

# Laserdiffraktion

## - bestemmelse af partikelstørrelsesfordeling

Af laborant Charlotte Rasmussen og lektor emeritus Kristian Dalgaard, Geologisk Institut, Aarhus Universitet.

Sigtning i kombination med sedimentationsanalyser (enten ved Andreasen-pipette eller hydro-meter-metoden) har traditionelt været benyttet til bestemmelse af partikelstørrelsesfordeling. I dag er der hurtige og præcise alternativer på markedet, heriblandt laserdiffraktion.

### Geologisk sammenhæng

Partikelstørrelsesbestemmelse (eller teksturanalyse) bliver brugt til at opdele en jordprøve i klasser. Først og fremmest er man interesseret i ler, silt og sand, hhv.  $< 2 \mu\text{m}$ ,  $2-63 \mu\text{m}$  og  $63-2000 \mu\text{m}$ . Denne inddeling kan benyttes til at bestemme jordbundsforholdene, der er grundlæggende vigtige inden for bl.a. agronomi og geologi. Fx bliver jordens evne til at holde på vand påvirket af siltindholdet.

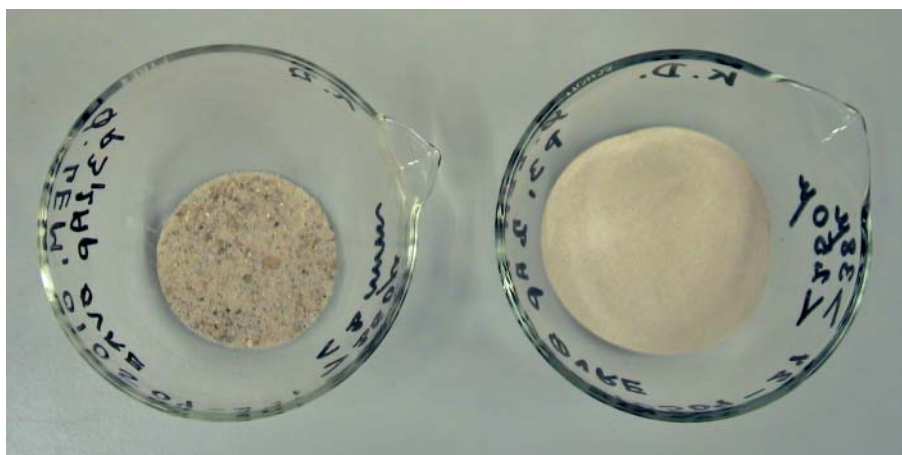
### Brug af laserdiffraktion

Udviklingen inden for laserdiffraktionsinstrumenter har taget fart siden 1980'erne og bliver beskrevet i den internationale standard ISO 13320 (visse andre analysemetoder er *ikke* baserede på internationale standarder). Metoderne er blevet forfinet igennem de seneste årtier, således at visse konfigurationer i dag kan bestemme partikelstørrelser helt op til 8,5 mm.

Sammen med polarisationsmikroskoping og røntgendiffraktion er laserdiffraktion en af de hyppigst anvendte metoder til karakterisering af partikler. Laserdiffraktion bliver brugt meget i den industrielle sektor. Det er således en af de vigtigste analysetyper til kvalitetssikring af produkter. I materialevidenskab bliver laserdiffraktion brugt til at beskrive rene stoffers og blandingers egenskaber, heriblandt partikelform og partikelstørrelsesfordeling. Ud over partiklers størrelse kan det være interessant, hvorledes deres fysiske dimensioner er, for eksempel graden af afrunding, eller hvorvidt der er tale om aflange eller sfæriske partikler.

### Definitioner af partikelstørrelse

Partikler er objekter i 3 dimensioner, som

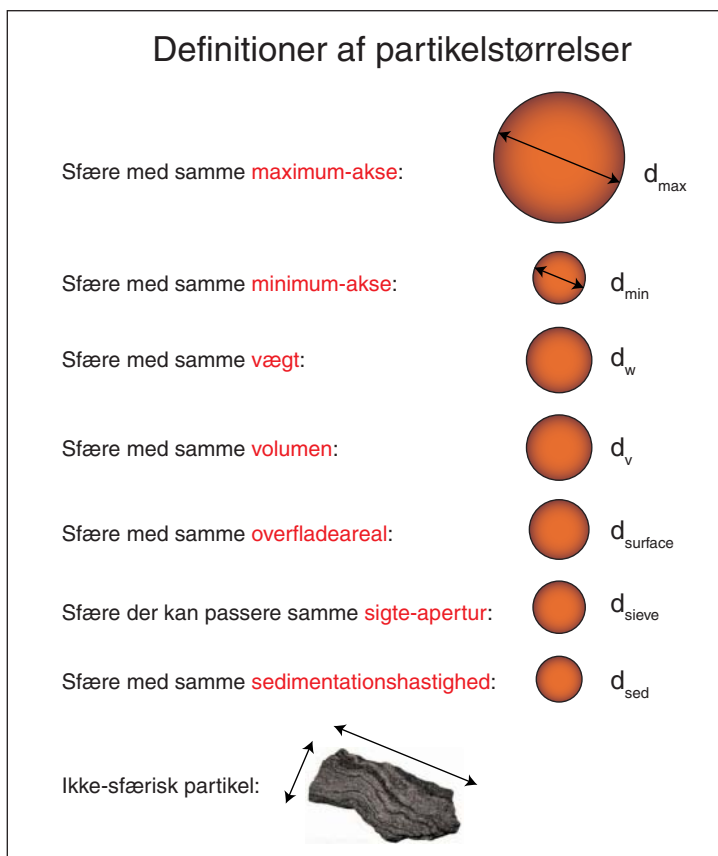


Visuelle forskelle i prøver: En dårligere sorteret, grov prøve (stor partikelstørrelse) til venstre sammenlignet med en velsorteret fin prøve (lille partikelstørrelse) til højre. (Foto: Charlotte Rasmussen)

kan beskrives ved deres 3 akser: Længde, bredde og højde. For sfærer er de 3 para-

metre lig hinanden, og partikelstørrelsen kan her beskrives med et enkelt simpelt

*En ikke-sfærisk partikel (næderst) kan tilnærmelsesvis beskrives sfærisk. Hvis man bruger forskellige metoder, vil man dog ikke nødvendigvis opnå de samme resultater. (Grafik: UVH modificeret efter Charlotte Rasmussen)*

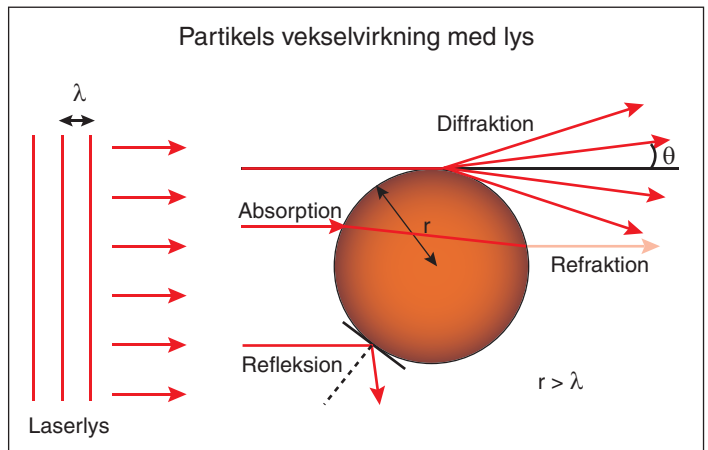


**Diffraction:** Når strålen rammer en partikel, afbøjes den på overfladen. Vinklen afhænger af partiklens størrelse. En lille partikel giver således en stor afbøjning.

**Refraktion:** Lysets brydning når det ændrer hastighed ved passage fra et medium til et andet, fx fra luft eller vand til fast stof (i form af en partikel).

**Refleksion:** Tilbagekastning af lys (spejling) når det rammer overfladen på en partikel, hvor indgangsvinkel er lig med udgangsvinkel.

**Absorption:** Lysets energi optages i det materiale, der rammes, og strålen reduceres.



Fiktiv situation hvor lys med en given bølgelængde og med et parallelt strålebundt rammer en sfærisk partikel, der er optisk tættere end det omgivende medium. Radius ( $r$ ) er i alle tilfælde meget større end bølgelængden ( $\lambda$ ). (Grafik: UVH modificeret efter Charlotte Rasmussen og Sympatec)

tal, diameteren  $d$ . Mange teknikker til bestemmelse af partikelstørrelse antager, at materialet er sfærisk, hvilket er en tilnærmelse. Når man derfor måler ikke-sfæriske partikler, risikerer man at få forskellige resultater, afhængigt af hvilken metode man benytter som vist på figuren nederst på foregående side.

### Optik og diffraction

Når lys vekselvirker med en partikel, forekommer der både diffraction, refraction, refleksion og absorption. Disse fænomener resulterer i spredning af lyset. Specielt for diffraction gælder, at lyset brydes i mønstre, som er karakteristisk for partikelstørrelsen.

Laserdiffraction til partikelstørrelsesanalyse er baseret på det princip, at partikler af en given størrelse vil afbøje laserlys i en bestemt vinkel.

Når en stråle af monokromatisk lys (for eksempel laserlys) passerer et måleområde med prøvemateriale, vil lysstrålen brydes, når den rammer et objekt. Det resulterende lysbølgefænomen danner et karakteristisk diffraktionsmønster med en lysintensitet,  $I(\theta)$ , som afhænger af afbøjningsvinklen  $\theta$ .

Fraunhofer- eller Mie-teori (teorier om lysspredning) benyttes til at tolke det brudte mønster og konvertere dette til en partikelstørrelsesfordeling. For en enkelt sfærisk partikel vil diffraktionsmønstret vise en typisk ring-struktur. Afstanden fra det første minimum til centrum er afhængig af partikelstørrelsen: Store partikler har en lille afstand, og små partikler har en stor afstand (se figuren øverst til højre på næste side).

Ikke alle partikler er sfæriske, men diffraktionsmønstre er altid symmetriske op til  $180^\circ$ . På næste side er vist fem eksempler på diffraktionsmønstre.

Når  $I(\theta)$  således er målt, kan størrelsesfordelingen udledes af formelen i boksen nedenfor til venstre.

### Laserdiffraction i Århus

Ved Geologisk Institut i Århus har man et laserdiffractionsinstrument produceret af det tyske firma Sympatec af mærket HE-

LOS. HELOS er her konfigureret med to hovedmoduler til at måle hhv. våde og tørre prøver. Hvorvidt det er det ene eller det andet modul, man skal bruge, afhænger af prøve-materialet.

I instrumentet sender en Helium-Neon-laser et monokromatisk strålebundt med en plan bølgefront ind på prøven. Laserlyset spredes på partiklerne i prøven, og de fremkommende diffraktionsmønstre afbildes ved hjælp af optik på en multi-elementdetektor. Signalerne fra multi-elementdetektoren bildebearbejdes af systemets computer, som også beregner partiklernes størrelsesfordeling.

Til våde prøver benyttes en enhed, som består af et reservoir med demineraliseret vand under omrøring. Dette reservoir er i direkte forbindelse med en kvarts-kuvette (2 eller 6 mm), som tillader laserstrålen at gennemlyse opløsningen. Til tørre prøver benyttes en anden enhed. Til dette modul hører en indføringenhed, som giver partik-

### Formel for størrelsesfordeling

$$I(\theta) = \frac{1}{\theta} \int_0^\infty r^2 n(r) J_1^2(kr\theta) dr$$

$I(\theta)$ : Lysintensiteten målt ved en given vinkel

$\theta$ : Afbøjningsvinklen

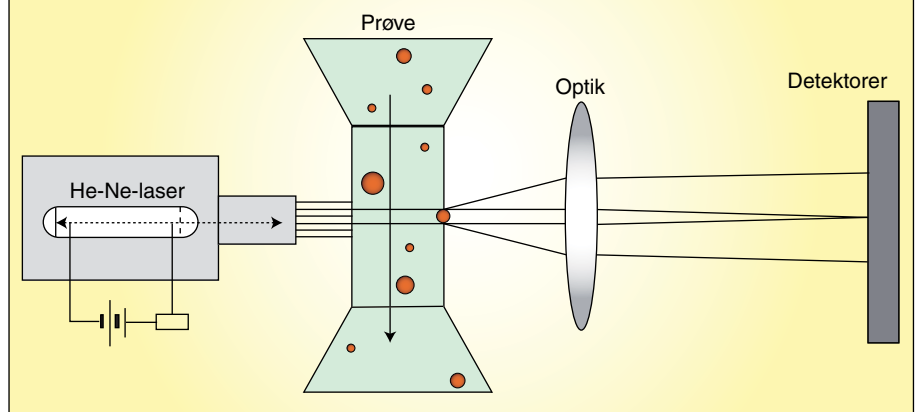
$r$ : Partiklens radius

$n(r)$ : Størrelsesfordelingsfunktion

$J_1$ : Bessel-funktion af første orden

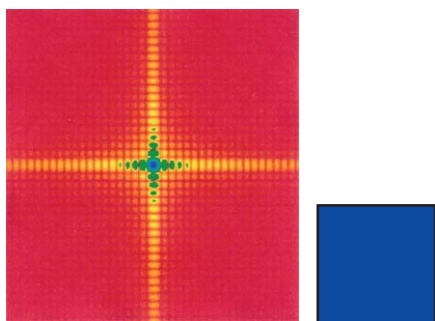
$k$ :  $2\pi/\lambda$ , hvor  $\lambda$  er bølgelængden af det monokromatiske lys

### Principskitse af Sympatecs HELOS-system

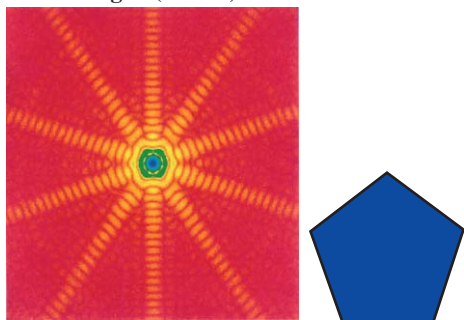


Simplificeret skitse af Sympatecs HELOS-system. He-Ne laseren udsender rødt lys med en bølgelængde på 632,8 nm. (Grafik: UVH modificeret efter Charlotte Rasmussen)

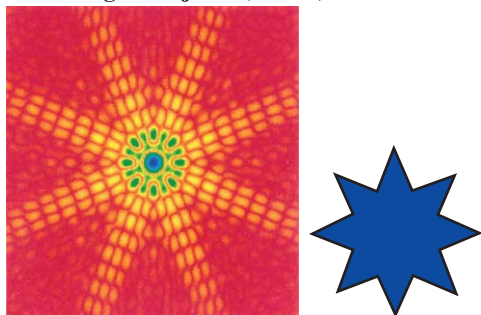
### Kvadrat (4-sidet)



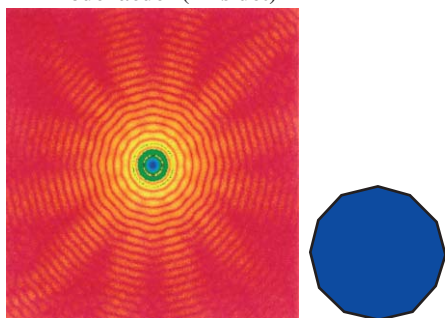
### Pentagon (5-sidet)



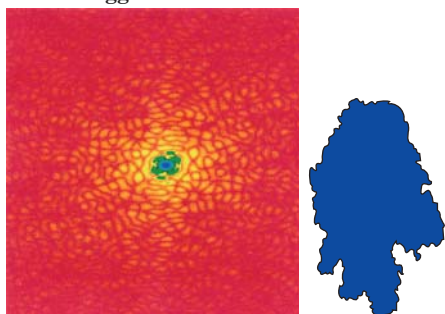
### Oktagonal stjerne (8-sidet)



### Dodekaeder (12-sidet)



### “Fnugget struktur”



Eksempler på diffraktionsmønstre for ikke-sfæriske partikler. (Grafik: UVH modificeret efter Sympatec)

ler mulighed for at falde på en kontrolleret måde gennem en skakt, hvor laserstrålen passerer. Diffraktionsmønstrene bliver for begge moduler målt i den modsatte ende af instrumentet, hvor der sidder en detektor.

Instrumentet er udstyret med tre valgbare linser, der er optimeret inden for deres måleområde. Geologisk Institut har valgt en opsætning, der dækker henholdsvis 0,18-35,0  $\mu\text{m}$ , 1,8-350,0  $\mu\text{m}$  og 18,0-3500,0  $\mu\text{m}$ . Det vil sige partikelstørrelser op til 3,5 mm.

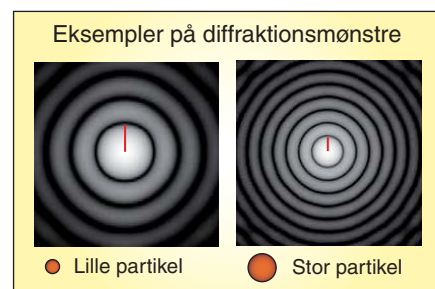
Analysen styres af software, som kontrollerer de forskellige måleparametre (bl.a. omrøring i reservoiret, afgangning med ultralyd, længden af hver enkelt måling og så videre).

Laserdiffraktion er volumen-baseret og uafhængig af partikeldensitet. Der måles på opløsninger, hvor den optiske koncentration optimalt er på 15-30 %. For lav en koncentration giver en større usikkerhed på måleresultatet, da der er få partikler. For høj en koncentration gør det svært for laserstrålen at gennemlyse opløsningen, og detektorsignalet bliver dårligt.

### Fordele og ulemper ved laserdiffraktion

Data fremkommet ved laserdiffraktion har generelt en høj reproducerbarhed. Det er en hurtig målemetode, der giver detaljeret information om størrelsesfordelingen. Der kræves et minimum af instruktion for at bruge instrument og software korrekt. Laserdiffraktion kræver ikke særligt meget materiale, blot det er repræsentativt for den originale prøve.

Såfremt man splitter sin prøve i flere fraktioner for at udnytte linsernes optimale måleområder, er det vigtigt, at man samler

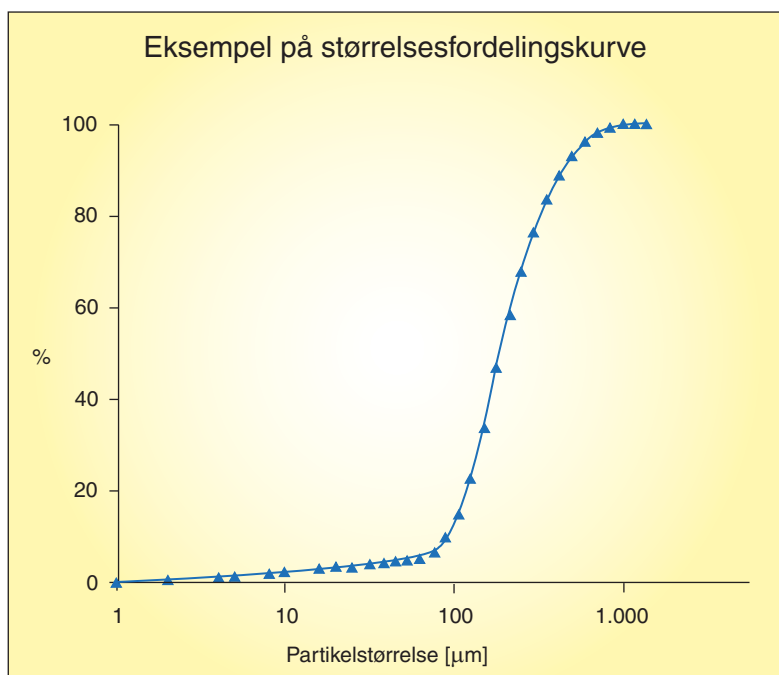


Eksempler på diffraktionsmønstre for en lille og en stor sfærisk partikel. (Grafik: UVH modificeret efter Charlotte Rasmussen og Sympatec)

data igen til en overordnet partikelstørrelsesfordeling for hele prøven. Dertil kan bruges evalueringssoftware, der tager højde for massen af hver fraktion.

Som ved traditionelle teksturanalysen er en vis forbehandling nødvendig, bl.a. opløsning af prøven i enkeltpartikler (dispergering) og eventuelt fjernelse af organisk indhold, der kan påvirke måleresultatet. Det kan være forbundet med en vis usikkerhed at måle på prøver med et højt indhold af ler, da ler-partikler ikke er sfæriske. Især er det udfordrende, hvis man vil sammenligne laserdiffraktionsdata med konventionelle metoder såsom hydrometer og Andreasen-pipette.

Ved Geologisk Institut, Aarhus Universitet, benyttes laserdiffraktion nu i vid udstrækning af både jordbunds-forskere og kvartærgeologer som afløser for sigtning og Andreasen pipette. Undtaget i de tilfælde hvor man har behov for at sammenligne



Størrelsesfordeling for en prøve af vindtransporteret sand. (Grafik: UVH modificeret efter Charlotte Rasmussen)



Sympatecs HELOS-instrument med indføringsenheden til tørre prøver (med en tragt og sliske) til venstre samt modulet til våde prøver i midten (kuvette og betjeningspanel) og kuvetten yderst til højre. (Fotos: Charlotte Rasmussen)

med store mængder analyser fremkommet ved netop sigtning eller Andreasen pipette. Sammenlignet med disse traditionelle metoder får man med laserdiffraktion mange målepunkter og dermed en større informationsmængde, alt sammen i løbet af meget kort tid. Partikelstørrelsesanalyser kan derfor udføres væsentligt hurtigere end tidligere. Man kan inden for instrumentets konfiguration vælge at få meget detaljerede oplysninger om prøvens sammensætning.

**Referencer:**

Elvekjær, Finn & Nielsen, Børge Degn: *Fysikkens Verden 2, Mekanik, Bølger, Atom- og kernefysik*. Gjellerup & Gad, 1993.

Lorenz, Ludvig Valentin: *Lysbevaegelsen i og uden for en af plane Lysbolger belyst Kugle*. Det Kongelige Danske Videnskaberne Selskabs Skrifter, 6. Række, 6. Bind, 1890, 1, 1-62.

Mie, Gustav: *Beiträge zur Optik trüber*

*Medien, speziell kolloidaler Metallösungen*. *Annalen der Physik, Vierte Folge, Band 25, 1908, No. 3, 377-445.*

Sympatec: [www.sympatec.com](http://www.sympatec.com)

Syvitski, James P. M. (editor): *Principles, methods and Application of Particle Size Analysis*, Cambridge University Press, 1991.

Zimmermann, Hans Dieter: *Polarisationsmikroskopi – en introduktion for geologer*, Akademisk Forlag, 1989.



Laserdiffraktometer fra Sympatec placeret ved Geologisk Institut i Aarhus. (Foto: Charlotte Rasmussen)

**Også vandværkerne har brug for at lade idéerne gro**

Gode idéer der udspringer af erfaring og ekspertise fører frem til frugtbare løsninger. Vand-Schmidt har specialiseret viden inden for:

- Vandforsyningsanlæg
- Brøndboring
- Ledningsanlæg
- Projektering/rådgivning
- Service

- ring og få gode råd og uforbindende tilbud



**Vand-Schmidt a/s**  
 Jernbanegade 5 • 6070 Christiansfeld  
 Tlf. 74 56 11 11 • Fax. 74 56 32 69