# CENTRO DE INVESTIGACIÓN CIENTÍFICA Y DE EDUCACIÓN SUPERIOR DE ENSENADA



DIVISIÓN DE FÍSICA APLICADA Departamento de Óptica

# ESTUDIOS EXPERIMENTALES PARA LA ESTIMACIÓN DEL TAMAÑO DE PARTÍCULA POR MEDICIONES DE LUZ ESPARCIDA

TESIS

que para cubrir parcialmente los requisitos necesarios para obtener el grado de **Maestro en Ciencias** presenta:

LUIS ANTONIO RÍOS OSUNA

Ensenada, Baja California, México. Marzo de 2003

**RESUMEN** de la tesis de **Luis Antonio Ríos Osuna**, presentada como requisito parcial para la obtención del grado de MAESTRO EN CIENCIAS en ÓPTICA. Ensenada, Baja California. Marzo de 2003.

### ESTUDIOS EXPERIMENTALES PARA LA ESTIMACIÓN DE TAMAÑOS DE PARTÍCULA POR MEDICIONES DE LUZ ESPARCIDA.

Resumen aprobado por:

Dr. Pedro Negrete Regagnon.

En este trabajo se estudian aspectos experimentales del esparcimiento de luz ocasionado por partículas pequeñas cuando son colocadas en la trayectoria de un láser con características conocidas. Se hace una breve introducción a la teoría del esparcimiento debido a una sola partícula de forma y composición arbitrarias (teoría de Mie). El cálculo de la intensidad de luz esparcida empleando el método anterior, que es una solución rigurosa, resulta poco práctica para el caso de partículas cuyo tamaño es varias veces más grande que la longitud de onda del láser que se emplea para la iluminación. En estos casos es posible hacer uso de aproximaciones, entre las que figura la aproximación de Fraunhofer. Aplicando esta aproximación se calculan los patrones de esparcimiento causados por colecciones de partículas de diferentes diámetros. De esta forma se tiene un modelo que permite calcular el esparcimiento de luz producido por una colección de partículas contenidas en un medio homogeneo y que están en movimiento aleatorio.

Se estudió el problema inverso, donde, a partir de una distribución de luz esparcida, se estima el tamaño de las partículas que lo ocasionaron. Este problema de recuperación de tamaños es uno de los clasificados como mal condicionados. Se implementaron tres métodos para obtener la estimación de tamaños.

Experimentalmente se elaboró un arrelgo óptico para la adquisición de patrones de esparcimiento ocasionados por partículas esféricas de látex de diámetros conocidos. Se realizaron inversiones de los resultados experimentales para la estimación de los tamaños de partículas presentes. Durante el proceso de recuperación de tamaños se observaron algunas dificultades, como lo es la aparición de información sobre tamaños de partículas no presentes en las muestras.

Se observó que al menos uno de los algoritmos de inversión parece trabajar adecuadamente. Sin embargo, se encontró que el sistema de adquisición de los datos de luz esparcida no tiene el rango dinámico requerido para obtener datos con suficiente contraste. Esto trae como consecuencia una estimación de tamaños cuya confiabilidad es reducida.

Palabras clave: esparcimiento de luz, partículas, estimación de tamaños, adquisición de imágenes. **ABSTRACT** of the thesis presented by **Luis Antonio Ríos Osuna** as a partial requirement to obtain the MASTER OF SCIENCE degree in OPTICS. Ensenada, Baja California, México. March 2003.

## EXPERIMENTAL STUDIES FOR OPTICAL PARTICLE SIZING.

This work presents a study of some experimental details related to the light scattering caused by small particles when they are placed in the trajectory of a laser with well-known characteristics. A brief introduction to the theory of the scattering due to a single particle of arbitrary form and composition (Mie's theory) is given. The calculation of scattered intensity using this method (a rigorous solution) is not practical for the case of particles whose size are several times larger than that of the laser wavelength that is used to illuminate them. For these cases it is possible to make use of the Fraunhofer's approximation. We use this approach to calculate the scattering of light produced by particle collections of different diameters, randomly moving in a homogenous media.

The main goal of this work is related to the inverse problem, where the size of the particles is calculated from a measured distribution of scattered light. This is a numerically ill-conditional problem. Three different methods were implemented to obtain particles sizes.

An optical setup was developed in order to acquire scattered-light data originated from latex spherical particles of well-known diameters. The experimental measurements were used for the estimation of particle size. Some difficulties were observed in the recovery of particle sizes, like the spurious presence of sizes not existent in the samples. We found that a least-square optimization algorithm with a positive constraint for the solution produced the more suitably estimation for particle sizes. Nevertheless, it was found that the data acquisition system for the scattered light does not have the required dynamic range, producing data without adequate contrast. This seriously reduces the confidence in the resulting estimation of particle sizes.

Keywords: optical particle sizing, scattering, small particles, image acquisition.

# Agradecimientos

Quiero agradecer ampliamente al Dr. Pedro Negrete, mi director de tesis, por su apoyo en el desarrollo de este trabajo de tesis.

Mi agradecimiento al comité de tesis, los Drs. Roberto Conte, Raúl Rangel, Anatolii Khomenko y Eugenio Méndez, por sus sugerencias que ayudaron a una terminación exitosa de este trabajo.

A mis compañero de maestría Héctor Pérez, Hiram Ramírez y Víctor Valles por acompañarme en este tramo de mi camino académico.

A Irene Maldonado S. por el desarrollo teórico de la teoría de Mie.

A los investigadores del CICESE, quienes de manera muy amable y profesional compartieron su conocimiento conmigo.

A mis queridos amigos y compañeros Fabian Alonso y Saúl Zavala, por los consejos que mejoraron la paciencia y el temple para culminar este trabajo, y por la amistad y la confianza siempre brindada.

Agradezco profundamente al Centro de Investigación Científica y de Educación Superior de Ensenada por brindarme la oportunidad de realizar mis estudios de postgrado.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología por el apoyo económico recibido en el tiempo de duración de mis estudios.

A todos ustedes muchas gracias.

Luis Antonio Ríos Osuna

A mi amantísima esposa Claudia Betania con todo mi amor, cariño y respeto, por el apoyo incondicional durante la elaboración de este trabajo.

A MIS MUY QUERIDOS PADRES, BLANCA ESTHELA Y JOSÉ LUIS, POR EL APOYO Y AMOR QUE NUNCA HE DEJADO DE SENTIR AL EMPRENDER NUEVOS PROYECTOS.

# Prefacio

En cierta ocación, Lord Kelvin resumió la importancia de la medición como parte primordial de la ciencia en la siguiente expresión:

> Con frecuencia digo que cuando se puede medir y expresar con números aquello sobre lo cual se está hablando se sabe algo acerca del tema; pero cuando no se puede medir, cuando no es posible expresarlo con números, el conocimiento es mezquino e insatisfactorio; tal vez sea el principio del conocimiento, pero sólo representa un pequeño paso hacia la etapa científica, sea cual fuere el tema de que se trate.

> > Lord Kelvin (Willian Thomson)

Es bien sabido que la óptica ofrece una amplia variedad de técnicas para la caracterización de las propiedades de los materiales en función de la interacción de la luz con éstos. Seguramente el principal motor del desarrollo y mejoramiento de las técnicas ópticas no destructivas, no invasivas, rápidas y confiables, es la necesidad de contar con un medio de caracterización de productos comerciales durante el proceso de su elaboración. En aquellos productos cuya forma terminada son polvos o suspensiones de partículas, donde se tiene un gran número de partículas que los forman, es posible determinar su tamaño a través del análisis de esparcimiento de la luz que provocan a un haz que incide sobre éstos.

En esta tesis se presentan los estudios realizados acerca del esparcimiento de luz debido a esferas pequeñas, de tamaños conocidos, moviéndose aleatoriamente en un medio homogéneo, procurando resaltar los aspectos importantes del problema inverso. En este caso el problema inverso consiste en que, a partir del patrón de esparcimiento, se determine el tamaño de las partículas que lo ocasionan. De especial cuidado es el tratamiento de las señales de esparcimiento en estos estudios, ya que tratamos con problemas teóricos cuyas soluciones son fuertemente inestables en presencia de ruido.

Frecuentemente, la investigación de un sistema se orienta a fines sociales o comerciales. La razón que nos llevó a realizar estudios experimentales acerca de la estimación de tamaños de partícula es la importancia que esto representa en la industria, obteniendo una herramienta para el control de calidad en la elaboración de cementos, talcos, polvos, etcétera. En estos casos es importante conocer en tiempo real el tamaño de partícula ya que éste incide directamente en la calidad del producto elaborado.

Se ha realizado este trabajo con la idea firme de obtener resultados que ayuden a

desarrollar sistemas útiles para la estimación de tamaños de partículas, en los que el grado de confiabilidad sea el requerido en cada aplicación.

# Contenido

Li	sta d	e figur	as	$\mathbf{v}$		
Li	Lista de programas y figuras					
I	Intr	Introducción				
	I.1	Métod	os usados para el dimensionado de partículas	1		
		I.1.1	Métodos para ensambles de partículas	1		
		I.1.2	Métodos de conteo.	4		
		I.1.3	Métodos de separación	6		
	I.2	Objeti	vo general del trabajo	8		
	I.3	Estruc	tura de la tesis	9		
II	Esp	arcimie	ento de luz por partículas pequeñas	10		
	II.1	Teoría	de Mie	11		
	II.2	La apr	oximación de Fraunhofer	12		
	II.3	Espare	imiento de luz por una colección de partículas	14		
	II.4	El prol	blema inverso: recuperación de tamaños	16		
		II.4.1	Transformada integral inversa. (Fórmula de Chin-Shifrin)	16		
		II.4.2	Método matricial	16		
		II.4.3	Método de inversión de mínimos cuadrados restringiendo la			
			solución	17		
II	Des	arrollo	Experimental	19		
	III.1	Arregle	o experimental básico	19		
	III.2	Consid	leraciones sobre el arreglo experimental	20		
		III.2.1	De la fuente de luz	21		
		III.2.2	Del filtro espacial	21		
		III.2.3	De las lentes utilizadas	21		
		III.2.4	Del contenedor de las muestras	21		
		III.2.5	El arreglo de detectores: cámara CCD	22		
		III.2.6	Intervalo dinámico	23		
	III.3	Monta	je experimental	24		
	III.4	Progra	ma de control	24		
		III.4.1	Adquisición de las imágenes de esparcimiento	25		
		III.4.2	Programa de adquisición y procesado de las imágenes	25		

	III.5 Muestreo de la señal	26	
IV	Análisis de resultados experimentales         IV.1 Preparación de las muestras y adquisición de los datos         IV.1.1 Partículas de látex de 10 micras de radio         IV.1.2 Partículas de látex de 15 micras de radio         IV.1.3 Partículas de látex de 25 micras de radio         IV.1.4 Partículas de látex de 40 micras de radio         IV.1.5 Partículas de látex de 50 micras de radio         IV.1.6 Mezclas de partículas de látex de 10 y 15 micras         IV.2 Efecto de la lente gruesa sobre los datos         IV.3 La presencia de un pico en tamaños de partícula pequeños	27 27 30 33 33 33 39 43 43	
V	Conclusiones y comentarios finales	46	
Aŗ	péndices		
Α	<ul> <li>Esparcimiento de luz por partículas pequeñas</li> <li>A.1 Teoría de Mie</li></ul>	<b>49</b> 49 59 59	
В	Listado de código en MATLAB para la recuperación de tamañosB.1Recuperación de tamaños usando la fórmula de Chin-ShifrinB.2Recuperación de tamaños usando inversión matricialB.3Recuperación de tamaños usando mínimos cuadrados	<b>61</b> 61 62 64	
С	Listado de código en MATLAB para la adquisición de imágenes de es- parcimiento C.1 Programa para la adquisición de imágenes de esparcimiento C.2 Programa para realizar los promedios angulares de intensidad	<b>66</b> 66 67	
D	Evaluación numérica de la teoría de Mie: código en C	69	
Bi	Bibliografía		

# Lista de Figuras

Figura	Pá	gina
2.1	Comparación del esparcimiento de luz ocasionado por partículas de 10 micras de diámetro, calculado empleando la teoría de Mie y la aproxi- mación de Fraunhofer.	12
3.1 3.2 3.3	Arreglo experimental básico para la adquisición de los datos de es- parcimiento causado por una colección de partículas en suspensión Celda contenedora de las muestras de látex	20 22 24
$4.1 \\ 4.2 \\ 4.3$	Imágenes de SEM de partículas de dos tamaños diferentes Patrón de esparcimiento debido a partículas de 10 micras de radio Recuperación de tamaños a partir del patrón de esparcimiento obtenido	29 31
4.4 4.5	para partículas de 10 micras de radio	32 34
4.6 4.7	para partículas de 15 micras de radio	$\frac{35}{36}$
4.8 4.9	para partículas de 25 micras de radio	$37 \\ 38 \\ 40$
4.10	Patrón de esparcimiento debido a particulas de 50 mieras de 10 y 15 micras de radio.	41
4.11 4.12	Recuperación de tamanos a partir del patron de esparcimiento obtenido para la mezcla de partículas de 10 y 15 micras de radio Comparación de los valores angulares y su efecto en la recuperación	42
4.13	de los tamaños de partícula como función de las aproximaciones em- pleadas para la lente de tranformada de Fourier. El radio de las partículas empleadas corresponde a 80 micras	44 45

# Lista de Programas y Funciones

# Página

A.1	Esparce.m Intensidad esparcida por una distribución de partículas (Aprox. Fraunhofer)	59
B.1	Inv_cs.m Recuperación de la distribución de tamaños usando la fórmula de Chin Shifrin	61
B.2	Inv_mat.m Recuperación de la distribución de tamaños usando la inversión matricial.	62
B.3	Inv_nnls.m Recuperación de la distribución de tamaños usando mínimos cuadrados.	64
C.1 C.2	Adquiere.m Programa para la adquisición de imágenes de esparcimiento Rad_Avg.m Programa para realizar los promedios angulares de intensi-	66
	dad esparcida	68
D.1	Mie.C Implementación en lenguaje C de la teoría de Mie	69

# Capítulo 1 INTRODUCCIÓN

La instrumentación óptica en el área industrial se ha visto impulsada por la necesidad de contar con técnicas rápidas, no destructivas y no invasivas con las cuales realizar procesos de caracterización de materiales en el menor tiempo posible.

A lo largo del desarrollo de la ciencia y la tecnología se han creado un gran número de técnicas para el dimensionado de partículas pequeñas. Cada técnica presenta ventajas y desventajas propias de la aplicación que se les quiera dar, es decir, no se cuenta con una técnica universal para hacer esta tarea. Las principales técnicas usadas para el dimensionado de partículas se describen a continuación.

# 1.1 Métodos usados para el dimensionado de partículas

A continuación se dará una breve explicación de los diferentes métodos existentes para el dimensionado de partículas, con la idea de apreciar que todos los métodos de dimensionado de partidlas tienen sus ventajas y sus limitaciones. Esas ventajas serán entendidas y pesadas antes de decidirse por el desarrollo de una técnica de dimensionado de partículas.

Los métodos de dimensionado de partículas pueden ser separados en tres clases básicas: métodos aplicables a ensambles, métodos de conteo y métodos de separación.

## 1.1.1 Métodos para ensambles de partículas

Estos métodos toman la información mezclada de los diferentes tamaños de partículas en una muestra a un mismo tiempo, y de toda esta información se obtiene la función de distribución de tamaños de partículas de la población entera. Las principales técnicas empleadas para ensambles de partículas son esparcimiento de luz a ángulos pequeños, espectroscopia de correlación de fotones, espectroscopia de luz retrodispersada, entre otras. Algunas de estas técnicas pueder verse con mayor detalle en [Knollenberg, 1977]

 Esparcimiento de luz a ángulos pequeños. Este método consiste en hacer pasar un haz de luz a través de una muestra de partículas y detectar la intensidad de luz a diferentes ángulos de esparcimiento (generalmente ángulos menores a 10 grados). Posteriormente se emplean técnicas de inversión de datos para estimar la distribución de tamaños de las partícula que ocasionaron este esparcimiento

#### 1.1. MÉTODOS USADOS PARA EL DIMENSIONADO DE PARTÍCULAS

de luz. Esta técnica se aplica a concentraciones de partículas relativamente bajas (menores al 0.03% de elementos sólidos en las muestras), lo anterior para tener un mínimo de esparcimiento múltiple<sup>1</sup>, lo cual dificulta obtener una buena estimación de tamaños. Puede verse más detalladamente en [Muly, 1980] y [Kaye, 1973].

#### Ventajas:

- Se tiene una rápida adquisición de los datos, limitada únicamente por el tipo de detector y el sistema de digitalización de la información.
- Posee un amplio rango dinámico (comúnmente desde 5 micras hasta tamaños de algunos milímetros).
- Se pueden analizar muestras secas o en suspensión.
- Este tipo de análisis es no destructivo, así que las muestras pueden ser recuperadas, si es necesario.
- Este es el método más usado en procesado de datos.

## **Desventajas:**

- Para que dos distribuciones de tamaños puedan ser diferenciadas sus tamaños deben variar entre el 15 al 20 % del tamaño de partícula.
- La precisión de la técnica depende de la precisión de los parámetros ópticos (índice de refracción, absorción de luz, etcétera) disponible de las partículas.
- Las características de absorción de luz son desconocidas y por lo tanto son estimadas.
- Mezclas de partículas con diferentes propiedades ópticas normalmente no pueden ser dimensionadas.
- Partículas de formas irregulares pueden arrojar resultados erróneos.
- Partículas grandes con detalles finos en su superficie o porosidad, pueden arrojar resultados totalmente erróneos.
- Partículas altamente absorbentes pueden presentar problemas debido a que no producen un patrón de esparcimiento útil.
- Existe ambigüedad en los resultados obtenidos. Los cálculos involucrados para la estimación de tamaños presentes generalmente tienen derechos

 $<sup>^1\</sup>mathrm{El}$  esparcimiento múltiple se presenta cuando la luz esparcida por una partículas interacciona con otras partículas.

#### 1.1. MÉTODOS USADOS PARA EL DIMENSIONADO DE PARTÍCULAS

reservados, así que es muy difícil verificar el funcionamiento correcto del instrumento excepto en casos muy sencillos. $^2$ 

2. Espectroscopia de correlación de fotones. Este tipo de técnica se emplea para partículas de tamaños menores a 4 micras. Se basa en el hecho de que el patrón de esparcimiento varía rápidamente en intensidad debido al movimiento browniano de las partículas. La variación en intensidad de un periodo corto de tiempo puede ser autocorrelacionada para extraer la información de la distribución de velocidades de las partículas que esparcen esa luz. El tamaño promedio de las partículas y algunas características adicional puede ser determinado a partir de esta información.

#### Ventajas:

- Únicamente se requiere de poca información de la muestra para realizar un análisis.
- Aun mezclas de diferentes materiales pueden ser determinadas con gran precisión; sólo la viscosidad del medio debe ser bien conocida.
- El análisis es rápido y simple.
- El análisis es no destructivo y las muestras pueden ser recuperadas si se necesitan.

#### Desventajas:

- Extremadamente baja resolución; las partículas deben diferir en tamaño el 50% o más para que este método las distinga como dos colecciones diferentes de partículas.
- Solamente partículas menores a 4 micras pueden ser medidas.
- 3. Espectroscopía de luz retroesparcida. Aquí, un haz intenso de luz, usualmente un láser, se dirige dentro de una suspensión de partículas y se mide la distribución angular de luz esparcida de regreso a ángulos grandes (opuesto al dimensionado de partículas por mediciones de luz esparcida a ángulos pequeños). Esta distribución de luz esparcida es procesada para obtener la distribución de tamaños de partículas. Este tipo de técnicas se aplica a concentraciones altas de partículas.

#### Ventajas:

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>Una empresa que fabrica este tipo de intrumentos reporta en su literatura: "The method is an absolute one set in fundamental scientific principles. Hence there is no need to calibrate an instrument against a standard - in fact there is no real way to calibrate a laser diffraction instrument".

### 1.1. Métodos usados para el dimensionado de partículas

- Puede medir distribuciones de tamaños de muestras altamente concentradas.
- No se requiere de la preparación de las muestras y este tipo de análisis es no destructivo y no invasivo.

# **Desventajas:**

- Posee poca resolución de la distribución de tamaños de partículas, aun comparado con el primer método.
- El múltiple esparcimiento de altas concentraciones limita la resolución.
- Las propiedades ópticas y formas de las partículas deber ser conocido para obtener resultados precisos.
- Con materiales muy absorbentes de luz se pueden presentar problemas, debido a que el esparcimiento es muy débil.

# 1.1.2 Métodos de conteo.

Estos métodos se basan en la caracterización de una partícula a la vez, y principalmente de la acumulación de información de partículas con tamaños similares. Algunos métodos que caen en esta categoría son los contadores por zona eléctrica, contadores de luz, contadores del tiempo de vuelo y el microscopio (óptico o electrónico).

1. Contadores por zona eléctrica. Desarrollado originalmente para contar las células de sangre en hospitales, donde aún es muy usado. Las partículas son suspendidas en un fluido eléctricamente conductor, usualmente agua salada, y forzados a fluir a través de un orificio pequeño. Dos conductores son colocados uno en cada lado del orificio y la resistencia eléctrica del orificio es censada durante el paso de las partículas. Cada partícula produce un aumento en la resistencia medida cuando ésta pasa por el orificio y el área total calculada del cambio de resistencia, ésta es proporcional al volumen de la partícula. Cada pico en el cambio de la resistencia medida es clasificado acorde al área total. De esta manera se puede determinar adecuadamente después de realizar varios cientos de cuentas.

# Ventajas:

- Ajustable para un amplio rango de operación (0.5 micras a 300 micras), usando diferentes diámetros en los orificios.
- Proporciona resultados repetibles, incluyendo a partículas irregulares.

## 1.1. Métodos usados para el dimensionado de partículas

• Resolución comparable con la técnica de dimensionado por mediciones de luz esparcida a ángulos pequeños.

# Desventajas:

- El rango está limitado por el tamaño del orificio, para partículas entre el 2% y hasta el 60% de éste.
- Análisis de muestras con distribuciones de tamaños muy amplias, requieren una separación previa en términos de los tamaños, y las fracciones correspondientes pueden ser analizadas individualmente.
- $\bullet\,$ Las muestras deben estar suspendidas en un fluido conductor.<sup>3</sup>
- Para partículas cerca de las fronteras de los limites de resolución, la estimación de la distribución de tamaños no es buena.
- 2. Contadores por luz. Este tipo de técnica es similar a los contadores por zonas eléctricas. Las partículas son forzadas a pasar por un orificio muy pequeño, donde se enfoca un haz de luz y éste es parcialmente bloqueado al pasar las partículas. La reducción en la intensidad de la luz es proporcional a la sección transversal de la partícula y ésta puede ser convertida a una función de distribución de tamaños.

# Ventajas:

- Útil para un amplio rango de partículas (0.5 micras a 2000 micras) proporciona resultados repetitivos.
- Resolución comparada con el dimensionado de partículas por medio de mediciones de luz a ángulos pequeños, al menos para partículas grandes, ya que para partículas cercadas al límite inferior de resolución, es necesario que las partículas se diferencien en al menos el 15% de su tamaño para poder discriminarlas.

# Desventajas:

- Partículas irregulares en su forma reducen la resolución, debido a que lo que se evalúa es la sección transversal.
- Es imposible medir partículas menores a 0.5 micras.
- 3. Contadores del tiempo de vuelo. Un chorro de aire conteniendo las partículas es inyectado por un fino inyector dentro de una campana de vacío parcial, produciendo una barrera de choque. La aceleración de las partículas dentro del

 $<sup>^3\</sup>mathrm{Esto}$  puede representar un problema para muestras que les afecte estas condiciones.

#### 1.1. Métodos usados para el dimensionado de partículas

flujo de aire depende de su tamaño, las partículas pequeñas se aceleran más fácilmente que las grandes. Entonces las partículas pasan por dos haces de láser enfocados. El primer láser detecta cada partícula y arranca un cronómetro, mientras que el segundo láser lo detiene, lo cual da una medida del tiempo que la partícula duró en vuelo. Este tiempo de vuelo es registrado, y los tiempos individuales de vuelo son convertidos a distribución de tamaños.

# Ventajas:

- Trabaja con talcos.
- Rango de operación entre 0.2 y 700 micras.

# **Desventajas:**

- Partículas en líquido resultan difíciles de medir.
- Partículas menores a 0.2 micras son imposibles de medir.
- 4. Contadores por microscopio. Esta es la técnica más familiar que se puede encontrar. Esta técnica consiste en contar individualmente los tamaños de partículas a partir de una fotográfica tomada con un microscopio y comparándola con una escala apropiada.

# Ventajas:

• Permite ver realmente las partículas, su forma y tamaño.

# Desventajas:

- El tiempo de análisis son grandes, especialmente en microscopio electrónico.
- Se requiere preparación de muestras para el caso de microscopio electrónicos.
- El número total de partículas medido es pequeño comparado con el de otras técnicas, lo cual lo vuelve poco confiable.

# 1.1.3 Métodos de separación

En estas técnicas los diferentes tamaños de partículas son separados acorde a sus tamaños. La resolución que esta técnica tiene depende de qué tan finamente se puedan separar las partículas.

1. Tamizado. Es una de las técnicas más viejas para el dimensionado de partículas, y son usados tanto en laboratorios como los equipos de producción. El tipo más común de tamizado es emplear un tejido de acero.

# Ventajas:

#### 1.1. MÉTODOS USADOS PARA EL DIMENSIONADO DE PARTÍCULAS

- Simple de usar.
- Muy confiable.

#### **Desventajas:**

- Usualmente requiere de una labor intensa.
- La distribución reportada depende de la forma de las partículas.
- Baja resolución. Partículas muy cercanas en tamaños deben diferir entre el 35% y el 40% en sus tamaños para ser resueltas.
- 2. Sedimentación gravitatoria. Aquí, se tiene una muestra de partículas uniformemente suspendidas en un fluido de densidad y viscosidad conocidas que permite el asentamiento debido a la gravedad. Las partículas más grande son sedimentadas más rápido que las pequeñas, aproximadamente acorde con la ley de Stokes. Usualmente la sedimentación de partículas se realiza en la base del contenedor, pero si son de una densidad más baja que el fluido, flotarán a la parte superior. Entonces la concentración de partículas es monitoreada por un haz de luz a una distancia conocida de la base o la parte superior del contenedor.

#### Ventajas:

- Alta precisión en partículas esféricas que no se sedimenten muy rápido o muy lento.
- Rango de operación entre 1 micra y 500 micras.

#### **Desventajas:**

- Tiempos de análisis muy largos.
- Partículas irregulares no arrojan resultados repetitivos.

Estos métodos son una muestra representativa de las variantes que presenta esta tarea. El principal interés en este trabajo se centra en las técnicas que guardan relación directa con la óptica.

Los métodos necesarios para extraer la información referente a las propiedades de los materiales, como resultado de la interacción luz-materia, son ampliamente estudiados y discutidos en la óptica.

Los métodos que tienen aplicación para dimensionar partículas empleando técnicas ópticas pueden ser clasificados en tres categorías, según [Hirleman, 1990] :

1. Caracterización por fotografía.

#### 1.2. Objetivo general del trabajo

- 2. Esparcimiento de luz.
- 3. Método de extinción de luz.

Si se parte del hecho que se desea aplicar estas técnicas a conjuntos grandes de partículas, el tercer método resulta ineficiente, debido al número tan alto de mediciones que se tendrían que realizar. Por otro lado, en procesos industriales de transformación de materiales en bruto a polvos, donde el tamaño de las partículas cambia durante este proceso, deja obsoleto el primer método de análisis, ya que se tendrían que realizar múltiples tomas fotográficas de las partículas para observar su cambio de tamaño. De estas técnicas, la segunda ofrece la posibilidad de monitorear las variaciones de tamaños de manera instantánea, salvo por la velocidad del procesado de los datos y el mal condicionamiento numérico en su solución, motivo por el cual la información a procesar debe ser cuidadosamente tratada.

Además de estas técnicas, se han desarrollado muchas otras similares para medir otras propiedades, además del tamaño [Bachalo, 1980], [Bohren, 1983], [Kaye, 1973], [Knollenberg, 1977] y [Pendleton, 1982].

Un gran número de técnicas basadas en el uso del láser han sido desarrolladas en años recientes para el dimensionado de partículas pequeñas, tal como los aerosoles [Reist, 1984], [Wertheimer, 1976]. La primera de estas técnicas fue la basada en la difracción de Fraunhofer, desarrollada en la universidad de Sheffield en 1976. Esta técnica se basa en los patrones de difracción formados cuando las gotas (o partículas) son iluminadas por un haz colimado de luz monocromática. En su forma original, la técnica está limitada a concentraciones bajas de partículas. En este trabajo se ha implementado una variante de esta metodología para estimar el tamaño de partícula por medio de esparcimiento de luz, y en partícular, la medición del tamaño de partícula de un conjunto formado por un gran número de partículas en movimiento. Se ha construido un sistema óptico para la realización experimental de este trabajo y se ha analizado el desempeño de tres técnicas numéricas para la inversión de los datos.

# 1.2 Objetivo general del trabajo

El objetivo general establecido es el de realizar estudios experimentales de esparcimiento de luz utilizando partículas esféricas bien caracterizadas. Se ha puesto énfasis en los principales parámetros que afectan a las mediciones y su efecto al procesar estos patrones de esparcimiento de luz. Se ha enfocado el estudio a partículas cuyos diámetros se hallan en el intervalo de 20 a 160 micras, con la finalidad de explorar el intervalo de tamaños en que es común encontrar productos comerciales que requieren de un sistema de caracterización de polvos. Este trabajo está encaminado a la realización de un instrumento de caracterización útil en procesos industriales de molienda.

# 1.3 Estructura de la tesis

La información de este documento se encuentra ordenada de la siguiente manera: en el capítulo 2 se describe la teoría relacionada con el problema directo, es decir el cálculo del patrón de esparcimiento de luz en términos de una distribución de partículas. Se describe asimismo el problema inverso donde, a partir de una distribución de luz esparcida, se determina la distribución de tamaños. Se presentan tres técnicas que, en principio, permiten obtener las estimaciones de tamaños deseadas.

En el capítulo 3 se describe el arreglo experimental implementado, y los elementos ópticos que se emplearon en función de la tarea que realizarán. Se discuten además las limitantes de este sistema.

El capítulo 4 comienza con la descripción de las partículas de látex empleadas y se presentan dos imágenes del microscopio electrónico de barrido como medio de corroborar la información de tamaños de las partículas con los datos proporcionados por el proveedor. Se presentan los resultados experimentales obtenidos, así como el análisis y el procesamiento correspondiente. También se presentan algunos resultados que corresponden a muestras que son resultados de la mezcla de dos tamaños de partículas, que permiten discutir sobre la resolución en tamaños que es posible esperar de la técnica.

Finalmente, en el capítulo 5 se presenta un resumen de los resultados más relevantes de este trabajo y se dan las conclusiones al respecto.

# Capítulo 2

# ESPARCIMIENTO DE LUZ POR PARTÍCULAS PEQUEÑAS

El objetivo en este capítulo es introducir al lector al concepto básico de esparcimiento de luz debido a una colección de partículas inmersas en un medio homogéneo y que se mueven aleatoriamente.

La descripción clásica de la luz esparcida que es ocasionada por una partícula de composición y forma arbitrarios, localizada en un medio homogéneo, se basa en el análisis realizado originalmente por Mie, quien encontró una solución rigurosa derivada a partir de las ecuaciones de Maxwell [Born, 1980]. Posteriormente se verá que es posible describir confiablemente los resultados descritos por la teoría rigurosa de difracción empleando diversas aproximaciones [Hirleman, 1989].

Con los patrones de esparcimiento descritos, tanto para el caso riguroso aplicable a cualquier partícula, así como para sistemas donde podemos aplicar la teoría escalar de difracción (uso de aproximaciones), procederemos a describir el esparcimiento debido a un ensamble con un gran número de partículas, de diferentes tamaños, inmersas en el medio homogéneo y cuya localización espacial es aleatoria.<sup>1</sup>

Hasta este punto llega lo que comúnmente se conoce como el problema directo de esparcimiento, es decir, si son conocidas las características de las partículas, entonces se puede obtener el patrón de esparcimiento que producirá en presencia de un haz de luz.

El interés principal de esta tesis radica en el llamado problema inverso. Esto se refiere al hecho de tener un patrón de esparcimiento y donde se desea conocer las características de las partículas que lo provocaron. Se tiene una solución analítica, que puede ser interpretada como una transformada integral inversa. También se presentan otros dos métodos de recuperar los tamaños de las partículas, donde el problema se presenta como un sistema lineal de ecuaciones. En uno de ellos se utiliza la descomposición en valores singulares para sobrellevar el mal condicionamiento del sistema. En el otro se utiliza un técnica de minimización por mínimos cuadrados, restringiendo la solución a valores positivos.

El problema inverso es un problema mal condicionado, es decir que, en presencia de ligeras variaciones en los datos de entrada, los resultados obtenidos tendrán poca

 $<sup>^{1}</sup>$ Lo cual ocurre común<br/>mente en productos comerciales como aerosoles, polvos, etcétera.

concordancia con los verdaderos. Esto representa una seria limitante en el proceso experimental, ya que si la relación señal a ruido es pequeña, los datos obtenidos resultarán poco útiles para la recuperación de la función de distribución de tamaño de partículas.

En esta tesis se estudia el problema inverso en el ámbito experimental. Se discutirán los parámetros que afectan a los métodos de inversión. Estos parámetros son aquellos que afectan los datos experimentales, tales como el ruido digital, las reflexiones de luz y la discretización de la señal. Dado que el problema inverso consiste de una solución inestable, la presencia de señales espurias en la adquisición de los patrones lleva a resultados de la inversión que son totalmente distintos a los reales.

# 2.1 Teoría de Mie

El problema de esparcimiento debido a partículas pequeñas fue estudiado inicialmente por Maxwell Garnet. Él consideró el paso de la luz a través de un medio dieléctrico conteniendo muchas esferas pequeñas metálicas [Born, 1980].

Gustav Mie, en un artículo publicado en 1908, partiendo de la teoría electromagnética obtuvo una solución rigurosa para la difracción de una onda plana monocromática ocasionada por una esfera homogénea de cualquier diámetro y de cualquier composición situada en un medio igualmente homogéneo.

El método seguido por Mie consiste en buscar soluciones para el campo resultante de la interacción de una onda plana monocromática que incide sobre una superficie esférica. Su razonamiento para describir el esparcimiento comienza con el uso de las ecuaciones de Maxwell para campos oscilantes en las condiciones de simetría apropiadas.

Siguiendo el desarrollo de Mie es posible conocer las componentes del campo resultantes que representan a la onda saliente, con amplitud y estado de polarización dependientes de la dirección. Generalmente, la luz es esparcida con polarización elíptica.

Una descripción detallada de las soluciones del campo esparcido encontrado por Mie se desarrolla en el apéndice A. Como ejemplo, la figura 2.1 muestra el patrón de esparcimiento obtenido para una partícula de látex (poliestireno) de  $10\mu m$  de diámetro, cuyo índice de refracción es de n = 1.59 a una longitud de onda de 589 nm y que ha sido iluminada por una onda plana de 632.8 nm de longitud de onda. Para el cálculo de este patrón de esparcimiento utilizando la teoría de Mie se empleó el programa en C listado en el apéndice D.1.

Para la mayoría de los casos de interés en este trabajo, el método implica una gran cantidad de cálculos numéricos repetitivos, por consiguiente no es muy práctico si se desean conocer los resultados con un grado de confianza aceptable y sin sacrificar



**Figura 2.1:** Comparación del esparcimiento de luz ocasionado por partículas de 10 micras de diámetro, calculado empleando la teoría de Mie y la aproximación de Fraunhofer.

tiempo en realizarlo.

# 2.2 La aproximación de Fraunhofer

Aunque la solución planteada por la teoría de Mie es una solución rigurosa al problema de esparcimiento de luz por una partícula esférica de cualquier radio y composición, resulta poco práctica cuando se desea calcular el patrón numéricamente. Este problema se presenta por el hecho de que el número de términos necesarios para evaluar dicho patrón con un valor mínimo de error crece rápidamente con el tamaño de la partícula. Para vencer esta dificultad es necesario hacer uso de aproximaciones.

De acuerdo con esto, generalmente se divide el problema en tres categorías, dependiendo del tamaño que la partículas tienen con respecto a la longitud de onda de iluminación [Bohren, 1983]. Estas aproximaciones son:

#### 2.2. LA APROXIMACIÓN DE FRAUNHOFER

- 1. La aproximación de Rayleigh, empleada para partículas más pequeñas que la longitud de onda de iluminación.
- 2. La aproximación de Fraunhofer, para partículas varias veces más grandes que la longitud de onda.
- La aproximación de la óptica geométrica, en donde las partículas son mucho más grandes que la longitud de onda.

Este trabajo se ha enfocando a estudios experimentales con la siguiente idea: si el tamaño de la partícula es grande comparada con la longitud de onda, entonces podemos emplear la aproximación de Fraunhofer considerando a la partícula como una abertura circular con el diámetro que la partícula posee.

Para partículas significativamente más grandes que la longitud de onda (diámetros diez veces mayores), la mayoría de la luz es esparcida a ángulos pequeños respecto a la dirección de propagación. Bajo estas condiciones la teoría escalar de difracción de Fraunhofer describe adecuadamente el esparcimiento.

La aproximación de Fraunhofer se obtiene al aplicar la teoría escalar de difracción en el régimen de Fraunhofer a una esfera cuya proyección tenga radio a y área  $G = \pi a^2$ . En este caso el patrón de difracción de Fraunhofer tiene simetría de rotación y en el plano de referencia está dado por

$$I(\theta) = \frac{G^2 I_0}{\lambda^2 R^2} \left(\frac{2J_1\left(xsen\left(\theta\right)\right)}{xsen\left(\theta\right)}\right)^2 = \frac{x^4 I_0}{4R^2 k^2} \left(\frac{2J_1\left(xsen\left(\theta\right)\right)}{xsen\left(\theta\right)}\right)^2 \qquad , \qquad (2.1)$$

donde G es el área de la partícula,  $\lambda$  es la longitud de onda,  $J_1$  la función Bessel,  $I_0$ una constante con las unidades adecuadas y k es el número de onda. Esta es una teoría escalar y por lo tanto no toma efectos de polarización de la luz.

Haciendo la aproximación para ángulos pequeños se tiene que  $sen(\theta) \approx s/f \approx \theta$ , donde f es la distancia focal de la lente y s es la distancia radial en el plano del detector. Con esto, el patrón de difracción de Fraunhofer de una partícula esférica de radio a, puede ser descrito por la ecuación

$$I(\theta) = I'_{0} a^{2} \frac{J^{2}_{1}(ka\theta)}{\theta^{2}} , \qquad (2.2)$$

donde  $I'_0 = I_0/f^2$ , siendo  $I_0$  una constante con las dimensiones apropiadas. En la figura 2.1 se comparan las simulaciones numéricas realizadas para partículas de 10 micras de radio empleando esta aproximación y el método riguroso. De la curva del patrón de esparcimiento calculado con la ecuación (2.2) se tiene que, para ángulos pequeños, la aproximación de Fraunhofer produce el mismo resultado que el deseado, correspondiente a la teoría de Mie usando las ecuaciones del apéndice D.1. Se observa cómo aumenta el error al querer determinar el esparcimiento de luz para ángulos mayores a 6 grados (para este tipo de partículas) con el uso de esta aproximación.

Una vez que se calcula el patrón de esparcimiento para una partícula, ya sea mediante la teoría de Mie o mediante la aproximación de Fraunhofer, es posible calcular el patrón de esparcimiento para una colección de estas partículas. Esto se describe a continuación.

# 2.3 Esparcimiento de luz por una colección de partículas

Lo que se desea hacer ahora, no obstante, es ampliar nuestro punto de vista de forma que podamos comprender el esparcimiento debido a muchas partículas. Considérese tal sistema, formado por un número grande de partículas en movimiento contínuo y aleatorio. También bajo estas circuntancias, son aplicables la solución obtenida por Mie y las aproximaciones vistas en la sección anterior, del estudio de la interacción de luz con una sóla esfera, también se aplica a la difracción para cualquier número de esferas cuando son de tamaños iguales.

Una condición que hay que considerar al realizar este estudio, es el exigir colecciones de partículas homogéneamente distribuidas en un medio homogeneo y que las partículas estén distanciadas entre sí varias veces su diámetro, esto para evitar esparcimiento múltiple, el cual representaría un problema complicado. Bajo esas circunstancias no hay relaciones de fase coherentes entre la luz que es esparcida por las diferentes esferas, y la energía total esparcida es entonces igual a la energía esparcida por una esfera multiplicada por el número total de ellas. Si una lente es colocada en la trayectoria de la luz después de las partículas, y se coloca una pantalla en el plano focal, entonces la luz no difractada se enfoca en un punto sobre el eje óptico, y la luz difractada forma un patrón de anillos alrededor del punto central. Movimientos de las partículas no causarán movimientos del patrón de difracción, debido a que la luz difractada a un ángulo dado siempre producirá el mismo desplazamiento radial en el plano focal, independientemente de la posición de la partícula en el haz de iluminación. Si se interpreta el patrón de difracción de Fraunhofer como una transformada de Fourier del objeto [Gorecki, 1989], entonces este fenómeno se entiende fácilmente como una aplicación de la propiedad del corrimiento de la transformada [Brigham, 1988].

El interés principal es el estudio de ensambles formados por una colección numerosa de partículas inmersas en un medio homogéneo, cuyos tamaños de partícula son descritos por una función de distribución de tamaños y con la condición de espaciamiento anteriormente mencionada. Para ello se considera una colección de partículas cuyos radios siguen cierta distribución f(x) conocida y que se encuentran localizadas en posiciones aleatorias. Para describir el patrón de esparcimiento debido a esta colección se realiza la suma incoherente de los patrones de esparcimiento debidos a cada tamaño de partículas pesadas por la función de distribución de tamaños. Matemáticamente se denota esta relación mediante la ecuación

$$I(\theta) = \int_0^\infty I(\theta, x) f(x) dx \qquad . \tag{2.3}$$

Esta es una integral de Fredholm de primer orden en la cual x = ka es el radio de la partícula, no dimensionado por el número de onda  $k = 2\pi/\lambda$  y  $\theta$  es el ángulo de esparcimiento. El kernel  $I(\theta, x)$  representa el esparcimiento de una partícula simple y f(x) la densidad de partículas presentes en la colección, y con esta relación podemos encontrar la descripción del esparcimiento de la luz ocasionada por partículas. Si se observa, se ve que no está restringida  $I(\theta, x)$ , dando la opción de emplear tando el caso exacto como cualquiera de las aproximaciones mencionadas.

En el problema óptico de dimensionado de partículas, se busca una transformación inversa, tal que f(x) pueda ser encontrada a partir de mediciones de  $I(\theta, x)$ . El kernel  $I(\theta, x)$  comúnmente se modela empleando la teoría de esparcimiento de Mie empleando la siguiente ecuación

$$I(\theta) = \frac{\lambda^2}{8\pi^2} I_0 \int_0^\infty \left[ i_1(x,\theta) + i_2(x,\theta) \right] f(x) \, dx \qquad , \tag{2.4}$$

donde  $I_0$  es la intensidad incidente e  $i_1(x,\theta)$  e  $i_2(x,\theta)$  son las funciones de intensidad no dimensionadas para la luz esparcida en polarización TM y TE en el plano de referencia, respectivamente. En la práctica, los cálculos basados en la ecuación (2.4) son aplicados típicamente a partículas cuyos tamaños oscilan de  $0.5\mu m$  a  $10\mu m$ .

Para el caso de partículas grandes comparadas con la longitud de onda del haz de iluminación, podemos modelar el kernel de la ecuación (2.3) empleando la aproximación de Fraunhofer. En este último caso,  $I(\theta, x)$  es modelada como una abertura circular del mismo radio que las partículas, en tal caso el esparcimiento debido a una colección de partículas empleando la aproximación de Fraunhofer está dado por

$$I\left(\theta\right) = \frac{I_{0}'}{\theta^{2}k^{2}} \int_{0}^{\infty} J_{1}^{2}\left(x\theta\right) x^{2} f\left(x\right) dx \qquad , \qquad (2.5)$$

donde  $J_1$  es la función Bessel de primer orden. Igualmente este patrón de esparcimiento de la colección completa está dado por la superposición de los patrones de esparcimiento de cada una de las partículas que la conforman. Debido a que las partículas se encuentran localizadas en posiciones aleatorias, entonces la superposición está dada por la suma incoherente de los patrones individuales. Esta ecuación resulta idéntica a la ecuación (2.5) obtenida para el esparcimiento de una partícula empleando la aproximación de Fraunhofer si la función de peso f(x) es sustituida por una delta, que físicamente representan partículas de una sola especie. Para calcular numéricamente los patrones de esparcimiento para una colección de partículas basados en la aproximación de Fraunhofer se ha empleado el programa de MATLAB listado en el apéndice A.1.

## 2.4 El problema inverso: recuperación de tamaños

El interés científico y comercial de determinar el tamaño de partículas a partir de mediciones de luz esparcida, [Muly, 1980] [Cornillault, 1973], ha llevado a investigadores a realizar inversiones análiticas de la ecuación (2.3). Se han deducido además varias ecuaciones que estiman la función f(x) requerida [Riley, 1991].

La ecuación (2.5) es una integral de Fredholm de primer tipo [Riley, 1991]. Este tipo de ecuaciones son de uso frecuente en problemas inversos. En general, si el kernel de la ecuación,  $x^2 J_1^2(x\theta)$ , tiende a suavizar el comportamiento de la función  $I(\theta)$  para todos los valores de la variable independiente  $\theta$ , entonces el problema es inestable. Esta inestabilidad aumenta al incrementarse el efecto de suavizado [Fymat, 1981]. Así, el mal condicionamiento del problema implica que la solución f(x) pueda modificarse completamente debido a pequeñas variaciones espurias en los datos de la intensidad esparcida  $I(\theta)$ .

A continuación se describen brevemente los tres métodos que fueron empleados en este trabajo para la inversión de los resultados experimentales.

#### 2.4.1 Transformada integral inversa. (Fórmula de Chin-Shifrin)

Chin et al. [Chin et al., 1955a], [Chin et al., 1955b], encontraron una solución analítica para la ecuación (2.5). Su técnica se basa en relacionar la distribución de tamaños de partículas y el patrón de difracción de Fraunhofer a través de una transformada integral inversa dada por la ecuación

$$f(x) = \frac{-2\pi k^2}{x^2} \int_0^\infty J_1(x\theta) Y_1(x\theta) x\theta \frac{d}{d\theta} \left[\theta^3 I(\theta)\right] d\theta \qquad , \qquad (2.6)$$

donde  $J_1$  y  $Y_1$  son las funciones Bessel de primer orden, de primer y segundo tipo respectivamente. Una descripción detallada del uso de esta ecuación y sus limitaciones se encuentra en la referencia [Negrete-Regagnon, 1992]. Esta solución analítica se implementó como una función de MATLAB y se encuentra listada en el apéndice B.1.

#### 2.4.2 Método matricial

Este método para la inversión de datos plantea el cálculo del patrón de difracción como una ecuación matricial dada por

$$\overrightarrow{I} = M \overrightarrow{f} \qquad , \tag{2.7}$$

#### 2.4. El problema inverso: recuperación de tamaños

donde

$$M_{ij} \equiv M\left(\theta_i, a_j\right) = \frac{I_0 \prime}{\theta^2} a_j^2 J_1^2\left(k a_j \theta_i\right) \Delta a \qquad (2.8)$$

De esta manera la solución se obtiene encontrando la matriz inversa de la matriz M

$$\overrightarrow{f} = M^{-1}\overrightarrow{I} \qquad . \tag{2.9}$$

El problema radica en encontrar el mejor método de solución, dado que la matriz M no está bien condicionada y por lo tanto la solución es inestable.

Para este tipo de matrices, un buen método para obtener la matriz inversa es empleando la descomposición de valores singulares. Este método ofrece técnicas muy adecuadas para manejar matrices singulares, y puede verse en detalle en [Golub, 1989]. La aplicación para el caso de la recuperación de partículas esféricas puede consultarse nuevamente en la referencia [Negrete-Regagnon, 1992]. El programa que realiza la estimación de tamaños empleado este método se lista en el apéndice B.2.

#### 2.4.3 Método de inversión de mínimos cuadrados restringiendo la solución

Al solucionar un problema inverso, los efectos no considerados en el modelo, tales como variaciones espurias, pueden hacerlo imposible de solucionar exactamente. En tales casos, una solución que esté cerca es la mejor solución que puede ser obtenida, por lo cual el problema se convierte en un problema de optimización.

Un problema de optimización involucra la minimización (o maximización) de una función de varias variables (llamada la función objetivo), la cual representa una figura de mérito para un modelo en particular. El problema comúnmente incluye condiciones o restricciones que definen los valores que son aceptables para las variables. La solución de un problema de optimización consiste en el conjunto de variables permitidas con el cual la función objetivo adquiere el valor óptimo.

Los problemas de optimización pueden ser clasificados en categorías que dependen de las características matemáticas de la función objetivo (lineal, no-lineal, suma de cuadrados de funciones lineales, suma de cuadrados de funciones no-lineales, cuadrática, etc.) y de las restricciones (ninguna, lineal, no-lineal, positiva, dentro de un rango, etcétera), así como tambien de la información con la que el algoritmo puede contar durante el proceso (primeras derivadas y segundas derivadas). Finalmente, el tamaño del problema, es decir, el número de variables involucradas, afecta tanto el manejo de memoria como el esfuerzo computacional necesario para llegar a una solución. Una clasificación detallada de los problemas de optimización, sus algoritmos y los detalles prácticos puede ser consultada en la referencia [Gill et al., 1981].

Para la estimación del tamaño de las partículas hemos empleado como tercera opción un algoritmo de minimización basado en la técnica de mínimos cuadrados, donde se ha restringido la solución a valores positivos. De esta forma, la solución es aquella que resulta con la suma más pequeña de los cuadrados de la diferencia entre los datos reales y los datos derivados del modelo de esparcimiento empleando la aproximación de Fraunhofer. Para una mayor explicación de este método puede consultarse la referencia [Lawson, 1974]. La función implementada con este método está listada en el apéndice B.3.

Los tres métodos para obtener la inversión de resultados tienen una aplicación muy amplia. Permiten determinar en casi todas las situaciones la función de densidad de tamaños en las muestras que analizamos. Los tres métodos son inestables y cada uno arroja resultados correctos al determinar ciertos tamaños, esto es un problema, ya que obliga a realizar un estudio para evaluar si el resultado encontrado satisface completamente a los datos obtenidos.

# Capítulo 3 DESARROLLO EXPERIMENTAL

A menudo existe una brecha amplia entre los fenómenos físicos y la cuantificación de sus efectos con resultados numéricos que resulten útiles. Posiblemente el único puente sean las técnicas e instrumentos de medición de dichos fenómenos.

Los estudios que aquí se realizan requieren de la elaboración de un arreglo óptico, el puente, para estimar el tamaño de partículas a partir del esparcimiento causado por éstas. Detectar confiablemente la señal que provenga del proceso se traduce en interpretaciones precisas de lo que está pasando. Por ello, una vez elaborado el arreglo óptico, el primer paso es evaluarlo para determinar la confiabilidad que pudieran llegar a tener las estimaciones.

Este capítulo presenta el arreglo experimental desarrollado para la adquisición de patrones de esparcimiento bajo las condiciones expuestas en el capítulo anterior. Se analizan las características teóricas y experimentales más importantes que se tomaron en cuenta para realizar las mediciones de esparcimiento.

Cada instrumento que se desarrolla para realizar una medición debe ser caracterizado para verificar sus límites de operación y la confiabilidad de sus mediciones. Los instrumentos ópticos requieren de especial atención en este aspecto. Se presenta la forma en que se caracterizó el arreglo óptico para posteriormente determinar su intervalo de operación.

Para controlar el proceso de adquisición de los datos de esparcimiento se desarrolló una serie de programas de control. Estos controlan la adquisición de las imágenes, la intensidad de iluminación y su procesado, hasta obtener una solución.

# 3.1 Arreglo experimental básico

Como se discutió, la intensidad de la luz esparcida debida a partículas pequeñas decae fuertemente conforme nos alejamos del eje óptico. Es común que la señal decaiga aproximadamente un orden de magnitud por cada grado. Por este motivo resulta necesario la implementación de un sistema de detección que permita obtener información confiable de la cantidad de luz esparcida a ángulos entre 4 y 8 grados.

Se han considerado varios arreglos experimentales para medir la distribución angular de la intensidad de la luz esparcida por partículas pequeñas, algunos de los cuales se pueden ver en [Hirleman, 1989], [Hirleman, 1990], [Knollenberg, 1977] y en



Figura 3.1: Arreglo experimental básico para la adquisición de los datos de esparcimiento causado por una colección de partículas en suspensión.

[Wertheimer, 1976].

El arreglo experimental para realizar la adquisición de los patrones de esparcimiento es conceptualmente sencillo. Se requiere de un haz colimado de luz monocromática que ilumine la colección de partículas que deseamos analizar. Posteriormente se coloca una lente convergente a las partículas y en el plano focal de ésta se coloca el arreglo de detectores. Las partículas, la lente convergente y el arreglo de detectores deben formar un sistema 2F de transformada de Fourier para obtener la transformada de Fourier en el plano focal de la lente. Este arreglo óptico se presenta en la figura 3.1.

A pesar de la sencillez del arreglo óptico, existe una serie de detalles finos ocultos que son determinantes en la elaboración y buen funcionamiento de este arreglo. Estos detalles se analizarán cuidadosamente a continuación para obtener mediciones confiables de los patrones de esparcimiento.

# 3.2 Consideraciones sobre el arreglo experimental

El esquema básico del arreglo experimental resulta fácil de elaborar. Sin embargo deben tomarse en cuenta algunos factores que afectan la luz esparcida, ya que introducen cierta incertidumbre en la adquisición de los datos y por ende en la estimación de tamaños.

Se ha dividido esta sección conforme a su orden en el arreglo experimental. Se ha considerado la fuente de luz monocromática, el filtro espacial, las lentes utilizadas y la cámara CCD (por sus siglas en inglés *Charged Coupled Device*) que se usó como arreglo de detectores. De igual importancia resulta hacer una revisión de las dimensiones permitidas para la celda que contiene las muestras que se desean analizar.

#### 3.2. Consideraciones sobre el arreglo experimental

### 3.2.1 De la fuente de luz

Como fuente de luz se utilizó un láser de gas de Helio-Neón de la compañia JDS Uniphase modelo 1125 no polarizado de una potencia de 15 mW. Emite a una longitud de onda de 632.8 nanómetros.

### 3.2.2 Del filtro espacial

La tarea del filtro espacial es eliminar señales espurias generadas por la cavidad resonante del láser. Se empleó un filtro espacial *Edmund Scientific* modelo *J39-976* con una apertura (*pin-hole*) de 20 micras y un objetivo de microscopio de 10X. En el análisis hecho en el capítulo anterior se consideró una onda plana monocromática que incide sobre las muestras a analizar. Para obtener un haz lo más parecido a ello, se empleó una lente con una distancia focal de 100 milímetros después del filtro espacial para colimar el haz y, mediante un diafragma de campo, se seleccionó una parte del frente de onda. Así, a la onda obtenida se le dió un diámetro de 4 milímetros con un corte transversal circular, prácticamente plano y colimada.

#### 3.2.3 De las lentes utilizadas

La teoría descrita, tanto para el cálculo de los patrones de esparcimiento como la empleada en los métodos de inversión, considera un sistema limitado por difracción. Los elementos ópticos que se empleen deben ser de buena calidad para aumentar el grado de confiabilidad de los datos obtenidos. En la parte experimental se utilizaron dos lentes convergentes para la obtención de los patrones de esparcimiento: la primera, de 100 milímetros de distancia focal, que es la encargada de colimar el haz de luz proveniente del filtro espacial y una segunda lente de 50 milímetros de distancia focal que realiza la transformada de Fourier y que permite obtener el patrón de difracción de Fraunhofer de la colección de partículas.

#### 3.2.4 Del contenedor de las muestras

El análisis de las partículas se realiza considerando que éstas tienen un movimiento aleatorio. Para ello se diseñó una celda de acrílico para contenerlas. En la elaboración de esta celda se tomó en cuenta lo siguiente:

**Consideraciones teóricas.** El tener una celda gruesa requiere que la concentración de las partículas en la muestra sea muy baja (aproximandamente 0.003%), ya que los efectos de esparcimiento múltiple comienzan a ser más notorios por el aumento en el camino óptico que la luz esparcida tiene que seguir. Para eliminar un este efecto se trabajó el grosor de la celda de 3 milímetros. Con este grosor, el efecto de esparcimienti múltiple sobre el plano de referencia no es notorio.



Figura 3.2: Celda contenedora de las muestras de látex

Agitación de las muestras. En el análisis realizado se considera que las partículas están en movimiento aleatorio y a una velocidad tal que el patrón de esparcimiento promedio permanezca estático durante el tiempo de exposición de la cámara CCD (aproximadamente 1/30 s). El movimiento de las partículas permite disminuir los efectos de granulado sobre los patrones.

El desarrollo de una celda contenedora de muestras de dimensiones apropiadas es de mucha importancia para la adquisición de patrones de esparcimiento bien definidos. En la figura 3.2 se muestra una fotografía de esta celda. La celda cuenta con un motor de corriente directa (DC) que hace girar unas propelas encargadas de mantener en constante movimiento a las partículas, evitando aglomeraciones y homogeneizando la distribución de partículas en el volumen. Consta de un sensor de temperatura para el caso de usar muestras que puedan dañarse al sobrepasar ciertos valores de temperatura. Las ventanas están hechas de vidrio de borosilicato (BK-7) con superficies paralelas. Estas ventanas están sujetadas a la celda de acrílico por tres tornillos y dos sujetadores de lámina, una a cada lado de la celda.

Antes de emplear el arreglo anterior se elaboró una celda de acrílico que realizaba la recirculación del líquido con las partículas mediante una bomba peristáltica. Este arreglo fue tan lento que permitió la precipitación indeseada de partículas, causando la sedimentación de éstas.

#### 3.2.5 El arreglo de detectores: cámara CCD

La fidelidad con que se detecta la información depende de las características de operación del arreglo de detectores. En el diseño del arreglo experimental contemplamos

#### 3.2. Consideraciones sobre el arreglo experimental

el uso de una cámara CCD de 480X640 pixeles, monocromática y con salida de video analógica.

Se empleó una cámara CCD marca JAI modelo CV - M50, que cuenta con un área de sensado de [6.6 (horizontal) X 4.94 (vertical)] milímetros y cada pixel tiene un área de [8.3 x 8.6]  $\mu m^2$ . Su respuesta espectral está centrada en 510 nanómetros y cuenta con una gamma <sup>1</sup> de 1.0.

La cámara se conecta a una tarjeta de adquisición de imagen (frame grabber) de 10 bits (1024 niveles) manufacturado por la compañia National Instruments, modelo IMAQ PCI-1409 que adquiere 30 cuadros por segundo. Esta tarjeta cuenta con una librería de funciones que permite modificar el modo de adquisición de las imágenes, como contínuo, una sola imagen, sincronizado, etcétera.

Es importante mencionar que la señal que produce la cámara es analógica y que, por lo tanto, es susceptible a contaminación eléctrica. Esto hace necesario implementar estrategias para minimizar el impacto de señales espurias en los datos adquiridos.

Con el área efectiva de sensado del CCD y para la distancia focal de la lente se obtiene un ángulo máximo de muestreo, mediante la relación  $f\theta = S$ , igual a 7.56 grados.

#### 3.2.6 Intervalo dinámico

Se implementaron algunas modificaciones al esquema básico mostrado en la figura 3.1, con la finalidad de aumentar el rango dinámico en la digitalización de la señal.

Como se mencionó anteriormente, se requiere de la información de los patrones de esparcimiento a ángulos entre 4 y 8 grados, para los cuales la señal es débil. Para ello se implementó un mecanismo con el que se varía la intensidad incidente sobre las muestras. Este sistema mecánico consta de un polarizador montado sobre un juego de engranes movidos por un motor a pasos que se controla desde la computadora.

Con este arreglo mecánico se tomaron imágenes del patrón de esparcimiento a diferentes intensidades. De ésta forma se construyeron una gráficas de la intensidad esparcida empalmando los valores útiles de las regiones de cada patrón de esparcimiento adquirido. Así podemos formar gráficas cuyos valores sean más grandes que aquellos que el rango dinámico que la tarjeta de digitalización puede ofrecer.

El arreglo experimental se implementó teniendo especial cuidado en la alineación de las componentes. Sin embargo, al colocar las muestras en la celda, se observó un corrimiento del haz enfocado sobre el CCD. Este corrimiento se debe a que la celda

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>La gamma mide el contraste en los medios tonos de una imagen. Una gamma de 1 significa que todos los valores de la entrada igualan a todos los valores de la salida, es decir tiene una respuesta lineal. Una gamma menor que 1 obscurece los medios tonos y una gamma mayor que 1 aligera los medios tonos. En el procesado de señales a menudo se varía la gamma para aumentar la relación de señal a ruido.



Figura 3.3: Arreglo experimental para la adquisición de patrones de esparcimiento

es armable y los tornillos que la mantienen unida ejercen presión sobre las ventanas de las celdas, lo cual ocasiona que no sean paralelas. Desafortunadamente esto desvía ligeramente el haz de luz del eje óptico del sistema.

# 3.3 Montaje experimental

A continuación se presenta la descripción de arreglo experimental usado para la adquisición de los patrones de esparcimiento. Posteriormente se presentará la caracterización del arreglo y se determinarán los límites en los cuales puede usarse para estimar la función de distribución de tamaños.

El arreglo experimental consta de las componentes ópticos previamente descritas, colocados según se muestra en la figura 3.3. Se colocaron además al principio del arreglo un obturador mecánico y un primer polarizador movido por motores a pasos. Después se colocó un filtro espacial y, a la distancia adecuada, se ubicó la lente para colimar. En el paso del haz colimado se interpuso un segundo polarizador para fijar el estado de polarización del haz de iluminación que llega a las muestras.

Las partículas se colocaron dentro de la celda de acrílico a 50 milímetros de la lente. La cámara CCD se colocó 50 milímetros después de la lente convergente de transformada de Fourier.

### 3.4 Programa de control

Para coordinar las tareas que realiza el instrumento se elaboró un programa de control en MATLAB que emplea dos programas alternos. Uno de ellos se encarga de la adquisición de imágenes mediante el *frame grabber*, mientras que el otro controla la intensidad de la luz incidente sobre las partículas. Estos dos programas son independientes de los programas de recuperación de tamaños mencionados en el capítulo 2 y se describen a continuación.

#### 3.4.1 Adquisición de las imágenes de esparcimiento

Para la adquisición de las imágenes a través del *frame grabber* desde el programa intérprete que utilizamos (MATLAB), se elaboró un programa ejecutable que se encarga de proveer las instrucciones a la tarjeta. De esta forma se obtiene una imagen que se lee de la memoria de la computadora y se guarda en un archivo de imagen tipo TIF (Tag Image File Format). Este programa se elaboró utilizando el compilador Microsoft Visual C++ 6.0. Este programa no se lista en las referencias debido a que utiliza muchos recursos de windows que lo hacen muy grande.

A continuación se explica la tarea que el programa de adquisición de imágenes. La secuencia comienza buscando el nombre de la interfaz y abre una sesión para realizar la adquisición. Dentro de esta sesión se crea un buffer para almacenar la imagen adquirida. Con el espacio disponible, se procede a la adquisición de la imagen, misma que es guardada en el buffer y transferida después al archivo. La imagen se lee posteriormente desde MATLAB para su procesado.

#### 3.4.2 Programa de adquisición y procesado de las imágenes

El arreglo óptico que se implementó está compuesto, además de elementos estáticos, de un polarizador que puede ser girado para variar la intensidad de la luz incidente. Además de esta rotación, se tiene un obturador mecánico que se emplea para tomar la imagen de fondo y restarla a las imágenes adquiridas.

Las tareas de control de la intensidad de iluminación y del obturador se realizan mediante un archivo MEX (Matlab EXecutable) de control elaborado en MATLAB. Este programa se comunica al puerto paralelo de la computadora y éste a su vez a una tarjeta de control del motor a pasos para generar la secuencia de alimentación. Similarmente se encarga del control del obturador.

El programa de control comienza buscando la intensidad mínima de luz esparcida, donde una vez encontrada toma un imagen de fondo. Posteriormente toma una serie de 12 imágenes, donde para cada una de ellas promedia a su vez 25 imágenes, y a cada imagen le resta la imagen de fondo. Posterior a la toma de las imágenes se procede a realizar los promedios de luz esparcida angularmente para cada una de las imágenes, previa selección del punto donde está la dirección de propagación del haz de iluminación.

La tarea de determinar la dependencia angular de la luz esparcida a un ángulo dado se realiza multiplicando la imagen de esparcimiento por una imagen máscara
de un anillo de un radio y grosor determinados. Una vez realizado esto, el programa promedia sobre todos los valores de la imagen. Para realizar los promedios en el resto de los ángulos, se repitió el procedimiento anterior variando el radio del anillo. De esta forma se va construyendo un vector de datos que contiene la distribución de luz esparcida con respecto al ángulo. Estos promedios de la distribución de luz esparcida con respecto al ángulo es el parámetro de entrada para los programas de recuperación de los tamaños de partículas.

El programa que coordina la adquisición de las imágenes y la intensidad de incidencia y que se encarga de realizar el procesado de las primeras para determinar cómo es la mencionada distribución de luz esparcida con respecto al ángulo se encuentra listado en el apéndice C.

#### 3.5 Muestreo de la señal

La estimación de tamaños de partícula a partir de los datos de esparcimiento implica la relación de cantidades continuas en ambos dominios,  $I(\theta)$  y f(a). Sin embargo, experimentalmente sólo se tiene acceso a datos en un intervalo finito, que va desde un angulo mínimo  $\theta_{min}$  hasta un ángulo máximo  $\theta_{max}$ . Dentro de ese intervalo se tiene un número finito de puntos. La referencia [Negrete-Regagnon, 1992] discute un teorema de muestreo que relaciona estos parametros experimentales con la resolución y con el soporte de tamaños para los cuales es posible obtener estimaciones que no estén afectadas por efectos numéricos de traslape espectral (*aliasing*). De acuerdo con estas relaciones y considerando un intervalo de muestreo angular  $\Delta\theta$  de 0.0095 grados y un ángulo  $\theta_{max}$  de 4.6 grados, el arreglo óptico debe ser capaz de resolver partículas de hasta 162 micras de radio y con una resolución de 1.5 micras.

# Capítulo 4 ANÁLISIS DE RESULTADOS EXPERIMENTALES

La ciencia está formada por hechos, como la casa está construida de piedras, pero una colección de hechos no es una ciencia, así como un montón de piedras no es una casa.

Henri Poincaré

El trabajo realizado ha tenido como objetivo principal el estudio de patrones de esparcimiento mediante la elaboración de un arreglo experimental para la adquisición de patrones de esparcimiento, para su procesado posterior. En este capítulo se presentan los datos adquiridos con el arreglo experimental y se presenta el análisis de éstos, en función de las recuperaciones de los tamaños, aplicando las técnicas descritas en el capítulo anterior 2.

Los resultados experimentales obtenidos arrojan información referente al tipo de partículas que lo causan. Deseamos obtener esa información confiablemente de forma que ayude en la caracterización de partículas en bulto. A continuación se presentan los resultados obtenidos de muestras conteniendo partículas esféricas de latex con diámetros de 20, 30, 40, 50, 80, 100 y 160 micras.

## 4.1 Preparación de las muestras y adquisición de los datos

Comenzamos con el análisis de partículas esféricas de látex cuya función de distribución de tamaños es una curva Gaussiana muy angosta, es decir, una distribución de tamaños que es casi una delta de Dirac. Se realizó después una mezcla de dos diferentes tipos de partículas. Para cada tipo de muestras se obtuvieron los patrones de esparcimiento para posteriormente proceder a la recuperación de tamaños mediante los métodos de inversión mencionados en el capítulo 2.

Para obtener los patrones de esparcimiento con las muestras mencionadas fue necesario realizar primeramente una preparación adecuada de éstas.

Las muestras que se analizaron fueron partículas de látex con las características que se enlistan en la tabla 4.1. Para verificar la esfericidad de las partículas se

Radio	Desviación estándar	Concentración
$[10.0 \pm 0.10] \ \mu m$	$0.20~\mu m$	0.30~%
$[15.0 \pm 0.22] \ \mu m$	$0.45~\mu m$	0.60~%
$[25.0 \pm 0.80] \ \mu m$	$0.70~\mu m$	1.30~%
$[40.0 \pm 1.00] \ \mu m$	$0.80~\mu m$	1.70~%
$[50.0 \pm 1.80] \ \mu m$	$1.60 \ \mu m$	2.20~%

TABLA I.- Caracterísiticas de las partículas de látex (poliestireno) analizadas.

adquirieron imágenes de ellas con un microscópio de barrido electronico (SEM, por sus siglas en inglés). Un par de estas imágenes se muestran en la figura 4.1.

Además de las características mostradas en la tabla 4.1, las partículas tienen una densidad  $\rho = 1.05 \ gr/cm^3$  y un índice de refracción de n = 1.59 a una longitud de onda de 589 nm, además de estar disueltas en 15 mililitros de agua destilada a una concentración aproximada de 0.003% de elementos sólidos.

La preparación de las muestras se realizó tomando 1 mililítro de partículas y diluyéndola en 20 mililitros de agua destilada. Así, la concentración de las partículas en el líquido disminuye y es suficiente para apreciar los patrones adecuadamente.

Se realizaron diluciones similares para cada tipo de partícula, cuidando que la temperatura no excediera los  $28^{\circ}C$ , de acuerdo con las recomendaciones del proveedor. La celda conteniendo a las partículas se colocó en el arreglo experimental y las partículas se agitaron con el motor de la celda.

Una vez preparadas las muestras y debidamente colocadas en el arreglo, se procedió a la adquisición de los patrones de esparcimiento de cada una de las colecciones de las partículas mencionadas. El procedimiento para la adquisición de los patrones es el siguiente:

- 1. Colocar las muestras en el arreglo experimental a las distancias especificadas en el capítulo anterior.
- 2. Se disminuyen las fuentes de luz del laboratorio al mínimo. Esto con la finalidad de no afectar el rango dinámico de la adquisición, ya que se está trabajando con detección directa. Durante el proceso de adquisición de los patrones de esparcimiento es necesario que no haya más cambios de intensidad que los provocados por el láser.
- 3. Ejecutar el programa de control. El proceso de adquisición tarda aproximadamente 25 minutos.

Una vez obtenidos los patrones de esparcimiento se procedió a su procesado. Es necesario determinar la distribución de la intensidad de la luz esparcida como función



(a) partículas de 20 µm.



(b) partículas de 50 µm.

**Figura 4.1:** Imágenes de SEM de partículas de dos tamaños diferentes. Las esferas de latex aparecen interconectadas debido al depósito de alumino que requiere esta técnica de microscopía para hacer que la muestra sea eléctricamente conductora.

del ángulo, ya que ésta es la información requerida para aplicar los programas de inversión.

A continuación se muestran los patrones de esparcimiento debidos a las colecciones de partículas de látex mostradas en la tabla 4.1. Se presentarán asimismo los tamaños recuperados.

#### 4.1.1 Partículas de látex de 10 micras de radio

Las primeras muestras de partículas que se analizaron fueron partículas esféricas de látex de 10 micras de radio, bajo la dilución mecionada al inicio de esta sección. La velocidad de las propelas debe ser ligeramente menor a aquella a la cual se forman burbujas de aire dentro de ésta.

Se inició la adquisición de los patrones de esparcimiento tomado una serie de 12 exposiciones de estos patrones promediando 25 imágenes en cada uno de ellos. El patrón adquirido se presenta en escala logarítmica en la figura 4.2(a). Con los patrones de esparcimiento, se procedió a calcular la dependencia angular de la luz esparcida. Estas funciones de esparcimiento fueron procesadas dentro de los intervalos en que no mostraron saturación, para poder formar una sola función con un rango dinámico extendido, mayor al que una sóla imagen pudiera proporcionar. El resultado de este proceso se muestra en la figura 4.2(b). La función obtenida es la que se emplea posteriormente para realizar la estimación de tamaños de partículas. En la figura 4.2 se aprecia una serie de puntos regularmente distribuidos en la parte central de la imagen que son debidas a reflexiones de la luz sobre los pixeles de la cámara.

En la función de distribución de intensidad mostrada en el inciso (b) de la figura 4.2 se observa que la intensidad a ángulos cercanos a la dirección especular tiene un valor alto. Esto se debe a la luz que no esparcieron las partículas y que se enfoca en ese punto.

Se utilizó la distribución de luz esparcida como argumento de entrada de los programa de inversión. Los resultados que arrojaron estas distribuciones se muestran a continuación.

Los resultados obtenidos empleando el método de Chin-Shifrin son presentados en el inciso (a) de la figura 4.3. Aplicando el método de inversión matricial a los mismos datos se obtiene la función de distribución de tamaños mostrada en el inciso (b) de la figura 4.3. El método de recuperación de tamaños que arroja mejores inversiones es el de minimización por cuadrados mínimos, el cual permite obtener la curva mostrada el inciso (c) de la misma figura. Las recuperaciones realizadas con los métodos de inversión descritos varía ligeramente de la esperada. Se trabajó con muestras conteniendo un sólo tamaño de partículas, por lo que es de esperarse que la recuperación de tamaños arroje un pico en el valor esperado.

En todas las recuperaciones de tamaños se obtiene un pico alto en partículas de



(a) Patrón de esparcimiento



(b) Distribución de luz esparcida como función del ángulo

Figura 4.2: Patrón de esparcimiento debido a partículas de 10 micras de radio.



**Figura 4.3:** Recuperación de tamaños a partir del patrón de esparcimiento obtenido para partículas de 10 micras de radio.

menor tamaño. Este pico se debe a el ruido presente en las imágenes de los patrones de esparcimiento adquiridos y su presencia será discutida en la Sec. 4.3.

#### 4.1.2 Partículas de látex de 15 micras de radio

La preparación de estas partículas para su análisis es similar a la realizada en el caso anterior.

Las imagen del patrón de esparcimiento de este tipo de muestra se presenta en el inciso (a) la figura 4.4. Al determinar la dependencia angular de la luz esparcida se encontró lo mostrado en el incido (b) de esta misma figura. Los resultados obtenidos de las recuperaciones empleando los diferentes métodos se muestran en la figura 4.5. Las inversiones obtenidas con los programas arrojan información de la existencia de partículas en las posiciones esperadas. Aunado a esto, se tiene que el programa determina la existencia de partículas de tamaños alrededor de 5 micras. Sí éstas partículas hubieran estado presentes en la colección que se analizó, el patrón de luz esparcida mostraría intensidades a ángulos grandes. Igualmente se discutirá este efecto en la sección 4.3.

Los tres métodos de inversión muestran resultados relativamente similares. Sin embargo, el método de Chin-Shifrin presenta resultados menos exactos para estas muestras.

#### 4.1.3 Partículas de látex de 25 micras de radio

Siguiendo con el análisis de las muestras de látex, se procedió a analizar las muestras de 25 micras de radio, obteniéndose patrones de esparcimiento como el mostrado en el inciso (a) de la figura 4.6. Para este tipo de muestras igualmente se obtuvo la distribución de luz esparcida respecto al ángulo, mostrada en el inciso (b) de la figura 4.6.

Repitiendo las tareas realizadas en los anteriores incisos, se emplearon los programas para la recuperación de tamaños con la distribución de luz esparcida encontrada para este tipo de partículas. Los resultados de las inversiones se presentan en la figura 4.7. Las tres recuperaciones mostradas muestran una inconsistencia con los valores reales, ya que el programa no es capaz de distinguir adecuadamente el tamaño de las partículas que están presentes en la muestra.

#### 4.1.4 Partículas de látex de 40 micras de radio

Realizando el mismo procedimiento, se llevo a cabo la adquisición de los patrones de esparcimiento para las partículas de 40 micras de radio. El patrón de esparcimiento se muestra en el inciso (a) de la figura 4.8 Se realizó el procesado de las imágenes adquiri-



## (a) Patrón de esparcimiento



(b) Distribución de luz esparcida como función del ángulo

Figura 4.4: Patrón de esparcimiento debido a partículas de 15 micras de radio.



**Figura 4.5:** Recuperación de tamaños a partir del patrón de esparcimiento obtenido para partículas de 15 micras de radio.



(a) Patrón de esparcimiento



(b) Distribución de luz esparcida como función del ángulo

Figura 4.6: Patrón de esparcimiento debido a partículas de 25 micras de radio.



**Figura 4.7:** Recuperación de tamaños a partir del patrón de esparcimiento obtenido para partículas de 25 micras de radio.



(a) Patrón de esparcimiento



(b) Distribución de luz esparcida como función del ángulo

Figura 4.8: Patrón de esparcimiento debido a partículas de 40 micras de radio.

das para determinar la dependencia angular de la intensidad esparcida, obteniéndose los resultados mostrados en el inciso (b) de la figura 4.8.

Los resultados arrojados por los programas de inversión no muestran la presencia de partículas en el rango de tamaños de las partículas presentes en la muestra.

#### 4.1.5 Partículas de látex de 50 micras de radio

Realizando el mismo procedimiento, se realizó la adquisición de los patrones de esparcimiento para las partículas de 50 micras de radio. El patrón de esparcimiento se muestra en el inciso (a) de la figura 4.9 Se procedió al procesado de la imagen de esparcimiento y se obtuvo la dependencia angular de luz de esparcimiento que se muestra en el inciso (b) de la figura 4.9.

Al aplicar los programas de inversión a estos resultados se tuvo el mismo problema que en el caso de las partículas de 40 micras. Las funciones recuperadas para los tamaños en los tres casos no muestran la presencia de partículas en los tamaños esperados.

#### 4.1.6 Mezclas de partículas de látex de 10 y 15 micras

Se procedió a realizar la adquisición de patrones de esparcimiento de mezclas de partículas de 10 y 15 micras de radio.

La mezcla se realizó en una proporción de aproximadamente 1 : 1 y con la misma concentración que los casos anteriores.

El patrón de esparcimiento debido a esta mezcla se presenta en el inciso (a) de la figura 4.10.

Se procedió a determinar la dependencia angular de la intensidad de luz esparcida. Los resultados de esta relación se muestra en el inciso (b) de la figura 4.10. Los patrones obtenidos de esta mezcla presentan un mayor suavizado que el caso para las muestras conteniendo un sólo tamaño de partícula.

Siguiendo el mismo procedimiento que en los casos anteriores, en la figura 4.11 se presentan los resultados de las recuperaciones de tamaños para este tipo de muestra. En el inciso (a) se presenta la recuperación obtenida empleando el método de Chin-Shifrin. En el inciso (b) se muestra la recuperación de tamaños obtenida empleando el método matricial y, finalmente, en el inciso (c) se presenta la recuperación de tamaños empleando el método de cuadrados mínimos restringiendo la solución.

En las recuperaciones de tamaños obtenidas para este tipo de muestras se observa que los métodos de inversión de Chin-Shifrin y el método matricial resuelven el sistema arrojando valores en los rangos esperados. Se observa que el método de cuadrados mínimos restringiendo la solución distingue la presencia de partículas de un tamaño promedio entre los tamaños de partículas presentes en las muestras.



(a) Patrón de esparcimiento



(b) Distribución de luz esparcida como función del ángulo

Figura 4.9: Patrón de esparcimiento debido a partículas de 50 micras de radio.



(a) Patrón de esparcimiento



(b) Distribución de luz esparcida como función del ángulo

**Figura 4.10:** Patrón de esparcimiento debido a la mezcla de partículas de 10 y 15 micras de radio.



**Figura 4.11:** Recuperación de tamaños a partir del patrón de esparcimiento obtenido para la mezcla de partículas de 10 y 15 micras de radio.

#### 4.2 Efecto de la lente gruesa sobre los datos

En el caso de partículas cuyos radios fueron menores a 30 micras, los resultados de las inversiones presentan un pico que corresponde al tamaño esperado de las partículas. Sin embargo, al aumentar el tamaño de las partículas la posición del pico difiere del tamaño esperado. Un aumento en el radio de las partículas implica que un número mayor de anillos de difracción será incluido en el área del CCD. La precisión con la que la posición angular de dichos anillos sea medida se traducirá de manera directa en la precisión con que el radio de partícula pueda ser estimado. Esta dependencia se vuelve más estrecha conforme aumenta el tamaño de partícula.

Se ha mencionado anteriormente que los algoritmos de inversión requieren como argumento de entrada datos de intensidad como función del ángulo de esparcimiento. Como se describió en el capítulo 3, se ha incluido una lente tranformadora de Fourier para hacer válida la aproximación de campo lejano y obtener el patrón de difracción de Fraunhofer en su plano focal. Sin embargo, los resultados de intensidad como función de la posición de los pixeles del CCD con respecto al eje óptico del sistema deben ser mapeados a valores de intensidad como función del ángulo. Los resultados mostrados anteriormente han sido calculados bajo la suposición de que la lente transformadora actua como una lente delgada. Desafortunadamente esta lente posée dimensiones tales comparadas con su distancia focal (grosor de 25 mm y distancia focal de 50 mm), que la aproximación para lentes delgadas puede resultar en imprecisiones significativas en la estimación de los radios de partícula. Con el objeto de ilustrar este caso, la figura 4.12 muestra la comparación de los valores angulares modelando los efectos de la lente como los de una lente delgada y una gruesa, así como el efecto que ésto produce en la recuperación de los tamaños de partícula. El radio de las partículas empleadas corresponde a 80 micras. Como es posible observar, el pico significativo se desplaza hacia el valor correcto cerca de 6 micras. La diferencia con el valor esperado se atribuye a errores en la estimación de los parametros experimentales involucrados.

## 4.3 La presencia de un pico en tamaños de partícula pequeños

En todos los casos presentados, las recuperaciones de tamaños de partícula muestran la presencia de partículas en tamaños de alrededor de 5 micras. Sabemos que dichos tamaños no estan presentes en las muestras y en esta sección se discute al respecto.

La figura 4.13 muestra los datos de esparcimento obtenidos para partículas de 15 micras de diámetro. Se muestra además el patrón de esparcimiento calculado mediante la aproximación de Fraunhofer y utilizando la recuperación de tamaños obtenida con el método de cuadrados mínimos restringiendo la solución a valores positivos. Es posible apreciar que el método de inversión produce resultados que



(b) Posiciones de los picos como función de las aproximaciones

**Figura 4.12:** Comparación de los valores angulares y su efecto en la recuperación de los tamaños de partícula como función de las aproximaciones empleadas para la lente de tranformada de Fourier. El radio de las partículas empleadas corresponde a 80 micras.

se ajustan en buena medida a los valores experimentales. Asimismo en la figura 4.13 se presenta el patrón de esparcimiento que se obtiene a partir de una versión filtrada de la recuperación de tamaños obtenida. Esta versión filtrada se muestra también en la figura y consiste básicamente de una delta localizada en el tamaño de partícula esperado y donde se han eliminado los tamaños inferiores. Al comparar los patrones calculados es posible observar que las oscilaciones del patrón asociadas al tamaño esperado (de alrededor de 17 micras) coinciden adecuadamente con los datos medidos. Sin embargo, la aportación de los tamaños inferiores es claramente visible, contribuyendo éstos a incrementar el rango dinámico del patrón de esparcimiento. De esta manera es posible explicar la presencia de tamaños inferiores de partícula



Figura 4.13: Comparación entre los datos de intensidad esparcida obtenidos para partículas de 15 micras de diámetro con los datos calculados con la aproximación de Fraunhofer para las distribuciones de tamaños que se muestran. Los datos reales estan representados por la línea punteada.

como un efecto numérico necesario para compensar la falta de rango dinámico en los valores experimentales que se tienen. En otras palabras y en términos de sistemas lineales, se hace necesaria la presencia de oscilaciones asociadas a tamaños pequeños de partícula que contribuyan a sintetizar las señales suavizadas que resultan de un deficiente sistema de adquisición de datos. Como es lógico, es de esperarse que la resolución del sistema se vea aumentada si se mejora la resolución de los datos de esparcimiento, con lo cual dejarían de aparecer tamaños de partícula inexistentes físicamente en una muestra.

# Capítulo 5 CONCLUSIONES Y COMENTARIOS FINALES

La meta de realizar los estudios experimentales relacionado a la estimación de tamaños de partículas mediante mediciones de luz esparcida se realizó satisfactoriamente.

En esta tesis se describió primeramente el esparcimiento de luz debido a una partícula inmersa en un medio homogéneo. Posteriormente se amplió el análisis a un conjunto de partículas del mismo tamaño colocadas en un medio similar al caso anterior. Siguiendo con este razonamiento, se formuló una descripción del esparcimiento de luz que ocasionaría una colección de partículas de diferentes tamaños que obedece una función de distribución de tamaños y donde éste sería representado por la superposición incoherente de los patrones individuales ocasionados por cada partícula. El hecho de que las partículas estén en movimiento aleatorio hacen que las relaciones de fase entre los patrones de esparcimiento sean nulas, por lo tanto el esparcimiento es la suma de las intensidades de los patrones individuales.

Los patrones de esparcimiento descritos se emplearon para estudiar tres métodos para la recuperación de tamaños a partir de mediciones de luz esparcida. Estos métodos se implementaron computacionalmente en MATLAB para realizar la inversión de los resultados obtenidos de la parte experimental de esta tesis.

Se desarrolló un arreglo experimental para la adquisición de patrones de esparcimiento. Este arreglo se elaboró tomando en cuenta el arreglo básico 2F de transformada de Fourier. Se agregaron además elementos para mejorar la adquisición de los patrones de esparcimiento. Entre éstos podemos destacar, quizá el más importante, la introducción de un sistema para variar la intensidad con la que se ilumina a la muestra.

Las muestras que se analizaron fueron partículas de látex de diferente radios y misma composición. Para adquirir los patrones de esparcimiento de estas muestras se elaboró una celda de acrílico con ventanas de BK-7 con un agitador accionado por un motor de DC, con el cual se mantienen en movimiento las partículas. La temperatura de la solución conteniendo las partículas fue adecuadamente controlada para evitar alteraciones en su tamaño. Con las muestras en el contenedor y colocadas en el arreglo óptico se procedió a la adquisición de los patrones de esparcimiento.

Se realizaron adquisiciones de patrones de esparcimiento a diferentes velocidades del motor que mantiene a las partículas en movimiento. Se observó que es propicio mantener una agitación rápida, sin permitir que esto introduzca burbujas de aire. De esta forma el efecto de granulado (speckle) en las imágenes de esparcimiento es reducido, además de que se obliga a las partículas a mantenerse es suspensión sin agloremarse dentro de la solución.

El proceso de adquisición fue controlado por un programa de control escrito en MATLAB que coordina dos programas alternos: uno que se encarga de la adquisición de las imágenes y otro encargado del control de la intensidad de la luz de incidencia. Se desarrolló asimismo un programa para determinar la distribución de intensidad esparcida con respecto al ángulo.

En los resultados experimentales se ve la presencia de señales espurias en los patrones de esparcimiento. Este ruido es causado por reflexiones entre elementos ópticos, como la cámara CCD que es empleada como detector.

Las distribución de intensidad esparcida en términos del ángulo se usó como argumento de entrada para los programas de inversión y se obtuvieron estimaciones de los tamaños de partículas presentes en las muestras que se analizaron. Se analizaron 5 tipos de muestras diferentes y una mezcla de dos de éstas. Los resultados obtenidos de la recuperación de tamaños presentan diferente grado de confiabilidad dependiendo del tamaño de las partículas.

Para partículas de radios de 10 y 15 micras, los patrones de esparcimiento tomados directamente arrojan una recuperación de tamaños que concuerda con los resultados esperados. Las muestras conteniendo partículas de 25 micras se procesaron de forma similar que el anterior y fue posible obtener una recuperación de tamaños de partículas en los valores esperados. Sin embargo la confiabilidad de estos resultados es menor que las anteriores debido a que el contraste de los patrones de esparcimiento es pobre. La presencia de señales espurias modifican significativemante los resultados.

Los patrones de esparcimiento asociados a partículas de 40 y 50 micras de radio continúan siendo bien resueltos por las cámara. Sin embargo, al obtener la dependencia angular de la luz esparcida se pierde contraste en los datos. Esta reducción en el contraste propicia que la inversión de los datos arroje valores inadecuados.

Del análisis de las muestras hechas con la mezcla de partículas de 10 y 15 micras se observa que la recuperación de tamaños es bastante aceptable, ya que la señal detectada muestra una definición alta y los programas de recuperación de tamaños determinan la existencia de partículas en los valores esperados.

El método que produjo mejores recuperaciones de tamaños fue el método de mínimos cuadrados restringiendo la solución a valores positivos. En el caso de la mezcla de partículas, este método produjo un valor para el tamaño que es el promedio de los dos tamaños que componen en la muestra.

Conforme se analizaron partículas de un tamaño más grande, la inversión de los resultados perdió exactitud. Esto es debido a que los resultados experimentales obtenidos presentan mayor detalle fino que es comparable con las señales espurias presentes en el proceso de adquisición.

La limitante principal que presenta este arreglo experimental es la capacidad de resolver confiablemente los patrones de esparcimiento en términos del ángulo. Este límite determina un rango en el cual se pueden realizar las estimaciones de los tamaños de partículas. Es importante señalar que el proceso de digitalización de la señal hace que ésta pierda resolución espacial, ya que la intensidad que llega a la cámara CCD se promedia en cada elemento o pixel.

Resultó sorpresivo que las partículas de tamaños más grandes sean más dificil de dimensionar con este método. Sin embargo esto es fácilmente explicable por el hecho de que nuestro sistema de detección no posee la resolución necesaria para discriminar adecuadamente las posiciones y el contraste de los anillos que resultan de partículas grandes. Esta falta de contraste trae como consecuencia la aparición de picos en las recuperaciones hacia los tamaños pequeños de partículas. Esta información en los tamaños menores es un artificio numérico que resulta del ajuste que realiza el algoritmo a curvas de esparcimiento que son demasiado suaves. Es de esperarse que un aumento en el contraste de los datos de esparcimiento reduzca significativamente este efecto.

Las principales aportaciones que deja este trabajo son la elaboración de un arreglo experimental para obtener patrones de esparcimiento y la elaboración de programas para el control y la adquisición de patrones de esparcimiento.

Este trabajo ha dejado al descubierto la necesidad imperiosa de contar con un adecuado sistema de detección de la señal óptica. Los algoritmos de inversión parecen funcionar adecuadamente, pero requieren de datos confiables y con adecuado contraste para que los resultados de las inversiones sean a su vez confiables. Como trabajo futuro se recomienda una optimización del sistema de detección, mejorando tanto en su resolución y contraste, así como en su velocidad de adquisición. En el prototipo de laboratorio desarrollado en este trabajo la velocidad no revestía de la importancia que tendría en un sistema de monitoreo industrial. La fase del proceso que más tiempo consumió fue la de adquisición de los datos de esparcimento. Si este proceso se mejora lo suficiente para que los datos sean adquiridos en unos cuantos segundos, con el equipo de cómputo que se cuenta actualmente el monitoreo de tamaños podría reducirse a menos de 30 segundos.

Se recomienda además que se explore la posibilidad de usar un abanico de fibras ópticas que pueda ser usado pare detectar la luz esparcida a ángulos más grandes. De esta forma podría usarse un detector lineal, relativamente pequeño y rápido, para monitorear sistemas de partículas en un rango mucho más amplio de tamaños.

# Apéndice A

# ESPARCIMIENTO DE LUZ POR PARTÍCULAS PEQUEÑAS

En este apéndice se presenta el desarrollo seguido por Mie para encontrar el campo de luz esparcido en función del ángulo para una partícula esférica de composición arbitraria. Este desarrollo se basa en el seguido en la referencia [Born, 1980]. La implementación numérica de los resultados encontrados aquí se presentan en el apéndice B.

## A.1 Teoría de Mie

El razonamiento realizado por Mie para describir el esparcimiento, comienza con el uso las ecuaciones de Maxwell para campos oscilantes en las condiciones de simetría apropiadas. En este caso es ventajoso escribir todas las cantidades como funciones complejas en el tiempo de la forma

$$A = (\alpha + i\beta)e^{i\omega t} \quad , \tag{A.1}$$

donde se sobreentiende que la cantidad física representada por A será igual al valor real Re(A).

Para campos oscilantes, las ecuaciones de Maxwell tienen la siguiente forma:

$$\nabla \cdot (\epsilon E) = 4\pi \rho \quad , \tag{A.2}$$

$$\nabla \cdot (\mu H) = 0 \quad , \tag{A.3}$$

$$\nabla \times \mathbf{E} = -ik\mathbf{H} \quad , \tag{A.4}$$

$$\nabla \times \mathbf{H} = ikm^2 \mathbf{E} \quad , \tag{A.5}$$

donde

$$k = \frac{\omega}{c} = \frac{2\pi}{\lambda} \quad , \tag{A.6}$$

у

$$m^2 = \epsilon - \frac{4\pi i\sigma}{\omega} \quad . \tag{A.7}$$

Ambos  $k \ge m$  son parámetros muy importantes: k es la constante de propagación y el parámetro m es el índice de refracción complejo del medio a una frecuencia  $\omega$ . Debe hacerse notar que m generalmente no puede ser determinado de los valores estáticos de  $\epsilon \ge \sigma$  sino que debe ser determinado mediante mediciones a una frecuencia angular  $\omega$ .

De la divergencia de la ec. (A.5) obtenemos que

$$\nabla \cdot \left( m^2 \mathbf{E} \right) = 0 \quad . \tag{A.8}$$

En un medio homogéneo, donde m es constante, la divergencia de  $\mathbf{E}$  es entonces igual a cero, de modo que, de la ec. (A.2), la densidad de carga  $\rho$  es cero. Otro resultado para un medio homogéneo, encontrado de los rotacionales de las ecs. (A.4) y (A.5) es que los vectores de campo  $\mathbf{E}$  y  $\mathbf{H}$  satisfacen la ecuación de onda vectorial:

$$\nabla^2 \Psi + k^2 m^2 \Psi = 0 \quad . \tag{A.9}$$

El tipo de solución más simple para esta ecuación es la onda plana. Una onda plana viajando en el eje z positivo tiene la forma

$$\Psi = e^{ikmz + i\omega t} \quad . \tag{A.10}$$

Esto muestra que km es la constante de propagación en el medio con índice de refracción m. La onda es atenuada si m tiene parte imaginaria negativa y es noamortiguada si m es real. En el último caso  $\lambda/m$  es la longitud de onda en el medio.

#### Condiciones de frontera

Consideremos una frontera entre dos medios homogéneos. Supongamos que el medio 1 tiene valores  $\epsilon_1, \sigma_1, m_1$  y el medio 2  $\epsilon_2, \sigma_2, m_2$ . Supongamos que  $m_1$  y  $m_2$  son finitas.

De las condiciones de frontera para las componentes tangenciales (y de las ecs.  $({\rm A.4})$  y  $({\rm A.5}))$ 

$$\widehat{n} \times (\mathbf{H}_2 - \mathbf{H}_1) = 0 \quad , \tag{A.11}$$

$$\widehat{n} \times (\mathbf{E}_2 - \mathbf{E}_1) = 0 \quad . \tag{A.12}$$

Similarmente para las componentes normales

$$\widehat{n} \cdot \left( m_2^2 \mathbf{E}_2 - m_1^2 \mathbf{E}_1 \right) = 0 \quad , \tag{A.13}$$

$$\widehat{n} \cdot (\mathbf{H}_2 - \mathbf{H}_1) = 0 \quad . \tag{A.14}$$

Así como las ecuaciones 4 y 6, éstas no son independientes. Pueden ser derivadas de las ecs. (A.4) y (A.5) válidas en el medio a cualquier lado combinadas con las ecs. (A.11) y (A.12) válidas en la frontera.

El conjunto de ecuaciones puede hacerse completo introduciendo la densidad de carga superficial  $\delta$  .

#### Solución de la ecuación de onda vectorial

Por las ecs. (A.4) y (A.5), los vectores de campo eléctrico y magnético  $\mathbf{E}$  y  $\mathbf{H}$  satisfacen la ecuación de onda vectorial (ec. (A.9)).

Obtendremos su solución a partir de la de la ecuación de onda escalar

$$\nabla^2 \Psi + k^2 m^2 \Psi = 0 \quad . \tag{A.15}$$

Por la simetría del problema, es conveniente resolverla en coordenadas esféricas, en donde un punto P posee las coordenadas  $(r, \theta, \varphi)$ . En estas coordenadas, el laplaciano  $\nabla^2$  tiene la forma

$$\nabla^2 \Psi = \frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial r} \left( r^2 \frac{\partial \Psi}{\partial r} \right) + \frac{1}{r^2 \sin \theta} \frac{\partial}{\partial \theta} \left( \sin \theta \frac{\partial \Psi}{\partial \theta} \right) + \frac{1}{r^2 \sin^2 \theta} \frac{\partial^2 \Psi}{\partial \varphi^2} \quad , \tag{A.16}$$

por lo que la ec. (A.15) en coordenadas esféricas toma la forma

$$\frac{1}{r^2}\frac{\partial}{\partial r}\left[r^2\frac{\partial\Psi}{\partial r}\right] + \frac{1}{r^2\sin\theta}\frac{\partial}{\partial\theta}\left[\sin\theta\frac{\partial\Psi}{\partial\theta}\right] + \frac{1}{r^2\sin^2\theta}\frac{\partial^2\Psi}{\partial\varphi^2} + k^2m^2\Psi = 0 \quad . \tag{A.17}$$

Suponiendo que la solución es separable, es decir que  $\Psi(r, \theta, \varphi) = R(r)\Theta(\theta)\Phi(\varphi)$ .

Sustituyendo esta forma de  $\Psi,$  dividiendo por  $\Psi$  y multiplicando por  $r^2 \sin^2 \theta$  obtenemos

$$\frac{\sin^2\theta}{R}\frac{d}{dr}\left[r^2\frac{dR}{dr}\right] + \frac{\sin\theta}{\Theta}\frac{d}{d\theta}\left[\sin\theta\frac{d\Theta}{d\theta}\right] + k^2m^2r^2\sin^2\theta = -\frac{1}{\Phi}\frac{d^2\Phi}{d\varphi^2} \quad . \tag{A.18}$$

Igualando ambos miembros a la misma constante:  $l^2$  obtenemos dos ecuaciones:

$$\frac{d^2\Phi}{d\varphi^2} + l^2\Phi = 0 \quad , \tag{A.19}$$

con soluciones de la forma

$$\Phi \sim e^{\pm i l \varphi} = \begin{cases} \cos\left(l\varphi\right) \\ \sin\left(l\varphi\right) \end{cases} , \tag{A.20}$$

у

$$\frac{1}{R}\frac{d}{dr}\left[r^2\frac{dR}{dr}\right] + k^2m^2r^2 = -\frac{1}{\Theta\sin\theta}\frac{d}{d\theta}\left[\sin\theta\frac{d\Theta}{d\theta}\right] + \frac{l^2}{\sin^2\theta} \quad , \tag{A.21}$$

Esta última ecuación puede, a su vez, ser separada en dos ecuaciones más, al igualar cada miembro a la misma constante: n(n + 1), obteniendo así:

$$\frac{d}{dr}\left[r^2\frac{dR}{dr}\right] + \left[k^2m^2r^2 - n(n+1)\right]R = 0 \quad , \tag{A.22}$$

con soluciones de la forma

$$R(r) \sim z_n(mkr) \quad , \tag{A.23}$$

donde  $z_n$  son llamadas funciones esféricas de Bessel y se definen en términos de las funciones Bessel ordinarias:

$$z_n(\rho) = \sqrt{\frac{\pi}{2\rho}} Z_{n+\frac{1}{2}}(\rho) \quad ,$$
 (A.24)

у

$$\frac{1}{\sin\theta} \frac{d}{d\theta} \left[ \sin\theta \frac{d\Theta}{d\theta} \right] + \left[ n\left(n+1\right) - \frac{l^2}{\sin^2\theta} \right] \Theta = 0 \quad , \tag{A.25}$$

con soluciones de la forma

$$\Theta(\theta) \sim P_n^l(\cos\theta) \quad , \tag{A.26}$$

donde  $P_n^l(\cos\theta)$  son los polinomios asociados de Legendre.

Combinando las ecs. (A.20), (A.23) y (A.26) tenemos que las soluciones de la ecuación de onda escalar ( ec. (A.15)) son de la forma

Por último, la solución, dada por  $\Psi(r, \theta, \varphi) = R(r)\Theta(\theta)\Phi(\varphi)$ , será de la forma

$$\Psi_{ln} = \left\{ \frac{\cos\left(l\varphi\right)}{\sin\left(l\varphi\right)} \right\} P_n^l\left(\cos\theta\right) z_n\left(mkr\right) \quad . \tag{A.27}$$

Ahora, haremos uso del siguiente teorema: Si  $\Psi$  satisface la ecuación de onda escalar, entonces los vectores  $\mathbf{M}_{\Psi}$  y  $\mathbf{N}_{\Psi}$  definidos por

$$\mathbf{M}_{\Psi} = \nabla \times (\mathbf{r}\Psi) \quad , \tag{A.28}$$

$$mk\mathbf{N}_{\Psi} = \nabla \times \mathbf{M}_{\Psi} \quad , \tag{A.29}$$

satisfacen la ecuación de onda vectorial y además están relacionados por

$$mk\mathbf{M}_{\Psi} = \nabla \times \mathbf{N}_{\Psi} \quad . \tag{A.30}$$

Esto es todo lo que necesitamos. Una substitución sencilla nos muestra que si uy v son dos soluciones de la ecuación de onda escalar y  $\mathbf{M}_u$ ,  $\mathbf{N}_u$ ,  $\mathbf{M}_v$  y  $\mathbf{N}_v$  son los campos vectoriales derivados, las ecuaciones de Maxwell (A.4) y (A.5) se satisfacen por

$$\mathbf{E} = \mathbf{M}_v + i\mathbf{N}_u , \qquad (A.31)$$
$$\mathbf{H} = m(-\mathbf{M}_u + i\mathbf{N}_v) .$$

Las componentes de  $\mathbf{M}_{\Psi}$  y  $\mathbf{N}_{\Psi}$  son

$$M_r = 0 \qquad mkN_r = \frac{\partial^2(r\Psi)}{\partial r^2} + m^2k^2r\Psi$$
$$M_\theta = \frac{1}{r\sin\theta}\frac{\partial(r\Psi)}{\partial\varphi} \qquad mkN_\theta = \frac{1}{r}\frac{\partial^2(r\Psi)}{\partial r\partial\theta}$$
$$M_\varphi = -\frac{1}{r}\frac{\partial(r\Psi)}{\partial\theta} \qquad mkN_\varphi = \frac{1}{r\sin\theta}\frac{\partial^2(r\Psi)}{\partial r\partial\varphi}$$

Las componentes de  $\mathbf{E}$  y  $\mathbf{H}$  pueden, por lo tanto, ser escritas en términos de las soluciones escalares u y v y sus primeras y segundas derivadas, pero estas fórmulas no serán necesarias.

#### Solución de coeficientes a partir de las condiciones de frontera

Ahora regresamos al problema de Mie: esparcimiento de una onda plana por una esfera homogénea. Para simplificar la notación supondremos que el medio exterior es el vacío  $(m_2 = 1)$ , y el material de la esfera tiene un índice de refracción  $m_1$  arbitrario. Supondremos que la radiación incidente está linealmente polarizada. El origen se pone en el centro de la esfera con el eje z positivo a lo largo de la dirección de propagación de la onda incidente y el eje x en el plano de vibración eléctrica de la onda incidente. La onda incidente (de amplitud 1) es descrita entonces por

donde  $\hat{i} \neq \hat{j}$  son vectores unitarios a lo largo de los ejes x y y respectivamente.

#### Región exterior, onda incidente

Se puede probar (pero omitiremos la derivación) que los mismos campos están escritos en la forma postulada en la sección anterior por la ec. (A.27) escogiendo para  $u \ge v$  las siguientes funciones

$$u = e^{i\omega t} \cos \varphi \sum_{n=1}^{\infty} (-i)^n \frac{2n+1}{n(n+1)} P_n^1(\cos \theta) j_n(kr)$$
$$v = e^{i\omega t} \sin \varphi \sum_{n=1}^{\infty} (-i)^n \frac{2n+1}{n(n+1)} P_n^1(\cos \theta) j_n(kr) ,$$

Esta forma para la onda incidente establece también la forma para la solución completa.

#### Región exterior: onda esparcida

El campo afuera de la esfera consiste de la onda incidente más la onda esparcida. De una consideración de las condiciones de frontera y las condiciones a ser satisfechas en infinito se encuentra que la siguiente suposición es suficientemente general.

$$u = e^{i\omega t} \cos \varphi \sum_{n=1}^{\infty} -a_n (-i)^n \frac{2n+1}{n(n+1)} P_n^1(\cos \theta) h_n^{(2)}(kr) , \qquad (A.32)$$
$$v = e^{i\omega t} \sin \varphi \sum_{n=1}^{\infty} -b_n (-i)^n \frac{2n+1}{n(n+1)} P_n^1(\cos \theta) h_n^{(2)}(kr) .$$

Estas series contienen soluciones elementales con l = 1 solamente igual que las series para la onda incidente;  $a_n$  y  $b_n$  son coeficientes a ser determinados. La función esférica de Bessel  $h_n^{(2)}(kr)$  se deriva de la función Bessel de segundo tipo  $H_{n+\frac{1}{2}}^{(2)}(kr)$  y ha sido escogida por su comportamiento asintótico,

$$h_n^{(2)}\left(kr\right) \sim \frac{i^{n+1}}{kr} e^{-ikr},$$

cuando es combinado con el factor  $\exp(i\omega t)$ , representa una onda esférica saliente (outgoing), como es requerido para la onda esparcida.

#### **Región interior**

De la misma forma, el campo dentro de la esfera puede ser representado por

$$u = e^{i\omega t} \cos \varphi \sum_{n=1}^{\infty} mc_n (-i)^n \frac{2n+1}{n(n+1)} P_n^1(\cos \theta) j_n(mkr) ,$$
  
$$v = e^{i\omega t} \sin \varphi \sum_{n=1}^{\infty} md_n (-i)^n \frac{2n+1}{n(n+1)} P_n^1(\cos \theta) j_n(mkr) .$$

Aquí  $c_n y d_n$  son otro par de coeficientes indeterminados y la elección de  $j_n (mkr)$  se basa en el hecho de que el índice de refracción es m y los campos eléctrico y magnético deben ser finitos en el origen.

Utilizamos las condiciones de frontera (sec. 9.13, 1b and 2b) para encontrar los coeficientes indeterminados. Salvo algunos factores (y diferenciaciones con respecto a  $\theta$  y  $\varphi$ ) que son los mismos para las ondas dentro y fuera de la esfera, ambas componentes del campo  $E_{\theta}$  y  $E_{\varphi}$  contienen a las expresiones

#### A.1. Teoría de Mie

$$v \quad y \quad \frac{1}{m} \frac{\partial(ru)}{\partial r}$$

y las componentes  $H_\theta$  y  $H_\varphi$  conti<br/>enen

$$mu$$
 y  $\frac{\partial(rv)}{\partial r}$ 

Estas cuatro expresiones tienen que tener los mismos valores en ambos lados de la superficie de frontera, r = a, donde a es el radio de la esfera.

La notación se simplifica si se introduce un nuevo conjunto de funciones, las cuales difieren de las funciones esféricas de Bessel por un factor adicional z:

$$\psi_{n}(z) = zj_{n}(z) = \left(\frac{\pi z}{2}\right)^{\frac{1}{2}} J_{n+\frac{1}{2}}(z) = S_{n}(z) ,$$
  

$$\chi_{n}(z) = -zn_{n}(z) = \left(\frac{\pi z}{2}\right)^{\frac{1}{2}} N_{n+\frac{1}{2}}(z) = C_{n}(z) , \qquad (A.33)$$
  

$$\zeta_{n}(z) = zh_{n}^{(2)}(z) = \left(\frac{\pi z}{2}\right)^{\frac{1}{2}} H_{n+\frac{1}{2}}^{(2)}(z) .$$

Estas son las funciones Riccati-Bessel. La notación  $S_n$  y  $C_n$  es la más común en el presente. Aquí utilizamos la notación  $\psi_n$ ,  $\chi_n$  y  $\zeta_n$  ya que fue la introducida en 1909 por Debye. En virtud de que

$$H_{n+\frac{1}{2}}^{(2)} = J_n(z) - iN_n(z) \quad ,$$

y por las ecs. (A.33) tenemos que

$$\zeta_{n}\left(z\right) = \psi_{n}\left(z\right) + i\chi_{n}\left(z\right) \quad .$$

Las derivadas de estas funciones serán denotadas por primas.

Los argumentos son

$$x = ka = \frac{2\pi a}{\lambda}, \quad y = mka.$$

El parámetro x, que es igual a la razón del perímetro de la esfera a la longitud de onda, es el parámetro más importante aqui y en los siguientes capítulos.

Con esta notación las condiciones de frontera, expresadas por la continuidad de las cuatro funciones colocadas en paréntesis cuadrados, toman las siguientes formas:

$$\begin{aligned} & [mu]: \qquad \psi_n\left(x\right) - a_n\zeta_n\left(x\right) = mc_n\psi_n\left(y\right), \\ & \left[\frac{1}{m}\frac{\partial(ru)}{\partial r}\right]: \quad \psi_n'\left(x\right) - a_n\zeta_n'\left(x\right) = c_n\psi_n'\left(y\right), \\ & [v]: \qquad \psi_n\left(x\right) - b_n\zeta_n\left(x\right) = d_n\psi_n\left(y\right), \\ & \left[\frac{\partial(rv)}{\partial r}\right]: \qquad \psi_n'\left(x\right) - b_n\zeta_n'\left(x\right) = md_n\psi_n'\left(y\right). \end{aligned}$$

Eliminando  $c_n$  del primer par de ecuaciones y  $d_n$  del segundo par, obtenemos las soluciones:

$$a_{n} = \frac{\psi_{n}'(y)\psi_{n}(x) - m\psi_{n}(y)\psi_{n}'(x)}{\psi_{n}'(y)\zeta_{n}(x) - m\psi_{n}(y)\zeta_{n}'(x)},$$

$$b_{n} = \frac{m\psi_{n}'(y)\psi_{n}(x) - \psi_{n}(y)\psi_{n}'(x)}{m\psi_{n}'(y)\zeta_{n}(x) - \psi_{n}(y)\zeta_{n}'(x)}.$$
(A.34)

Para  $c_n \ge d_n$  encontramos fracciones con los mismos respectivos denominadores y

$$\psi_{n}'(x)\zeta_{n}(x) - \psi_{n}(x)\zeta_{n}'(x) = i$$

como numerador común. Esto completa la solución del problema. El campo en cualquier punto dentro o fuera de la esfera es ahora expresado en funciones conocidas.

#### Funciones de amplitud resultante

La solución de Mie descrita en las secciones anteriores nos dá los campos en cualquier punto dentro y fuera de la partícula. Ahora calcularemos el campo esparcido en puntos muy lejanos de la esfera. Sustituyendo la expresión asintótica para  $h_n^{(2)}(kr)$ en la ec. (A.32) encontramos que para la onda esparcida:

$$u = -\frac{i}{kr}e^{-ikr+i\omega t}\cos\varphi\sum_{n=1}^{\infty}a_n\frac{2n+1}{n(n+1)}P_n^1(\cos\theta), \qquad (A.35)$$
$$v = -\frac{i}{kr}e^{-ikr+i\omega t}\sin\varphi\sum_{n=1}^{\infty}b_n\frac{2n+1}{n(n+1)}P_n^1(\cos\theta).$$

Al derivar las componentes tangenciales del campo utilizando las ecuaciones (A.28) a la (A.31), aparecen las siguientes funciones para el ángulo esparcido:

$$\pi_n(\cos\theta) \equiv \frac{1}{\sin\theta} P_n^1(\cos\theta),$$
  
$$\tau_n(\cos\theta) \equiv \frac{d}{d\theta} P_n^1(\cos\theta).$$

Algunas expresiones alternativas son

$$\pi_n(\cos\theta) = \frac{dP_n(\cos\theta)}{d\cos\theta},$$
  
$$\tau_n(\cos\theta) = \cos\theta \cdot \pi_n(\cos\theta) - \sin^2\theta \frac{d\pi_n(\cos\theta)}{d\cos\theta}.$$

#### A.1. Teoría de Mie

Las componentes del campo resultantes pueden ser escritas en la forma

$$E_{\theta} = H_{\varphi} = -\frac{i}{kr} e^{-ikr + i\omega t} \cos \varphi S_2(\theta) ,$$
  
$$-E_{\varphi} = H_{\theta} = -\frac{i}{kr} e^{-ikr + i\omega t} \sin \varphi S_1(\theta) ,$$

donde

$$S_{1}(\theta) = \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2n+1}{n(n+1)} \left\{ a_{n}\pi_{n} \left( \cos \theta \right) + b_{n}\tau_{n} \left( \cos \theta \right) \right\}, \qquad (A.36)$$
$$S_{2}(\theta) = \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2n+1}{n(n+1)} \left\{ b_{n}\pi_{n} \left( \cos \theta \right) + a_{n}\tau_{n} \left( \cos \theta \right) \right\}.$$

Estos campos representan una onda saliente de amplitud y estado de polarización dependientes de la dirección. Las componentes radiales  $E_r$  y  $H_r$  también pueden ser derivadas de la solución de Mie pero tienden a cero con una potencia mayor a  $\frac{1}{r}$ . Utilizando las ecs. (A.36) es posible escribir la intensidad y el estado de polarización de la onda esparcida en cualquier dirección si incide en la esfera radiación de intensidad y estado de polarización de intensidad y estado de polarización arbitrarios. Generalmente, la luz es esparcida con polarización elíptica, aún si la luz incidente tiene polarización lineal, ya que  $S_1$  y  $S_2$  son números complejos con fase diferente.

En general, el problema computacional involucrado en el problema de Mie es el de calcular las cantidades

$$i_1 = |S_1(\theta)|^2$$
 e  $i_2 = |S_2(\theta)|^2$ 

y la diferencia de fase  $\delta$  como funciones del ángulo de esparcimiento  $\theta$ .

#### Intensidad esparcida por una partícula.

Supongamos que r es la distancia al centro de la esfera y que  $k = 2\pi/\lambda$ . Si incide luz natural de intensidad  $I_0$  (watt/m<sup>2</sup>) en la esfera, la luz esparcida en cualquier dirección tiene polarización parcialmente lineal. Su intensidad (watt/m<sup>2</sup>) es

$$I = \frac{I_0 \left( i_1 + i_2 \right)}{2k^2 r^2}$$

en la cual, los términos  $i_1$  e  $i_2$  se refieren, respectivamente, a la intensidad de la luz vibrando perpendicularmente y paralelamente al plano dado por las direcciones de propagación de los rayos incidente y esparcido. Al decir vibración, nos referimos a la vibración del vector eléctrico. El grado de polarización es  $(i_1 - i_2) / (i_1 + i_2)$ .

#### Medio que contiene N partículas por unidad de volumen.

Supongamos primero que las partículas son esferas idénticas en el vacío. La intensidad esparcida por unidad de volumen en una dirección dada es simplemente N veces la intensidad mencionada anteriormente. Depende del estado de polarización de la luz incidente.

La intensidad del haz proceeding decrece con la distancia l por una fracción  $e^{-\gamma l}$ , donde el coeficiente de extinción  $\gamma$  se calcula de

$$\gamma = Nma^2 Q_{ext}$$

independientemente del estado de polarización de la luz incidente. Al mismo tiempo la onda proceeding está retardada. Este decremento en la intensidad y retardamiento de la onda esparcida pueden explicarse como el efecto de un índice de refracción complejo del medio:

$$\widetilde{m} = 1 - iS(0) \cdot 2\pi N k^{-3}.$$

Si las partículas tienen radios diferentes, con N(a)da partículas con radios entre a y a + da por unidad de volumen, entonces

$$\gamma = \int_0^\infty Q_{ext} N(a) \pi a^2 da,$$

donde  $Q_{ext}$  depende de *a* porque el argumento  $x = 2\pi a/\lambda$ .

# Partículas suspendidas en un medio con índice de refracción diferente de 1.

Para dejar la notación simple hemos supuesto que el medio donde se encuentran las partículas es el vacío, pero la generalización a cualquier medio es sencilla. Supongamos que el medio exterior tiene un índice de refracción  $m_2$  (real) y que las esferas tienen un índice de refracción  $m_1$  (real o complejo). La m utilizada en todas las ecuaciones anteriores ahora es

$$m = m_1/m_2 \quad ,$$

la  $\lambda$ utilizada aquí es ahora

$$\lambda = \lambda_{vac}/m_2 \quad ,$$

y, consecuentemente,

$$x = \frac{2\pi a}{\lambda} = \frac{2\pi a m_2}{\lambda_{vac}}.$$

Todas las funciones de x y m permanecen iguales, excepto el índice de refracción complejo del medio con partículas suspendidas, que ahora es  $\tilde{m} \cdot m_2$  como un parámetro separado en todas las fórmulas desde el principio.

### A.1.1 Evaluación numérica de la teoría de Mie

Para calcular numéricamente el patrón de esparcimiento producido por una partícula esférica de cierto índice de refracción se tiene un programa en lenguaje C++ listado en el apéndice D.1.

Utilizando éste programa se pueden obtener, en particular, los patrones mostrados por Born y Wolf [Born, 1980].

# A.2 Cálculo de la intensidad esparcida empleando la aproximación de Fraunhofer

El problema computacional para el cálculo de los patrones de esparcimiento de partículas de tamaños varias veces más grandes que la longitud de onda empleada, hace necesaria el empleo de aproximaciones. A continuación se lista el programa empleado para determinar el patrón de esparcimiento usando la aproximación de Fraunhofer.

**Programa A.1: Esparce.m** Intensidad esparcida por una distribución de partículas (Aprox. Fraunhofer).

```
function [theta,inten] = esparce(a,fa,theta)
% ESPARCE Intensidad esparcida por una distribucion de particulas
                                                            (Aprox. Fraunhofer).
%
          [THETA, INTEN] = ESPARCE(A, FA)
%
          [THETA, INTEN] = ESPARCE(A, FA, THETA)
%
          Donde FA es la distribucion de probabilidad definida a lo largo de
%
          A; THETA es el vector de angulos a lo largo del cual se encontrara
%
          definido el patron de esparcimiento (es un parametro opcional).
%
%
          Vease tambien INV_CS, INV_MAT y INV_NNLS.
%
          Todas la unidades estan en micras y radianes.
a = a(:);
fa = fa(:);
                                                   % Constante
    Io = 1;
    f = 0.3e6;
                                                   % distancia focal de la lente
lambda = 0.6328;
                                                   % longitud de onda del laser
k=2*pi/lambda;
delta_a = a(2) - a(1);
                                          % intervalo de muestreo de los radios
delta_theta = lambda./(4.*max(a));
                                          % intervalo de muestreo angular
                                                                  (formula 3.17)
```

A.2. Cálculo de la intensidad esparcida empleando la aproximación de Fraunhofer60

```
% angulo minimo
   theta_min = eps;
   theta_max = lambda./(4.*delta_a);
                                               % angulo maximo (formula 3.16)
   theta = [theta_min:delta_theta:theta_max]'; % vector de angulos
end;
if nargin == 3
   theta = theta(:);
   if delta_theta < (theta(2) - theta(1)) | max(theta) > lambda./(4.*delta_a),
       disp('WARNING: muestreo o rango angular deficiente, los valores seran
                                                              modificados');
       theta_min = min(theta) + eps;
                                               % angulo minimo
       theta_max = lambda./(4.*delta_a);
                                               % angulo maximo (formula 3.16)
       theta = [theta_min:delta_theta:theta_max]';  % vector de angulos
   end:
end;
\% ------ Metodo 1 (integra como un producto de matrices) ------
[aa,th] = meshgrid(a,theta);
const = (Io./f.^2)./(theta.^2);
matriz = (aa.*bessel(1,k.*aa.*th)).^2;
inten = const.*(matriz*fa).*delta_a;
% ------ Metodo 2 (integra usando la regla de Simpson -----
if O
                                        % la siguiente parte esta inutilizada
[faa,th] = meshgrid(fa,theta);
data = faa.*matriz;
int = zeros(size(theta));
for l = 1:length(theta),
   int(l)=integra(delta_a,data(l,:));
end;
int = const.*int;
                                                          % fin de comentario
end
```

# Apéndice B

# LISTADO DE CÓDIGO EN **MATLAB** PARA LA RECUPERACIÓN DE TAMAÑOS

Los programas que realizan el procesado de los resultados experimentales operan como la principal herramienta en este trabajo de tesis. Por ello, a continuación se listan estos programas que estiman las distribuciones de tamaños empleando diferentes técnicas de inversión.

# B.1 Recuperación de tamaños usando la fórmula de Chin-Shifrin

**Programa B.1:** Inv\_cs.m Recuperación de la distribución de tamaños usando la fórmula de Chin Shifrin.

```
function [a,fa] = inv_cs(theta,inten,a)
% INV_CS Recuperacion de la distribucion de tamanos usando la formula de
%
                                                                  Chin-Shifrin.
%
         [A, FA] = INV_CS(THETA, INTEN)
%
         [A, FA] = INV_CS(THETA, INTEN, A)
%
%
         Donde THETA e INTEN definen al patron de esparcimiento y el
        parametro opcional A es el intervalo donde esta definida la
%
         distribucion original (soporte de la distribucion).
%
%
        Vease tambien ESPARCE, INV_MAT y INV_NNLS.
%
        Todas la unidades estan en micras y radianes.
theta = theta(:);
inten = inten(:);
    Io = 1;
                                                  % Constante
    f = 0.05e6;
                                                   % distancia focal de la lente
lambda = 0.6328;
                                                  % longitud de onda del laser
k=2*pi/lambda;
delta_theta = theta(2)- theta(1);
                                          % intervalo de muestreo angular
          = lambda./(4.*max(theta));
                                          % intervalo de muestreo de los radios
delta a
                                                                 (formula 3.16)
if nargin < 3
                             % radio minimo (teoria de Fraunhofer a_min=5micras
    a_{min} = 1;
                                                 % radio maximo (formula 3.18)
    a_max = lambda./(4.*delta_theta);
                                                  % vector de radios
    a = [a_min:delta_a:a_max]';
```
B.2. RECUPERACIÓN DE TAMAÑOS USANDO INVERSIÓN MATRICIAL

```
end;
if nargin == 3
    a = a(:);
    N = length(a);
    if min(a)<1
        a_min = 1;
        a = linspace(a_min,max(a),N)';
    else
        a_min=min(a);
    end:
    if delta_a < (a(2)-a(1)) \mid max(a) > lambda./(4.*delta_theta),
        disp('WARNING: muestreo o intervalo de radios deficiente.');
        a_max = lambda./(4.*delta_theta); % radio maximo (formula 3.18)
                                                  % vector de radios
        a = [a_min:delta_a:a_max]';
    end;
end;
% a continuacion se verifica que el incremento angular sea el correcto:
min_delta_theta = lambda./(4.*max(a));
if delta_theta > min_delta_theta,
    fprintf(1,'WARNING: delta_theta demasiado grande ');
    fprintf(1,'... valor minimo = %f\n',min_delta_theta);
end:
% integracion
[th,aa] = meshgrid(theta(1:length(theta)-1)+delta_theta/2,a);
arg = (theta.^3).*(inten);
n=length(arg);
derivada=zeros(n,1);
                                   % derivada que se ocupa en la formula de C-S
derivada=diff(arg);
const = (- 2.*pi.*(k.*f).^2 ./ (a.*Io));
matriz = th.*bessel(1,k.*aa.*th).*bessely(1,k.*aa.*th);
fa = const.*(matriz*derivada);
```

#### B.2 Recuperación de tamaños usando inversión matricial

**Programa B.2:** Inv\_mat.m Recuperación de la distribución de tamaños usando la inversión matricial.

```
function [a,fa] = inv_mat(theta,inten,a,numv)
% INV_MAT Recuperacion de la distribucion de tamanos usando inversion matricial
% [A, FA] = INV_MAT(THETA,INTEN);
% [A, FA] = INV_MAT(THETA,INTEN,A);
% [A, FA] = INV_MAT(THETA,INTEN,A,NUMV);
% Donde THETA e INTEN definen al patron de esparcimiento y el
% parametro opcional A es el intervalo donde esta definida la
% distribucion original (soporte de la distribucion). NUMV
```

```
%
          representa el numero de valores singulares que son eliminados
%
          de la solucion "ademas" de aquellos que exeden del rango (rank)
%
          de la matriz (default NUMV = 0).
%
%
          Vease tambien ESPARCE, INV_CS, INV_NNLS y SINVAL.
%
          Todas la unidades estan en micras y radianes.
theta = theta(:);
inten = inten(:);
    Io = 1;
                                                  % Constante
    f = 0.3e6;
                                                  % distancia focal de la lente
lambda = 0.6328;
                                                  % longitud de onda del laser
k=2*pi/lambda;
delta_theta = theta(2) - theta(1);
                                          % intervalo de muestreo angular
delta_a = lambda./(4.*max(theta));
                                          % intervalo de muestreo de los radios
                                                                 (formula 3.16)
if nargin < 3
                       % radio minimo (teoria de Fraunhofer a_min = 0.5 micras)
    a_{\min} = 1;
    a_max = lambda./(4.*delta_theta);
                                                 % radio maximo (formula 3.18)
    a = [a_min:delta_a:a_max]';
                                                  % vector de radios
end:
if nargin == 3
    a = a(:);
    N = length(a);
    if min(a)<1
        a_min = 1;
        a = linspace(a_min,max(a),N)';
    else
        a_min=min(a);
    end;
    if delta_a < (a(2)-a(1)) | max(a) > lambda./(4.*delta_theta),
        disp('WARNING: muestreo o intervalo de radios deficiente.');
        a_max = lambda./(4.*delta_theta); % radio maximo (formula 3.18)
        a = [a_min:delta_a:a_max]';
                                                  % vector de radios
    end;
end;
if nargin < 4
    numv = 0;
                    % numero de valores singulares que seran eliminados despues
                    % de haber considerado el rango (rank) de la matriz
end;
% ... a continuacion se verifica que el incremento angular sea el correcto:
min_delta_theta = lambda./(4.*max(a));
if delta_theta > min_delta_theta,
    fprintf(1,'WARNING: delta_theta demasiado grande ');
    fprintf(1,'... valor minimo = %f\n',min_delta_theta);
end;
% ... elaboracion de la matriz a invertir:
```

```
n = length(theta);
m = length(a);
[aa,th] = meshgrid(a,theta);
M = zeros(n,m);
M = Io.*(aa.*bessel(1,k.*aa.*th)./(th.*f)).^2.*delta_a;
% fa = M \ inten;
% solucion por eliminacion Gaussiana
% (poco recomendada)
fa = sinval(M,inten,numv);
% solucion empleando descomposicion
% en valores singulares
```

#### B.3 Recuperación de tamaños usando mínimos cuadrados

**Programa B.3:** Inv\_nnls.m Recuperación de la distribución de tamaños usando mínimos cuadrados.

```
function [a,fa] = inv_nnls(theta,inten,a)
% INV_NNLS Distribucion de tamanos recuperada usando NNLS.
           [A, FA] = INV_NNLS(THETA, INTEN, A);
%
%
           Donde THETA e INTEN definen al patron de esparcimiento y el
%
%
           parametro opcional A es el intervalo donde esta definida la
           distribucion original
%
%
           Vease tambien ESPARCE, INV_CS y INV_MAT.
%
           Todas la unidades estan en micras y radianes.
theta = theta(:);
inten = inten(:);
    Io = 1;
                                                  % Constante
    f = 0.3e6;
                                                  % distancia focal de la lente
lambda = 0.6328;
                                                  % longitud de onda del laser
k=2*pi/lambda;
delta_theta = theta(2)- theta(1); % intervalo de muestreo angular
delta_a = lambda./(4.*max(theta)); % intervalo de muestreo de los radios
                                                                 (formula 3.16)
if nargin < 3
    a_{min} = 1;
                            % radio minimo (teoria de Fraunhofer a_min=5micras
    a_max = lambda./(4.*delta_theta); % radio maximo (formula 3.18)
    a = [a_min:delta_a:a_max]';
                                                  % vector de radios
end:
if nargin == 3
    a = a(:);
    N = length(a);
    if min(a)<1
       a_{min} = 1;
```

```
a = linspace(a_min,max(a),N)';
    else
        a_min=min(a);
    end;
    if delta_a < (a(2)-a(1)) \mid max(a) > lambda./(4.*delta_theta),
        disp('WARNING: muestreo o intervalo de radios deficiente');
                                                 % radio maximo (formula 3.18)
        a_max = lambda./(4.*delta_theta);
                                                  % vector de radios
        a = [a_min:delta_a:a_max]';
    end;
end;
\% a continuacion se verifica que el incremento angular sea el correcto:
min_delta_theta = lambda./(4.*max(a));
if delta_theta > min_delta_theta,
    fprintf(1,'WARNING: delta_theta demasiado grande ');
    fprintf(1,'... valor minimo = %f\n',min_delta_theta);
end;
n = length(theta);
m = length(a);
[aa,th] = meshgrid(a,theta);
     M = zeros(n,m);
     M = Io.*(aa.*bessel(1,k.*aa.*th)./(th.*f)).^2.*delta_a;
% tol = max(size(M)) * norm(M,1) * eps
% keyboard;
fa = nnls(M,inten,eps);
```

### Apéndice C

# LISTADO DE CÓDIGO EN **MATLAB** PARA LA ADQUISICIÓN DE IMÁGENES DE ESPARCIMIENTO

Se desarrollo un programa que coordina la adquisición de los patrones de esparcimiento y su procesado. Este programa de lista a continuación.

#### C.1 Programa para la adquisición de imágenes de esparcimiento

**Programa C.1:** Adquiere.m Programa para la adquisición de imágenes de esparcimiento.

```
% este programa realiza la tarea de tomar imagenes para una posterior
% procesamiento de datos.
  %
% La primera parte es localizar el minimo de la intensidad en la imagen
%-----%
adquiere;
imshow(log(double(a)),map);
b=sum(a(:));
bandera =0;
while b > 9432769 ,
   if bandera == 1
      pruebader;
   else
     pruebaiz;
  end
   adquiere;
   b=sum(a(:))
   if 10000000 > b
     bandera = 0;
  else
      bandera =1;
   end
   imshow(log(double(a)),map);
end
            -----%
%---
i=1;
n=12;
```

67

```
<u>%-----%</u>
% En esta parte se realiza la adquisicion de las imagenes realizando tomas
\% a diferentes intensidades de luz(controlada por un polarizador y un motor
% pasos), y las va guardando en un archivo.
<u>%-----%</u>
!ofsetsnap
adquiere;
imwrite(a,'im00.tif');
imshow(a,map); drawnow;
for i = 1:n, mpasiz(110000,9); end
adquieremuchas; imwrite(a,'im01.tif'); imshow(a,map);
for i = 1:n, mpasiz(110000,9); end
adquieremuchas; imwrite(a,'im02.tif'); imshow(a,map);
for i = 1:n, mpasiz(110000,9); end
adquieremuchas; imwrite(a,'im03.tif'); imshow(a,map);
for i = 1:n, mpasiz(110000,9); end
adquieremuchas; imwrite(a,'im04.tif'); imshow(a,map);
for i = 1:n, mpasiz(110000,9); end
adquieremuchas; imwrite(a,'im05.tif'); imshow(a,map);
for i = 1:n, mpasiz(110000,9); end
adquieremuchas; imwrite(a,'im06.tif'); imshow(a,map);
for i = 1:n, mpasiz(110000,9); end
adquieremuchas; imwrite(a,'im07.tif'); imshow(a,map);
```

#### C.2 Programa para realizar los promedios angulares de intensidad

El programa que se lista a continuación se encarga de realizar los promedios angulares de intensidad de luz esparcida. Este programa genera una serie de mascaras de anillos unitarios que es multiplicada término a término con la imagen de esparcimiento, posteriormente realiza el promedio sobre el número de elementos que comprenden el anillo. Finalmente se genera otra mascarilla de un radio mayor (de la diagonal del pixel) y se realiza la misma operación que en el caso anterior. Este procedimiento se realiza hasta cubrir totalmente el patrón de esparcimiento. Este programa se emplea con cada imagen de esparcimiento dquirido. La salida que este programa da, es la entrada a los programas de inversiones. **Programa C.2:** Rad\_Avg.m Programa para realizar los promedios angulares de intensidad esparcida.

```
function [rad, avg] = rad_avg(data);
% RAD_AVG Promedio radial de una matriz
%
          AVG = RAD_AVG(DATA),
%
          [AVG, RAD] = RAD_AVG(DATA),
%
          DATA es una matriz y AVG es el promedio radial.
%
          El origen se supone esta localizado en el centro
%
          de la matriz DATA.
%
[m,n] = size(data);
[x,y] = meshgrid(-m/2+1:m/2,-n/2+1:n/2);
[theta,radius] = cart2pol(x,y);
dr = 2*sqrt(2);
                                          % ancho del anillo a promediar
rad = 0;
                                          % initializing vector for radii
ii = 1;
for r = 1 : dr : max(radius(:));
mask = (radius >= r & radius < r+dr)'.*data; %crea las mascaras de anillos</pre>
                                                  % y la multiplica termino a termino
  imagesc(mask); drawnow;
                                                  % con la matriz DATA
    rad(ii) = r + dr/2;
    normalfact = nnz(mask);
    if normalfact == 0,
         avg(ii) = 0;
    else
avg(ii) = sum(mask(:))./normalfact;
                                          % promedia sobre el numero de elementos
                                              % del anillo mascara.
end;
ii = ii+1;
end;
```

68

#### Apéndice D

# EVALUACIÓN NUMÉRICA DE LA TEORÍA DE MIE: CÓDIGO EN C

Para calcular numéricamente el patrón de esparcimiento producido por una partícula esférica que tiene cierto índice de refracción utilizando la teoría de Mie se escribió un programa en lenguaje C++.

Utilizando éste programa se pueden obtener, en particular, los patrones mostrados por Born y Wolf.

Programa D.1: Mie.C Implementación en lenguaje C de la teoría de Mie.

```
#include <stdio.h>
#include <math.h>
               /* if the program isn't compiled/run in a matlab environment */
#ifndef MATLAB_MEX_FILE
   #define pi 3.14159265
   void main()
   {
       double aiper[360],aipar[360],per,par;
       double refind[2],lambda,radius;
       double thetamin, thetamax, delta, theta;
       unsigned int i,n;
       FILE *fp;
       char name[12] = "datos.dat"; /* output will be written in this file */
void miefor();
       lambda = 0.632;
       refind[0] = 1.33;
       refind[1] = 0.0;
       radius = 0.1;
       thetamin = -pi;
       thetamax = pi;
       n = 360;
       delta = (thetamax - thetamin) / (n-1);
       per=0;par=0;
       fp = fopen(name, "w");
       fprintf(fp,"lambda = %f \n", lambda);
       fprintf(fp,"refind = [ %f %f ] \n", refind[0], refind[1]);
       fprintf(fp,"radius = %f \n", radius);
       fprintf(fp,"thetamin = %f \n", thetamin);
       fprintf(fp,"thetamax = %f \n", thetamax);
       fprintf(fp,"n = \%i \n", n);
       fprintf(fp," aiper
                                    aipar \n");
```

```
for (i=0; i<n; i++)</pre>
       ſ
           theta = thetamin + delta*i;
           miefor(&lambda,refind,&radius,&theta,&per,&par);
           aiper[i] = per;
           aipar[i] = par;
                                  %f \n", aiper[i], aipar[i]);
           fprintf(fp," %f
       }
       fclose(fp);
   }
#else
                                               /* for the matlab compiler */
   #include "mex.h"
   #define min(a,b) ((a) <= (b) ? (a) : (b))
   #define max(a,b) ((a) >= (b) ? (a) : (b))
   #define pi 3.14159265
   /* shorthand names for input and output parameters */
   /* input arguments */
   #define LAMBDA_IN argin[0]
   #define REFIND_IN argin[1]
   #define RADIUS_IN argin[2]
   #define THETA_IN
                     argin[3]
   /* output arguments */
   #define AIPER_OUT argout[0]
   #define AIPAR_OUT argout[1]
   void mexFunction(int nargout, Matrix *argout[],int nargin, Matrix *argin[])
   {
       double *lambda,*refind,*radius,*theta,*aiper,*aipar;
       unsigned int m,n,N;
void miemex();
       /* Check the correct number of input and output arguments */
       if (nargin != 4)
       {
           mexErrMsgTxt("MIEMEX requires four input arguments.");
       }
       if (nargout != 2)
       ſ
           mexErrMsgTxt("MIEMEX requires two output arguments.");
       }
       /* Check the dimensions of LAMBDA. LAMBDA can only be a scalar. */
       m = mxGetM(LAMBDA_IN);
       n = mxGetN(LAMBDA_IN);
       if (!mxIsNumeric(LAMBDA_IN) || mxIsComplex(LAMBDA_IN) ||
```

```
!mxIsFull(LAMBDA_IN) || !mxIsDouble(LAMBDA_IN) ||
            (\max(m,n) != 1) || (\min(m,n) != 1))
{
    mexErrMsgTxt("LAMBDA must be a scalar.");
}
/* Check the dimensions of REFIND. REFIND can be 2 X 1 or 1 X 2. */
m = mxGetM(REFIND_IN);
n = mxGetN(REFIND_IN);
if (!mxIsNumeric(REFIND_IN) || mxIsComplex(REFIND_IN) ||
      !mxIsFull(REFIND_IN) || !mxIsDouble(REFIND_IN) ||
            (max(m,n) != 2) || (min(m,n) != 1))
{
    mexErrMsgTxt("REFIND must be a 2x1 or a 1x2 vector.");
}
/* Check the dimensions of RADIUS. RADIUS can only be 1 X 1. */
m = mxGetM(RADIUS_IN);
n = mxGetN(RADIUS_IN);
if (!mxIsNumeric(RADIUS_IN) || mxIsComplex(RADIUS_IN) ||
      !mxIsFull(RADIUS_IN) || !mxIsDouble(RADIUS_IN) ||
            (max(m,n) != 1) || (min(m,n) != 1))
ſ
    mexErrMsgTxt("RADIUS must be a scalar.");
}
/* Check the dimensions of THETA. THETA can be m X 1 or 1 X n. */
m = mxGetM(THETA_IN);
n = mxGetN(THETA_IN);
if (!mxIsNumeric(THETA_IN) || mxIsComplex(THETA_IN) ||
      !mxIsFull(THETA_IN) || !mxIsDouble(THETA_IN) ||
            \min(m,n) != 1)
{
    mexErrMsgTxt("THETA must be a vector.");
}
/* Create matrices for the return arguments */
AIPER_OUT = mxCreateFull(m,n,REAL);
AIPAR_OUT = mxCreateFull(m,n,REAL);
/* Assign pointers to the various parameters */
lambda = mxGetPr(LAMBDA_IN);
refind = mxGetPr(REFIND_IN);
radius = mxGetPr(RADIUS_IN);
theta = mxGetPr(THETA_IN);
aiper = mxGetPr(AIPER_OUT);
aipar = mxGetPr(AIPAR_OUT);
/* Calculate aiper and aipar */
```

```
miemex(lambda, refind, radius, theta, m, n, aiper, aipar);
   }
   void miemex(double *lambda, double refind[], double *radius, double theta[],
              unsigned int m, unsigned int n, double aiper[], double aipar[])
   {
      double th, per, par;
      unsigned int i, N;
void miefor();
      N = max(m,n);
      for(i = 0; i < N; ++i)</pre>
          th = theta[i];
          miefor(lambda, refind, radius, &th, &per, &par);
          aiper[i] = per;
          aipar[i] = par;
          printf("aiper = %f, aipar = %f \n", aiper[i], aipar[i]);
      }
   }
#endif
void miefor(double *lambda, double refind[], double *radius,
                              double *theta, double *aiper, double *aipar)
{
   double x;
   void mei1i2();
   x = 2*pi*(*radius)/(*lambda);
   mei1i2(&x,refind,theta,aiper,aipar);
}
void mei1i2(double *x,double REFIND[],double *theta,double *aiper,double *aipar)
{
/*
   Calculates the angular intensity functions i1 and i2 for scattering from a
   spherical particle. i1 is for polarization normal to the observation plane,
   and i2 is for polarization parallel to the observation plane.
   For a particle of index [RefInd(0), RefInd(1)], illuminated by a plane wave
   of a certain wavelength and an intensity Io, polarized at angle Phi to the
   observation plane (the observation plane is defined by two vectors through
   the particle coordinates: one to point of observation and a second in the
   direction of propagation of the incident light).
   The intensity at distance r and scattering angle Theta from the particle is:
```

```
I = (Io/r<sup>2</sup>) (wavelength/2*pi)<sup>2</sup> { i1 sin(phi)<sup>2</sup> + i2cos(phi)<sup>2</sup> }
```

```
Other Quantities of interest:
      Х
               = particle size parameter
               = (2*pi/wavelength)*(radius of particle)
               = scattering angle, or angle between the directions
      Theta
                 of illumination and observation (in deg).
      THETAMIN = minimum angle scattering angle i1, i2 are calculated for (rad).
      THETAMAX = maximum angle scattering angle i1, i2 are calculated for (rad).
               = increment in scattering angle (in rad).
      DELTA
      AIPER(N) = i1 (polarized perpendicular to the observation plane)
      AIPAR(N) = i2 (polarized parallel to the observation plane)
               = dimension of arrays, not calculated or passed.
      Ν
                 (must be abs(THETAMAX-THETAMIN)/DELTA ).
*/
   double X, THETA, AIPER, AIPAR;
   int NTerms,N1,i;
   double a[200][2], **A;
   double b[200][2], **B;
   double T[200], XP[200];
   double C1,C2, S2, T3,T4,T5,T6;
   double U1,U2,U3,U4, XN1;
   void mieab();
   A=(double **) malloc((unsigned) 200*sizeof(double*));
   for(i=0;i<=199;i++) A[i]=a[i];</pre>
   B=(double **) malloc((unsigned) 200*sizeof(double*));
   for(i=0;i<=199;i++) B[i] = b[i];</pre>
   X = *_{X};
   THETA = *theta;
   AIPER = *aiper;
   AIPAR = *aipar;
   /* First let's calculate the first Nterms of the scattering coefficients An
       and Bn. */
   mieab(&X,REFIND,&NTerms,A,B);
   /* Now, for each scattering angle, let's calculate i1 and i2.
       We simply take sum involving Legendre polynomials and the An, Bn. */
   S2 = (sin(THETA)) * (sin(THETA));
   C1 = cos(THETA);
   C2 = C1 * C1;
   /* Now XP() and T() are composed of the associated Legendre functions:
   Standard notation for XP(n) is PIn(cos(theta)), and for
   T(n) is TAUn(cos(theta)): Pn(x) is a Legendre polynomial.
   XPn(cos(theta)) = \{d / d(cos(theta))\} Pn(cos(theta))
   Tn(cos(theta)) = cos(theta)*XPn(cos(theta))
                           - {sin(theta)**2}{d /d(cos(theta))}{XPn(cos(theta))}
   Set initial two values (n = 1, n = 2, then use recursion relation). */
   XP[0] = 1.0;
   XP[1] = 3.0*C1;
   T[0] = C1;
```

```
T[1] = 3.0*(C2-S2);
   for(N1=3;N1<=NTerms;N1++)</pre>
   {
       XN1 = N1;
       T3 = 2.0 \times XN1 - 1.0;
       XP[N1-1] = (T3*XP[N1-2]*C1 - XN1*XP[N1-3]) / (XN1-1.0);
       T[N1-1] = C1*(XP[N1-1] - XP[N1-3]) - T3*S2*XP[N1-2] + T[N1-3];
   }
   /* ( U1, U2 ) and ( U3, U4 ) are the complex amplitudes of scattered
   radiation with polarization normal and parallel to plane of obsv. */
   U1 = 0.0;
   U2 = 0.0;
   U3 = 0.0;
   U4 = 0.0;
   for(N1=1;N1<=NTerms;N1++)</pre>
   {
       XN1 = N1;
       T4 = (2.0*XN1+1.0)/(XN1*(XN1+1.0));
       T5 = T4 * XP[N1-1];
       T6 = T4*T[N1-1];
       U1 = T5*A[N1-1][0]+T6*B[N1-1][0]+U1;
       U2 = T5*A[N1-1][1]+T6*B[N1-1][1]+U2;
       U3 = T6*A[N1-1][0]+T5*B[N1-1][0]+U3;
       U4 = T6*A[N1-1][1]+T5*B[N1-1][1]+U4;
   }
   /* Let's return the Angular Intensity Functions in each polarization */
   AIPER = U1*U1 + U2*U2;
   AIPAR = U3*U3 + U4*U4;
   *aiper = AIPER;
   *aipar = AIPAR;
void mieab(double *x,double REFIND[],int *nterms,double **A,double **B)
{
/*
   Calculates the An and Bn scattering coefficients.
   F is number of coefficients calculated.
   Narray is dimension of array A and B.
   NOTE: Because Real*4 is limited to approx. 1E38, the
         product -REFIND(2)*X must be less than
         approx 44. This is because sinh(-REFIND(2)*X),
         cosh(-REFIND(2)*X), and their squares are
         calculated below.
         Otherwise, the number of cefficients is limited by:
         1. when the absolute value of all the real and imag
            parts of An and Bn are < 1e-8 ;
         2. the array size Narray ; or
         3. Nterms = 1.2*X + 9. The motivation behind this
```

}

```
particular value is not clear, but it is
             effective in halting the algorithm for large X
             and F (say (x,f)=(20,57), (30,72), (50,100) ),
             where D5 in NETAB overflows. More common is
             stagnation of the algorithm at some small
             values of |An| and |Bn| .
*/
    int N,NTerms,Narray,ya,I;
    double F;
    double C8,C9, E1,E2, D1,D2, S8,S9;
    double TEMP, U1,U2, V1,V2, W1,W2,W9, X;
    void netab();
    X = *_{X};
    NTerms = *nterms;
    Narray = 200;
    if (fabs(REFIND[1]*X) > 44)
    ſ
        NTerms = 0.0;
        for(I=0;I<Narray;I++)</pre>
        ſ
            A[I][0] = 0.0;
            A[I][1] = 0.0;
            B[I][0] = 0.0;
            B[I][1] = 0.0;
        }
        printf("**MIEAB** Product Abs(REFIND(2)*X) Too Large");
    }
    else
    {
        /* Initialize F -- it counts the number of times we call NETAB (below).
        It acts as an index for a series . \ast/
        F = 0.0;
  /* Easy enough -- U1 and U2 are the sine and cosine of particle
  size parameter. Both will be changed in subroutine NETAB. */
        U1 = sin(X);
        U2 = cos(X);
        V1 = U2;
        V2 = -U1;
        TEMP = REFIND[0] *X;
        S9 = sin(TEMP);
        C9 = cos(TEMP);
        TEMP = -\text{REFIND}[1] * X;
        W9 = exp(TEMP);
```

```
S8 = 0.5*(W9-1.0/W9);
      C8 = 0.5*(W9+1.0/W9);
      E1 = S9*C9/(S9*S9+S8*S8);
      E2 = S8*C8/(S9*S9+S8*S8);
/* Here things get more interesting.
Note that D1 and D2 remain unchanged from this point, but that
E1 and E2 are modified in subroutine NETAB */
      ya=0;
      do
      {
          D1 = E1;
          D2 = E2;
          /* Note that W1 and W2 remain fixed from this point, but V1 and V2
          are updated with each passage through this section. V1 and V2
          are not altered in NETAB, but U1 and U2 are. */
          W1 = V1;
          W2 = V2;
          /* For the Fth call to NETAB, V1 and V2 satisfy the recursion
              relations:
               V1(F) = \{ 2*F -1 \} / \{ X * V1(F-1) - W1 \}
               V2(F) = \{ 2*F -1 \} / \{ X * V2(F-1) - W2 \} */
          V1 = U1;
          V2 = U2;
          F = F + 1.0;
          netab(&F,&X,REFIND,&D1,&D2,&W1,&W2,&V1,&V2,&E1,&E2,&U1,&U2,A,B);
          /* $$$$$ How is this criterion set ?? $$$$$$
             It seems reasonable: the generation of A and B coeffs seems to
             stagnate due to numerical problems around here, and other
             problems evevtually develop, such as D5 overflowing in NETAB. */
          if (F >= (1.2*X+9.0))
              ya=1;
          else
          {
              N = F;
              /* Meanwhile, we need to keep an eye on the array dimensions.*/
              if ( N >= Narray )
              {
                  printf("Number of Scattering Coeffs Limited by Array Size");
                  ya=1;
              }
              else
              {
                  if (fabs(A[N-1][0]) <= (1.0E-08))
                  {
```

```
if (fabs(A[N-1][1]) <= (1.0E-08))
                       ſ
                          if (fabs(B[N-1][0]) <= (1.0E-08))
                          {
                              if (fabs(B[N-1][1]) <= (1.0E-08))
                              {
                                  ya=1;
                              }
                          }
                      }
                   }
               }
           }
       } while (ya==0);
       /* And finally, ... */
       NTerms=(int) F;
   }
   *nterms = NTerms;
}
void netab(double *f,double *x,double REFIND[],double *d1,double *d2,double *w1,
          double *w2,double *v1,double *v2,double *e1,double *e2,double *u1,
          double *u2,double **A,double **B)
{
   int N;
   double D1,D2, E1,E2, F, U1,U2, V1,V2, W1,W2;
   double C1,C2, D3,D4,D5, H1,H2, T2,T3, X, XI1,XI2, XJ1,XJ2, XK1,XK2;
   F = *f;
   X = *x;
   D1 = *d1;
   D2 = *d2;
   W1 = *w1;
   W2 = *w2;
   V1 = *v1;
   V2 = *v2;
   E1 = *e1;
   E2 = *e2;
   U1 = *u1;
   U2 = *u2;
   T2 = F/X/(REFIND[0] * REFIND[0] + REFIND[1] * REFIND[1]);
   T3 = T2 * REFIND[1];
   T2 = -T2 * REFIND[0];
   D3 = -T2 - D1;
   D4 = -T3 - D2;
   E1 = T2+D3/(D3*D3+D4*D4);
   E2 = T3-D4/(D3*D3+D4*D4);
   U1 = (2.0*F-1.0)/X*V1-W1;
   U2 = (2.0*F-1.0)/X*V2-W2;
```

D5 = REFIND[0]\*REFIND[0]+REFIND[1]\*REFIND[1]; C1 = (E1\*REFIND[0]+E2\*REFIND[1])/D5+F/X; C2 = (E2\*REFIND[0]-E1\*REFIND[1])/D5;H1 = C1 \* U1 - C2 \* U2 - V1;H2 = C1\*U2+C2\*U1-V2;XJ1 = U1\*C1-V1;XJ2 = U1\*C2;D5 = H1 \* H1 + H2 \* H2;N = F;A[N-1][0] = (XJ1\*H1+XJ2\*H2)/D5;A[N-1][1] = (XJ2\*H1-XJ1\*H2)/D5;C1 = E1 \* REFIND[0] - E2 \* REFIND[1] + F/X;C2 = E1 \* REFIND[1] + E2 \* REFIND[0];XI1 = C1 \* U1 - C2 \* U2 - V1;XI2 = C1\*U2+C2\*U1-V2;XK1 = U1 \* C1 - V1;XK2 = U1 \* C2;D5 = XI1 \* XI1 + XI2 \* XI2;B[N-1][0] = (XK1 \* XI1 + XK2 \* XI2)/D5;B[N-1][1] = (XK2\*XI1-XK1\*XI2)/D5; \*e1 = E1; \*e2 = E2; \*u1 = U1; \*u2 = U2;

}

78

## Bibliografía

- [Bachalo, 1980] Bachalo, W. (1980). Method for measuring the size and velocity of spheres by dual-beam light-scatter interferometry. *Applied Optics*, 19:363–370.
- [Bohren, 1983] Bohren, C.F. y Huffman, D. (1983). Absorption and scattering of light by small particles. John Wiley, New York.
- [Born, 1980] Born, M. y Wolf, E. (1980). *Principles of Optics*. Pergamon Press.
- [Brigham, 1988] Brigham, E. (1988). The Fast Fourier Transform and Its Applications. Prentice-Hall.
- [Chin et al., 1955a] Chin, J., Sliepcevich, C., and Tribus, M. (1955a). Determination of particle size distributions by means of measurements of angular intensity of forward-scattered light at very small angles. J. Phys. Chem., 59:845–848.
- [Chin et al., 1955b] Chin, J., Sliepcevich, C., and Tribus, M. (1955b). Particle size distributions from angular variation of forward-scattered light at very small angles. J. Phys. Chem., 59:841–844.
- [Cornillault, 1973] Cornillault, J. (1973). Particle size analizer. Applied Optics, 11:265–268.
- [Fymat, 1981] Fymat, A.L. y Mease, K. (1981). Mie forward scattering: improved semiempirical approximation with application to particle size distribution. *Applied Optics*, 20:194–198.
- [Gill et al., 1981] Gill, P., Murray, W., and Wright, M. (1981). Practical Optimization. Academic Press, London.
- [Golub, 1989] Golub, G.H. y Van Loan, C. (1989). *Matrix Computations*. Johns Hopkins University Press, Baltimore.
- [Gorecki, 1989] Gorecki, C. (1989). Optical sizing by fourier transfomation. J. Optics, 20:25–29.
- [Hirleman, 1989] Hirleman, E.D. y Dellenback, P. (1989). Adaptive fraunhofer diffraction particle sizing instrument using a spatial light modulator. *Applied Optics*, 28:4870–4878.
- [Hirleman, 1990] Hirleman, E.D. y Bachalo, W. (1990). Liquid Particle Size Measurement Techniques: 2nd Volumne. ASTM.

- [Kaye, 1973] Kaye, W. (1973). Low-angle laser light scattering. Analytical Chemistry, 45(2):221–225.
- [Knollenberg, 1977] Knollenberg, R. (1977). Light scattering and imaging array particle sizing methods for stack measurements. New York: Macmillan Pub. Co.
- [Lawson, 1974] Lawson, C. y Hanson, R. (1974). Solving Least Squares Problems. Prentice-Hall.
- [Muly, 1980] Muly, E.C. y Frock, H. (1980). Industrial particle size measurement using light scattering. *Optical Engineering*, 19:861–869.
- [Negrete-Regagnon, 1992] Negrete-Regagnon, P. (1992). Estimación de tamaños de partícula por mediciones de luz esparcida. Tesis de Maestría, Centro de Investigación Científica y de Educación Superior de Ensenada.
- [Pendleton, 1982] Pendleton, J. (1982). Mie scattering into solid angles. Optical Society of America, 72:1029–1033.
- [Reist, 1984] Reist, P. (1984). Introduction to aerosol science. New York: Macmillan Pub. Co.
- [Riley, 1991] Riley, J.B. y Agrawal, Y. (1991). Sampling and inversion of data in diffraction particle sizing. Applied Optics, 30:4800–4817.
- [Wertheimer, 1976] Wertheimer, A.L. y Wilcock, W. (1976). Light scattering measurements of particle distributions. *Applied Optics*, 15:1616–1620.