

# 侧向光散射式颗粒计数技术的研究\*

黄廷磊 郑 刚 王乃宁 虞先煌 孙 浩

(上海理工大学动力学院 上海 200093)

**提要** 分析了一种光学颗粒计数器设计技术的理论和方法,并研制了一套用于颗粒计数的实验装置。经过实验验证,该装置能够对液体介质中的颗粒状杂质的数量和粒径进行检测。试验表明,该装置不仅能够测量大颗粒,而且还能够检测较小的颗粒。

**关键词** 光散射,颗粒,光通量,污染

## 1 引 言

随着科技的发展,对液体介质中颗粒状污染物的检测变得越来越重要。例如在液压系统中设备的工作可靠性与油质的污染状况有密切关系。据资料统计,液压系统的故障约有 70% 是由于污染引起的,由固体颗粒污染物引起的液压系统故障占总污染故障的 60% ~ 70%<sup>[1]</sup>。又如在微电子工业和制药业中,对介质的洁净度均有严格要求,中国药典和英、美等国的药典也都规定了大剂量输液和小针剂注射液中每单位容积中的颗粒状杂质的数量上限。为了检测洁净介质中的颗粒状杂质,世界上少数发达国家已设计出基于多种工作原理的颗粒计数器,其中基于光散射法的光学颗粒计数器(OPC),因其测量速度快、对被测介质无干扰、适用范围广、自动化程度高等优点而被广泛采用<sup>[2,3]</sup>,而且国际标准化组织、美国医药局等均制订了相应的 OPC 检测标准。迄今为止,我国一些企业已能生产用于气体介质的光学颗粒计数器,但对液体介质中的颗粒状污染物检测主要还是依赖于进口设备。为满足日益增长的工业需求,设计了一套光学颗粒计数装置,主要对液体介质中的颗粒状污染物进行监测。经过实验验证,该计数装置能够分辨较小粒径的颗粒,本文给出了这种颗粒计数装置的测量原理和方法。

## 2 光散射式颗粒计数的原理

由米氏理论知当一束波长为  $\lambda$ , 光强为  $I_0$  的单色平面波照射到单个球形颗粒时,其散射光的光强分布为<sup>[4,5]</sup>

$$I_s = \frac{\lambda^2 I_0}{4\pi^2 r^2} (i_1 \sin^2 \phi + i_2 \cos^2 \phi) \quad (1)$$

式中  $r$  为散射颗粒与观测点的距离,  $\phi$  为入射光振动面与散射面的夹角, 强度函数  $i_1(\theta)$ ,  $i_2(\theta)$

\* 国家自然科学基金(59778017)和教育部 2000 年骨干教师基金资助项目。

收稿日期: 2000-03-16; 收到修改稿日期: 2000-09-06

为<sup>[5]</sup>

$$i_1(\theta) = \left| \sum_{l=1}^{\infty} \frac{2l+1}{l(l+1)} (a_l \pi + b_l \tau) \right|^2$$

$$i_2(\theta) = \left| \sum_{l=1}^{\infty} \frac{2l+1}{l(l+1)} (a_l \tau + b_l \pi) \right|^2 \tag{2}$$

其中, 米氏系数  $a_l, b_l$  为折射率  $n$  和无因次参数  $a(a = \pi D/\lambda)$  的函数, 可以用半整数阶 Bessel 函数和第二类 Hankel 函数表示;  $\pi$  和  $\tau$  与散射角  $\theta$  有关, 可以用  $\cos\theta$  的 Legendre 和一阶缔合 Legendre 函数表示, 详细表达及计算方法见文献[6~ 8]。由式(2)可知, 强度函数  $i_1, i_2$  是  $a, n, \theta$  的函数。

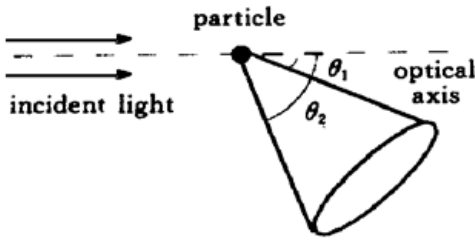


图 1 采光结构示意图

实际应用中, 各种光散射式颗粒计数装置都是采集散射光在某一空间范围内的光通量, 并由米氏理论建立起光通量与粒径 ( $F-D$ ) 之间的关系。对于异轴采光结构的光学颗粒计数器, 采光结构如图 1 所示, 图中  $\theta_1, \theta_2$  所夹的范围即为采光角, 其  $F-D$  关系为<sup>[9]</sup>

$$F = \frac{\lambda^2 I_0}{2\pi^2} \int_{\theta_1}^{\theta_2} [i_1(\theta) + i_2(\theta)] \sin\theta \arccos \left| \frac{\cos \frac{\theta_2 - \theta_1}{2} - \cos \frac{\theta_2 + \theta_1}{2} \cos\theta}{\sin \frac{\theta_2 + \theta_1}{2} \sin\theta} \right| d\theta \tag{3}$$

显然, 对于给定的入射光波长, 光通量  $F$  是颗粒直径  $D$ , 颗粒相对于液体介质的折射率  $n$  和采光角  $\theta$  的函数, 即  $F = f(D, n, \theta)$ 。当  $n, \theta, I_0$  一定时,  $F$  只是粒径  $D$  的函数。由光电检测器将单个颗粒的散射光能信号转化为一个电脉冲信号, 该电脉冲信号的幅值反映了颗粒的粒径大小, 只要使测量区内在任一瞬间仅有一个颗粒流过, 根据脉冲信号的个数就可计算出颗粒的具体数量。

### 3 散射光强分布及 $F-D$ 关系数值模拟

根据计算式(1)和(3), 编制了不同角度下的散射光强分布情况以及  $F-D$  关系计算程序, 部分计算结果如图 2~ 5 所示。

图 2 给出了折射率  $n = 1.33$  的颗粒的散射强度函数  $i_1(\theta)$  和  $i_2(\theta)$  曲线, 其中实线为  $i_1(\theta)$  曲线, 虚线为  $i_2(\theta)$  曲线。为便于比较, 将不同  $a$  时的散射强度函数曲线绘制在同一图中, 图中左右两侧数值表示散射强度, 其量纲是无因次的, 仅与散射方向有关。从图中可见,  $a$  越小,  $i_1(0^\circ), i_2(0^\circ)$  和  $i_1(180^\circ), i_2(180^\circ)$  相差越小。计算结果还表明, 当  $a \rightarrow 0$  时存在  $i_1(0^\circ) \approx i_1(180^\circ), i_2(0^\circ) \approx i_2(180^\circ)$  即前向散射光强和后向散射光强相等。 $i_1(\theta)$  曲线在  $a \rightarrow 0$  时几乎与  $\theta$  轴平行, 这说明散射光中垂直散射面的分量相对颗粒呈球对称分布;  $i_2(\theta)$  曲线在  $a \rightarrow 0$  时

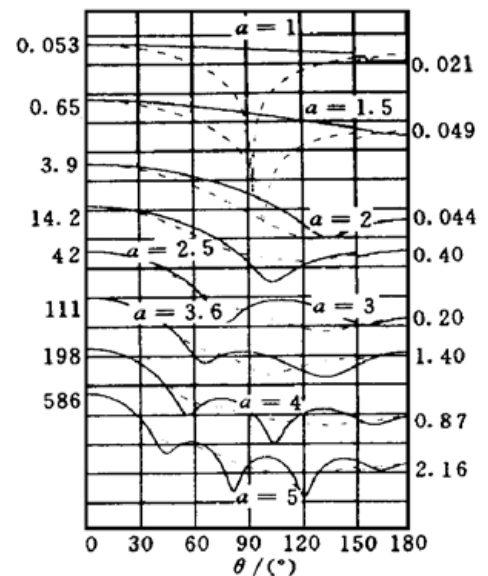


图 2 散射强度函数  $i_1(\theta)$  和  $i_2(\theta)$  曲线<sup>[10]</sup>

Fig. 2 Scattering intensity function  $i_1(\theta)$  and  $i_2(\theta)$

对  $\theta = 90^\circ$  轴对称, 即散射光中平行散射面的分量或总的散射光强对通过散射颗粒与入射光垂直的平面对称。在  $\theta = 0^\circ$  及  $\theta = 180^\circ$  处, 光强有极大值, 这就是所谓的瑞利散射情形<sup>[10, 11]</sup>。随着  $a$  的增大, 散射光强分布偏离对称性,  $i_1(0^\circ)$  和  $i_2(0^\circ)$  都比  $i_1(180^\circ)$  和  $i_2(180^\circ)$  大很多, 这说明大颗粒情况下前向散射光强与后向散射相比强很多。随着  $a$  的进一步增大, 散射光几乎全部集中在  $\theta = 0$  附近, 这种现象称为米氏效应<sup>[10, 11]</sup>。

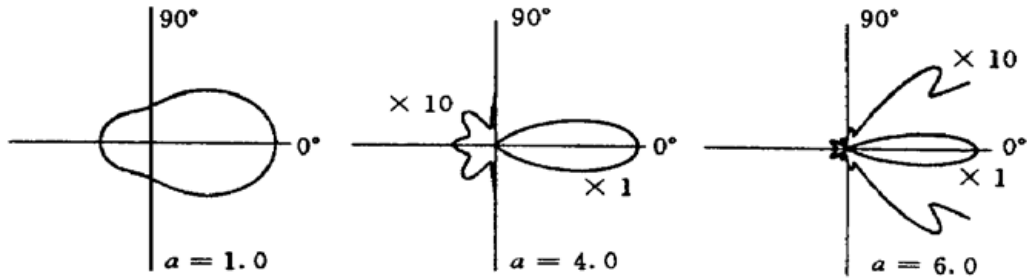


图 3 折射率  $n = 1.33$  的不同粒径颗粒散射光强的矢极图

Fig. 3 Scattering intensity distribution of polar coordinates ( $n = 1.33$ )

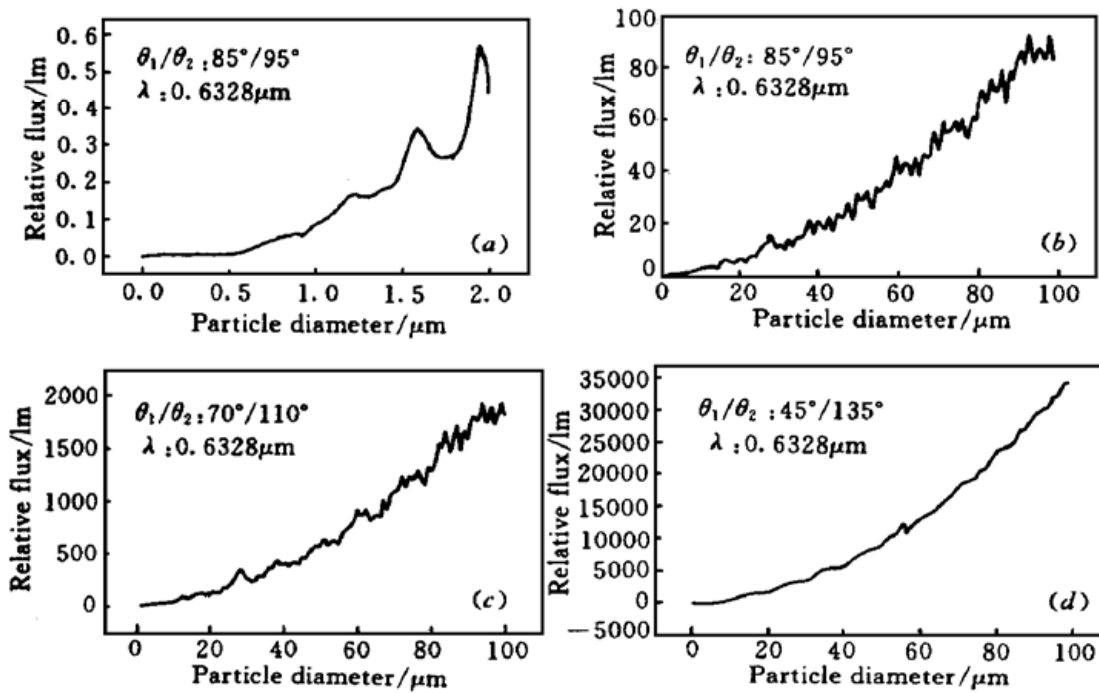
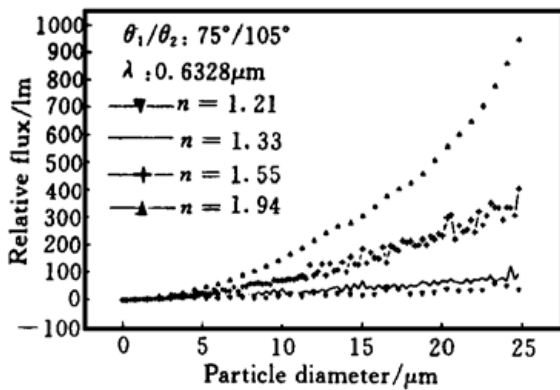


图 4 不同采光角下的  $F-D$  曲线( $n = 1.33$ )

Fig. 4  $F-D$  curve at different collecting angles ( $n = 1.33$ )

由图 3 的矢极图可以看出, 随着  $a$  的增大, 散射光强主要集中在前向, 在散射光强逐步偏离对称性的同时, 出现了一系列的散射光强极大值和极小值(即所谓的分叶结构)。它们最初是不规则分布的, 但当  $a$  很大时, 散射极大值和极小值的位置与惠更斯-基尔霍夫衍射理论一致。与非耗散(非吸收)介质颗粒相比, 耗散(吸收)介质颗粒散射光强的这种分叶结构要微弱得多, 而且主要集中在前向的小角度范围内<sup>[10, 11]</sup>。

由图 4 的  $F-D$  关系曲线可以看出, 对于给定入射光波长情况下光通量  $F$  和粒径  $D$  之间存在着多值性对应关系, 粒径很小时( $< 1.2 \mu\text{m}$ ), 曲线有很好的单调性, 但当粒径增大后, 曲线

图5 不同折射率下的  $F-D$  曲线Fig. 5  $F-D$  curve with different refractive index

开始起伏振荡。这时,根据所接收到的散射光能就难以单值地确定颗粒大小了。从图4中还可以看出,多值性关系受采光立体角影响较大。增大立体采光角可以有效地减少  $F-D$  曲线的起伏振荡程度<sup>[12]</sup>,这是由颗粒的散射特性决定的。设想当采光立体角很小时,颗粒散射光能与粒径关系曲线 ( $F-D$ ) 将逐渐退化为颗粒的散射光强与粒径关系曲线,因散射光强曲线有着明显的振荡性,加大采光立体角后,可使“峰”与“谷”互相补偿扯平,使  $F-D$  曲线变得较为平缓。增大立体采光角的另一个好处是加大了采集到的散射光能,提高了颗粒计数器的灵敏度,使仪器的最小测量粒径减小。由图5可知,  $F-D$  曲线还受折射率的影响。实际应用时,针对不同折射率的测量对象,测量结果要加以修正。

## 4 实验研究

计数器的实验装置如图6所示。图中的测量区3是一个内径约为0.25 mm的小孔,当待测颗粒流过测量区时,受到激光照射将产生散射光。在侧向( $90^\circ$ )采用光电倍增管6接收小颗粒的散射光。在同轴方向,放置光电二极管8接收大颗粒的信号光,颗粒的大小与挡光面积成正比,与光敏管的输出信号成反比。根据光电探测器接收到的光能信号就可反算出颗粒粒径大小,光电探测器的输出脉冲反映了颗粒的具体数量。在检测大颗粒时,因采用的探测器易受环境杂光和50 Hz交流信号的干扰。因此,专门设置了自适应噪声对消电路<sup>[13~15]</sup>,这样可使噪声衰减或消除掉。

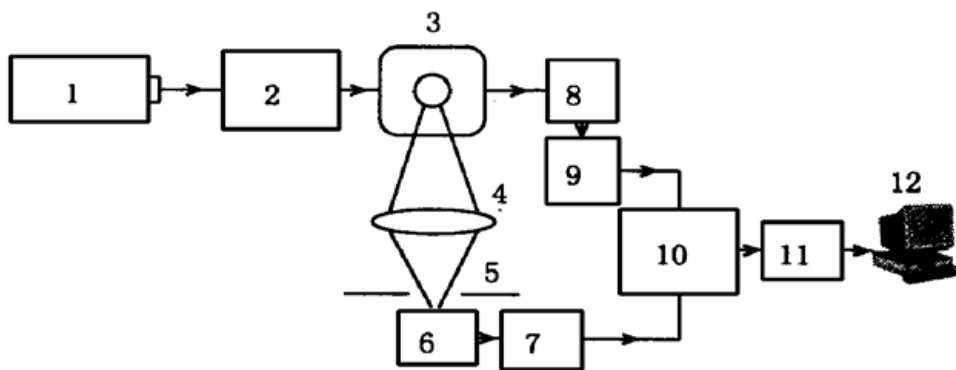


图6 实验装置示意图

1: 激光源; 2: 空间滤波器; 3: 测量区; 4: 集光透镜对; 5: 针孔; 6: 光电倍增管; 7, 9: 前置放大器;  
8: 光电二极管; 10: 自适应噪声对消电路; 11: 脉冲高度分析仪; 12: 计数和尺寸显示器

Fig. 6 General arrangement of experimental device

1: laser light source; 2: spatial filter; 3: measuring volume; 4: collection lens pair; 5: pinhole; 6: PMT;  
7, 9: pre-amplifier; 8: photosensitive diode; 10: adapted denoise; 11: pulse height analyzer; 12: display count and size

标定时使用了  $0.966 \mu\text{m}$ ,  $1.98 \mu\text{m}$ ,  $5.1 \mu\text{m}$ ,  $7.0 \mu\text{m}$ ,  $9.0 \mu\text{m}$ ,  $13.6 \mu\text{m}$  标准颗粒, 分别对每

一种标准颗粒连续测试 1000 次, 然后求取平均值作为该标准颗粒的标定电压。根据实际标定点和理论  $F-D$  关系得到本实验装置的  $F-D$  曲线, 如图 7 所示。由于缺少给定数量浓度的标准颗粒 (国内目前还不能生产此类标准颗粒), 因此很难对计数效率进行验证。实际应用中, 待测颗粒可能从测量区的边缘流过 (擦边现象), 两个或两个以上颗粒有可能同时到达测量区 (重合现象) 等。因此不同的仪器对同一样品的计数效率大相径庭, 有时候会出现 100% 的计数误差<sup>[16]</sup>。利用本实验装置对硅酸锆 ( $ZrSiO_4$ ) 稀释液进行了 5 次检测。测试结果如表 1 所示。从表中数据可看出, 在检测较大颗粒时, 重复计数的误差较小, 但在检测小颗粒时, 重复计数误差相对比较大。主要原因在于实验装置中所用的光电探测器对小颗粒的分辨能力较差, 小颗粒的散射光信号比较弱, 其电信号与探测器的本底噪声和放大器噪声处于同一数量级, 因此较难区分。

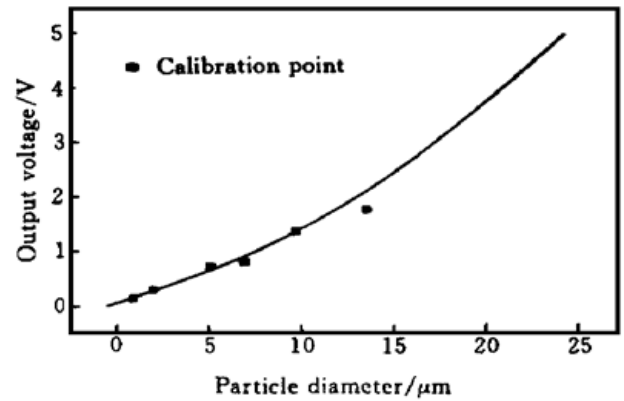


图 7 实验装置标定曲线

Fig. 7 Calibration curve of experimental device

表 1 硅酸锆溶液的测量结果 (个/毫升)

Table 1 Measurements for  $ZrSiO_4$  solution (count/ml)

No.	Diameter	Diameter					
		$> 0.5 \mu\text{m}$	$> 1 \mu\text{m}$	$> 2 \mu\text{m}$	$> 4 \mu\text{m}$	$> 8 \mu\text{m}$	$> 10 \mu\text{m}$
1		5142.0	1020.0	513.5	312.5	127.0	1.8
2		4430.5	1180.5	498.3	325.6	108.2	2.0
3		4800.0	1050.2	520.5	316.0	119.0	0.5
4		5214.5	1074.0	487.3	302.5	118.5	2.0
5		4118.0	1102.5	476.4	351.0	112.4	1.2

## 5 结 论

经过实验验证, 本文所设计的颗粒计数装置能够检测到液体介质中  $0.5 \mu\text{m}$  的颗粒状杂质, 对  $1 \mu\text{m}$  及其以上的颗粒状杂质有较好的分辨能力。通过选择暗电流较低的光电探测器、合适的光源、合理的采光立体角和设计低噪声信号处理电路, 在侧向采光的光学颗粒计数器中可以检测出更小粒径的颗粒。

## 参 考 文 献

- 1 Xia Zhi-xing. The Contamination Control of Hydraulic Pressure System. Beijing: Publishing House of Mechanics Industry, 1992. 2~ 3 (in Chinese)
- 2 T. Allen. Powder Sampling and Particle Size Measurement. London: Applied Science Publishers, 1997. 349~ 390
- 3 J. Z. Knapp, T. Barber, A. Lieberman. Liquid and Surface-borne Particle Measurement Handbook. New York: Marcel Dekker Inc, 1996. 6~ 20
- 4 L. P. Bayvel, A. R. Jones. Electromagnetic Scattering and Its Application. London: Applied Science

- Publishers, 1981. 163~ 179
- 5 C. F. Bohren, D. R. Huffman. Absorption and Scattering of Light by Small Particle. New York : John Wiley & Sons Press, 1983. 12~ 56, 83~ 129
  - 6 Wang Nai-ning, Gu Guang-liang. The Method of Numerical Calculation of Different Physical Quantities about the Light Scattering by Small Particles, 16th Annual Meeting of the American Fine Particle Society, April, 1985, U. S. A., in T. Ariman, T. N. Veziroglu, eds. Particulate and Multiphase Processes. 1987, **2**: 509~ 513
  - 7 Zheng Gang, Wang Nai-ning. The numerical computation of Mie scattering. *Applied Laser* (应用激光), 1992, **12**(5): 220~ 222 (in Chinese)
  - 8 Sheng Jian-qi, Wang Nai-ning, Gu Guan-liang. The numerical computation of light scattering for large particle. *J. University of Shanghai for Sci. & Tech.* (上海理工大学学报), 1997, **19**(2): 17~ 24 (in Chinese)
  - 9 Wang Jian-hua, Ph. D. Thesis. University of Shanghai for Sci. & Tech., 1996. 32~ 50 (in Chinese)
  - 10 H. C. Van de Hulst. Light Scattering by Small Particles. London: Chapman and Hall, 1957. 127~ 135
  - 11 Sheng Jian-qi, Ph. D. Thesis. University of Shanghai for Sci. & Tech., 1999. 31~ 40 (in chinese)
  - 12 Wang Nai-ning, Tu Lang-qi. The measurement of particles by laser angular scattering and discussion of monotony about measurements. *J. University of Shanghai for Sci. & Tech.* (上海理工大学学报), 1988, **10**(1): 1~ 8 (in Chinese)
  - 13 Zhou Ren-zhong, Yan Gui-xiang, Yu Xin *et al.*. Adapted Optics. Beijing: National Defence Press, 1996. 140~ 167 (in Chinese)
  - 14 Zhou Ren-zhong, Yan Gui-xiang. Theory and Technology of Photoelectricity Statistics. Beijing: Publishing House of Beijing University for Sci. & Tech., 1989. 210~ 215 (in Chinese)
  - 15 Zhou Bing-he. Stochastic Signal Processing. Beijing: National Defence Press, 1996. 180 ~ 202 (in Chinese)
  - 16 Staubmeßtechnik. Charakterisierung von Partikeln in Emissionen und Immissionen. Diagnostik der Staubabscheidung, 1987. 48~ 60

## Study of Particle Count Technology by Light Scattering at Right Angle

Huang Tinglei    Zheng Gang    Wang Naining    Yu Xianhuang    Sun Hao  
(University of Shanghai for Sci. & Tech., Shanghai 200093)

**Abstract** The particle count technology based on light scattering at different collecting angles is studied and a device is constructed. The experiments verify that this device can detect large particles as well as small particles in liquid media.

**Key words** light scattering, particle, light flux, contamination