



**POLSKA AKADEMIA NAUK**  
**Instytut Badań Systemowych**

---

**BADANIA SYSTEMOWE**  
**Inżynieria Środowiska**

**METODY I TECHNIKI OPTYCZNE**  
**W BADANIACH ZAWIESIN**



**Janusz Łomotowski**  
**Ewa Burszta-Adamiak**  
**Magdalena Kęszycka**  
**Zdzisław Jary**

**Warszawa 2008**



**METODY I TECHNIKI OPTYCZNE  
W BADANIACH ZAWIESIN**

**POLSKA AKADEMIA NAUK  
INSTYTUT BADAŃ SYSTEMOWYCH**

**Seria: BADANIA SYSTEMOWE, tom 58**

**Redaktor naukowy: prof. Jakub Gutenbaum**

---

**Podseria: Inżynieria Środowiska**

**Warszawa 2008**

**METODY I TECHNIKI OPTYCZNE  
W BADANIACH ZAWIESIN**

**Janusz Łomotowski  
Ewa Bursza-Adamiak  
Magdalena Kęszycka  
Zdzisław Jary**

Publikacja wydana ze środków projektu badawczego MINISTERSTWA NAUKI i SZKOLNICTWA WYŻSZEGO: nr R 11 001 01.

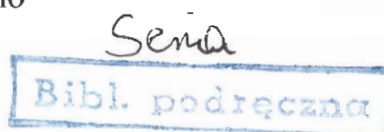
W pracy przedstawiono podstawy działania przyrządów stosowanych do badania zawiesin opartych o dyfrakcję światła. Zaprezentowano sposoby opracowywania wyników badań uzyskiwanych z granulometru laserowego. Praca zawiera oryginalne wyniki badań składu granulometrycznego zawiesin w wodach opadowych, powierzchniowych, ściekach surowych i oczyszczonych oraz osadach czynnych. Wykazano, że instrumentalne badania zawiesin z wykorzystaniem dyfrakcji światła zwiększają zasób informacji o tych, tak ważnych, a rzadko badanych analitycznie domieszkach wód naturalnych i ścieków. Granulometry laserowe pozwalają poznać skład cząsteczkowy zawiesin oraz ich budowę przestrzenną, dzięki identyfikacji wymiaru fraktalnego. Badania z użyciem granulometrów laserowych powinny w większym stopniu być prowadzone przy monitoringu jakości wód naturalnych i technologicznych, badaniach ścieków surowych i oczyszczonych oraz osadów ściekowych.

Recenzenci:

Prof. dr hab. inż. Mieczysław Metzger

Prof. dr hab. inż. Zbigniew Nahorski

Dr inż. hab. Maria Żygadło



45903

Komputerowa edycja tekstu: Anna Gostyńska

© Instytut Badań Systemowych PAN, Warszawa 2008

Instytut Badań Systemowych PAN  
Newelska 6, PL 01-447 Warsaw

Sekcja Informacji Naukowej i Wydawnictw IBS PAN  
e-mail: [biblioteka@ibspan.waw.pl](mailto:biblioteka@ibspan.waw.pl)

**ISBN 978-83-89475-14-5**

**ISSN 0208-8029**

Druk i oprawa: ARTPRESS, tel. 052 354 95 10

### 3. URZĄDZENIA OPTYCZNE DO BADAŃ ZAWIESIN

#### 3.1. Badania cząstek koloidalnych

W badaniach cząstek koloidalnych wykorzystuje się zjawisko rozproszenia Rayleigha. W mętnościomierzach natężenie światła rozproszonego mierzy się pod kątem  $90^\circ$  w odniesieniu do kierunku promieni lub na kierunku emitowanego światła.

Przy ustalaniu ciężaru molekularnego cząstek wykorzystuje się statyczne rozproszenie światła SLS (*Static Light Scattering*). Metoda ta znalazła zastosowanie głównie w badaniach jednorodnych układów koloidalnych. Opiera się ona na równaniu Rayleigha:

$$\frac{K \cdot c}{R_\theta} = \left( \frac{1}{M} + 2 \cdot A_2 \cdot c \right) \cdot P(\theta) \quad (15)$$

gdzie:

$M$  ciężar molekularny cząstek pozostających w fazie rozproszonej;

$c$  stężenie molowe związku pozostającego w stanie rozproszonym;

$R_\theta$  współczynnik Rayleigha;

$P(\theta)$  współczynnik zależny od kształtu badanej cząstki;

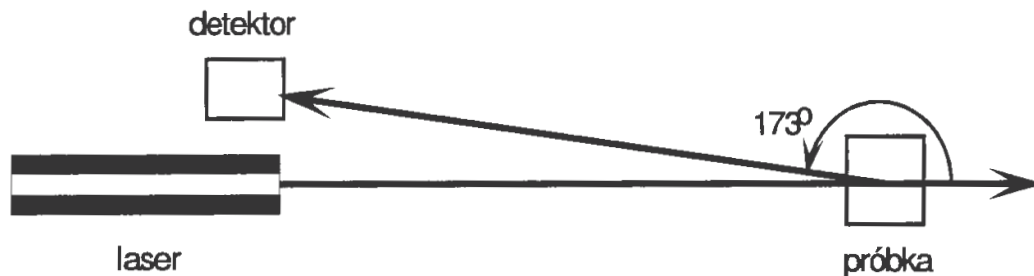
$A_2$  drugi współczynnik wirialny;

$K$  stała zależna od długości fali światła lasera  $\lambda$ , liczby Avogadra  $N_A$ , współczynnika załamania światła rozpuszczalnika  $n_o$  oraz kontrastu optycznego  $dn/dc$  określającego wpływ wzrostu stężenia badanej substancji na współczynnik załamania światła rozpuszczalnika:

$$K = \frac{2\pi^2}{\lambda \cdot N_A} \left( n_o \frac{dn}{dc} \right) \quad (16)$$

Metoda SLS znalazła duże zastosowanie w badaniach ciężaru molekularnego wyizolowanych białek, DNA, enzymów i innych czystych polimerycznych związków organicznych. Zastosowanie tej metody do badań rzeczywistych niejednorodnych układów koloidalnych jest ograniczone, gdyż brak jest danych o ich wpływie na wartość kontrastu optycznego. Znacznie szersze zastosowanie w badaniach układów koloidalnych znalazła metoda oparta na pomiarach fluktuacji natężenia światła rozproszonego nazywana w piśmiennictwie dynamicznym rozproszeniem światła DLS (*Dynamic Light Scattering*) lub spektroskopią korelacji fotonów PCS (*Photon Correlation Spectroscopy*).

W metodzie DLS, wykorzystywanej do ustalania wymiarów cząstek koloidalnych o promieniach hydrodynamicznych od 4 nm do 5  $\mu\text{m}$ , pomiaru światła rozproszonego dokonuje się pod kątem  $90^\circ$  lub  $173^\circ$  w stosunku do kierunku wiązki światła padającego. Ten drugi sposób ma największe zastosowanie i nazywany jest bezinwazyjnym badaniem wstecznego światła rozproszonego NIBS (*Non-Invasive Back Scattering*) (Rysunek 13).

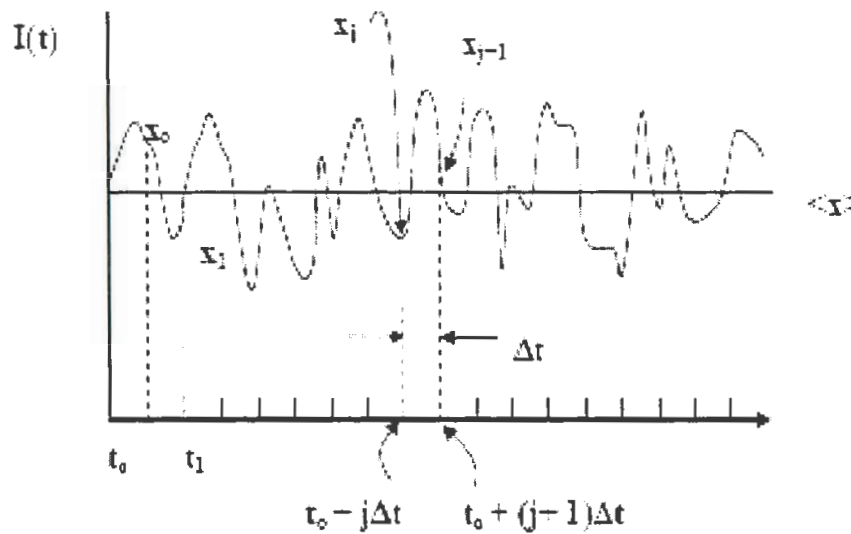


**Rysunek 13.** Ułożenie detektora światła rozproszonego stosowane w analizatorach dynamicznych zmian światła rozproszonego NIBS

W pomiarach cząstek koloidalnych wykorzystuje się chaotyczne ich ruchy wywołane dyfuzyjnym przemieszczaniem się cząstek fazy rozpraszającej (wody), zwane od odkrywcy tego zjawiska ruchami Browna. Ruchy cząstek koloidalnych powodują chwilowe zmiany rozpraszanego natężenia światła, które są rejestrowane detektorem optycznym. Przykład zapisu takich zmian przez detektor światła rozproszonego przedstawiono na Rysunku 14. Obserwowane zmiany natężenia światła są procesem stochastycznym stacjonarnym. Zarejestrowane z dokładnością do  $1\mu\text{s}$  chwilowe intensywności

światła rozproszonego dla poszczególnych cząstek służą do wyliczenia funkcji autokorelacji.

Niech  $I(t)$  będzie wartością zarejestrowanej intensywności światła lasera o danej długości w chwili  $t$ , a  $I(t+\tau)$  odpowiednio po czasie  $t+\tau$ . Miarą korelacji jest funkcja autokorelacji  $G_I(\tau)$ , która jest opisana zależnością:



**Rysunek 14.** Chwilowe zmiany rejestrowane przez detektor światła rozproszonego wraz z ilustracją zasady tworzenia szeregów czasowych wykorzystywanych do wyznaczanie funkcji autokorelacji (17)

$$G_I(\tau) = \langle I(0)I(\tau) \rangle = \lim_{T \rightarrow \infty} \frac{1}{T} \int_0^T I(t)I(t+\tau)dt \quad (17)$$

Zazwyczaj używa się znormalizowanej funkcji korelacji wyliczonej z zależności:

$$g(\tau) = \frac{G(\tau)}{G(0)} \quad (18)$$

która przyjmuje wartości z przedziału  $(0,1)$ .

Dla roztworu koloidalnego złożonego z jednorodnych cząstek zmiany funkcji autokorelacji opisuje zależność (Santos, Castanho, 1999):

$$g(\tau) = e^{-\Gamma\tau} \quad (19)$$



gdzie  $\tau$  są kolejnymi przyrostami czasu obserwacji, a wartość  $\Gamma$  zależy od współczynnika dyfuzji obserwowanej cząstki  $D$  i liczby falowej  $q$ , wyliczanej z zależności:

$$q = \frac{4 \cdot \pi \cdot n}{\lambda} \cdot \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \quad (20)$$

a  $n$  jest współczynnikiem załamania światła dla ośrodka rozpraszającego cząstki. Wartość  $\Gamma$  określa zależność:

$$\Gamma = D \cdot q^2 \quad (21)$$

na podstawie której ustala się współczynnik dyfuzji cząstki  $D$ , co pozwala wyliczyć ze wzoru Einsteina-Stokesa jej promień hydrodynamiczny:

$$r_h = \frac{kT}{6\pi\eta D} \quad (22)$$

gdzie  $k$  jest stałą Boltzmana ( $1,38 \cdot 10^{-23} \text{ J} \cdot \text{K}^{-1}$ ),  $T$  - temperaturą bezwzględną [K], a  $\eta$  lepkością cieczy [Pa·s].

Wartość rzeczywistych współczynników dyfuzji zależy od stężenia roztworu i jest najczęściej opisywana równaniem liniowym:

$$D(c) = D \cdot (1 + k_D \cdot c) \quad (23)$$

gdzie:  $k_D$  zależy od składu chemicznego roztworu oraz jego lepkości, a  $D$  stanowi wartość współczynnika dyfuzji cząsteczki izolowanej, spełniającej równanie Einsteina-Stokesa. Ponieważ w roztworach rzeczywistych wartość współczynnika dyfuzji  $D(c)$  może być nawet kilkadziesiąt razy większa od  $D$ , przed obliczeniem promieni hydrodynamicznych konieczne jest ustalenie zależności (23) dla badanych cząstek. Dokonuje się tego w drodze pomiarów i wyliczania wartości  $\Gamma$  dla zmiennego składu fazy rozpraszającej.

Do obliczenia wartości  $\Gamma$  bardzo rzadko stosuje się funkcję autokorelacji pierwszego rzędu (18), a najczęściej obliczenia opiera się na funkcji korelacji drugiego rzędu:

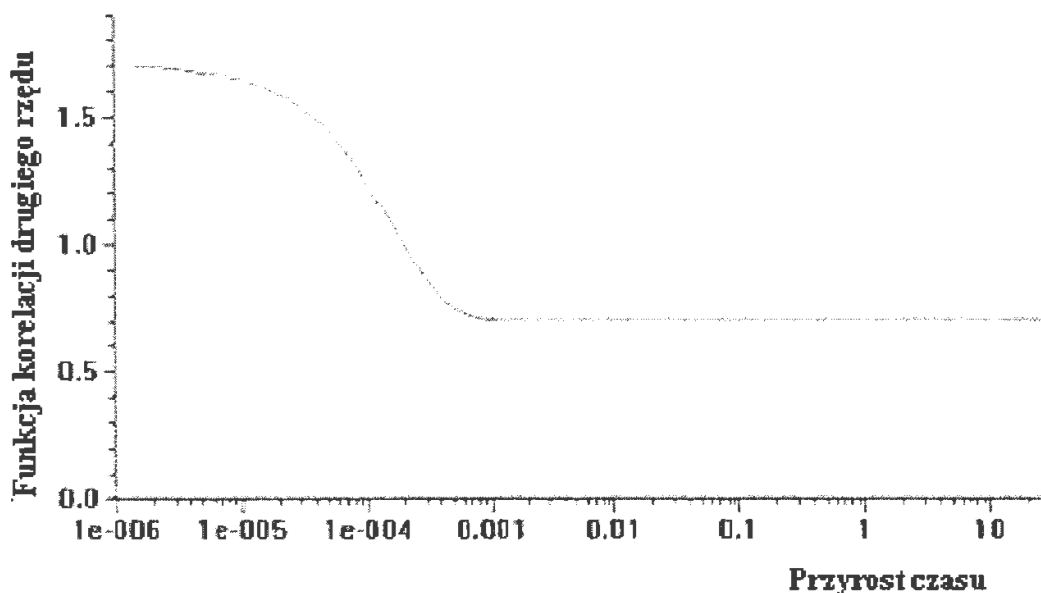
$$g^{(2)}(\tau) = \frac{\langle I(t) \cdot I(t+\tau) \rangle}{\langle I(t) \rangle^2} \quad (24)$$

Zmiany funkcji autokorelacji drugiego rzędu dla układu koloidalnego z jednorodnych cząstek opisuje zależność (Chu, 1991):

$$g^{(2)}(\tau) = A \cdot \{1 + B \cdot \exp(-2 \cdot \Gamma \cdot \tau)\} \quad (25)$$

gdzie  $A$ ,  $B$  i  $\Gamma$  są wielkościami ustalonymi doświadczalnie.

Najczęściej przebieg funkcji (23) przedstawia się w logarytmicznej skali osi  $x$  przyrostu czasu  $\tau$  i skali liniowej osi  $y$  przedstawiającej  $g^{(2)}(\tau)$  (Rysunek 15). Pozwala to na szybkie ustalenie wartości  $A$  i  $B$  w równaniu (25).



**Rysunek 15.** Przykład przebiegu funkcji autokorelacji drugiego rzędu dla jednorodnego roztworu koloidalnego

W przypadku roztworów zawierających  $n$  różnych układów koloidalnych o współczynnikach dyfuzji  $D_i$ , funkcja korelacji pierwszego rzędu przybiera postać:

$$g(\tau) = \sum_{i=1}^n A_i e^{-\Gamma_i \tau} \quad (26)$$

gdzie  $A_i$  oznacza cząstkowy udział światła rozproszonego przez  $i$ -ty składnik, a  $\Gamma_i = D_i \cdot q^2$ . W połączeniu z wartością całkowitego natężenia światła

rozproszonego, wyznaczenie amplitud  $A_i$  daje możliwość obliczenia natężenia światła rozpraszanego przez każdy składnik, co z kolei można wykorzystać do obliczenia ich mas cząsteczkowych. Obliczenia te są jednak bardziej złożone.

Dla modeli wieloskładnikowych układów koloidalnych poszukuje się funkcji  $G(\Gamma)$  spełniającej zależność:

$$g(\tau) = \int_0^{\infty} G(\Gamma) \cdot \exp(-\Gamma \cdot \tau) d\Gamma \quad (27)$$

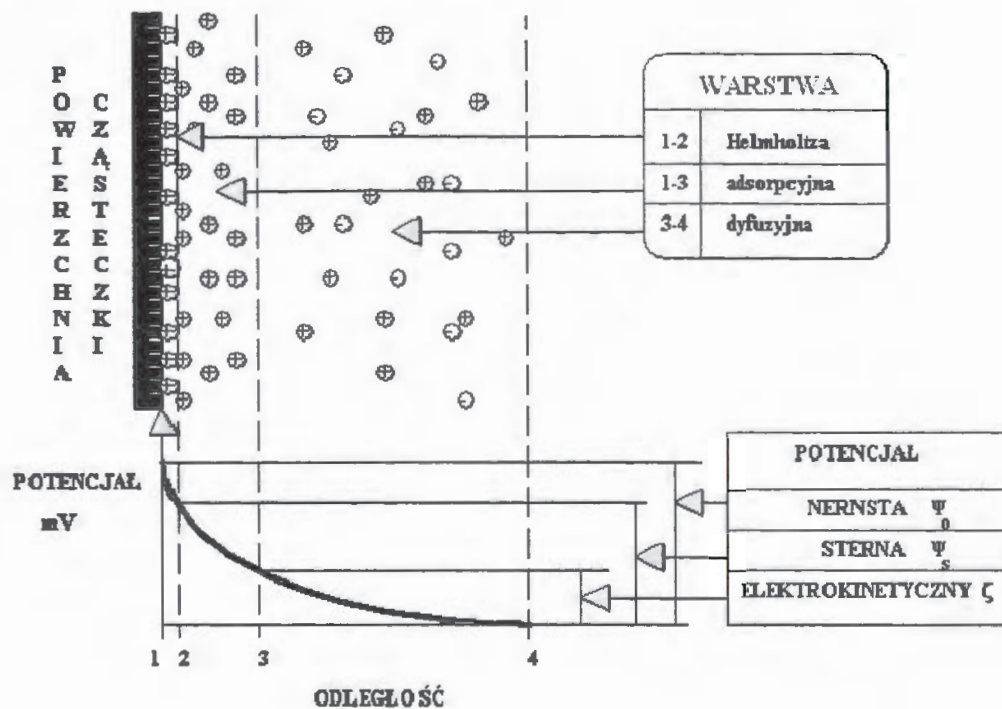
Z matematycznego punktu widzenia funkcja  $G(\Gamma)$  w równaniu (27) jest odwrotną transformatą Laplace'a dla funkcji korelacji pierwszego rzędu  $g(\tau)$ . Rozwiązanie równania (27) nie jest proste, gdyż najczęściej istnieje wiele znacznie różniących się między sobą funkcji  $G(\Gamma)$ , które przy uwzględnieniu błędów pomiarów mogą być, przy założonym prawdopodobieństwie, przyjęte jako rozwiązania dopuszczalne.

W roku 1982 Provencher opracował algorytm, który posłużył do napisania, dziś powszechnie stosowanego programu komputerowego CONTIN służącego do analizy wyników rozwiązań równania (27). W programie tym wykorzystuje się wygładzanie uzyskanych wyników pomiarów, przy czym operatorem wygładzania jest zwykle druga pochodna rozwiązania pomnożona przez parametr  $\alpha$ , zwany parametrem wygładzania. Program CONTIN wylicza rozwiązania dla każdej przyjętej wartości parametru  $\alpha$  i dopuszczalnej jako rozwiązanie funkcji  $G(\Gamma)$ . Pozwala to przy badaniu wieloskładnikowych układów koloidalnych na łatwiejszą ocenę uzyskanych wyników.

Współczesne przyrządy do badania układów koloidalnych są wyposażane w specjalne układy elektroniczne do analizy uzyskanych wyników badań zmian natężeń światła rozproszonego, które noszą nazwę korelatorów. Celem ich zastosowania jest zwiększenie wiarygodności uzyskiwanych z pomiarów funkcji autokorelacji  $g(\tau)$  i  $g^{(2)}(\tau)$ . Otrzymywane z korelatorów pliki danych są danymi wyjściowymi do dalszych obliczeń.

Stabilność układów koloidalnych zależy od potencjału elektrokinetycznego  $\zeta$  określanego jako różnica potencjału w płaszczyźnie granicznej między warstwą adsorpcyjną i dyfuzyjną oraz potencjału w głębi roztworu (fazy rozpraszającej). Schemat budowy cząstki koloidalnej przedstawiono na Rysunku 16. W naturalnych warunkach cząstki koloidalne poruszają się pod wpływem sił dyfuzji. W przypadku, gdy przyłożone zostanie stałe pole elek-

tryczne, ruch cząstek koloidalnych ulegnie przyspieszeniu. Zjawisko to nosi nazwę elektroforezy.



Rysunek 16. Schemat budowy cząstki koloidalnej

Zdolność cząstek koloidalnych do elektroforezy charakteryzuje się ich mobilnością elektroforetyczną zdefiniowaną zależnością:

$$v = \frac{\Delta u}{H} \quad (28)$$

gdzie  $\Delta u$  jest przyrostem prędkości przemieszczania się cząstek koloidalnych [ $\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ ] wywołany gradientem potencjału elektrycznego  $H$  [ $\text{V} \cdot \text{m}^{-1}$ ].

Potencjał  $\zeta$  można określić z wyrażenia:

$$\zeta = \frac{\alpha \cdot \eta \cdot v}{\epsilon} \quad (29)$$

gdzie:

$v$  mobilność elektroforetyczna koloidów,  $\text{m}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ ;

$\eta$  lepkość dynamiczna fazy rozpraszającej; Pa·s

$\varepsilon$  stała dielektryczna fazy rozpraszającej;  $C \cdot V^{-1} \cdot m^{-1}$   
 $\alpha$  współczynnik zależny od kształtu cząstki.

Wykorzystując zmiany rozproszenia światła na cząstkach koloidalnych przy różnych gradientach potencjału elektrycznego, można ustalić przyrost ich prędkości przemieszczania oraz mobilność elektroforetyczną. Badania potencjału  $\zeta$  prowadzi się w specjalnych komorach, a obserwacje laserowego monochromatycznego światła rozproszonego najczęściej dokonuje się pod kątem  $6^\circ$  w stosunku do kierunku wiązki padającej.

Badania potencjału  $\zeta$  są szczególnie ważne przy prowadzeniu procesu koagulacji wody i ścieków.

### 3.2. Cytometry przepływowe

Podczas przechodzenia fal elektromagnetycznych przez jednorodny ośrodek materialny obserwuje się spadek intensywności światła wskutek absorpcji (pochłaniania) światła przez cząstki (atomy) tego ośrodka. Zmiany te opisuje prawo Lamberta:

$$\frac{dI_\lambda}{dl} = -\sigma_\lambda I_\lambda \quad (30)$$

gdzie  $l$  [m] jest długością drogi, jaką pokonała wiązka fotonów o natężeniu  $I_\lambda$  w ośrodku materialnym, a  $\sigma_\lambda$  [ $m^{-1}$ ] jest współczynnikiem absorpcji.

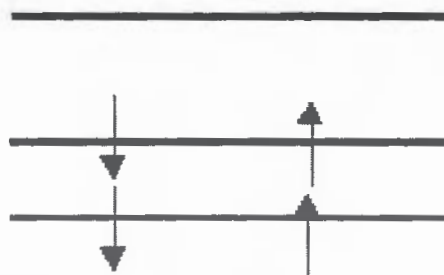
Większe znaczenie praktyczne ma prawo Lamberta-Bera, które opisuje zmniejszenie się natężenia energii fal świetlnych, gdy w ośrodku jednorodnym są rozproszone inne substancje absorbujące energię fotonów. Przykładem może być powietrze atmosferyczne, w którym cząstki substancji lotnych wpływają na pochłanianie energii fal świetlnych. Również wody naturalne są dobrym przykładem takiego ośrodka.

Prawo Lamberta-Bera ma postać:

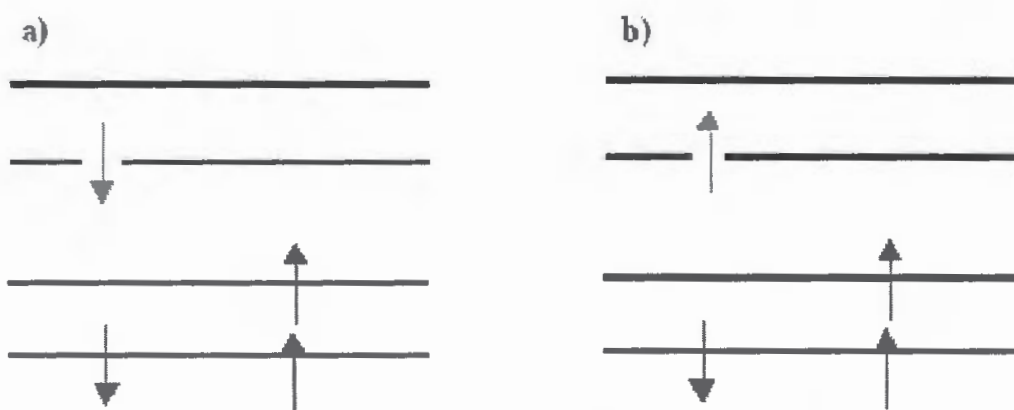
$$\frac{dI_\lambda}{dl} = -\left( \sigma_\lambda I_\lambda + I_\lambda \sum_{i=1}^n \sigma_{\lambda,i}^{mol} \cdot c_i \right) \quad (31)$$

gdzie  $\sigma_{\lambda,i}^{mol}$  [ $dm^3 \cdot m^{-1} \cdot mol$ ] jest molowym współczynnikiem absorpcji przez  $i$ -ty związek o stężeniu molowym  $c_i$ , pozostający w fazie rozpraszającej.

Pochłaniana przez cząstki materii energia fotonów widma światła widzialnego powoduje powstawanie w tych cząstkach stanów elektronowo wzbudzonych. Podczas absorpcji energii fotonów wzajemne położenie jąder atomów nie zmienia się (lub ulega niewielkiej zmianie), gdyż są one relatywnie cięższe od elektronów (Boeker, van Grondelle, 2002). Zgodnie z prawami mechaniki kwantowej, dwa elektrony znajdujące się na tym samym orbitalu muszą mieć przeciwne skierowane spiny (Rysunek 17). Absorpcja fotonu może wywołać przejście elektronu na wyższy poziom energetyczny, przy czym jego spin może być skierowany zgodnie ze spinem stanu podstawowego lub przeciwnym do niego. Ten pierwszy stan nazywa się stanem singletowym, a drugi stanem trypletowym (Rysunek 18).



**Rysunek 17.** Ułożenie spinów elektronów w stanie podstawowym atomu lub cząsteczki (strzałki oznaczają spiny elektronów).



**Rysunek 18.** Ułożenie spinów w stanie singletowym (a) i trypletowym (b)

Zaabsorbowana energia fotonów może wywołać procesy z wydzieleniem promieniowania elektromagnetycznego lub procesy bezpromieniste. Opis tych procesów można znaleźć w pracach Stasickiej (2001) oraz Boeker

i van Grondelle (2002). Przy badaniach cząstek zawiesin duże znaczenie ma zjawisko fluorescencji.

Każde ciało jest emitorem widma elektromagnetycznego, którego strumień energii  $E(\lambda)$  [ $\text{J}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}$ ] przypadającej na jednostkę powierzchni ciała doskonale czarnego o temperaturze  $T$  [K] w zakresie fal o długości od  $\lambda$  do  $\lambda + d\lambda$  opisuje prawo Plancka:

$$E(\lambda) = \frac{2\pi c^2}{\lambda^5} \cdot \frac{h}{\exp\left(\frac{hc}{\lambda k T}\right) - 1} \quad (32)$$

gdzie  $c$  jest prędkością światła,  $h$  stałą Plancka, a  $k$  stałą Boltzmana wynoszącą  $1,38 \cdot 10^{-23} \text{ J}\cdot\text{K}^{-1}$ .

Nadwyżkę promieniowania danego ciała nad jego promieniowaniem temperaturowym nazywa się luminescencją. Luminescencja może być wywołana spontaniczną emisją promieniowania przez cząstki pozostające w stanie wzbudzonym z przejściem do niższego stanu energetycznego. Do zjawiska fluorescencji dochodzi wtedy, gdy po wzbudzeniu elektronowym cząsteczki następuje początkowo bezpromieniste przejście jej do niższego poziomu oscylacyjnego, a następnie promieniste przejście do niższego poziomu elektronowego. Czas tego zjawiska jest rzędu  $10^{-9}$ - $10^{-8}$  s.

Fluorescencja jest wykorzystywana w badaniach roślin, tkanek i komórek bakteryjnych. Wynika to z faktu, że zjawisko fluorescencji zachodzi intensywnie na pigmentach obecnych w komórkach roślin, takich jak chlorofile, karoteny i ksantofile (Maxwell i Johnson, 2000; Pedrós i in., 2004) oraz na łańcuchach DNA i wewnątrzkomórkowych ziarnistościach. Fluorescencję wykorzystuje się również przy badaniach biofilmów z zastosowaniem wielokanałowej laserowej mikroskopii skaningowej. Metoda ta pozwala poznać przestrzenną budowę biofilmów z identyfikacją tworzących je organizmów (Neu i in., 2004). Zjawisko to wykorzystuje się również do określenia zawartości chlorofilu w liściach roślin uprawnych w poszczególnych fazach wegetacyjnych, w celu określenia dawek nawozów azotowych (Mauromicale i in., 2006).

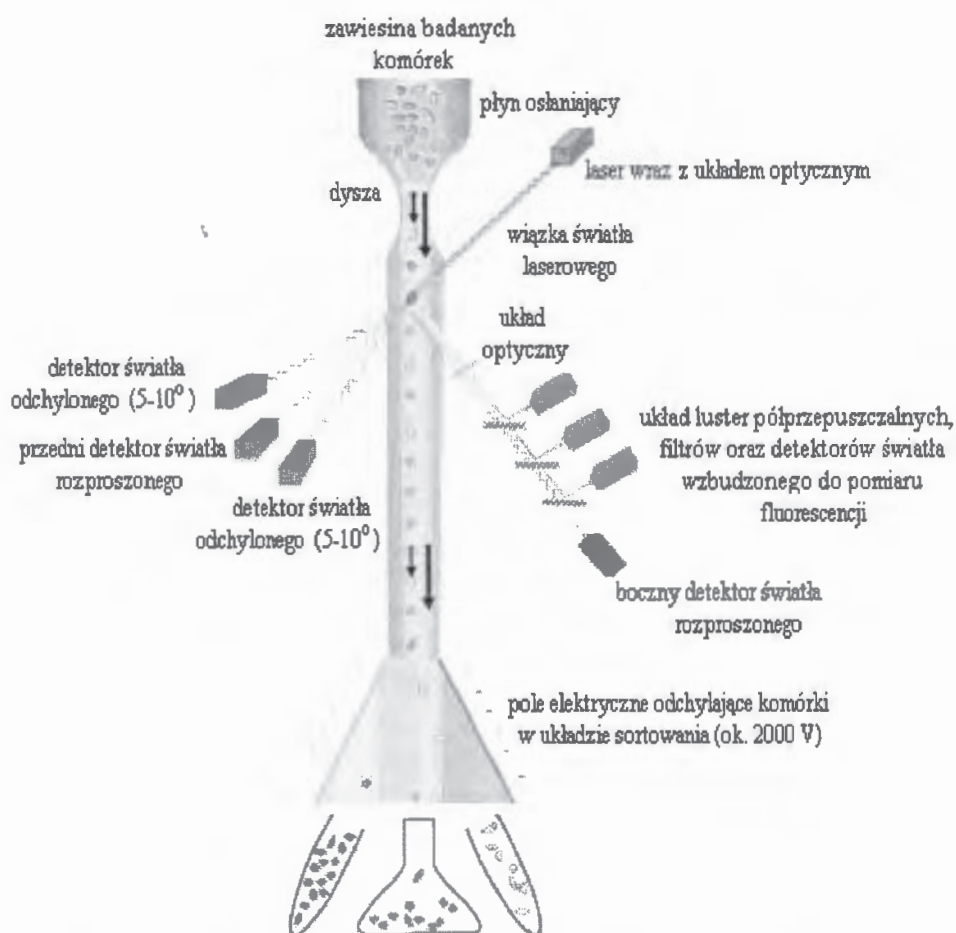
Badania roślin i górnych warstw stratosfery na dużych obszarach prowadzi się z wykorzystaniem lidarów fluorescencyjnych w skrócie FLI-DARu (Fluorescence LIDAR). Lidar fluorescencyjny wysyła impulsy laserowe o długości fali, które są dopasowane do przejścia absorpcyjnego substancji obecnych w roślinach. Chlorofil  $a$  ma maksimum absorpcji fal wi-

działnych przy długości 680 nm. Wysyłając światło o długościach bliskich absorpcji przez chlorofil *a* i następnie wykonując zdjęcia lotnicze widma fluorescencyjnego można ustalić stan fitosanitarny szaty roślinnej na powierzchni ziemi oraz określić biomasę glonów obecnych w akwenach wodnych (Blodgett i in., 2000). Przy interpretacji wyników stosuje się kokriging i kriging. Kalibracja i weryfikacja modeli odbywa się poprzez wykonywanie badań metodami tradycyjnymi na powierzchni ziemi w ustalonych punktach kontrolnych. Praktycznym zastosowaniem tych technik jest racjonalizacja gospodarki leśnej, możliwość szybkiej oceny uszkodzeń kultur leśnych przez owady oraz sporządzanie map pokrywy leśnej, prognozowanie produkcji roślinnej, określenie stopnia nawożenia roślin, określenie rozwoju zakwitów glonów w wodach oraz dynamiki zmian tego zjawiska, ustalenie szybkości produkcji pierwotnej w akwenach, a także powstawanie przesylenia wody tlenem w okresie dnia i deficytów tlenu rozpuszczonego w wodach, w których dochodzi do masowego zakwitu glonów (Bertino i Wackernagel, 2002).

W medycynie znalazły zastosowanie urządzenia wykorzystujące zjawisko fluorescencji i rozpraszania dyfrakcyjnego światła, zwane cytometrami przepływowymi (*flow cytometry*) (Chapman, 2000). Schemat działania tego urządzenia przedstawiono na Rysunku 19. Są one powszechnie wykorzystywane w badaniach krwi oraz próbek cytologicznych pobranych metodą biopsji aspiracyjnej. Badana próbka jest wtłaczana do płynu osłaniającego, umożliwiającego uzyskanie przepływu laminarnego poszczególnych komórek. Płyn osłaniający płynie szybciej niż przemieszczają się badane komórki. Na strumień płynu i komórek podawana jest wiązka monochromatycznego, spolaryzowanego światła. Na komórkach dochodzi do rozpraszania i fluorescencji. Rozproszenie jest mierzone przez przedni detektor światła rozproszonego (*forward scatter channel*), leżący w osi wiązki światła. Na podstawie analizy światła rozproszonego identyfikuje się wielkość komórek.

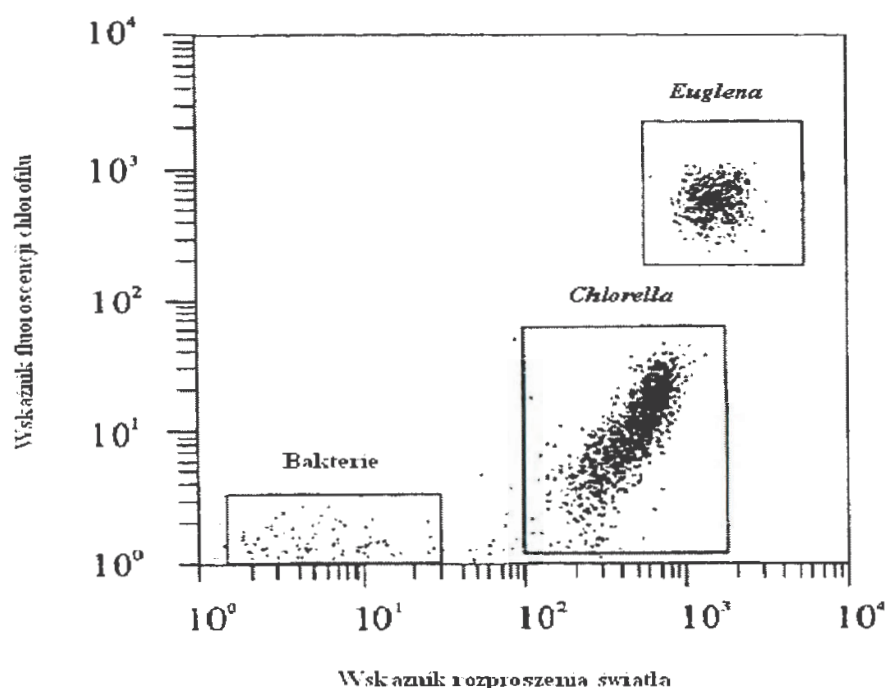
Boczne detektory światła rozproszonego (*side scatter channel*), ustawione prostopadle do wiązki światła rejestrują sygnały światła pochodzącego z fluorescencji. Sygnały te zależą od struktury jądra komórkowego. Na podstawie analizy sygnałów pochodzących z detektorów światła rozproszonego uzyskuje się statystyczne parametry struktury badanych komórek, takie jak ich wielkość, kształt, dane o ziarnistości cytoplazmy, zawartości barwników naturalnych lub rozmieszczenia sztucznie dodanych barwników zmieniających barwę poszczególnych struktur wewnątrzkomórkowych. Komórki mogą być również sortowane w stałym polu elektrycznym (*Activating Cell Sorting*), co zwiększa zakres informacji o ich budowie.





**Rysunek 19.** Zasada działania cytometru (Opracowano na podstawie [http://pl.wikipedia.org/wiki/Cytometria\\_przep%C5%82ywowa](http://pl.wikipedia.org/wiki/Cytometria_przep%C5%82ywowa))

Cytometry umożliwiają szybką identyfikację kwasów nukleinowych, co w niedalekiej przyszłości może mieć bardzo duże znaczenie przy identyfikacji drobnoustrojów chorobotwórczych oraz glonów rozwijających się masowo w środowiskach wodnych (Tani i in., 1996; Porter i Pickup, 2000). Prowadzone były badania nad szybkim oznaczaniem oocyst *Cryptosporidium* i *Giardia* (Vesey i in., 1994). Pierwotniaki te zaliczane są do organizmów, które mogą być wykorzystane przez bioterrorystów do zakażenia wód wodociągowych, gdyż wykazują dużą odporność na działanie chemicznych środków dezynfekcyjnych.



**Rysunek 20.** Przykład identyfikacji mikroorganizmów z zastosowaniem cytometru (Porter i in., 1997)

Cytometry pozwalają na szybkie oznaczanie zawartości biomasy w wodach naturalnych (Joker i in. 1995; Vives-Rego i in., 2000). Wykorzystuje się je głównie w badaniach planktonu morskiego (Gerds i Luedke, 2006). Na Rysunku 20 przedstawiono przykład grupowania organizmów wodnych z wykorzystaniem informacji o wielkości cząstek rozpraszających światło i zdolności komórek mikroorganizmów do fluorescencji.

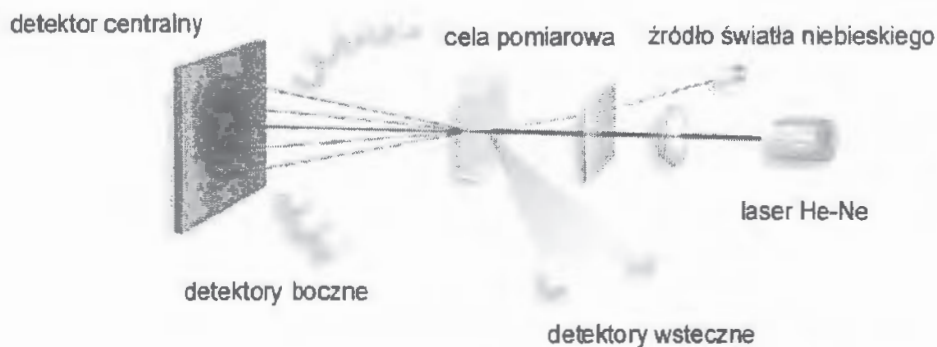
### 3.3. Granulometry laserowe

Szerokie zastosowanie granulometrów laserowych w badaniach podstawowych i przemyśle przyczyniło się do powstania licznej grupy producentów tych urządzeń (Tabela 3).

Budowę i zasadę działania współczesnych granulometrów laserowych opisano na przykładzie używanego przez autorów opracowania przyrządu Mastersizer 2000 pozwalającego na pomiar cząstek o umownych średnicach zastępczych 0,02-2000  $\mu\text{m}$ .

**Tabela 3.** Wiodący producenci sprzętu laboratoryjnego do badań składu granulometrycznego zawiesin

Nazwa firmy	Adres strony internetowej
MALVERN	<a href="http://www.malvern.co.uk/">http://www.malvern.co.uk/</a>
BECKMAN COULTER	<a href="http://www.beckmancoulter.com/">http://www.beckmancoulter.com/</a>
FRITSCH	<a href="http://www.fritsch.de/">http://www.fritsch.de/</a>
MICROTRAC	<a href="http://www.microtrac.com/">http://www.microtrac.com/</a>
HORIBA	<a href="http://www.lab.hii.horiba.com/">http://www.lab.hii.horiba.com/</a>
MICROMERITICS	<a href="http://www.micromeritics.com/">http://www.micromeritics.com/</a>
SYMPATEC	<a href="http://www.sympatec.com/">http://www.sympatec.com/</a>
CILAS	<a href="http://www.cilas.com/">http://www.cilas.com/</a>
SEISHIN	<a href="http://www.betterseishin.co.jp/english/company.html">http://www.betterseishin.co.jp/english/company.html</a>
SHIMADZU	<a href="http://www.shimadzu.com/">http://www.shimadzu.com/</a>



**Rysunek 21.** Schemat układu optycznego Mastersizera 2000

Schemat budowy przyrządu przedstawiono na Rysunku 21. Mastersizer 2000 zbudowany jest z trzech współpracujących ze sobą zespołów elementów. Pierwszy z nich to źródła: światła czerwonego (laser helowo-neonowy) oraz światła niebieskiego. Układ optyczny kieruje obie wiązki światła na celę pomiarową, która jest częścią drugiego zespołu elementów dyfraktometru. W celi pomiarowej cząstki materii pozostające w zawieszynie rozpraszają i absorbują promienie świetlne. Natężenie rozproszonego światła mierzone jest niemal w pełnym zakresie kątów przez trzy grupy detektorów,

które stanowią trzeci zespół elementów dyfraktometru. Detektory światła rozproszonego znajdują się w charakterystycznym ułożeniu. Detektor centralny umożliwia identyfikację dużych cząstek, boczne służą do ustalania wymiarów mikrozawiesin a detektory wsteczne cząstek koloidalnych. Na Rysunku 22 przedstawiono zdjęcie przyrządu.

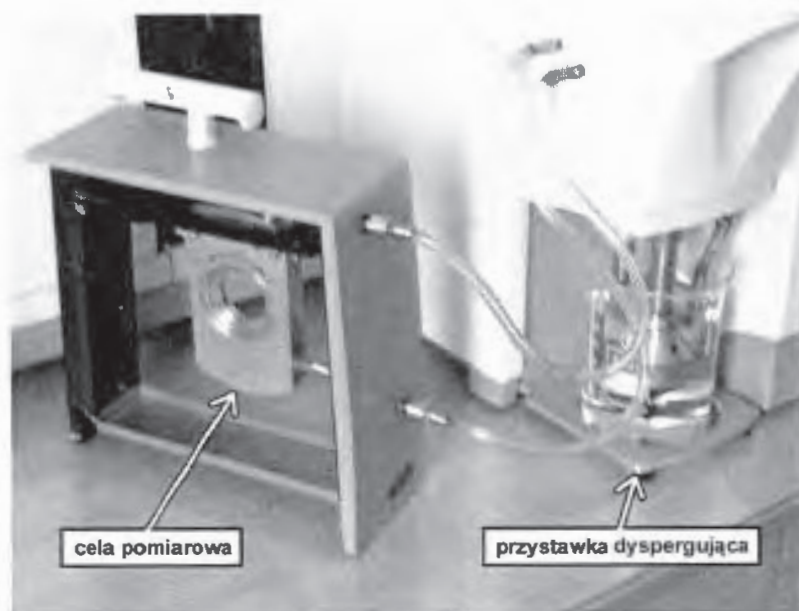


**Rysunek 22.** Widok urządzenia Mastersizer 2000

Integralną częścią urządzenia są przystawki dyspergujące dostarczające do celi pomiarowej (przestrzeni ustawionej prostopadle do wiązki laserowej, ograniczonej dwoma szklanymi oknami) odpowiednią ilość badanego materiału w formie homogenicznej zawiesiny (Rysunek 23). Zaciemnienie strumienia światła przez zawiesinę w celi pomiarowej winno wynosić od 10% do 20%.

W zależności od potrzeb stosuje się przystawki dyspergujące cząstki na sucho lub na mokro. Analiza rozkładu uziarnienia niektórych substancji łatwo rozpuszczalnych w cieczach (od kruchych farmaceutyków do odpornych na rozbijanie materiałów, takich jak cement) wymaga dyspersji cząstek i dostarczenia ich do celi pomiarowej w postaci homogenicznej zawiesiny gazowej. Takie warunki zapewniają przystawki dyspergujące zawiesinę na sucho. Przystawki te rozpraszają cząstki, przyspieszając je w strumieniu sprężonego gazu (najczęściej powietrza). Sterowanie dozowaniem substancji i ciśnieniem krążącego w układzie gazu odbywa się dzięki odpowiedniemu oprogramowaniu. Pomiary wykonywane są w szczelnej celi, co zapewnia

bezpieczne manipulowanie badanym materiałem, zwłaszcza przy pomiarze uziarnienia farmaceutycznych substancji aktywnych i trucizn.

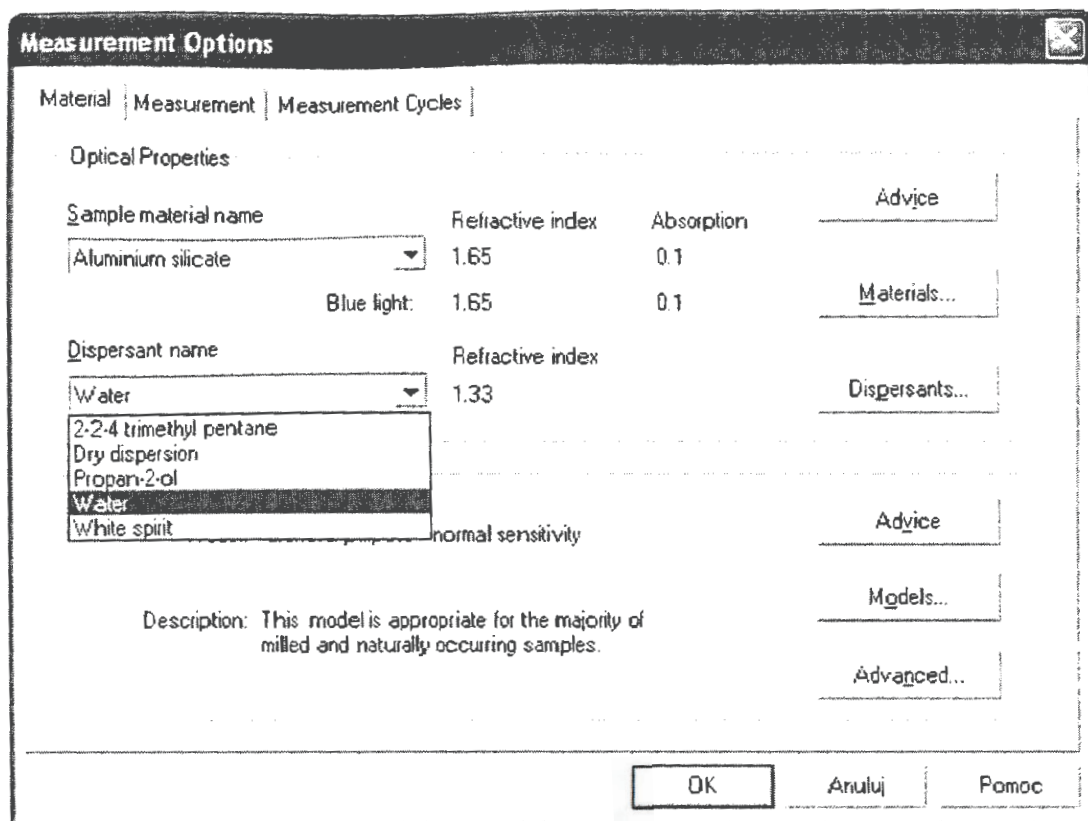


Rysunek 23. Zdjęcie celi pomiarowej z przystawką Hydro MU

Do pomiaru uziarnienia materiałów nierozpuszczalnych w cieczach służą przystawki dyspergujące zawiesinę na mokro – przystawki z grupy Hydro. Przystawki te rozpraszają cząstki w cieczach (najczęściej w wodzie) w naczyniach o objętości 20-1000 ml. Do analiz wielkości cząstek materiałów bardziej homogenicznych (lub próbek o niewielkiej objętości badanej substancji) stosuje się przystawki o mniejszej pojemności naczyń z dyspergentem. W przystawkach homogenizuje się zawiesinę dzięki zespołowi złożonemu z pompy i mieszadła, których pracę można precyzyjnie regulować. Ponadto przystawki z grupy Hydro mają wbudowane sondy ultradźwiękowe (sterowane przez użytkownika), wspomagające rozbijanie aglomeratów cząstek. Analizy przy wykorzystaniu przystawek na mokro wykonywane są w ciągłym obiegu homogenicznej zawiesiny przez celę pomiarową, co zapewnia ich bardzo wysoką powtarzalność.

Przed badaniem należy określić właściwości optyczne zawiesiny i dyspergenta. Przyrząd wyposażony jest w oprogramowanie zawierające dużą bazę współczynników absorpcji i załamania światła różnych substancji. Dokonanie wyboru w odpowiedniej zakładce oprogramowania (Rysunek 24) powoduje automatyczne wprowadzenia wybranych danych do programu przeliczającego wyniki pomiarów na rozkład cząstek w badanej zawiesinie.

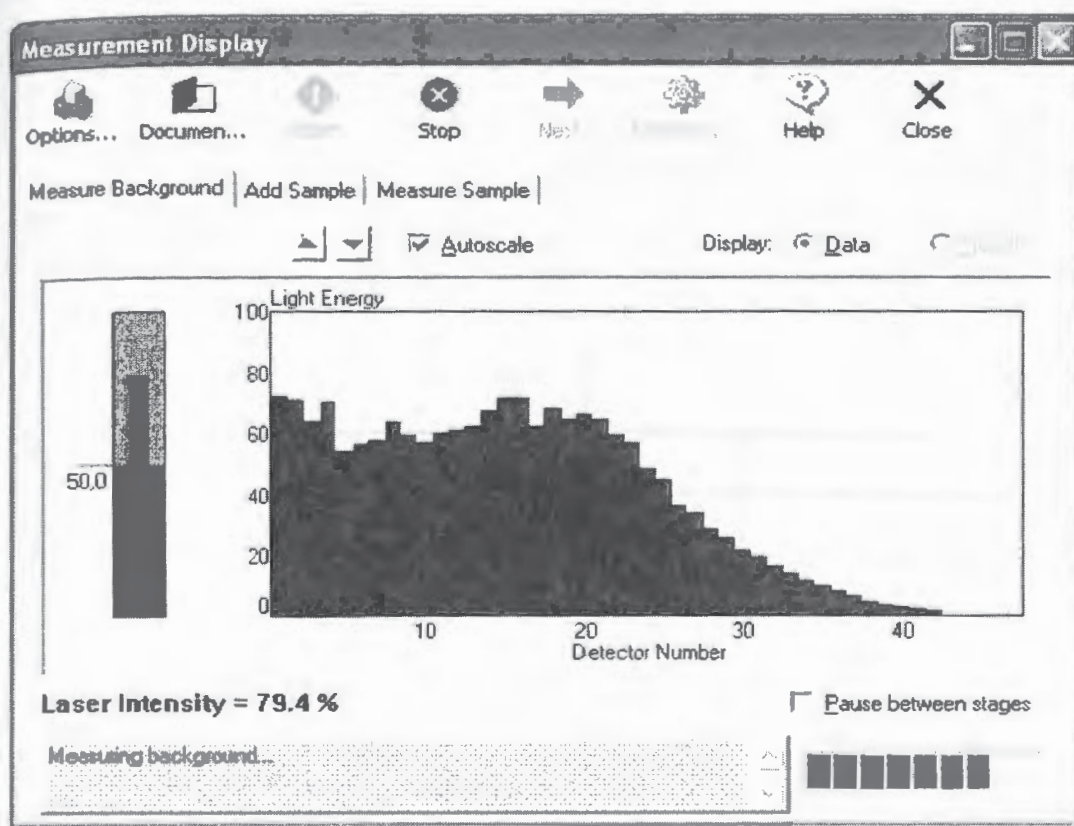
Możliwe jest także wprowadzanie własnych współczynników absorpcji i załamania światła ustalonych na podstawie danych literaturowych lub własnych danych określonych empirycznie.



**Rysunek 24.** Zakładka umożliwiająca wybór współczynników absorpcji i załamania światła dla różnych substancji i dyspergentów

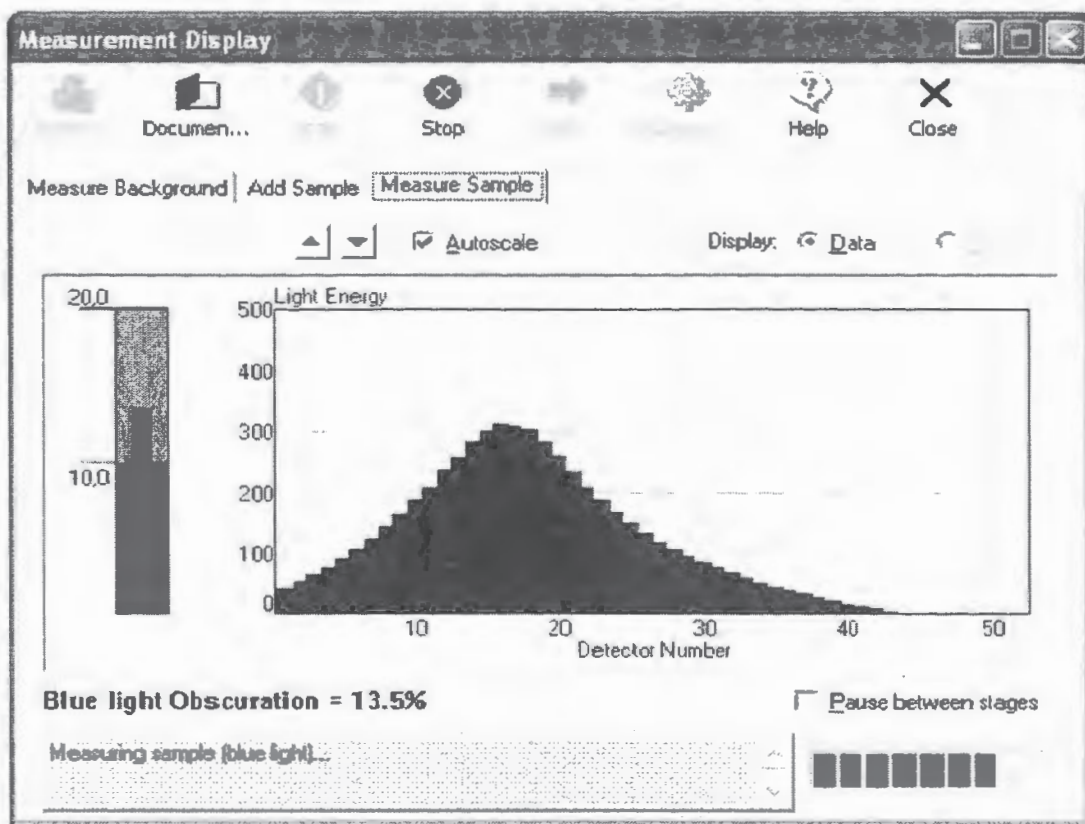
Właściwy pomiar wielkości cząstek rozpoczyna się w chwili uruchomienia przystawki dyspergującej (po wcześniejszym określeniu parametrów optycznych badanej substancji i czynnika dyspergującego). Analizę rozpoczyna pomiar natężenia światła przez detektory optyczne przy przepływie dyspergenta, bez obecności zawiesiny. Rozkład rozproszenia światła i jego natężenie mierzone jest w odstępach milisekundowych przez kilka sekund. W pamięci komputera dane te zostają uśrednione i powstaje zbiór określający rozproszenie światła wywołane przez ośrodek dyspergujący. Jest to tło pomiaru.

Kolejnym etapem jest dodanie do dyspergenta odpowiedniej ilości badanej próby tak, aby zhomogenizowana zawiesina osłabiła w 10-20 % wiązkę światła biegnącego przez celę pomiarową.

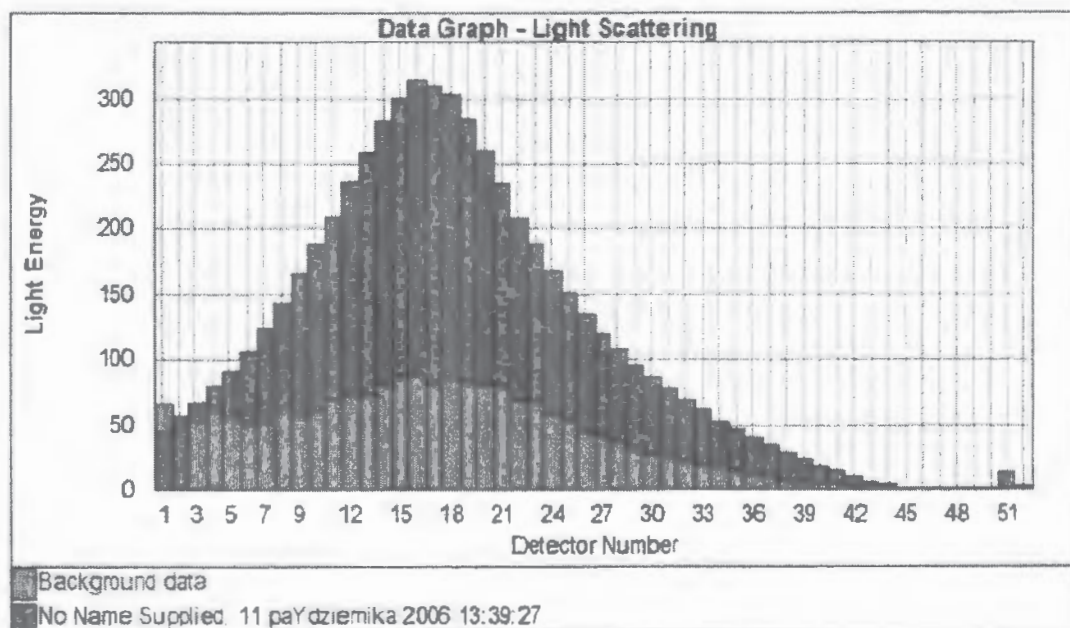


Rysunek 25. Okno dialogowe wyników pomiaru natężenia światła na detektorach w czasie identyfikacji tła

W pełni zdyspergowana zawiesina poddana dezaglomeracji cząstek zmienia rozkład natężenia światła na detektorach jednostki optycznej w porównaniu do tła. Pomiaru rozproszenia światła na detektorach dokonuje się w przypadku, gdy cząstki badanej substancji obecne w celi pomiarowej osłabiają wiązki światła o 10-20 %. Właściwy pomiar wykonywany jest przez kilka sekund w odstępach milisekundowych, podobnie jak w czasie pomiaru tła. Oprogramowanie umożliwia wielokrotne powtórzenie przedstawionej procedury, co eliminuje błędy wywołane ewentualnym przypadkowym dłuższym pobytom pojedynczych cząstek w celi pomiarowej w czasie trwania analizy. Zapobiega to powstawaniu grubych błędów pomiaru.



**Rysunek 26.** Wizualizacja wyników zmian natężenia światła na detektorach w czasie właściwego pomiaru uziarnienia substancji



**Rysunek 27.** Wizualizacja zmian natężenia światła przy pomiarze tła i w czasie właściwego pomiaru



Porównując wyniki badań natężeń światła na poszczególnych detektorach uzyskuje się zbiór danych (Rysunek 27), który jest wykorzystywany w obliczeniach średnic cząstek zgodnie z teorią Mie.

Opisany przyrząd spełnia standardy określone normą ISO 13320. Oprogramowanie oferowane przez producenta urządzenia umożliwia eksport wszystkich stosowanych w algorytmie obliczeniowym danych do dowolnego arkusza kalkulacyjnego. Dzięki temu możliwe jest określenie różnorodnych statystycznych parametrów rozkładu wielkości cząstek w badanej próbce (Gradziński i in., 1986; Racinowski i Szczypek, 1985; Racinowski i in., 2001).

## LITERATURA

- Afoakwa E.O., Paterson A, Fowler M. (2007): Effects of particle size distribution and composition on rheological properties of dark chocolate. *European Food Research and Technology* DOI 10.1007/s00217-007-0652-6
- Agrawal Y.C., McCave I.N., Riley J.B. (1997): Laser diffraction size analysis. In: J.P.M. Syvitski (ed.), *Principles, methods, and application of particle size analysis*. Cambridge University Press, Cambridge. 119-128.
- Ahmed H.A.M, Drzymala J. (2005): Two-dimensional fractal linearization of distribution curves. *Fizykochemiczne Problemy Mineralurgii*, **39**, 129-139.
- Alba F.I. (1999): Acoustic spectroscopy as a technique for the particle sizing of high concentration colloids, emulsions and suspensions. *Colloids and Surfaces A. Physicochemical and Engineering Aspects*, **153**, 495-502.
- Allen T. (1997): *Particle size measurement. Vol.1 - Powder sampling and particle size measurement*. 5<sup>th</sup> ed. Chapman and Hall Ltd., London.
- Andersson S. (1990): *Om mineraljordens och mullens rumsutfyllande egenskaper. En teoretisk studie*. Markfysikaliska undersökningar i odlad jord, XXVI., Swedish University of Agricultural Sciences, Uppsala.
- Azema N., Pouet M.F., Berho C., Thomas O. (2002): Wastewater suspended solids study by optical methods. *Physicochemical and Engineering Aspects*, **204**: 131-140.
- Bachalo W.D. (2005): Spray characterization: techniques, capabilities, limitations, accuracy, and error analysis. *18th Annual Conference on Liquid Atomization and Spray Systems*. Irvine, CA.
- Bale A.J. (1996): In situ laser optical particle sizing. *Journal of Sea Research*, **36**, 1-2: 31-36.
- Bayle S., Azema N, Berho C., Pouet M.F., Lopez-Cuesta J.M., Thomas O. (2005): Study of heterogeneous suspensions: A new quantitative approach coupling laser granulometry and UV-vis spectrophotometry. *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, **262**: 242-250.

- Berho C., Pouet M. F., Bayle S., Azema N., Thomas O. (2004): Study of UV-vis responses of mineral suspensions in water. *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, **248**: 9-16.
- Bertino L. Wackernagel H. (2002): *Case studies of change-of-support problems*. IMPACT Project Report No 20 (Contract IST-1999-11313). Technical Report N-21/02/G ENSMP - ARMINES, Centre de Géostatistique 35 rue Saint Honoré, F-77305 Fontainebleau, France <http://cg.ensmp.fr>.
- Biggs C.A., Lant P.A. (2000): Activated sludge flocculation: on-line determination of floc size and effect of shear. *Wat. Res.* **2000**, **34**, 9: 2542-2550.
- Chu B. (1991): *Laser Light Scattering: Basic Principles and Practice*. Academic Press, New York: 13-20.
- de Boer G.B., de Weerd C., Thoenes D., Goossens H.W.J. (1987): Laser diffraction spectrometry: Fraunhofer versus Mie scattering. *Particle Characterisation*, **4**: 14-19.
- Blodgett C., Jakubauskas M., Price K., and Martinko E. (2000): *Remote Sensing-based Geostatistical Modeling of Forest Canopy Structure*. ASPRS 2000 Annual Conference, Washington, D.C., May 22-26, 2000.
- Boeker E., van Grondelle R. (2002): *Fizyka środowiska*. PWN, Warszawa.
- Boer de G.B., de Weerd, C., Thoenes, D., Goossens, H.W.J. (1987): Laser diffraction spectrometry: Fraunhofer versus Mie scattering. *Particle Characterisation*, **4**: 14-19.
- Bushell G. (2005): Forward light scattering to characterise structure of flocs composed of large particles. *Chemical Engineering Journal*, **111**: 145-149.
- Chapman G. V. (2000): Instrumentation for flow cytometry. *Journal of Immunological Methods*, **243**: 3-12
- Chu B. (1991): *Laser Light Scattering: Basic Principles and Practice*. Academic Press, Boston.
- Clark R.A. (1995): The use laser diffraction for the evaluation of the aerosol clouds generated by medical nebulizers. *International Journal of Pharmaceutics*, **115**: 69-78.
- Comtois P. (2001): John Tyndall and the floating matter of the air. *Aerobiologia*, **17**: 193-202.
- Cornillault, J. (1972): Particle size analyser. *Applied Optics*, **11**: 265-268.
- Ebie K, Yamaguchi D., Hoshikawa H., Shirozu T., (2006): New measurement principle and basic performance of high-sensitivity turbid meter with two optical systems in series. *Water Research*, **40**: 681-691.

- Ertl G., Knözinger H., Weitkamp J. (Eds.) (1997): *Handbook of Heterogeneous Catalysis*. VCH, Weinheim.
- Eshel G. Levy G. J., Mingelgrin U., Singer M. J. (2004): Critical evaluation of the use of laser diffraction for particle-size distribution analysis. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, **68**: 736-743.
- Etxebarria N, Arana G., Antolin R, Diez E., Borge G., T. Posada T., Raposo J.C. (2005): Chromium powder as a reference material for the quality control of particle-size measurement by laser diffraction. *Powder Technology*, **155**: 85-91.
- Förster J. (1996): Patterns of roof runoff contamination and their potential implications on practice and regulation of treatment and local infiltration. *Wat. Sci. Tech.*, **33**, 6: 39-48.
- Förster J. (1998): The influence of location and season on the concentrations of macroions and organic trace pollutants in roof runoff. *Wat. Sci. Tech.*, **38**, 10: 83-90.
- Gerds G. Luedke G. (2006): FISH and chips: Marine bacterial communities analyzed by flow cytometry based on microfluidics. *Journal of Microbiological Methods*, **64**: 232-240.
- Gillberg L., Eger L., Jepsen S.E. (1990): Effect of Coagulants on Particle Distribution and Concentration. W: *Chemical Water and Wastewater Treatment*, Ed. Hahn H.H. and Klute R., Springer Verlag, Heidelberg.
- Gippel C.J. (1994): Monitoring turbidity of stream water. *Austr. J. Soil Water Cons.*, **7**: 37-44.
- Gradziński, R., Kosteczka, A., Radomski, A., Unrug, R. (1986): *Zarys sedymentologii*. Wydaw. Geologiczne, Warszawa.
- Govoreanu R. (2004): *Activated sludge flocculation dynamics: On-line measurement methodology and modeling*. Universiteit Gent Faculteit Landbouwkundige en Toegepaste Biologische Wetenschappen, Gent (ISBN 90-5989-031-0).
- Guan J., Waite D.T., Amal R. (1998): Rapid structure characterization of bacterial aggregates. *Environ. Sci. Technol.*, **32**: 3735-3742.
- Guinier A. (1994): *X-ray diffraction in crystals, imperfect crystals, and amorphous bodies*. Dover, New York.
- Heinrich S., Mirko Peglow M., Henneberg M., Drechsler J., Mörl L. (2004): *Fluidized bed spray granulation: analysis of dynamic particle populations and heat and mass transfers*. Proceedings of the 14th International Drying Symposium, São Paulo, Brazil, 22-25 August 2004, vol. A., 121-128

- Hejluk L., Banasik K. (2002): *Badania zmienności uziarnienia rumowiska unoszonego w małej zlewni rolniczej*. Mat. Sympozjum Naukowego nt. Erozja gleb i transport rumowiska rzecznoego, Zakopane 10-12.10.2002, str. 81-87.
- Ho L., Newcombe G. (2005): Effect of NOM, turbidity and floc size on the PAC adsorption of MIB during alum coagulation. *Water Research*, **39**: 3668-3674.
- Houghton J.I., Burgess J.E., Stephenson T. (2002): Off-line particle size analysis of digested sludge. *Wat. Res.*, **36**: 4643-4647.
- Hutorowicz A. (2005): *Opracowanie standardowych objętości komórek do szacowania biomasy wybranych taksonów glonów planktonowych wraz z określeniem sposobu pomiarów i szacowania*. Olsztyn ([http://www.gios.gov.pl/dokumenty/oprac\\_stan\\_kom.doc](http://www.gios.gov.pl/dokumenty/oprac_stan_kom.doc))
- Issmer K. (2000): Optical methods in the grain-size analysis of fine-grained sediments. *Geological Quarterly*, **44**, 2: 205-210.
- Iyer R.S., Stanmore B. (1999): The effect of water absorption and the role of fines on the yield stress of dense fly ash slurries. *Cement and Concrete Research*, **29**: 765-767.
- Jarvis P., Jefferson B., Parsons S.A. (2005): Measuring floc structural characteristics. *Reviews in Environmental Science and Bio/Technology*. **4**: 1-18.
- Jonker R.R., Meulemans J.T., Dubelaar G.B.J., Wilkins M.F., Ringelberg J. (1995): Flow cytometry: A powerful tool in analysis of biomass distributions in phytoplankton. *Wat. Sci. Tech.*, **32**, 4: 177-182.
- Jauhiainen M. (2004): *Relationships of particle size distribution curve, soil water retention curve and unsaturated hydraulic conductivity and their implications on water balance of forested and agricultural hillslopes*. Dissertation for the degree of Doctor of Philosophy, Helsinki University of Technology, Department of Civil and Environmental Engineering, Espoo (Finland) (ISBN 951-22-7194-X).
- Kawecka B., Eloranta P.V. (1994): *Zarys ekologii glonów wód słodkich i środowisk lądowych*. PWN, Warszawa.
- Kerker M. (1969): *The scattering of light and other electromagnetic radiation*. Academic Press, New York.
- Kim H.W., Choi M. (2003): In situ line measurement of mean aggregate size and fractal dimension along the flame axis by planar laser light scattering. *Journal of Aerosol Science*, **34**: 1633-1645.
- Kizil M.S., Peterson J., English W. (2000): The effect of coal particle size on colorimetric analysis of roadway dust. *Journal of Loss Prevention in the Process Industries*, **14**: 387-394.

- Kokhanovsky A.A., Weichert R. (2001): Multiple light scattering in laser particle sizing. *Applied Optics*, **40**, 9: 1507-1513.
- Kowalski W.P. (2004): Investigation of fine grains distribution using the sedimentation analysis. *Journal of Materials Processing Technology*, **157-158**, 561-565.
- Kulczycki P. (2005): *Estymatory jądrowe w analizie systemowej*. WNT, Warszawa.
- Lackowski M., Balachandran W., Krupa A., Kulon J., Jaworek A. (2002): Oczyszczanie gazów z drobnych cząstek przy użyciu naładowanych kropli, *Mat. VI Sympozjum Emisje zagrażające środowisku*, Kudowa Zdrój.
- Lee D.G., Bonner J.S., Garton L. S., Ernest A.N.S., Autenrieth R.L. (2000): Modeling coagulation kinetics incorporating fractal theories: a fractal rectilinear approach. *Water Research*, **34**, 7, 1987-2000.
- Leuschner R.G.K, Weaver A.C., Lillford P. J. (1999): Rapid particle size distribution analysis of Bacillus spore suspensions. *Colloids and Surfaces B: Bio-interfaces*, **13**: 47-57.
- Li D.H., Ganczarczyk J.J.(1989): Fractal geometry of particle aggregates generated in water and wastewater treatment processes. *Environ. Sci. Technol.*, **23**, 1385-1389.
- Lilkov V., Dimitrowa E., Gaidardzhiev S. (1999): Microscopic and laser granulometric analyses of hydrating. *Cement and Concrete Research*, **29**: 3-8.
- Logan, B.E., Wilkinson D.B. (1990): Fractal geometry of marine snow and other biological aggregates., *Limnol. Oceanogr.*, **35**: 130-136.
- Lunven M., Gentien P., Kononen K., Le Gall E., Daniélou M.M. (2003): In situ video and diffraction analysis of marine particles. *Estuarine, Coastal and Shelf Science*, **57**: 1127-1137.
- Madsen J., Harbo J., Nonn T.I., Blondel D., Hjertager B.H, Solberg T. (2003): *Measurement of droplet size and velocity distributions in sprays using Interferometric Particle Imaging (IPI) and Particle Tracking Velocimetry (PTV)* ICLASS 2003, July 13-17, 2003, Sorrento, Italy
- Mauromicale G., Ierna A., Marchese M. (2006): Chlorophyll fluorescence and chlorophyll content in field-grown potato as affected by nitrogen supply, genotype, and plant age. *Photosynthetica*, **44**, 1: 76-82.
- Maxwell K., Johnson G.N. (2000): Review article. Chlorophyll fluorescence – a practical guide. *Journal of Experimental Botany*, **51**, 354: 659-668.
- McGarvey M., McGregor D., McKay R.B. (1997): Particie size analysis by laser diffraction in organic pigment technology. *Progress in Organic Coatings*, **31**: 228-231.

- McCave, I.N., Bryant, R.S., Cook, H.F., Coughanowr, C.A. (1986): Evaluation of a laser-diffraction-size analyzer for use with natural sediments. *Journal of Sedimentary Petrology*, **56**: 61-564.
- McCrae C.H., Lepoetre A. (1996): Characterization of dairy emulsion by forward lobe laser light scattering – Application to milk and cream. *Inst. Dairy Journal*, **6**: 47-256.
- Mishchenko, M.I., Hovenier J.W., Travis L.D., (Eds.) (2000): *Light Scattering by Nonspherical Particles: Theory, Measurements, and Applications*. Academic Press, San Diego.
- Mishchenko M.I., Travis L.D., Lacis A.A. (2002): *Scattering, Absorption, and Emission of Light by Small Particles*, Cambridge University Press, Cambridge.
- Moon B.H., Seo G.T., Lee T.S., Kim S.S., Yoon C.H. (2002): Effects of salt concentration on floc characteristics and pollutants removal efficiencies in treatment of seafood wastewater by SBR. *Water Science and Technology*, **47**, 1: 65-70.
- Neis U., Tiehm A. (1997): Particle size analysis in primary and secondary waste water effluents. *Wat. Sci. Tech.*, **36**, 4: 151-158.
- Neu T.R., Woelfl S., Lawrence J.R. (2004): Three-dimensional differentiation of photo-autotrophic biofilm constituents by multi-channel laser scanning microscopy (single-photon and two-photon excitation). *Journal of Microbiological Methods*, **56**: 161-172.
- Nobbmann U. (2006): *Protein Sizing by Light Scattering, Molecular Weight and Polydispersity*. Malvern, Worcestershire WR14 1XZ.
- Orzechowski Z. (1990): *Przeptywy dwufazowe jednowymiarowe ustalone adiabatyczne*. PWN, Warszawa.
- Pedros R., Goulas Y., Jacquemoud S., Louis J., Moya I. (2004): A new leaf fluorescence model. In: *2nd International Workshop on Remote Sensing of Vegetation Fluorescence, 17-19 November 2004, Canadian Space Agency Conference Center, St-Hubert, Québec, Canada*.
- Pesic P. (2005): The sky is falling: Newton's droplets, Clausius's bubbles and Tyndall's "sky matter". *Eur. J. Phys.*, **26**: 189-193.
- Pluta M. (1982): *Mikroskopia optyczna*. PWN, Warszawa.
- Podhorecki R, Moniuk W., Bielski P., Sobieszuk P. Dąbrowiecki G. (2000): Bubble diameter correlation via numerical experiment. *Chemical Engineering Journal*, **113**, 1, 35-39.
- Porod G. (1951): Die Röntgenkleinwinkelstreuung von dichtgepackten kolloiden Systemen. I. Teil. *Kolloid Z.*, **124**: 83-114.

- Porod G. (1952): Die Röntgenkleinwinkelstreuung von dichtgepackten kolloiden Systemen. II. Teil. *Kolloid Z.*, **125**: 108-122.
- Porter J., Deere D., Hardman M., Edwards C., Pickup R. (1997): Mini review. Go with the flow - use of cytometry in environmental microbiology. *FEMS Microbiology Ecology*, **24**: 94-101.
- Porter J., Pickup P.W. (2000): Nucleic acid-based fluorescent probes in microbial ecology: application of flow cytometry. *Journal of Microbiological Methods*, **42**, 75-79.
- Praca zbiorowa (1974): *Encyklopedia fizyki*. PWN, Warszawa.
- Provencher, S. W. (1982): A constrained regularization method for inverting data represented by linear algebraic or integral equations. *Comput. Phys. Commun.* **27**: 213-227.
- Pye K., Blott S.J. (2004): Particle size analysis of sediments, soils and related particulate materials for forensic purposes using laser granulometry. *Forensic Science International*, **144**: 19-27.
- Racinowski R., Szczypek T., Wach J. (2001): *Prezentacja i interpretacja wyników badań uziarnienia osadów czwartorzędowych*. Wydaw. Uniwersytetu Śląskiego, Katowice.
- Rawle A. (2005): *Basic principles of particle size analysis*. Malvern, Worcestershire WR14 1XZ.
- Rideal G. R. (2007): *Particle characterization. Setting the standard – the development of particle size reference standards*. [http://whitehousescientific.com/pdf%20reports/intlabmate\\_0806\\_particlecharact.pdf](http://whitehousescientific.com/pdf%20reports/intlabmate_0806_particlecharact.pdf).
- Rideal G. R., Jones R., M. (2000): The production and application of particle size reference standards. *International Laboratory (ISC)*, June 2000, 1-4.
- Robens E., Benzler B., Buchel G., Reichert H., Schumacher K. (2002): Investigation of characterizing methods for the microstructure of cement. *Cement and Concrete Research*, **32**: 87-90.
- Sadar M. (2002): *Turbidity instrumentation - an overview of today's available technology*. Turbidity and Other Sediment Surrogates Workshop, April 30 - May 2, 2002, Reno, NV.
- Sampei M. i in. (2002): Seasonal and spatial variability in the flux of biogenic particles in the North Water, 1997-1998. *Deep-Sea Research II*, **49**: 5245-5257.
- Santos N.C., Castanho M. A. R. B. (1999): Teaching light scattering spectroscopy: The dimension and shape of tobacco mosaic virus. *Biophysical Journal*, **71**, 9: 1641-1646.
- Selomulya C. (2001): *The effect of shear on flocculation and floc size/structure*. The University of New South Wales, Australia (tezy rozprawy doktorskiej).



- Sorensen C. M. (2000): The optics of single particles and fractal aggregates. *Journal of Aerosol Science*, **31**: 952-954.
- Sorensen C. M. (2001): Light scattering by fractal aggregates: a review. *Aerosol Science and Technology*, **35**: 648-687.
- Sozański M.M, (Red.) (1999): *Technologia usuwania i unieszkodliwiania osadów z uzdatniania wody*. Wydaw. Politechniki Poznańskiej, Poznań.
- Stasicka Z. (2001): *Procesy fotochemiczne w środowisku*. Wydaw. Uniwersytetu Jagiellońskiego, Kraków.
- Swithenbank J., Beer J.M., Taylor D.S., Abbot D., McGreath G.C. (1977): A laser diagnostic technique for the measurement of droplet and particle size distributions. In: B.J. Zinn (Ed.), *Experimental Diagnostics in Das Phase Combustion Systems: Progress in Astronautics and Aeronautics*, **53**: 421-447.
- Syroeshkin A.V., Popov P.I., Grebennikova T.V., Frolov V.A., Pleteneva T.V. (2005): Laser diffraction for standardization of heterogeneous pharmaceutical preparations. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, **37**: 927-930.
- Szewald O., Kotsis I. (2001): Setting the optimal technological parameters for producing ceramic substrates. *Ceramics International*, **27**: 467-471.
- Tang S., Ma Y., Sebastine I.M. (2001): The fractal nature of Escherichia coli biological flocs. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, **20**: 211-218.
- Tani K., Kurokawa K., Nasu M. (1998): Development of a direct in situ PCR method for detection of specific bacteria in natural in environments. *Appl. Environ. Microbiol.*, **64**: 1536-1540.
- Using laser diffraction analysis in pigment sizing. Particle characterization. Application information A-1994A.* Beckman Coulter Inc.
- Vesey G., Hutton P., Champio, A., Ashbolt N., Williams K.L., Warton A., Veal D. (1994): Application of flow cytometric methods for the routine detection of Cryptosporidium and Giardia in water. *Cytometry*, **16**: 1-6.
- Viklander M. (1999): Dissolved and particle-bound substances in urban snow. *Wat. Sci. Tech.*, **39**, 12: 27-32.
- Vives-Rego J., Lebaron P, Nebe-von Caron G. (2000): Current and future applications of flow cytometry in aquatic microbiology. *FEMS Microbiology Reviews*, **24**: 429-448.
- Vyas H.K., R.J. Bennett R.J., A.D. Marshall A.D. (2000): Influence of feed properties on membrane fouling in crossflow microfiltration of particulate suspensions. *International Dairy Journal*, **10**: 855-861.

- Waite T.D. (1999): Measurement and implications of floc structure in water and wastewater treatment. *Colloids Surf. A: Physicochemical and Engineering Aspects*, **151**: 27-41.
- Weiss, E.L., Frock, H.N. (1976): Rapid analysis of particle-size distributions by laser light scattering. *Powder Technology*, **14**: 287-293.
- Wilson R, Leschonski K, Alex W, Allen T, Koglin B, Scarlett B. (1980): *BCR (Community Bureau of Reference) Quartz Reference Standards: Certification Report on Reference Materials of Defined Particle Size*, Commission of the European Communities, Document EUR 6825 EN.
- Wiłun Z. (2001): *Zarys geotechniki*. Wydaw. Komunikacji i Łączności Warszawa.
- Wright D.L., Jr (2000): Retrieval of optical properties of atmospheric aerosols from moments of the particle size distribution. *J. Aerosol Sci.*, **31**, 1: 1-18.
- Wu R.M., Lee D.J., Waite T.D. Guan J. (2002): Multilevel structure of sludge flocs. *J. Col. Inter. Sci.*, **252**: 383-392.
- Zaidi S.H., Altunbas B.J., Azzopardi B.J. (1998): A comparative study of phase Doppler and laser diffraction techniques to investigate drop size in annular two-phase flow. *Chemical Engineering Journal*, **71**: 135-143.
- Zhang H., Hu X. (2004): Catalytic oxidation of carbon monoxide in a fixed bed reactor. *Separation and Purification Technology*, **34**, 1-3: 105-108
- Zobrist J., Müller S.R., Ammann A., Mottier V., Ochs M., Schoenenberger R., Eugster J. (2000): Quality of roof runoff for groundwater infiltration. *Wat. Res.*, **34**, 5: 1455-1462.



ISSN 0208-8029

ISBN 978-83-89475-14-6

5

Bibl. podlegna

45903

IBS PAN  
Sema