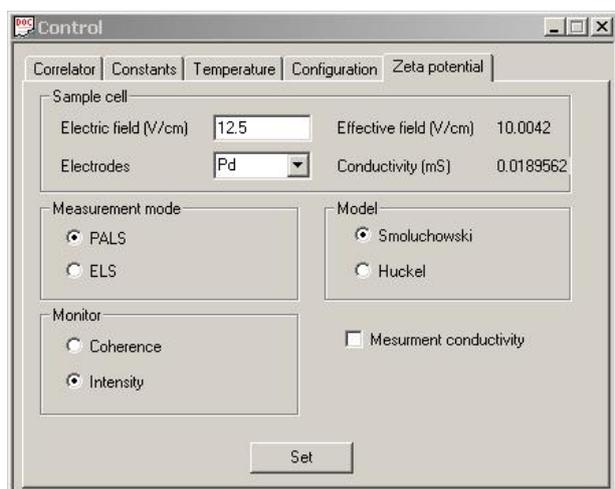
- Configuration - для настройки аппаратной конфигурации анализатора.
- Zeta potential - для настройки параметров измерения дзета-потенциала.

Configuration – настройка аппаратной конфигурации анализатора



Вкладка Configuration позволяет задать мощность лазера и произвести настройку интенсивности рассеяния света.

Zeta potential - настройка параметров измерения дзета-потенциала



Вкладка Zeta potential используется для предварительной настройки режима измерения. Кроме того возможно выбрать модель расчета электрофоретической подвижности для различной толщины ДЭС.

2. Предварительная настройка режима измерения

Перед проведением измерений дзета-потенциала, необходимо подобрать оптимальные настройки для данного режима измерений:

1. Откройте окно Count Rate Monitor с помощью соответствующего пункта в меню View.
2. Запустить тестовое измерение кнопкой Run на панели инструментов программы.
3. Откройте вкладку Zeta potential в окне Control и в поле View установите режим работы окна Count Rate Monitor в положение Intensity.
4. Откройте вкладку Configuration и закройте Laser attenuator. Затем в окне Count Rate Monitor посмотрите среднюю интенсивность опорного луча. Эта интенсивность должна быть в диапазоне 300 000 – 700 000 cps. Теперь необходимо последовательно уменьшать коэффициент ослабления Laser attenuator, следя за увеличением

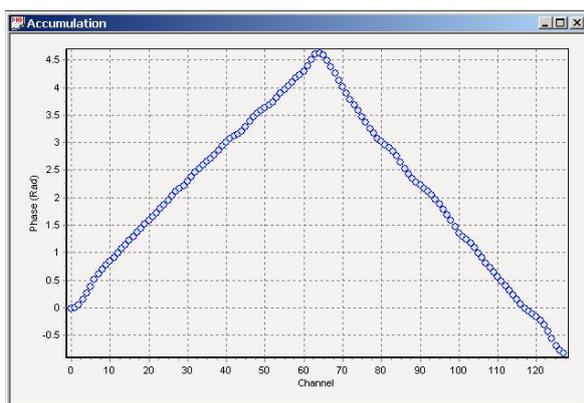
интенсивности сигнала до оптимального значения. Оптимальная величина интенсивности сигнала равна 200000 – 400000 cps (в окне Count Rate Monitor будет показываться сумма интенсивностей сигнала и опорного луча). Если не удастся получить оптимальное значение интенсивности рассеяния с помощью аттенюатора, необходимо соответствующим образом изменить концентрацию рассеивающих частиц в образце.

5. Откройте вкладку Zeta potential и выберите значение напряженности электрического поля и частоту переключения полярности напряжения на электродах кюветы. Переключение полярности на электродах во время измерения необходимо для устранения поляризации электродов. Напряженность поля следует выбирать исходя из проводимости образца. Если образец имеет высокую проводимость, необходимо выбирать меньшее значение напряженности поля (например, 5V/cm) и более высокое значение частоты переключения поля. Если проводимость низкая, то напряженность поля необходимо выбирать более высокой (например, 25V/cm), а частоту переключения полярности можно установить более низкой.
6. После окончания настройки остановите тестовое измерение, нажав кнопку Stop на панели инструментов программы.

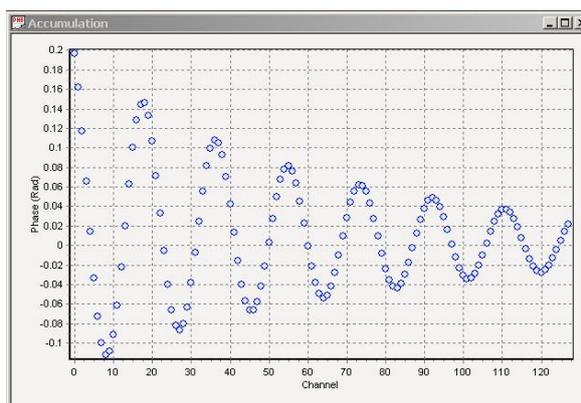
3. Процесс измерения и просмотр результатов

После проведения предварительной настройки, можно провести измерение дзета-потенциала:

1. Нажмите кнопку **Run** на панели инструментов программы для запуска процесса измерения.
2. Время накопления фазовой или автокорреляционной функции обычно составляет около одной минуты. При этом измеряемая функция должна приобрести достаточно гладкий вид. В ряде случаев для увеличения точности измерения может потребоваться и большее время накопления.



а)

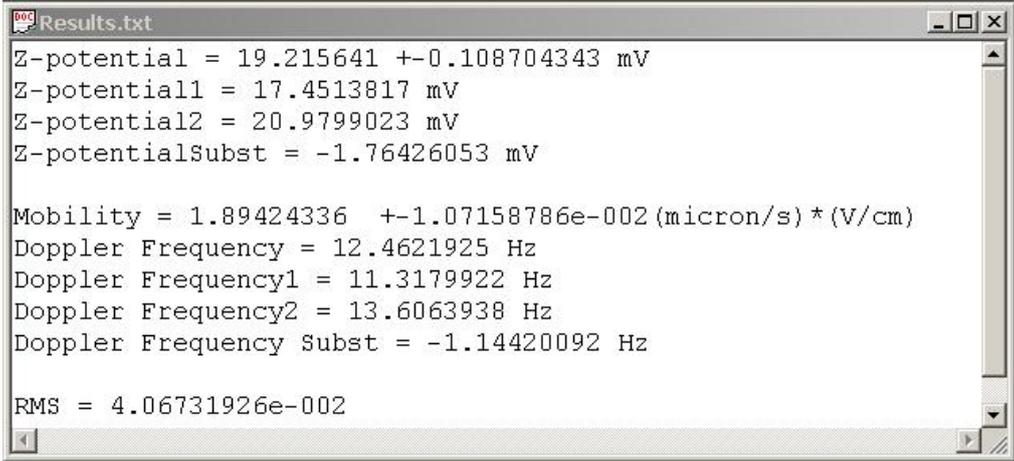


б)

3. После получения удовлетворительной фазовой функции (а) или автокорреляционной функции (б) доплеровского сигнала, нажмите кнопку Read на панели инструментов для считывания фазовой функции из анализатора в компьютер. При этом можно не останавливать процесс измерения, чтобы иметь возможность позже произвести

повторное считывание (для улучшения точности результатов за счет большей длительности накопления фазовой функции).

4. После нажатия кнопки Read, будет произведена автоматическая обработка считанных данных. Результат обработки будет представлен в окне Results.



```
Results.txt
Z-potential = 19.215641 +-0.108704343 mV
Z-potential1 = 17.4513817 mV
Z-potential2 = 20.9799023 mV
Z-potentialSubst = -1.76426053 mV

Mobility = 1.89424336 +-1.07158786e-002 (micron/s) *(V/cm)
Doppler Frequency = 12.4621925 Hz
Doppler Frequency1 = 11.3179922 Hz
Doppler Frequency2 = 13.6063938 Hz
Doppler Frequency Subst = -1.14420092 Hz

RMS = 4.06731926e-002
```

5. Для сохранения результатов данных щелкните мышкой по заголовку окна Reading для его активации. Либо сделайте активным окно Results (в этом случае будут сохранены только результаты обработки данных). Затем нажмите кнопку Save Auto на панели инструментов или используйте пункт Save As в меню File (в случае, когда Вы хотите сохранить файл вручную, не используя установленные настройки сохранения файлов в меню File setup).

Программное обеспечение Photocor / DynaLS / SLS

Справочное руководство

5. Справочное руководство

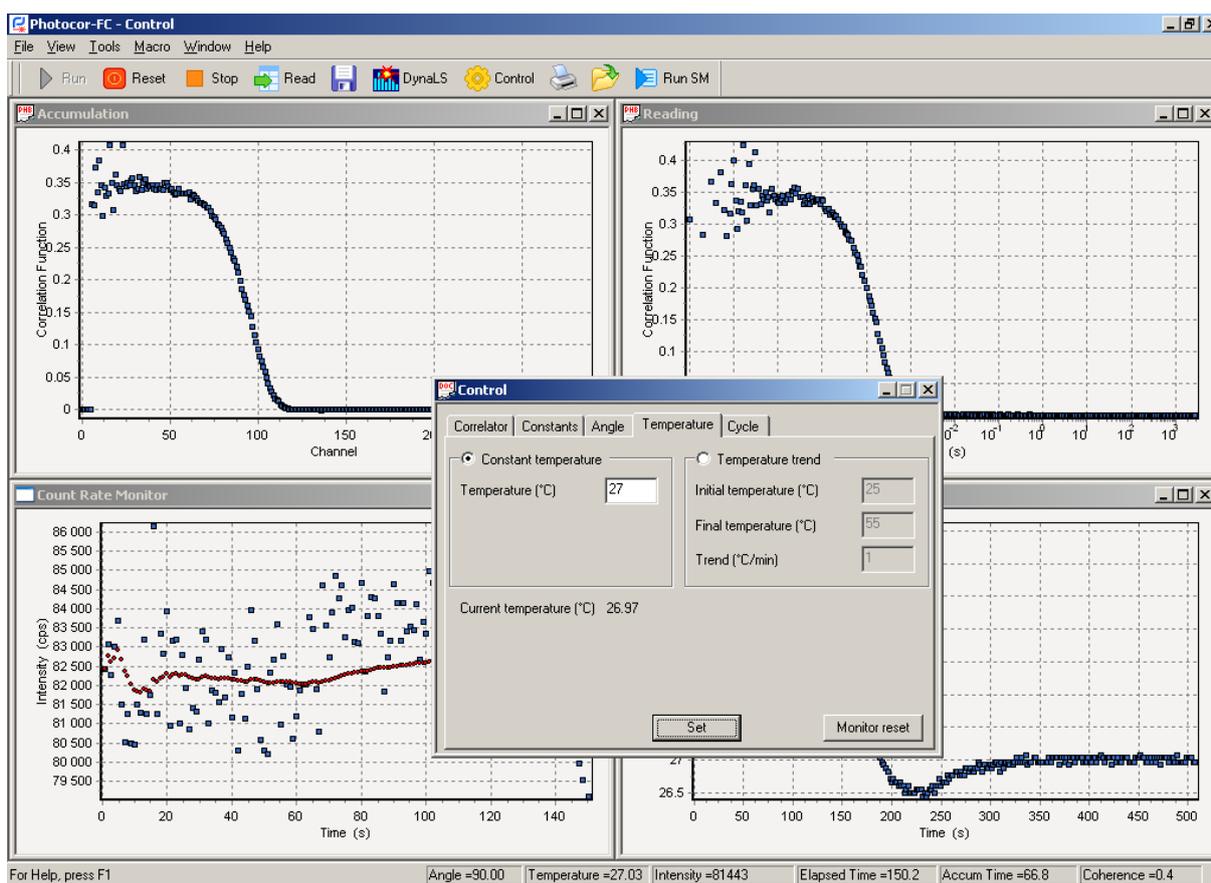
В данном разделе содержатся справочные руководства к следующим программам:

- Программа управления Photocor
- Программа обработки данных DynaLS
- Программа Static Light Scattering

Программа управления Photocor

Описание окон программы

Главное окно программы Photocor



Заголовок окна Photocor

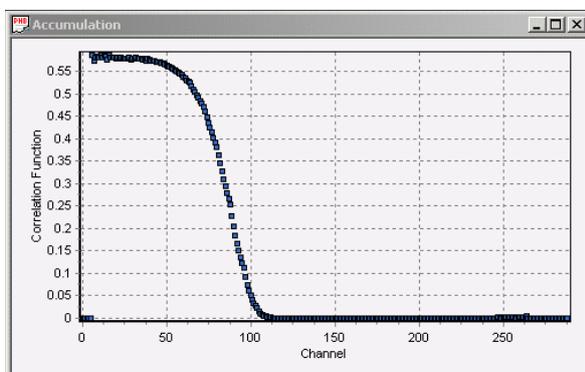


Заголовок окна Photocor отображает название программы и текущее активное окно программы.

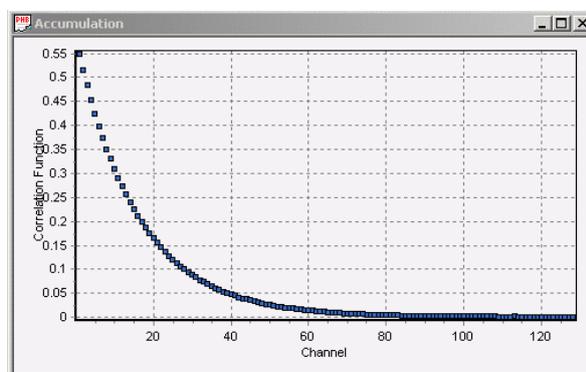
Окно Accumulation

Окно **Accumulation** отображает в реальном масштабе времени процесс накопления корреляционной функции в корреляторе. Для активирования окна **Accumulation** необходимо открыть меню **View** и выбрать пункт **Accumulation**.

В зависимости от выбранного режима работы коррелятора (логарифмическая шкала времени - multiple-tau или линейная шкала времени) корреляционная функция имеет вид а) или б) соответственно.

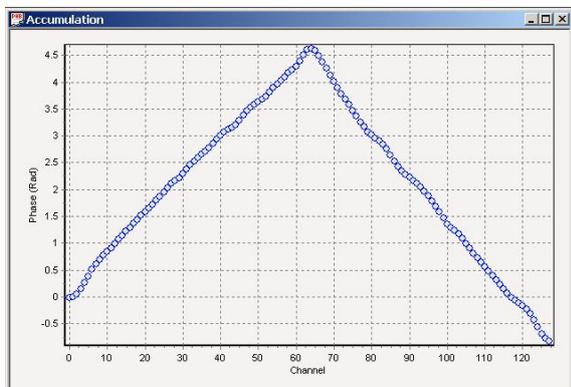


а)

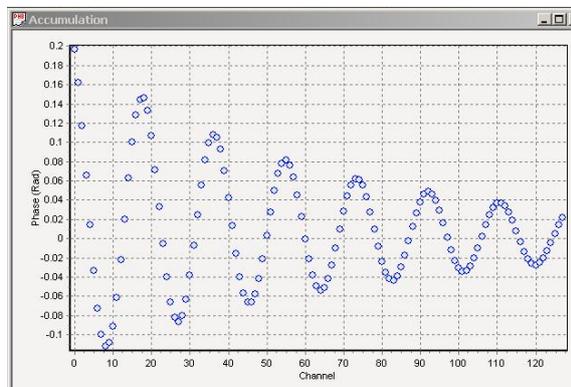


б)

В режиме измерения дзета-потенциала окно **Accumulation** в зависимости от выбранного метода измерения (PALS – фазовый анализ или ELS – корреляционный анализ) отображает в реальном масштабе времени процесс накопления, соответственно, фазовой (а) или корреляционной функции (б) доплеровского сигнала. Для работы в данном режиме, необходимо запускать программу с помощью ярлыка **Photocor-Z** на рабочем столе.



а)



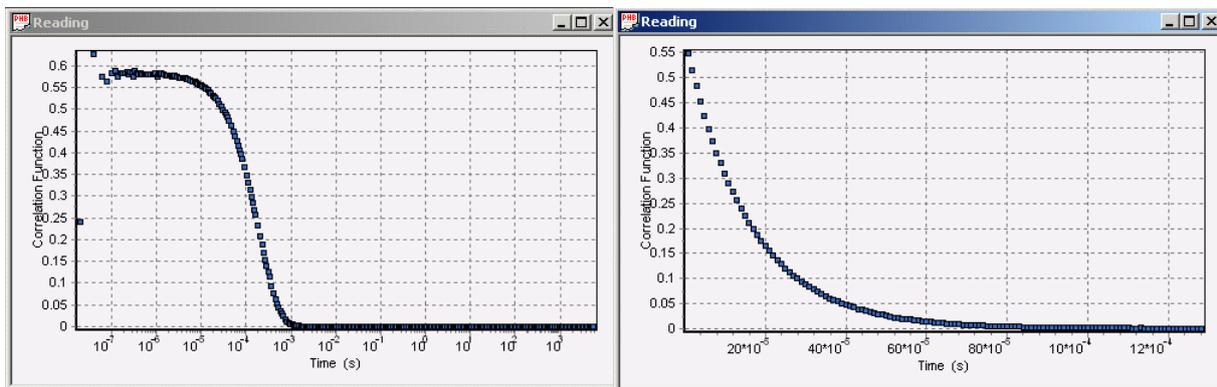
б)

Окно Reading

Корреляционная функция накапливается в корреляторе в реальном масштабе времени. В любой момент времени вы можете переписать текущее значение корреляционной функции в компьютер, причем нет необходимости останавливать процесс накопления. С корреляционной функцией, записанной в компьютер, можно производить любые операции по обработке, записи в файл, печати и пр.

Окно **Reading** отображает корреляционную функцию, считанную из коррелятора в компьютер в момент нажатия кнопки **Read**. Для активирования окна **Reading** необходимо открыть меню **View** и выбрать пункт **Reading** или просто нажать кнопку **Read** на панели инструментов.

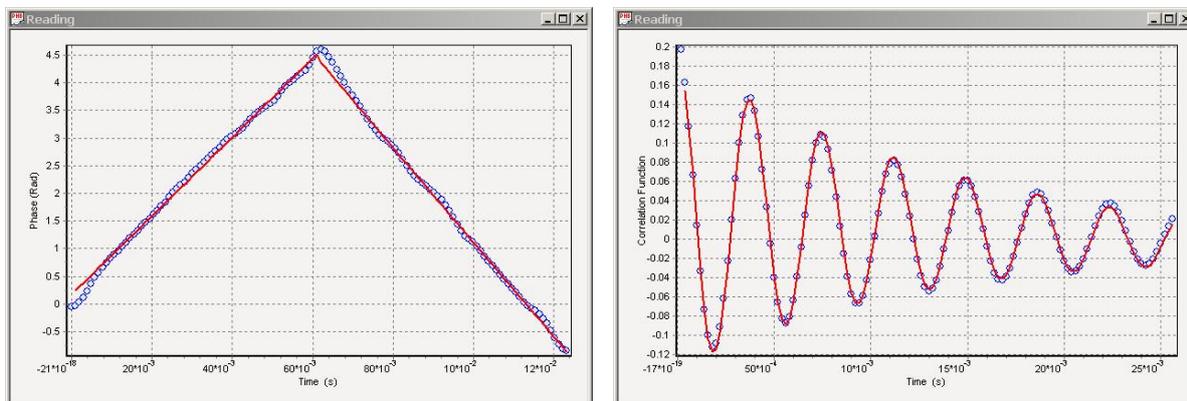
Ниже показаны пример окна **Reading** для логарифмической шкалы времени - multiple-tau (а) и линейной (б) шкалы времени.



а)

б)

В режиме измерения дзета-потенциала окно **Reading** работает аналогично режиму измерения размеров частиц, но результат считывания в зависимости от выбранного режима измерений отображает фазовую (а) или корреляционную функцию (б) доплеровского сигнала.



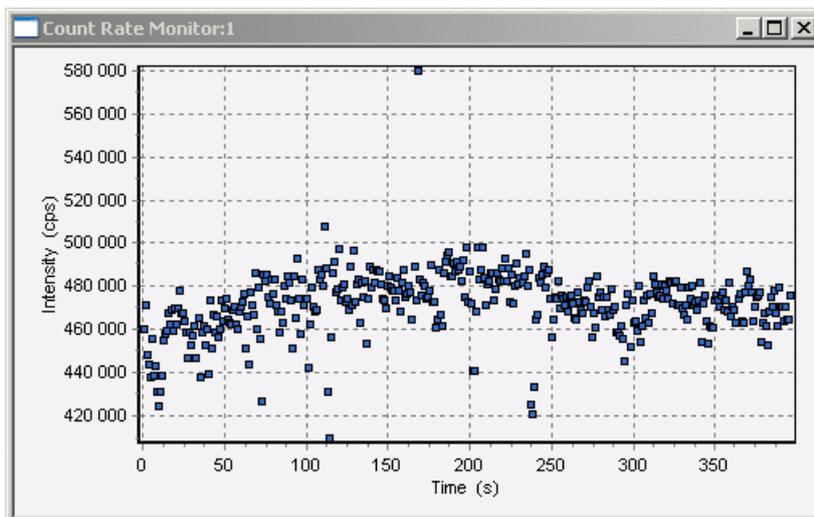
а)

б)

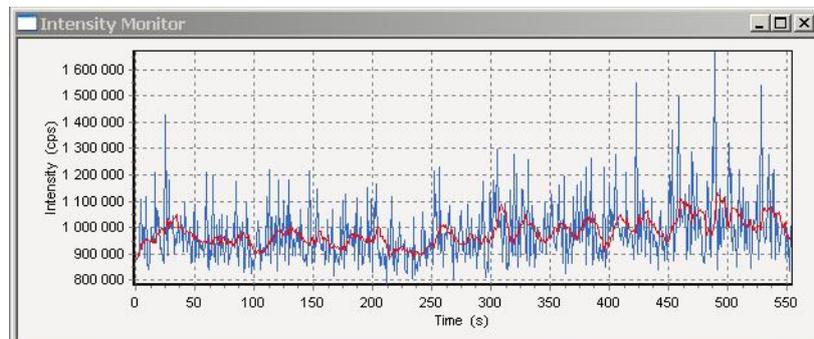
Окно Count Rate Monitor

Окно **Count Rate Monitor** отображает в реальном времени график текущей интенсивности рассеяния. Эта информация может быть записана в файле результатов нажатием на кнопку **Save**. Важно знать, что данные о текущей интенсивности рассеяния в окне будут измеряться только в том случае, если окно **Count Rate Monitor** было открыто до пуска коррелятора кнопкой **Run**.

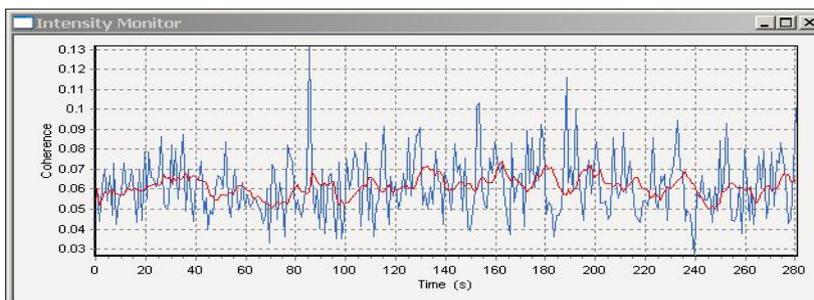
Для активирования окна **Count Rate Monitor** необходимо открыть меню **View** и выбрать пункт **Count Rate Monitor**.



В режиме измерения дзета-потенциала окно **Count Rate Monitor** по выбору пользователя отображает в реальном времени график текущей интенсивности рассеяния (а) или когерентности (фазового контраста) входного сигнала (б).



(а)



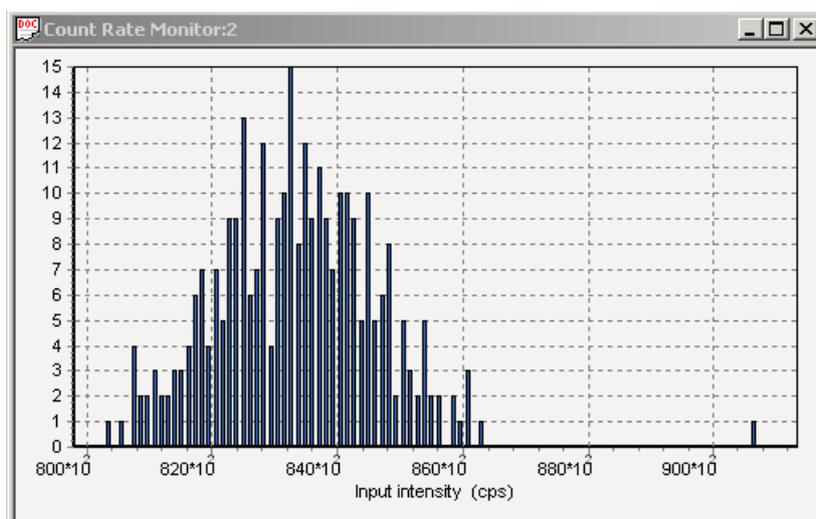
(б)

Окно Count Rate Distribution

Окно **Count Rate Distribution** отображает в реальном времени график текущей дифференциальной плотности вероятности входных сигналов коррелятора, поступающих из системы счета фотона.

Важно знать, что плотность вероятности входных сигналов будет измеряться только в том случае, если окно **Count Rate Monitor** было открыто перед запуском коррелятора. Для активирования окна **Count Rate Distribution** необходимо открыть меню **View** и выбрать пункт **Count Rate Distribution**.

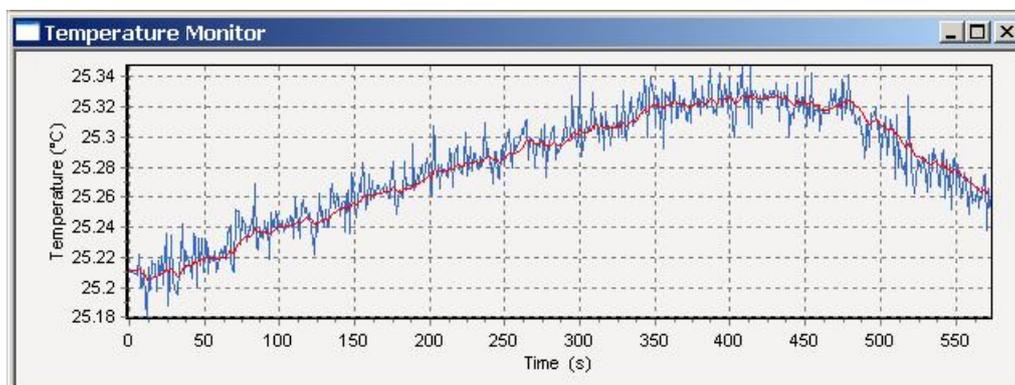
Данные **Count Rate Distribution** могут быть сохранены в общем файле результатов с помощью кнопки **Save** на панели инструментов.



Окно Temperature Monitor

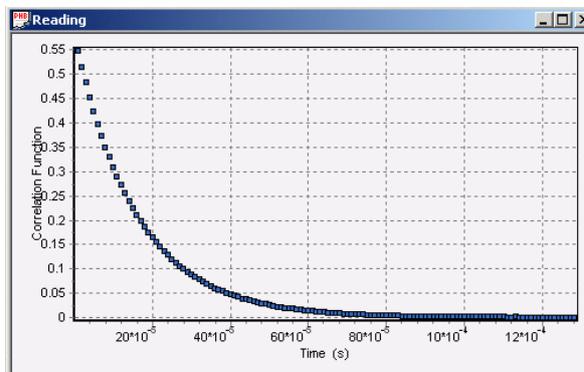
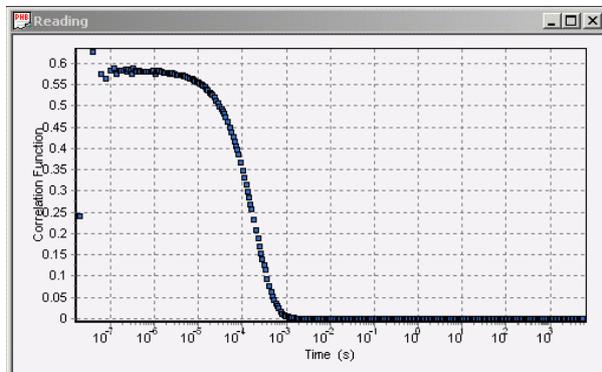
Окно **Temperature Monitor** отображает в реальном времени график текущей температуры термостата образца.

Для активирования окна **Temperature Monitor** необходимо открыть меню **View** и выбрать пункт **Temperature Monitor**.

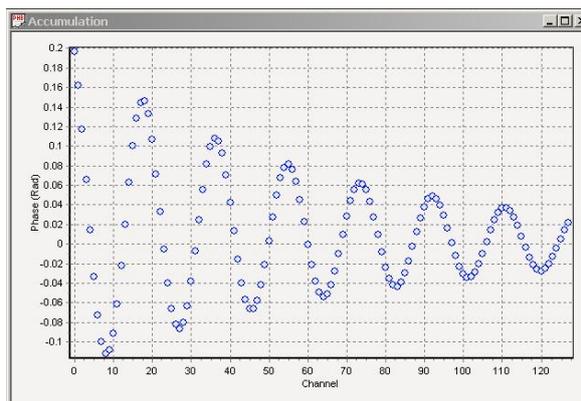
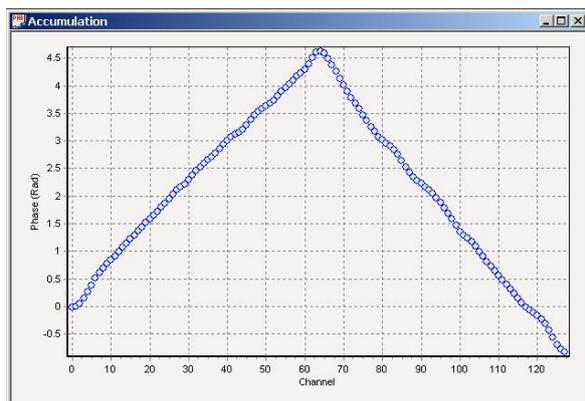


Окно открытия файлов с результатами измерений

Сохраненный файл с результатами измерений может быть открыт в соответствующем окне. Это окно появится на экране после открытия файла с помощью пункта меню **Open** в меню **File** или с помощью кнопки **Open** на панели инструментов. Название окна соответствует имени открытого файла.



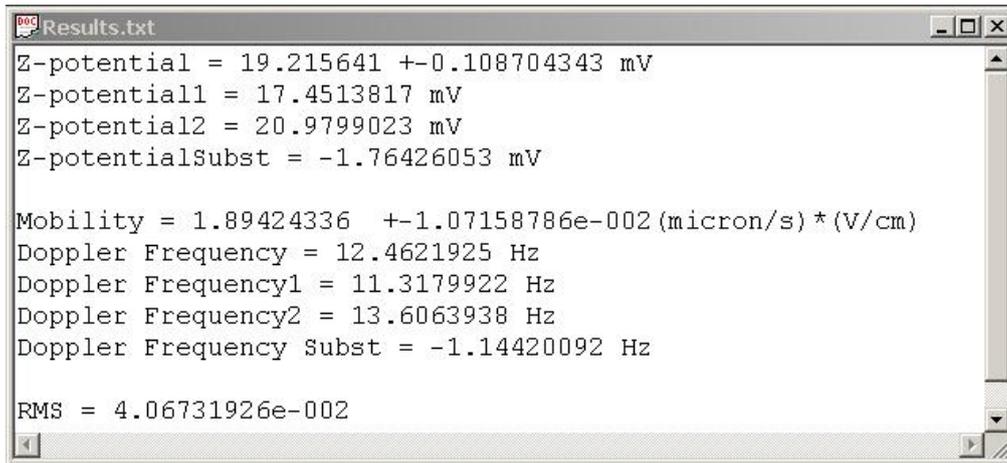
При работе в режиме измерения дзета-потенциала, открытый файл отображает сохраненную фазовую или корреляционную функцию доплеровского сигнала.



Окно результатов измерения Results

Данное окно открывается автоматически после нажатия кнопки **Read** при работе в режиме измерения дзета-потенциала.

Окно результатов измерения **Results** отображает результаты измерения дзета-потенциала и электрофоретической подвижности и погрешности измерения этих величин.



```
Results.txt
Z-potential = 19.215641 +-0.108704343 mV
Z-potential1 = 17.4513817 mV
Z-potential2 = 20.9799023 mV
Z-potentialSubst = -1.76426053 mV

Mobility = 1.89424336 +-1.07158786e-002 (micron/s) *(V/cm)
Doppler Frequency = 12.4621925 Hz
Doppler Frequency1 = 11.3179922 Hz
Doppler Frequency2 = 13.6063938 Hz
Doppler Frequency Subst = -1.14420092 Hz

RMS = 4.06731926e-002
```

Окно Control

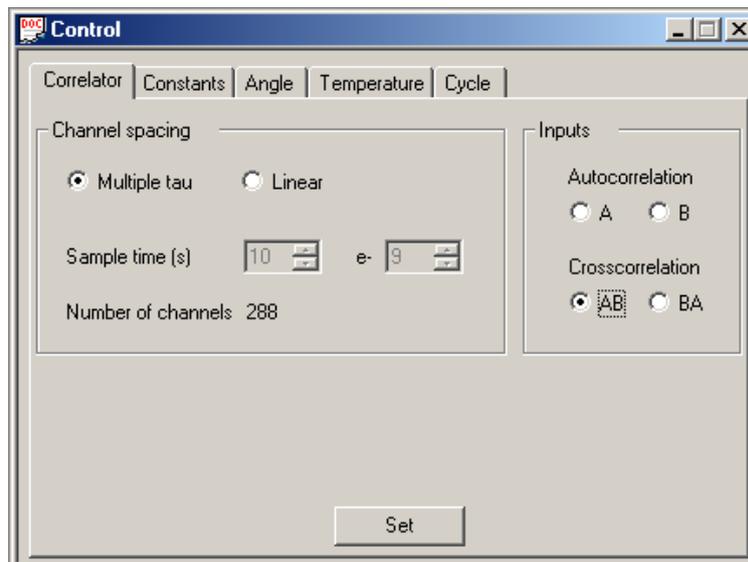
Окно **Control** используется для установки режимов работы анализатора и параметров измерений.

Для активирования окна **Control** необходимо открыть меню **View** и выбрать пункт **Control** или просто нажать кнопку **Control** на панели инструментов.

Вкладка Correlator

Шкала времени:

Переключатель **Channel spacing** служит для переключения типа временной шкалы коррелятора. При установке переключателя в **Linear** значения абсцисс точек корреляционной функции изменяются линейно с номером точки. При установке переключателя в **Multiple tau**, значения абсцисс точек корреляционной функции изменяются логарифмически с номером точки. После любого изменения значений переключателей и строк ввода для того, чтобы эти изменения вступили в силу, необходимо нажать кнопку **Set**.



Установка входов:

Примечание: Данная настройка доступна только для модификации анализатора Complex

Коррелятор имеет два переключаемых входа. Для измерения автокорреляционной функции назначайте вход **A** или **B**, при этом сигнальный кабель от системы счета фотонов должен быть вставлен в соответствующий разъем коррелятора. Для кросскорреляционных измерений с использованием двух систем счета фотонов назначайте входы **AB** или **BA**. Для квази-кросскорреляционных измерений с использованием системы счета фотонов **Photocor-PC2** рекомендуется назначать входы **BA**.

Установка Sample time:

Эти параметры используются для установки времени выборки в режиме линейной шкалы времени коррелятора: в первой строке ввода устанавливается мантисса, во второй - порядок величины **Sample time**.

Любые изменения, сделанные в вкладке **Correlator**, вступят в силу только после нажатия кнопки **Set**.

В режиме измерения дзета-потенциала строка ввода **Sample time** позволяет задать шкалу измерения корреляционной функции доплеровского сигнала.

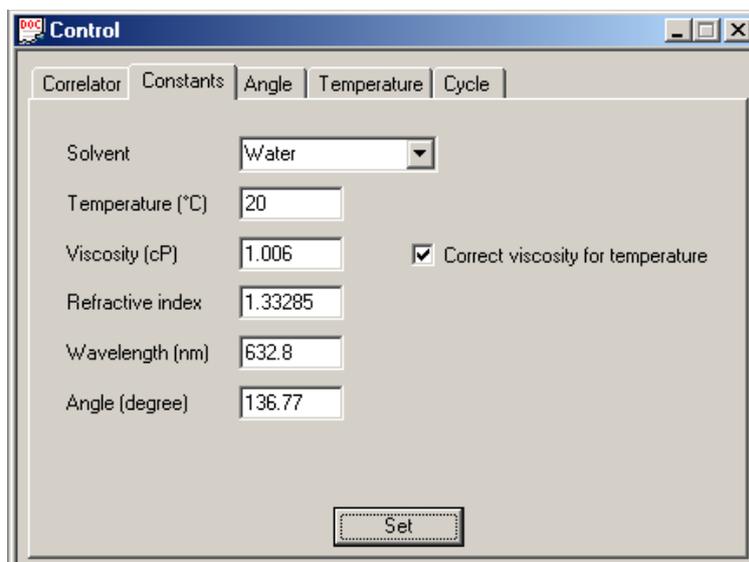
Вкладка Constants

Для того чтобы получить правильный размер частиц необходимо ввести соответствующие значения констант растворителя. В некоторых случаях нужно вводить новые значения угла рассеяния и длины волны лазера.

Строки ввода **Temperature**, **Viscosity**, **Refractive index**, **Wavelength** и **Angle**, служат для ввода, соответственно, значений температуры, вязкости, показателя преломления растворителя, в котором находятся исследуемые частицы, длины волны излучения лазера и угла, под которым наблюдается рассеяние света.

Выпадающий список **Solvent** служит для выбора растворителя из таблицы и для автоматического изменения вязкости и показателя преломления растворителя в соответствии с установленной температурой. Эти данные находятся в текстовом файле с расширением .sps и с именем соответствующего растворителя. Файл должен располагаться в текущей директории там, где расположен исполняемый модуль Photocor.exe. По аналогии пользователь может создавать любые файлы необходимых ему растворителей.

Любые изменения, сделанные на вкладке **Constants**, вступят в силу только после нажатия кнопки **Set**.

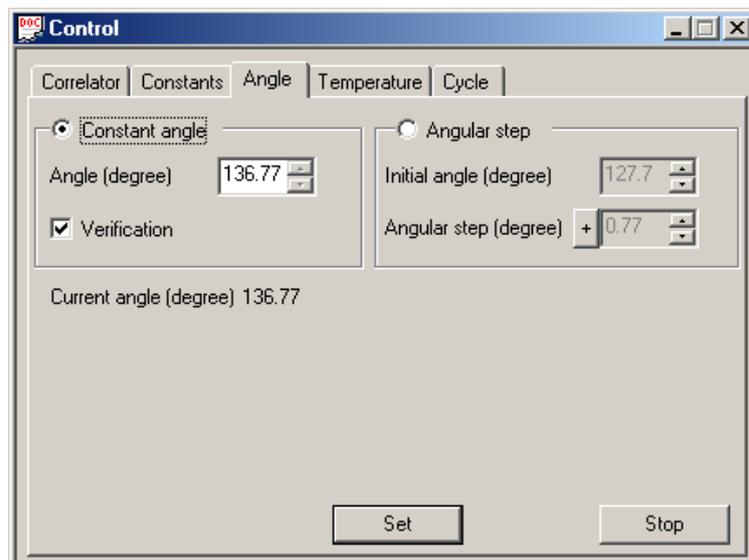


В режиме измерения дзета-потенциала данное окно дополнительно содержит поле **Dielectric Constant** для ввода диэлектрической постоянной растворителя.

Вкладка Angle

Примечание: Данная вкладка доступна только для модификации анализатора Complex

Автоматическое поворотное устройство с шаговым двигателем позволяет программным образом устанавливать угол рассеяния с разрешающей способностью 0.01°.



В программе Photocor есть два режима управления поворотным устройством:

Режим **Constant angle** позволяет записать необходимое значение угла в строке **Angle**. После нажатия кнопки **Set** соответствующий угол будет установлен.

При установке флажка **Verification** поворотное устройство будет производить проверку реперного значения шкалы углов перед каждым изменением угла. Во время процедуры

проверки консоль поворотного устройства вначале будет установлена на 150°. После этого будет установлен заданный угол. Рекомендуется использовать процедуру проверки лишь изредка, например, в случае, если угол рассеяния был изменен вручную с помощью имеющейся ручки червячного редуктора. В этом случае шкала углов будет смещена относительно реперного значения, и угол рассеяния будет устанавливаться программой с ошибкой. После выполнения процедуры проверки снимите флажок **Verification**.

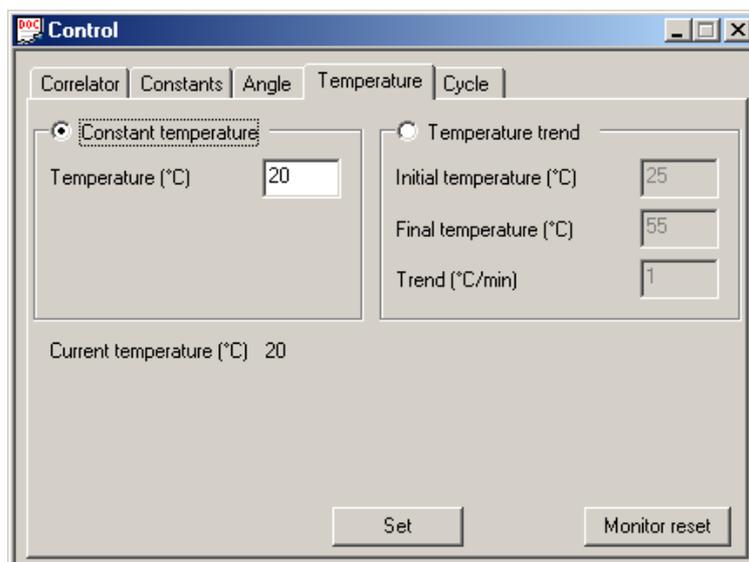
Режим **Angular step** позволяет записать начальное значение угла в строке **Angle** и шаг угла в строке **Angular step**. При каждом нажатии кнопки **Set** поворотное устройство будет изменять угол от начального угла в сторону увеличения на значение заданное в строке **Angular step** (если требуется уменьшить угол, используйте знак “-” перед соответствующим числом).

Текущее значение угла показывается в реальном времени в окне **Current angle**.

Для прерывания процедуры установки угла необходимо нажать кнопку **Stop**.

Вкладка Temperature

Вкладка **Temperature** позволяет управлять температурой термостата образца.



В программе Photocog есть два режима управления температурой:

Режим **Constant temperature** позволяет записать желаемую температуру в строке **Temperature**. После нажатия кнопки **Set** терморегулятор начнет процесс установки заданной температуры. После достижения заданной температуры терморегулятор будет поддерживать данную температуру с погрешностью 0.1°C.

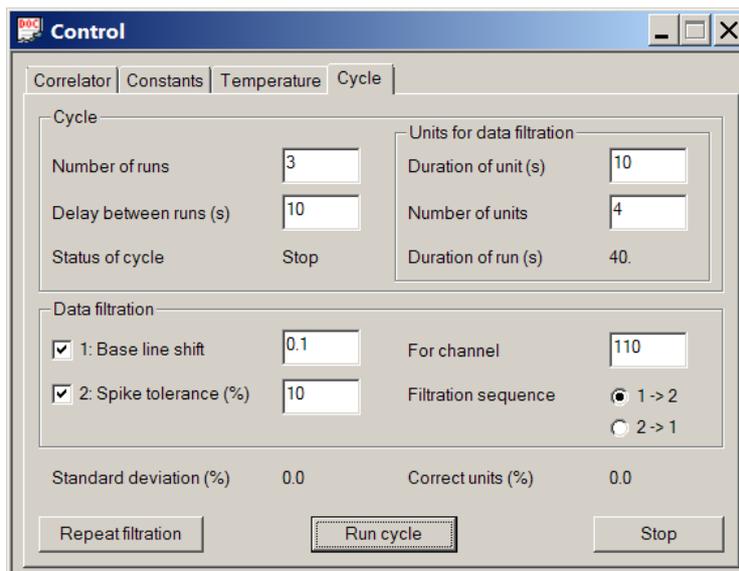
Режим **Temperature trend** позволяет задать температурный ход в диапазоне от начального значения температуры (строка **Initial temperature**) до конечного значения температуры (строка **Final temperature**) с заданным ходом (строка **Trend**).

Операция установки температуры начнется сразу после нажатия кнопки **Set**. Кроме того после нажатия кнопки **Set** откроется окно **Temperature monitor**, в котором можно наблюдать в реальном времени процесс установки и поддержания заданной температуры. Чтобы очистить окно **Temperature monitor** и перезапустить процесс мониторинга температуры, необходимо нажать кнопку **Monitor reset**.

Текущая температура в реальном времени отображается в строке **Current temperature** и в графическом виде в окне **Temperature monitor**. Если график текущей температуры от времени не требуется, можно просто закрыть окно **Temperature monitor**.

Вкладка Cycle

Вкладка **Cycle** позволяет запрограммировать и запустить простой цикл измерений (без использования, имеющегося в программе макроязыка). В поле **Number of runs** задается желаемое число измерений. Время ожидания после каждого измерения задается в поле **Delay between runs**. Длительность каждого измерения вводится в поле **Units for data filtration**.



Имеется два способа задания продолжительности каждого измерения:

1. Можно просто задать желаемую продолжительность измерения в поле **Duration of unit** и ввести 1 в поле **Number of units**. В этом случае продолжительность измерения будет равна значению, установленному в поле **Duration of unit**. В этом случае режим фильтрации данных будет невозможен.
2. Желаемая продолжительность измерения может быть разделена на много коротких интервалов. Длительность такого короткого интервала устанавливается в поле **Duration of unit** (например, 2 с). Число интервалов, соответствующее выбранному общему времени измерения (например, 50, если было выбрано общее время измерения 100 с), устанавливается в поле **Number of units**.

Полученный в результате измерений массив корреляционных функций может быть проанализирован с помощью процедуры **Data filtration**. Данная процедура позволяет исключить "плохие" элементы в суммарной корреляционной функции, которая используется в дальнейшем при обработке. Процедура фильтрации данных основана на хорошо известной зависимости величины интегральной интенсивности рассеяния от размера рассеивающих частиц. При небольшой концентрации больших частиц (например, пыли при недостаточно тщательной подготовке образца) появление такой частицы в рассеивающем объеме приводит к заметному возрастанию интенсивности рассеяния. Соответственно, такая "плохая" частичная корреляционная функция может быть промаркирована и исключена при дальнейшем суммировании частичных корреляционных функций. Порог для отсека "плохих"

корреляционных функций назначается в поле **Baseline shift** и **Spike tolerance**. Значение **Baseline shift** оценивается для заданной точки корреляционной функции в поле **For channel**. Фильтрация данных может проводиться только по одному параметру (**Baseline shift** или **Spike tolerance**) или по обоим параметрам. В последнем случае возможно назначение последовательности фильтрации переключателем **Filtration sequence**. Правильность процедуры фильтрации данных может быть оценена с помощью числа "правильных" частичных корреляционных функций (**Correct units**) и величины среднего квадратичного отклонения (**Standard deviation**). Процедура фильтрации данных может быть повторена необходимое число раз для различных величин порога **Baseline shift** и **Spike tolerance**, например, для выбора оптимального значения порога для конкретного исследуемого образца

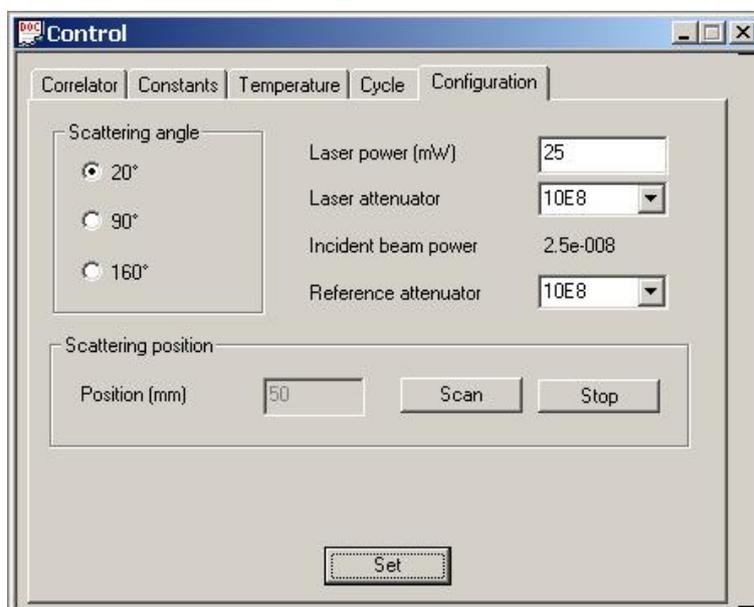
Вкладка Configuration - режим измерения размера частиц

Примечание: Данная вкладка доступна только для модификаций анализатора Compact и Compact-Z

Вкладка Configuration позволяет выбрать угол рассеяния, мощность падающего луча и положение рассеивающего объема под углом рассеяния 160° (в режиме обратного рассеяния).

Выбор угла рассеяния (Scattering angle)

Измерение размера частиц возможно под одним из 3 углов: 20°, 90°, 160°. Для рутинных измерений следует устанавливать угол 90°. Углы 20° и 160° используются при измерении очень малых частиц и малых концентраций. Режим обратного рассеяния под углом 160° полезен при исследовании высококонцентрированных систем, характеризующихся большим поглощением света или в условиях многократного рассеяния.



Регулировка мощности падающего луча. Предусмотрены два способа настройки:

- Строка Laser power позволяет установить исходную мощность излучения лазера в мВт.

- Строка Laser attenuator позволяет уменьшать мощность лазерного луча с помощью дискретного ослабителя мощности, управляемого шаговым мотором.

Полученная мощность падающего луча показывается в строке Incident beam power.

Выбор положения рассеивающего объема (Scattering position).

Оптимальное положение рассеивающего объема для определенного образца может быть найдено с помощью процедуры сканирования. Процедура сканирования запускается нажатием на кнопку Scan. При необходимости эта процедура может быть остановлена нажатием на кнопку Stop. Требуемое положение рассеивающего объема может быть задано в окне Position. Эта установка будет выполнена после нажатия на кнопку Set.

Вкладка Configuration - режим измерения дзета-потенциала

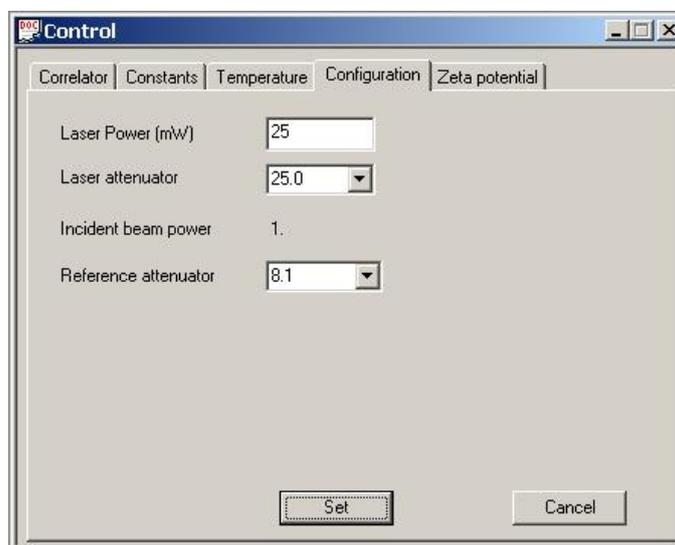
Примечание: Данная вкладка доступна только для модификации анализатора Compact-Z

В режиме измерения дзета-потенциала по умолчанию устанавливается угол рассеяния 20°

Регулировка мощности падающего луча. Предусмотрены два способа настройки:

- Строка Laser power позволяет установить исходную мощность излучения лазера в мВт.
- Строка Laser attenuator позволяет уменьшать мощность лазерного луча с помощью дискретного ослабителя мощности, управляемого шаговым мотором.

Полученная мощность падающего луча показывается в строке Incident beam power.

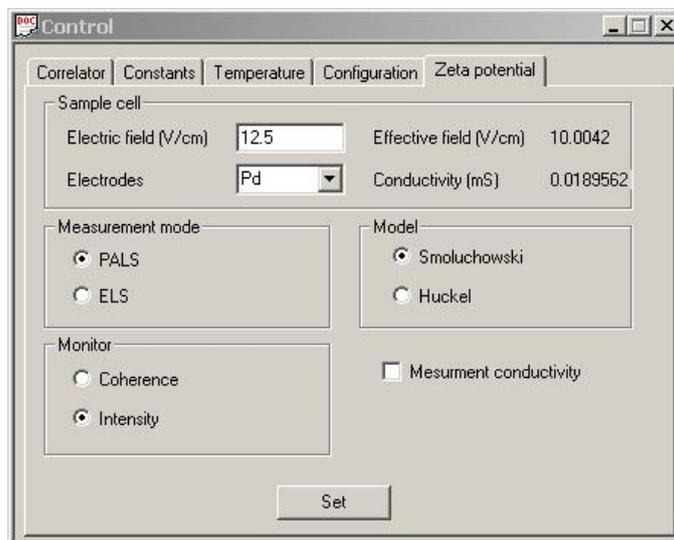


Мощность опорного луча регулируется с помощью дискретного ослабителя мощности Reference attenuator, который управляется шаговым мотором.

Вкладка Zeta Potential

Примечание: Данная вкладка доступна только для модификации анализатора Compact-Z

Вкладка Zeta Potential служит для установки параметров измерения электрофоретической подвижности и дзета-потенциала частиц.



В рамке Sample cell можно установить величину электрического поля на электродах, погруженных в измерительную кювету. Тип электродной вставки выбирается в строке Electrodes. Требуемая величина поля записывается в строке Electric field. Эффективная величина поля с учетом измеренной поправки на поляризуемость электродов показывается в строке Effective field. Данная поправка вводится после специального предварительного измерения проводимости образца. Такое измерение активируется в строке Measurement conductivity. Текущая проводимость на постоянном токе показывается в строке Conductivity.

Режим измерения электрофоретической подвижности назначается в рамке Measurement mode. Возможна работа в одном из двух режимов:

- PALS (Phase analysis light scattering) – измерение фазовой функции доплеровского сигнала. Этот режим используется в подавляющем большинстве случаев.
- ELS (Electrophoretic light scattering) – измерение автокорреляционной функции доплеровского сигнала.

В рамке Model можно выбрать требуемую теоретическую модель: Смолуховского или Дебая-Хюккеля.

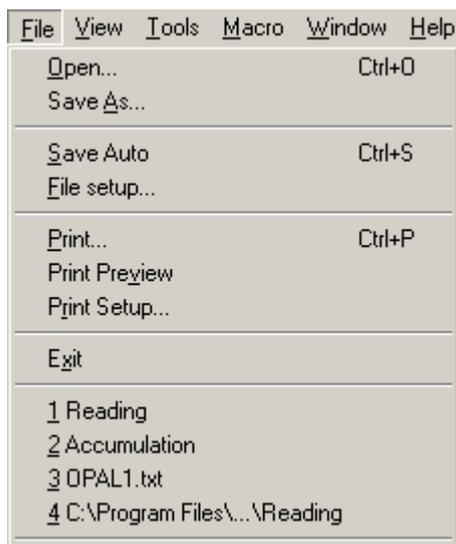
В рамке Monitor выбирается желаемый режим работы монитора интенсивности. В нем может показываться в реальном времени интенсивность рассеянного света или величина когерентности доплеровского сигнала (для режима PALS).

Описание пунктов меню программы

Панель меню программы Photocor



Меню File



Open

Открывает существующий файл. Используйте эту команду, чтобы повторно открыть и обработать ранее сохраненный файл с результатами измерений.

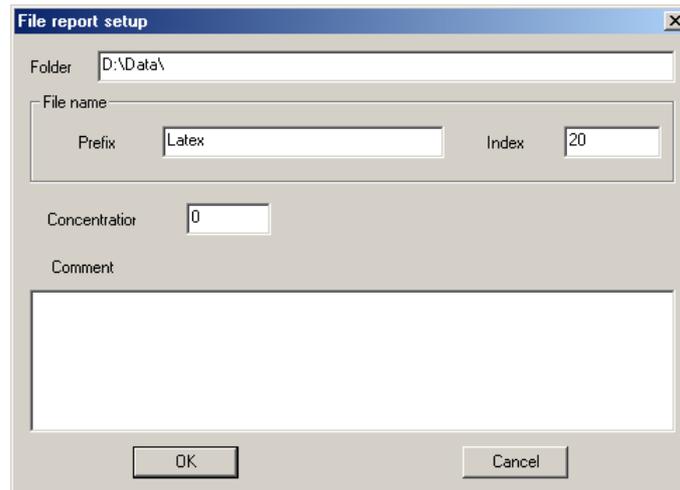
Save As

Сохраняет текущий файл с заданным именем файла.

Save Auto

Сохраняет файл с автоиндексацией. Параметры устанавливаются в окне **File report setup**.

File setup



The image shows a dialog box titled "File report setup". It has a "Folder" field with the text "D:\Data\". Below it is a "File name" section containing two fields: "Prefix" with the text "Latex" and "Index" with the text "20". There is also a "Concentration" field with the text "0" and a larger empty "Comment" text area. At the bottom of the dialog are two buttons: "OK" and "Cancel".

Программа Photocor позволяет присваивать имена файлов автоматически. Чтобы настроить режим автоиндексации, выполните следующие шаги:

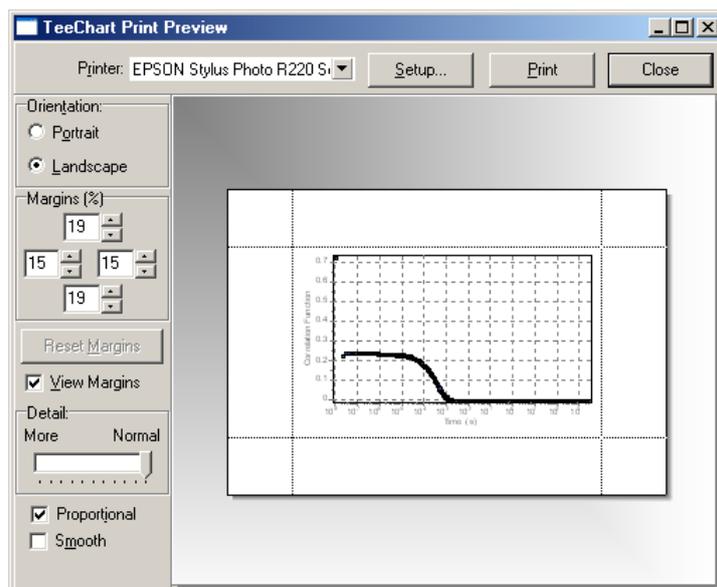
1. Откройте меню **File** и нажмите пункт **File setup**. Появится окно **File report setup**.
2. Укажите желаемое имя файла в строке **Prefix**. Далее укажите начальный индекс в строке **Index**. При каждом сохранении файла индекс будет увеличиваться. Имена сохраняемых файлов будут состоять из значений префикса и индекса.
3. Папка для сохранения файлов задается в строке **Folder**.
4. Нажмите **OK**.

После того, как все параметры автоиндексации были заданы, для сохранения файла с результатами измерений необходимо открыть меню **File** и нажать пункт **Save Auto** или просто нажать кнопку **Save** на панели инструментов.

Print

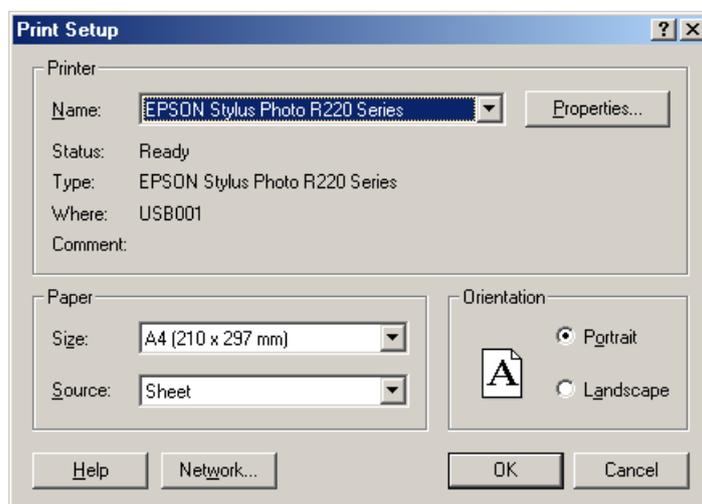
Команда **Print** выводит на печать содержимое текущего окна.

Print Preview



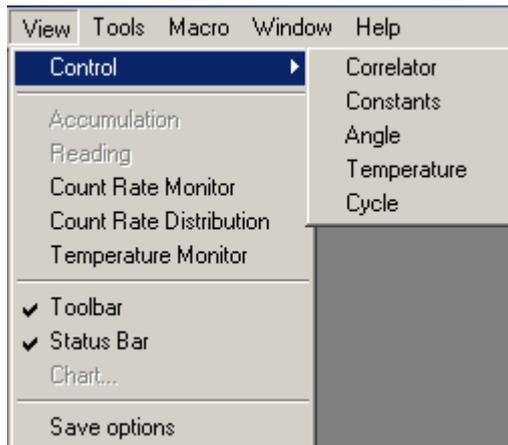
Выполнив все необходимые установки, перед распечатыванием просмотрите расположение данных на странице. Для этого откройте меню **File** и выберите пункт **Print Preview**. Ваш протокол отобразится на экране в таком виде, в каком он будет выглядеть на бумаге. Чтобы вывести документ на печать нажмите кнопку **Print**.

Print Setup



Перед распечатыванием листа убедитесь, что параметры страницы выбраны правильно. Для этого откройте меню **File** и выберите пункт **Print setup**. Появится соответствующее диалоговое окно.

Меню View



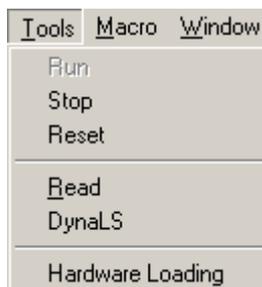
Control

Открывает соответствующую вкладку окна **Control**.

Accumulation, Reading, Count Rate Monitor, Count Rate Distribution, Temperature Monitor

Перечисленные команды активируют соответствующее окно.

Меню Tools



Run - запускает процесс измерения в ручном режиме.

Stop - останавливает процесс измерения.

Reset - выполняет аппаратный сброс коррелятора, т.е. устанавливает нулевые значения во всех каналах коррелятора. Таким образом, коррелятор подготавливается для нового измерения. Если информация, накопленная в корреляторе, не была предварительно сохранена, при нажатии кнопки **Reset** она будет необратимо потеряна.

Read - считывает текущее значение корреляционной функции в компьютер. Эта корреляционная функция может быть обработана, сохранена и пр. Процедура считывания корреляционной функции в компьютер не приводит к нарушению процесса накопления

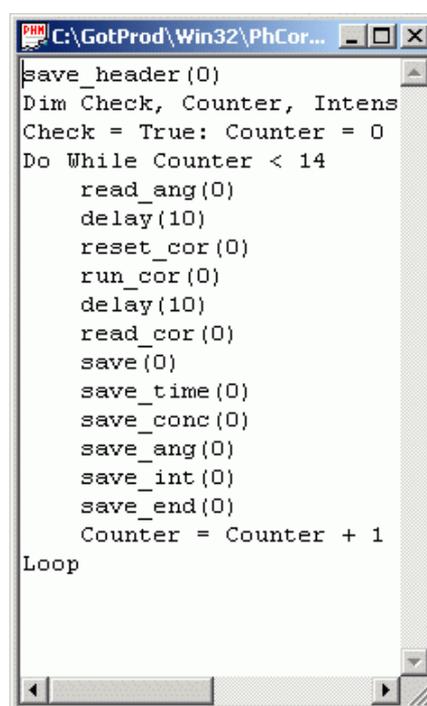
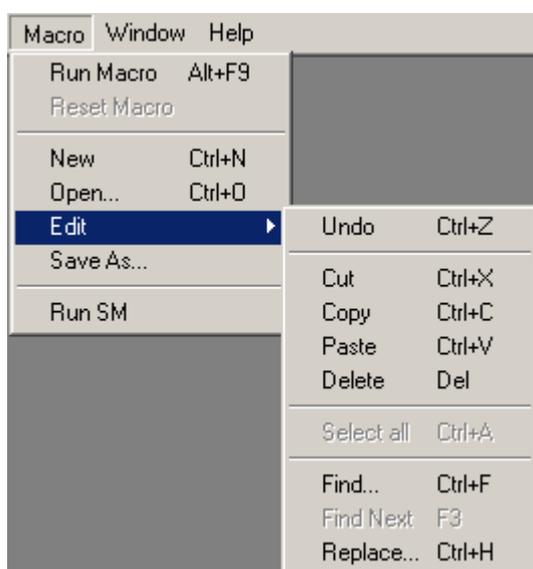
корреляционной функции. Поэтому возможно многократное считывание корреляционной функции без остановки процесса накопления.

DynaLS - производит экспорт измеренной корреляционной функции в программу обработки данных DynaLS.

Меню Macro

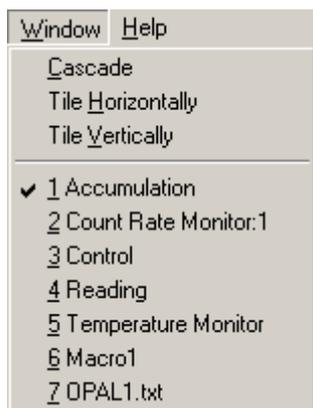
Программное обеспечение Photocor поддерживает язык Microsoft Visual Basic Scripting. С помощью этого языка Вы можете полностью автоматизировать процесс измерений. Примеры макропрограмм можно найти в папке Macro, которая находится в каталоге основного приложения.

(как правило: C:\Program Files\Photocor\Macro)



Макрофункции из меню **Macro** позволяют создавать, сохранять, и выполнять макропрограммы. Макропрограмма содержит команды языка управления коррелятором, которые задают желаемую последовательность работы коррелятора. Все операции по управлению коррелятором, которые доступны пользователю в ручном режиме, могут быть выполнены в последовательности команд макропрограммы.

Меню Window



Cascade

Располагает окна в перекрывающемся стиле.

Tile Horizontally, Tile Vertically

Располагает окна в неперекрывающемся стиле.

1, 2, 3, ...

Переход к соответствующему окну.

Меню Help



Help Topics

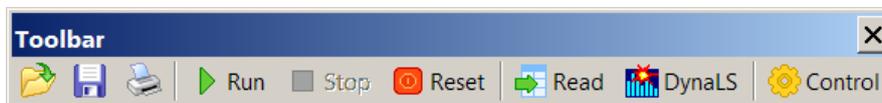
Выводит на экран файл помощи.

About Photocor

Выводит на экран номер версии программы.

Панель инструментов Photocor

Панель инструментов располагается в основном окне программы Photocor. Эти кнопки дублируют вызовы некоторых функций меню для повышения оперативности и удобства работы с программой. Чтобы выполнить требуемую операцию или выбрать какую-то опцию, просто нажмите необходимую кнопку.

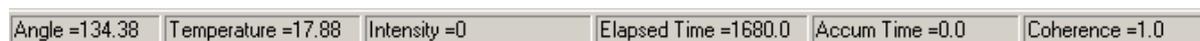


Практически все кнопки соответствуют вышеописанным пунктам меню программы. Исключение составляет кнопка **Save**, которая в данном случае соответствует пункту **Save Auto** в меню **File**.

Control - активирует окно **Control**.

Статусная строка Photocor

Статусная строка программы Photocor расположена в нижней части основного окна программы. Статусная строка содержит шесть индикаторов.



Angle – отображает угол рассеяния, при котором происходят измерения;

Temperature – отображает текущую температуру;

Intensity – отображает текущую среднюю интенсивность за время накопления;

Elapsed Time - отображает общее время, прошедшее с начала измерения;

Accumulation Time - отображает эффективное время текущего измерения;

Coherence - отображает значение когерентности корреляционной функции в режиме измерения размеров частиц. В режиме измерения дзета-потенциала в данной строке отображается значение фазового контраста.

Макрофункции

Макрофункции программы Photocor

Подсказка: Каждая функция должна заканчиваться переменной, заключенной в круглые скобки. Исключением является ряд функций, которые не имеют переменной – они должны заканчиваться нулем, заключенным в круглые скобки: (0).

Остальные функции в качестве переменной используют либо целые числа – эти переменные обозначены буквой N либо действительные числа – они обозначены буквой R. В некоторых случаях переменные N и R ограничены определенным диапазоном.

Основные функции управления процессом измерения

run_cor(0)

запускает процесс накопления корреляционной функции в корреляторе (после выполнения команды активируется окно **Accumulation**)

read_cor(0)

читает корреляционную функцию из коррелятора в память компьютера (после выполнения команды активируется окно **Reading**)

Stop_cor(0)

останавливает процесс накопления корреляционной функции (после выполнения команды активируется окно **Accumulation**)

reset_cor(0)

выполняет аппаратный сброс коррелятора (после выполнения команды активируется окно **Accumulation**)

delay(N)

задержка N секунд. Если N=-1 функция дожидается окончания команды run_cycle(0)

update(0)

обновляет данные на вкладке **Constants** в окне **Control**

* **run_cycle(0)**

запускает цикл с параметрами заданными на вкладке **Cycle** окна **Control**. После этого выполняет **Data filtration**, а затем сохраняет результат в виде стандартного файла протокола измерений с расширением .txt и с именем, которое определено в окне **File report setup** и индексом, заданным в поле **Index**.

После выполнения этой команды значение индекса файла в поле **Index** в окне **File report setup** увеличивается на 1

Функции установки параметров коррелятора

- * **set_spacing(N)**
если параметр **N** принимает значение **0** то устанавливает режим линейного коррелятора, если значение **1** то режим **Multiple tau**

- * **get_st(0)**
возвращает текущее значение **Sample time**

пример использования:

```
set_spacing(0)
```

```
a=get_st(0)
```

```
MsgBox "Sample time: " & a
```

- * **set_stm(N)**
устанавливает значение мантиссы **Sample time** в соответствующем поле на вкладке **Correlator** в окне **Control**.

Предварительно необходимо перевести коррелятор в линейный режим работы.

Диапазон допустимых значений N: от 1 до 99

- * **set_ste(N)**
устанавливает значение порядка **Sample time** в соответствующем поле на вкладке **Correlator** в окне **Control**.

Предварительно необходимо перевести коррелятор в линейный режим работы.

Диапазон допустимых значений N: от -9 до -1

read_st(0)

считывает SetTime.txt файл из папки, где расположен исполняемый файл Photocor.exe. При каждом вызове этой команды из файла SetTime.txt считывается очередная строка, затем ее значение устанавливается в соответствующих полях **Sample time** на вкладке **Correlator** в окне **Control**.

пример использования: файл Macro\st1.phm

Считать произвольную строку из файла SetTime.txt с помощью этой команды нельзя.

Предварительно необходимо перевести коррелятор в линейный режим работы.

Функции управления поворотным устройством

*

set_angle(R)

устанавливает заданный угол на поворотном устройстве

wset_angle(N)

в течении **N** секунд будет производиться проверка окончания процедуры установки угла. Как только будет получен ответ, о том, что угол установлен, произойдет переход (не дожидаясь истечения заданных **N** секунд) к следующей строке макропрограммы

read_ang(0)

читает файл Setangle.txt из папки где расположен исполняемый файл Photocor.exe. При каждом вызове этой команды из файла Setangle.txt считывается очередная строка, затем ее значение устанавливается в поле **Angle** на вкладке **Angle** в окне **Control**. Затем заданный угол устанавливается на поворотном устройстве

пример использования: файл Macro\Indik1.phm

Считать произвольную строку из файла Setangle.txt с помощью этой команды нельзя.

Функции управления терморегулятором

set_temp(R)

устанавливает заданную температуру в поле **Temperature** на вкладке **Temperature** в окне **Control** и запускает процесс терморегулирования для достижения заданной температуры

read_tx(0)

читает файл SetTemperature.txt из папки где расположен исполняемый файл Photocor.exe. При каждом вызове этой команды из файла SetTemperature.txt считывается очередная строка, затем ее значение устанавливается в поле **Temperature** на вкладке **Temperature** в окне **Control**. Затем запускается процесс терморегулирования для достижения заданной температуры

пример использования: файл Macro\termo1.phm

Считать произвольную строку из файла SetTemperature.txt с помощью этой команды нельзя.

Основные функции для работы с файлом протокола измерений

open_win_file_conf(0)

открывает окно **File report setup**

set_file_index(N)

задает значение индекса файла в поле **Index** в окне **File report setup**.

Обратите внимание, индекс файла при сохранении на жесткий диск компьютера переводится в пятизначный формат, т.е. если Вы задали 1 в качестве индекса для файла с именем Test, то сохраненный файл на диске будет иметь следующее имя: Test00001.txt

save(0)

сохраняет стандартный файл протокола измерений с расширением .txt. Имя и индекс файла задаются в соответствующих полях в окне **File report setup**.

После выполнения этой команды значение индекса файла в поле **Index** в окне **File report setup** увеличивается на 1.

Обратите внимание, что для успешного сохранения данных в файл необходимо предварительно произвести считывание корреляционной функции в компьютер с помощью команды: **read_cor(0)**

Дополнительные функции для работы с файлом протокола измерений

Данные функции позволяют создать файл протокола, в который будут заноситься лишь выборочные данные

save_header(0)

Создает файл с расширением .pcs и с именем, которое определено в окне **File report setup**. При этом индекс, заданный в соответствующем поле в окне **File report setup** игнорируется – в качестве индекса в файлах .pcs всегда используется 000. Назначить выборочный индекс для .pcs файлов нельзя.

Обратите внимание – эта команда является обязательной для использования нижеприведенных команд.

save_time(0)

выводит в файл с расширением .pcs поле, содержащее системное время, когда последний раз была считана корреляционная функция из коррелятора в память компьютера

save_temp(0)

выводит в файл с расширением .pcs поле, содержащее последнюю прочитанную из терморегулятора температуру, если регулятор включен, либо значение температуры из

строки **Temperature** вкладки **Constants** окна **Control**. Если используется многоканальный регулятор температуры, то выводит в файл последовательно значение температуры во всех включенных каналах

save_int(0)

выводит в файл с расширением .pcs поле, содержащее текущую измеренную интенсивность и поле, содержащее текущую когерентность. Если выбраны оба входа **AB** или **BA**, то выводится сумма интенсивностей по обоим каналам

save_coherence(0)

выводит в файл с расширением .pcs значение текущей когерентности

save_conc(0)

выводит в файл с расширением .pcs значение поля **Concentration** в окне **File report setup**

save_phd(0)

выводит в файл с расширением .pcs значение содержащее поле монитора интенсивности (если он подключен)

save_ang(0)

выводит в файл с расширением .pcs значение угла из поля **Angle** вкладки **Angle** окна **Control**

save_end(0)

выводит в файл с расширением .pcs символ конца строки. Используется для форматирования .pcs файла

* - функция не работает, если окно **Control** закрыто

Дополнительные возможности

Введение в программу новых растворителей

Для повышения удобства работы в программе имеется ряд файлов, содержащих таблицы значений вязкости и показателя преломления широко распространенных растворителей для некоторых значений температуры. Программа позволяет интерполировать имеющиеся в таблице данные с тем, чтобы найти требуемые значения вязкости и показателя преломления для любой температуры, установленной в программе. Если в программе отсутствуют данные для используемого вами растворителя, вы можете самостоятельно создать требуемый файл. Расширение файла должно быть .cns, и файл должен быть помещен в папку программы Photocog. Это должен быть обычный текстовый файл, который можно создать с помощью любого текстового редактора.

Пример такого файла приведен ниже (это файл для толуола: toluene.cns):

```
nD=1.4969 dn/dT=-5.67e-4 dn/dl=0.0
  T      eta
-20.0   0.989
-10.0   0.863
  0.0   0.770
 10.0   0.667
 20.0   0.584
 30.0   0.517
 40.0   0.469
 60.0   0.381
 80.0   0.318
100.0   0.269
```

В первой строке записаны следующие значения:

n_D - значение показателя преломления растворителя для длины волны D-линии (589 нм) при 20 °C.

dn/dT - температурный коэффициент показателя преломления (1/°C).

dn/dl - декремент показателя преломления от длины волны (1/Å)..

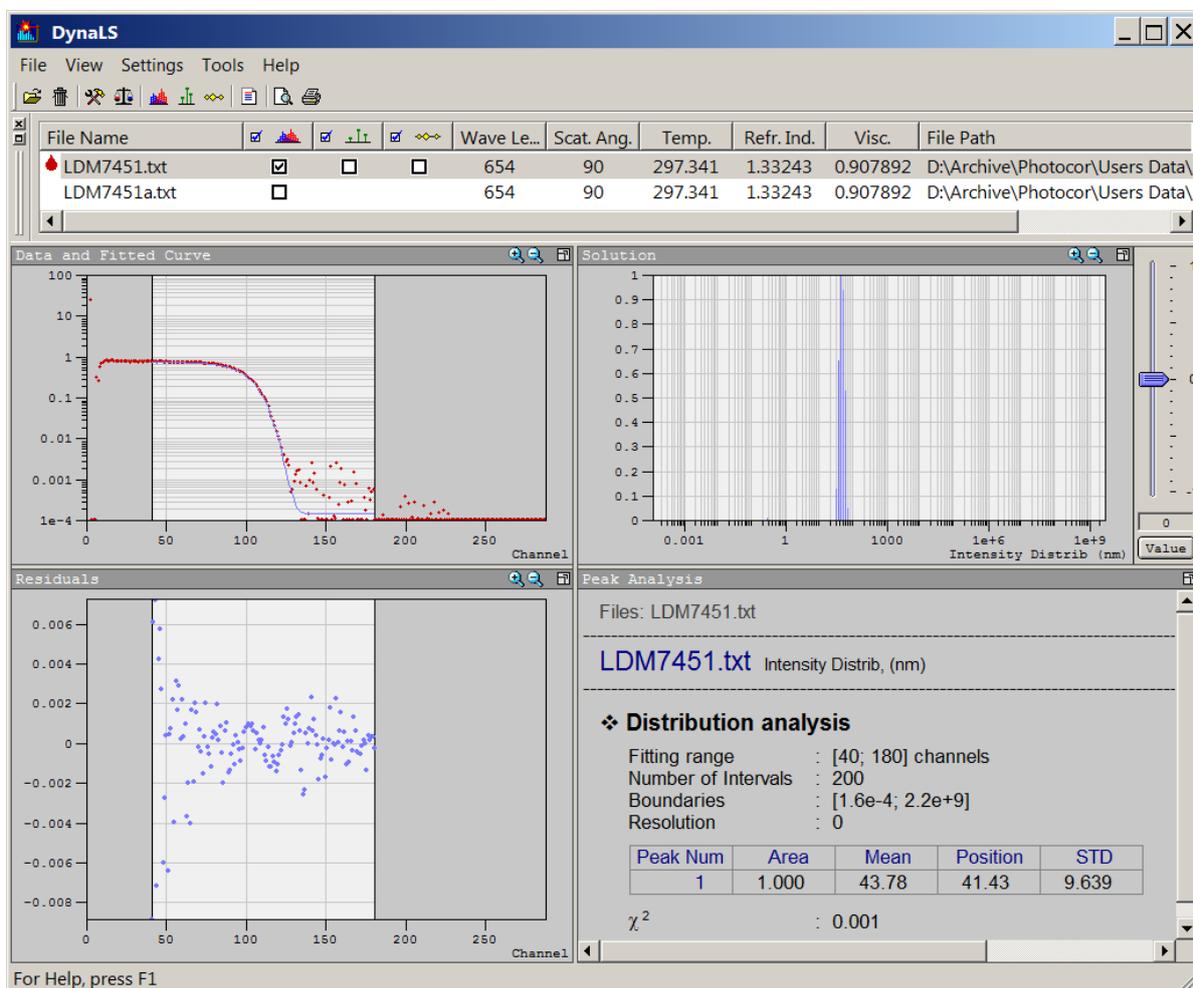
В последующих строках таблицы записаны значения вязкости для соответствующей температуры, где T - температура в °C и η - вязкость в cP. Значения вязкости должны быть упорядочены в соответствии с ростом температуры. Имя файла будет включено в список **Solvent**.

Программа обработки данных DynaLS

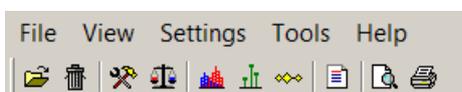
Программа DynaLS (сокращенно от Dynamic Light Scattering) выполняет обработку экспериментальных данных, полученных методом динамического рассеяния света. Обработка возможна тремя различными методами:

1. Метод регуляризации
2. Метод прямой аппроксимации суммой экспонент
3. Метод кумулянтов

Основные окна программы



Меню и панель инструментов



Кнопки методов обработки

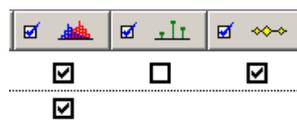


Окно менеджера файлов

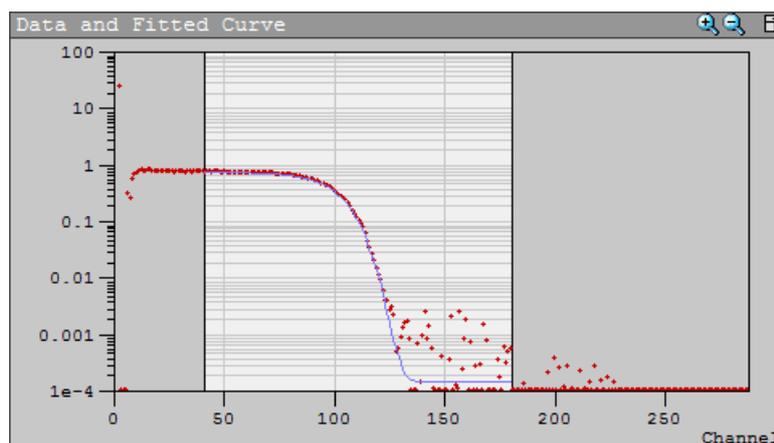
File Name				Wave Le...	Scat. Ang.	Temp.	Refr. Ind.	Visc.	File Path
LDM7451.txt	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	654	90	297.341	1.33243	0.907892	D:\Archive\Photocor\Users Data\
LDM7451a.txt	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	654	90	297.341	1.33243	0.907892	D:\Archive\Photocor\Users Data\

Менеджер файлов отображает список загруженных файлов с экспериментальными данными и основную информацию о физических параметрах, при которых проводились измерения. Вы можете загружать и удалять файлы из этого списка. При этом сами файлы не удаляются с диска компьютера.

Пользователь может выделить сразу несколько файлов для их одновременной обработки различными методами (метод регуляризации, метод дискретных компонент и метод кумулянтов). Управлять отображением (включать или отключать) результатов для каждого метода обработки можно с помощью установки флажков () в соответствующих столбцах, расположенных после имени файла:



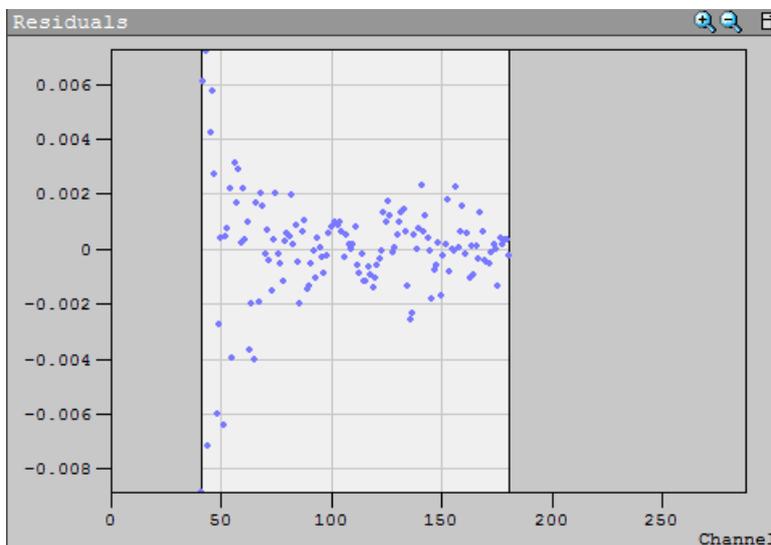
Окно Data and Fitted Curve (Исходные данные и результаты обработки)



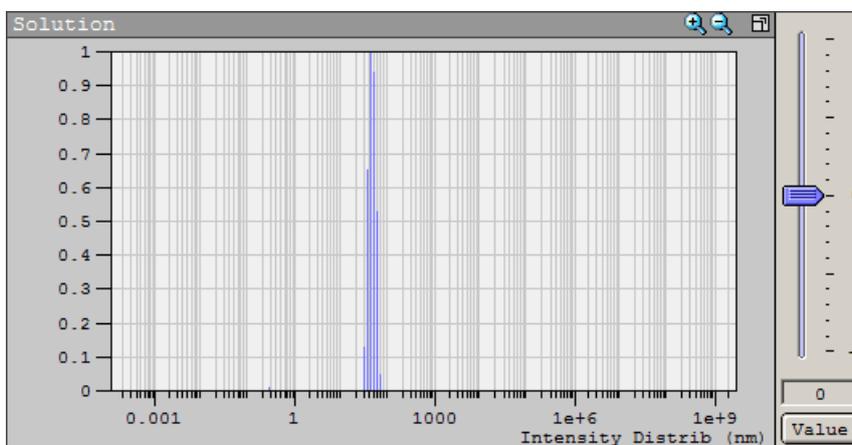
В данном окне представлены исходные (экспериментальные) данные, полученные при измерении, и результаты обработки различными методами, которые отображаются соответствующими цветами (красный, зеленый или желтый) после окончания процесса обработки.

Окно Residuals (Остатки)

Остатками или невязкой называют разницу между экспериментальными точками и соответствующими значениями модельной функции, на которую обработаны эти точки. Данный график позволяет оценить точность обработки и адекватность выбранной модели.

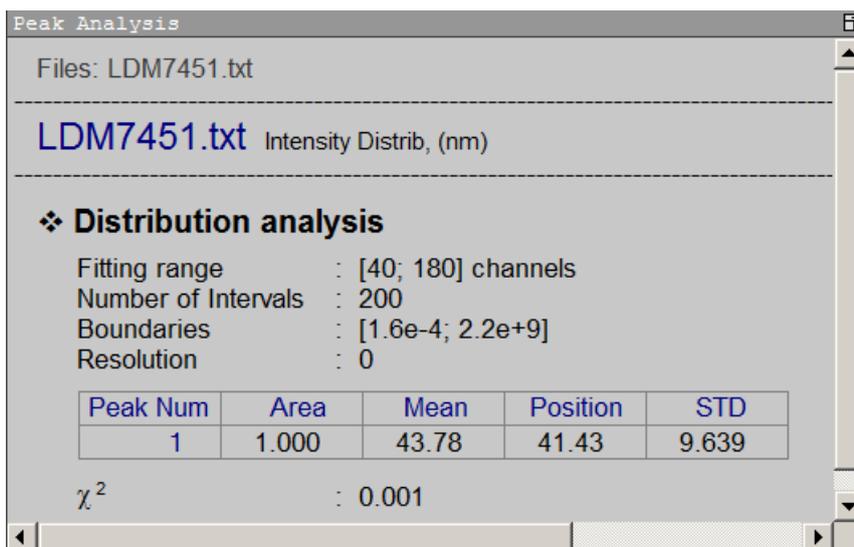


Окно Solution (Результаты обработки в графическом виде)



В этом окне в графическом виде отображаются результаты обработки экспериментальных данных методом регуляризации, методом дискретных компонент и методом кумулянтов (в виде желтых маркеров). Данные в этом окне появляются после окончания расчета. Результаты обработки методом регуляризации отображаются в виде пиков. Широкое распределение по размерам представляется в виде гистограммы. Результат обработки методом дискретных компонент отображается в виде дельта-функций с соответствующей амплитудой. Результаты обработки методом кумулянтов отображаются в виде желтых маркеров - первый в центре, два остальных, справа и слева от первого, обозначают границы. Позиции маркеров соответствуют вычисленному среднему размеру и стандартному отклонению (Standard deviation) с учетом асимметрии (Skewness).

Окно Peak Analysis (Результаты обработки в текстовом виде)



В этом окне отображаются результаты обработки экспериментальных данных в виде таблицы. Эта таблица появляется в окне, когда расчеты закончены. Используйте полосу прокрутки для просмотра записей, которые не видно в текущем окне.

Методы обработки данных

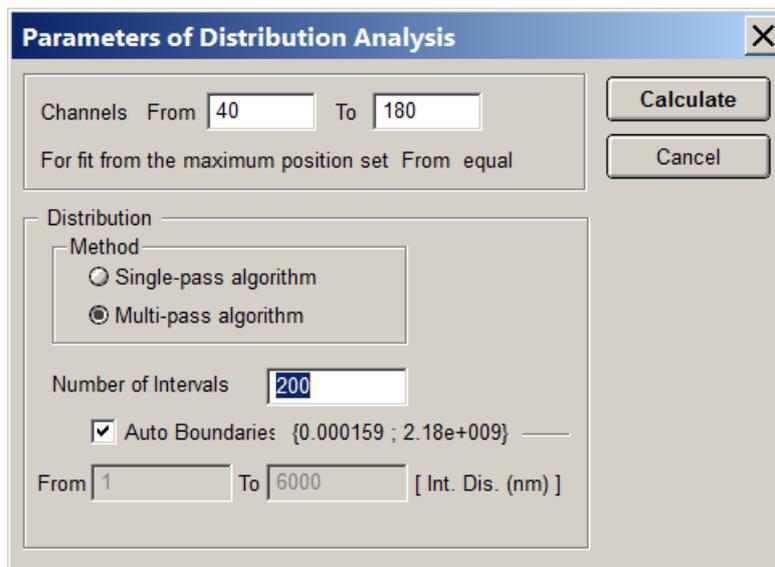
Метод регуляризации (Distribution Analysis)

Программа DynaLS использует сингулярное разложение (SVD), чтобы найти устойчивое решение так называемой некорректной или плохо обусловленной задачи (ill-posed problem). Использование "неотрицательного" SVD позволяет автоматически найти распределение с минимальной энергией (Евклидова норма). Однопроходный алгоритм работает с корреляционной функцией первого порядка. Многопроходной алгоритм обрабатывает корреляционную функцию второго порядка и представляет собой методику, которая более стабильна для разделения пиков при наличии большого количества шумов в полученных данных. Рекомендуется использование многопроходного метода. Однопроходный метод сохранен только для совместимости.

Настройка разрешения (Resolution Slider) определяет число компонент сингулярного разложения, которые используются для минимизации нормы невязки. Он также определяет ограничения на остальные компоненты сингулярного разложения, которые не минимизируют нормы невязки, но принимают участие в построении распределения, тем самым помогая сделать его положительным. Вы можете увидеть изменения при различном количестве компонент в виде резких изменений формы распределения. Максимально достижимое разрешение определяется арифметической точностью компьютера и соответствует случаю отсутствия шумов обрабатываемой корреляционной функции.

Для начала обработки данных методом регуляризации, выполните одно из следующих действий:

Выберите Distribution Analysis из меню Tools (или нажмите Alt+R на клавиатуре), или нажмите кнопку Distribution Analysis  на панели инструментов.



В окне Distribution Analysis настройте следующие параметры:

- Диапазон каналов корреляционной функции для обработки.
- Метод обработки корреляционной функции.
- Количество интервалов распределения.
- Выберите диапазон размеров для поиска решения в этих границах распределения, либо укажите Auto для автоматического выбора диапазона.
- Нажмите кнопку Calculate.

Метод дискретных компонент (Discrete Component Analysis)

Методом нелинейных наименьших квадратов осуществляется подгонка измеренной корреляционной функции суммой нескольких экспонент. Данный метод применим, если пользователь уже обладает предварительной информацией, об интересующем его распределении. Например, известно, что дисперсная система содержит два или три сорта монодисперсных частиц. Тогда вполне оправдано использовать для описания измеренной корреляционной функции модель в виде суммы двух или трех экспонент соответственно. Метод, реализованный в DynaLS, использует собственные алгоритмы для обработки методом нелинейных наименьших квадратов (Non-Linear Least Squares). Эти алгоритмы отличаются устойчивостью к шумам и относительно низкой зависимостью от начальных условий, что позволяет осуществлять эффективную автоматическую обработку данных.

Окно настройки параметров Fitting Parameters позволяет выбрать число экспонент (до четырех экспонент) и диапазон каналов корреляционной функции. Исходные значения параметров для обработки устанавливаются программой, тем не менее, они также могут быть изменены пользователем.

Для вызова окна настройки параметров обработки выберите Discrete Component Analysis из меню Tools или нажмите Alt+E на клавиатуре, или нажмите кнопку Discrete Component Analysis  на панели инструментов.

Fitting Parameters

Channels From To

For fit from the maximum position set From equal

Number of Components

Initial Values

Background Fix

Parameter	Amplitude	Position
Exp 1	<input type="text" value="0.288"/>	<input type="text" value="9.89e+003"/>
Exp 2	<input type="text" value="0.288"/>	<input type="text" value="1.42e+004"/>
Exp 3	<input type="text" value="0.288"/>	<input type="text" value="5.7e+003"/>
Exp 4	<input type="text"/>	<input type="text"/>

В окне настройки параметров Fitting Parameters настройте следующие параметры:

- Диапазон каналов корреляционной функции для обработки.
- Выберите число экспонент.
- Установите начальные значения обработки или используйте автоматический выбор параметров обработки.
- Если необходимо, укажите значение базовой линии (Background).
- Нажмите кнопку Calculate.

Метод кумулянтов

В данном методе измеренная корреляционная функция обрабатывается на модель, представляющую из себя полиномиальный ряд кумулянтов. Реальная погрешность измерения корреляционной функции позволяет в результате обработки извлечь до трех членов этого ряда: среднее значение размера частиц, ширину и асимметрию распределения

Пользователь может выбрать количество кумулянтов, тип обработки (линейный или нелинейный), и в случае выбора нелинейной обработки включить определение базовой линии (Background).

В текстовом виде результаты обработки отображаются в окне результатов Peak Analysis, где первый кумулянт характеризует средний размер частиц, а второй и третий кумулянты - индексы полидисперсности и асимметрии в виде безразмерных величин.

В окне Solutions результаты обработки методом кумулянтов отображаются в виде желтых маркеров - первый в центре, два остальных справа и слева от первого, обозначают границы.

Позиции маркеров соответствуют вычисленному среднему размеру и стандартному отклонению (Standard deviation) с учетом асимметрии (Skewness).

Если значение асимметрии (Skewness) ≥ 0.0

$$Marker_{Left} = Mean - Std$$

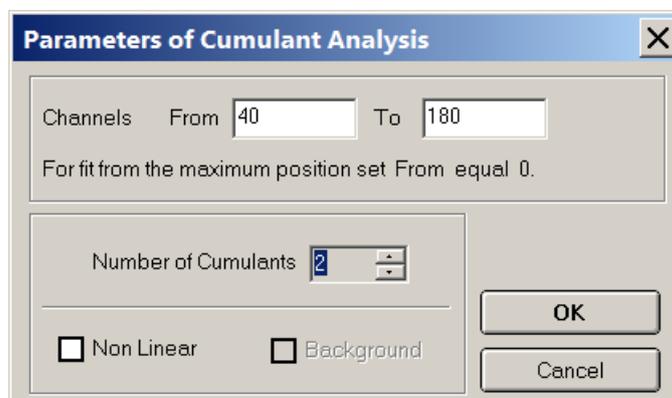
$$Marker_{Right} = Mean + Std * (1 + Skewness)$$

Если значение асимметрии (Skewness) < 0.0

$$Marker_{Left} = Mean - Std * (1 - Skewness)$$

$$Marker_{Right} = Mean + Std$$

Для использования метода кумулянтов выберите Cumulant Analysis из меню Tools или нажмите Alt+U на клавиатуре, или нажмите кнопку Cumulant Analysis  на панели инструментов.



- Установите диапазон каналов корреляционной функции для обработки.
- При необходимости измените количество кумулянтов в поле Number of Cumulants (по умолчанию оно равно 3).
- Выберите нелинейный тип процедуры обработки кумулянтами, которая обеспечивает подгонку кумулянтов и базовой линии (Background).

Дополнительные возможности

Использование настройки разрешения (Resolution Slider)

Чтобы изменить настройку разрешения (Resolution Slider): нажмите на соответствующее положение на шкале ползунка или перетащите ползунок курсором мыши в нужное положение. Можно также нажать на кнопку Value и задать желаемое значение разрешения в диалоговом окне. После установки нового значения, программа автоматически пересчитает распределения по размерам для данной настройки разрешения.



Очень важно использовать настройку разрешения правильно и понимать ее назначение.

Как известно, задача вычисления распределения частиц по размерам (или любая другая задача, связанная с вычислением распределения) из экспериментальных данных динамического рассеяния света является некорректной, или плохо обусловленной математической задачей (ill-posed problem). Решение такой задачи должно одновременно обеспечивать и "хорошее соответствие" экспериментальным данным, и при этом быть "достаточно устойчивым".

"Хорошее соответствие" - значит находящееся в пределах погрешности экспериментальных данных.

"Достаточно устойчивым" решением является такое, которое не изменится коренным образом в результате небольших изменений в экспериментальных данных.

Например, мы должны ожидать, что получим похожие распределения из нескольких экспериментов, проведенных на одном образце, хотя данные при этом будут немного отличаться из-за неизбежных случайных шумов. Выбор более гладкого распределения позволяет в случае увеличения случайных ошибок в экспериментальных данных обеспечивать стабильность результатов. Другими словами, разрешение уменьшается при увеличении погрешности экспериментальных данных.

Положение настройки разрешения представляет собой компромисс между соответствием экспериментальным данным и максимально возможным разрешением. Если значение настройки разрешения слишком маленькое, распределение не будет достаточно подробным, чтобы обеспечить хорошее соответствие экспериментальным данным. Если значение настройки разрешения слишком большое, то данные будут обработаны с излишне близкой подгонкой к экспериментальным данным (так называемый Overfitting), в результате чего детали распределения могут получиться не достоверными. Это связано с наличием шумов в экспериментальных данных, которые при слишком высоком разрешении могут трактоваться как полезные данные.

Как правило, нет необходимости менять значение настройки разрешения, которое устанавливается автоматически после считывания и предварительной обработки экспериментальных данных. Алгоритм стабилизации, реализованный в DynaLS автоматически подбирает и устанавливает оптимальное значение этой настройки.

Есть несколько случаев, когда пользователь может захотеть изменить оптимальное значение разрешения:

1. Если пользователю заранее известно, что данное распределение состоит из небольшого количества (от 1 до 4) очень узких пиков. В этом случае пользователь может сместить настройку разрешения до максимального значения и при этом получить достоверные значения позиций и амплитуд этих пиков. Используя такую дополнительную информацию можно добиться лучшего разрешения, чем автоматически подобранное значение разрешения. В этом случае полученное распределение всегда будет состоять из узких пиков, даже если исходное распределение было непрерывным и достаточно широким.

2. Если автоматически подобранное значение разрешения выглядит не оптимальным. Оптимальное значение должно быть наименьшим, при котором график невязки (Residuals) похож на случайный разброс значений. Если график невязки выглядит именно так, попробуйте уменьшить значение разрешения так, чтобы форма распределения стала шире. Если вы видите, что распределение стало заметно шире, но график невязки и значение стандартного отклонения практически не изменились, это означает, что алгоритм обработки недооценил (не учел при расчете) ошибки.

3. Если график невязки выглядит не как случайный набор значений (похож на какую-то систематическую функцию), попробуйте увеличить значение разрешения. Если это приведет график невязки к нормальному виду, то это значит, что алгоритм обработки изначально переоценил реальную (фактическую) ошибку. Если это не поможет, и график невязки останется прежним, то это значит, что экспериментальные данные могут содержать систематические ошибки. Распределения полученных на основе таких данных могут существенно отличаться от реальных данных, так как алгоритму не удастся различить систематические ошибки и реальные данные.

Есть некоторые существенные особенности работы с настройкой разрешения при выборе и одновременной обработке нескольких наборов данных. Пользователь может изменить разрешение, если изначально разрешение для всех выбранных наборов данных одинаково. В этом случае мы увидим текущее значение разрешения на ползунке настройки разрешения. Если выбранные наборы данных имели различные значения разрешения после обработки методом регуляризации, то появится символ \neq . Если хотя бы для одного файла данных в выбранном наборе данных не проводилась обработка методом регуляризации, то появится символ $\langle \# \rangle$.

Программа Static Light Scattering

Теория

Основные положения

В экспериментах по статическому светорассеянию наблюдается усредненная (по времени) интенсивность рассеяния света раствором. Анализ угловых и концентрационных зависимостей позволяет получить информацию о размерах рассеивающих центров, их молекулярной массе и втором вириальном коэффициенте.

Основой методики является соотношение

$$\frac{K \cdot c}{R} = \frac{1}{M_w \left(1 - \frac{1}{3} r_g^2 q^2\right)} + 2A_2 \cdot c \quad (1),$$

где

c - весовая концентрация раствора;

$$K = \frac{4\pi^2 n^2 \left(\frac{\partial n}{\partial c}\right)^2}{\lambda^4 N_A} - \text{оптическая константа};$$

n - показатель преломления растворителя;

$\frac{\partial n}{\partial c}$ - инкремент показателя преломления раствора;

λ - длина волны излучения;

N_A - постоянная Авогадро;

R - коэффициент Релея раствора (см. раздел Приборная константа);

M_w - молекулярная масса рассеивающих центров;

r_g - радиус инерции рассеивающих центров;

$q = \frac{4\pi n}{\lambda} \sin\left(\frac{\Theta}{2}\right)$ - волновой вектор (Θ - угол рассеяния);

A_2 - второй вириальный коэффициент.

Измеряемой на опыте величиной является интенсивность рассеяния света (пропорциональная коэффициенту Релея) растворами различных концентраций, под разными углами. Далее, по этим данным можно определить численные значения параметров функциональной зависимости (1), такие как молекулярная масса рассеивающих центров (M_w), радиус инерции рассеивающих центров (r_g) и второй вириальный коэффициент (A_2).

Метод Дебая

В случае, когда характерный размер рассеивающих центров много мал по сравнению со световой длиной волны $r_g \ll \lambda$ (Рэлеевское рассеяние), интенсивность рассеяния практически не зависит от угла рассеяния. Соотношение (1) при этом принимает вид:

$$\frac{K \cdot c}{R} = \frac{1}{M_w} + 2A_2 \cdot c$$

В этом случае, измерения можно проводить при любом фиксированном угле рассеяния (для растворов различных концентраций). По полученным данным можно определить молекулярную массу рассеивающих центров (M_w), и второй вириальный коэффициент (A_2). Очевидно, что в этих условиях невозможно количественно определить характерные размеры рассеивающих центров.

В программе Static Light Scattering предусмотрен режим обработки данных Дебаевского рассеяния.

Методы двойной экстраполяции

В случае, когда характерные размеры рассеивающих центров соизмеримы со световой длиной волны, интенсивность рассеяния зависит как от концентрации раствора, так и от угла рассеяния. Изучение концентрационной и угловой зависимости требует рассмотрения интенсивности статического рассеяния как функции двух независимых переменных (угла и концентрации). В принципе эта задача может быть решена путем построения и анализа трехмерных графиков. Однако, еще в 1948 году Зиммом (В. Н. Zimm) была предложена процедура, ставшая впоследствии стандартной.

Программа Static Light Scattering поддерживает и предоставляет пользователю возможность выбора между аппроксимацией гиперболической поверхностью в трехмерном пространстве и стандартной процедурой Зимма полиномиальной аппроксимации.

Основная идея Зиммовской методики заключается в линеаризации соотношения (1) относительно квадрата волнового вектора q^2 и концентрации раствора c . Таким образом, при фиксированном угле рассеяния или концентрации раствора соотношение (1) можно записать в виде соответствующего полиномиального ряда:

$$\left. \frac{K \cdot c}{R} \right|_{c=const} = a_1 + a_2 \cdot q^2 + a_3 \cdot q^4 + \dots$$

$$\left. \frac{K \cdot c}{R} \right|_{q^2=const} = b_1 + b_2 \cdot c + b_3 \cdot c^2 + \dots$$
(2)

По экспериментальным данным рассчитываются коэффициенты аппроксимирующих полиномов при экстраполяции к нулевому углу рассеяния и нулевой концентрации раствора. Далее, по значениям полиномиальных коэффициентов рассчитываются молекулярная масса рассеивающих центров (M_w), их радиус инерции (r_g) и второй вириальный коэффициент (A_2).

Методы Берри и Гюнера, по сути, являются модификациями метода Зимма и отличаются от него лишь деталями математической обработки данных.

Метод Зимма

Линеаризуется непосредственно соотношение (1), в результате чего получаются полиномиальные ряды (2).

Параметры образца связаны со значениями полиномиальных коэффициентов следующим образом:

$$M_w(q^2) = \frac{1}{a_1} - \text{экстраполяция к нулевой концентрации раствора;}$$

$$M_w(c) = \frac{1}{b_1} - \text{экстраполяция к нулевому углу рассеяния;}$$

$$r_g = \sqrt{3a_2 \cdot M_w(q^2)};$$

$$A_2 = \frac{b_2}{2}.$$

Метод Берри

В данном методе линеаризации подвергается соотношение

$$\left(\frac{K \cdot c}{R} \right)^{1/2} = \left(\frac{1}{M_w \left(1 - \frac{1}{3} r_g^2 q^2 \right)} + 2A_2 \cdot c \right)^{1/2}$$

Соответственно, в результате получаются полиномиальные ряды следующего вида:

$$\left. \left(\frac{K \cdot c}{R} \right)^{1/2} \right|_{c=const} = a_1 + a_2 \cdot q^2 + a_3 \cdot q^4 + \dots$$

$$\left. \left(\frac{K \cdot c}{R} \right)^{1/2} \right|_{q^2=const} = b_1 + b_2 \cdot c + b_3 \cdot c^2 + \dots$$

Параметры образца связаны со значениями полиномиальных коэффициентов следующим образом:

$$M_w(q^2) = \frac{1}{a_1^2} - \text{экстраполяция к нулевой концентрации раствора};$$

$$M_w(c) = \frac{1}{b_1^2} - \text{экстраполяция к нулевому углу рассеяния};$$

$$r_g = \sqrt{6a_2 \sqrt{M_w(q^2)}};$$

$$A_2 = \frac{b_2}{\sqrt{M_w(c)}}.$$

Метод Гюнера

Линеаризуется соотношение

$$\ln \left(\frac{K \cdot c}{R} \right) = \ln \left(\frac{1}{M_w \cdot \exp \left(-\frac{1}{3} r_g^2 q^2 \right)} + 2A_2 \cdot c \right)$$

Соответственно, в результате получаются полиномиальные ряды следующего вида:

$$\ln \left(\frac{K \cdot c}{R} \right) \Big|_{c=const} = a_1 + a_2 \cdot q^2 + a_3 \cdot q^4 + \dots$$

$$\ln \left(\frac{K \cdot c}{R} \right) \Big|_{q^2=const} = b_1 + b_2 \cdot c + b_3 \cdot c^2 + \dots$$

Параметры образца связаны со значениями полиномиальных коэффициентов следующим образом:

$$M_w(q^2) = \exp(-a_1) - \text{экстраполяция к нулевой концентрации раствора};$$

$$M_w(c) = \exp(-b_1) - \text{экстраполяция к нулевому углу рассеяния};$$

$$r_g = \sqrt{3a_2};$$

$$A_2 = \frac{b_2}{2M_w(c)}.$$

Измеряемые величины

Инкремент показателя преломления

Для расчета оптической константы $K = \frac{4\pi^2 n^2 \left(\frac{\partial n}{\partial c}\right)^2}{\lambda^4 N_A}$ (см. раздел Основные положения)

необходимо значение так называемого инкремента показателя преломления $\frac{\partial n}{\partial c}$. Этот параметр обычно определяется экспериментально по концентрационной зависимости показателя преломления раствора $n = n(c)$.

Приборная константа

Коэффициент Релея равен отношению интенсивности рассеянного на единице длины оптического пути света к интенсивности падающего света: $R = \frac{I_{рас.}}{I_{пад.}}$. Очевидно, что величина

коэффициента Релея пропорциональна уровню сигнала регистратора интенсивности рассеянного света: $R = \alpha \cdot I_{регист.}$. Коэффициент пропорциональности α представляет собой, по сути, анализаторную константу и зависит от условий проведения эксперимента: интенсивности падающего света, конструкции регистратора интенсивности рассеянного света, особенностей используемой оптической схемы и т.д. Численное значение анализаторной константы α можно определить, измерив интенсивность рассеяния света стандартным образцом с известным коэффициентом Релея. Примером подобного стандарта является толуол: его коэффициент Релея (при рассеянии под углом 90°) равен $R_{толуол} = 1,1416 \cdot 10^{-3}$ 1/м.

Для значения α получается следующее выражение: $\alpha = \frac{R_{стандарт}}{I_{стандарт}} \cdot \frac{n_{раст.}}{n_{стандарт}}$, где

$R_{стандарт}$ - коэффициент Релея стандартного образца;

$I_{стандарт}$ - интенсивность рассеяния света стандартным образцом (по показаниям регистратора);

$n_{стандарт}$ - показатель преломления стандартного образца;

$n_{раст.}$ - показатель преломления растворителя.

Множитель $\frac{n_{раст.}}{n_{стандарт}}$ введен для учета зависимости оптического пути от показателя преломления среды.

Подсказка: В программе Static Light Scattering, в качестве стандарта, по умолчанию используется толуол. Об изменении значений по умолчанию см. раздел Установка параметров.

В условиях реального эксперимента, при регистрации интенсивности рассеяния света стандартным образцом необходимо вносить поправку на т.н. темновой ток регистратора – ненулевой фоновый уровень сигнала регистратора при нулевой интенсивности света. С учетом этой поправки, анализаторная константа α определяется следующим образом:

$$\alpha = \frac{R_{стандарт}}{(I_{стандарт} - I_{темновой})} \cdot \frac{n_{раст.}}{n_{стандарт}},$$

где $I_{темновой}$ - фоновый темновой уровень сигнала регистратора при отсутствии света.

Интенсивность рассеяния растворителя

В соотношении (1) входит коэффициент Релея соответствующий рассеянию именно исследуемыми частицами. Следовательно, из общей интенсивности рассеяния света раствором необходимо вычесть интенсивность рассеяния растворителем. Таким образом, получаем следующее окончательное выражение для угловой зависимости коэффициента Релея:

$$R(\Theta) = \frac{R_{стандарт}}{(I_{стандарт} - I_{темновой})} \cdot \frac{n_{раст.}}{n_{стандарт}} \cdot (I_{раствор}(\Theta) - I_{растворитель}(\Theta)),$$

где

$I_{раствор}(\Theta)$ - интенсивность рассеяния света раствором под углом Θ ;

$I_{растворитель}(\Theta)$ - интенсивность рассеяния чистым растворителем под углом Θ .

Подсказка: Более подробно ознакомиться с теоретическими основами исследований растворов методами статического светорассеяния можно в книге В. Н. Цветков, В. Е. Эскин, С. Я. Френкель. / Структура макромолекул в растворах. М. Наука. 1964.

Обработка экспериментальных данных

Основные возможности программы

Программа реализует основные методы обработки данных статического светорассеяния:

- Метод Дебая.
- Двойная экстраполяция методами Зима, Берри и Гюнера.

Обработка данных динамического светорассеяния в данной версии программы не поддерживается и будет реализована в будущем.

Многооконный интерфейс программы позволяет работать одновременно с несколькими документами.

Практически все используемые табличные данные и диаграммы можно экспортировать в программу MS Excel.

Начало работы

Создание нового документа

Для создания нового документа нажмите кнопку  на панели инструментов или выберите команду **File / New** (Ctrl + N). Параметры нового документа будут соответствовать значениям установленным по умолчанию.

Подсказка: Об изменении значений по умолчанию см. раздел Установка параметров.

Открытие ранее сохраненного документа

Для открытия ранее созданного и сохраненного документа нажмите кнопку  на панели инструментов или выберите команду **File / Open** (Ctrl + O).

Ввод данных

Практически все значения, используемые в программе, представлены в метрической системе СИ. Исключениями являются длина световой волны (нанометры), радиус рассеивающих центров (нанометры) и молярная масса рассеивающих центров (грамм / моль)

Ввод основных параметров эксперимента

На вкладке "**Sample**" вводятся параметры образца и условия проведения эксперимента.

Solution	
Solvent:	TOLUENE
Refractive index:	1,497
dn/dc (1/g):	
Temperature (K):	293
Viscosity (mPas):	0,01

Standard sample	
Name:	TOLUENE
Rayleigh ratio (1/m):	1,1416e-3
Refractive index:	1,497
Intensity:	

Device	
Dark current:	0
Wavelength (nm):	632,8
<input checked="" type="checkbox"/> Polarization	

Вкладка "Sample"

По умолчанию:

- В качестве растворителя и стандартного образца используется толуол;
- Источник света излучает поляризованный свет с длиной волны 632,8 нм (He-Ne лазер);
- Темновой ток системы счета фотонов равен нулю.

Если условия проведения эксперимента совпадают с установленными по умолчанию, необходимо ввести лишь значения инкремента показателя преломления и интенсивность рассеяния стандартного образца под углом 90°.

Подсказка: Для изменения значений по умолчанию см. раздел Установка параметров.

Примечание: Данные о вязкости и температуре исследуемого раствора в расчетах не используются и их ввод необязателен. Эти данные предполагается использовать в последующих версиях программы для обработки данных динамического светорассеяния.

Ввод данных светорассеяния

Вкладка Data предназначена для ввода данных об интенсивности статического рассеяния растворов при различных концентрациях и под различными углами (см. рисунок ниже).

	0	0,2986	0,1997	0,1006	0,4
140	1055,3	3922,9	3258,53	2399,81	4362,86
130	905,417	3294,32	2846,99	2042,28	3638,84
120	787,253	2923,22	2462,21	1767,67	3211,43
110	743,731	2635,81	2256,03	1634,08	2946,73
100	707,85	2584,75	2208,46	1573,47	2826,46
90	702,649	2520,59	2128,87	1567,88	2760,12
80	711,381	2588,78	2188,94	1571,74	2943,86
70	709,943	2553,49	2189,79	1598,97	2831,95
60	786,988	2942,38	2524,96	1825,37	3232,17
50	889,636	3440,5	2854,94	2028,36	3837,64
40	1047,81	4115,57	3608,36	2494,87	4699,23
30	1308,47	5370,74	4817,35	3448,31	6604,72
20	1977,8	7963,82	8513,77	4894,89	9131,3

Вкладка "Data".

Колонки таблицы содержат информацию об угловой зависимости интенсивности рассеяния (индикатрисе) раствора при определенной концентрации. Соответствующая концентрация указывается в верхней ячейке каждой колонки (голубое поле). Данные об угловой зависимости интенсивности рассеяния чистого растворителя вводятся в колонку соответствующую нулевой концентрации.

Строки таблицы содержат информацию о концентрационной зависимости интенсивности рассеяния при определенном угле. Соответствующий угол указывается в крайней левой ячейке каждой строки (зеленое поле).

Ввод значений концентраций, углов и интенсивностей рассеяния света можно производить вручную в соответствующие ячейки таблицы. Требуемые размеры таблицы задаются полями "Table Size".

Поддерживается возможность загрузки (в т.ч. и пакетной) файлов индикатрис, генерируемых программой Photocor. Для этого нужно воспользоваться кнопкой "Add PCS files...". В открытом диалоговом окне можно выбрать загружаемые файлы (*.pcs).

Установив курсор в определенную ячейку, с помощью кнопок "Delete Col" и "Delete Row" можно удалить из таблицы соответствующую колонку или строку.

Предупреждение: Удаление из таблицы строк и столбцов с данными происходит необратимо без возможности отменить удаление.

Подсказка: Существует возможность временно исключить из обработки некоторые данные без удаления самих данных (см. раздел Временное исключение данных из рассмотрения).

Таблицу с данными светорассеяния можно экспортировать в программу MS Excel, воспользовавшись кнопкой "MS Excel".

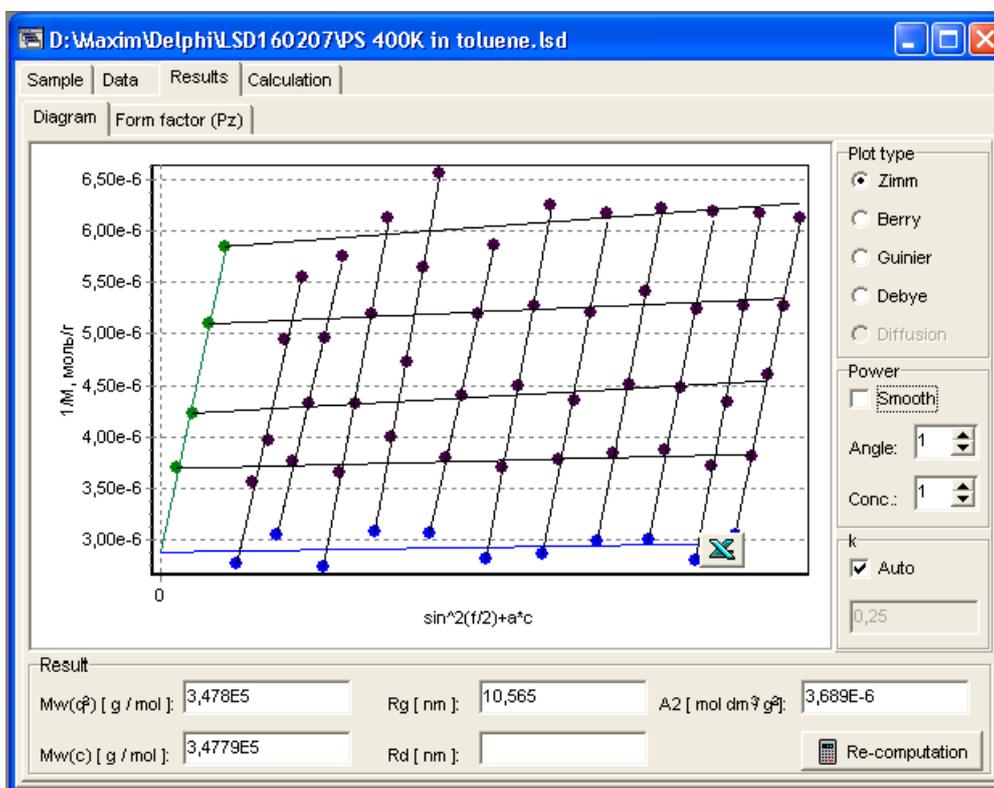
Построение диаграммы

Расчет основных параметров исследуемого образца

После ввода всех необходимых данных, на вкладке "Results" будет выведена диаграмма и все основные параметры образца (молекулярная масса, размеры рассеивающих центров, второй вириальный коэффициент).

В группе "Plot type" можно выбрать метод построения диаграммы. В разделе "Power" устанавливаются степени аппроксимирующих многочленов.

Подсказка: При использовании аппроксимирующих многочленов чрезмерно высоких степеней, резко снижается точность экстраполяции. Поэтому в подавляющем большинстве случаев целесообразно использовать многочлены не выше второй степени.



Вкладка "Results".

В режиме "Smooth" производится аппроксимация двумерной гиперболической поверхностью, что эквивалентно линейной аппроксимации.

Наиболее подходящий параметр построения диаграммы (k) определяется автоматически, но его значение можно изменить, предварительно сняв отметку "Auto".

Примечание: Значение параметра построения влияет только на внешний вид диаграммы, результаты расчетов параметров образца от него не зависят.

Изменение диаграммы и перерасчет параметров происходит автоматически при любом изменении исходных данных, однако, можно "принудительно" пересчитать исходные данные, воспользовавшись кнопкой "Re-computation".

Построенную диаграмму можно экспортировать в программу MS Excel с помощью кнопки  для дальнейшего редактирования.

Подсказка: Если диаграмма и/или значения некоторых параметров образца отсутствуют, то это означает, что не были корректно введены все исходные данные необходимые для их расчета. В этом случае проверьте полноту и корректность ввода исходных данных.

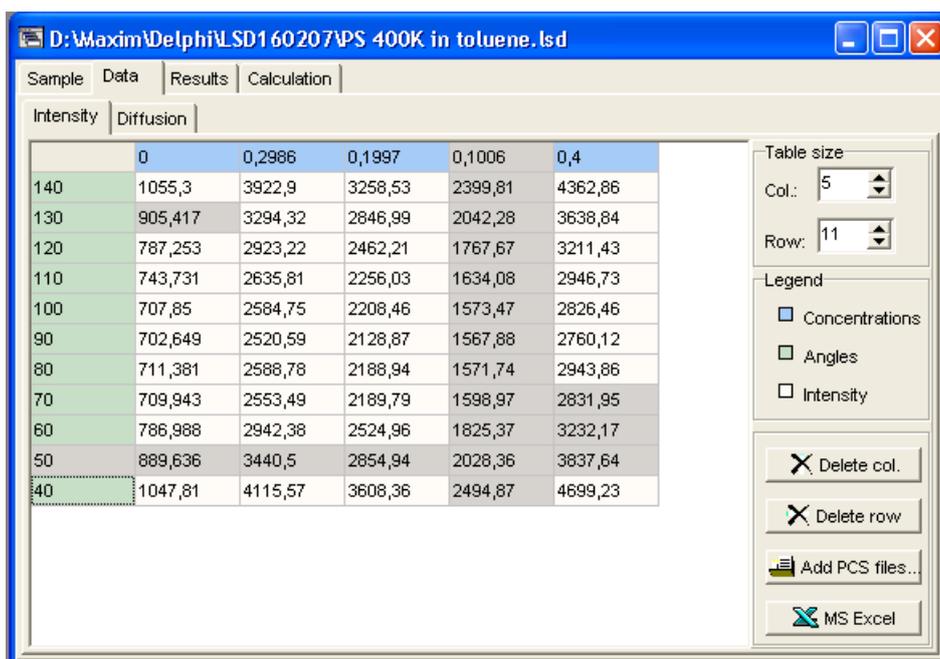
Временное исключение данных из рассмотрения

Имеется возможность временного исключения некоторых данных из рассмотрения. При этом информация об исключенных данных в документе сохраняется, но она не учитывается при построении диаграмм и проведении расчетов. Такая необходимость может возникнуть, например, при наличии подозрения на то, что, по тем или иным причинам, некоторые данные содержат значительную экспериментальную ошибку. Возможны два способа временного исключения данных.

Добавление / удаление данных на вкладке "Data".

Нажатие правой кнопки мыши на ячейке таблицы приводит к исключению соответствующей ячейки с данными из обработки. Ячейка, при этом, выделяется серым цветом. Нажатие правой кнопки мыши на ячейке со значением концентрации (голубое поле) или угла (зеленое поле) приводит к исключению сразу всех данных соответствующей концентрации или угла. При этом серым цветом выделяются сразу весь столбец или строка (см. рисунок ниже).

Повторное нажатие правой кнопки мыши на ранее исключенных из обработки данных приводит к тому, что обработка этих данных возобновляется.



Sample	Intensity	Diffusion			
	0	0,2986	0,1997	0,1006	0,4
140	1055,3	3922,9	3258,53	2399,81	4362,86
130	905,417	3294,32	2846,99	2042,28	3638,84
120	787,253	2923,22	2462,21	1767,67	3211,43
110	743,731	2635,81	2256,03	1634,08	2946,73
100	707,85	2584,75	2208,46	1573,47	2826,46
90	702,649	2520,59	2128,87	1567,88	2760,12
80	711,381	2588,78	2188,94	1571,74	2943,86
70	709,943	2553,49	2189,79	1598,97	2831,95
60	786,988	2942,38	2524,96	1825,37	3232,17
50	889,636	3440,5	2854,94	2028,36	3837,64
40	1047,81	4115,57	3608,36	2494,87	4699,23

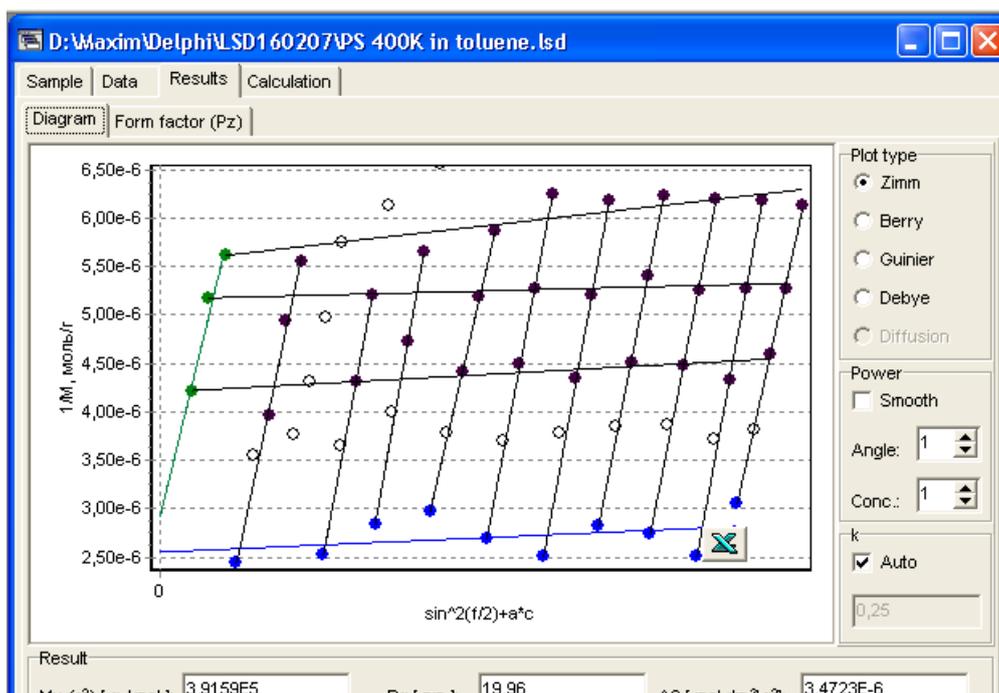
Вкладка "Data" с временно исключенными данными.

Добавление / удаление данных на вкладке "Results".

Альтернативная возможность временного исключения данных из рассмотрения имеется на вкладке "Results". Нажатие правой кнопки мыши на любой точке диаграммы приводит к ее временному исключению из обработки. При этом точка остается на диаграмме, выделяясь светлым фоном, но при построении диаграммы и проведении расчетов соответствующие данные игнорируются.

Повторное нажатие правой кнопки мыши на ранее исключенных из рассмотрения точках приводит к тому, что их обработка возобновляется.

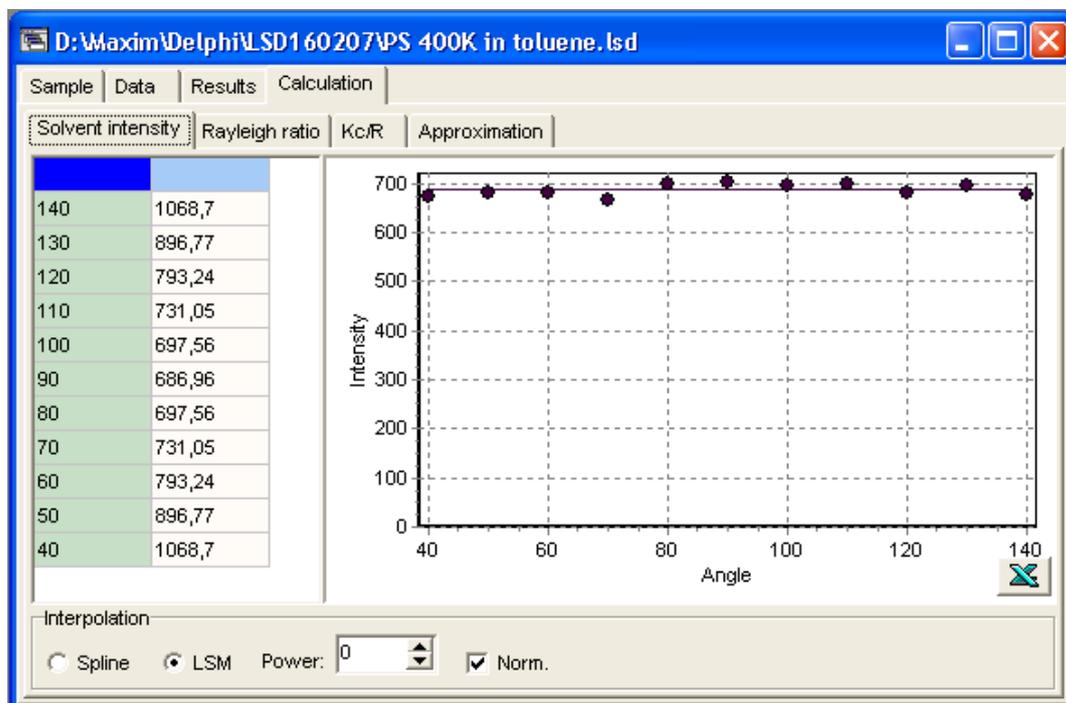
Все действия по исключению / добавлению данных на вкладке "Results" синхронно отображаются и на вкладке "Data", в виде выделения серым цветом соответствующей ячейки.



Вкладка "Results" с временно исключенными точками.

Просмотр промежуточных результатов расчетов

На вкладке "Calculation" можно просмотреть и экспортировать для любых дальнейших применений основные промежуточные результаты расчетов. Так же здесь можно изменить режим обработки данных о рассеянии чистого растворителя.



Вкладка "Calculation".

"Solvent Intensity".

Здесь представлены результаты интерполяции интенсивности рассеяния чистого растворителя. Имеется возможность изменения режима этой интерполяции.

При снятой отметке "Norm", интерполируются непосредственно сами значения интенсивности рассеяния. При установленной отметке "Norm", перед интерполяцией происходит нормировка данных на величину рассеивающего объема (синус угла рассеяния).

Возможно выбрать один из двух типов интерполяции:

- Сплайн-интерполяция;
- Интерполяционный полином по методу наименьших квадратов.

При использовании интерполяционного полинома предоставляется возможность выбора его степени.

Существует возможность временного исключения некоторых точек из рассмотрения. Данная операция производится способом полностью аналогичным описанному в разделе Временное исключение данных из рассмотрения - Добавление / удаление данных на вкладке "Data".

"Rayleigh ratio" и "Kс/R".

На данных вкладках представлены, рассчитанные по исходным данным, значения коэффициентов Релея, K и $\frac{K \cdot c}{R}$ (см. раздел Основные положения). Имеется возможность экспортировать эти данные в программу MS Excel (например, для их обработки по альтернативным методикам).

Установка параметров

В каждом документе полностью сохраняется вся информация, как об исходных данных, так и о параметрах проведения расчетов.

При создании нового документа (см. раздел Создание нового документа) все параметры имеют определенные, установленные по умолчанию значения. Например, тип растворителя - толуол, рассеиваемый свет – поляризованный с длиной волны 632,8 нм (He-Ne лазер), порядок аппроксимирующих полиномов – первый и т.д.

В ряде случаев может оказаться удобным изменить устанавливаемые по умолчанию значения некоторых параметров. При этом можно изменить значение практически любого параметра, включая исходные размеры таблиц данных с предустановленными значениями углов рассеяния и/или концентраций растворов.

Для изменения установленных по умолчанию значений необходимо выполнить следующие действия:

1. Создать новый документ (см. раздел Создание нового документа).
2. Установить желаемые значения параметров.
3. Воспользоваться командой меню **File / Save as default**.
4. Подтвердить сохранение.

Примечание: Изменение установленных по умолчанию значений параметров проявится только при создании **последующих** новых документов. На ранее созданных документах данные изменения никак не отразятся.

6. Теория

Динамическое рассеяние света

(другие названия данного метода: фотонная корреляционная спектроскопия; квазиупругое рассеяние света)

Для измерения размеров наночастиц используется метод динамического рассеяния света (ДРС). Данный метод позволяет определить коэффициент диффузии дисперсных частиц в жидкости путем анализа корреляционной функции флуктуаций интенсивности рассеянного света. Далее, из коэффициента диффузии рассчитывается радиус наночастиц.

Основные идеи метода динамического рассеяния света

- **Броуновское движение** дисперсных частиц или макромолекул в жидкости приводит к флуктуациям локальной концентрации частиц. Результатом этого являются локальные неоднородности показателя преломления и соответственно - флуктуации интенсивности рассеянного света при прохождении лазерного луча через такую среду.
- **Коэффициент диффузии** частиц обратно пропорционален характерному времени релаксации флуктуаций интенсивности рассеянного света. Это характерное время, в свою очередь, есть время затухания экспоненциальной временной корреляционной функции рассеянного света, которая измеряется с помощью цифрового коррелятора.
- **Размер частиц** (гидродинамический радиус) рассчитывается по формуле Стокса-Эйнштейна, которая связывает размер частиц с их коэффициентом диффузии и вязкостью жидкости.

Метод динамического рассеяния света используется также для измерения скоростей потоков жидкостей и газов. Традиционно, этот вариант метода носит название лазерной доплеровской анемометрии (ЛДА). В частности, данная конфигурация метода ДРС используется для измерения электрофоретической подвижности наночастиц, откуда рассчитывается их дзета-потенциал.

В качестве примера рассмотрим диффузию монодисперсных наночастиц, диспергированных в жидкости. Хаотическое броуновское движение дисперсных частиц приводит к микроскопическим флуктуациям их локальной концентрации и соответствующим локальным неоднородностям показателя преломления среды. При прохождении лазерного луча через такую среду часть света будет рассеяна на этих неоднородностях. Флуктуации интенсивности рассеянного света будут соответствовать флуктуациям локальной концентрации дисперсных частиц. Информация о коэффициенте диффузии частиц содержится в зависящей от времени корреляционной функции флуктуаций интенсивности. Временная автокорреляционная функция согласно определению имеет следующий вид:

$$G(\tau) = \langle I(0)I(t-\tau) \rangle = \lim_{t_m \rightarrow \infty} \frac{1}{t_m} \int_0^{t_m} I(t)I(t-\tau) dt \quad (1)$$

где интенсивность I имеет различные значения во время t и $(t-\tau)$. t_m - это время интегрирования (время накопления корреляционной функции). Очевидно, что при $\tau = 0$, автокорреляционная функция равна среднеквадратичной интенсивности рассеяния $\langle I^2 \rangle$. Для

бесконечного времени корреляция отсутствует, и автокорреляционная функция равна квадрату средней интенсивности рассеяния:

$$G(\tau) = \langle I(0)I(t - \tau) \rangle = \langle I(0) \rangle \langle I(t - \tau) \rangle = \langle I \rangle^2 \quad (2)$$

В соответствии с гипотезой Онзагера, релаксация микроскопических флуктуаций концентрации к равновесному состоянию может быть описана первым законом Фика (уравнением диффузии):

$$\frac{\partial c(\vec{r}, t)}{\partial t} = -D \nabla^2 c(\vec{r}, t) \quad (3)$$

где $c(r, t)$ - концентрация и D - коэффициент диффузии частиц. Можно показать, что в такой системе автокорреляционная функция интенсивности рассеяния света экспоненциально затухает во времени, и характерное время релаксации однозначно связано с D . Корреляционная функция интенсивности рассеянного света (для случая квадратичного детектирования) имеет вид:

$$G(\tau) = a \exp\left(\frac{-2\tau}{t_c}\right) + b \quad (4)$$

где в соответствии с решением уравнения диффузии обратное время корреляции равно:

$$\frac{1}{t_c} = D_t q^2 \quad (5)$$

Волновой вектор флуктуаций концентрации описывается выражением:

$$q = \frac{4\pi n}{\lambda} \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \quad (6)$$

В выражениях 4-6: a и b - экспериментальные константы, n - показатель преломления жидкости, в которой взвешены дисперсные частицы, λ - длина волны лазерного света и θ - угол рассеяния.

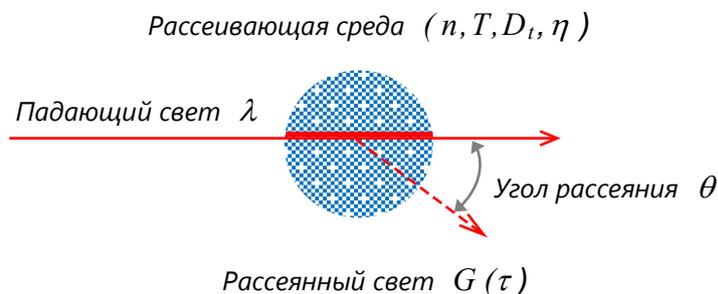
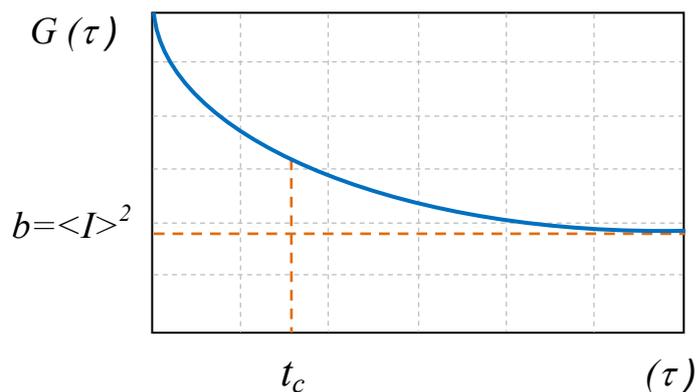


Схема процесса рассеяния света



Автокорреляционная функция рассеянного света

Величины t_c , a и b могут быть найдены путем аппроксимации измеренной корреляционной функции теоретической экспоненциальной функцией. Для сферических невзаимодействующих между собой частиц размер их может быть рассчитан с использованием формулы Стокса-Эйнштейна:

$$D = \frac{k_B T}{6\pi\eta R} \quad (7)$$

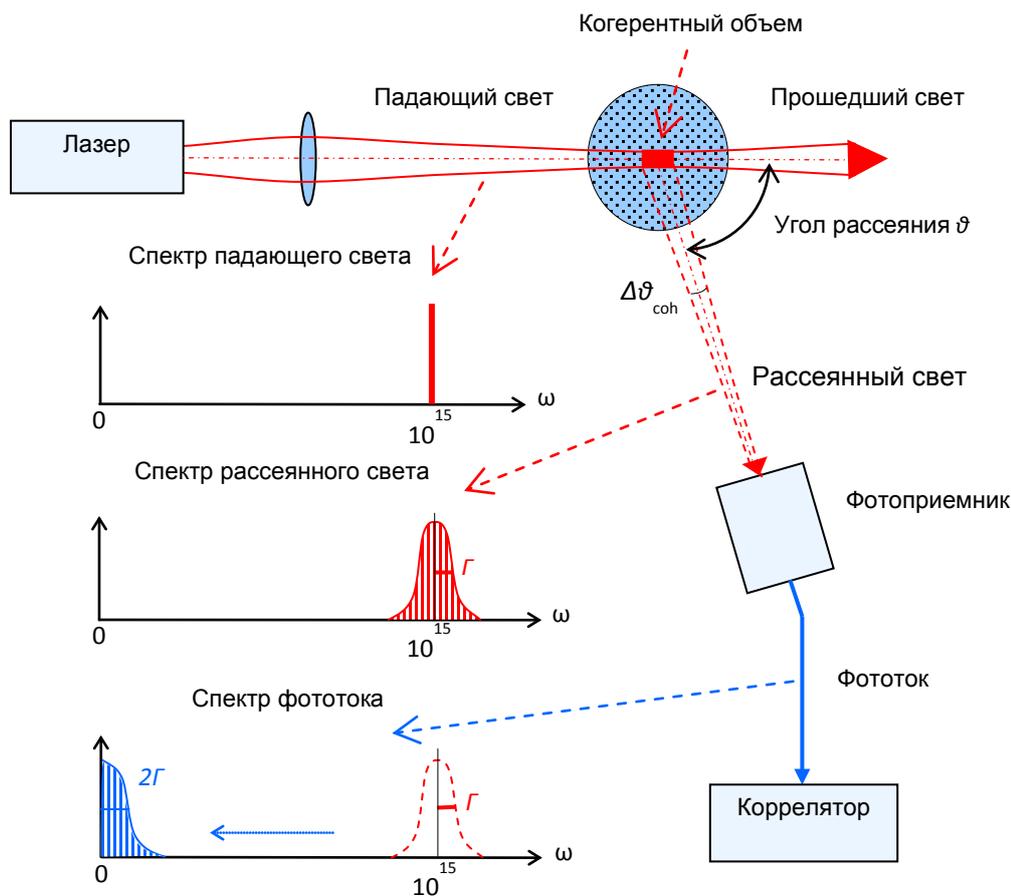
где k_B - константа Больцмана, T - абсолютная температура и η - сдвиговая вязкость среды, в которой взвешены частицы радиуса R .

Из формулы Стокса-Эйнштейна понятно, что с помощью динамического рассеяния света можно решать задачи измерения вязкости жидкости. Для случая рассеяния света на дисперсных частицах известного размера, измеренное характерное время флуктуаций позволяет рассчитать вязкость жидкости. Причем в данном случае можно говорить о микрореологической вязкости, которая, в принципе, может отличаться от вязкости, измеренной на макроскопических масштабах.

Проблема аппроксимации экспериментальных данных проста для рассмотренного случая рассеяния света монодисперсными сферическими частицами. Для полидисперсных образцов интерпретация экспериментальных данных усложняется. Для реально достижимой точности измерений могут быть получены только два-три параметра одномодального полидисперсного распределения: средний размер частиц, ширина и асимметрия распределения. Для многомодальных полидисперсных систем можно говорить о средних размерах частиц каждой компоненты и относительном вкладе каждой компоненты в интенсивность рассеяния. Важно отметить, что два близких размера частиц полидисперсной системы будут разрешаться в виде отдельных компонент только, если их размеры отличаются друг от друга не менее, чем в 2-3 раза.

Принципы работы анализатора размеров частиц

В работе прибора, использующего метод динамического рассеяния света, важнейшим является способ измерения спектра рассеянного света. Пока не существует оптических анализаторов спектра с достаточной разрешающей способностью, которые позволяли бы измерять узкие спектры флуктуаций рассеянного света. Поэтому решающей находкой при практической реализации метода динамического рассеяния было использование методов гетеродинирования света. При этом огибающая спектра рассеянного света переносится с оптической частоты в низкочастотную область, где существуют анализирующие приборы с достаточной разрешающей способностью. Необходимое условие эффективного гетеродинного преобразования оптического спектра – это обеспечение когерентности рассеянного света при достаточном отношении сигнал-шум принимаемого оптического сигнала. Для выполнения этих условий апертура фотоприемника выбирается малой, характерный линейный размер рассеивающего объема обычно составляет 50...100 мкм. В результате для эффективного приема столь малых интенсивностей рассеянного света необходимо использовать фотоприемники, работающие в режиме счета фотонов. Анализирующий прибор при этом должен работать в режиме реального времени. С точки зрения более простой технической реализации в качестве анализатора применяют цифровые многоканальные корреляторы сигналов. Корреляторы измеряют авто- или кросскорреляционные функции, которые в смысле получаемой информации эквивалентны спектральным функциям.



Принципиальная схема работы прибора динамического рассеяния света для измерения размеров частиц (в режиме квадратичного детектирования)

Процесс измерения размеров частиц

- Кювета с исследуемым раствором помещается в кюветное отделение анализатора.
- Свет от лазера, проходя через раствор, рассеивается на полимерных молекулах или дисперсных частицах, имеющихся в растворе. Рассеянный свет принимается системой счета фотонов, сигнал с выхода которой подается на вход коррелятора. Коррелятор накапливает корреляционную функцию флуктуаций интенсивности рассеянного света.
- По завершении выбранного времени измерения корреляционная функция передается в компьютер. Компьютер рассчитывает размер частиц или молекулярную массу полимерных молекул, обрабатывая измеренную корреляционную функцию.

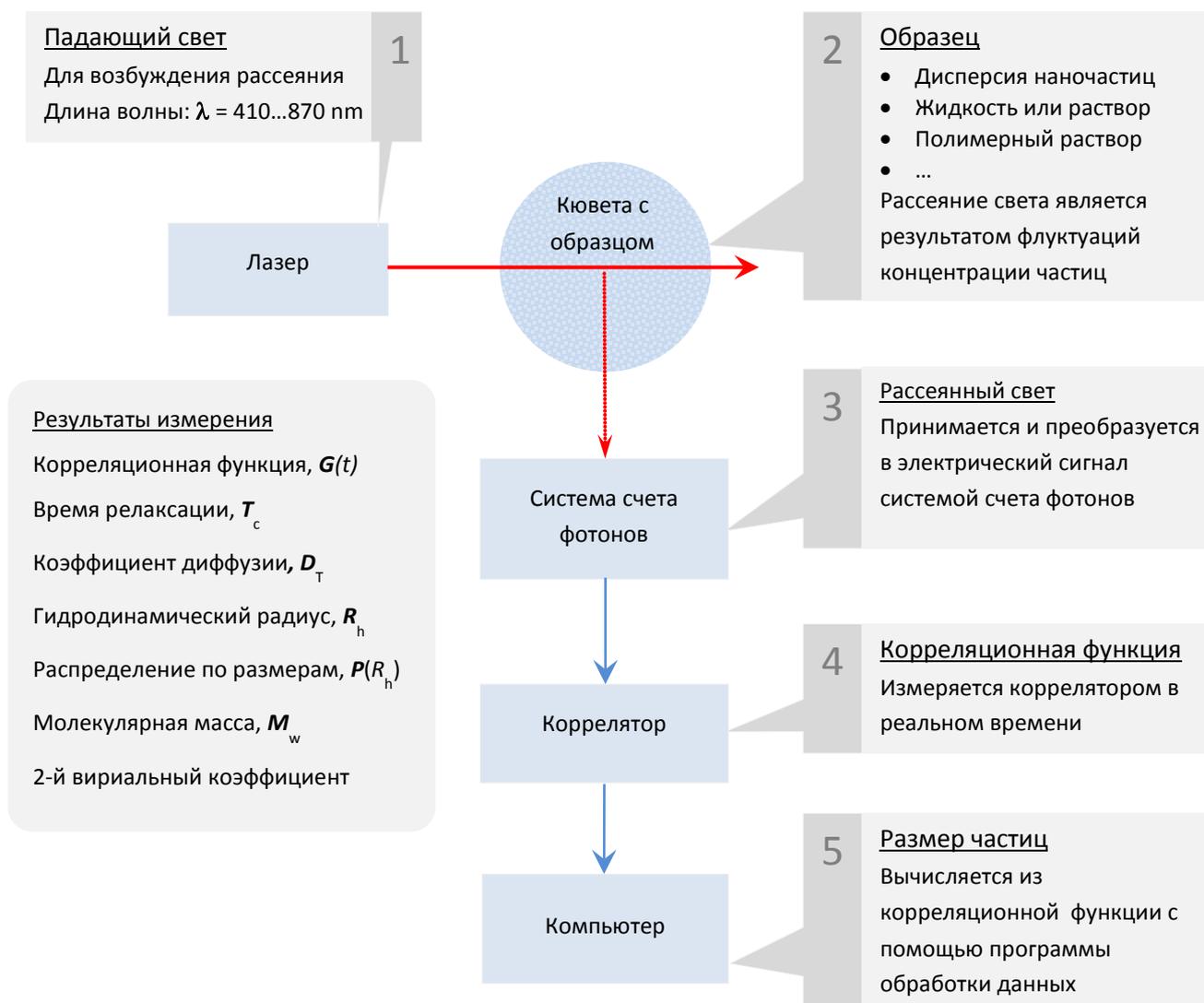


Схема процесса измерения

Обработка корреляционной функции

Результатом измерений является корреляционная функция второго порядка – корреляционная функция флуктуаций интенсивности рассеянного света. Для расчета характерного времени релаксации флуктуаций и последующего вычисления коэффициента диффузии и размера частиц необходимо найти исходную корреляционную функцию первого порядка, т.е. решить обратную задачу рассеяния.

Решение обратной задачи тривиально лишь для монодисперсного случая, когда рассеяние света происходило на частицах только одного размера. В случае полидисперсного распределения частиц по размерам обратная задача становится некорректной.

Некорректные задачи имеют неединственное и неустойчивое решение. Эта неустойчивость имеет место по отношению даже к малым входным возмущениям, к малым ошибкам измерения. Незначительные ошибки в измерении корреляционной функции могут приводить к различным результирующим распределениям. Для решения таких задач используются специальные методы регуляризации.

Таблица параметров образца

Параметры образца, необходимых для обработки данных в измерениях методами динамического и статического рассеяния света.

Параметр образца	Динамическое рассеяние света	Статическое рассеяние света
Вязкость η	Да ¹	Нет
Показатель преломления n_D	Да ¹	Да ¹
Концентрация в g/l	Нет	Да
Температура	Да ²	Нет
Инкремент показателя преломления dn_D/dc	Нет	Да

¹ Данный параметр можно узнать из справочной литературы. В программе уже введены параметры некоторых распространенных растворителей (Benzene, CCL4, Decane, Ethanol, Glycerine, Heptane, Hexane, Octane, Propanol, Toluene, Water).

² Данный параметр регистрируется анализатором.

Дзета-потенциал. Двойной электрический слой

В дисперсных системах на поверхности частиц (на границе раздела частица-дисперсионная среда) возникает двойной электрический слой (ДЭС). Двойной электрический слой представляет собой слой ионов, образующийся на поверхности частицы в результате адсорбции ионов из раствора или диссоциации поверхностных соединений. Поверхность частицы приобретает слой ионов определенного знака, равномерно распределенный по поверхности и создающий на ней поверхностный заряд. Эти ионы называют потенциалопределяющими (ПОИ). К поверхности частицы из жидкой среды притягиваются ионы противоположного знака, их называют противоионами (ПИ).

Таким образом, двойной электрический слой состоит из потенциалопределяющих ионов и слоя противоионов, расположенных в дисперсионной среде. Слой противоионов состоит из двух слоев:

- Адсорбционный слой (плотный слой), примыкающий непосредственно к межфазной поверхности. Данный слой формируется в результате электростатического взаимодействия с потенциалопределяющими ионами и специфической адсорбции.
- Диффузный слой, в котором находятся противоионы. Эти противоионы притягиваются к частице за счет электростатических сил. Толщина диффузного слоя зависит от свойств системы и может достигать больших значений.

При движении частицы двойной электрический слой разрывается. Место разрыва при перемещении твердой и жидкой фаз друг относительно друга называется плоскостью скольжения. Плоскость скольжения лежит на границе между диффузными и адсорбционными слоями, либо в диффузном слое вблизи этой границы. Потенциал на плоскости скольжения называют электрокинетическим или дзета-потенциалом (ζ -потенциал).

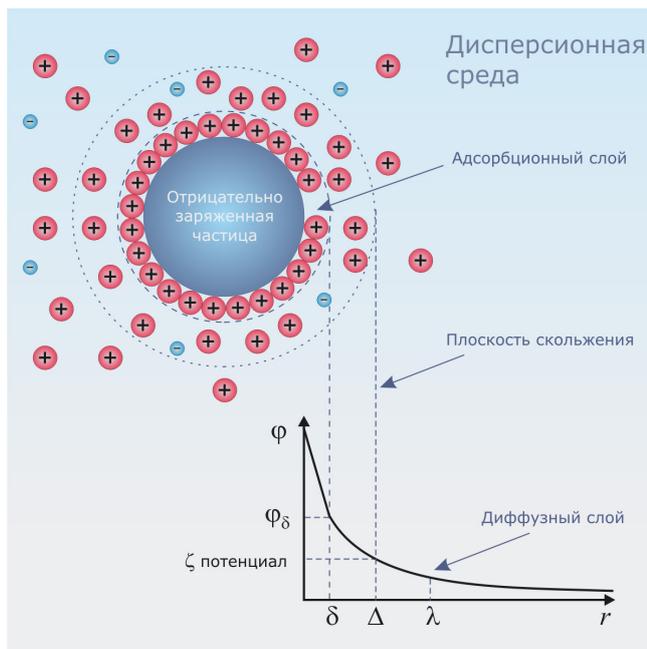
Другими словами, дзета-потенциал - это разность потенциалов дисперсионной среды и неподвижного слоя жидкости, окружающего частицу.

Теории двойного электрического слоя широко используются для интерпретации поверхностных явлений. Однако не существует прямых методов измерения потенциалов на границе адсорбционного слоя. Для количественного определения величины электрического заряда в двойном электрическом слое широко используется дзета-потенциал. Дзета-потенциал не равен адсорбционному потенциалу или поверхностному потенциалу в двойном электрическом слое. Тем не менее, дзета-потенциал часто является единственным доступным способом для оценки свойств двойного электрического слоя. Знание дзета-потенциала важно во многих областях производственной и исследовательской деятельности.

Строение двойного электрического слоя

Образование двойного электрического слоя приводит к появлению электрического потенциала, который убывает с расстоянием, и его значение в разных точках соответствует:

- Поверхностному потенциалу Φ
- Потенциалу адсорбционного слоя Φ_δ
- Дзета-потенциалу ζ



Важность определения дзета-потенциала

Важность дзета-потенциала состоит в том, что его значение может быть связано с устойчивостью коллоидных дисперсий. Дзета-потенциал определяет степень и характер взаимодействия между частицами дисперсной системы.

Для молекул и частиц, которые достаточно малы, высокий дзета-потенциал будет означать стабильность, т.е. раствор или дисперсия будет устойчивы по отношению к агрегации. Когда дзета-потенциал низкий, притяжение превышает отталкивание, и устойчивость дисперсии будет нарушаться. Так, коллоиды с высоким дзета-потенциалом являются электрически стабилизированными, в то время, как коллоиды с низким дзета-потенциалом склонны коагулировать или флокулировать.

Значение дзета-потенциала равное 30 мВ (положительное или отрицательное) можно рассматривать как характерное значение, для условного разделения низко-заряженных поверхностей и высоко-заряженных поверхностей. Чем больше электрокинетический потенциал, тем устойчивее коллоид.

Дзета-потенциал	Устойчивость коллоидной системы
От 0 до ± 30 мВ	Плохая устойчивость (возможна коагуляция или флокуляция)
Больше ± 30 мВ	Хорошая устойчивость

Таблица устойчивости коллоидной системы для различных значений дзета-потенциала.

Измерение дзета-потенциала

Для измерения дзета-потенциала используется метод электрофоретического рассеяния света. Этот метод основан на методе динамического рассеяния света в конфигурации лазерного доплеровского анемометра (ЛДА), который используется для измерения скоростей потоков жидкости и газа.

Для измерения заряда частиц в исследуемый образец помещается пара электродов, на которые подается постоянное напряжение. Частицы в образце будут двигаться к электроду противоположного заряда с определенной скоростью. Скорость движения частиц измеряется с помощью лазерного доплеровского анемометра. В режиме измерения скорости в спектре рассеянного света появляется компонента, смещенная относительно несущей частоты на величину доплеровской частоты, которая пропорциональна скорости движущихся частиц.

В современных анализаторах электрофоретической подвижности для увеличения точности измерений используется специальный метод анализа доплеровского сигнала - PALS (Phase analysis light scattering). PALS процессор измеряет сдвиг фазы падающего лазерного луча при рассеянии света, вызванном движением частиц. Скорость движения частиц в поле, рассчитанная из фазовой функции, позволяет определить электрофоретическую подвижность частиц.

$$\mu_E = \frac{v}{E}$$

v - скорость движения заряженных частиц в электрическом поле с напряженностью E .

Электрофоретическая подвижность частиц пересчитывается в дзета-потенциал с использованием теории Смолуховского и применением поправок для различной толщины двойного электрического слоя.

$$\mu_E = \frac{2\varepsilon\zeta}{3\eta}$$

ζ – дзета-потенциал

μ_E - электрофоретическая подвижность

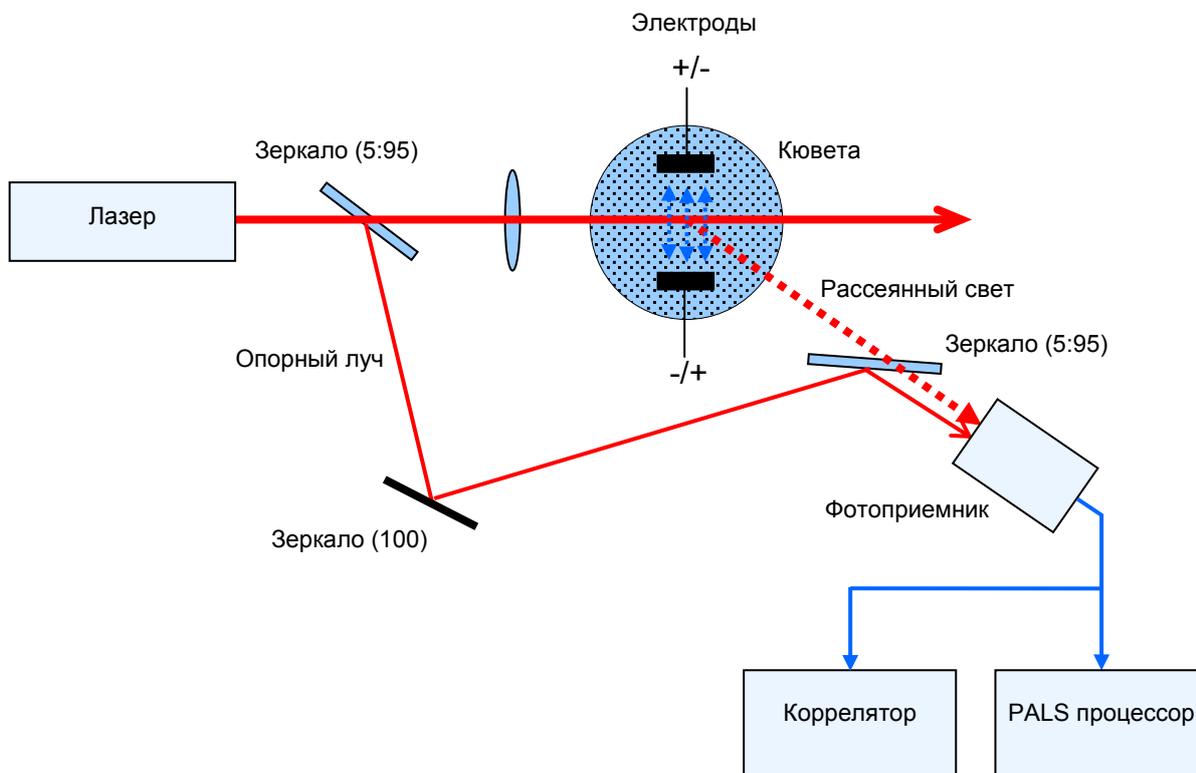
ε – диэлектрическая проницаемость

η – вязкость

Принципы работы анализатора дзета-потенциала частиц

В отличие от анализатора размеров частиц, где измеряется среднее время релаксации флуктуаций концентрации частиц, в анализаторе дзета-потенциала измеряется скорость направленного движения частиц в электрическом поле. Для этого используется оптическая схема лазерного доплеровского анемометра. Основное отличие этой схемы состоит в наличии дополнительного опорного луча, который позволяет измерить доплеровскую скорость движения частиц. Электрическое поле в жидкости создается парой электродов, погруженных в исследуемую дисперсную систему. Анализ доплеровского сигнала возможен в двух режимах:

1. ELS (electrophoretic light scattering). Цифровой коррелятор измеряет автокорреляционную функцию доплеровского сигнала. Программа обработки из измеренной периодической функции находит доплеровскую частоту и, соответственно, электрофоретическую скорость движения частиц.
2. PALS (phase analysis light scattering). Специальный цифровой фазовый детектор измеряет фазовую функцию доплеровского сигнала, откуда находится электрофоретическая скорость движения частиц.



Принципиальная схема работы прибора динамического рассеяния света в режиме измерения электрофоретической подвижности частиц

7. Установка анализатора

Установка анализатора Photocor Compact/Mini

Распаковка анализатора

- Откройте ящик.
- Извлеките из ящика анализатор и все принадлежности.
- Установите анализатор на стол и аккуратно освободите его от упаковочного пакета.
- Перед включением анализатора его необходимо выдержать 2-3 часа в тепле, если до этого он находился вне теплого помещения.

Подключение анализатора

Перед началом работы необходимо установить анализатор на столе и подключить его к сети 220 В и к компьютеру имеющимися кабелями (USB кабель и кабель питания).

Анализатор Photocor Mini подключается только USB кабелем к компьютеру (питание обеспечивается также по USB кабелю).

Требования к компьютеру

Для работы с анализатором рекомендуется следующая конфигурация компьютера:

- Операционная система Microsoft Windows 2000/XP/Vista/7/8
- Два свободных USB порта
- 30 Мб свободного пространства на жестком диске

Установка программного обеспечения

Перед включением анализатора необходимо установить программное обеспечение:

- Вставьте в USB порт компьютера USB носитель из пакета **Программное обеспечение**.
- Запустите файл **PhotocorCompact-2012.exe** для установки программного обеспечения.
- После окончания установки программного обеспечения включите анализатор с помощью клавиши на задней панели анализатора.

- Кроме того необходимо вставить в свободный USB порт компьютера USB ключ защиты из пакета **Ключ защиты ПО**. Этот ключ должен быть всегда вставлен в USB порт компьютера для нормальной работы программы обработки данных **DynaLS**.

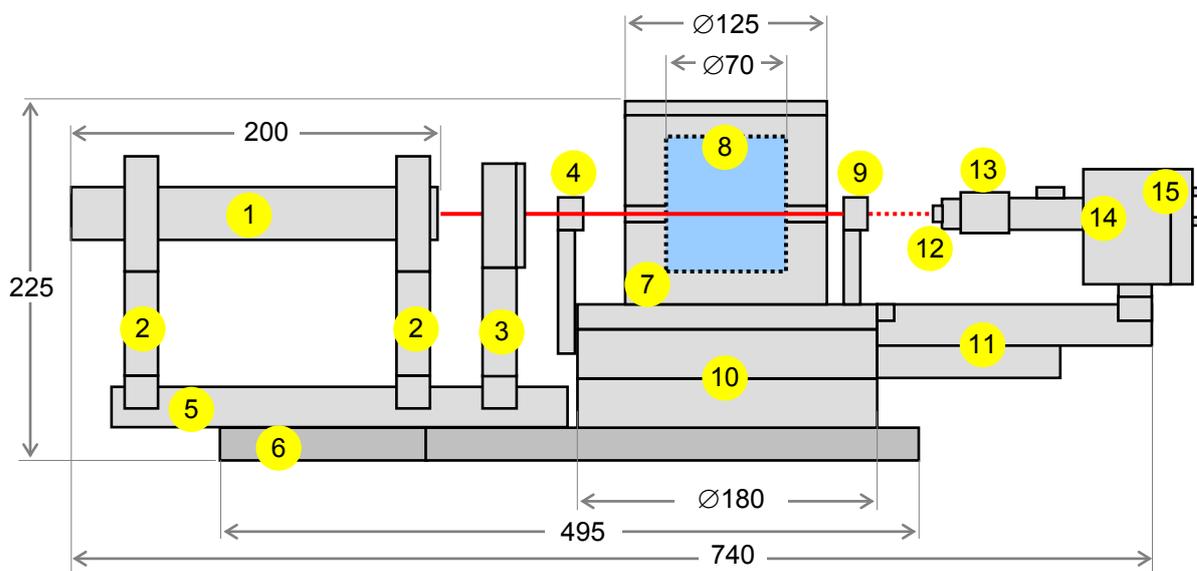
Установка анализатора Photocor Complex

Предупреждение: Первоначальная установка спектрометра Photocor Complex производится авторизованным специалистом.

Дальнейшая работа спектрометра в течение всего срока службы не требует периодической юстировки или каких-либо других действий, связанных с обслуживанием спектрометра и требующих специальной квалификации.

Предупреждение: Для осуществления изменения конфигурации анализатора (замена лазера и т.п.) необходима предварительная консультация со специалистами компании-производителя.

Схема анализатора Photocor Complex



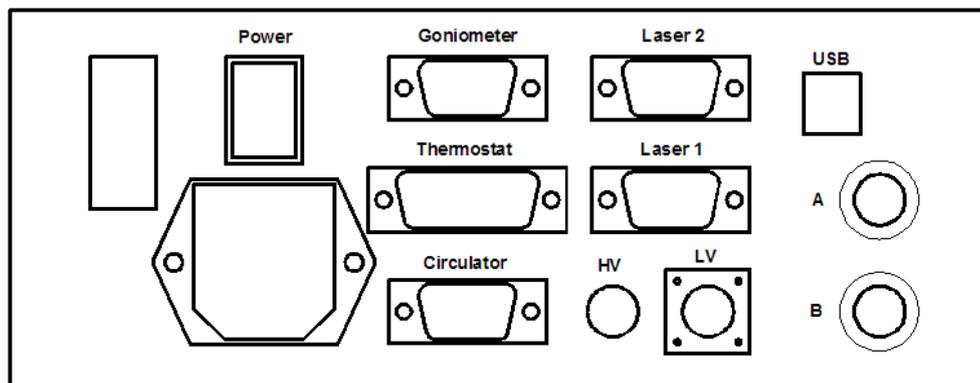
На жестком **основании (6)** смонтированы прецизионный **гониометр (10)** и **оптическая скамья (5)**, на которой размещены **лазер (1)** и **фокусирующий узел (3)**. **Термостат (7)** и **адаптер ювет (8)** установлены коаксиально с осью гониометра. На **поворотной консоли (11)** гониометра располагается **фотоприемный блок (14)**, в состав которого входит приемная **оптическая система (13)** со сменной **диафрагмой выбора апертуры (12)**, фотоумножитель, работающий в режиме счета фотонов, быстрый **усилитель-дискриминатор (15)** и специальный высоковольтный источник питания ФЭУ без паразитных корреляций.

Сигнал с выхода фотоприемного блока анализируется многоканальным коррелятором, который подключается к компьютеру через USB интерфейс. С помощью компьютера осуществляется управление процессом измерения и обработка результатов измерения.

Подключение системы управления Photocor Complex

Перед началом работы необходимо подключить оптический блок анализатора Photocor Complex к блоку системы управления Photocor-CS. Ниже приведено краткое описание подключения спектрометра к основным разъемам системы управления.

1. Система счета фотонов подключается к разъемам источника питания HV и LV соответствующими кабелями.
2. Лазер подключается к разъему Laser 1 (в комплектации анализатора с двумя лазерами предусмотрен разъем Laser 2 для подключения второго лазера).
3. Термостат подключается к разъему Thermostat.
4. В комплектации с автоматическим поворотным устройством анализатора шаговый мотор подключается соответствующим кабелем к разъему Goniometer.
5. Разъем Circulator предназначен для подключения внешней системы теплообмена.
6. Система управления Photocor-CS подключается к сети 220 В.
7. После включения питания лазера и питания системы управления Photocor-CS и запуска программы управления спектрометр готов к работе.



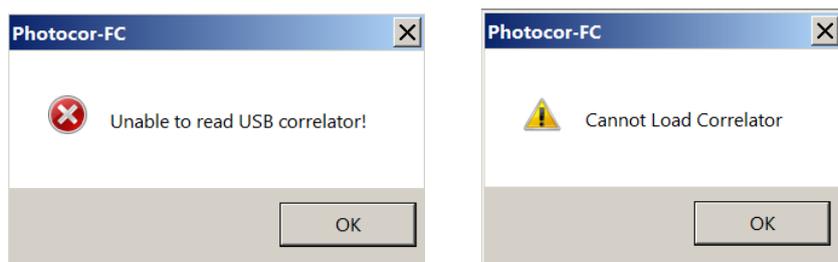
Задняя панель системы управления Photocor-CS

8. Решение проблем

Ошибки при работе с программой Photocor

Ошибки при запуске программы Photocor

Симптомы: При запуске программы Photocor, после открытия основного окна, возникают ошибки подключения к анализатору, как показано ниже.



Действия:

- Убедитесь, что USB кабель и кабель питания подключены к анализатору.
- Убедитесь, что анализатор включен. После включения анализатора рекомендуется подождать около 10 секунд перед запуском программы Photocor.

Ошибки после выхода компьютера из режима энергосбережения

Описание: После выхода компьютера из режима энергосбережения возможно появление ошибок об отсутствии подключения к анализатору. Такая ситуация как правило происходит на ноутбуках, у которых установлен режим энергосбережения для USB устройств и включен режим глубокого сна (System hibernation).

Решение: Для продолжения работы, перезапустите программу Photocor. В случае необходимости проведения длительных измерений, рекомендуется отключить энергосбережение для USB устройств, либо отключить режимы System standby и System hibernation.

Сплошная линия в окне Count rate monitor

Описание: После запуска измерений в окне Count rate monitor вместо отображения интенсивности рассеяния отображается сплошная линия.

Решение: Попробуйте изменить значение входов в поле Inputs - в окне Control, на вкладке Correlator следующим образом:

- Остановите измерения и перейдите на вкладку Correlator в окне Control.

- Проверьте тип Вашей системы счета фотонов в техническом паспорте к анализатору. В случае указания кросскорреляционной системы счета фотонов, попробуйте изменить значения входа на АВ или ВА. В других случаях измените вход противоположный (А или В - в зависимости от того какой вход был установлен изначально)
- Запустите измерение и проверьте наличие данных в окне Count rate monitor.

Отсутствие данных в окне Accumulation

Описание: После запуска измерений в окне Accumulation полностью отсутствуют данные.

Решение: Убедитесь, что при запуске программы Photocor не возникает ошибок подключения к анализатору. И только в этом случае попробуйте сбросить настройки программы Photocor, следующим образом:

1. Для начала необходимо записать основные настройки программы:
 - a. Откройте окно Control > вкладка Correlator. Запишите буквенное значение поля Inputs.
 - b. Откройте окно Control > вкладка Constants. Запишите значение Wavelength. При необходимости сверьте указанное значение с техническим паспортом к анализатору.
 - c. Зайдите в меню File > пункт File setup. Запишите путь к Вашим текущим данным из поля Folder.
2. Закройте программу. Откройте папку "C:\Program Files\Photocor" в проводнике. Переименуйте файл Config.dat в Config.old.
3. Запустите программу и введите правильные настройки в полях, указанных в первом пункте.
4. Перед измерением необходимо указать Ваш растворитель в поле Solvent в окне Control > вкладка Constants. Кроме того, установите флажок "Correct viscosity for temperature".

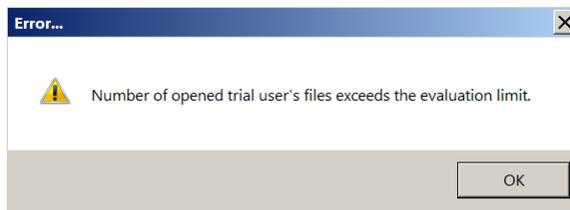
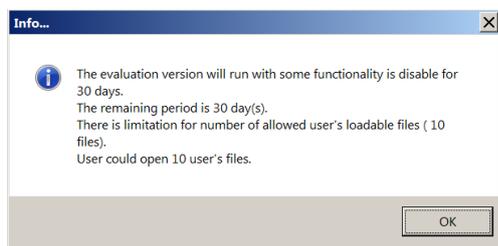
Программа Photocor не запускается

Описание: При попытке запустить программу Photocor, программа не запускается.

Решение: Убедитесь, что основное окно программы Photocor не загружается. И только в этом случае попробуйте сбросить настройки программы Photocor, как указано выше, в пункте "Отсутствие данных в окне Accumulation".

Ошибки при работе с программой DynaLS

При запуске программы возникают сообщения об ограничениях функциональности программы



Описание: Для работы программы DynaLS, необходимо использование ключа защиты. Данный ключ поставляется вместе с анализатором и представляет собой USB устройство, внешне похожее на обычный USB флеш драйв.

Убедитесь, что данный ключ вставлен в USB порт компьютера и на ключе горит светодиод.

Программа перестает обрабатывать файлы

Описание: После некоторого времени программа DynaLS может перестать обрабатывать файлы. Такая ситуация может произойти после попытки одновременно обработать более 45 файлов методом Cumulant Analysis.

Решение: Перезагрузите программу DynaLS.

Проблемы при одновременной загрузке большого количества файлов

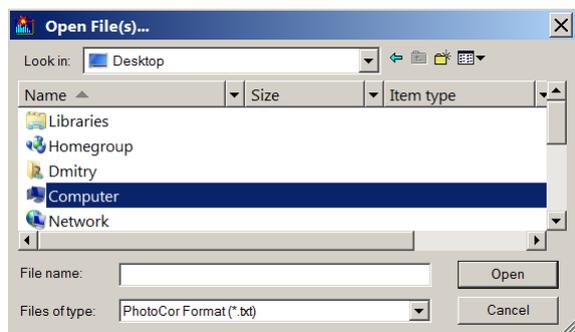
Описание: При попытке одновременно загрузить в программу больше 12 файлов за один раз, файлы не загружаются в программу.

Решение: Попробуйте загрузить файлы частями по 10-12 файлов.

Проблемы при загрузке файлов путем перетаскивания

Описание: При попытке загрузить файлы в программу путем перетаскивания файлов мышью в окно программы (Drag-and-drop) возникают ошибки.

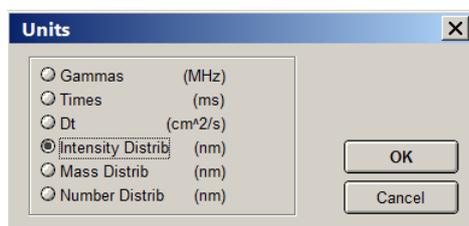
Решение: Для открытия файлов рекомендуется использовать меню File > Open. Кроме того при открытии файлов, необходимо правильно указать тип файлов: **Photocor Format (*.txt)**



Результат обработки представлен не в размерах

Описание: Результат обработки представлен в единицах, отличных от стандартных – нм.

Решение: Откройте меню программы **Settings** и нажмите пункт **Units**. Далее выберите пункт **Intensity Distrib** и нажмите **OK**.



9. Приложения

Список совместимых виал и кювет

Одноразовые виалы и кюветы для использования в анализаторах Photocor (совместимые с поставляемыми производителем адаптерами)

Обозначения в артикуле: SA (Sigma-Aldrich), LPP (La-Pha-Pack), MN (Macherey-Nagel)

Примечание: Для каждого размера виал в таблице приведены альтернативные варианты, подобранные по различным каталогам, но с идентичными параметрами. Все эти варианты совместимы с указанной модификацией анализатора.

Виалы 15-28 мм

Внеш. диам.	Параметры (Объем, размеры, тип отверстия)	Крышка в комп.	Материал	Кат. Артикул	Совместим.
28 мм	20 мл; 28x61 мм; N24	+	Стекло	SA Z190519	Complex
17 мм	6 мл; 17x58 мм; N15	+	Стекло	SA M1901	Complex
15 мм	4 мл; 14.75x45 мм; N13	–	Стекло	SA 854190	Все модификации
	4 мл; 14.7x45 мм; N13	–		LPP 13 09 0222	
	4 мл; 14.7x45 мм; N13	–		MN 702962	
15 мм	4 мл; 14.65x44.6 мм, N15/пробка *	+ проб.	Стекло	SA 854189 LPP 15 14 0548 Waters WAT025051	Все модификации
	Крышки		Септа		
15 мм	Крышка для виал с отв. N13		Ал. фольга	SA 27142	Все модификации
	Крышка для виал с отв. N13		Резин./ФЭП	MN 702051	

* - данный тип виал используется в модификации Photocor Compact-Z для измерения дзета-потенциала, но может использоваться и для измерения размеров частиц.

Виалы 8-12 мм

Внеш. диам.	Параметры (Объем, размеры, тип отверстия)	Крышка в комп.	Материал	Кат. Артикул	Совместим.
12 мм	2 мл; 12x32 мм; N10	+	Стекло	SA 29118-U	Compact, Compact-Z, Mini
	2 мл; 11.6x 31.5 мм, N12/пробка	+ проб.		LPP 11 14 0544	
	1.5 мл; 11.6x 32 мм; N9	-		LPP 11 09 0500	
	1.5 мл; 11.6x 32 мм; N10	-		LPP 10 09 0743	
	1.5 мл; 11.6x 32 мм; N9	-		MN 702282	
1.5 мл; 11.6x 32 мм; N10	-	MN 702011			
8 мм	1 мл; 8x40 мм; N8/пробка	+ проб.	Стекло	SA 33321-U / 33326	Все модификации
	1 мл; 8x40 мм; N8/пробка	+ проб.		SA 29433-U	
	1 мл; 8.2x40 мм; N8/пробка	+ проб.		LPP 08 14 1168	
	1 мл; 8.2x40 мм; N8/пробка	-		MN 70202.1	
Крышки		Септа			
12 мм	Крышка для виал с отв. N9		Сил./ПТФЭ	LPP 09 15 1799	
	Крышка для виал с отв. N10		Резин./Теф.	LPP 10 15 1905	
	Крышка для виал с отв. N9		Резин./ФЭП	MN 702033	
8 мм	ПЭ пробка для виал 70202.1	-		MN 702807	

Квадратные кюветы (4-прозр. стенки)

Внеш. диам.	Параметры (Объем, размеры, тип отверстия)	Крышка в комп.	Материал	Кат. Артикул	Совместим.
12.5 мм	4.5 мл; 12.7x12.7x44.7 мм (Kartell 1960)	-	Полистирол	SA C0918 *	Все модификации
	4.5 мл; 12.7x12.7x44.5 мм (Kartell 1961)	-	ПММА	SA C0793 *	
	4.5 мл; 12.7x12.7x44.5 мм (Kartell 1961)	-	ПММА	SA Z188018	
	4 мл; 12.7x12.7x45 мм	-	Полистирол	Sarstedt 67.754	
	4 мл; 12.7x12.7x45 мм	-	ПММА	Sarstedt 67.755	
12.5 мм	Микрокювета Eppendorf UVette 50-2000 мкл; 12.5x12.5x36 мм	-	Пластик	SA Z605050	Все модификации
Крышки		Септа			
12.5 мм	ПЭ пробка Dynalon 402364 (Kartell 1962)	-		ThomasSci 8495V27	

* - В каталоге Sigma-Aldrich на фотографии изображена другая кювета (стеклянная кювета с круглым отверстием).

Краткий список поставщиков

№	Компания	Ссылки	Каталоги
1.	ГалаХим	сайт	Sigma-Aldrich, La-Pha-Pack, Macherey-Nagel и др.
2.	АЛЬМАЛАБ	сайт	Sigma-Aldrich, Millipore, Sarstedt и др.
3.	ГАЛА-ТРЕЙД	сайт	Sigma-Aldrich, Macherey-Nagel и др.
4.	Химмед	сайт	Sigma-Aldrich, Macherey-Nagel, Eppendorf, Millipore и др.
5.	Симас	сайт	Hellma, Kartell, Whatman и др.
6.	Диаэм	сайт	Invitrogen, Hellma, Sigma-Aldrich, Thermo Fisher Scientific, Whatman и др.
7.	Лабтех	сайт	Thermo Fisher Scientific и др.
8.	Валтекс	сайт	Sigma-Aldrich, Thermo Fisher Scientific, Whatman и др.
9.	Лабораторная Диагностика	сайт	Thermo Fisher Scientific и др.
10.	Енисейлаб	сайт	Dynalon Labware, Thomas Scientific и др.
11.	Сигма-Алдрич Рус	сайт	Sigma-Aldrich
12.	Компания Хеликон	сайт	Sarstedt и др.

Ссылки на основные каталоги

Каталог	Ссылки
Sigma-Aldrich	Разделы каталога: Labware, Vials and Syringes > Vials > Scintillation Vials Cuvettes for Fluorescence/Luminescence
La-Pha-Pack	Онлайн версия каталога: http://thermo.dirxion.com/la-pha-pack/
Macherey-Nagel	Разделы каталога: Vials and caps VialFinder by Cross References

Дополнительные принадлежности

Каталог	Ссылки
Sigma-Aldrich	Раздел "Шприцевые фильтры": Labware, Vials and Syringes > Filtration Supplies > Syringe Filters, Disposable Поиск по фразе "syringe filters": Sigma-Aldrich (syringe filters)

Принадлежности к анализатору Photocor Complex для измерений методом СРС

Вещество для заполнения кюветы

При измерениях методом СРС часто используют толуол для заполнения иммерсионной кюветы. Данное вещество имеет показатель преломления близкий к материалу иммерсионной кюветы (стеклу) и идеально подходит для таких измерений. Тем не менее, возможно подобрать другие вещества, которые будут иметь такие же преимущества, но при этом будут менее токсичными по показателям ПДК.

При необходимости отказа от использования толуола, рекомендуется использовать следующие вещества:

Фенилтриметикон (Phenyl Trimethicone)

Данное вещество имеет подходящий коэффициент преломления и приемлемую вязкость.

Приобрести данное вещество можно под марками:

1. Dow Corning 556 (Производитель: Dow Corning; Торговое название: DC 556)
В России можно приобрести у компании: Руссо Хеми [\[сайт\]](#)
2. LC1550 Phenyl Trimethicone [\[сайт\]](#)

Иммерсионная кювета, используемая в Photocor Complex

Иммерсионная кювета Hellma 692.104 [\[сайт\]](#)

692.104	BF	73000 µl	back
Order Number	692-104-23		
Type	692.104-BF		
Material Color Code:	BF		
Light Path:			
Volume:	73000 µl		
Outer Dimensions:			
Height:	40,5 mm		
Width:	60 mm		
Depth:	60 mm		
Inner Dimensions:			
Width:	55,6 mm		
Base Thickness:			
Number of windows:	0		

10. Дополнительные ресурсы

Литература

Данная литература содержит детальную информацию об измерениях методами ДРС и СРС:

1. Light Scattering from Polymer Solutions and Nanoparticle Dispersions (Springer Laboratory) by Wolfgang Schärtl. [[Springer](#), [Amazon](#)]
2. Characterization of Nanoparticles Intended for Drug Delivery (Methods in Molecular Biology). [[Springer](#), [Amazon](#)]
3. Particle Characterization: Light Scattering Methods (Particle Technology Series) by Renliang Xu. [[Amazon](#), [Google Books](#)]

Программное обеспечение

1. Программа MiePlot. Программа для расчета и построения диаграмм рассеяния света по теории Ми и Дебая. [[сайт](#)]