

一种新的散射光能谱法测量颗粒 粒径的方法*

王乃宁

(上海理工大学动力工程学院 上海 200093)

徐贯东

(温州师范学院物理系 温州 325003)

提要 基于光散射原理,提出了一种新的测量颗粒粒径大小及分布的方法。与传统的光散射式激光测粒仪不同,本方法以白色光为光源,仅采集一个空间立体角内的散射光能信号,经反演算后求得被测颗粒的粒径及其分布。给出了这一方法的理论分析、数值模拟以及实验研究。

关键词 颗粒测量,光散射,散射光能谱

1 引 言

随着国民经济和科学技术的迅速发展,在众多工业部门中都会遇到许许多多各种不同的颗粒物。这些颗粒物,无论是作为生产过程的原料,还是作为生产过程的最终(中间)产品,往往对其粒径大小有着严格的要求,以保证使用性能和质量。

近数十年来,已经相继开发和生产了许多种不同工作原理的颗粒粒径测量仪^[1,2]。迄今为止,投放国际市场的光散射式颗粒测粒仪,都是以激光为光源,当光束照射到被测颗粒时,在光与颗粒的相互作用下产生光的散射,在多个(15个以上)空间立体角范围内采集其散射光能信号,再经反演算后求得被测颗粒的粒径大小和分布^[3],这已成为这类仪器的基本模式。

本文提出了一种新的、与传统模式不同的光散射式颗粒测量方法。这种方法以白光为光源,仅在一个空间立体角内采集散射光能,经分光后得到多个波长下的散射光能谱信号,再经反演算求得被测颗粒的粒径大小和分布。理论分析、计算机数值模拟以及实验研究表明,这是一种可靠有效的方法,并保留了光散射式激光测粒仪的各种优点。

2 基本原理

图 1 给出了本方法的基本原理图。来自光源 1 的白色光经光学系统 2 校直后成为平行光,穿过待测颗粒群 3。测量区 4 是光程中的某一个局部,其大小可由不同的方法加以定义。测量区 4 内的颗粒与入射光相互作用,并把入射光向空间四周散射。在某一定的空间立体角 θ_1/θ_2 内的散射光能 $F(\theta_1/\theta_2)$ 由采光透镜 5 及光电元件 6 所接收,并经分光系统 7 从中得到若干个不同波长下的散射光能谱信号 $F(\theta_1/\theta_2)_k$,经数据处理后即可得到待测颗粒群的粒径大小及分

* 国家自然科学基金资助项目。

布。

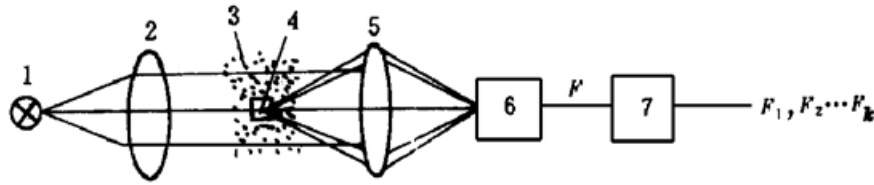


图 1 测量原理图

Fig. 1 Principle of measurement

一个粒径为 D 的颗粒在空间立体角 θ_1/θ_2 内的散射光能可按下式计算

$$F(\theta_1/\theta_2) = \int_{\theta_1}^{\theta_2} \frac{\lambda^2 I_0}{4\pi} [i_1(\theta) + i_2(\theta)] \sin\theta d\theta \quad (1)$$

式中 I_0 为入射光强度, i_1, i_2 为光强函数, 它是入射光波长 λ , 颗粒粒径 D , 颗粒相对折射率 m 及散射角 θ 的函数, 由经典的米氏(Mie)理论求解和计算^[4]。若测量区内待测颗粒群是一多分散颗粒系, 且粒径为 D_i 的颗粒数为 $N_i (i = 1, 2, 3, \dots, n)$, 则其重量为 w_i ,

$$w_i = \frac{\pi D_i^3 N_i \rho}{6} \quad (2)$$

ρ 为颗粒密度。这时立体角 θ_1/θ_2 内的总散射光能将是将测量区内所有不同大小颗粒的散射光能之和

$$F(\theta_1/\theta_2) = \sum_{i=1}^n \frac{\lambda^2 I_0}{4\pi} \cdot N_i \int_{\theta_1}^{\theta_2} [i_1(\theta) + i_2(\theta)] \sin\theta d\theta \quad (3)$$

或

$$F(\theta_1/\theta_2) = \sum_{i=1}^n \frac{3I_0}{2\rho\pi^2} \cdot \frac{\lambda^2 w_i}{D_i^3} \int_{\theta_1}^{\theta_2} [i_1(\theta) + i_2(\theta)] \sin\theta d\theta \quad (4)$$

(4) 式是对波长为 λ 写出的普遍关系式。如光的波长相应地分别为 $\lambda_j, j = 1, 2, \dots, k$, 按(4)式可得如下方程组

$$\begin{aligned} F(\theta_1/\theta_2)_1 &= \frac{3I_0}{2\rho\pi^2} \sum_{i=1}^n \frac{\lambda_1^2 w_i}{D_i^3} \int_{\theta_1}^{\theta_2} [i_1(\theta) + i_2(\theta)]_{1,i} \sin\theta d\theta \\ F(\theta_1/\theta_2)_2 &= \frac{3I_0}{2\rho\pi^2} \sum_{i=1}^n \frac{\lambda_2^2 w_i}{D_i^3} \int_{\theta_1}^{\theta_2} [i_1(\theta) + i_2(\theta)]_{2,i} \sin\theta d\theta \\ F(\theta_1/\theta_2)_k &= \frac{3I_0}{2\rho\pi^2} \sum_{i=1}^n \frac{\lambda_k^2 w_i}{D_i^3} \int_{\theta_1}^{\theta_2} [i_1(\theta) + i_2(\theta)]_{k,i} \sin\theta d\theta \end{aligned} \quad (5)$$

$F(\theta_1/\theta_2)_1, F(\theta_1/\theta_2)_2, \dots, F(\theta_1/\theta_2)_k$ 即为所测得的空间立体角 θ_1/θ_2 内不同波长下的散射光能信号, 这些信号中包含有待测颗粒系的粒径大小及其分布的信息。对(5)式进行逆计算即可求得颗粒系的粒径分布 $[D_i, w_i]$ 。需要指出的是, 在反演算的归一化数据处理时, 常数项 $(3I_0/2\rho\pi^2)$ 可略去不计。分析指出, (5)式是一严重病态方程组, 需应用最优化原理编制合适的反演算程序, 才能从所测得的散射光能谱中求得粒径分布。

为了验证并考核本文所提方法的可行性和正确性, 我们进行了详尽的计算机数值模拟。数值模拟计算表明本文所提方法的正确性以及所编制的反演算程序的有效性。本方法的可测粒径下限约为 $0.5 \sim 1.0 \mu\text{m}$, 而上限可达数百微米。

需要指出: 基于光散射原理的颗粒粒径测量仪不属于直接测量法, 都是通过测定某组光散

射信号(本法中是测定空间立体角 θ_1/θ_2 内不同波长的散射光能谱), 经反演算后求得被测颗粒系的粒径大小和分布的。实际操作时, 不可避免地会在测量这些光散射信号时产生一定的误差, 这时, 反演算后是否仍能给出正确的结果, 或所导致的最终测量误差有多大? 这也是应该加以研究和探讨的。这一任务同样可以通过计算机模拟计算完成。事实上, 在当今光电技术、微电子技术的发展水平下, 以及采用计算机进行数值采集, 将散射光能信号的误差控制在 5% 甚至 2% 以内是完全可能的。数值模拟指出, 本文所提的颗粒粒径测量方法能够给出精确可靠的测量结果。

3 实验研究

除理论分析及数值模拟外, 我们还进行了实验研究, 图 2 给出了这一测量装置的原则性系统图。光源 2 选用一般光学仪器中得到普遍应用的卤素灯, 其波长约在 $0.3 \sim 2.4 \mu\text{m}$ 范围内, 光源由直流稳压电源 1 供电, 电压在 $0 \sim 12 \text{ V}$ 范围内可调, 以便根据需要改变光源

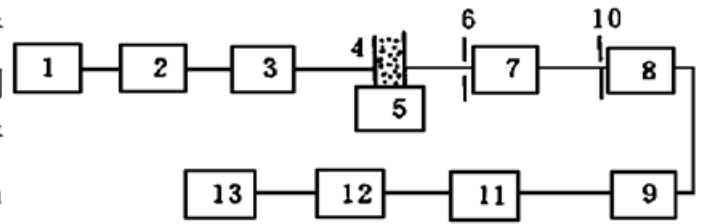


图 2 测量装置总体配置图

的输出功率和强度。光束经光学系统 3 校直 Fig. 2 General arrangement of the measuring system 后, 穿射过盛有净洁蒸馏水的样品池 4, 待测颗粒经超声分散后加入, 并由磁力搅拌器 5 使之处于悬浮状态。立体采光角 θ_1/θ_2 由挡光片 6 定义, 其散射光能经采光透镜 7 后由光电元件 8 接收, 并由分光系统 9 从接收到的白色光信号中检出若干个不同波长下的散射光能值。为了避免采用紫外或红外光后对光学元器件带来的困难和麻烦, 我们在 $0.45 \sim 0.80 \mu\text{m}$ 的可见光波段范围内检出了 7 个不同波长下的散射光能信号值, 这样, 就可以采用一般性能的光学元器件, 简化了整个光学系统。此外, 理论分析和数值模拟也指出: 7 个波长下的散射光能信号已能保证反演算的计算精度, 给出满意的颗粒粒径测量结果。需要时, 分光系统可以方便地加以调整, 以便从白色光中检出更多个波长下的信号, 满足不同的测量要求。光电元件前的小孔光阑 10 用以定义样品池中的测量区, 改变光阑孔径可以调整测量区的大小。分光后的所有散射光能信号经接口电路 11 放大, A/D 转换后送入计算机 12, 并由打印机 13 输出全部测量结果。

实验研究共分两组进行。第一组是对三种国产单分散聚苯乙烯标准颗粒的粒径进行测量, 其标签直径(或名义直径)分别为 $5.1 \mu\text{m}$, $7.0 \mu\text{m}$ 和 $9.0 \mu\text{m}$, 测量结果汇总在表 1 中。可以看出, 其相对误差均不超过 5%, 在制造厂对标准粒子所给出的允许偏差范围之内。

表 1 标准颗粒测量结果

Nominal diameter/ μm	5.1	7.0	9.0
Measured diameter/ μm	5.32	7.34	9.44
Error/%	4.3	4.8	4.9

表 2 两种 Al_2O_3 催化剂颗粒测量结果

Sample	Al_2O_3 -1	Al_2O_3 -2
$X / \mu\text{m}$	8.51	24.43
N	1.88	1.92
$D_{32} / \mu\text{m}$	4.25	11.98

表 2 给出的第二组实验是对两种 Al_2O_3 催化剂进行的, 这两种催化剂颗粒均为多分散系。经测定其特征参数分别为 $X = 8.51 \mu\text{m}$, $N = 1.88$ 和 $X = 24.43 \mu\text{m}$, $N = 1.92$, 平均粒径 D_{32}

相应为 $4.25 \mu\text{m}$ 和 $11.98 \mu\text{m}$ 。为了对比,还用传统的激光测粒仪对这两种催化剂进行了测量。测量是在相同条件下进行的,所测得的平均粒径 D_{32} 分别为 $4.50 \mu\text{m}$ 和 $13.36 \mu\text{m}$ 。可以看出,两者的吻合程度是相当好的。

参 考 文 献

- 1 T. Allen. Particle Size Measurement. 3rd Ed., Chapman & Hall. 1981
- 2 H. D. Barth, R. B. Flippen. Particle size analysis. *Analytical Chemistry*, 1995, **67**(12): 257~ 272
- 3 H. D. Barth, ed. Modern Method of Particle Size Analysis. New York : John Wiley & Sons, 1984. 142 ~ 145
- 4 H. C. Van de Hulst. Light Scattering by Small Particles. New York : John Wiley & Sons, 1957. 135~ 147

A Novel Method Using Light Scattering Energy Spectrum for Particle Size Analysis

Wang Naining

(College of Power Engineering, University of Shanghai for Science and Technology, Shanghai 200093)

Xu Guandong

(Physics Department, Wenzhou Pedagogical Teachers College, Wenzhou 325003)

Abstract Based on the light scattering principle, a novel method for particle size analysis is presented in this paper. As distinguished from the traditional light scattering based laser particle sizers, a white light is used as the light source and the scattered light energy within only one solid angle is collected. The particle diameter and its size distribution are then acquired from the inversion calculation. Theoretical analysis, numerical simulation as well as the experimental investigation are presented and discussed.

Key words particle sizing, light scattering, scattered light energy spectrum