

文章编号: 0258-7025(2008)01-0102-04

应用低相干动态光散射检测乳制品品质

夏 辉 黄生祥 李宏建

(中南大学物理科学与技术学院, 湖南 长沙 410083)

摘要 提出了一种检测乳制品品质的新方法。利用低相干光源和迈克耳孙干涉仪, 结合传统的激光动态光散射技术组成低相干动态光散射装置, 通过检测后向散射光场强度的自相关函数的变化来判断乳制品是否变质。以保存在冰箱和室温下的牛奶为样品, 检测了从样品中后向散射的单次散射光场强度的自相关函数, 并采用 CONTIN 算法对实验数据进行分析。结果表明, 保存在室温下的牛奶在前 5 天检测到的散射光场强度的自相关函数与保存在冰箱中的牛奶无明显变化, 但后 2 天发生了剧烈变化, 意味牛奶已变质, 而粒径分布变得更宽, 证实了该方法能对乳制品进行品质鉴定。

关键词 测量; 迈克耳孙干涉仪; 激光动态光散射; 低相干动态光散射; 牛奶

中图分类号 O 433.4; TN 247 文献标识码 A

Measuring the Quality of Milk Using Low-Coherence Dynamic Light Scattering

Xia Hui Huang Shengxiang Li Hongjian

(School of Physics Science and Technology, Central South University, Changsha, Hunan 410083, China)

Abstract A new method measuring the quality of dairy products is proposed. The low-coherence dynamic light scattering setup consists of the combination of the low-coherence source and Michelson interferometer and the traditional dynamic light scattering technology. By detecting the variation of the field autocorrelation function of the single backscattered light, the deterioration of the milk can be discriminated on-line. The autocorrelation function of the single backscattered light field intensity from milk saved in refrigerator and room temperature was detected, and the CONTIN algorithm was used to analyze the experimental data. The experimental results show that the autocorrelation function of the single backscattered light field intensity from milk saved in room temperature did not change in the anterior five days, but the autocorrelation function varied violently in posterior two days, indicating that the milk is deterioration and the particle size distribution is wider. It proves that the method can measure the quality of dairy products.

Key words measurement; Michelson interferometer; dynamic light scattering; low-coherence dynamic light scattering; milk

1 引 言

激光动态光散射法具有快速、高效、准确等特点而广泛应用于制药、生物医药、高分子、聚合物、纳米材料的检测等领域^[1~3]。但是传统的激光动态光散射所适用的样品均为低浓度的稀薄溶液, 对于高浓度悬浮溶液, 多次散射光的影响使得检测的结果有较大的误差。目前, 在检测中如何避免多次散射光的影响以及对检测到的多次散射光进行解析来获得

微粒的动态信息已成为研究的热点^[4~6]。如 A. J. Adorjan 等^[5]提出了单光束的互相关动态光散射技术测量高浓度悬浮液的微粒粒径大小, 但是这种方法受较低信噪比的限制。M. Canpolat 等^[6]则探讨了用单根光纤与散射媒质接触, 通过测量随波长变化的散射光的散射谱来分析高浓度悬浮液的微粒粒径大小, 然而这种方法不能满足目前无接触、无损伤的检测要求。对于大多数工业企业来说, 开发一种

收稿日期: 2007-05-15; 收到修改稿日期: 2007-09-07

基金项目: 国家自然科学基金(60708014), 湖南省企业技术创新基金(2006353)和中南大学科研启动基金(76112113)资助项目。

作者简介: 夏 辉(1973—), 湖南人, 副教授, 博士, 主要研究方向为激光动态光散射技术、生物医学光学检测及纳米材料的光学检测等。E-mail: xhui73@mail.csu.edu.cn

无需稀释而直接对原液样品进行无接触、无损伤检测的方法显得十分重要。近年来随着市场上乳制品的加速发展,对各类乳制品的品质进行在线检测也凸显出它的必要性。

本文利用在光学相干层析术中^[7]广泛应用的低相干光源的特性和迈克耳孙干涉仪,结合传统的动态光散射法,设计了一种低相干动态光散射装置。利用相位调制技术对后向散射的散射光光谱进行检测和分析,利用低相干光源特性对多次散射光进行有效抑制,以单次散射理论为基础,建立了一种检测高浓度悬浮溶液中微粒的粒径分布及其动态特性的快速、无接触、无损伤、准确有效的方法。本文试图利用这种低相干动态光散射装置,通过对牛奶等乳制品的检测分析,为乳制品品质的快速准确在线检测提供一种新方法。

2 原理及方法

实验所用的装置如图 1 所示。用超级发光二极管(SLD)作为低相干光源以及光纤型的迈克耳孙干涉仪(2×2 单模光纤组成)来组成低相干迈克耳孙干涉仪。超级发光二极管的中心波长为 811 nm,谱宽为 40 nm,对应的相干长度为 $l_c = 15 \mu\text{m}$ 。从光源发出的光被光纤型的干涉仪分为两束,经光校准器校准后,一束作为参照光平行照射到平面镜上,一束作为入射光平行照射到样品上。通过压电传感器(PZT)对参照光实现正弦的相位调制,调制频率为 $f_m = 2 \text{ kHz}$,最大振幅为 $\Delta L = 0.18 \mu\text{m}$ 。通过一个计算机控制的 movable 平台来调节参照光的光程。从样品后向散射来的散射光与反射回来的参照光经过干涉仪耦合后,产生的相干信号被探测器检测到后经过信号转换器输入到计算机,利用 Labview 软件完成相干信号的散射光谱的检测。

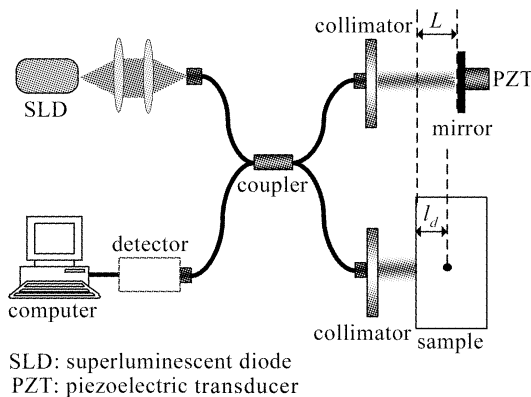


图 1 实验装置图

Fig. 1 Schematic diagram of the experimental setup

根据光的干涉原理,当从样品散射回来的散射光所经历的光程与参照光所经历的光程一样时,两束光相干涉。由于采用低相干光源,只有当两束光所产生的光程差小于低相干光源的相干长度 l_c 时,两束光所产生的干涉信号才能被检测到。通过调节参照光的光程 L ,就可以选择从样品中不同位置 $l_d = L/n$ (n 为悬浮液的折射率) 后向散射的散射光与参照光相干涉作为干涉信号被检测到,从而实现光程的可选择性。由于光源的相干长度 ($l_c = 15 \mu\text{m}$) 很小,光源的低相干性可以用来有效抑制后向散射的多次散射光^[8]。实验已证明,由不同大小的标准球形粒子组成体积分数 10% 的悬浮溶液,光在传播约 3 倍于粒子的平均自由程的范围内,利用低相干干涉仪检测到的散射光可以近似认为是单散射光^[9]。因此,在本实验中,可以近似认为从界面附近适当距离反射回来的干涉信号为单次散射光的干涉信号。由于对参照光实现了相位调制,期望单次散射光干涉信号的光场强度谱从本征的散射光信号中分离出来,在 2 kHz 处作为外差信号被检测。而散射光场强度的自相关函数可以从检测到的外差信号的光场强度谱通过傅里叶变换得到^[1]。定义玻璃容器的内表面与样品溶液的界面为光程 $L = 0$ 的位置,实验选定 $L = 25 \mu\text{m}$ 的位置为测定点^[8],取 100 次散射光谱的平均得到较平滑的光谱。样品为市贩的 Satsuraku 牛奶,将样品分为两组,一组放入冰箱保存在 $5 \text{ }^\circ\text{C}$ 条件下,另一组则放置在实验室 $24 \text{ }^\circ\text{C}$ 的室温条件下,连续一周,对两组样品每天各进行一次测量。

3 实验结果及分析

实验检测到的散射光干涉信号的光谱如图 2 所

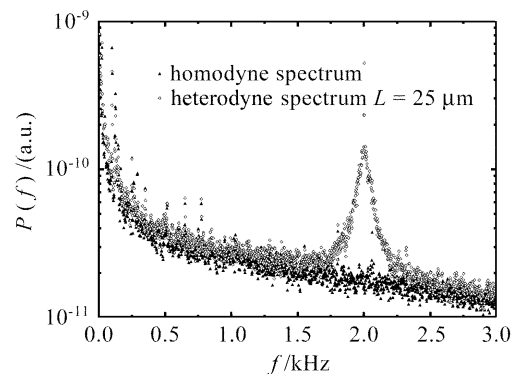


图 2 从样品中后向散射的本征以及外差光谱图

Fig. 2 Illustration of the measured homodyne and heterodyne power spectra of light backscattered from the sample (Satsuraku milk)

示。可以看出,由于对参照光进行了相位调制,散射光场强度的光谱从散射光的本征谱中分离出来,以尖峰的形式出现在调制频率2 kHz的周围。将所测得的散射光的外差干涉信号谱与本征谱相减得到散射光场强度的光谱,取频率为1~3 kHz之间的散射光的光谱进行分析。通过对所得到的散射光场强度的光谱进行傅里叶变换,得到散射光场强度的自相关函数。

按照单次散射理论,对于一个多分散系统,悬浮液中含有多种粒径的微粒,散射光场强度自相关函数不再是简单的单指数衰减形式,而是扩散率分布函数 $G(T)$ 的积分形式。即散射光场强度的自相关函数 $\gamma(\tau)$ 与扩散率分布函数 $G(T)$ 之间满足拉普拉斯变换关系^[1]。考虑到实验中检测到的是单次散射光场强度的自相关函数,因此可以用单次散射理论来解析实验数据。对于实验测得的散射光场强度的自相关函数,如果能用拉普拉斯反演得出扩散率分布函数 $G(T)$,那么利用爱因斯坦-斯托克斯(Einstein-Stokes)公式^[1],就可以求得微粒体系的粒径分布 $G(R)$, R 为粒径大小。基于最小二乘法拟

合原理,由光子相关谱数据反演微粒体系粒径分布的反演算法有许多,本文用 CONTIN 算法^[10]来实现拉普拉斯反演,从检测到的散射光场强度的自相关函数直接得到粒子的流体动力学半径分布 $G(R)$ 。

对于保存在冰箱中的牛奶,每天的测量结果如图3(a1)所示,可见连续一周所测得的散射光场强度的自相关函数几乎没有多大的变化。假设牛奶的粘滞系数为水的粘滞系数,且其折射率为1.33,根据实验系统,散射角 $\theta = \pi$,光源的中心波长为 $\lambda_0 = 811 \text{ nm}$ 。根据测到的散射光场强度的自相关函数数据,采用 CONTIN 算法来考察牛奶中微粒流体动力学半径分布情况,其结果如图3(b1)所示,可见粒径主要分布在以150 nm为中心平均粒径的附近,这意味着经过一周,保存在冰箱中的牛奶,其微粒的粒径并没有发生大的变化,也就是说经过一周后并没有发生变质。图3(a2)显示了对放置在实验室24 °C室温条件下牛奶样品的检测结果,可见在前5天检测到的散射光场强度的自相关函数并没有明显的变化,但后2天检测到的散射光场强度的自相关函数

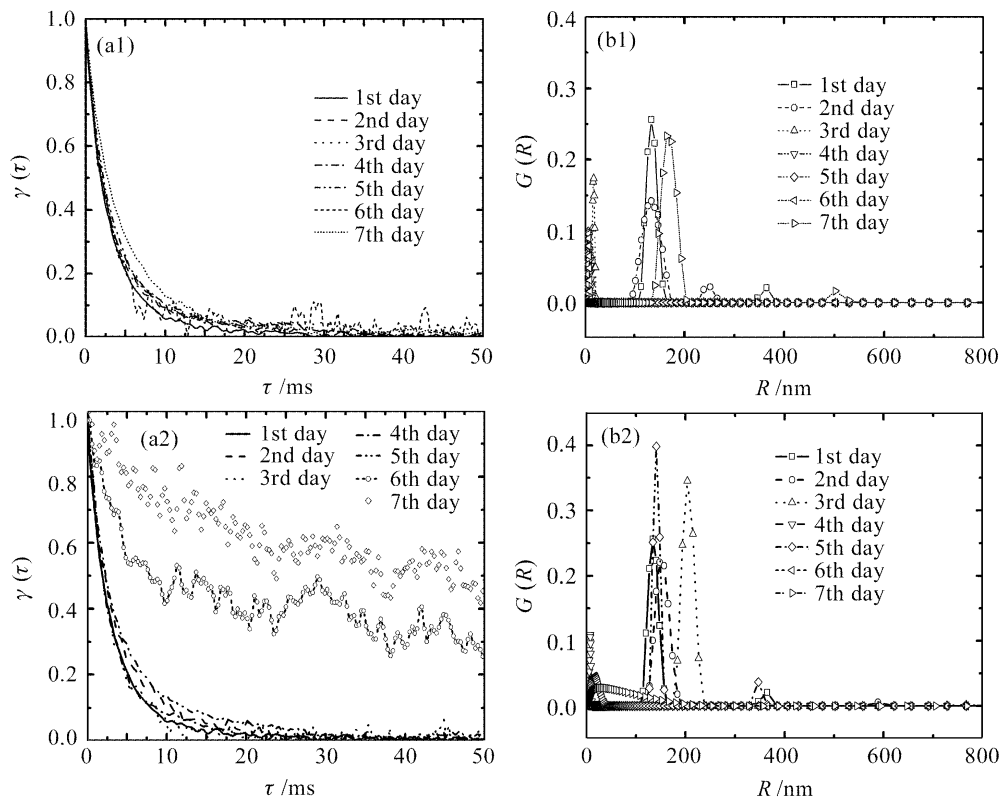


图3 在不同条件下放置的牛奶,检测到的单次散射光的光场强度的自相关函数(a1),(a2)以及对应的粒径分析(b1),(b2)
(a1),(b1) 冰箱;(a2),(b2) 室温

Fig. 3 Measured the field autocorrelation functions (a1), (a2) and corresponding particle size distribution (b1), (b2) of the single scattering regime from milk saved under different conditions
(a1), (b1) in refrigerator; (a2), (b2) in room temperature

发生了明显剧烈的变化,其时间衰减变得更缓慢,这意味着放置在室温条件下的牛奶已经变质。对应的 CONTIN 解析结果图 3(b2)也表明了这一点。可以看出,在室温条件下放置了 5 天的牛奶,其微粒的粒径分布与保存在冰箱中的牛奶样品一样,均出现在以 150 nm 为中心平均粒径的附近,而后 2 天牛奶微粒的粒径分布变得更宽,牛奶已经变质。

4 结 论

利用低相干动态光散射装置,提出了一种在线检测牛奶等乳制品品质的新方法。通过检测从乳制品反射回来的单次散射光场强度的自相关函数的变化来判定乳制品是否变质。以牛奶为样品,检测保存在冰箱和室温时单次散射光的光场强度的自相关函数及其对应的粒径分布,结果证明该方法能快速、准确、无损地对乳制品进行品质鉴定,为各类乳制品品质的在线动态检测提供一种新思路。

致谢 感谢日本东京农工大学岩井俊昭教授的大力支持。

参 考 文 献

- 1 B. J. Brene, R. Pecora. *Dynamic Light Scattering* [M]. New York: John Wiley and Sons, 1976
- 2 He Zhonghai, Luo Yunhan, Gu Xiaoyu *et al.*. A study of blood glucose concentration measurement by scattering coefficient [J]. *Acta Optica Sinica*, 2006, **26**(4):591~594
贺忠海,罗云瀚,谷筱玉等. 利用散射系数变化测量血糖浓度的研究[J]. *光学学报*, 2006, **26**(4):591~594
- 3 Ye Yunxia, Fan Dianyuan. Theoretical analysis and numerical calculation of transmitted light intensity of light scattering from nano-particle random scatterers [J]. *Acta Optica Sinica*, 2007, **27**(5):951~956
叶云霞,范滇元. 光通过纳米颗粒随机散射体透射光强的计算及分析[J]. *光学学报*, 2007, **27**(5):951~956
- 4 Deng Yong, Luo Qingming, Lu Qiang. Analyses of single backscattering spectra for a two-layer scattering medium [J]. *Acta Optica Sinica*, 2006, **26**(4):595~599
邓 勇,骆清铭,鲁 强. 双层散射介质的单次后向散射光谱分析[J]. *光学学报*, 2006, **26**(4):595~599
- 5 A. J. Adorjan, J. A. Lock, T. W. Taylor *et al.*. Particle sizing in strongly turbid suspensions with the one-beam cross-correlation dynamic light-scattering technique [J]. *Appl. Opt.*, 1999, **38**(15):3409~3416
- 6 M. Canpolat, J. R. Mourant. Particle size analysis of turbid media with a single optical fiber in contact with the medium to deliver and detect white light [J]. *Appl. Opt.*, 2001, **40**(22):3792~3799
- 7 Chen Yuheng, Ding Zhihua, Meng Jie. Reflectance spectrum measurement of multilayer film by spectroscopic optical coherence tomography [J]. *Chinese J. Lasers*, 2007, **34**(6):825~828
陈宇恒,丁志华,孟 婕. 基于光谱光学相干层析技术的膜系反射光谱测量[J]. *中国激光*, 2007, **34**(6):825~828
- 8 H. Xia, K. Ishii, T. Iwai. Hydrodynamic radius sizing of nanoparticles in dense polydisperse media by low-coherence dynamic light scattering [J]. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 2005, **44**(8):6261~6264
- 9 K. Ishii, R. Yoshida, T. Iwai. Single-scattering spectroscopy for extremely dense colloidal suspensions by use of a low-coherence interferometer [J]. *Opt. Lett.*, 2005, **30**(5):555~557
- 10 S. W. Provencher. A constrained regularization method for inverting data represented by linear algebraic or integral equations [J]. *Comp. Phys. Commun.*, 1982, **27**(3):213~227