

从散射谱反演颗粒尺寸分布的测试方法改进

戴兵¹, 袁银男², 包志华¹, 梅德清³

- 1. 南通大学电子信息学院, 江苏 南通 226019
- 2. 南通大学机械工程学院, 江苏 南通 226019
- 3. 江苏大学汽车与交通工程学院, 江苏 镇江 212013

摘要 针对从散射谱反演颗粒尺寸分布测量中, 由于衍射近似要求近前向取值而带来的反演噪声问题, 提出了一种改进的方法。在 Chin-Shifrin(C-S)积分变换反演中, 插入一种调节函数使得噪声基本消失, 又不至于影响反演谱的分布峰位置。对理想单分散颗粒群的模拟效果说明了该法的可行性。对以线阵 CCD 为接受器件的实验测量和反演结果显示, 采用调节函数后反演谱噪声基本消失, 且分布峰与标称比较吻合。说明了该法不仅可行而且效果很好。反演的结果还指出可通过改变物镜的焦距来选择采样角的上下限, 以减小反演谱中的不同问题, 在实际测量中必须权衡利弊, 采用恰当的焦距, 才能达到最佳的效果。

关键词 散射谱; 颗粒尺寸分布; 测试; 反演; 线阵 CCD

中图分类号: O433.1 文献标识码: A DOI: 10.3964/j.issn.1000-0593(2011)02-0539-04

引言

光学粒度的测量^[1,2]具有快速、不接触样品、可自动化实时等优点, 在医药、化工及环保等领域中已得到广泛应用。基于衍射的方法, 要求从大量颗粒的散射谱或透射谱反演颗粒尺寸分布^[1,3,4], 20世纪90年代出现了以矩阵迭代为反演方法、以环形光电管阵列为接受器件的测试技术^[1,3], 但该方法存在需要预知信息、数据采集量过少等缺陷^[4,5], 尽管该法已逐步进入商用, 但对其反演算法的研究仍在进行中^[6]。以 Chin-Shifrin(C-S)积分变换为反演方法、以线阵 CCD 为接受器件发展了新的测试技术^[5], 并取得初步成功。尽管避免了过去方法的一些缺陷, 但也存在一些问题^[5,7,8], 显著的一个问题是 Fraunhofer 衍射近似仅对近前向成立, 所以在对散射谱进行采样时最大采样角 θ_{\max} 必须较小, 而 C-S 积分变换反演方法要求积分区间的散射角取值从 $0 \sim \infty$, 虽然对这些颗粒而言散射谱的信息绝大部分集中在近前向, 但最大采样角 θ_{\max} 的限制还是导致了反演谱中出现了较大的噪声, 这些噪声很容易让测量者误读为颗粒的分布峰^[7,8]。本研究在 C-S 积分变换反演测量方法的基础上, 引入一种调节函数 $R(\theta)$, 使反演谱中噪声基本消失, 同时又不至于对反演谱中分布峰的位置产生影响。

1 基于衍射的 C-S 积分变换反演理论

当平行光束入射到一各向同性球形颗粒时, 若颗粒的粒径参数 $x \gg 1$ ($x = \pi d / \lambda$, d 为颗粒的直径、 λ 为入射光波长), 且其折射率为非近于 1 或非近于 ∞ , 则此颗粒在近前向的散射光谱可用 Fraunhofer 衍射来近似, 即其衍射光强可由下式表示

$$I_F(\theta, x) = I_0 \left[\frac{2J_1(x\theta)}{x\theta} \right]^2 \quad (1)$$

式中, θ 为散射角, J_1 是第一类的第一级 Bessel 函数。当照射对象为球形颗粒群时, 若光学厚度 $\tau \ll 1$, 则仅考虑单次散射, 事实上工程中遇到的很多实际问题都可作为单次散射来处理^[3,6,8]。设 $f(x)$ 是粒径参数为 x 的颗粒数目, 据式(1)可得在傅里叶平面上散射谱的光强随散射角的分布为

$$I(\theta) = \int_0^{\infty} \frac{J_1^2(x\theta)x^2 f(x)}{F^2 k^2 \theta^2} dx \quad (2)$$

式中, k 是波数, F 是焦距。颗粒的散射谱包含了颗粒大小、分布等特征信息^[7,9], Albert 和周雯等^[7,8]求得了式(2)逆问题的解析解为

$$n(x) = x^3 f(x) = -2\pi x F^2 k^2 \cdot$$

收稿日期: 2010-05-06, 修订日期: 2010-08-08

基金项目: 国家自然科学基金项目(50976051), 江苏省高校自然科学重大基础研究项目(08KJA510002)和交通运输部联合科技攻关项目(2009-353-332-280)资助

作者简介: 戴兵, 1964年生, 南通大学电子信息学院教授 e-mail: d.bing@ntu.edu.cn; ntubingdai@126.com

$$\int_0^{\infty} x \theta J_1(x\theta) Y_1(x\theta) \frac{d}{d\theta} [\theta^3 I(\theta)] d\theta \quad (3)$$

这里 $n(x)$ 为颗粒按粒径的质量分布, Y_1 是第二类的第一级 Bessel 函数, 上式称为 Chin-Shifrin(C-S) 积分变换式。图 1 是对某样品颗粒群实拍的散射谱, 可见具备了衍射特征, 只要测量出散射谱的光强随散射角的分布, 即可由式(3)反演粒径分布。

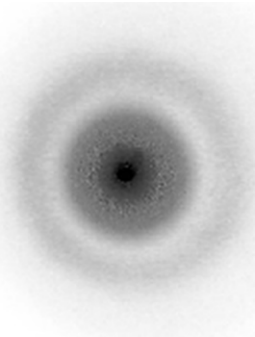


Fig 1 Scattering spectrum of particles for a sample

2 方法的改进

式(3)给出了由散射谱反演颗粒尺寸分布的一种方法。但这里也存在一个较为严重的问题, Fraunhofer 衍射近似仅对近前向成立, 而式(3)的 C-S 变换的积分区间要求衍射角从 $0 \sim \infty$ 取值, 这样最大采样角 θ_{\max} 的限制导致了反演谱中出现了噪声。面对该问题, 考虑到在傅里叶变换中使用某些调节函数并不对谱函数造成多大影响, 为此我们将某种调节函数用于 C-S 积分变换, 得到了很好的结果。其反演谱中的噪声几乎消失, 而反演谱的分布峰又基本未受影响。我们提出的调节函数如下

$$R(\theta) = \left(1 - \frac{\theta^{3/2}}{\theta_{\max}^{3/2}}\right)^{3/2} \quad (4)$$

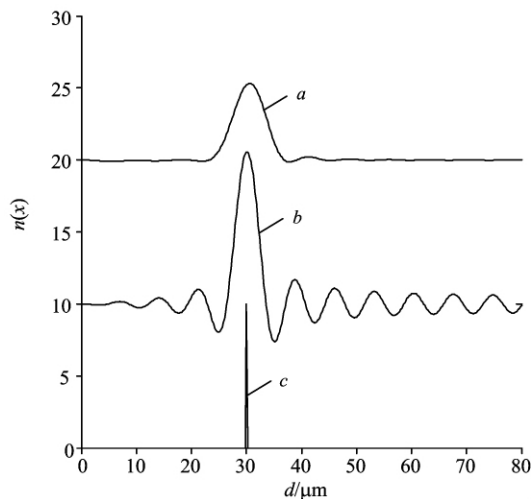


Fig 2 Effect of the regulate function in

the C-S integral transform

a: 采用了 $R(\theta)$; b: 未采用 $R(\theta)$;

c: $d=30 \mu\text{m}$ 的理想单分散分布

应用时, 将式(3)中散射光强分布 $I(\theta)$ 换成 $I(\theta) \cdot R(\theta)$ 即可。为了说明该调节函数的使用效果, 我们对 $d=30 \mu\text{m}$ 理想单分散颗粒(即所有颗粒的粒径相同)进行了模拟反演。先由式(1)计算衍射谱, 其入射光波长取 6328 \AA , 然后由式(3)计算反演谱。采样角范围取为 $0.1^\circ \sim 5.0^\circ$, 因为在实际测量中, 中央光斑包含了很强的原入射光, 所以那些更小的角度上的数据实际是很难得到的, 故我们没有在更小的角度上取值, 而 θ_{\max} 取为 5.0° 也是完全符合 Fraunhofer 衍射近似要求的。其模拟反演结果如图 2 所示, 在由式(3)计算反演谱时, 我们分别给出了未使用调节函数和使用了调节函数的效果。原 C-S 变换后反演谱存在较大的噪声(图 2b), 而采用了调节函数后反演谱噪声几乎消失(图 2a), 其效果很好, 当然也有一点不足, 那就是反演峰展宽了, 但这对实用影响很小, 因为在实际测量中, 确定峰值粒径位置是绝对第一性的需求^[1,3,8-10]。

3 实验验证

3.1 实验装置

我们以激光为光源、以线阵 CCD 为接受器件, 设计了相应的电路, 进行了实验测量。采用的实验装置如图 3 所示。

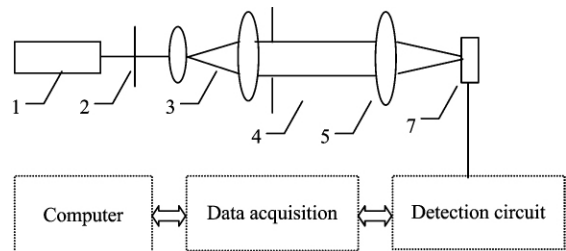


Fig 3 Schematic of the optical particle-sizing instrument

1: He-Ne Laser; 2: Attenuation; 3: Beam expander and collimation; 4: Sample volume; 5: Focusing lens; 6: Mask; 7: CCD

图 3 所示的实验装置中, He-Ne 激光器输出的光经适当衰减后, 使之滤波、扩束、准直成为平行光, 然后经可变光阑调节适度的光束入射到样品盒, 在物镜的焦平面上将形成颗粒的散射谱。实验的样品是由核工业北京化工冶金研究院提供的标准粒子乳胶球, 其折射率为 1.58, 把它悬浮在纯净水样品盒中, 于是相对折射率为 1.19。用线阵 CCD 将散射谱光强分布信号转为电信号并最终送入计算机, 线阵 CCD 型号为 TCD103C(东芝), 共有尺寸为 $11 \mu\text{m}$ 的像元 2592 个。通过调节衰减系统, 可在 CCD 上得到适当的强度分布, 为了减小中央光斑的影响, 用楔形挡板遮挡中央光斑。

3.2 测试结果及分析

图 4 是对 GBW(E)120004(标称峰值粒径 $(9.79 \pm 0.27) \mu\text{m}$) 的某次测量结果。实验中物镜焦距为 150 mm , 于是角间隔 $\Delta\theta$ 可由像元间距与焦距的比值给出, 即 $\Delta\theta = 11 \mu\text{m}/150 \text{ mm} = 0.004202^\circ$ 。图 4(a) 是测得的散射谱光强随散射角的变化, 其 θ_{\min} 和 θ_{\max} 分别为 0.5924° 和 4.8572° , 共 1015 个像素点。图 4(b) 是利用 C-S 积分变换式反演求得的粒径的质量分布 $n(x)$, 其中实线是采用了调节函数后的反演谱, 虚线

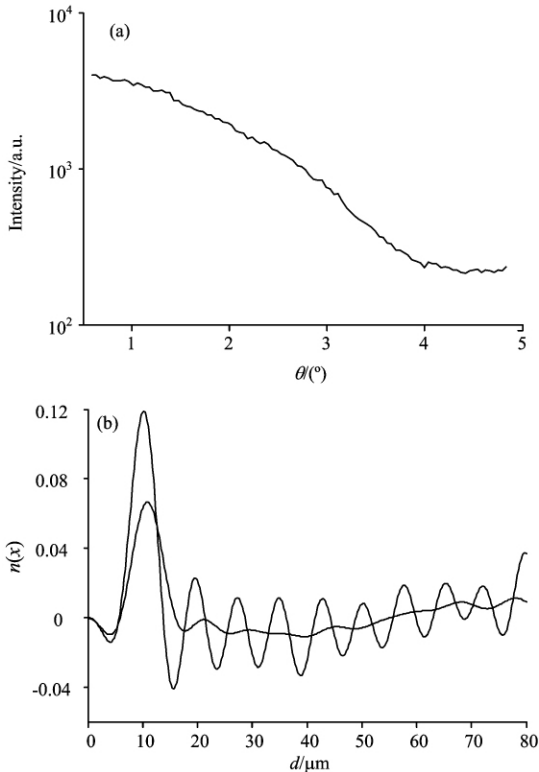


Fig 4 Measurement of a sample for GBW(E)120004
 (a): Dependence of the intensity on scattering angles;
 (b): Mass frequency obtained from the C-S inversion

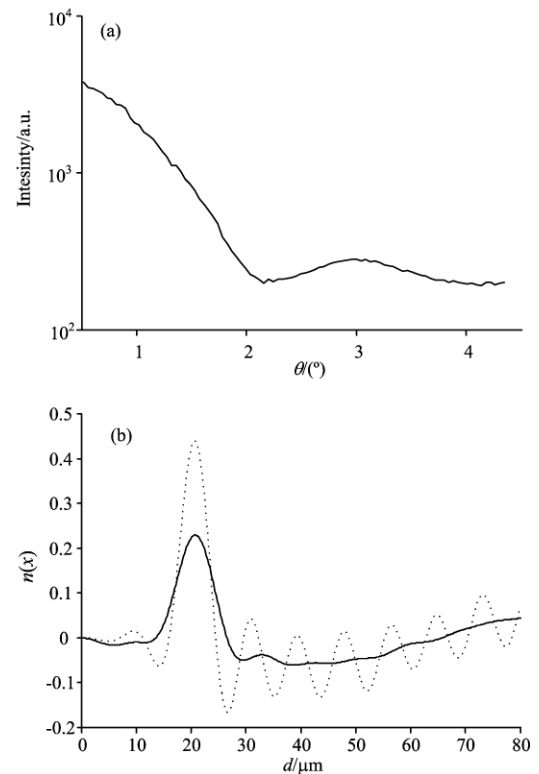


Fig 5 Measurement of a sample for GBW(E)120006
 (a): Dependence of the intensity on scattering angles;
 (b): Mass frequency obtained from the C-S inversion

是未采用调节函数的反演谱。

图 5 是对 GBW(E)120006(标称峰值粒径 $(20.20 \pm 0.01) \mu\text{m}$)的某次测量结果,其物镜的焦距仍为 150 mm,于是 $\Delta\theta = 0.004202^\circ$ 。图 5(a)是测得的散射谱光强随散射角的变化,其 θ_{\min} 和 θ_{\max} 分别为 0.5210° 和 4.3614° ,共 914 个像素点。图 5(b)是反演求得的粒径的质量分布 $n(x)$,其中实线和虚线分别是采用了和未采用调节函数的反演谱。

由图 4、图 5 可见,原来的反演谱尽管主峰与标称吻合,但存在很大的噪声,这些小峰易使测量者误读为粒径分布峰。采用了调节函数后,不仅反演谱峰值与标称吻合,更重要的是原来反演谱的噪声基本消失了,我们不再会因为除了主峰外的那些小峰到底是不是粒径分布峰的问题而苦恼。当然我们也看到反演峰有所展宽,但这并不妨碍我们的正确识别。我们也看到反演谱中尾部有上翘的现象,这是因为我们的最小采样角过大,达到了 0.5° 以上,引起了小角数据的丢失,由于实际采样时存在中央光斑,尽管我们采用楔形挡板遮挡,但我们很难在更小的角度采样到有效数据。解决该问题的方法,可以增加物镜的焦距,使得对于尺寸一定的 CCD 接受器,能在更小的角度上采样。图 6 是我们采用物镜的焦距为 300 mm,对 GBW(E)120005(标称峰值粒径 $(16.14 \pm 0.36) \mu\text{m}$)测量的结果。角间隔 $\Delta\theta = 11 \mu\text{m}/300 \text{mm} = 0.002101^\circ$,在图 6(a)散射谱光强随散射角的变化中, θ_{\min} 和 θ_{\max} 分别为 0.2689° 和 4.1996° ,共 1871 个像素点。图 6(b)是反演求得的粒径质量分布 $n(x)$,可见不仅采用调节函数后反演谱的噪声消失,而且由于使最小采样角下降至 0.2689° ,反

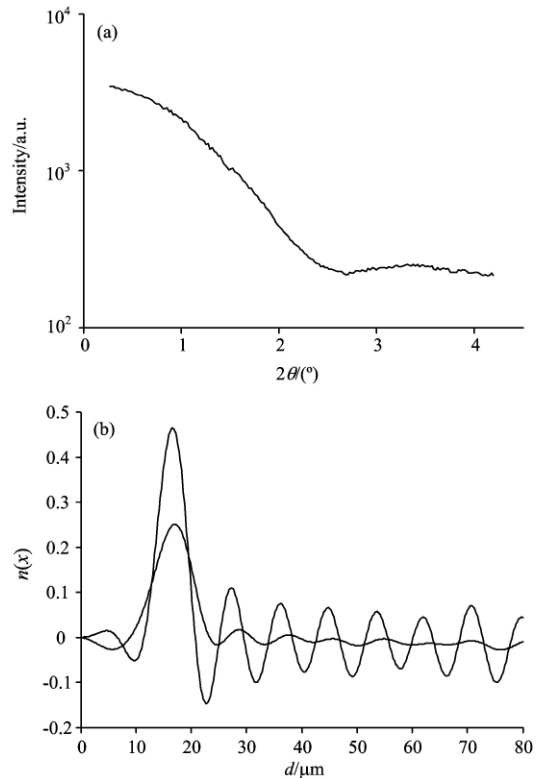


Fig 6 Measurement of a sample for GBW(E)120005
 (a): Dependence of the intensity on scattering angles;
 (b): Mass frequency obtained from the C-S inversion

演谱的尾部上翘现象也消失了。但是,也应当指出,对于尺寸一定的 CCD 接受器,物镜的焦距也不能过大,那样势必导致 θ_{\max} 取值减小,这会导致大角的数据丢失,大角的数据丢失带来的反演谱问题也许更为严重^[9,12],我们将另行讨论,这里不作赘述。在实际测量中必须权衡利弊,采用恰当的焦距。需要说明的是,对几个样品我们进行了多次测量,其散射谱光强分布、反演得到的粒径分布与图 4、图 5 及图 6 类似,这里不作重复介绍。

4 结束语

本文对散射谱反演颗粒尺寸分布的测试技术进行了方法的改进。由于基于衍射近似的测量要求在散射谱的近前向取值,导致了 C-S 积分变换的反演中存在较大的噪声,这些噪

声容易被误读为颗粒的分布峰。为此我们提出了在 C-S 积分变换中插入一种调节函数,使得反演谱的噪声基本消失,又不至于影响反演谱的分布峰位置。以有 2 592 个像素的线阵 CCD 为接受器件、设计了测试电路进行了实验测量,同时采用调节函数进行了粒度的反演,并与原方法进行了对比,结果显示:采用调节函数后反演的粒度分布谱噪声基本消失,与过去的结果比较有了很大的改进,说明该法不仅可行,而且效果很好。我们的实验也指出,可通过减小物镜的焦距来减小采样角的下限,以减小反演谱的尾部上翘现象,但焦距绝不是越大越好,对尺寸一定的 CCD,焦距过大会导致大角的数据丢失,这会给反演谱带来其他的问题,在实际测量中必须权衡利弊,采用恰当的焦距,才能达到最佳的效果。我们提出的方法为进一步提高颗粒的测试技术水平提供了一种有效的方法。

References

- [1] YANG Guan-ling, HE Zhen-jiang, XIE Li-li, et al(杨冠玲,何振江,谢莉莉,等). Opto-Electronic Engineering(光电工程), 1995, 22(3): 15.
- [2] Carter R M, Yan Y, Lee P. IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, 2006, 55(6): 2034.
- [3] ZHANG Zhi-wei, ZHENG Gang, YU Xian-huang, et al(张志伟,郑刚,虞先煌,等). Chinese Journal of Lasers(中国激光), 1995, 22(10): 743.
- [4] Joseph H Koo, Dan E Hirlleman. Applied Optics, 1992, 31(12): 2130.
- [5] DAI Bing, BAO Zhi-hua, HE An-zhi(戴兵,包志华,贺安之). Journal of Optoelectronics • Laser(光电子 • 激光), 2002, 13(6): 599.
- [6] Tang Hong, Liang Guowei. Powder Technology, 2010, 198: 330.
- [7] Albert R, Farrell P V. Journal of Fluids Engineering, 1994, 116: 357.
- [8] ZHOU Wen, CAO Wen-xi, SUN Zhao-hua(周雯,曹文熙,孙兆华). Chinese Journal of Light Scattering(光散射学报), 2007, 19(3): 236.
- [9] DAI Bing, LUO Xiang-dong, WANG Ya-wei(戴兵,罗向东,王亚伟). Acta Physica Sinica(物理学报), 2009, 58(6): 3864.
- [10] Heekyu Choia, Woong Leea, Seongsoo Kimb, et al. Materials Chemistry and Physics, 2009, 117: 18.

An Improved Method for Inversion of Particle Size Distribution from Scattering Spectrum

DAI Bing¹, YUAN Yin-nan², BAO Zhi-hua¹, MEI De-qing³

1. School of Electronics and Information, Nantong University, Nantong 226019, China

2. School of Mechanical Engineering, Nantong University, Nantong 226019, China

3. School of Automobile and Traffic Engineering, Jiangsu University, Zhenjiang 212013, China

Abstract To reduce noise in the inversion for diffraction measurement of particle size distribution from scattering spectrum, an improved method was proposed. A regulate function was induced in the Chin-Shrine integral transform that led to the noise disappearing and didn't affect the peak of inversion spectrum. The improved method was tested using linear CCD detector array. The result showed that the method largely improved previous results because of using the regulate function, and it is feasible and effective. The authors also explained that selecting the minimum and maximum of sampling angle by way of the different focal length reduced the different trouble of inversion spectrum. Using suitable focal length achieved good results in actual measurements.

Keywords Scattering spectrum; Particle size distribution; Measurement; Inversion; linear CCD

(Received May 6, 2010; accepted Aug. 8, 2010)