

Z9408

Niebeek
milieumanagement

BIBLIOTHEEK RIJKSWATERSTAAT UTRECHT

NR. Zg400 cor (1)

RWS bibliotheek
locatie Utrecht
Postbus 20.000
3502 LA Utrecht

2001

**HET ZANDGEHALTE IN
ZAND-SLIB MENGSELS**

Projectcode: 1319

Opdrachtgever:

AKWA
Dienst Weg en Waterbouwkunde
Afdeling Waterbeheer, productgroep waterbodems
Postbus 5044
2600 GA DELFT

Uitgevoerd door:

Niebeek Milieumanagement bv
Fokkerstraat 5
3833 LD LEUSDEN

Datum: 9 juli 2001

INHOUDSOPGAVE

1.	INLEIDING	3
2.	ONDERZOEK	4
2.1	VRAAGSTELLING	4
2.2	AFBAKENING	4
2.3	DEFINIËRING	4
3.	METHODEN	5
3.1	AREOMETER	5
3.2	NAT ZEVEN	6
3.3	METHODE ATTERBERG	7
3.4	PIPET METHODE	8
3.5	IMHOFFGLAS	9
3.6	COMPARTIMENTEN METHODE	10
3.7	HYDROCYCLONEREN	11
3.8	CENTRIFUGEREN	13
3.9	DROGEN	14
3.10	TESTVATEN EN WEGEN	15
3.11	LASER PARTICLE SIZING/ LASER DIFFRACTION METHOD	16
3.11.1	LASER PARTICLE SIZING / LASER DIFFRACTION METHOD	16
3.11.2	SINGLE PARTICLE OPTICAL SENSING (S.P.O.S)	17
3.11.3	PRAKTIJKERVARINGEN.	18
3.11.4	GEVOLGTREKKINGEN / AANBEVELINGEN	18
4.	CONCLUSIES	19
5.	LITERATUUR	21
6.	BEDRIJVEN/ DESKUNDIGEN/ INSTANTIES [BDI]	22
7.	SAMENVATTING VAN ONDERWERPEN	23
	APPENDIX	24

1. INLEIDING

Rijkswaterstaat is belast met de uitwerking van de eisen voor de verwerkbaarheid van baggerspecie. Zie voorstel inventarisatietechnieken 202074/1319.

De grens voor de verwerkbaarheid van baggerspecie zal naar verwachting gesteld worden op een zandgehalte van 60 % m/m.

Er dient een systeem te worden uitgewerkt, waarmee ex-situ snel, in de beun, in de pijp en/of op de tussenopslag het zandgehalte $>63 \mu\text{m}$ en zodoende de verwerkbaarheid kan worden bepaald. De inventarisatie wordt opgesteld naar de informatie uit de literatuur en van deskundigen.

In onderhavig rapport wordt het resultaat van een eerste inventarisatie van technieken weergegeven ter bepaling van het zandgehalte in een zand-slib-mengsel.

2. ONDERZOEK

2.1 Vraagstelling

“Uitgangspunten in en ex-situ metingen baggerspecie.

1. Een betrouwbare bepalingmethode in de pijp en/of de beun voor het bepalen van het droge stofgehalte bij zeer lage dichtheden en wisselend gehalte aan organische stof voor zowel zoute als zoete specie (volume en massa drogestof)
2. Een betrouwbare meetmethode in de pijp en/of de beun voor het bepalen van het zandgehalte (63 – 2000 μm) t.o.v. massa droge stof.
3. Bepalingmethoden van massa droge stof en zandgehalte voor al dan niet steekvaste specie welke middels vrachtwagens of per schip middels overslag wordt aangevoerd.”

2.2 Afbakening

De opdracht in onderhavig onderzoek zal zich beperken tot vraag 2.

2.3 Definiëring

In ons onderzoek zal de kwalificatie van zand slechts zijn vastgelegd op grond van de in de NEN-norm 5104 opgenomen range van korreldiameters voor niet-cohesieve grond overeenkomend met zeefopeningen van 63 - 2000 μm .

Slib valt onder de anorganische fractie kleiner dan 63 μm .

Humus is de mogelijk aanwezige organische component.

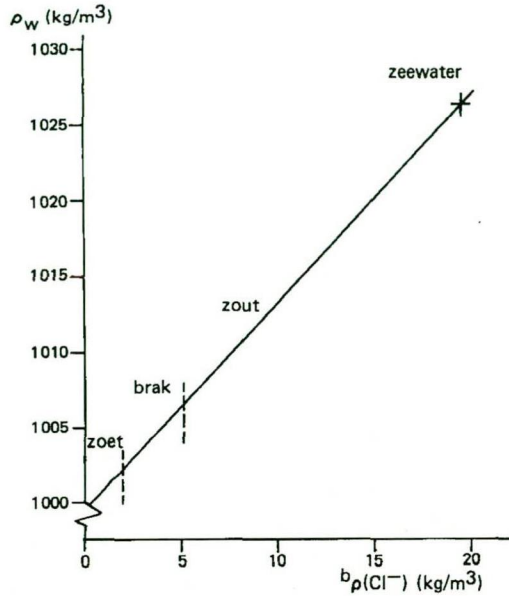
Het medium voor de vaste stof is zoet danwel zout water.

3. METHODEN

3.1 Areometer

Zoet en zout water.

De dichtheid van het zoute of zoete schone water kan worden bepaald met een Areometer.



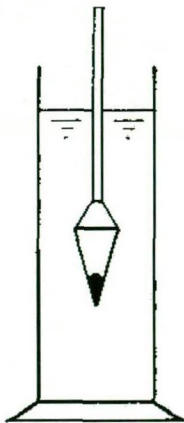
4.69 **Figuur**
De relatie tussen de volumieke massa van chloride in water $b_{\rho}(\text{Cl}^-)$ en de dichtheid van water (= zoutoplossing) ρ_w bij 10°C. Het kruisje geeft zeewater aan.

Slibmengsel.

Deze meetmethode is ook bruikbaar voor de dichtheidsmeting van een slibwatermengsel met een lage concentratie aan slib. Immers, de Areometer werkt met het principe van opdrijving door vloeistofverplaatsing.

Evenals de concentratie is ook het soortelijk gewicht van een suspensie een functie van de diepte en de wachttijd.

Door middel van een areometer wordt op een bepaalde diepte en op bepaalde tijden het soortelijk gewicht bepaald, waaruit de korrelverdeling kan worden afgeleid.



Zie ook Pipetmethode.

3.2 Nat zeven

Maakt men enkele identieke monsters, dan kan de zandfractie van de slibfractie worden gescheiden door nat te zeven over de 63 μm zeef.

Eventuele humus kan eerst uit het mengsel worden verwijderd over een grover zeef dan 63 μm of door oxidatie met kaliumpermanganaat.

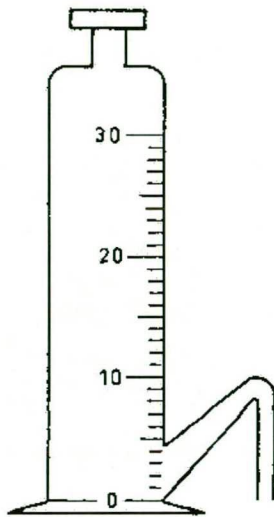
3.3 Methode Atterberg

Een bekende hoeveelheid zand-slib-mengsel wordt door schudden gedispergeerd in een slibeilinder. De deeltjes zijn dan gelijkmatig over de hoogte verdeeld. Na een tijd t_1 zijn alle deeltjes met een diameter $> d_1$ (te berekenen uit de wet van Stokes) bezonken. De suspensie, die zich boven het bezinksel bevindt en dus uitsluitend deeltjes $< d_1$ bevat, wordt afgetapt.

Het bezinksel bevat echter ook nog deeltjes $< d_1$, namelijk die welke zich bij de proef dicht bij de bodem bevonden. Het bezinksel wordt daarna opnieuw in suspensie gebracht en na dezelfde wachttijd t_1 wordt de suspensie boven het bezinksel weer afgetapt. Men herhaalt dit totdat de suspensie na de tijd t_1 helder is. Dan bevat de in totaal afgetapte suspensie bij benadering alle deeltjes $< d_1$, terwijl het bezinksel alle deeltjes $> d_1$ bevat.

Door nu met het bezinksel de proef te herhalen met een (kortere) wachttijd t_2 kan men uit het bezinksel de fractie tussen d_1 en d_2 afscheiden, enz.

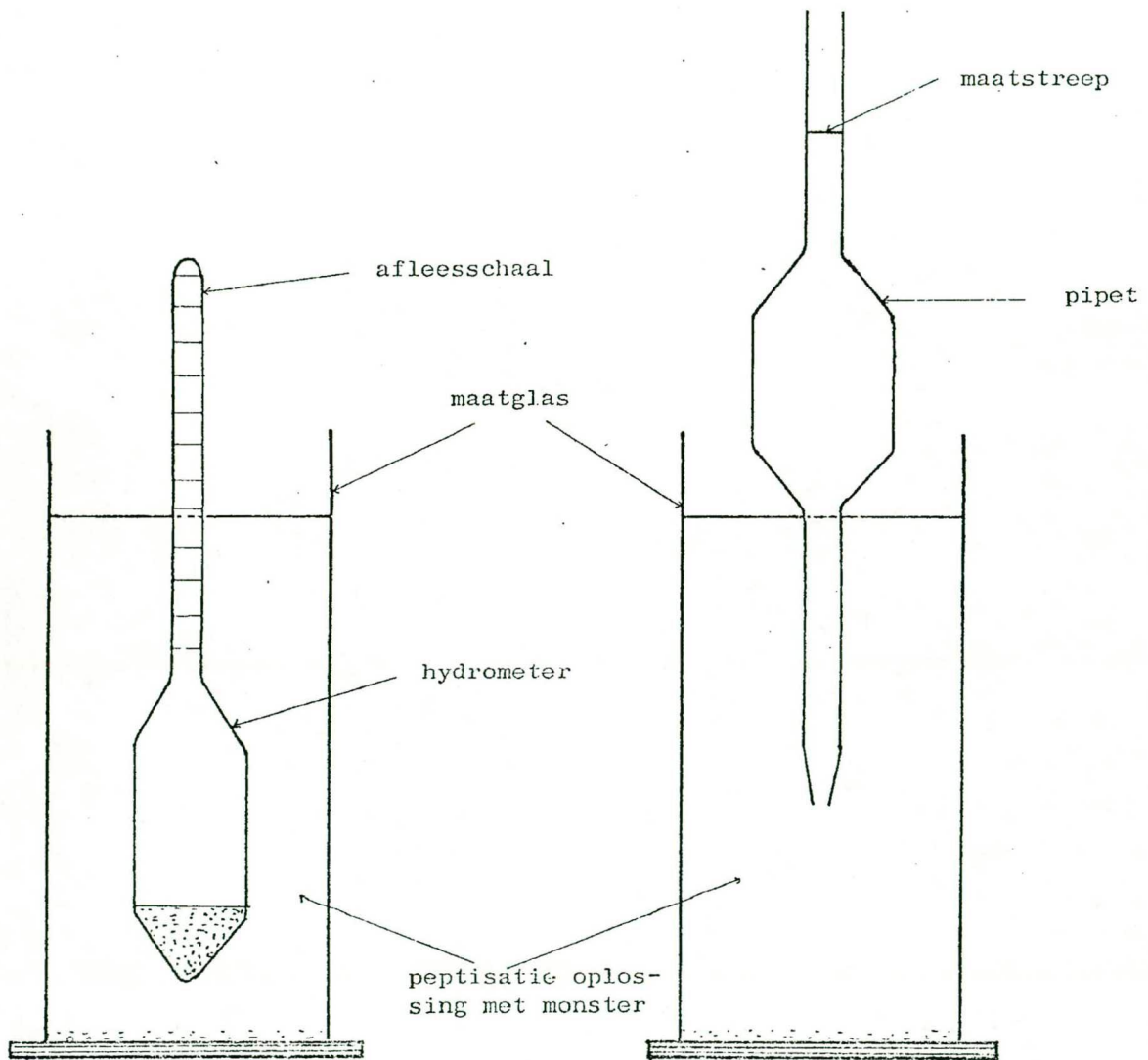
Door indampen en wegen leert men de korrelverdeling kennen. Het is een zeer nauwkeurige, doch tijdrovende methode. De analyse van één monster, als men ook de fractie $< 2 \mu\text{m}$ wil bepalen, ongeveer een week.



3.4 Pipet methode

Eveneens een tijdrovende laboratoriummethode is de Pipetmethode.

Het zand-slib-mengsel wordt in een cilinder gedispergeerd. Op grond van de wet van Stokes is op ieder moment na het begin van het proces van bezinking de concentratie op een bepaald punt in de suspensie een functie van de diepte en de wachttijd. Door nu op verschillende tijden met een pipet op een zekere diepte een bepaalde hoeveelheid suspensie op te zuigen en hiervan door droging en weging het gewicht aan korrels te bepalen, kan men, met behulp van het bovengenoemde verband tussen concentratie, diepte en wachttijd, de korrelverdeling bepalen.



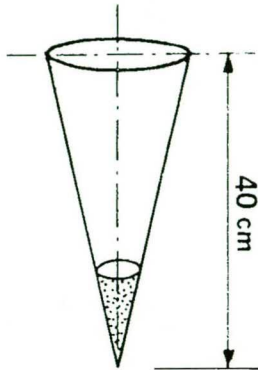
Hydrometer vgl. Areometer.

Pipetmethode

Deze methode kost aanmerkelijk minder tijd dan de methode Atterberg, maar voor een monster tot en met 2 μm toch nog 24 uur.

3.5 Imhoffglas

Evenals de methode Atterberg werkt het Imhoffglas met de bezinkingsnelheid volgens Stokes. Het glas loopt naar beneden taps toe en heeft een maatverdeling. Met name het bezinken van de zwaardere fracties tekent zich relatief snel af, terwijl de bezinking van de lichtere deeltjes nauwelijks een diktetoename van de reeds bezonken materie veroorzaakt vanwege de vergroting naar boven van het horizontaal doorsnijdend oppervlak van het glas. Zo is betrekkelijk snel een volumeaanduiding van het aanwezige zand in het zand-slib-mengsel te verkrijgen.



IMHOFFGLAS
inhoud 1 liter

3.6 Compartimenten methode

Voor de scheiding van zand en slib kan ook worden gedacht aan een nog te ontwikkelen apparaat wat in verticale zin bestaat uit drie compartimenten.

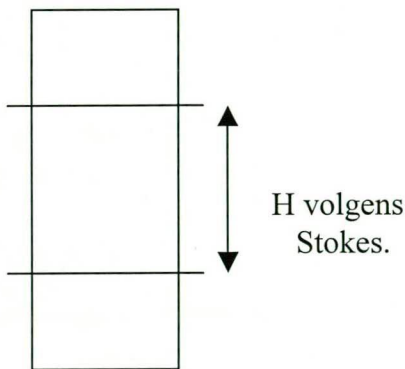
De compartimenten worden gescheiden door diafragma'sluiters, welke in geopende toestand verdwijnen in nissen buiten de natte doorsnede.

De compartimenten kunnen met rubberen dichtingsringen door een bajonetsluiting op elkaar worden geplaatst. In het bovenste compartiment wordt het zand-slib-mengsel gedaan. De daaronder geplaatste compartimenten bevatten schoon (zoet of zout) water overeenkomend met dat van het mengsel.

Met gesloten bovenste sluiting wordt in het bovenste compartiment het mengsel door schudding gemengd. Vervolgens wordt op $t = t_0$ het diafragma geopend. De hoogte van het middelste compartiment heeft juist die afmetingen dat op $t = t_2$ de fractie van $63 \mu\text{m}$ het onderste diafragma is gepasseerd; dat diafragma wordt dan gesloten.

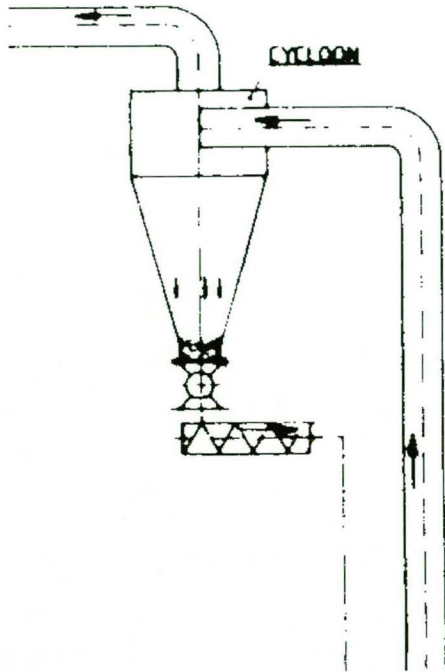
Door de compartimenten nu te ontkoppelen is de (schone) zandfractie van de rest gescheiden en gereed voor massabepaling.

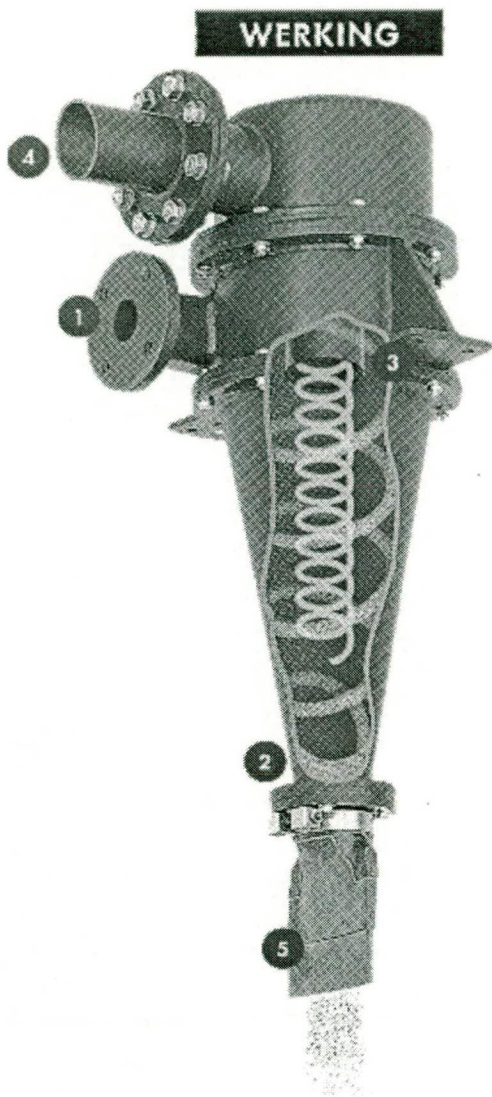
Schema:



3.7 Hydrocycloneren

In hydrocyclonen worden zwaardere van lichtere fracties in een mengsel gescheiden. Deze separatoren worden echter ook ingezet bij de klassering van mineralen. Zo kan men met deze kleine installatie – bijvoorbeeld 0.50 m - met een toch verhoudingsgewijs zware vloeistofpomp de zandfractie scheiden van de lichtere slib- en humusfractie.

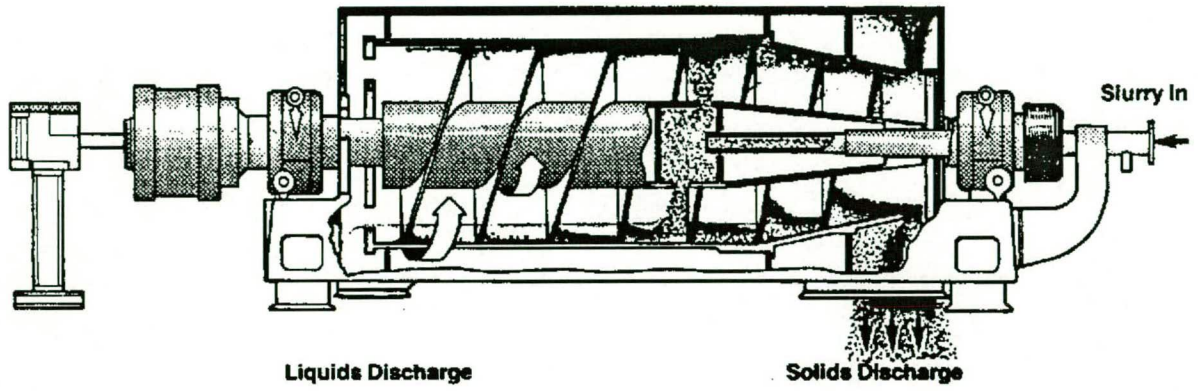




Het rendement van een hydrocycloon is sterk afhankelijk van de capaciteit van de pomp.
Vacuüm zuigen versnelt het separatieproces evenzeer.

3.8 Centrifugeren

Met een centrifuge is het mogelijk de totale hoeveelheid vaste stof te scheiden van het water. De installaties zijn dikwijls groot en zeer kostbaar.



3.9 Drogen

Monsters kunnen worden gedroogd en daarna verder worden geanalyseerd.

Eerst kan een totale massa worden bepaald door weging.

Het humusgehalte wordt bepaald door massaverlies van de drogestof na verbranding – ook bepaalde verontreinigingen worden mee verbrand, andere blijven achter.

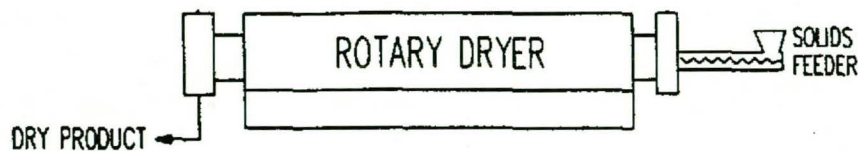
De massa's slib en zand kunnen na scheiding apart worden gewogen.

In laboratoriumomstandigheden worden natte monsters bij 105 °C gedurende 24 uur in OVENS gedroogd. Voor ex-situ metingen duurt dit te lang.

MODERNE OVENS eventueel met HETE LUCHT kunnen de droogtijd voor zand en slib mogelijk wat bekorten.

Zowel in de milieutechniek als in een asfaltmenginstallatie wordt gebruikt gemaakt van TROMMELDROGERS.

Wil men dat systeem toepassen bij ex-situ metingen, dan zal enig onderzoek moeten volgen naar optimalisatie met betrekking tot afmetingen, energieverbruik en milieutechnische implicaties.



Opmerking.

Massa's worden door nauwkeurige weging bepaald; onderzoek zal nodig zijn om, in verhouding tot de totale massa van het mengsel en de gewenste nauwkeurigheid van de eind-/tussenresultaten, de nauwkeurigheid van wegingapparatuur te bepalen.

3.10 Testvaten en wegen

Het testvat wordt volgegoten met het mengsel, vervolgens vloeistofdicht afgesloten en dan via een vulopening ook met het mengsel afgevuld.

Een vaste hoeveelheid mengsel van humus-zand-slib, volgens de inhoud van een testvat, wordt inclusief het vat gewogen.

Het humusgehalte in een ander identiek testvat kan worden bepaald door de benodigde hoeveelheid toegevoegd kaliumpermanganaat; deze oxideert de humus en veroorzaakt een kleuromslag van het mengsel.

Worden alleen water, slib en zand als belangrijk geacht voor de gehaltebepaling, dan dienen de overige bestanddelen eerst te worden verwijderd.

Als vervolgens eerst het water van de vaste fracties en daarna de fracties van elkaar gescheiden worden, zijn daarmee aparte metingen uit te voeren:

1. De dichtheid van het water is eenvoudig te bepalen met de areometer (dan is ook het gewicht van het testvat gevuld met dát water bekend);
2. Het gewicht van het schroot en de stenen is eventueel te wegen (dat wordt hier verder buiten beschouwing gelaten);
3. Het testvat met het mengsel is al gewogen (dan is het gewicht aan droge stof voor slib en zand ook bekend);
4. Het van het slib gescheiden zand wordt nu in het testvat gedaan. Dat testvat wordt volledig aangevuld met schoon water met al bekende dichtheid en gewogen. Het nuttig gewicht van zand is $(26.5-10)/26.5$. Dan is ook het gewicht van het zand bekend.

Als er schoon gewerkt wordt, kan het afvullen en het wegen op dezelfde plek plaatsvinden. Op deze wijze wordt de tussenstap van het drogen geëlimineerd.

3.11 Laser particle sizing/ laser diffraction method

3.11.1 Laser Particle Sizing / Laser Diffraction method

Principe: Lichtverstrooiing/ Lightscattering en diffractiepatronen,

Met deze methode kan tijdens stroming door een pijp de korrelverdelingskromme van de zandfractie in een zand-slibmengsel worden bepaald, maar de methode kent wel complicaties.

Zoals de naam van de meetmethode aangeeft wordt gemeten aan de verstrooiing/afbuiging(diffractie) van laserlicht bij de ontmoeting met deeltjes.

De verstrooiing/verspreiding van het laserlicht hangt af van de deeltjesgrootte en de golflengte van het laserlicht.

De verspreide laserstralen worden vervolgens door een lenzenstelsel weer geconvergeerd. Het zo gecreëerde patroon van ringen wordt gekalibreerd met deeltjesgrootte en eigenschappen; grote deeltjes veroorzaken een lichtspreading met een kleine hoek, kleinere deeltjes met een grote hoek. De diameter en de intensiteitsverdeling van de ringen zijn gecorreleerd met de grootteverdeling van de deeltjes.

Voordelen

De meettijd is beperkt tot enkele minuten.

Het meetbereik is groot en de toepassing is eenvoudig.

De meetmethode is ongevoelig voor verontreinigingen van het mengsel.

Nadelen

Het meetbereik van deze methode – ook wel Fraunhofer diffractie genoemd - is 0.04-1500 μm . Omdat aan de methode een algoritme is gekoppeld en de uitkomst in feite een Gaussische verdeling oplevert, is de resolutie van de kleinste deeltjes in de staarten van de kromme laag en zijn dus de meetresultaten daarvoor minder hard. Beneden een korrelgrootte van 3 μm zijn extra monsterparameters nodig. De nauwkeurigheid neemt ook af voor deeltjes die groter zijn dan is 200 μm .

Voor het meten is een doorzichtig verdund mengsel nodig; dat vergt extra bewerkingen aan een zand-slibslurry.

Doordat de methode vele deeltjes tegelijk meet, is het onderscheiden van de fijnere deeltjes van de grovere moeilijker.

Het laserlicht wordt in ons mengsel door àl de deeltjes, slib en zand, gediffracteerd, wat de eindresultaten in een (dan voor zand) niet-heldere vloeistof vertroebelt. Dat op zich maakt het meten met deze methode, met name aan een te onderscheiden fractie zoals zand, in een mengsel er niet gemakkelijker op. Immers, het vrijmaken van de discrete meetresultaten voor zand van die van alle deeltjes is toch nodig om de zandfractie te onderscheiden.

Coïncidentie van grotere met kleinere deeltjes gemakkelijker treedt op. Dit zelfde fenomeen gebeurt bij deze methode ook op gelijksoortige(qua grootte) deeltjes, waardoor een korrelverdelingsdiagram een vertekend beeld geeft.

Kosten.

De kosten van de methode zijn voor de meet- en randapparatuur zijn al gauw f. 100.000-150.000 (bron: BDI[3]).

3.11.2 Single particle optical sensing (S.P.O.S)

Principe: Lichtblokkade en signaalpulsen.

Bij deze methode wordt ook gemeten aan een voldoende verdunde - d.i. doorzichtige – vloeistof. Was het voorheen nodig de verdunning van tevoren te verzorgen, nu is er apparatuur die dat volautomatisch regelt. Metingen worden gedaan aan populaties van deeltjes. De deeltjes passeren een nauwe lichtsluis/ fotozone. Daardoor passeren de deeltjes één voor één de sluis. Het maximaal aantal deeltjes, dat de lichtsluis mag passeren is gesteld op 10.000/s. (Te veel) samenvallen van deeltjes zou de betrouwbaarheid van meetresultaten nadelig beïnvloeden. Bij het passeren wordt het laserlicht tussen lichtbron en sensor deels geblokkeerd. Als een deeltje de sluis passeert geeft een fotogevoelige sensor een signaalgrootte af overeenkomstig de grootte van het deeltje. Een gelijktijdige vergelijking van de gemeten signaalgrootte en de sensoreigenschappen levert een deeltjesgrootte-verdeling op. Het meetbereik van deze methode is 0.5-2500 μm . Alle deeltjes passeren de nauwe lichtsluis en worden gemeten. Selectiecriteria, de randvoorwaarden, voor een bepaalde fractie maken het mogelijk een van tevoren gewenste fractie in het mengsel te onderscheiden.

Hieruit kan een m/m zand – droge stof worden afgeleid door sommatie.

Opm.

De eerder genoemde coïncidentie van deeltjes bij het passeren van de fotogevoelige zone zou o.a. denkbaar kunnen voorkomen door het coaguleren van slibdeeltjes en zanddeeltjes.

Het effect van eerder genoemde verminderde nauwkeurigheden in de staarten van Gausskrommes is een duidelijk feit.

Toetsing aan praktijkbevindingen is nodig.

Voordelen

Het meetbereik van deze methode is 0.5-2500 μm . en dus voldoende voor zand en zeer ruim voldoende voor slib.

De meetmethode vraagt slechts enkele minuten om resultaten te verkrijgen.

De wiskundige en statistische bewerkingen van de eindresultaten zijn betrekkelijk eenvoudig, doordat de methode een “treintje van waarnemingen” oplevert.

Alle diameters van het zand-slibmengsel vallen binnen het meetbereik van de methode.

De fracties beïnvloeden elkaar in principe niet, omdat ze sequentieel worden gemeten.

Wordt een mengsel deels gescheiden, dan kunnen de afzonderlijke sets waarnemingen door superpositie worden samengevoegd. (zie: Appendix)

Omdat de meetmethode zo ongekend snel is, kunnen des te gemakkelijker worden gekozen voor meerdere metingen met het oog op representativiteit van monsters en betrouwbaarheid van de meetresultaten van te onderscheiden fracties.

Nadelen

Het is noodzakelijk te meten met een verdunde oplossing. Dit vroeg extra bewerkingen bij het meten aan een slib-zandmengsel, echter, is bij huidige apparatuur opgelost door volautomatische dilutie.

De kleinste fracties van het meetbereik van de methode - dat is niet helemaal van toepassing op een zand-slibmengsel - zijn samen met de grootste fracties moeilijker te meten doordat de fijnste deeltjes neiging hebben met de grovere delen samen door de sluis te gaan.

Kosten

De kosten van de methode voor de meet- en randapparatuur samen variëren tussen f. 50.000 en f. 110.000 (bron: BDI[5]).

3.11.3 **Praktijkervaringen.**

Bij metingen aan afvalwater is positieve ervaring opgedaan door het meten aan vlokafmetingen in het effluent van AWZI's. Coïncidentie van deeltjes veroorzaakt problemen bij de juiste bepaling korrelgrootte. Metingen aan het onverdund influent zijn (nog) niet mogelijk. Bron: BDI[3];

In de Hydraulica heeft men vergelijkbare metingen gedaan aan zandkorreltjes, die een nauwe lichtsluis passeren: Dynamic Particle Sizing. Met name het samenvallen van deeltjes gaf verstoring aan de juistheid van de deeltjesgrootteverdeling. Het water moest beslist helder zijn. BDI[3]

Aan de Universiteit van Cambridge wordt met de S.P.O.S.-methode aan boord van een meetschip gemeten aan de samenstelling van zanderig slib op monsters van b.v. 3 gram. De korrelverdeling van het gehele monster wordt verkregen. De afmetingen van de apparatuur zijn: een apparaatbox met afmetingen lxbxh = 0.30x0.30x0.40 m met een laptop 0.30x0.30x0.05 m.

Bron: BDI[5]

3.11.4 **Gevolgtrekkingen / Aanbevelingen**

Geautomatiseerd is uit de meetgegevens het korrelverdelingsdiagram te verkrijgen en tegelijkertijd ook de massa/massa gepasseerd zand op het totaal aan droge stof te bepalen.

De apparatuur voor S.P.O.S. is betrekkelijk klein dus transportabel - ook operationeel aan boord van een schip - voordelig en van toepassing voor metingen aan een zand-slibmengsel. Kleine representatieve monsters uit de beun kunnen dan ter plekke worden beproefd en in enkele minuten resultaten geven.

Monsternamecriteria dienen dus met grote zorg te worden opgesteld!

Te denken valt aan een representatief monster uit een mengmonster of uit een groot aantal – beproevingstijd is immers zeer kort! – kleine monsters waarvan de resultaten worden gesuperponeerd/opgeteld.

Een serie praktijktesten met betrekking tot monstername verdient aanbeveling. Een nader onderzoek naar de huidige bevindingen met de apparatuur en baggermateriaal kan eventuele implementatie bespoedigen.

Ten behoeve van de eventueel gewenste nauwkeurigheden in de staarten van de Gausskromme(s) valt te overwegen een opdeling te maken in een slibmeting en een zandmeting. Hydrocyclonen kunnen in een betrekkelijk kleine uitvoering worden geleverd en daarbij van toepassing zijn.

Wil men de lasermethoden toepassen bij metingen “in” de pijp, dan zou men moeten denken aan een shuntleiding, waarop de apparatuur wordt aangesloten. Bij deze quasi inline-metingen is er wel gevaar voor verstoppingen, en, de methoden kennen alleen maar metingen aan verdunde mengsels.

In plaats van een harde grens voor het zandgehalte kan men ook overwegen een bereik voor het zandgehalte te definiëren, afhankelijk van maximaal te halen nauwkeurigheden.

4. CONCLUSIES

Zowel monstername- en eventuele preparatie- als de analysemethode zijn belangrijke stappen in de uiteindelijk te kiezen meetmethode.

Als monsters moeten worden geanalyseerd, dienen deze representatief te zijn.
Voor monstername in de beun zal een steekproefprocedure moeten worden ontwikkeld.

In de beun zakken de zwaardere delen van een mengsel het snelst naar de bodem van het ruim.
Monstername dient dan ook over de volledige diepte verdeeld over de gehele beun worden gedaan.

Continue monstername aan het mengsel in de pijp behoort tegenwoordig ook tot de mogelijkheden.
Dichtheidsmeting aan het mengsel in de pijp is in de baggerwereld al langer bekend.

De meeste bepalingen zullen ruim boven of ruim onder een zandgehalte van 60% m/m uitkomen. Snelle methoden zullen dan voldoende zijn.
Voor twijfelgevallen zal men mogelijk voor een laboratoriummethode moeten kiezen.

In de vraagstelling wordt de term “droge stof gehalte” gebruikt. Die stof zal bestaan uit slib, zand en eventueel verontreinigingen.
Humus behoort bij het “organisch stofgehalte” en dient te worden verwijderd.
Van tevoren dienen de eventuele schroot en stenen groter dan 2000 μm te worden gesorteerd.

Het drogen van het slib en het zand is een tijdrovende bezigheid.
Eindresultaten zouden sneller beschikbaar zijn als aan de natte materie voldoende nauwkeurig kan worden gemeten.
Afhankelijk van de hoeveelheid monstermengsel kan men meetvaten maken waarin slib resp. zand in een verder volledig met water gevuld meetvat kan worden gestort.
Bekend verondersteld wordt de korrel dichtheid van zand $\gamma_k=26.5 \text{ kN/m}^3$.

De grootte van een testvat dient te worden geoptimaliseerd naar de ruimte voor de afzonderlijke delen van het mengsel, transporteerbaarheid van materiaal en materieel, onderzoekstijd en de gewenste nauwkeurigheid.

Om zoveel mogelijk fouten te elimineren worden alle data in een laptop ingevoerd en via een eenvoudig rekenprogramma omgerekend naar de gewenste gehalten/grootheden.

Als er ex-situ moet worden gemeten, dan

- dient de installatie niet te groot en wel verplaatsbaar te zijn,
- mag de analysemethode niet te lang duren en
- moet een vastgelegde nauwkeurigheid in de eindresultaten worden bereikt.

Het vereiste energetisch vermogen moet ter plekke dit is in/aan de mobiele installatie te leveren zijn.
De monsters worden liefst klein gekozen, maar met toenemende grootte nemen ook de nauwkeurigheden in de eindresultaten toe.

Met Laser Particle Sizing / Laser Diffraction (lichtverstrooiing) en Single particle optical sensing (lichtblokkade en signaalpulsen) wordt na automatische verwerking een korrelverdelingsdiagram verkregen. Voordelen van deze methoden zijn: de meettijd is relatief kort; het meetbereik groot en toepassing eenvoudig; de methode is ongevoelig voor verontreinigingen. Nadelen van de methoden zijn: de meetresultaten zijn voor de kleinste deeltjes en deeltjes $> 200 \mu\text{m}$ minder nauwkeurig; extra bewerkingen door noodzakelijke verdunning; vertekening van de korrelverdelingsdiagram door coïncidentie van grotere met kleinere deeltjes. Laser Particle Sizing is minder geschikt voor zand-slibmengsel.

De methode met de meetvaten, de laser particle sizing methode en de Single particle optical sensing lijken op dit moment de snelste methoden te zijn ter bepaling van het zandgehalte in een zand-slib-mengsel.

5. LITERATUUR

1. “Grondclassificatie/ NEN 5104”, Nederlands Normalisatie Instituut, Delft;
2. “Fraunhofer Diffraction”, Technische Universiteit Delft;
3. “Single Particle Optical Sensing”, Technische Universiteit Delft;
4. Fraunhofer diffraction / Single Particle Optical Sensing, Particle Sizing Systems””
USA/ Europe;
5. “Grondmechanica”, Prof. dr. ir. De Josselin de Jong, Technische Universiteit, Delft;
6. “Environmental Technology Monographs”, Envi Tech Consult Inc., The Hague;
7. “Behandeling van afvalwater”, Prof. ir. A.C.J. Koot, Technische Universiteit, Delft;
8. “Energie en waterbouw” / 10113.P112, ir. M.J. Vos, TU Delft en DWW RWS;
9. “Onderzoek van grond- en rotsmonsters”, ten behoeve van het baggerproces Boskalis
Westminster Dredging Group;
10. “Bodemkunde van Nederland”, Algemene bodemkunde, deel 1, W.P. Locher en
H. De Bakker Malmberg, Den Bosch

6. BEDRIJVEN/ DESKUNDIGEN/ INSTANTIES [BDI]

1. Fugro Laboratorium, Arnhem;
2. TU Delft, faculteit der Civiele Techniek ;
3. AWZI Houtrust, Den Haag;
4. This / Thermo Scientific, Sliedrecht;
5. Particle Sizing System, USA;
6. Zuivering Regio Zuid. RWZI De Grote Lucht, Vlaardingen;
7. Labo Scientific, Ede;
8. Alcontrol, Hoogvliet;
9. Hogenbirk, Laren;
10. NGT, Gouda;
11. HBG Civiel, Gouda;
12. VBW, Breukelen;
13. IHC Holland, Sliedrecht;
14. Slibverwerking Noord-Brabant, Moerdijk;
15. Heidemij/ AVR Milieutechniek, Moerdijk;
16. Heijmans/ Arcadis, Moerdijk;
17. Bergmann/ Linatex, Berkel Rodenrijs;
18. Eijkelkamp, Giesbeek;
19. TU Delft, Apparatenbouw;

7. **SAMENVATTING VAN ONDERWERPEN**

Verontreinigingen: buiten de vraagstelling gehouden

Monstername: buiten de vraagstelling gehouden

Dichtheid: zoet resp. zout water
slibwater

Dichtheidsmetingen: areometer/hydrometer
radioactief

Separatie-methoden: droog zeven
nat zeven
centrifugeren: vaste stof en water
hydrocycloneren: zand en slib

Droge metingen

Droge stofgehalte: centrifugeren/drogen/wegen

Korrelverdeling: droog zeven/wegen

Natte metingen

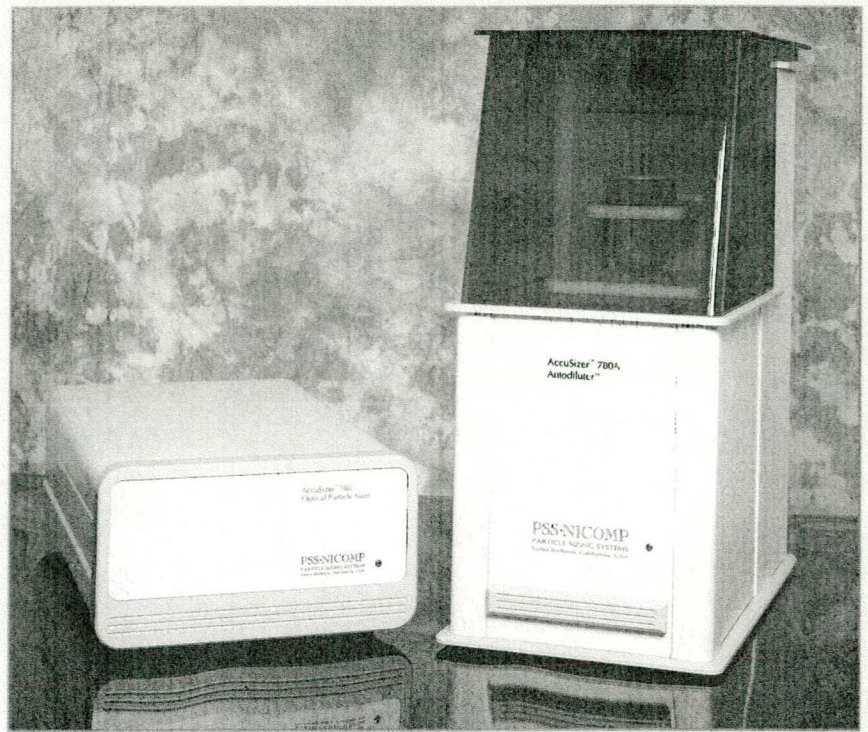
Korrelverdeling: testvaten en wegen
methode Atterberg
Imhoffglas
Pipetmethode
Laser particle sizing

APPENDIX

Documentatie "Particle Sizing Systems"

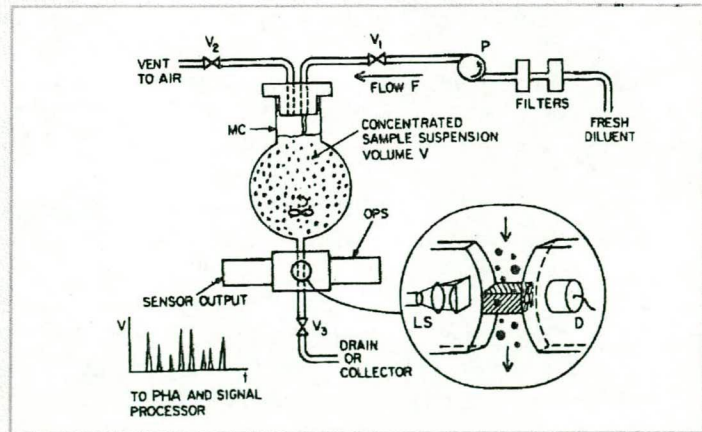
1. Accusizer 780 / SPOS Single Particle Sizer
2. American Laboratory, Automatic, High-resolution particle size analysis by single-particle optical sensing

ACCUSIZER 780/SPOS Single Particle Optical Sizer



The AccuSizer 780 uses the method of single-particle optical sensing (SPOS) to quickly count and size a large number of particles, one at a time, thus constructing the *true* particle size distribution (PSD). This approach is in sharp contrast to "ensemble" methods, such as Fraunhofer diffraction and sedimentation, which must process information produced simultaneously by many particles. These alternative techniques require the use of complex mathematical algorithms to invert the data and yield only rough approximations of the PSD, with limited accuracy and very poor resolution. The 780 determines PSDs with resolution and accuracy comparable to those produced by the classic resistive-pore, or electrozone, method. The 780/SPOS does not miss the "details", which are often critically important in determining the quality of many products. A wider size range, higher count rate compatibility with any liquid or gas, and relative immunity to clogging make it an instrument in a class all its own.

The 780/SPOS detects the important features in the size distribution which other techniques usually miss. Single-particle optical sensing makes the measurement accurate, while Autodilution and leading-edge electronics make it fast and easy to use. Trading off accuracy and resolution for speed and ease of use no longer have to be made with the AccuSizer 780.



The SPOS particle sizing method requires that concentrated suspensions be diluted, in order to eliminate particle coincidences in the sensing photozone. Excessive dilution results in too low a count rate and poor statistical accuracy of the PSD, while overly concentrated suspensions produce distortions in the distribution. The AccuSizer 780 uses a patented method called Autodilution, which quickly and automatically dilutes the starting sample to the optimum concentration, resulting in efficient and accurate analysis. Trial-and-error manual dilution is eliminated, paving the way for single-keystroke operation; a complete analysis and flush cycle can be completed in less than 5 min.

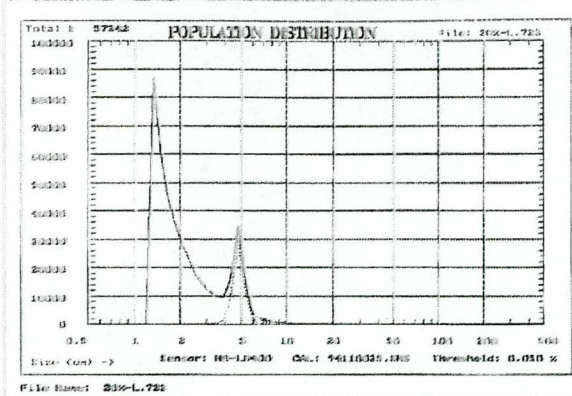
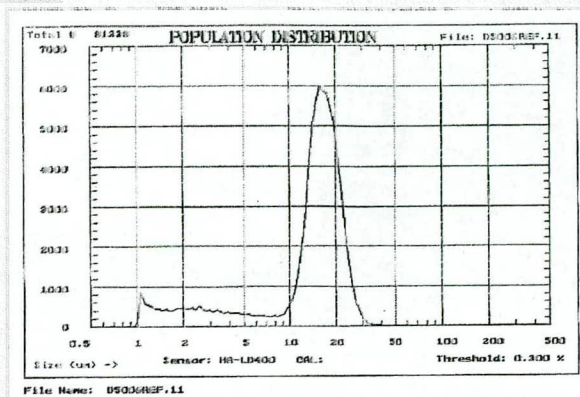


Figure A

Figure B

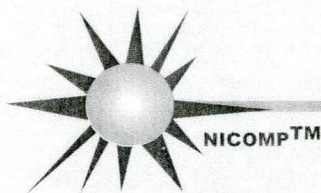


SPOS is an additive measurement - the addition of particles in one region of the PSD has no effect elsewhere on the overall shape of the distribution. Figure A shows the larger-diameter tail of a mostly submicron distribution spiked with a small amount of 5 micron latex standard. The result is the original tail plus a secondary peak jutting out of the distribution at 5 um. The dotted line represents the difference between the two distributions, showing a narrow peak centered at 5 um - just what one would expect from running a 5 micron standard alone. This capability is especially useful for mostly submicron PSDs, when one is trying to find a few outliers which may have a major effect on the overall performance of the product.

SPOS is a measurement based on the population of particles. Unlike Fraunhofer diffraction, where larger particles contribute more to the overall signal than their small counterparts in the distribution, particles sized using SPOS have equal weighting by population (number). A beach ball and a golf ball each contribute one count, even though the beach ball blocks or scatters much more light, since the particles pass individually through the sensing zone and therefore have no effect on each other. The presence of one does not obscure or hide the other. This is critical in distributions, such as in Figure B, where the leading edge of the distribution determines the quality of the product.

An example: the presence of fine particles has long been associated with causing back-pressure in chromatography columns. These fines are often created by particle shedding and cracking during production and subsequent handling. It is critical to minimize these particles to maintain the quality of the final product.

There are a host of applications involving emulsion products, ranging from pharmaceuticals and foods to semiconductors and chemicals, where overall quality is influenced by a very small volume fraction of particles extending over 1 micron. SPOS, with its ultra-high resolution and high counting rate, is an indispensable tool for detecting and quantifying these small volume fractions in the tails of mostly submicron distributions. When coupled with the Nicomp 380 Submicron Particle Sizer, it provides an unbeatable tool for analyzing a wide variety of emulsion products.



Particle Sizing Systems

Main Office:
75 Aero Camino
Santa Barbara, CA 93117
Tel: 805-968-1497
Fax: 805-968-0361

Eastern Regional Office:
668 Woodbourne Road, Ste. 104
Langhorne, PA 19047
Tel: 215-702-7088
Fax: 215-702-7099

Accurate size distribution
no mathematical modeling

High precision, reproducible

Fast, easy to use:
single-key operation
2-3 minute analysis time

Autodilution Pat.
automatic sample dilution

Full Organic/Aqueous capability

Wide Dynamic Range Sizing
0.5 - 400 microns
1.0 - 400 microns
2.0 - 1000 microns
3.0 - 2500 microns

Windows Based Software

CAPABILITIES

Ability to be combined with
the Nicomp 380, offering
wide dynamic size range

780/L Online Module

780/SIS Module
Syringe Injection Sampling

780/DPF Module
Dry Powder Feeder

780/APS
Automatic Particle Sizing

APPLICATIONS

Emulsions (Food & Drug)
Pharmaceutical Powders
Injectable Drugs...SVI
Pigments/Paints
Latex/Polymers

Reprinted from *American Laboratory* July 1992

American Laboratory

Automatic, high-resolution particle
size analysis

BY SINGLE-PARTICLE OPTICAL SENSING

By D.F. Nicoli, J.S. Wu, Y.J. Chang, D.C. McKenzie, and K. Hasapidis

Automatic, high-resolution particle size analysis

BY SINGLE-PARTICLE OPTICAL SENSING

THE PARAMETER of particle size distribution (PSD) is closely related to the physical and chemical properties, and therefore the performance, of a wide variety of products containing fine particles—those ranging in size from smaller than one micrometer (micron) to hundreds of microns. Material properties obviously influenced by the PSD include viscosity, density, porosity, hardness, strength, chemical reactivity, thermal and electrical conductivity, color, and appearance.

Interestingly, the majority of particle sizing applications fall naturally into two diameter ranges: those mostly smaller, and those mostly larger, than one micron. While this demarcation is rather arbitrary and imprecise, especially in the case of broad, highly polydisperse PSDs, it nevertheless provides a useful frame of reference for classifying existing technologies for particle size analysis. This article will focus on particle sizing above approximately one micron.

Presently, the most popular instruments in this size range are based on ensemble techniques, in which a large number of particles of every size contribute simultaneously to the measured signal, the nature of which depends on the physical principle underlying the measurement. The most widely used ensemble techniques are based on sedimentation/turbidity and Fraunhofer diffraction. In the former case, the raw signal is an optical or X-ray turbidity, measured in a particular region of a particle suspension. The turbidity decreases with time as the particles settle under a gravitational or centrifugal force, at rates that depend on particle size, shape, and density, as well as other factors. In the case of Fraunhofer diffraction, the raw signal is the angular distribution of diffracted laser light intensity. The angular range encompassing the diffracted pattern decreases with increasing particle size, and the detailed angular distribution of intensities depends on the distribution of particle sizes.

Particle sizing instruments based on ensemble techniques are inherently limited in accuracy and resolu-

tion. The raw detected signal produced by many particles must be mathematically inverted, using an appropriate analysis algorithm, in order to estimate the PSD. In effect, these instruments must assume a shape for the PSD, using a relatively small number of parameters, and then minimize the error between the measured data and the assumed fit by adjusting the parameters in some optimal way. In many cases of practical interest, the assumed PSD is necessarily inaccurate because of theoretical limitations imposed either by the imperfect signal-to-noise ratio of the measurement or the inherently ill-conditioned nature of the deconvolution algorithm.

Figure 1 shows the PSD for a sample that requires a resolution far in excess of what is possible using the method of Fraunhofer diffraction. However, this type of distribution is easily analyzed using the technique to be described shortly. The sample in Figure 1 was a mixture of six uniform latex standards, having approximate diameters of 3, 5, 10, 20, 50, and 100 μm . Even PSDs that are considerably less complex than this hexamodal distribution are usually poorly characterized by existing particle sizing technologies, from the standpoints of both accuracy and resolution.

The traditional way to approach the measurement of

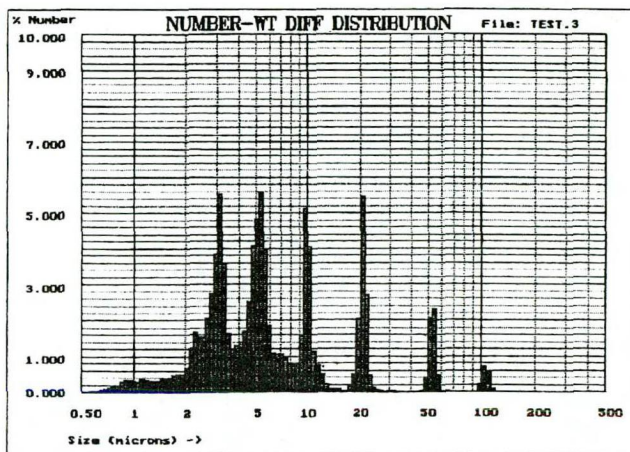
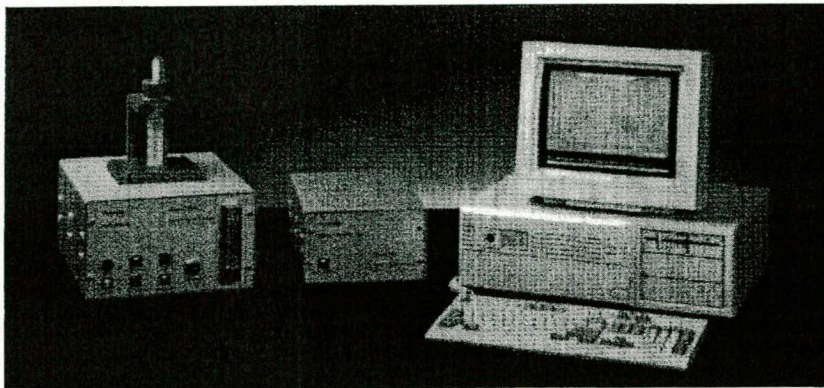


Figure 1 Number-weighted PSD for a mixture of six latex standards: 3.0, 5.0, 10, 20, 50, and 100 μm .

Figure 2 The AccuSizer 770 optical particle sizer with Autodilution.



a complex spectrum of particle sizes like that shown in Figure 1 is to employ a chromatographic technique capable of separating the particles into fractions of approximately the same size. However, for particles substantially larger than one micron, this is not easily accomplished. Instead, a conceptually simpler approach is to carry out the ultimate form of chromatography, namely, to separate the individual particles in the sample, permitting them to be sized one at a time by some reliable means. Such an attractive alternative to ensemble technologies for particle size analysis is provided by the method of single-particle optical sensing (SPOS), also known as optical particle counting (OPC).

The SPOS technique was originally developed for the field of particulate contamination analysis.¹⁻⁷ Active areas of application include pharmaceutical (parenteral) solutions,⁶ semiconductor process liquids,³ and hydraulic fluids.⁵ For these and other applications, SPOS-type instruments are used for the purpose of excluding particles from fluids or gases. Needless to say, however, there are many industries and fields of research in which the primary objective consists of making, rather than excluding, particles. These applications, by definition, involve high concentrations of particles. Consequently, a fresh look at SPOS instrumentation is needed in order to realize the potential of this promising technique.

The principles underlying the SPOS method are straightforward. Particles in gas or liquid suspension are caused to flow through a sensor containing a small photozone—a narrow, slab-like region of uniform illumination produced by light from a laser diode or incandescent bulb. The particle suspension is sufficiently dilute, and the photozone small enough, that the particles pass one at a time through the illuminated region, thus avoiding coincidences. The passage of a particle through the sensing zone gives rise to a detected pulse, the magnitude of which depends on the mean diameter of the particle and the physical principle of detection—light scattering or obscuration (blockage). The optical design of the sensor provides a monotonic increase in pulse height with increasing particle diameter. The PSD is constructed rapidly, one particle at a time, by comparing the detected pulse heights with a standard calibration curve describing the sensor response.

For particles smaller than 1–2 μm , the method of light scattering^{1,3,4,8,9} provides the high sensitivity required for sizing. A single particle scatters light with an angular dependence that depends on its diameter and in-

dex of refraction (relative to that of the surrounding fluid). In the case of very fine particles in the Rayleigh region having diameters smaller than 0.10 μm , the scattering intensity increases as the 6th power of the diameter and exhibits relatively little angular dependence. For larger particles in the Mie region, the intensity increases less strongly with diameter but shows a complex dependence on scattering angle and refractive index, due to intraparticle interference. Consequently, the optics of the sensor must be designed to produce a monotonic increase in scattered pulse height with particle diameter. Changes in pulse height due to differences in refractive index can be corrected theoretically and incorporated into the calibration curve. The useful size range for commercially available scattering-type optical sensors is approximately 0.2 to 10 μm .

For particles larger than about one micron, the method of light obscuration, or blockage,^{1,2,5-7} is appropriate. A narrow area of uniform illumination is established across the flow channel of the sensor. The arrival of a small particle causes a fraction of the illuminated area to be blocked, by an amount equal to the cross-sectional area of the particle. This results in a negative-going detected pulse, with a height proportional to the square of particle diameter. For larger particles having diameters comparable to, or larger than, the width of the illuminated zone, the dependence of pulse height on particle diameter is closer to linear than quadratic. In any event, the pulse height increases smoothly and monotonically with particle diameter.

The SPOS technique possesses several attributes that make it ideal for measuring the PSD for a wide variety of particle suspensions, emulsions, and dispersions. These characteristics include high resolution, large dynamic range, high sensitivity, and excellent accuracy. However, this attractive technique has thus far seen only limited application in the general field of particle size analysis. The principal reason for this limitation has been the need to perform extensive manual dilutions of initial, highly concentrated sample suspensions in order to avoid particle coincidence in the optical sensor, while still achieving a high count rate to ensure adequate statistical accuracy in the PSD.

Instrument design

The SPOS technique has recently been refined to increase its effectiveness for a wide range of particle sizing applications. Through the use of a simple, propri-

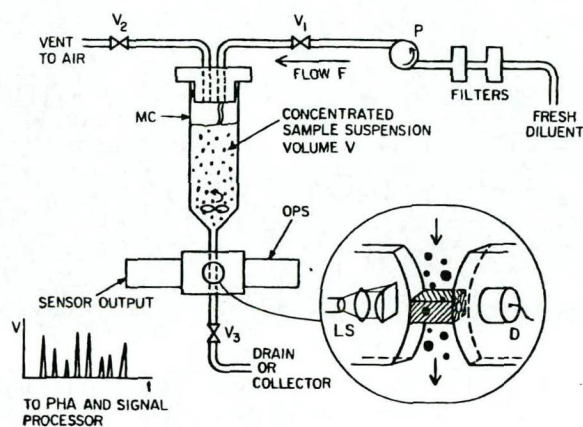


Figure 3 Schematic diagram of the Autodilution apparatus and optical particle sensor (light-blockage).

etary automatic dilution method¹⁰ (Autodilution^{pat}, Particle Sizing Systems, Santa Barbara, California) and specialized hardware and software, an SPOS-based instrument was developed that provides an attractive alternative to existing ensemble techniques (AccuSizerTM 770, Particle Sizing Systems) (Figure 2). Samples of arbitrary, unknown concentration can be measured quickly and automatically, without sacrificing any of the essential advantages inherent in the SPOS method.

The instrument contains five interconnected subsystems: Autodiluter, optical sensor, pulse-height analyzer/counter (PHA), system computer/processor, and software controller. The Autodiluter performs a continuous dilution of the concentrated sample suspension prior to its passage through the optical sensor. The PHA module continuously monitors the pulse rate during Autodilution. When the particle concentration falls below the coincidence limit of the sensor (typically about 10,000/cc for particles smaller than 100 μm), the PHA unit begins collecting data, determining the height of each pulse using a 1-MHz 14-bit A/D converter (0–10 V, resolution of 1:4096). The resulting high-resolution PSD is displayed in real time on a computer monitor—absolute particle counts versus diameter for each diameter channel (8 to 512), spaced logarithmically over the total size range covered by the optical sensor (e.g., 1 to 400 μm).

The Autodilution¹⁰ system is shown schematically in Figure 3. A few drops of concentrated liquid suspension, or several grams of dry powder, are manually introduced into the mixing chamber of the Autodiluter, typically consisting of a 60-cc disposable plastic syringe body filled with diluent (e.g., water). The particle concentration is kept uniform throughout the mixing chamber by means of a magnetic stirrer.

Under computer command, filtered diluent is caused to flow into the mixing chamber by means of a variable-speed, precision gear pump; the resulting positive pressure causes the particle suspension to exit the chamber and flow through the sensor, at a rate (typically 25–100 cc/min) that can be adjusted to an accuracy of better than $\pm 10\%$ using a precision flow gauge. The particle concentration, c , in the fluid entering the sensor de-

creases exponentially with time, t , according to:

$$c = c_0 \exp(-t/\tau)$$

where c_0 is the initial concentration of the particles in the chamber (assuming adequate mixing with diluent) prior to addition of fresh diluent, and τ is the characteristic decay time of the Autodiluter. The latter quantity is given by V/F , where V is the volume of the liquid in the mixing chamber (typically 50 to 100 cc), and F is the flow rate (cc/sec) of diluent. The pulse rate is monitored continuously; as soon as the particle concentration falls below the coincidence limit of the sensor, data acquisition begins. For example, suspension volume in chamber: $V = 60$ cc; diluent flow rate: $F = 60$ cc/min; Autodilution time constant: $\tau = 1$ min; assumed total measurement time: $T = 1.5$ min; assumed initial concentration $c_0 = 10,000$ particles/cc.

The resulting total number of particles, N , that flow through the sensor and are sized, is given by:

$$N = c_0 V [1 - \exp(-T/\tau)] = 466,122$$

which represents 78% of the total number of particles (equal to 600,000) present in the mixing chamber at the start of the measurement. If the measurement time is increased to 3 min, 95% of the particles will have been sized. Hence, in a short time, the system is capable of counting and sizing a very large number of particles, ensuring statistical accuracy and, therefore, reproducibility of the resulting PSD.

Representative results: SPOS versus ensemble techniques

The combination of Autodilution and SPOS has created a powerful tool for particle size analysis. The greatest advantage of the SPOS approach is its exceptional resolution. This is evident from the hexamodal PSD of Figure 1, obtained after just 30 sec of data collection. The individual peaks are mostly cleanly separated (with a broad background from 1 to 10 μm due to fine polymeric material) and located where they should be. The widths of the peaks are a function of sensor resolution (which depends on the uniformity of illumination in the photozone) and the intrinsic PSD of each latex standard.

Another very important attribute of the AccuSizer system is its ease of use. The Autodilution method allows the instrument to obtain PSD results quickly, easily, and reproducibly, which effectively neutralizes the advantages of Fraunhofer diffraction (never noted for accuracy or resolution). The only other technique which in principle can yield PSD results of comparable quality to SPOS, as illustrated by Figure 1, is the resistive-pore, or electrozone, method. However, this well-known technique possesses significant disadvantages com-

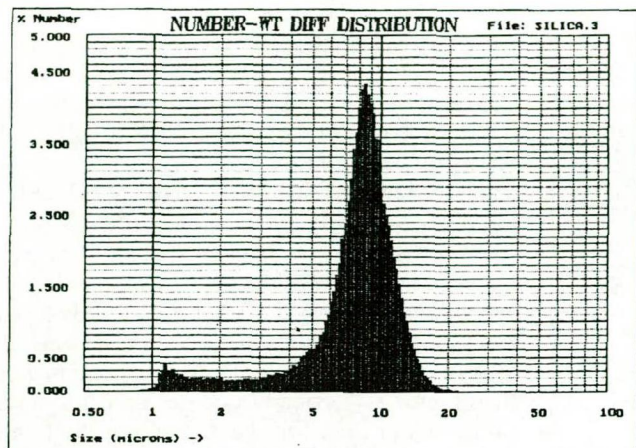


Figure 4 Number-weighted PSD for silica particles used for GPC columns.

pared to SPOS, including 1) the requirement of electrolyte for the suspending liquid, 2) susceptibility of clogging of the pore, 3) limited dynamic range for a given pore size, and 4) limited counting rate.

Another benefit of the SPOS technique compared to Fraunhofer diffraction is that the PSD obtained is, by definition, a true population, or number-weighted, distribution. Additional distributions based on area or volume weighting can be calculated precisely (assuming spherical particles) from the starting number-weighted PSD. Reversing that process, unfortunately, is generally not possible. With Fraunhofer diffraction, the starting "answer" is a volume- (or mass-) weighted PSD; that measurement is relatively insensitive to small amounts of the smallest particles in the sample. It is therefore difficult, if not impossible, to reconstruct a reliable number-weighted PSD from the starting volume-weighted one.

An example of this effect can be seen in Figure 4, which shows the SPOS number-weighted PSD obtained for fine silica powder used as packing material for GPC columns. Nearly 200,000 particles were counted and sized in 30 sec. In addition to the main, approximately

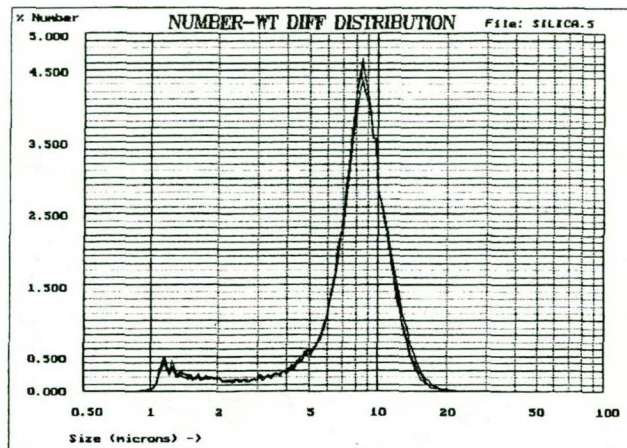


Figure 6 Number-weighted PSDs corresponding to the three population PSDs shown in Figure 5.

log-normal population centered at 8.5 μm , there is a significant population of very fine particles extending down to one micron. In gel permeation chromatography (GPC) applications, this secondary population of fine particles is important, resulting in added back pressure on the column. The equivalent volume-weighted PSD for this same sample is a smooth, log-normal type of distribution, centered at 10 μm , with no hint of a tail extending to smaller sizes. The result that would be obtained by Fraunhofer diffraction would more nearly resemble this volume-weighted PSD, with little prospect of accurately reproducing the PSD shown in Figure 4.

Figures 5 and 6 illustrate the effectiveness of the combined Autodilution/SPOS technologies, in terms of statistical accuracy and reproducibility of the PSD. Figure 5 shows the simple population PSD obtained for the silica sample discussed above, for three successive 30-

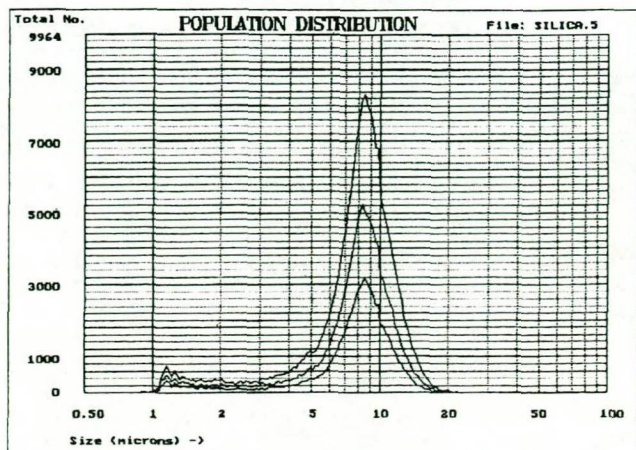


Figure 5 Population PSD for the silica sample of Figure 4, for three successive 30-sec runs, with continuous Autodilution.

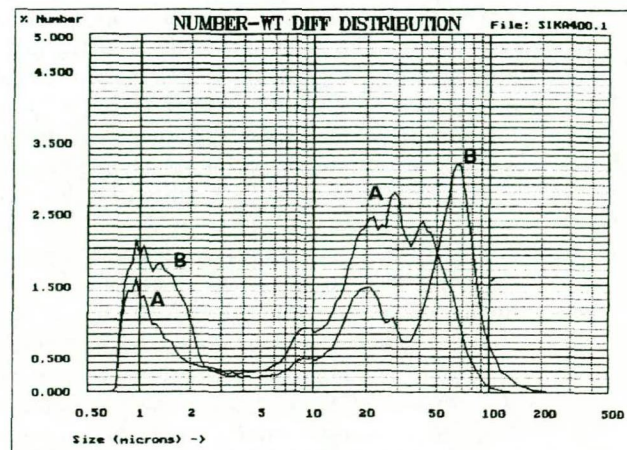


Figure 7 Number-weighted PSDs for two samples (labeled A and B) of silicon carbide powder.

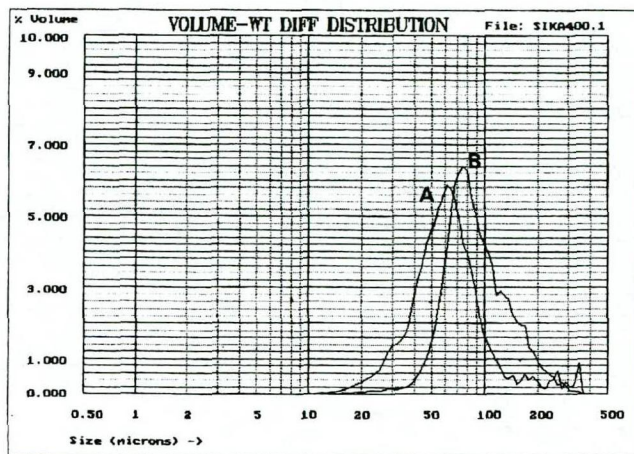


Figure 8 Volume-weighted PSDs for the two silicon carbide samples, A and B, shown in Figure 7.

sec periods of data acquisition, carried out automatically during continuous dilution of the suspension. A significant decrease in the number of particles counted for each diameter value in each successive run can be observed as the concentration decreases. However, in Figure 6, the number-weighted PSDs for each of the three runs of Figure 5 are nearly identical, thus demonstrating the effectiveness of Autodilution and the high reproducibility of the SPOS measurement. The discrepancies are obviously greatest (%) where the number of particles counted is smallest, owing to statistical fluctuations (proportional to the square root of the particle count).

A third advantage of the SPOS technique is its ability to detect and measure a relatively small population of off-scale particles, which are located on the periphery of the primary distribution of particles. These off-spec particles may not be sufficiently numerous to be measured reliably by Fraunhofer diffraction, for example, but they often represent the difference between a good and bad product.

In the case of an oil-in-water emulsion, this undesirable component may be caused by incomplete homogenization or fusion of primary droplets due to colloidal instability. In the case of powders, a large-particle tail in the PSD may be the result of incomplete grinding or milling, or agglomeration of primaries caused by inadequate dispersion and/or stabilization. Again, the fact that the SPOS technique is able to measure the true number-weighted PSD permits it to have the sensitivity necessary to determine the quality of a product, based on subtle differences in the PSD.

Finally, Figure 7 shows the number-weighted PSD for two different preparations of silicon carbide powder (dispersed in water with Triton-X100 surfactant [manufactured by Rohm & Haas Co., and distributed by Fisher Scientific, Orangeburg, New York]), labeled A and B. Both samples are seen to possess substantial populations of fine particles in the range 1–2 μm . However, the main difference occurs at larger sizes: Sample A is shifted substantially to smaller particle sizes, and sample B is distinctly bimodal. These significant differ-

ences in PSD are much less apparent when the same results expressed in volume weighting are examined, as shown in Figure 8. Here, it is still evident that sample B has, on average, larger particles than sample A. However, the difference in mean diameters is relatively small, and it is doubtful whether this distinction would be captured quantitatively by Fraunhofer diffraction. The AccuSizer 770 is easily able to detect outlying particles in the tail of sample A. The popular ensemble techniques are poorly suited to characterizing relatively complex and subtle distributions like those shown here. They are more useful for determining the end point in a manufacturing process—mean diameter and standard deviation—rather than for characterizing the quality of a product.

Summary

The method of single-particle optical sensing, when used in conjunction with an automatic dilution system and advanced signal processing electronics, has become a powerful technique for measuring particle size distributions. Results of high resolution, accuracy, and reproducibility can be obtained quickly and easily over a large size range for a wide variety of particle suspensions, emulsions, and dispersions.

References

- KNAPP, J.Z. and DELUCA, P.P., "Review of commercially available particulate measurement systems," *Supplement to J. Paren. Sci. & Tech.* 42(1) (Jan.-Feb. 1988).
- KNAPP, J.Z. and ABRAMSON, L.R., "A systems analysis of light extinction particle detection systems," in *Proc. Int'l Conf. on Particle Detection, Metrology and Control* (Arlington, VA, Feb. 5–7, 1990), p. 283.
- LIEBERMAN, A., "Problems associated with submicrometer contaminant measurement," *Semiconductor Processing ASTM STP 850*, D.C. Gupta, Ed. (Amer. Soc. for Testing and Mat'ls, Philadelphia, PA, 1984).
- LIEBERMAN, A., "Light scattering systems for particle counting and sizing," in *Proc. Int'l Conf. on Particle Detection, Metrology and Control* (Arlington, VA, Feb. 5–7, 1990), p. 353.
- VERDGAN, B.M., STINSON, J.A., and THIBADEAU, L., "Accurate methods for particle counting," in *Proc. 43rd Nat'l Conf. of Fluid Power* (Chicago, IL, Oct. 11–13, 1988).
- BARBER, T.A., "Limitations of light blockage particle counting," in *Proc. Int'l Conf. on Liquid Borne Particle Inspection and Metrology* (Arlington, VA, May 11–13, 1987), p. 317.
- KNOLLENBERG, R.G. and GALLANT, R.C., "Refractive index effects on particle size measurement in liquid media by optical extinction," in *Proc. Int'l Conf. on Particle Detection, Metrology and Control* (Arlington, VA, Feb. 5–7, 1990), p. 154.
- KERKER, M., *The Scattering of Light and Other Electromagnetic Radiation* (Academic Press, New York, NY, 1969).
- VAN DE HULST, H.C., *Light Scattering by Small Particles* (General Publishing Co. Ltd., Toronto, 1981; also Dover Publications Inc., New York, NY, 1981).
- NICOLI, D.F. and ELINGS, V.B., "Automatic dilution system," U.S. Patent #4,794,806 (foreign patents pending).

