

# 用于激光在线粒度分析的两次测量法

郑 刚 蔡小舒 张志伟 王乃宁

(华东工业大学仪表学院, 上海 200093)

**提要** 在实时在线激光衍射粒度测量中, 观察窗玻璃上污染物对测量结果有直接影响, 提出了可消除污染物影响的两次测量法。讨论了测量原理, 并模拟现场颗粒状况用标准粒子进行了一系列实验, 结果令人满意。

**关键词** 颗粒, 激光衍射, 在线测量

所谓颗粒就是一种细小的分散物体, 最为常见的是固体粉末、液滴或气泡。到目前为止, 人们根据颗粒的各种物理特性已发展了多种测量颗粒尺寸的方法, 其中基于 Mie 光散射理论的测粒技术是近十几年来发展起来的、目前仍在进一步发展的一种先进测粒方法<sup>[1]</sup>。由于光学测量方法具有不接触、不干扰被测对象、测量速度快、重复性好等优点而受到人们的重视, 尤其是衍射散射式激光粒度分析仪因其技术成熟已在许多领域得到广泛应用。随着科技的进步, 人们不仅需要测量颗粒制成品的尺寸大小, 而且还进一步需要在生产过程中, 现场控制颗粒物的尺寸, 即对颗粒提出了实时在线测量的要求。然而令人遗憾的是, 大多数测粒仪均属于实验室仪器, 不能直接用于工业现场的在线检测。这一方面是由于仪器本身对使用环境的要求, 另一方面则是仪器在测量原理上的不足。例如, 在石油化工行业, 需要长期在连续生产运转状态下控制处在高温、高压下的催化剂颗粒的尺寸。由于测量时催化剂颗粒已经在测量区存在, 这些真正的颗粒常与耐温耐压石英玻璃(观察窗)上的污染物(颗粒沉积物)同时作用, 使得无法区分激光粒度仪测得的粒度分布是生产过程中催化剂颗粒的尺寸还是窗玻璃上污染物的尺寸。本文提出, 通过对颗粒与污染物混合体的两次(或者说两步)测量, 可以消除污染物的影响, 而得到真正被测颗粒的尺寸。

## 1 测量原理

衍射式激光在线粒度仪的光学系统示意图如图 1 所示<sup>[2,3]</sup>, 与实验室激光粒度仪的不同之处是在线式粒度仪在测量区前后装有两块耐温、耐压石英玻璃, 而且测量区内是 24 h 不间断的、连续流动的催化剂颗粒。测粒仪的工作流程是: 来自激光器的一束窄平行光照射被测颗粒群, 由颗粒产生的衍射光经 Fourier 透镜会聚后被位于该透镜后焦面上的多元半圆状光电探测器接收, 计算机根据各个光电元件的输出也即衍射光的空间分布, 即可算出颗粒的尺寸大小。根据 Fraunhofer 衍射理论及 Babinet 互补定理, 一个直径为  $D$  的球形颗粒在透镜后焦面上的衍

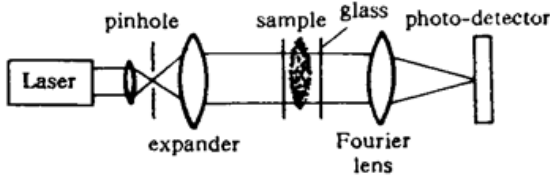


Fig. 1 Optical system of an on-line laser particle sizer

射光强分布为

$$I(\theta) = I(0) \left[ \frac{2J_1^2(X)}{X} \right]^2 \quad (1)$$

于是衍射光落在光电探测器各环上的光能分布可由光强公式(1)在每个环面上的面积分得到,即第  $n$  环上的光能为

$$E_n = \int_{S_n}^{S_{n+1}} I(\theta) 2\pi S dS$$

式中  $J_1(X)$  为第一类 1 阶 Bessel 函数,  $\theta$  为衍射角,  $S_n, S_{n+1}$  分别为第  $n$  环的内外半径。经整理后得

$$E_n = (\pi/4) D^2 I_0 [J_0^2(X_n) + J_1^2(X_n) - J_0^2(X_{n+1}) - J_1^2(X_{n+1})] \quad (2)$$

式中  $X_n = \pi D S_n / (\lambda f)$ ,  $f$  为透镜的焦距。对于排列无规则的颗粒群, 设测量区内直径为  $D_i$  的颗粒有  $N_i$  个, 则第  $n$  环上的总光能应为单个颗粒衍射光能的线性叠加<sup>[2]</sup>, 即

$$E_n = (\pi/4) I_0 \sum D_i^2 N_i [J_0^2(X_{n,i}) + J_1^2(X_{n,i}) - J_0^2(X_{n+1,i}) - J_1^2(X_{n+1,i})] \quad (3)$$

$n = 1, 2, 3, \dots$

根据光电探测器各环的输出, 即衍射光在焦平面上的空间分布, 用优化算法解上述方程组<sup>[4]</sup>, 可得各个尺寸区间  $D_i$  对应的颗粒数  $N_i$ , 也就是所求的粒径分布<sup>[5]</sup>。对于在线粒度测量, 方程(3)不仅带有被测颗粒的衍射光能, 而且也同时不可避免地包含了窗玻璃上颗粒污染物的衍射光能, 由此方程解得的粒径分布显然将会产生严重的失真。为消除污染颗粒的影响, 真实地反映被测颗粒的实际尺寸, 我们提出可以采用两次测量法。借用实验室激光粒度仪的习惯叫法, 称第一次测量为背景测量, 得到式(3), 随后进行第二次测量(可称为信号测量), 由于被测颗粒处在不断的流动之中, 其粒度或浓度在随时变化(在线测量的目的就是监控这种变化), 此时的衍射光能可写为两部分

$$\begin{aligned} E_n &= (\pi/4) I_0 \sum D_i^2 (N_i + \Delta N_i) [J_0^2(X_{n,i}) + J_1^2(X_{n,i}) - J_0^2(X_{n+1,i}) - J_1^2(X_{n+1,i})] \\ &= (\pi/4) I_0 \sum D_i^2 N_i [J_0^2(X_{n,i}) + J_1^2(X_{n,i}) - J_0^2(X_{n+1,i}) - J_1^2(X_{n+1,i})] \\ &\quad + (\pi/4) I_0 \sum D_i^2 \Delta N_i [J_0^2(X_{n,i}) + J_1^2(X_{n,i}) - J_0^2(X_{n+1,i}) - J_1^2(X_{n+1,i})] \\ &= E_n + \Delta E_n \end{aligned} \quad (4)$$

可以看出, 式中的第一部分为背景光, 第二部分为颗粒粒度或浓度(相对于背景测量时的颗粒状况)发生变化而引起的衍射光能的变化。用式(4)减式(3)得

$$E_n^* = \Delta E_n \quad n = 1, 2, \dots \quad (5)$$

方程(5)仅包含两次测量的衍射光能的差别部分, 因此通过求解此方程组即可得到使衍射光能发生改变的那些被测颗粒的粒径。需要强调的是, 由于衍射光能在空间的分布与颗粒尺寸唯一对应, 因此求得的尺寸是被测颗粒的实际尺寸, 而不是一个相对于背景颗粒大小的相对尺寸。因而通过相减能有效地消除观察窗玻璃污染物对测量结果的影响, 达到实时监控催化剂颗粒粒径大小的目的。两次测量法无法进行的一个特例是颗粒的粒度及浓度在背景光测量与信号光测量时恒定, 或者反过来说, 只要颗粒的尺寸或浓度发生变化, 用两次测量法总可以求得那些变化部分颗粒的大小。

## 2 实验研究

为检验上述两次测量法求颗粒尺寸分布的正确性和有效性,我们用已知尺寸的标准粒子作为被测对象,模拟现场测量条件作了一系列验证性实验。在线式激光测粒系统的光路仍如图1所示,实验时用一个微型泵使被测颗粒循环,并特意用普通的自来水(代替纯净的蒸馏水)作为循环介质,因为本法对循环介质根本不存在清洁度要求。部分颗粒的测量结果见图2~图

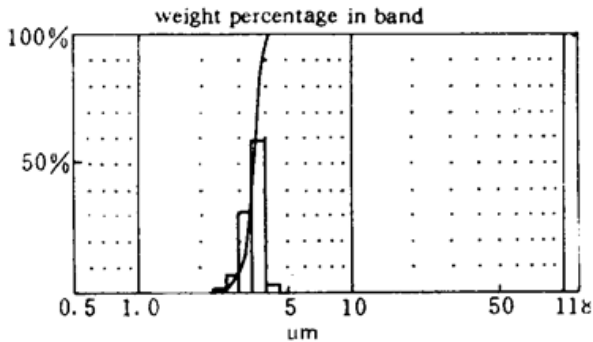


Fig. 2 Measurement result of 3.36  $\mu\text{m}$  latex. Background medium doesn't contain any particles.  $D[v0.5] = 3.49 \mu\text{m}$

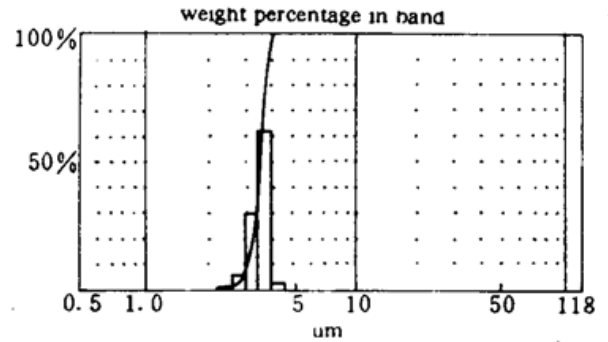


Fig. 3 Measurement result of 3.36  $\mu\text{m}$  latex. Background medium contains particles of 1.98  $\mu\text{m}$  latex.  $D[v0.5] = 3.51 \mu\text{m}$

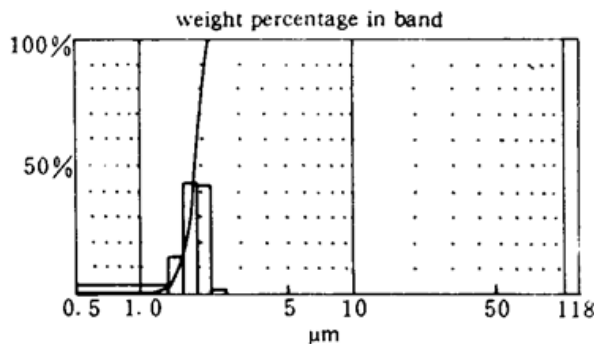


Fig. 4 Measurement result of 1.98  $\mu\text{m}$  latex. Background medium contains particles of 1.98  $\mu\text{m}$  latex. Concentration of particles is increased.  $D[v0.5] = 1.87 \mu\text{m}$

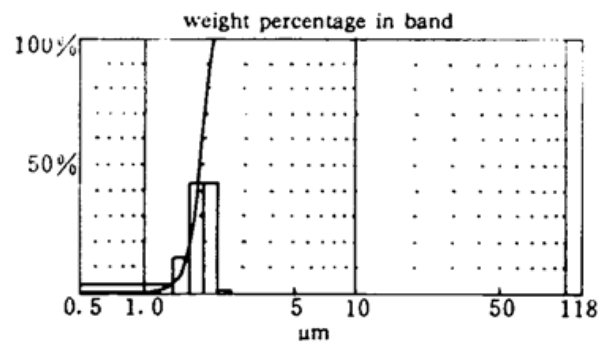


Fig. 5 Measurement result of 1.98  $\mu\text{m}$  latex. Background medium contains particles of 1.98  $\mu\text{m}$  latex. Concentration of particles is decreased.  $D[v0.5] = 1.89 \mu\text{m}$

7. 为直观地进行比较,图2特别给出了用标准方法(即循环介质用蒸馏水,背景不含颗粒)测得的2号标准粒子(其名义直径为3.36  $\mu\text{m}$ )粒度分布的直方图,其体积中位径为3.49  $\mu\text{m}$ ,即图注中的 $D[v0.5]$ ,图3则是用本文所述的两次测量法得到的结果。与图2不同,为模拟现场颗粒实际情况,在图3测量时已在背景介质中人为地加入了1号标准粒子(名义直径为1.98  $\mu\text{m}$ ),即测背景光时该粒子已放在循环水中,然后再往里加入2号粒子并进行第二次测量作为信号光,求得的体积中位径为3.51  $\mu\text{m}$ 。图4的背景颗粒也是1号标准粒子,而在第二次测量时则加入该种颗粒本身(浓度增加),图5与图4类似,只是反过来在第二次测量时抽出部分颗粒(浓度减少),由两者比较可知,它们的结果完全一致,也就是说,颗粒浓度的增减并不影响其粒度分布。图6的背景颗粒仍是1号标准粒子,而在信号测量时加入1号与4号这两种标准粒子的混合物(4号的名义直径为10.14  $\mu\text{m}$ ),由图可见,测得的结果具有明显的双峰分布,两个峰值也正好精确地落在1号与4号粒子的名义值处。图7的背景颗粒则是1号、2号与4号三种粒子的混合物,而在信号测量时仍加入1号与4号颗粒,由图可见测量结果均与实际情况相吻。值得进一步说明的是,图2~图7较标准粒子的名义直径其测量的不确定度小于

10%，完全与实验室激光测粒仪的测量精度接近，实验所用的标准粒子由核工业部第五研究院生产，它们是接近单分散性的高分子乳胶球，符合国家 GBW(E) 标准。

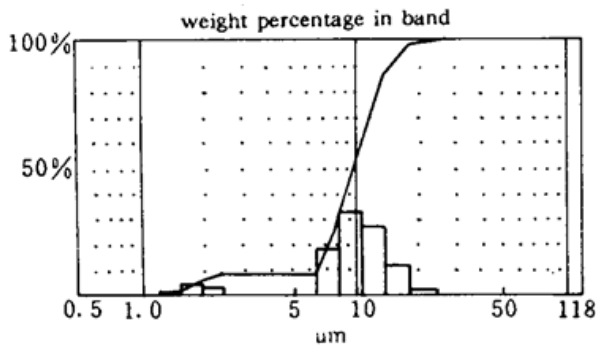


Fig. 6 Measurement result of 1.98  $\mu\text{m}$  and 10.14  $\mu\text{m}$  mixed latices. Background medium contains particles of 1.98  $\mu\text{m}$  latex

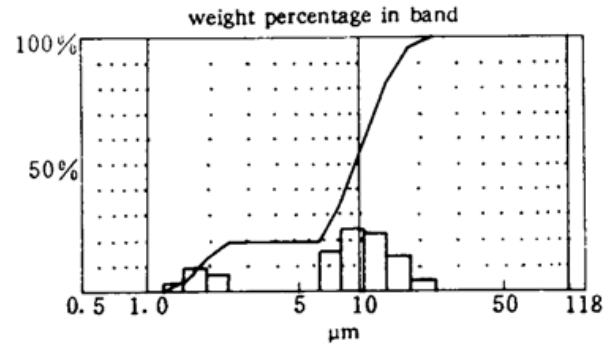


Fig. 7 Measurement result of 1.98 and 10.14  $\mu\text{m}$  mixed latices. Background medium contains particles of 1.98, 3.36 and 10.14  $\mu\text{m}$  latices

### 3 结 论

在激光散射在线粒度测试中，观察窗玻璃上污染颗粒的存在对测量结果有严重影响，这是目前激光测粒仪用于实时在线检测时经常遇到的一个技术难题。本文提出的两次(步)测量法通过简单的相减处理能有效地消除污染颗粒的影响，较好地解决了这个技术问题。本文所述的两次测量法的操作步骤与实验室激光粒度仪的测量步骤类似，但本法在概念、数据处理的目的以及对测粒的对象等几方面都比实验室测粒仪更深刻、更进步、面更广。本文方法虽然是在激光粒度仪的基础上阐述的，但对其他光散射在线测粒方法也同样有重要的借鉴作用。

### 参 考 文 献

- 1 H. G. Barth, S. T. Sun. Particle size analysis. *Analytical Chem.*, 1991, 63(12): 1R~10R
- 2 H. G. Barth. Modern methods of particle size analysis. New York; John Wiley & Sons, 1984. 140~151
- 3 郑刚, 虞先煌, 陆为建等. 减少测粒仪光靶环数提高颗粒尺寸求解速度. *中国激光*, 1993, 20(9): 658
- 4 M. R. Jones, B. P. Curry, M. Q. Brewster. Inversion of light-scattering measurements for particle size and optical constants; theoretical study. *Appl. Opt.*, 1994, 33(18): 4025~4034
- 5 郑刚, 蔡小舒, 王乃宁等. 衍射式激光测粒仪光靶能量的数值计算. *仪器仪表学报*, 1993, 14(2): 154~158

## A New Two-step on-line Measurement to Determine Particle Size Distributions

Zheng Gang Cai Xiaoshu Zhang Zhiwei Wang Naining

(College of Instruments, East China University of Technology, Shanghai 200093)

**Abstract** A new two-step on-line measurement to determine particle size distributions using a laser particle sizer is proposed in this paper. The measurement principle is discussed in detail. Simulating the on-line conditions, a number of experiments using standard latices are carried out. The measurement results are also given.

**Key words** particle, on-line measurement, laser diffraction