

УДК 621.317

А.Б. Завгородній

Компонентний аналіз рідиннофазних об'єктів методом газорозрядної візуалізації

Проведено аналіз окремих параметрів ГРВ-грам (площа засвітки, дисперсія площі засвітки) для компонентного аналізу фізичних (зокрема, рідиннофазних) об'єктів. Доведено взаємозв'язок параметру питомої електропровідності та площі засвітки ГРВ-грам досліджуваного зразка для водних розчинів сильних та слабких електролітів.

The analysis of some GDV-gram's parameters (like lightning square, lightning square dispersion) for component analysis of physical (in particular – liquid-state) objects was done. The correlation between specific conductance and GDV-gram lightning square in aqueous solutions of strong and weak electrolytes was shown.

Вступ

Застосування хімічно синтезованих чи модифікованих речовин в наукових дослідженнях та промислового виробництва вимагає наявності добре розроблених механізмів та методик компонентного хімічного аналізу рідиннофазних об'єктів як на якісному, так і на кількісному рівні.

Ефективні хімічні, хіміко-фізичні та фізичні аналітичні методи, серед яких можна назвати граві- та титриметричний аналіз, спектро- та фотоколориметрію, радіометрію, ядерно-магнітний резонанс та деякі інші, складають сучасний інструментарій компонентного аналізу. Але кожен з цих методів має власні та загальні недоліки (недостатню точність аналізу, велику вартість обладнання та/чи витратних матеріалів, немобільність, неоперативність в отриманні результатів, відсутність можливості автоматизації процесу аналізу), які суттєво обмежують їх широке застосування.

Крім того більшість аналітико-метрологічних методів розроблені під окреме, наперед задане коло задач, що унеможливує використання їх інструментарію для вирішення інших проблем метрологічного характеру. Впровадження нового фізико-аналітичного методу – газорозрядної візуалізації (ГРВ) дозволить зменшити вплив цих обмежень і стане певним кроком на шляху пошуку універсальних фізичних методів, які б дозволили вирішувати широкий спектр задач.

Постановка задачі

Основною метою роботи є дослідження системи параметрів ГРВ-грам, аналіз відповідностей між цими параметрами і компонентним складом досліджуваної рідини, іншими фізичними параметрами, що характеризують речовину, зокрема її термічний стан.

Обладнання та методика

Для досліджень використовувалися розчини різної концентрації в фіксованому об'ємі бідистильованої води. Масова концентрація речовини в розчині c визначалася за формулою:

$$c = \frac{M_{\text{дом}}}{M_p} \cdot 100\%,$$

де $M_p = M_e + M_{\text{дом}}$ – маса розчину, M_e та $M_{\text{дом}}$ – маса води та домішок, визначених з точністю до 0,001 г.

На рис.1 наведена схема експериментального пристрою для дослідження об'єктів методом ГРВ.

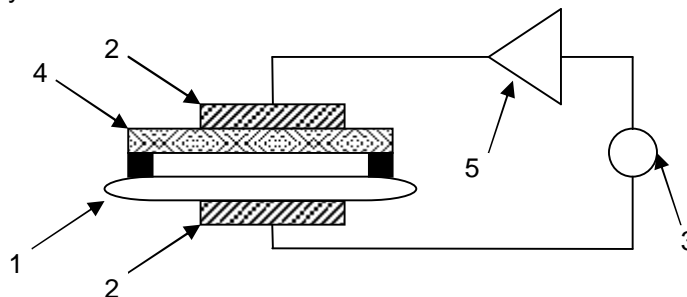


Рис. 1. Схема пристрою для лавинної ГРВ: 1 - досліджуваний об'єкт, 2 - металевий електрод, 3 - джерело напруги, 4 - діелектрична пластинка - носій зображення (наприклад, фотоматеріал), 5 – підсилювач потужності

Зйомка рідиннофазних об'єктів (5 крапель досліджуваної рідини по 5 мкл кожна) проводилася за допомогою газорозрядного свічення. Подальша обробка знімків велася загальноприйнятим способом. Отримані фотографії вводилися в комп'ютер за допомогою сканера Genius ColorPage-Vivid 1200XE при максимальній можливій роздільній здатності 1200 dpi, після чого проводилася їх обробка і аналіз засобами графічного пакету Adobe Photoshop CS. В результаті попереднього експерименту було визначено оптимальний час експозиції (0,5с) при напрузі на виході підсилювача потужності ~ 5 кВ. Решта характеристик і детальна методика експерименту наведені в роботі [1].

Питома електропровідність речовин та розчинів визначалася методом С-комірки, описаним в [2]. Схема установки та еквівалентна електрична схема зображені на рис. 2. Слід зауважити, що ємності С1 та С3 не залежать від властивостей досліджуваного розчину. Опори витoku в цих ємностях значні і також не залежать від електроліту, що наповнює посуд, тому за методикою, наведеною в [2] ними зазвичай нехтують.

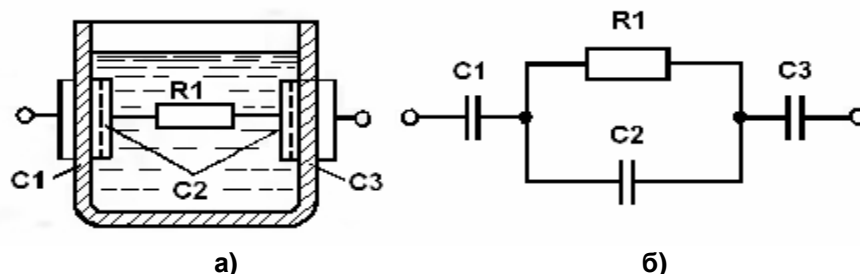


Рис. 2. Конструкція (а) та еквівалентна електрична схема (б) установки для вимірювання питомої електропровідності рідиннофазних об'єктів [2]

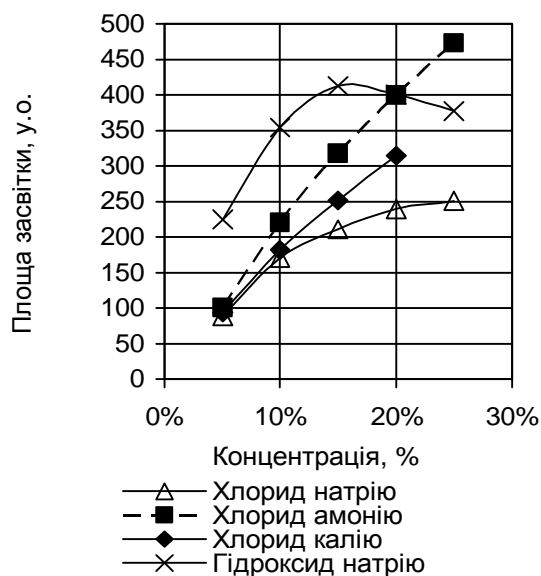


Рис. 3 Залежність площі засвітки ГРВ-грам розчинів сильних електролітів від концентрації (при $t=+22\text{ }^{\circ}\text{C}$)

Результати та обговорення

Одним з основних інформаційних параметрів ГРВ-грам є площа засвітки фотопластины. На рис. 3 представлені графіки залежності площі засвітки ГРВ-грам від концентрації сильних електролітів при температурі $+22\text{ }^{\circ}\text{C}$, які описуються теорією Дебая-Хенкеля. На рис. 4 представлені графіки залежності питомої електропровідності для цих речовин. Принципове співпадання цих залежностей дозволяє стверджувати, що ГРВ-грами відображають внутрішні процеси дисоціації та дрейфу іонів, які мають місце в рідиннофазному об'єкті. Це, в свою чергу, дає змогу застосовувати параметр площі засвітки ГРВ-грами для кількісної характеристики концентрації розчинів сильних електролітів. Деяко інакше виглядають залежності речовин, які не піддаються повній дисоціації. Графіки залежностей площі засвітки цих речовин наведені на рис.5. Зменшення площі засвітки при збільшенні концентрації розчиненої речовини, характерне для поданих графіків, також може виступати в якості критерію при компонентному аналізі.

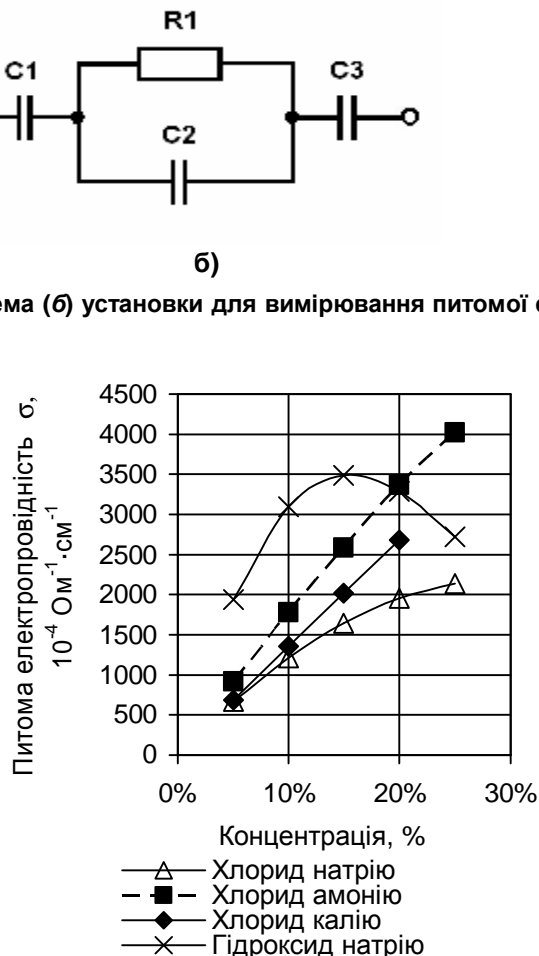


Рис. 4 Залежність питомої електропровідності розчинів сильних електролітів від концентрації (при $t=+22\text{ }^{\circ}\text{C}$)

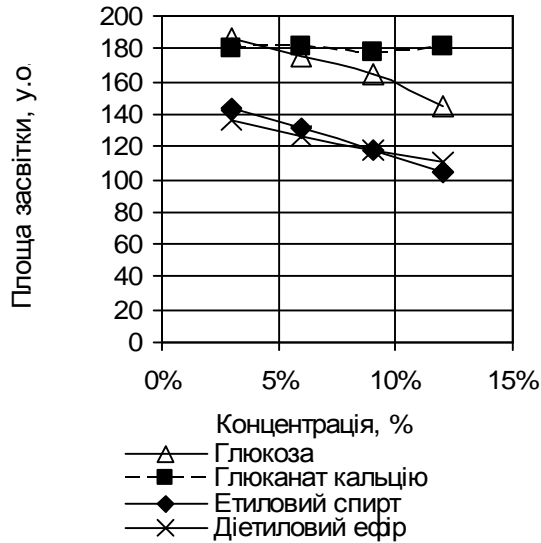


Рис. 5 Залежність площі засвітки ГРВ-грам розчинів слабких електролітів від концентрації (при $t=+22\text{ }^{\circ}\text{C}$)

В табл.1. представлені дані кореляційного аналізу взаємозв'язків дисперсії площі засвітки різних розчинів при температурі навколишнього середовища $+22\text{ }^{\circ}\text{C}$. Коефіцієнти кореляції, наведені в таблиці, розраховувалися для виборок по 10 ГРВ-грам в кожній. Для уникнення впливу коливань величини напруги в мережі та величини газорозрядного проміжку проводилася одночасна експозиція кількох об'єктів дослідження. Таким чином, дані, отримані в результаті однієї експозиції використовувалися як пари величин при розрахунках коефіцієнтів кореляції між відповідними речовинами.

Результати, наведені в табл.1 дозволяють стверджувати, що параметр дисперсії площі засвітки дає можливість впевнено ідентифікувати належність речовини до сильних електролітів, або ні.

Таблиця 1

	H ₂ O	NaCl (0,9% водний розчин/ фізіологічний розчин)	NaCl (1% водний розчин)	NaCl (2% водний розчин)	KCl (1% водний розчин)	KCl (2% водний розчин)	KOH (1% водний розчин)	KOH (1% водний розчин)	NH ₄ Cl (2% водний розчин)	NH ₃ (25% водний розчин/аміачна вода)	C ₁₂ H ₂₂ CaO ₁₄ (1% водний розчин)	C ₆ H ₁₂ O ₆ (1% водний розчин)	C ₆ H ₁₂ O ₆ (5% водний розчин)	KNO ₃ (5% водний розчин)
H ₂ O	–	0,67	0,64	0,59	0,51	0,49	0,59	0,59	0,5	0,32	0,54	0,81	0,19	0,17
NaCl (0,9% водний розчин/ фізіологічний розчин)	0,67	–	0,78	0,62	0,61	0,6	0,51	0,51	0,45	0,31	0,27	0,72	0,21	0,39
NaCl (1% водний розчин)	0,64	0,78	–	0,64	0,61	0,59	0,48	0,61	0,5	0,33	0,29	0,61	-0,01	-0,21
NaCl (2% водний розчин)	0,59	0,62	0,64	–	0,55	0,68	0,51	0,48	0,61	0,29	0,51	0,54	0,21	0,09
KCl (1% водний розчин)	0,51	0,61	0,61	0,55	–	0,68	0,52	0,61	0,51	0,3	0,47	0,6	-0,3	-0,14
KCl (2% водний розчин)	0,49	0,6	0,59	0,68	0,68	–	0,54	0,49	0,59	0,33	0,4	0,49	0,45	0,23
KOH (1% водний розчин)	0,59	0,51	0,48	0,51	0,52	0,54	–	0,41	0,49	0,29	0,37	0,55	-0,13	-0,25
NH ₄ Cl (1% водний розчин)	0,59	0,51	0,61	0,48	0,61	0,49	0,41	–	0,53	0,27	0,44	0,31	0,01	0,01
NH ₄ Cl (2% водний розчин)	0,5	0,45	0,5	0,61	0,51	0,59	0,49	0,53	–	0,3	0,43	0,41	-0,09	0,09
NH ₃ (25% водний розчин/аміачна вода)	0,32	0,31	0,33	0,29	0,3	0,33	0,29	0,27	0,3	–	0,21	0,71	0,21	0,11
C ₁₂ H ₂₂ CaO ₁₄ (1% водний розчин)	0,54	0,27	0,29	0,51	0,47	0,4	0,37	0,44	0,43	0,21	–	0,64	0,17	-0,22
C ₆ H ₁₂ O ₆ (1% водний розчин)	0,81	0,72	0,61	0,54	0,6	0,49	0,55	0,31	0,41	0,71	0,64	–	-0,15	0,23
C ₆ H ₁₂ O ₆ (5% водний розчин)	0,19	0,21	-0,01	0,21	-0,3	0,45	-0,13	0,01	-0,09	0,21	0,17	-0,15	–	-0,24
KNO ₃ (5% водний розчин)	0,17	0,39	-0,21	0,09	-0,14	0,23	-0,25	0,01	0,09	0,11	-0,22	0,23	-0,24	–

Очевидно, що всі розчини демонструють досить високу кореляцію дисперсії площі засвітки по відношенню до розчинника. Це, на думку автора, в першу чергу пов'язано з тим, що усі досліджувані розчини були на водній основі, що дає змогу внутрішнім міжатомним та міжіонним взаємодіям в розчині впливати на процеси в системі.

Процес дослідження зовнішніх температурних впливів методом ГРВ викликає певний ряд принципових труднощів, зокрема вплив самого ГРВ-обладнання на об'єкт, оскільки цей метод передбачає вміщення в газорозрядний проміжок об'єкту дослідження, що неминує веде до втрати певної частини поданої енергії на нагрівання самого об'єкту. Тому був поставлений модельний експеримент для вивчення впливу роботи обладнання на термічний стан самого об'єкту.

Для визначення температури об'єкту використовувався ртутний лабораторний термометр ТЛ-4 з абсолютною похибкою не більшою за $0,1^{\circ}\text{C}$. В результаті експерименту було встановлено, що без застосування будь-яких спеціальних термоізолюючих або охолоджуючих засобів та забезпеченні вільного теплообміну з навколишнім середовищем і початковій температурі розчину рівній температурі середовища ($+22^{\circ}\text{C}$), при часі експозиції 10 хв. Підвищення температури об'єкту не перевищує $0,5\text{--}1^{\circ}\text{C}$.

Крім того, в результаті дослідів автори переконалися, що попереднє 10 хвилинне „прогрівання” об'єкту дослідження перед зйомкою ГРВ-грами не справляє скільки-небудь істотного впливу на величину площі засвітки та дисперсії площі засвітки.

Було проведено ряд експериментів по дослідженню температурних залежностей площі засвітки ГРВ-грам для різних водних розчинів. Результати представлені на рис.6.

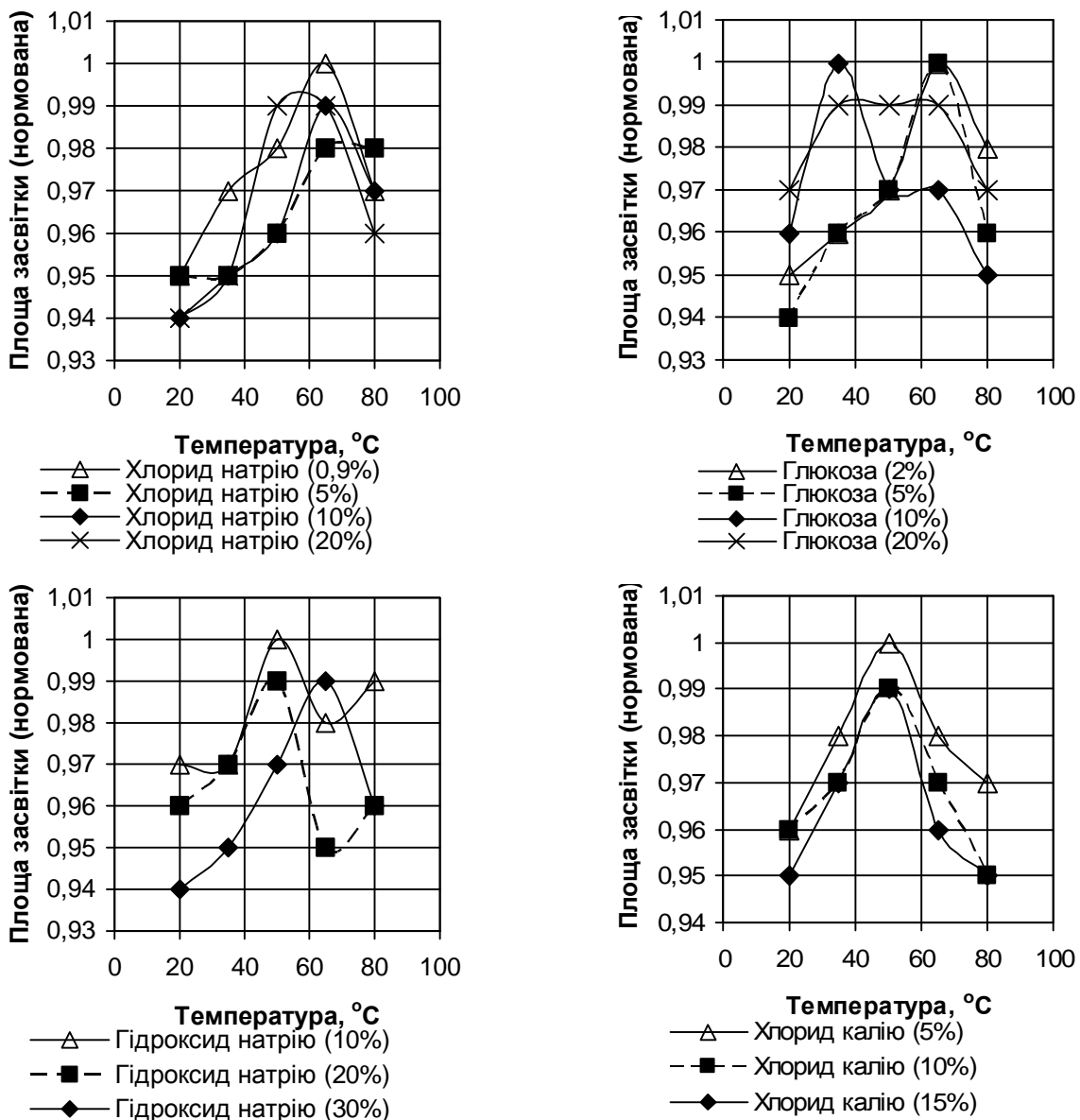


Рис. 6. Залежність площі засвітки ГРВ-грами від температури для водних розчинів

Як видно з графіків, наведених вище, найбільш характерною є V-подібна форма залежності, однак при цьому відсутня закономірність місцезнаходження піку: максимальному значенню площі засвітки для кожної з речовин характерна своя певна температура. Спостерігається лише певна подібність залежностей між 2% та 5% розчинами глюкози.

Висновки

1. Проведено аналіз окремих параметрів ГРВ-грам, таких як площа засвітки та дисперсія площі засвітки для цілей компонентного аналізу фізичних (зокрема, рідиннофазних) об'єктів.

2. Доведено взаємозв'язок параметру питомої електропровідності та площі засвітки ГРВ-грам досліджуваного зразка для водних розчинів сильних та слабких електролітів, що може стати кроком

для створення автоматизованого хіміко-аналітичного комплексу на основі методу ГРВ.

3. Показана принципова можливість методу ГРВ для вимірювання температури рідиннофазних об'єктів.

Література

1. *Завгородний А. Б.* Физические механизмы формирования изображений при газоразрядной визуализации жидкофазных объектов // Материалы второй конференции молодых ученых "Электроника-2009". – Киев, 2009. – С. 26-37.
2. *Лопаткин Б.А.* Теоретические основы электрохимических методов анализа. – М. – Высшая школа. – 1975. – 295 с.