



**ULBS**

Universitatea "Lucian Blaga" din Sibiu



Școala doctorală interdisciplinară

Domeniul de doctorat: Inginerie Industrială

**PROIECTAREA UNUI DISPOZITIV PENTRU  
DETERMINAREA DIMENSIUNII  
PARTICULELOR DIN GAZ PRIN TEHNICI DE  
TIP DYNAMIC LIGHT SCATTERING –  
ÎMPRĂȘTIEREA DINAMICĂ A LUMINII**

- Rezumat -

doctorand:

**CRISTIAN LECA**

conducător științific:

**DAN CHICEA**

SIBIU 2021



1. Dynamic Light Scattering – scurtă descriere .....	4
2. Împrăștierea luminii pe particule.....	6
3. Analiza mișcării particulelor .....	8
4. Analiza statistică a unui ansamblu de particule .....	10
5. Prelucrarea datelor într-un experiment DLS .....	12
6. DLS în aer – probleme și soluții.....	13
7. Echipamentul experimental folosit la DLS în aer .....	15
8. Rezultate experimentale .....	16
9. Importanța DLS în aer.....	17
10. Concluzie.....	19

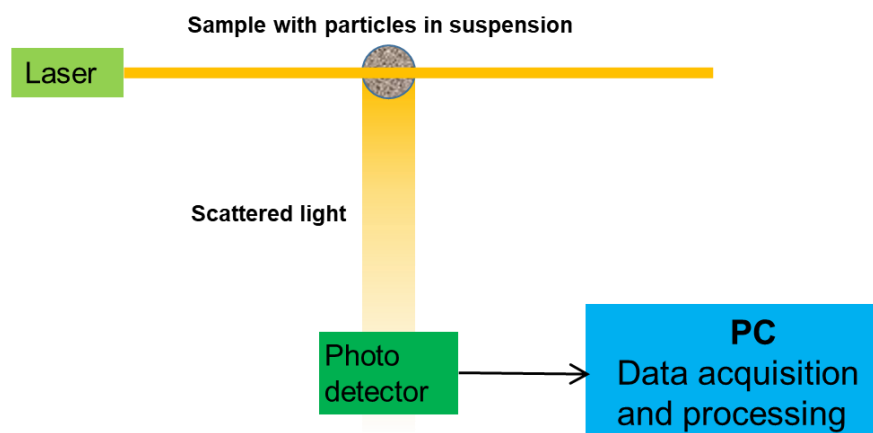
# 1. Dynamic Light Scattering – scurtă descriere

Ideea Dynamic Light Scattering, pe scurt DLS, este veche de un secol, dar tehnologia disponibilă în acel moment nu permitea realizarea practică. Echipamentul pentru DLS include o sursă intensă de lumină monocromatică și un calculator pentru prelucrarea complexă a datelor. Laserele și calculatoarele au devenit disponibile după 1965 și atunci au fost posibile primele experimente DLS.

Până în prezent, DLS a fost aplicat exclusiv pentru particule în suspensie în lichid. Scopul acestei lucrări este de a demonstra posibilitatea DLS în aer și de a descrie dispozitivul experimental pentru DLS în aer realizat de autor.

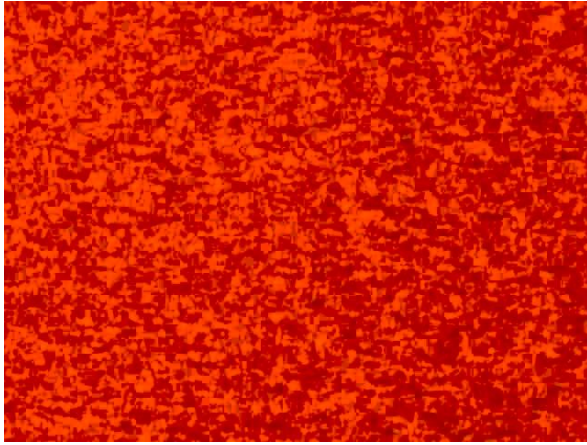
În primele capitole este prezentată o descriere foarte simplificată și intuitivă a metodei DLS clasice. Sunt incluse câteva ecuații mai importante. Sunt explicate numai cele mai importante fenomene fizice care sunt necesare pentru o înțelegere de bază a DLS. O analiză detaliată și o descriere amănunțită a DLS se află în teza completă.

Orice dispozitiv experimental pentru DLS trebuie să aibă o sursă de lumină monocromatică, o probă cu particule în suspensie, un fotodetector cu amplificator, un sistem de achiziție de date și un calculator pentru prelucrarea datelor.



Lumina monocromatică a laserului este împrăștiată de particule. Lumina de la toate particulele iluminate ajunge la fotodetector. Intensitatea luminii în orice punct, inclusiv pe fotodetector, este suma intensității luminii provenite de la toate particulele. Lumina de la fiecare particulă are o anumită fază în funcție de distanța parcursă și de poziția particulei. Prin urmare, faza rezultată pe fotodetector are o valoare între 0 și  $\pi$  în funcție de poziția particulelor. Pe fotodetector (și în orice alt punct) se creează o imagine de interferență.

Distribuția luminii în zona de lângă fotodetector este ca în imagine:



*Fotografie făcută cu un aparat de fotografiat TTL fără obiectiv.*

*Petele luminoase și întunecate se formează direct pe senzorul de imagine CCD de 23 mm.*

*Lumina roșu-portocalie provine de la un laser He-Ne.*

Petele luminoase sunt pentru interferență constructivă, petele întunecate sunt pentru interferență distructivă.

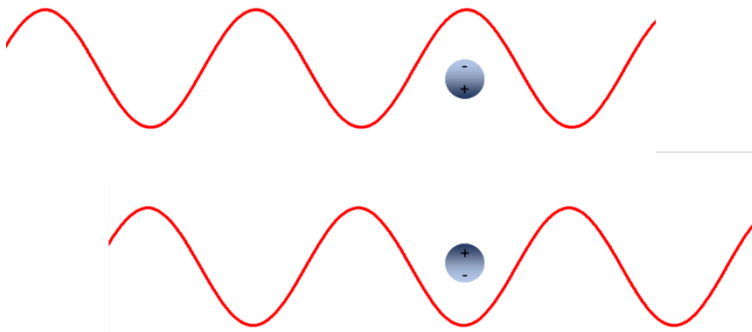
*Speckles* este termenul consacrat în Light Scattering pentru aceste pete de pe imagine.

Particulele care împrăștie lumina se mișcă continuu mai ales din cauza agitației termice (mișcare browniană). Ca urmare, distanța de la particule la detector și implicit faza se schimbă continuu. Deci faza este dependentă de timp. Schimbarea fazei  $\varphi(t)$  este aleatorie. Intensitatea instantanee a luminii pe detector este la fel de aleatorie ca și mișcarea browniană. Prin urmare, valoarea instantanee a intensității luminii nu oferă informații despre procesul de împrăștiere sau despre particule. În schimb, o cantitate mare de date colectate de la fotodetector și procesate de calculator pot oferi informațiile dorite despre particule.

Practic, mișcarea browniană a particulelor suspendate într-un lichid este mai lentă pentru particule mari și este mai rapidă pentru particule mici. Mișcarea petelor luminoase (speckles) este similară și, în consecință, semnalul generat de fotodetector are o frecvență mare pentru particulele mici și o frecvență mai mică pentru particule mari. Frecvența semnalului de la fotodetector este procesată și analizată de un computer și astfel se poate calcula dimensiunea particulelor.

## 2. Împrăștierea luminii pe particule

Câmpul electric al radiației luminoase interacționează cu particula. Oscilația câmpului electric este perpendiculară pe direcția de propagare și are frecvența  $\nu$ . Câmpul electric al luminii mișcă sarcinile din particulă și creează un dipol. Sarcinile din dipol se mișcă cu aceeași frecvență  $\nu$  ca și câmpul electric al luminii. Dacă particula este mică în comparație cu lungimea de undă, atunci câmpul electric este cvasi omogen în particulă. Ansamblul sarcinilor din particulă se va deplasa simultan și sincron cu câmpul electric al luminii. Particula devine un dipol oscilant, așa cum se poate vedea în imagine.



Momentul dipolului este:

$$\mu = \alpha E = \alpha E_0 \cos(2\pi\nu t - kx) = \mu_0 \cos(2\pi\nu t - kx)$$
$$(\mu_0 = \alpha E_0)$$

Mișcarea este sinusoidală, iar un câmp electromagnetic este generat de particulele în mișcare. Lumina împrăștiată are aceeași lungime de undă ca lumina incidentă.

Acest tip de împrăștiere, pe particule mult mai mici decât lungimea de undă, se numește împrăștiere Rayleigh și se caracterizează prin faptul că este izotropă. Lumina împrăștiată este la fel de intensă în toate direcțiile, independent de direcția luminii incidente (este independentă de unghiul de împrăștiere  $\theta$ ).

O particulă mare, cu dimensiuni comparabile cu lungimea de undă, are un comportament diferit. Părțile componente ale unei particule mari dispersează lumina cu fază diferită. Intensitatea rezultată într-o anumită direcție este suma undelor de lumină împrăștiate de fiecare parte constitutivă. Intensitatea rezultată într-o direcție depinde de mărimea și forma particulei și are o expresie complexă. În general, cea mai mare intensitate este pentru unghiul de împrăștiere mic și intensitatea scade atunci când unghiul crește.

Lumina totală împrăștiată de o particulă mare este anizotropă și este o funcție de unghiul de împrăștiere  $\theta$ . Această funcție, numită Factor de formă (Form factor), are definiția evidentă:

$$P(\theta) = \frac{I_s(q)}{I_s(0)}$$

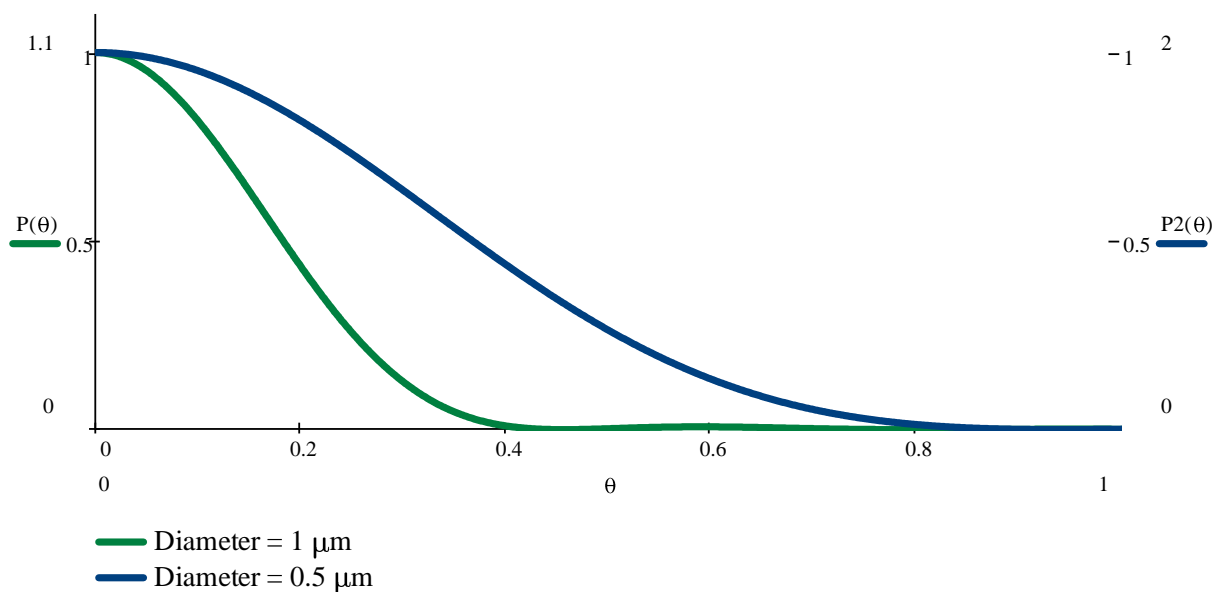
$I_s(q)$  este lumina împrăștiată în direcția dată de vectorul de împrăștiere  $q$  iar  $I_s(0)$  este lumina împrăștiată în direcția înainte, adică pentru  $\theta = 0$ . Factorul de formă depinde de câțiva parametri și este dificil de calculat în cazul general. S-a calculat cazul particular al unei particule mari, sferice, omogene:

$$P(q) = \left( \frac{3 \cdot (\sin(qR) - qR \cos(qR))}{q^3 R^3} \right)^2$$

Vectorul de împrăștiere  $q$  este definit ca schimbarea de direcție a luminii împrăștiate:

$$q = \frac{4\pi}{\lambda} \sin \frac{\theta}{2}$$

Un exemplu de factor de formă este generat în MathCad pentru  $\lambda=633\text{nm}$  (laser HeNe) și particule de 500nm și 1000nm.



Factorul de formă este foarte important în SLS (Împrăștierea Statică a Luminii). În SLS dimensiunea particulelor este calculată din măsurarea factorului de formă.

Factorul de formă nu este direct implicat în Împrăștierea Dinamică a Luminii DLS. Dar dependența dintre intensitatea luminii și unghiul de împrăștiere este foarte importantă atunci când se proiectează dispozitivul experimental.

### 3. Analiza mișcării particulelor

Principiul DLS este destul de simplu. Particulele suspendate într-un fluid au o mișcare browniană. Mișcarea depinde de mai mulți parametri: vâscozitatea fluidului, temperatura și, foarte important, dimensiunea particulelor. Evident, cu cât particulele sunt mai mari, cu atât mișcarea este mai lentă. DLS este o metodă optică de a obține informații despre viteza particulelor suspendate în fluid și, după o analiză destul de complexă, de a obține dimensiunea particulelor. Trebuie cunoscută vâscozitatea pentru a calcula mărimea, sau vâscozitatea poate fi calculată dacă mărimea este cunoscută.

Vâscozitatea  $\eta$  și raza  $R$  a unei particule sferice sunt corelate în formula lui Stokes:

$$F = 6\pi\eta Rv$$

$F$  este forța de frecare,  $\eta$  este vâscozitatea,  $R$  este raza particulelor și  $v$  este viteza.

Ecuția Stokes-Einstein pentru coeficientul de difuzie este:

$$D = \frac{k_B T}{6\pi\eta R}$$

$D$  este coeficientul de difuzie,  $k_B$  este constanta lui Boltzmann și  $T$  este temperatura în K.

Scopul principal al DLS este de a determina coeficientul de difuzie. Apoi se poate calcula raza particulelor în suspensie, cunoscând vâscozitatea:

$$R_h = \frac{k_B T}{6\pi\eta D}$$

$R_h$  este raza hidrodinamică, adică raza obținută din vâscozitate și difuzie. Raza hidrodinamică  $R_h$  este raza echivalentă a unei particule în cazul formei sferice. Dacă particula nu este sferică, forța de frecare este aceeași ca și pentru o particulă sferică cu o rază hidrodinamică echivalentă  $R_h$ .

Particulele constituente ale unui fluid, moleculele, au o mișcare continuă, aleatorie, numită mișcare termică. Un număr mare de particule cu viteze diferite și de coliziuni constituie un sistem macroscopic. Din cauza numărului foarte mare, mișcarea precisă a fiecărei particule nu poate fi prezisă nici calculată. Dar parametrii macroscopici pot fi calculați cu o precizie ridicată. Statistica fizică este cea care calculează parametrii macroscopici pe baza parametrilor microscopici ai particulelor.

DLS analizează mișcarea particulelor suspendate într-un fluid. Particulele sunt de obicei mai mici de 1  $\mu\text{m}$ , dar de aproximativ 1000 de ori mai mari decât o moleculă. Particula în



suspensie se ciocnește continuu cu moleculele din jur. Impulsul este schimbat în aceste ciocniri și particula are o mișcare aleatorie, similară cu mișcarea moleculelor, dar cu o viteză corespunzător mai mică. Viteza instantanee sau poziția unei particule suspendate în fluid nu pot fi nici prezise nici calculate. În schimb, fizica statistică poate calcula probabilitatea ca o particulă să se afle într-un anumit volum. Ne putem imagina o particulă din originea unui sistem de coordonate în momentul  $t = 0$ . Poziția inițială este  $\vec{r} = 0$ . După mai multe ciocniri cu molecule, particula va fi în poziția  $\vec{r}$  la momentul  $t$ . Particula s-a deplasat aleatoriu în timpul  $t$ . Noua poziție nu poate fi calculate, în schimb, probabilitatea de a fi localizată într-o sferă de rază  $r$  centrată în origine poate fi calculată:

$$P(\vec{r}, t|0,0) = (4\pi Dt)^{-\frac{3}{2}} \cdot e^{-\frac{r^2}{4Dt}}$$

$D$  este coeficientul de difuzie.  $r$  este distanța dintre poziția finală la momentul  $t$  și poziția inițială la momentul  $0$ . Drumul particulei este mai lung decât  $r$ , deoarece în timpul  $t$  apar mai multe coliziuni și schimbări de direcție.

Distanța  $r$  este mai mare pentru un coeficient de difuzie  $D$  mai mare. Aceasta înseamnă că este o probabilitate mai mare de a găsi particula într-un volum mai mare după timpul  $t$  pentru un coeficient de difuzie mai mare și o viscozitate  $\eta$  mai mică.

Distanța pătrată medie pe care o particulă o străbate în timpul  $t$  este:

$$\langle x^2 \rangle = 2Dt$$

O particulă ar trebui să se deplaseze la o distanță de  $\lambda / 2$  pentru a produce o interferență distructivă și astfel o variație a intensității luminii pe fotodetector. Această distanță trebuie să fie în direcția fotodetectorului, altfel trebuie luată în considerare direcția de împrăștiere. Diferența de fază este  $\Delta\varphi = \vec{r} \cdot \vec{q}$ . Pentru o interferență distructivă, diferența de fază este  $\pi$  și  $\Delta\varphi = \pi = \vec{r} \cdot \vec{q}$ . Definim un timp caracteristic  $\tau_0$  ca timpul necesar unei particule pentru a parcurge o distanță de  $\lambda / 2$ :

$$\left(\frac{\pi}{q}\right)^2 = 2D\tau_0$$

$$\tau_0 = \frac{\pi^2}{2Dq^2}$$

Acest timp caracteristic  $\tau_0$  este legătura dintre mișcarea particulelor și lumina de pe fotodetector.

## 4. Analiza statistică a unui ansamblu de particule

Funcția de autocorelație  $R_E(t)$  este introdusă pentru a se analiza lumina împrăștiată și pentru a se măsura cantitativ a fluctuațiile. În principiu, funcția de autocorelație a câmpului poate fi obținută prin măsurarea câmpului electric al luminii împrăștiată  $E_s(t)$  în momentul  $t$  și după un interval de timp  $\tau$  și calcularea produsului lor. Această pereche de măsurători se repetă de multe ori. Funcția de autocorelație se obține ca medie a produselor:  $R_E(t) = \langle E(t) \cdot E(t + \tau) \rangle$ . Sau, definiția detaliată echivalentă în cazul unei achiziții de date continue este:

$$R_E(\tau) = \lim_{T \rightarrow \infty} \frac{1}{T} \int_0^T E_s(t) \cdot E_s(t + \tau) dt$$

Integrala conține câmpul electric al luminii împrăștiată măsurat în momentul  $t$  și după o diferență de timp  $\tau$ . Aceasta este funcția de autocorelație a câmpului pentru lumina împrăștiată.

O funcție similară se poate defini pentru intensitatea luminii împrăștiată  $I_s(t)$ . Intensitatea luminii este puterea radiației luminoase pe unitatea de arie. Intensitatea este proporțională cu pătratul câmpului electric. Funcția de autocorelație a intensității este:

$$R_I(\tau) = \lim_{T \rightarrow \infty} \frac{1}{T} \int_0^T I_s(t) \cdot I_s(t + \tau) dt$$

Ambele funcții pot fi utilizate, în principiu, pentru a calcula coeficientul de difuzie, dar numai a doua, funcția de autocorelație a intensității, este practic utilizabilă.

Pentru un sistem „staționar”, funcția de autocorelație nu depinde de momentul initial  $t$  și nici de numărul de măsurători sau de durata totală a măsurătorilor. În schimb depinde de diferența de timp  $\tau$ .

Funcția de autocorelație este foarte importantă pentru DLC datorită relației sale cu frecvența fluctuațiilor luminii împrăștiată. Relația dintre spectrul luminii împrăștiată și funcția de autocorelație este dată de teorema Wiener-Hinchin (Хинчин):

$$S_I(\omega) = \int_{-\infty}^{\infty} e^{-i\omega\tau} R_I(\tau) d\tau$$

$S_I(\omega)$  este spectrul de frecvență al intensității luminii și  $\omega = 2\pi\nu$  este pulsația.

Demonstrația teoremei Wiener-Hinchin este destul de laborioasă și nu face obiectul acestei lucrări.

Intensitatea luminii este  $I(t) = \beta|E(t)|^2$  iar  $E(t) = E_0 \cdot e^{i(\vec{k}_0 \cdot \vec{r} - \omega_0 t)}$  este câmpul electric.

Funcția de autocorelație pentru intensitate este:

$$R_I(\tau) = \langle I(t) \cdot I(t + \tau) \rangle = \beta^2 \langle |\vec{E}(t)|^2 \cdot |\vec{E}(t + \tau)|^2 \rangle =$$

$$= |E_0'|^4 \beta^2 \cdot \left\langle \sum_i \sum_j \sum_k \sum_l e^{i[\phi_i(t) - \phi_j(t)]} \cdot e^{i[\phi_k(t+\tau) - \phi_l(t+\tau)]} \right\rangle$$

După efectuarea calculelor și câteva considerații fizice, funcția de autocorelație a intensității este:

$$R_I(\tau) = N^2 |E_0'|^4 \beta^2 \cdot (1 + e^{-2Dq^2|\tau|})$$

Teorema Wiener-Hinchin se poate aplica la intensitatea luminii:

$$S_I(\omega) = \int_{-\infty}^{\infty} e^{-i\omega\tau} R_I(\tau) d\tau = N^2 |E_0'|^4 \beta^2 \int_{-\infty}^{\infty} e^{-i\omega\tau} (1 + e^{-2Dq^2|\tau|}) d\tau$$

După rezolvarea integralei și ținând cont de simetria funcției  $R_I(\tau)$  în jurul lui  $\tau=0$ , spectrul intensității devine:

$$S_I(\omega) = N^2 |E_0'|^4 \beta^2 \left[ 2\pi\delta(\omega) + \frac{2(2Dq^2)}{\omega^2 + (2Dq^2)^2} \right]$$

Unii termeni pot fi grupați în  $a_0$  and  $a_1$ . Constanta din stânga poate fi pur și simplu ignorată. Se obține:

$$S_I(\omega) = a_0 \cdot \frac{a_1}{\omega^2 + (a_1)^2}$$

Această ultimă ecuație poate fi utilizată direct pentru a analiza datele furnizate de un dispozitiv experimental.

$S_I(\omega)$  este spectrul luminii împrăștiată. (Dependența de frecvență a amplitudinii.)

$a_0$  este o amplitudine (o constantă) care nu este implicată în calculele pentru DLS.

Raza particulelor se calculează din constanta  $a_1$ :

$$R = \frac{2k_B T}{6\pi\eta a_1} \left( \frac{4\pi}{\lambda} \sin \frac{\theta}{2} \right)^2$$

$\omega = 2\pi\nu$  este pulsația (viteza unghiulară) și  $\nu$  este frecvența (din măsurători),  $\lambda$  este lungimea de undă a luminii,  $\theta$  este unghiul de împrăștiere,  $D = (k_B T) / 6\pi\eta R$  este coeficientul de difuzie,  $k_B$  este constanta lui Boltzmann,  $T$  este temperatura în Kelvin,  $\eta$  este vâscozitatea.

O observație importantă: metoda DLS folosește ca date de intrare numai constante și parametri cunoscuți ai dispozitivului experimental. Nu este necesară calibrarea!

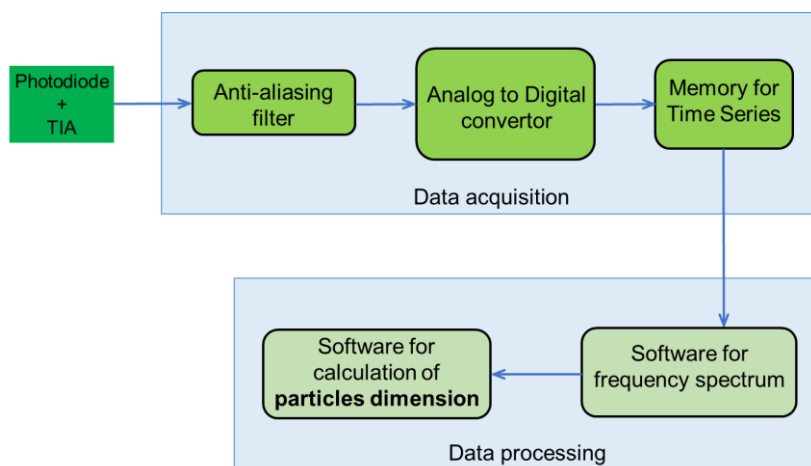
Cazul analizat aici, când toate particulele în suspensie au aceeași dimensiune și același coeficient de difuzie, se numește *soluție monodispersă (monodisperse solution)*.

În cazul general particulele în suspensie nu sunt identice. Au dimensiuni diferite și, astfel, coeficienți de difuzie diferiți. O soluție cu particule cu coeficient de difuzie diferit este o *soluție polidispersă (polydisperse solution)*. Găsirea dimensiunii particulelor sau, mai degrabă, distribuția dimensiunii pentru soluțiile polidisperse, nu este o sarcină ușoară. Au fost făcute mai multe încercări de către cercetători, dar nici nu este direct aplicabilă și toate presupun simplificări. Numai pentru informare, unele dintre aceste metode sunt enumerate aici.

- Inverse Laplace transformation
- Exponential Sampling Method
- Contin method
- Multiexponential analysis
- Cumulant analysis

## 5. Prelucrarea datelor într-un experiment DLS

Imaginea de ansamblu a echipamentului de prelucrare a datelor este în schema bloc:

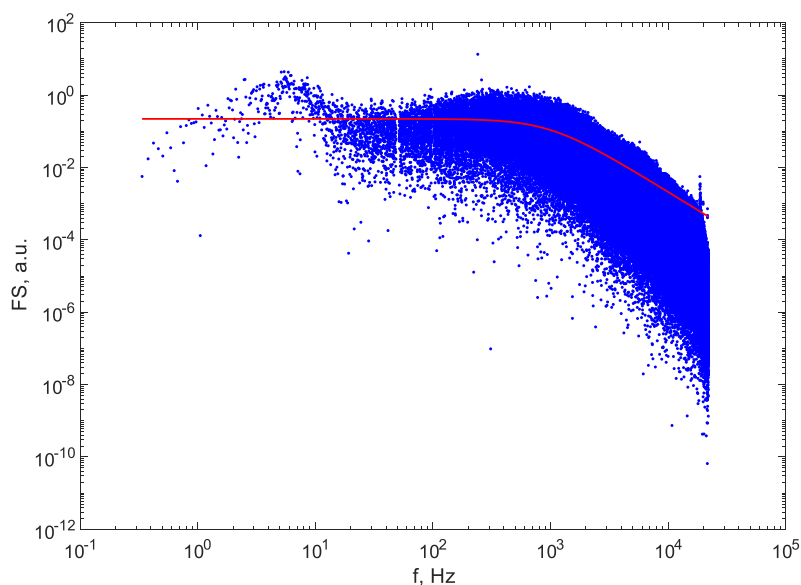


Principalele etape în achiziționarea și prelucrarea datelor sunt:

- Fotodetectorul generează un semnal electric proporțional cu intensitatea luminii.
- Semnalul este amplificat corespunzător.
- După filtrul trece-jos, un convertor analog-digital digitalizează semnalul și generează o serie temporală care este scrisă în memoria calculatorului.
- Calculatorul analizează seria temporală și generează spectrul de frecvență (prin Transformată Fourier sau rețea neuronală artificială).

- Parametrii  $a_0$  și  $a_1$  trebuie determinați astfel încât funcția analitică  $S(\omega)$  (linia Lorentziană) să se potrivească cât mai bine spectrului de frecvență experimental.
- Raza medie  $R$  a particulelor în suspensie este calculată din  $a_1$ .

Imaginea alăturată este un exemplu de potrivire a liniei Lorentziene, calculată prin metoda de minimizare a celor mai mici pătrate, suprapusă pe un set de rezultate experimentale (puncte albastre) cu zgomot mare.



## 6. DLS în aer – probleme și soluții

Scopul principal al acestei lucrări este de a efectua, pentru prima dată, Dynamic Light Scattering cu aer drept solvent. Acest scop a fost atins după ce au fost depășite câteva probleme.

### Intensitatea luminii împrăștiată

Intensitatea luminii împrăștiată este mult mai mică în cazul aerului din 2 motive. Un motiv poate fi observat în graficele spectrului de frecvență. Aria de sub linie este aceeași atât pentru apă, cât și pentru aer (pe o scară liniară). Cu alte cuvinte, aceeași putere a luminii împrăștiată este distribuită într-o bandă mai largă de frecvență.

Al doilea motiv este concentrația particulelor în suspensie. În general, particulele suspendate în aer sunt în concentrație mai scăzută în comparație cu particulele din lichid. Suspensiile lichide sunt mai tulburi decât suspensiile gazoase. Efectul direct pentru DLS în aer este că o cantitate mai mică de lumină este împrăștiată. Fotodetectorul și amplificatorul trebuie să fie mai sensibile.

### Frecvența

În DLS, spectrul de frecvență are expresia:

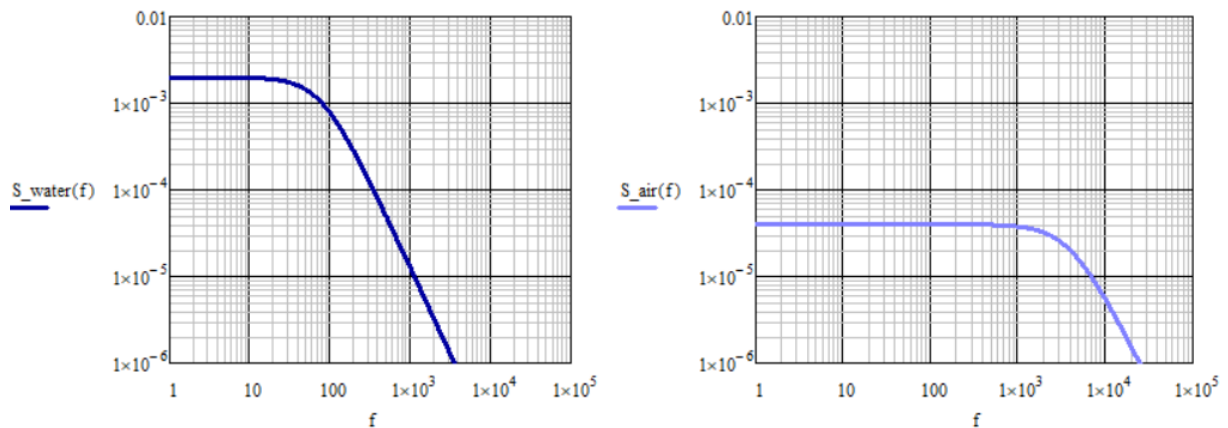
$$S_I(\omega) = a_0 \cdot \frac{a_1}{\omega^2 + (a_1)^2}$$

Parametrul  $a_1$  este:

$$a_1 = 2 \frac{k_B T}{6\pi\eta R} \left( \frac{4\pi}{\lambda} \sin \frac{\theta}{2} \right)^2$$

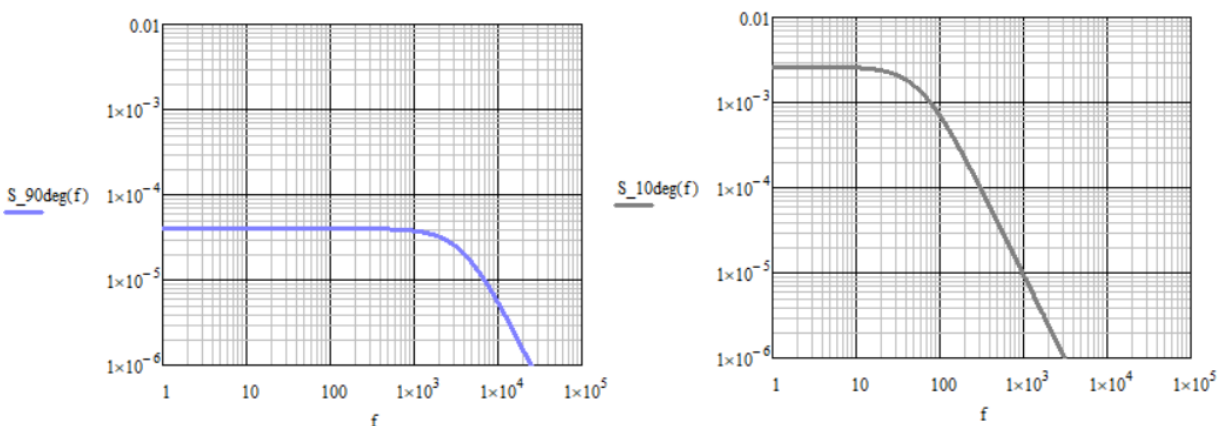
Vâscozitatea  $\eta$  a apei este de aproximativ 50 de ori mai mare decât vâscozitatea aerului la 20°C ;  $\eta$  apă = 1000 $\mu$ Pa·s iar  $\eta$  aer = 18,5 $\mu$ Pa·s.

Am făcut o simulare în MathCad a spectrului de frecvență pentru DLS în apă și în aer. În graficele de mai jos, toți parametrii sunt identici, cu excepția vâscozității.



Graficele de mai sus arată că, dacă vâscozitatea scade de 50 de ori, frecvența de colț crește corespunzător, de la 100Hz în apă la 5kHz în aer. Un dispozitiv experimental pentru efectuarea DLS în aer trebuie să fie proiectat pentru o frecvență mai mare. Cu toate acestea, dispozitivul experimental conceput de autori are unele îmbunătățiri care reduc parțial frecvența maximă necesară. În ecuația de mai sus se poate observa că o micșorare a unghiului de împrăștiere  $\theta$  poate compensa parțial scăderea vâscozității  $\eta$ , pentru aceiași valoare a lui  $a_1$ . Pentru DLS în aer s-a folosit unghiul  $\theta = 10^\circ$  în timp ce în DLS tipic, în lichid, se folosește unghiul  $\theta = 90^\circ$ .

Îmbunătățirea adusă de reducerea unghiului de împrăștiere de la 90° la 10° este evidentă în următoarele grafice MathCad. Amplitudinea e mai mare și frecvența e mai mică.



## Pregătirea eșantioanelor

Eșantioanele lichide care sunt analizate prin metoda DLS pot fi pregătite destul de ușor. Solventul cu particule în suspensie este pur și simplu turnat într-o eprubetă de sticlă care este plasată în fața laserului. Eșantioanele gazoase sunt mai dificil de pregătit și de manipulat. Particulele din aer nu sunt de obicei stabile, deoarece tind să se sedimenteze și să se unească în aglomerări mai mari. Mai mult, un eșantion de suspensie gazoasă ar trebui închis sau pregătit cumva într-o eprubetă etanșă. În experimentele noastre, a fost menținut un flux continuu de aer cu particule în suspensie pe durata experimentului.

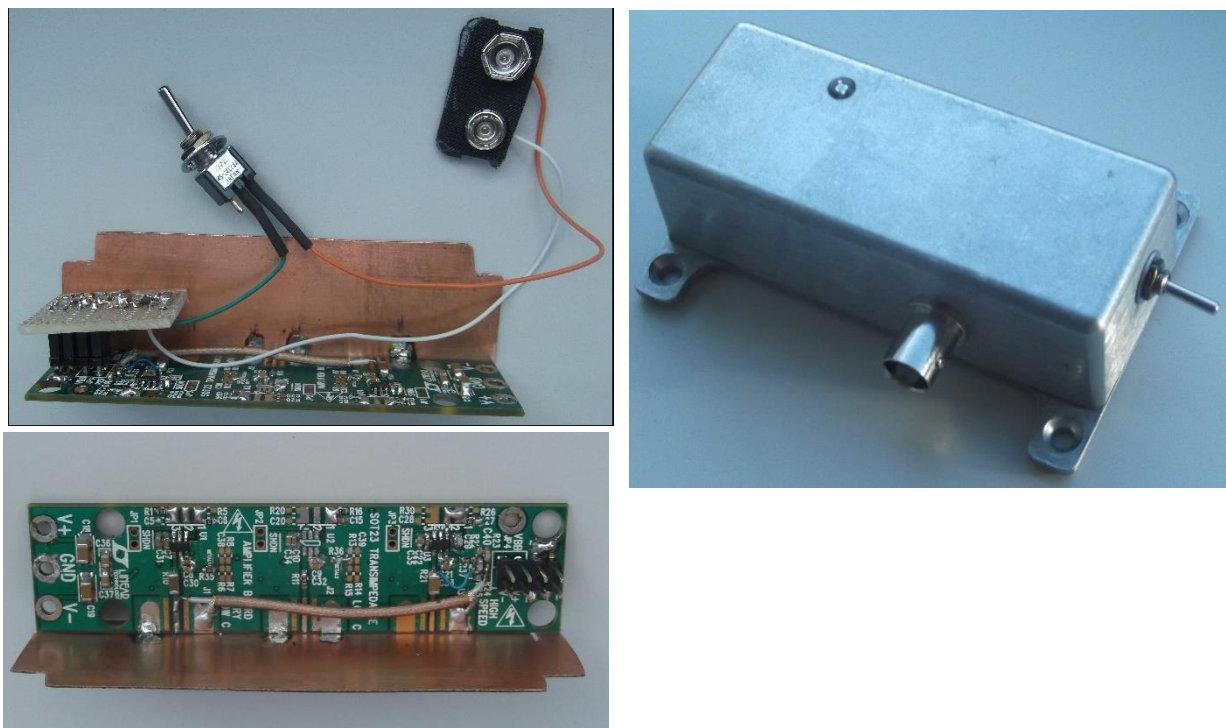
## 7. Echipamentul experimental folosit la DLS în aer

Toți parametrii echipamentului pentru DLS în aer (intensitatea luminii împrăștiată, dimensiunea petei, nivelul semnalului electric, lățimea de bandă de frecvență, erori, zgomot etc.) au fost calculați înainte de proiectarea dispozitivului experimental. Acești parametri calculați sunt cerințele pentru dispozitivul experimental. Partea electronică a fost verificată cu o sursă de lumină calibrată pentru a verifica încadrarea în parametrii proiectați.

Echipamentul utilizat pentru DLS în aer constă din următoarele componente:

- Ansamblu mecanic care susține toate componentele
- Laser He-Ne,  $\lambda = 633\text{nm}$
- Eșantion cu particule în suspensie în aer. Eșantionul este descris în capitolul următor.
- Fotodiodă PIN care trebuie să detecteze o intensitate a luminii de  $1\text{nW} / \text{mm}^2$ .
- Amplificator de transimpedanță cu amplificare =  $10^7\Omega$
- Amplificator de tensiune și filtru trece-jos cu amplificare =  $100\text{V/V}$
- Convertorul analog-digital este o placă de sunet de înaltă performanță pentru calculator. O frecvență maximă de  $20\text{ kHz}$  este suficientă pentru configurația DLS îmbunătățită cu unghi de împrăștiere mic.
- Calculator cu MatLab pentru prelucrarea datelor. Algoritmii din MatLab au fost dezvoltați special pentru găsirea parametrilor  $a_0$  și  $a_1$  optimi pentru potrivirea liniei Lorentziene pe spectrul de frecvență experimental. Dimensiunea medie a particulelor se calculează din  $a_1$ .

Întreg ansamblul format din fotodiodă, amplificator de transimpedanță, amplificator de tensiune, baterie de 9V și regulator de tensiune este montat într-o carcasă metalică de 90 mm x 40 mm x 30 mm. Această montare asigură cel mai mic zgomot și perturbații externe minime.



## 8. Rezultate experimentale

Am experimentat DLS pe câteva eșantioane de particule suspendate în aer. Rezultatele sunt expuse în tabelul următor.

Particule	$a_1$ Hz	Diametru mediu nm	Dimensiune de verificare nm	Eroare nm	Kn (Knudsen)
Fum de la hârtie arzând cu flacără	244.2	565	200-3000 Lemn arzând	45	0.14
Lumânare stinsă, fumegând	1771.4	78	30-1000 Fum de ulei	6.2	0.83
Nebulizator	410.0	336	(irelevant)	27	0.19
Fum de țigară	6166.0	22	10-4000 Fum de tutun	1.8	3
Fum de la hârtie, fumegând	9393.1	15	10-200 Funingine	1.2	4.4



Dimensiunea unor particule similare, măsurată prin metode alternative (non DLS), se găsește în coloana Dimensiune de verificare pentru confirmarea și validarea DLS în aer. Dimensiunea medie a particulelor măsurate prin DLS în aer este confirmată de dimensiunea de verificare. Totuși, rezultate experimentale trebuie privite cu prudență.

- După cum s-a explicat mai sus în acest rezumat, prelucrarea datelor s-a făcut pentru soluții monodisperse și rezultatul este doar dimensiunea medie a particulelor. Toate tipurile de particule din aer și toate eșantioanele măsurate sunt soluții polidisperse și constau din particule cu o plajă largă de dimensiuni.
- Unele experimente DLS în aer au fost făcute cu concentrație volumetrică scăzută a particulelor. Acest lucru înseamnă o intensitate mică a luminii împrăștiată, semnal cu zgomotos și erori mari la găsirea parametrilor  $a_0$  și  $a_1$ . De exemplu, particulele generate de un nebulizator (aerosolii) au o concentrație volumetrică scăzută, semnalul este foarte zgomotos și rezultatul nu este concludent.

## 9. Importanța DLS în aer

Există mai multe metode și tehnici sunt pentru măsurarea dimensiunii particulelor suspendate în aer (metode optice, metode mecanice, metode gravimetrice, cu ionizare, microscopie etc.). Împrăștierea dinamică a luminii este o metodă nouă cu anumite avantaje în comparație cu metodele existente. Deși experimentele DLS în aer efectuate de autor au erori destul de mari, aceasta este o problemă pentru toate metodele de măsurare a particulelor suspendate în aer. Microscopia optică este limitată de lungimea de undă a luminii, adică la aproximativ  $1\mu\text{m}$ . Metode mai sofisticate, cum ar fi microscopia de forță atomică, au, de asemenea, o precizie limitată. Alte metode sunt fie greoaie și dificile, fie foarte imprecise.

O particularitate remarcabilă a DLS este faptul că poate determina dimensiunea particulelor pornind numai de la mărimi constante, deci nu este necesară vreo calibrare.

Având în vedere avantajele și dezavantajele specifice ale DLS în aer, se pot imagina câteva aplicații practice și utilizări ale acestei metode.

### **Particule din gazele de eșapament**

Gazele de eșapament (fum) de la motoarele cu ardere internă sunt măsurate numai în ceea ce privește cantitatea de particule. Dimensiunea particulelor ar fi foarte utilă, dar nu poate fi

măsurată în prezent. DLS se poate aplica pentru analiza uzuală a dimensiunii particulelor din gazele de eșapament.

### **Detectoare de fum și de incendiu**

Detectoarele de fum pot detecta doar prezența sau absența particulelor în aer. Nu există alte informații despre particule sau fum. Un detector bazat pe DLS ar oferi informații valoroase despre dimensiunea particulelor. Aceste informații ar ajuta la deosebirea fumului de praf sau de alte alarme false. Pompierii ar fi fericiți să aibă informații suplimentare despre un incendiu încă de la începutul alarmei. Un detector de fum bazat pe DLS poate face diferența dintre un foc deschis și un foc mocnit, deoarece particulele de fum au dimensiuni diferite.

### **Pulberi**

Pulberile se produc sau se utilizează în multe domenii. De exemplu pigment pentru vopsele, toner pentru imprimante, făină și multe alte pulberi. Dimensiunea particulelor poate fi estimată rapid prin DLS în aer.

### **Particulate matter**

Particulate matter este termenul consacrat pentru particulele suspendate în atmosferă. Acestea sunt analizate în cadrul monitorizării mediului. O metodă alternativă de monitorizare a dimensiunii particulelor ar putea fi DLS. Totuși, DLS ar putea fi aplicat cu mare dificultate pentru Particulate matter deoarece densitatea particulelor în atmosferă este foarte mică.

### **Praf în aer**

În anumite domenii industriale praful din aer trebuie monitorizat continuu pentru siguranța oamenilor. De exemplu, praful de cărbune din mine, ciment sau pulbere de praf în construcții, pulberi în fabrici etc. DLS ar oferi informații suplimentare valoroase despre dimensiunea particulelor.

### **Aerosoli**

Aerosolii se folosesc pentru tratarea sau ameliorarea unor afecțiuni respiratorii. Pentru rezultate bune, dimensiunea particulelor generate trebuie să aibă o dimensiune optimă. Dimensiunea poate fi măsurată de DLS în aer și apoi generatorul de aerosoli (nebulizatorul) poate fi reglat în consecință.

## **Ceață**

Ceața este compusă din picături de apă suspendate în aer. Dimensiunea picăturilor este importantă pentru estimarea, de exemplu, a vizibilității sau a riscului de polei. DLS ar putea fi o metodă potrivită pentru măsurarea dimensiunii picăturilor din ceață sau din nori.

## **Alte aplicații**

DLS în aer poate înlocui diverse alte metode clasice datorită prețului scăzut și ușurinței de utilizare, în comparație cu metodele mai sofisticate. Sau poate înlocui dispozitive simple și ieftine datorită furnizării de informații suplimentare despre dimensiunea particulelor.

# **10. Concluzie**

După informațiile noastre, metoda DLS nu a fost niciodată aplicată particulelor din gaz. Această teză demonstrează posibilitatea măsurării dimensiunii particulelor în suspensie în aer prin metoda DLS. Mai mult, acest lucru este posibil printr-un dispozitiv cu cost redus, mic, portabil, automatizat, fără calibrare.

Lucrarea aceasta este o dovadă a posibilității de aplicare a împrăștierii dinamice a luminii în aer. Cercetări viitoare vor îmbunătăți cu siguranță precizia și versatilitatea metodei.

Cea mai importantă limitare la folosirea metodei DLS este, probabil, limitarea la soluțiile monodisperse. Cazul particular al soluțiilor monodisperse reprezintă doar o mică parte din situațiile în care particulele în suspensie trebuie analizate, prin urmare aplicabilitatea DLS este destul de limitată pentru moment. Cercetări viitoare vor extinde aplicabilitatea metodei DLS la soluții polidisperse.

Primul pas în direcția aplicării DLS în aer a fost făcut. Multe alte direcții de cercetare sunt deschise îmbunătățirii, rezolvării problemelor rămase și lărgirii domeniului de aplicare.

Cristian Leca

Sibiu, septembrie 2021