

УДК 618.15

В.В. Гончарук, акад. НАН Украины, А.О. Самсони –Тодоров, В.В. Таранов, канд. техн. наук, Е.В. Лесников, канд. техн. наук, В.Ф. Чистюнин, канд. техн. наук, Е.А. Орехова, А.В. Сыроешкин, д-р биол. наук

## Лазерный экспресс-метод диагностики водных и воздушных сред

Прохождение лазерного излучения через исследуемую среду обеспечивает возможность получить дифракционную картину, обработка которой позволяет оценить размер и количество неоднородностей в объеме измеряемой среды. Малогабаритный оптико-механический модуль, установленный в измерительном канале водной или воздушной среды, оценивает ее пространственные характеристики в реальном масштабе времени и предоставляет возможность определить количество в удельном объеме и размер измеряемых образований, частиц.

Passing a laser radiation through the investigated environment provided the possibility to get a diffraction picture, which treatment allows to estimate a size and amount of heterogeneities in the volume of measurand environment. Small optical mechanical module, set in the measuring channel of aquatic or air environment, estimates its real-time spatial characteristics and gives possibility to define an amount and size of measurand formations and particles in a specific volume.

### Введение

Измерители малых частиц, находящихся в водных или воздушных средах, основанные на дифракции лазерного излучения уже применяются в лабораторных условиях. Проводятся измерения диаметра частиц с размерами от 0,02 до 200 мкм и точностью не хуже 20 % на аппаратах фирмы «Malvern». Количественная составляющая частиц в объеме – колеблется и в зависимости от условий измерения, в частности точности указания показателей преломления среды, в которой производятся измерения, составляет порядка 30 %.[1]. Современное лазерное гранулометрическое оборудование изготовителя лабораторного оборудования «FRITSCH» позволяет нам проводить измерения разных материалов, например определения диаметра частиц, порошков, эмульсий и аэрозолей с размерами до 1160 мкм. Нижняя граница у таких приборов на уровне 0,02 мкм [2]. Однако большие габариты прибора - длина не менее 1,2 м, не малая стоимость приборов не позволяет их использовать в качестве датчиков, определяющих количества и размер, частиц в водных и га-

зообразных растворах, применять их в системах контроля, например, за качеством воды, экологией в цехах порошковой металлургии и предприятий пищевой промышленности.

### Основная часть

Метод, основанный на дифракции лазерного излучения позволяет контролировать флуктуации диэлектрической проницаемости среды, используя разностные методы анализа изображения. Для получения данных о размерных спектрах, концентрации, удельной площади поверхности частиц дисперсной фазы (взвеси, суспензии, пыль, эмульсии или аэрозоли), а также размерных спектров и концентрации супрамолекулярных комплексах воды (СНМ комплексы - гигантских гетерофазных кластерах) используется решение обратной задачи построения размерных спектров на основе индикатрисы рассеяния. Для этого использован алгоритм расчета объемной функции распределения ( $W$ ), при допущении о кусочно-постоянном характере  $W$  задача сводится к решению системы линейных уравнений:  $E = A \cdot W$ , где  $E$  – вектор сигнала измерителя,  $A$  – матрица коэффициентов,  $W$  – вектор дискретной функции  $W$ . Поскольку задача восстановления  $W$  по известной индикатрисе рассеяния является некорректной, то соответствующая система линейных уравнений сильно вырождена. Для получения "хорошей" оценки  $W$  требуется тщательный выбор параметров рядов наблюдения и размерности матрицы  $A$ . Однако ограничение размерности  $A$  приводит к достаточно грубой оценке  $W$  и для построения приборов с высоким разрешением требуется применение методов регуляризации.

Перед измерением объекта производится определение фонового сигнала, а затем сигнал при наличии, измеряемой рассеивающей среды. Преобразованные в матричную форму изображения вычитаются друг из друга. Это изображение делится на 100 равных фрагментов в пределах углов наблюдения 0,0034...0,156 рад. Затем элементы матрицы каждого из фрагментов суммировались и из них формировался вектор сигнала измерителя  $E$ . Элементы матрицы коэффициентов  $A$  рассчитывались по специально разработанным формулам [2]. При проведении операции сглаживания вида получено решение

для объемной концентрации  $W(d)$ , где  $d$  – диаметр частиц для 480 размерных групп. Разработка дифракционного анализатора дисперсности высокого разрешения (не менее 200) в диапазоне 1...100 мкм. Но для построения таких приборов требуется и получение вектора  $E$  соответствующей размерности [3]. В аналогичных приборах фирм "Malvern" и "Fritsch" используются специализированные многоэлементные фотоприемники. Ввиду отсутствия таких многоэлементных фотоприемников рассматривались два варианта - применение фотодиодных линеек фирмы "TAOS" и Web-камеры. Применение фотодиодных линеек такого типа для анализа дифракционной картины затруднительно в силу малых размеров элемента фотоприемника, поэтому в качестве основного варианта использовали Web-камеру [4].

Изменения дифракционной картины, которые и регистрируются через определенные интервалы времени, представляли в виде матрицы дискретных элементов со значением интенсивности сигнала. Результаты наших исследований легли в основу разработки метода экспресс-определения подлинности питьевых вод [5], и позволили разработать аппараты для его использования в практике. Лазерная дифракция, обладая рядом преимуществ перед "классическими" методами измерения, например, перед анализом изображения с помощью микроскопа – обеспечивает быстрое получение ре-

зультатов при сохранении точности в широком диапазоне измерений.

В настоящем сообщении показаны возможности малогабаритного оптического измерителя для регистрации количества частиц с размерами от 1 до 500 мкм в удельном объеме измеряемой среды, с одновременным измерением их диаметра. Непосредственно модуль регистрации состоит из лазерного источника излучения со стабилизацией его мощности и длины волны излучения, оптической формирующей системы, устройством контроля лазерного излучения до и после измеряемой среды, а также камерой для регистрации изображения на высококонтрастном экране. Комплект измерителя ИДЛ-1, состоящий оптикомеханического модуля и ПК приведен на рис. 1.

Математическая обработка изображения, образуемого прошедшим когерентным излучением через исследуемую среду и регистрируемая Web камерой и обеспечивает результат за время не более 3 минут. Размеры оптикомеханического модуля не превышают 300 на 90 и на 100мм при весе с электроникой – не более 1,5кг

Точность измерителя контролировалась посредством использования калиброванных частиц, латексов, лейкоподиумов, а также твердотельного образца-эталоны, с расположенными внутри (искусственно нанесенными) неоднородностями, приводящими к изменению волнового фронта, прошедшего лазерного излучения.



Рис. 1. Измеритель дифракционный лазерный «ИДЛ-1»

График измерения диаметра и количества частиц в течение не менее 20 часов указывает на достаточно высокую стабильность результатов измерений, так относительная погрешность при регистрации количества и размера частиц, расположенных внутри специального образца составила не более 20 % (см. рис. 2).

В настоящее время проводятся работы по использованию измерителя, работающего без оператора на стационарных постах, автоматизированных лабораторных комплексах (с передачей данных в формате MODBAS). Первая серия приборов, получившая название Измеритель дифракционный лазерный «ИДЛ-1» проста в эксплуатации и требует только установки в зоне измерения или подачи измеряемой среды (воздушной или водной) в прокачиваемый канал регистрации.

ИДЛ-1 малогабаритное устройство, способное работать в нескольких перенастраиваемых режимах (измеритель дисперсных характеристик взвесей и суспензий, счетчик аэрозолей, лазерный интерферометр). Кюветодержатели лабораторные, например, 10 мм, используемые при фотокolorиметрии, прокачные (как показано на фото), специальные термостатируемые. В результате обработки получаем следующие

интегральные и дифференциальные характеристики дисперсности: концентрация частиц дисперсной фазы (частиц/мл), концентрация частиц дисперсной фазы, объемные %; ослабление интенсивности лазерного света вследствие рассеяния; удельная площадь поверхности частиц дисперсной фазы т.е. суммарная площадь частиц ( $\text{см}^2$ ) на суммарный объем ( $\text{см}^3$ ); численный и объемный размерный спектр частиц дисперсной фазы, интервал размеров в диапазоне 1...500 мкм, 483 размерные группы (для сравнения – у фирмы “Malvern” – фиксированный интервал размеров, 32 размерные группы); индикатрису рассеяния.

Использование элементов термостабилизации зоны измерений, например, кюветы с исследуемым водным раствором, обеспечивает измерение параметров при изменении температуры в диапазоне от - 5 до + 60 градусов с точностью поддержания температуры не менее 1 градуса. Результаты измерений структуры водных растворов солей хлоридов натрия и калия, приведены на рис. 4.

На графике отчетливо видно количественное уменьшение структурных образований при повышении температуры растворов до 45 градусов.

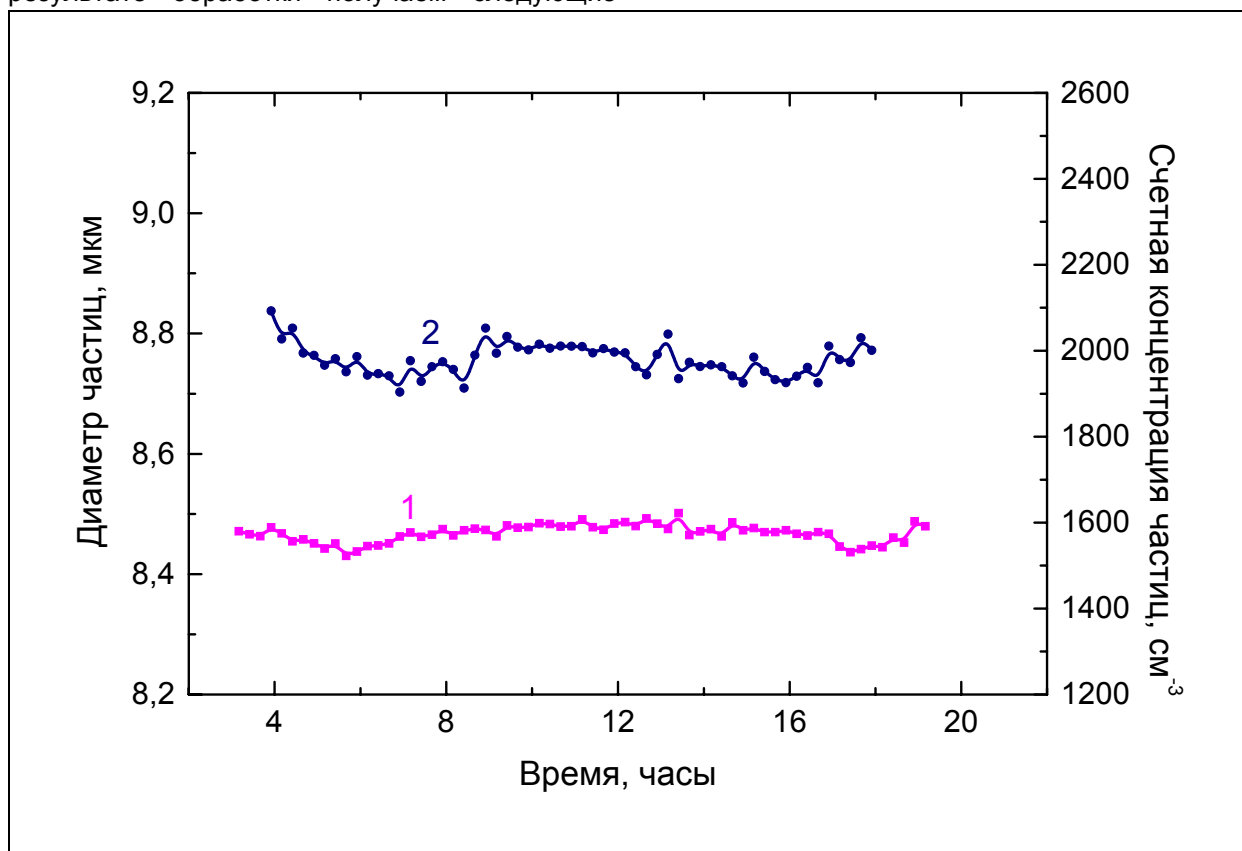


Рис. 2. Измерение диаметра частиц – 1 и их расчетной концентрации в объеме в образце – 2, расположенных непосредственно внутри на протяжении 20 часов работы измерительного прибора

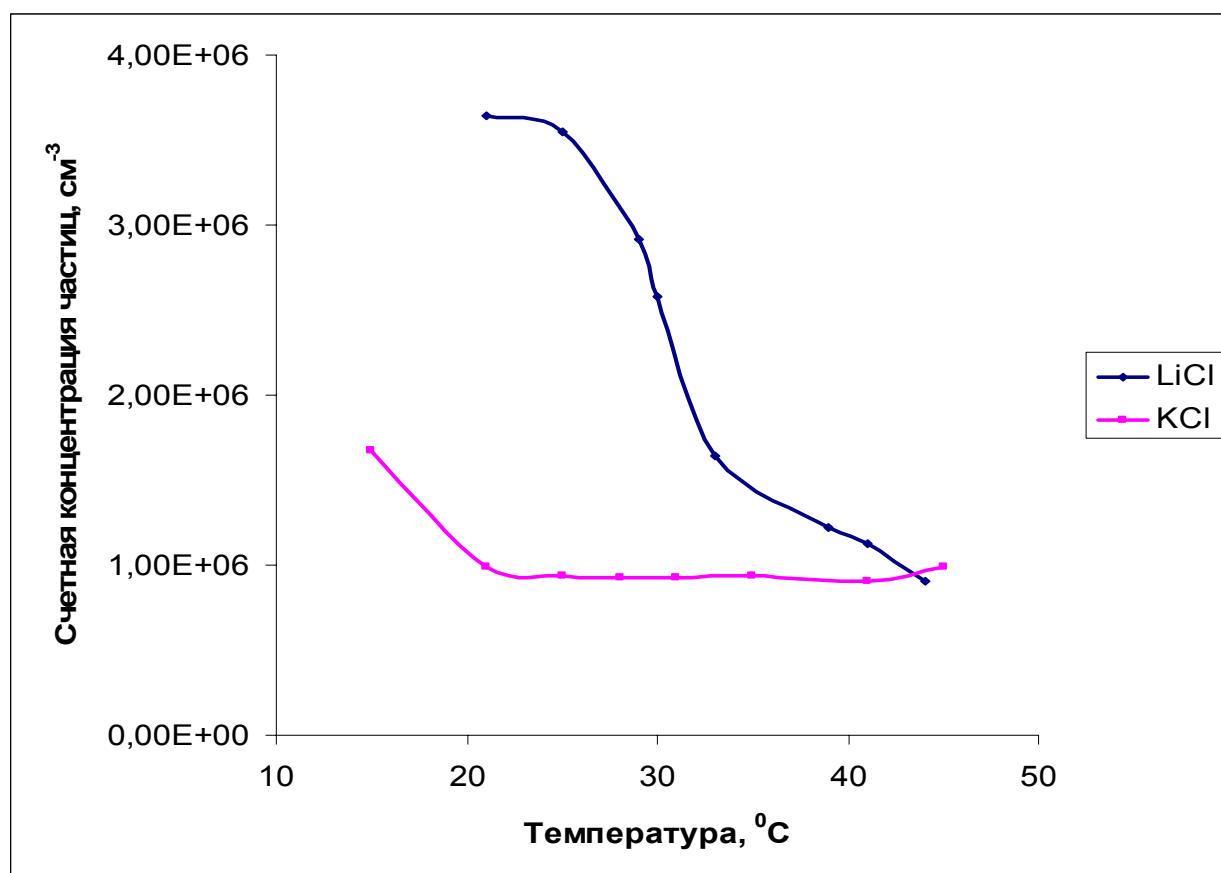


Рис. 3. Изменение структуры раствора солей в зависимости от температуры

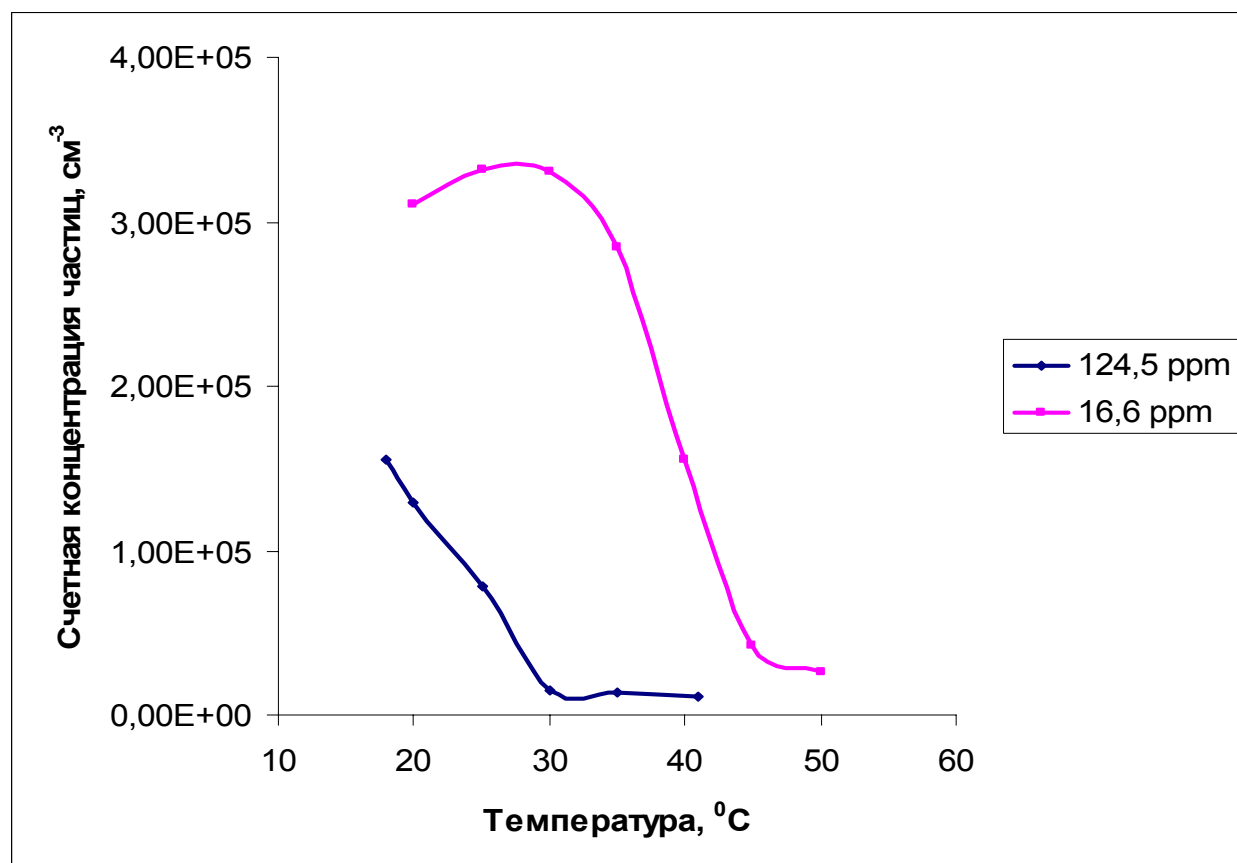


Рис. 4. Изменение структуры легкой воды при нагревании

Программная обработка обеспечивает непосредственный контроль за результатами измерений, а также его отображение в виде гистограммы или графика с указанием основных параметров измеряемой среды. На рис. 5 приведена гистограмма измерения частиц лейкоподиума с размерами от 20 до 40 мкм, растворенных в дистиллированной воде.

На гистограмме отчетливо видно относительное распределение частиц по их размерам. Анализ приведенных результатов указывает на их воспроизводимость с погрешностью не более 20 % для постоянных частиц в водной среде.

С целью определения возможности измерений в воздушной проточной среде, нами создан макет на основе ИДЛ-1, где измерение осуществлялось во время прокачки воздуха с частицами размолотых зерен сои. Воздушный поток от компрессора захватывал частицы сои и прогонял их через оптический канал измерителя, изменение дифракционной картины регистрировалось, последующая обработка - позволила

оценить средний размер помола. Предварительные измерения на оптическом микроскопе – указали на наличие частиц с размерами от 3 до 20 мкм, однако их распределение в количественном составе определить было сложно. С помощью измерителя определено, что порядка 24 % в объеме прокачиваемого воздуха, занимают частицы с размерами 7,0 мкм. Следует отметить, что использование специальной кюветы исключает возможности налипания частиц сои на окна измерительной кюветы.

Первое промышленное испытание проведено в цеху порошковой металлургии. Непосредственно воздушная среда и прокачивалась микрокомпрессором через специальную кювету измерителя ИДЛ-1. Фрагмент результата суточного измерения среднего количества, частиц с размерами порядка 12 мкм в объеме 1 см куб, приведен на рис. 6.

Отчетливо виден рост количества на порядок связанный с выбросом порошка в ходе технологического процесса.

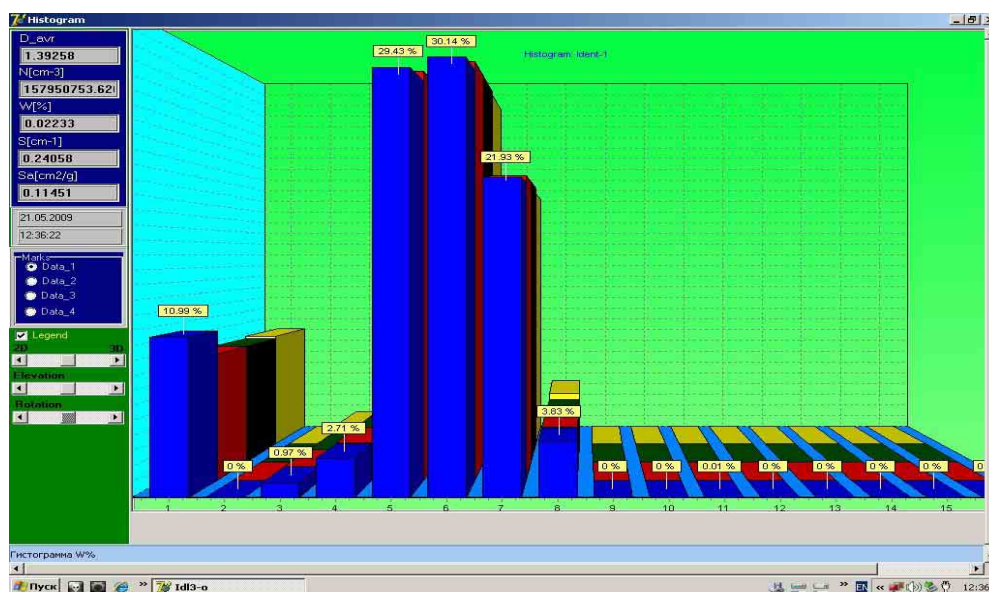


Рис. 5. Гистограмма измерения частиц лейкоподиума растворенных в дистиллированной воде

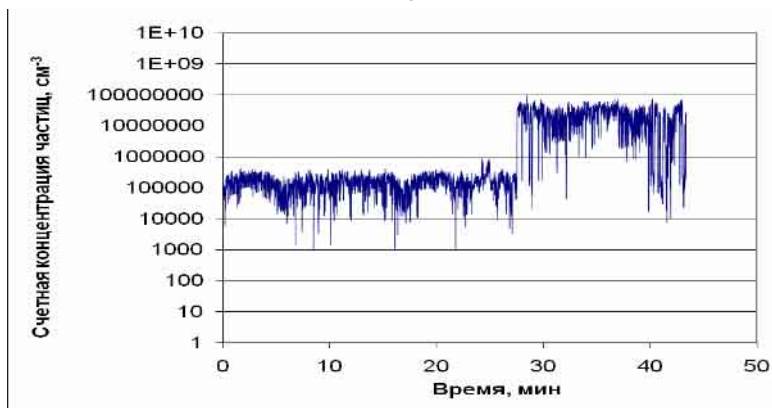


Рис. 6. Относительное количество частиц порошка размером 12 мкм в помещении цеха в зависимости от времени

На протяжении шести суток регистрировалось наличие частиц в атмосфере воздуха, часть которого прокачивалась через измерительную кювету. Работоспособность изделия продолжалась при достаточно жестких условиях эксплуатации, так температура воздуха в зоне оптико-механического датчика ИДЛ-1 поднималась до 40 градусов. Применение сегодня системы передачи данных на расстояние обеспечит установку только датчика измерительного прибора в «горячей» точке измерения.

### Выводы

Полученные результаты при использовании аппарата серии ИДЛ-1 уже сегодня обеспечивают его внедрение в технологические процессы. Контроль размера и количества малых частиц в жидких средах позволил проводить их сравнение и идентификацию[6]. Передача информации в реальном масштабе времени позволит оценивать своевременное изменение цикла химической очистки воды, профилактики мукомольного оборудования, проведения дополнительных мер по ликвидации каналов утечки продукта при порошковой технологии, обеспечивает контроль за окружающей средой.

### Литература

1. Гончарук В.В., Смирнов А.Н., Лапшин В.Б., Балышев А.В., Лебедев И.М., Сыроешкин А.В. Структура воды: гигантские гетерофазные кластеры воды // Химия и технология воды. . – 2005.- №2. - С. 11-37
2. Сыроешкин А.В. Попов П.И., Балышев А.В., Карпов О.В., Лесников Е.В., Смирнов А.Н., Лебедев И.М., Плетенева Т.В. Определение подлинности и контроль качества ЛВ гетерогенной природы с помощью лазерного МИД // Хим. фарм. журнал. – 2004. - Т. 38. - № 11. - С. 43-48.
3. <http://www.folium.ru/ru/journals/chem/contents.htm>
4. Т.В. Плетенева, П.И. Попов, А.В. Сыроешкин, А.С. Берлянд, К.С. Шаназаров, Е.В. Лесников, В.Л. Багирова // Определение распределения частиц по размеру методом лазерной дифракции// Ведомости НЦ ЭСПМ. – 2007. – т. 4 -. С. 104-107.
5. Успенская Е.В., Ульяновцев А.С. Разработка метода экспресс-определения подлинности без вскрытия упаковки бутилированных минеральных лечебных и лечебно-столовых вод с применением лазерной интерферометрии. // Материалы шестой международной научной конференции студентов и молодых учёных "Актуальные вопросы спортивной медицины, лечебной физической культуры, физиотерапии и курортологии (20 апреля 2007 - Москва)" - 2007. - С. 60 - 61.
6. А.В. Сыроешкин Метод лазерной дифракции для оценки качества и стандартизации лекарственных средств // в кн. «Стандартизация и контроль качества лекарственных средств». – М.: «Медицинское информационное агентство», 2008. – С. 252-264.