

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 излучение через исследуемую среду обеспечивает возможность получить дифракционную картину, обработка которой позволяет оценить размер и количество неоднородностей в объеме измеряемой среды. Малогабаритный оптико-химический 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 супранадмолекулярных 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 вычитываются 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 высокоотражающем 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-эталона, с расположенными внутри (искусственно нанесенными) неоднородностями, приводящими к изменению волнового фронта, прошедшего лазерного излучения.

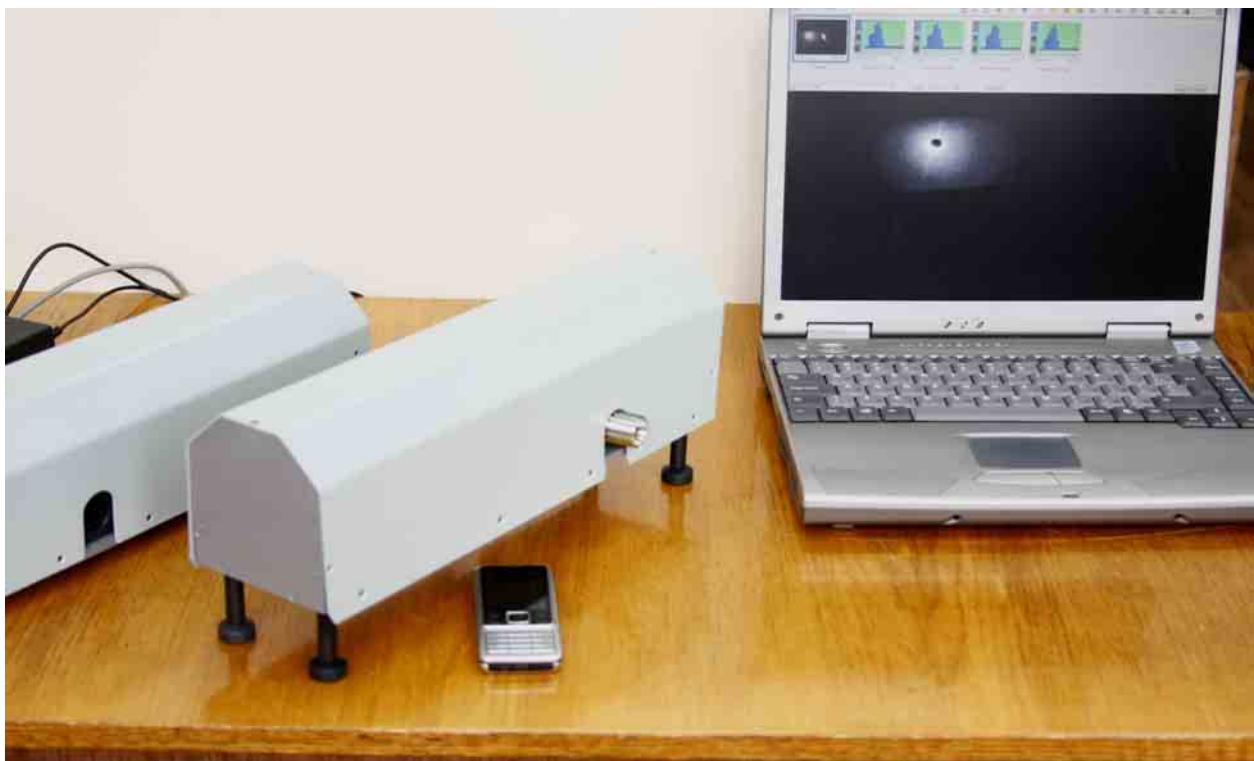


Рис. 1. Измеритель дифракционный лазерный «ИДЛ-1»

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 супензий, счетчик аэрозолей, лазерный интерферометр). Кюветодержатели лабораторные, например, 10 мм, используемые при фотоколориметрии, 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 (см^2) на суммарный объем (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); индикатору рассеяния.

Использования 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.

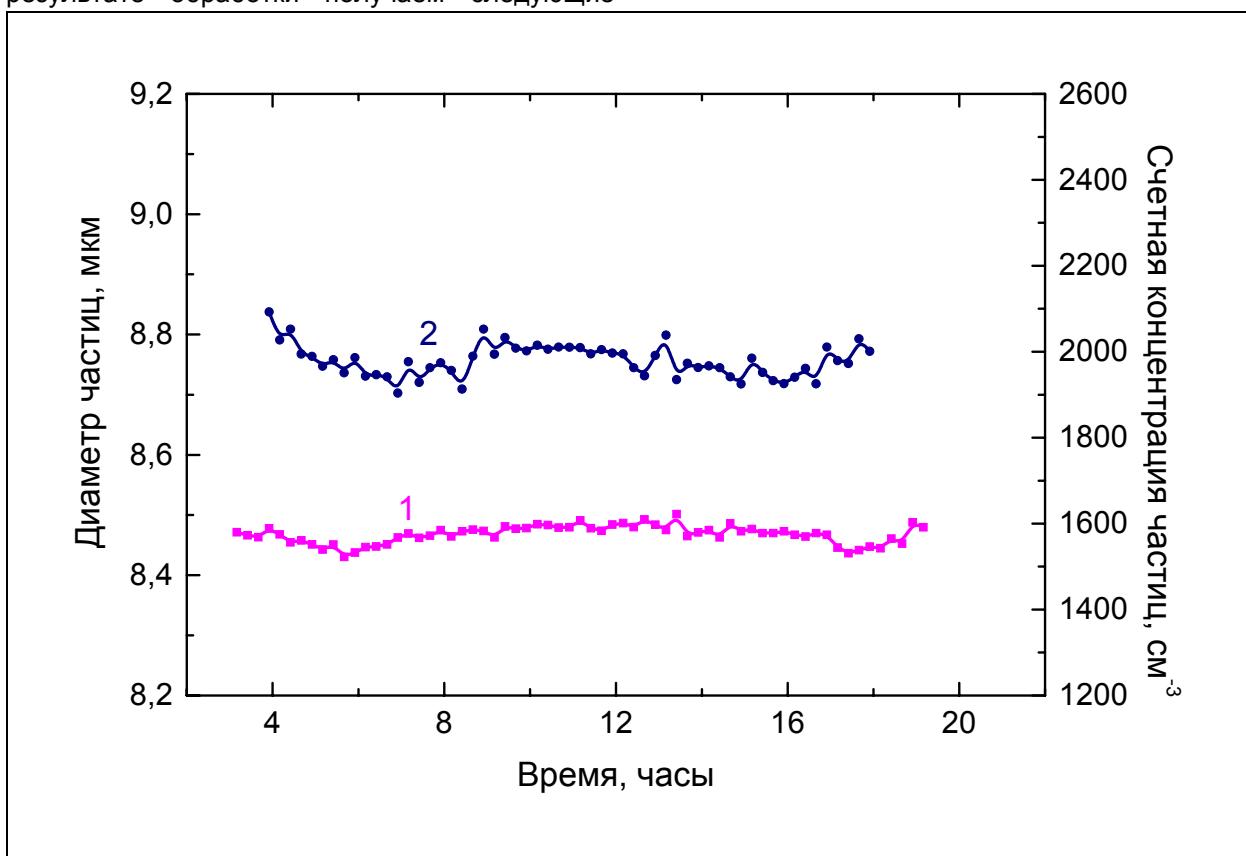


Рис. 2. Измерение диаметра частиц – 1 и их расчетной концентрации в объеме в образце – 2, расположенных непосредственно внутри на протяжении 20 часов работы измерительного прибора

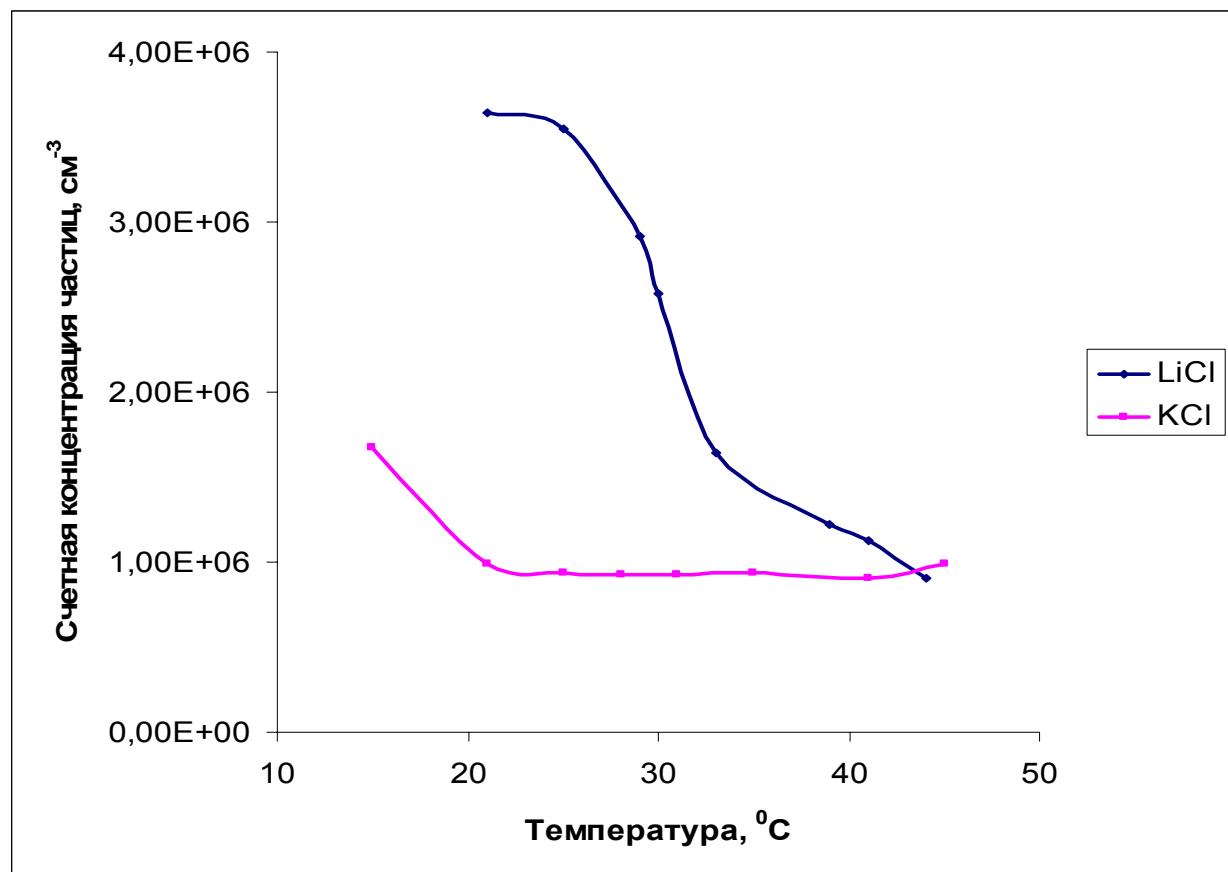


Рис. 3. Изменение структуры раствора солей в зависимости от температуры

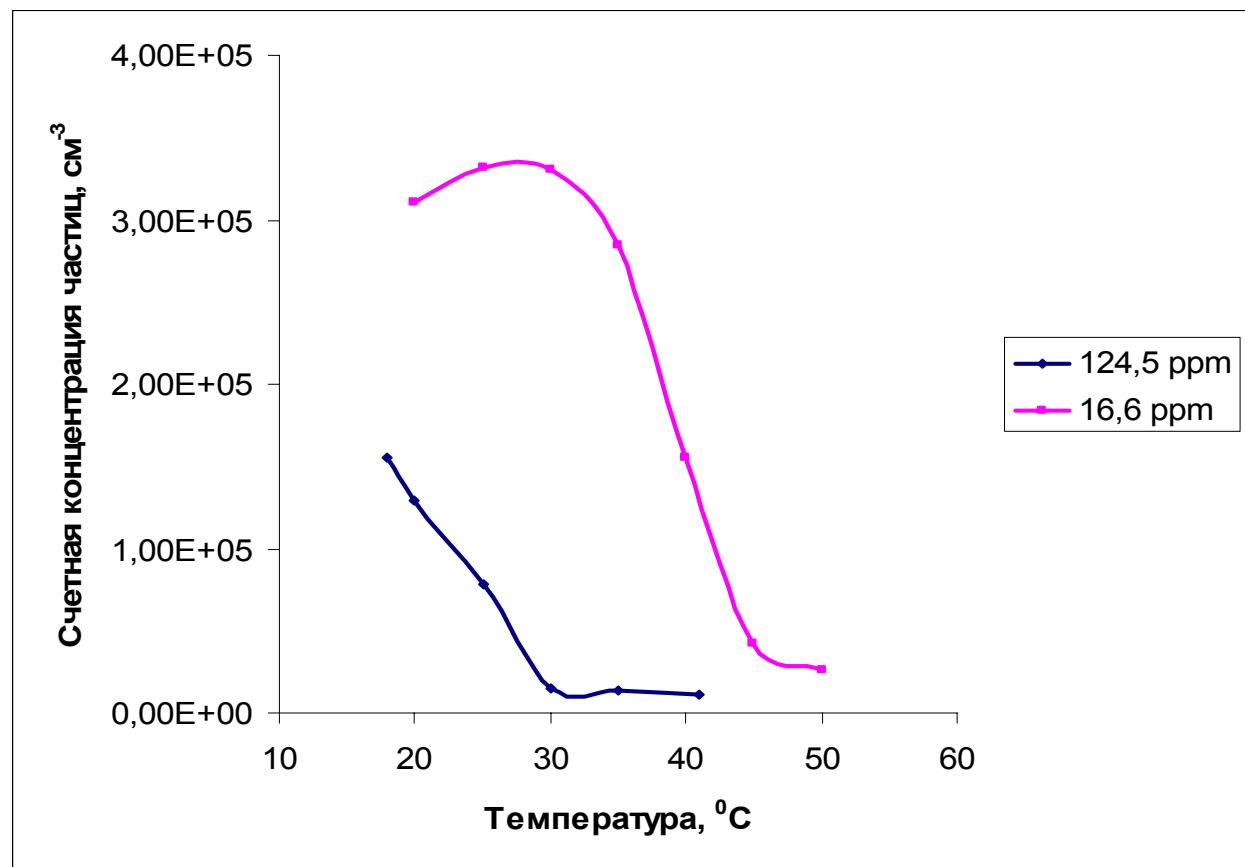


Рис. 4. Изменение структуры легкой воды при нагревании

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 дистилированной 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 проходил 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.

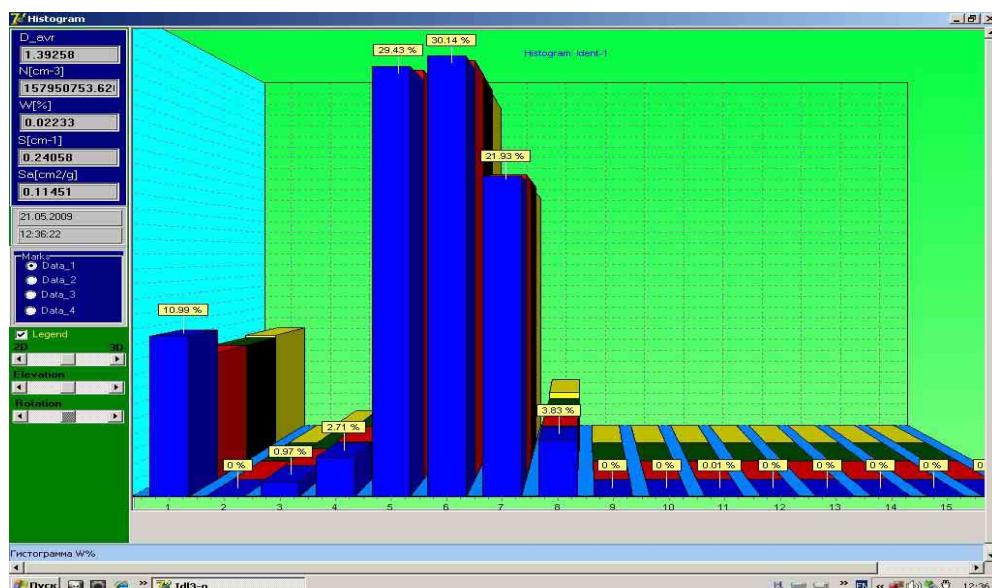


Рис. 5. Гистограмма измерения частиц лейкоподиума растворенных в дистилированной воде

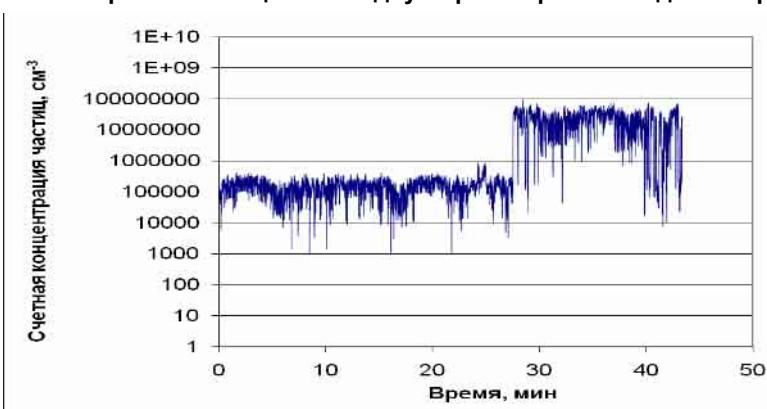


Рис. 6. Относительное количество частиц порошка размером 12 мкм в помещении цеха в зависимости от времени

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-химического 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, обеспечит 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., Ульянцев 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.