

用全固态激光器和一维 CCD 测定微粒粒径*

贾光明 张贵忠 向望华

(天津大学精密仪器与光电子工程学院, 光电信息技术科学教育部重点实验室, 天津 300072)

摘 要 建立了一套利用线阵 CCD 探测散射光强从而测定粒径的实验装置. 该装置采用线阵 CCD 取代传统的同心环探测器, 并采用一台小尺寸全固态绿光激光器取代传统的 He-Ne 激光器. 理论上采用全 Mie 氏散射理论, 自行编写了实验数据的计算机拟合程序, 可以由实验测得的散射光强角分布反演出粒径分布信息. 对粒径分别为 4.91 μm 和 9.88 μm 的聚苯乙烯小球均取得了良好的粒径测量结果. 该装置被证实可用于测定的粒径范围为 0.7 μm ~44.0 μm .

关键词 Mie 氏散射; 粒度仪; 1D-CCD; 固态激光器

中图分类号 TN2 **文献标识码** A

0 引言

1908 年, 德国科学家 Gustav Mie 建立了球形微粒的单色光吸收与散射理论^[1]. 这套颇为复杂的理论在工业, 生物医学, 气象学等方面得到了广泛的应用, 主要进行不同环境下的粒径测量. 时至今日, 许多类型的激光粒度仪均已商业化^[2,3]. 其中绝大部分采用长度为几十厘米的 He-Ne 激光器作为照明光源, 本装置使用小型化的 532 nm 绿光激光器. 传统的光探测器为同心半环光电探测器, 而在测量中采用的是一维线阵 CCD. 上述的两项改进使粒度仪的尺寸得以缩小, 并使仪器操作得到了简化.

本文给出了 CCD 型粒径测量装置的工作原理和数据处理过程. 实验所得的两种聚苯乙烯小球粒径的测量结果表明, 该装置相对于传统的激光粒度仪而言, 结构简单, 体积小, 实用性强.

1 实验原理

典型的激光粒度仪运作方式为, 一束准直激光束入射至微粒群, 散射光强信号主要在前向被探测器收集. 当入射光为单色平面波, 微粒为单分散体系(单一直径)球形微粒时, Mie 氏理论阐述了散射光强角分布, 粒径和散射微粒的相对折射率之间的关系. 对于一束偏振方向垂直于散射平面的入射光来说^[1,4], 散射光强为

$$I_q = |S|^2 \quad (1)$$

式中下标 q 表示垂直偏振分量

$$S = \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2n+1}{n(n+1)} (a_n \pi_n + b_n \tau_n) \quad (2)$$

式中 a_n, b_n 称散射系数, 表达式较为复杂, 为相对折射率 m 的函数. 而函数 π_n 和 τ_n 可以由迭代法数值

计算得出

$$\begin{aligned} \pi_n &= \frac{2n-1}{n-1} \cos(\theta) \pi_{n-1} - \frac{n}{n-1} \pi_{n-2} \\ \tau_n &= n \cos(\theta) \pi_n - (n+1) \pi_{n-1} \\ \pi_0 &= 0, \pi_1 = 1 \end{aligned} \quad (3)$$

式中 θ 为散射角.

将方程(2)和(3)代入方程(1), 可得散射曲线: 散射光强与散射角的关系曲线图. 计算中所需要的参量为微粒粒径, 粒子相对于周围环境的相对折射率和入射光波长. 对粒度仪而言, 散射曲线是唯一可测的实验数据. 微粒粒径分布可通过反演算法由散射曲线求得.

本文进行了大量的数值模拟并提出一种有效算法, 可由散射曲线计算出单分散体系和 Rosin-Rammler 分布^[5,6] 的微粒粒径分布函数. 采用 Matlab 编程, 该快速算法能够在现行 PC 电脑上运行, 最多耗时几十秒. 算法判据是测量光强和理论光强间的最小二乘法.

2 实验及结果讨论

实验装置如图 1. 全固体 Nd:YAG 激光器的输出功率大约为 200 mW. 入射光经过一个偏振衰减器, 到达放置样品处时的功率衰减为 1.1 mW. 采用棱镜 I 和 II 使激光光束传输至显微物镜. 折叠光路的设计使激光光源离散光对实验测量的影响得以减小, 并使装置更为小型化. 其他组件是典型的光学组件, 如图 1, 横截面积为 10 mm×10 mm 的比色皿作为样品容器, 内装纯净水, 样品微粒均匀分散于其中. 散射光被口径为 100 mm, 焦距为 420 mm 的消像差透镜收集. 一维线阵 CCD^[7] 置于透镜焦平面上, 与 PC 相连, 用来记录散射光强的角分布. 在 CCD 前放置几片 ND 滤光片, 使散射光强按散射角从小到大的方向阶段性衰减.

*天津市科委基金资助(批准号: 043601011)

Tel: 022-27402464 Email: jiagm2004@yahoo.com.cn

收稿日期: 2005-04-25

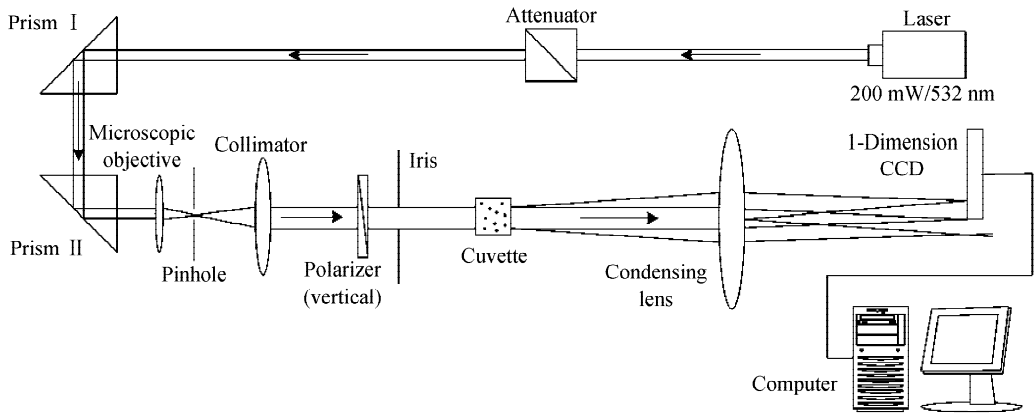


图1 测量粒径范围为 $0.7\sim 44.0\ \mu\text{m}$ 的微粒散射曲线实验装置

Fig. 1 Experimental layout for measuring scattering curve by small particles of $0.7\sim 44.0\ \mu\text{m}$ in diameter

图2为测得的由国家标准物质中心提供的粒径为 $9.88\ \mu\text{m}$ 的聚苯乙烯小球的散射曲线。为消除激光散斑等影响^[8],将 CCD 的每 72 个像元所采集到的散射光强求和平均,作为一个散射光强数据点进行处理。

时的理论曲线吻合较好。同时测量了同为国家标准物质中心提供的粒径为 $4.91\ \mu\text{m}$ 的聚苯乙烯球形微粒,结果也很好地证明了这套系统的实用性。

3 结果与讨论

本文基于全 Mie 氏散射理论建立了一套测量微粒粒径的实验系,通过对粒径分别为 $4.91\ \mu\text{m}$ 和 $9.88\ \mu\text{m}$ 的两种标准聚苯乙烯球形微粒的测量,结果证明本系统是可靠的,实用的。参照微粒的标称直径,测量结果的误差范围大约为 1.2%。微粒粒径的标称误差为 2.7%。系统的整体误差约为 5%,主要由探测器的噪音引起,如图 3,粒径范围为 $0.7\sim 44.0\ \mu\text{m}$,所测球形微粒粒径为 $9.88\ \mu\text{m}$,对应最小误差的粒径为 $10.0\ \mu\text{m}$ 。

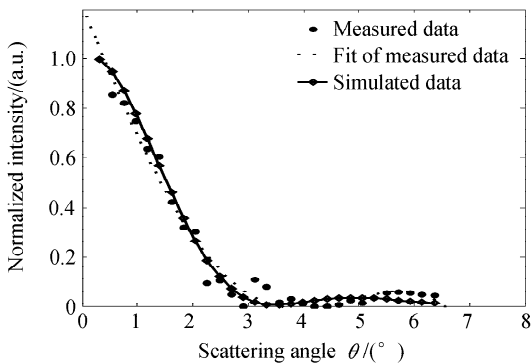


图2 粒径为 $9.88\ \mu\text{m}$ 的聚苯乙烯小球的散射光强角分布测量曲线与理论拟合曲线对比图

Fig. 2 Comparison of the measured scattering curve with the theoretical fitting for polystyrene beads of diameter $d=9.88\ \mu\text{m}$

由于在 $\theta \leq 0.6^\circ$ 的散射角范围内(保守估算),强背景光(无样品放置于光路中时)使得信号光强(样品放置于光路中时)很难通过减去背景光强的方法得到,故采用散射角大于 0.6° 的散射光强数据。另一方面,采光透镜的口径将可测的散射角范围限制在大约 6.3° 以内。在此散射角范围内,本测量系统的微粒粒径可测范围为 $0.7\ \mu\text{m}$ 到 $44.0\ \mu\text{m}$ 之间^[9]。

聚苯乙烯小球的折射率采用 $1.615^{[10]}$,因此本文中相对折射率 m 为 $1.615/1.333$ 。在反演算法中,采用的粒径范围为 $0.7\ \mu\text{m}$ 到 $44.0\ \mu\text{m}$,间隔为 $1.0\ \mu\text{m}$ 。采用的粒径间隔越小,得到的反演结果越精确,但计算时间越长。本计算程序在上述粒径范围内,通过最小二乘法选出所测微粒的粒径。对于 $9.88\ \mu\text{m}$ 的粒子,得到的最优解为 $10.0\ \mu\text{m}$ 。如图 2,测量的散射光强角分布曲线同拟合的粒径 $10.0\ \mu\text{m}$

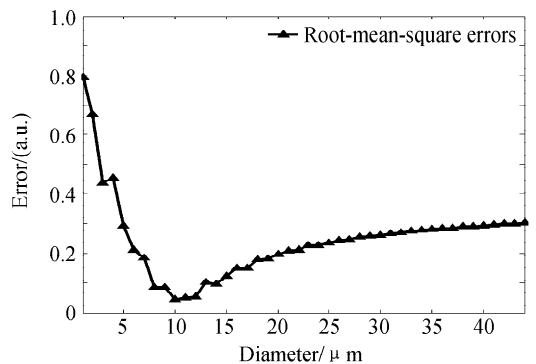


图3 测量所得散射光强角分布与理论值的根均方差

Fig. 3 Root mean square errors between measured scattering intensity and target(theoretical) intensity

如同所有基于 Mie 氏散射理论的激光粒度仪,本文中遮光率控制在 30% 以下,以消除多重散射对测量准确度的影响。

本文采用 1D-CCD 探测器和便携式 532 nm 固体激光器。前者取代了传统的同心环半圆半导体光电探测器,购置便利。后者取代了传统长且重的 He-Ne 激光器,而且鉴于实际应用中对激光功率的要求,激光器的输出功率可以更小。

对加湿器所产生水雾的测量在进行中,初步结果证明,本系统对于测量粒径分布符合 Rosin-Rammler 分布的微粒群同样实用有效. 通过在 CCD 探测器前小散射角度方向采用适当的 ND 滤光片,预计可测量粒径范围能够达到 $100.0 \mu\text{m}$ 以上.

4 结论

本文报道了一自制的激光粒度测量装置. 在实验方面,利用线阵 CCD 探测器取代传统的同心环探测器,通过测量散射光强的角分布,从而确定粒径分布. 该装置同时采用一台小尺寸全固态绿激光器取代传统的 He-Ne 激光器. 在理论方面,采用全 Mie 氏散射理论而非夫琅和费(Fraunhofer)衍射理论编写了粒径反求的计算机优化拟合程序. 在实际测试方面,该实验装置成功测得粒径分别为 $4.91 \mu\text{m}$ 和 $9.88 \mu\text{m}$ 的聚苯乙烯小球的粒度分布,分析表明,本装置的测量粒径范围为 $0.7 \mu\text{m} \sim 44.0 \mu\text{m}$.

参考文献

- 1 Bohren C F, Huffman D R. Absorption and Scattering of Light by Small Particles. USA: John Wiley & Sons, Inc, 1998
- 2 颜丙海,杨杨,王永昌. 金复合纳米微粒的消光特性. 光子学报,2003,**32**(6):698~701
Yan B H, Yang Y, Wang Y C. *Acta Photonica Sinica*, 2003,**32**(6):698~701
- 3 黄廷磊,郑刚,王乃宁,等. 侧向光散射式颗粒计数技术的研究. 中国激光,2000,**A27**:1123~1128. See also: <http://www.instrument.com.cn/zc/laserpartical.asp>

- Huang T L, Zheng G, Wang N N, *et al.* *Chinese Journal of Lasers*, 2000, **A27**:1123~1128. See also: <http://www.instrument.com.cn/zc/laserpartical.asp>
- 4 黄富泉,卢山鹰,王绍民. 高折射率玻璃微珠折射率的测量. 光子学报,2001,**30**(6):753~756
Huang F Q, Lu S Y, Wang S M. *Acta Photonica Sinica*, 2001,**30**(6):753~756
- 5 米凤文. 激光衍射粒度分析仪粒度分布求解方法的研究. 光子学报,1999,**28**(2):151~154
Mi F W. *Acta Photonica Sinica*, 1999, **28**(2):151~154
- 6 Barth H G. Modern Methods of Particle Size Analysis. USA: John Wiley & Sons, Inc, 1984
- 7 邱意弘,徐国华. 自扫描光电二极管在激光粒度仪中的应用. 分析仪器,1996,**1**:47~50
Qiu Y H, Xu G H. *Analytical Instrumentation*, 1996, **1**:47~50
- 8 Popovici M A, Mincu N, Popovici A. A comparative study of processing simulated and experimental data in elastic laser light scattering. *Mathematical Biosciences*, 1999, **157**:321~344
- 9 孙昕. 基于 Mie 散射理论测量微小球粒粒径的数值模拟及实验研究. 天津大学硕士学位论文,2005. 1
Sun X. Simulation and Experiment on Sizing of Micrometer-Scale Particles Based on Mie Light Scattering Theory. Tianjin-University Thesis of Master Degree, 2005. 1
- 10 郭红莲,程丙英,张道中. 用聚苯乙烯小球模拟生物组织中的光强分布. 物理学报,2003,**52**:324~327
Guo H L, Chen B Y, Zhang D Z. *Acta Physica Sinica*, 2003,**52**:324~327

Using Portable Laser and CCD to do Small Particle Sizing

Jia Guangming, Zhang Guizhong, Xiang Wanghua

Key Laboratory of Optoelectronics Information Technical Science, Ministry of Education, College of Precision Instrument and Optoelectronics Engineering, Tianjin University, Tianjin 300072

Received date:2005-04-25

Abstract The experimental scheme for particle sizing by detecting the intensity of scattered light with a linear CCD instead of a concentric ring detector was build. The excitation was a compact all-solid-state green laser instead of the conventional He-Ne laser. A full Mie scattering theory was employed to describe the scattering process, through computer fitting of the measured data of scattered intensity vs scattering angle, diameters of the standard polystyrene spheres of $4.91 \mu\text{m}$ and $9.88 \mu\text{m}$ dimensions were successfully retrieved. The present apparatus is proven to be simple and effective for sizing particles of $0.7 \sim 44.0 \mu\text{m}$ in diameter.

Keywords Mie theory; Particle sizing; 1D-CCD; Solid-state laser



Jia Guangming was born in 1975, received his bachelor's degree and master's degree in physico-electronics from Tianjin University in 1998 and 2002, respectively. Now he is a Ph. D. candidate at Tianjin University, his current work focuses on optical communications and the theory and application of laser.