

На правах рукописи



Кальной Денис Геннадьевич

**КОНТРОЛЬ РАЗМЕРОВ МЕЛКОДИСПЕРСНЫХ ЧАСТИЦ В ЖИДКОЙ
СРЕДЕ ПО КОНТРАСТУ ИЗОБРАЖЕНИЯ ТЕСТ-ОБЪЕКТА**

Специальность: 05.11.13 – Приборы и методы контроля природной среды,
веществ, материалов и изделий

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Барнаул – 2011

Работа выполнена в Алтайском государственном техническом университете им.
И.И. Ползунова

Научный руководитель: доктор технических наук,
профессор Пронин Сергей Петрович

Официальные оппоненты: доктор технических наук,
профессор Маркин Виктор Борисович

кандидат физико-математических наук,
доцент Иордан Владимир Иванович

Ведущая организация: Институт проблем химико-энергетических технологий Си-
бирского отделения Российской академии наук (ИПХЭТ СО
РАН) (г. Бийск)

Защита состоится 1 марта 2011 г. в 15-30 на заседании диссертационного совета
Д212.004.06 при Алтайском государственном техническом университете им. И.И.
Ползунова по адресу: 656038, Барнаул, пр-т Ленина, 46

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Алтайского государственного
технического университета им. И.И. Ползунова

Автореферат разослан 20 января 2011 г. Отзывы на автореферат в двух экземплярах,
заверенные печатью, просим направлять по адресу университета:
656038, г. Барнаул, пр. Ленина, 46.

Ученый секретарь



Д.Е. Кривобоков

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ДИССЕРТАЦИОННОЙ РАБОТЫ

Актуальность проблемы

На сегодняшний день во многих отраслях промышленности отмечается тенденция к использованию мелкодисперсных частиц различной природы. Без них не обходится современное производство композиционных материалов, медицинских препаратов, химических веществ.

Одной из производственных задач является задача контроля размеров мелкодисперсных частиц в жидкой среде, например, частиц алмаза и алмазографита. Основной областью применения мелкодисперсных частиц алмаза является получение новых материалов, обладающих уникальными свойствами, например, конструкционных материалов, резины, полирующих веществ, антифрикционных смазок. Добавление частиц алмаза позволяет добиться повышенной прочности и износостойкости конструкционных материалов.

Широкое применение мелкодисперсные алмазы нашли в медицине: для очистки материалов применяются селективные адсорбенты, полученные на их основе. Такие вещества позволяют производить эффективную очистку белковых соединений, а также применяются в биологическом анализе.

Важнейшей характеристикой мелкодисперсных частиц является их размер, так как именно от него зависят свойства произведенных материалов. Поэтому контроль размеров мелкодисперсных частиц является актуальной задачей на всех этапах производства.

Контроль частиц осуществляют и на этапе научно-исследовательской работы, и на этапе входного контроля при использовании частиц в производстве различных материалов, и на этапе выходного контроля на завершающих стадиях производства.

Для измерения и контроля размеров мелкодисперсных частиц на рынке предложены различные измерительные средства: лазерные анализаторы размеров частиц, спектрометры динамического рассеяния света, фотоэлектрические колориметры типа КФК-3 и другие. Однако контролировать размеры столь малых частиц очень непросто и большинство методов анализа гранулометрического состава не могут обеспечить приемлемую точность в условиях производства.

Практически все существующие приборы являются лабораторными, которые обеспечивают процесс измерения подготовленных проб в лабораторных условиях. При возрастании производства мелкодисперсных частиц встает вопрос их контроля в промышленных масштабах. Поэтому необходимы простые, дешевые и высокоточные приборы.

В измерительных приборах используют коллимированные световые потоки, которые получают либо за счет лазерного источника света, либо создают оптической системой. Известно, что коллимированный световой поток – это свет, исходящий от лежащей в бесконечности точки. Следовательно, тест-объектом в существующих приборах является элементарная точка с ограниченным набором свойств. Поэтому в известных средствах используют механическое сканирование, или устанавливают несколько дискретных фотоприемников с целью анализа рассеянного света. Для увеличения производительности измерений, упрощения конструкции прибора

необходимо увеличить информационную емкость создаваемого изображения за счет набора свойств тест-объекта и вести обработку сигнала с помощью ПЗС-фотоприемника.

В 50-х годах существовал визуальный метод определения мутности жидкости по контрасту шрифта. На основе этого метода с использованием видеокамеры был разработан метод контроля показателя ослабления, который используется для вычисления концентрации мелкодисперсных частиц. Очевидно, что контраст в изображении букв зависит как от концентрации частиц, так и их размера. В такой постановке задача ранее не решалась.

Вместо букв можно использовать тест-объект в виде светлых параллельных штрихов на темном поле. Очевидно, что уровень сигнала между штрихами зависит от степени рассеяния светового потока, которая, согласно теории Ми, связана с размером и концентрацией частиц. С другой стороны, согласно закону Бугера-Ламберта-Бера, максимум сигнала в изображении штрихов зависит как от концентрации частиц, так и материала, из которого они созданы.

Таким образом, исследование изменения контраста в изображении тест-объекта в виде параллельных прямоугольных штрихов с помощью видеокамеры в зависимости от размеров и концентрации частиц способствуют созданию новых приборов контроля размеров мелкодисперсных частиц.

Целью работы является разработка оптического метода и средства контроля размеров мелкодисперсных частиц в жидкой среде по контрасту изображения тест-объекта в виде параллельных штрихов с помощью видеокамеры.

Задачи исследований:

1. Провести аналитический обзор методов и средств измерения и контроля мелкодисперсных частиц.

2. Разработать математическую модель процесса формирования изображения тест-объекта в виде параллельных штрихов в зависимости от размера мелкодисперсных частиц и графоаналитическую модель контроля размеров мелкодисперсных частиц по контрасту изображения штрихов.

3. Создать экспериментальную установку для исследования зависимости изменения контраста в изображении тест-объекта от концентрации и размера мелкодисперсных частиц.

4. Провести экспериментальные исследования зависимости изменения контраста изображения тест-объекта от концентрации и размеров эталонных мелкодисперсных частиц.

5. Разработать метод контроля размеров мелкодисперсных частиц в жидкой среде с использованием тест-объекта в виде параллельных штрихов и ПЗС-видеокамеры.

Объектом исследования является оптический контраст в изображении тест-объекта и его зависимость от размера и концентрации мелкодисперсных частиц в жидкой среде.

Методы исследования и достоверность результатов. Для решения поставленных задач при выполнении работы использовались как теоретические, так и экспериментальные методы исследования. Применялись методы волновой оптики, гра-

фоаналитического моделирования, статистические методы обработки экспериментальных данных. Достоверность полученных результатов основывается на:

- использовании эталонных мелкодисперсных частиц ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» (г. Санкт-Петербург) с размерами 500 нм, 1000 нм и компании Polysciences Inc., калиброванных по стандартным образцам Национального института стандартов и технологий США (NIST), с размерами 50 нм, 100 нм и 500 нм;
- высоком коэффициенте детерминации $R^2 = 0,930 - 0,997$ при определении зависимости контраста от максимума сигнала в изображении тест-объекта;
- совпадении графиков зависимости для мелкодисперсных частиц ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» и мелкодисперсных частиц компании Polysciences Inc.

Научная новизна

1. Теоретически обоснована и экспериментально подтверждена линейная зависимость логарифма контраста в изображении тест-объекта в виде парных штрихов от концентрации мелкодисперсных частиц в жидкой среде. Тангенс угла наклона линейной зависимости характеризует размер мелкодисперсных частиц. С увеличением размера частиц тангенс угла наклона возрастает. С увеличением показателя преломления мелкодисперсных частиц тангенс угла наклона уменьшается.

2. Разработан новый метод контроля размеров мелкодисперсных частиц в жидкой среде по тангенсу угла наклона зависимости логарифма контраста изображения тест-объекта от логарифма максимума оптического сигнала с помощью видеокамеры.

На защиту выносятся:

1. Графоаналитическая модель контроля размеров мелкодисперсных частиц.
2. Экспериментальные результаты зависимости изменения контраста изображения тест-объекта от концентрации и размеров эталонных мелкодисперсных частиц.
3. Метод контроля размеров мелкодисперсных частиц в жидкой среде по контрасту изображения тест-объекта в виде параллельных светлых штрихов.

Практическая ценность работы заключается в том, что разработанный метод позволяет контролировать в широком диапазоне размеры мелкодисперсных частиц в жидкой среде с размерами от 50 нм до 1000 нм и различными показателями преломления.

Разработанный оптический метод контроля размеров мелкодисперсных частиц в жидкой среде внедрен в учебный процесс в Алтайском государственном техническом университете на кафедре физики и технологии композиционных материалов и в ОАО ПО «Алтайский шинный комбинат».

Публикации

По материалам выполненных исследований опубликовано 10 печатных работ. Из них 4 статьи и 6 докладов на научно-технических конференциях. 2 статьи опубликованы в журналах, входящих в список Перечня ВАК.

Апробация работы

Основные положения диссертационной работы докладывались и обсуждались на: Международных научно-технических конференциях «Измерение, контроль, информатизация» (г. Барнаул, 2008, 2009 гг.); XV Международной научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых «Современные техника и технологии» (г. Томск, 2009 г.); II Всероссийской конференции «Многомасштабное моделирование процессов и структур в нанотехнологиях» (г. Москва, 2009 г.); IV Всероссийской научно-практической конференции «Компьютерная интеграция производства и ИПИ-технологии» (г. Оренбург, 2009 г.); IV Всероссийской научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых «Прикладные аспекты химической технологии полимерных материалов и наносистем «Полимер-2010» (г. Бийск, 2010 г.).

Работа выполнена в рамках исследований по программе «Участник молодежного научно-инновационного конкурса» («У.М.Н.И.К.») (договор №14/нр от 10 декабря 2008 г.)

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения, списка литературы и приложений, изложена на 105 листах, содержит 45 рисунков, 4 таблицы, список литературы из 102 наименований.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснованы актуальность и практическая значимость проблемы, сформулированы цель, ее научная новизна, приведена краткая характеристика работы по главам.

Первая глава посвящена анализу существующих методов и средств контроля. Рассмотрены существующие методы, основанные на различных физических принципах, проанализированы их достоинства и недостатки. Особое внимание уделено методам, основанным на эффектах поглощения и рассеяния света. Предложены пути дальнейшего увеличения качественных характеристик данного направления.

Обзор существующих методов контроля и измерения размеров мелкодисперсных частиц показал, что, наиболее перспективны методы, основанные на светорассеянии. Они способны обеспечить измерения в требуемом диапазоне, позволяют проводить контроль в условиях производства, обладают приемлемым быстродействием и являются полностью неразрушающими. Кроме того, современные аппаратные средства позволяют реализовать эти методы без значительных материальных затрат.

Анализ методов, основанных на светорассеянии, показал, что в каждом из них для освещения исследуемого образца используют параллельный пучок света. Однако возможно применение модулированных в пространстве источников излучения, которые несут гораздо больше информации о рассеянном световом потоке, например, тест-объект в виде двух параллельных светлых штрихов.

Во второй главе представлена математическая модель формирования изображения парных штрихов, составляющих основу предложенного тест-объекта. Предложена графоаналитическая модель контроля размеров мелкодисперсных частиц по

контрасту изображения тест-объекта, основанная на методиках и инструментарии, применяемых в фотометрии.

Прохождение световой волны через неоднородную среду, например, взвесь, содержащую мелкодисперсные частицы, сопровождается эффектом рассеяния света. Каждая частица испускает вторичные волны, направление распространения которых зависит от свойств неоднородной среды.

Распределение интенсивности рассеянного излучения характеризуется индикатрисой рассеяния. Согласно теории Ми ее форма зависит от показателя преломления вещества частицы n_1 , показателя преломления среды n_2 , длины волны падающего излучения λ , диаметра частиц D и их формы. Для одних и тех же веществ и длины волны падающего излучения форма индикатрисы зависит от диаметра и формы частиц. Исходя из предположения сферической формы частиц, можно считать, что различные формы индикатрисы характеризуют различные диаметры частиц.

С другой стороны, в случае многократного рассеяния света множеством частиц, заключенных в некотором постоянном объеме, индикатриса рассеяния зависит также от концентрации частиц C . Таким образом, форма индикатрисы может быть выражена функцией $R(D, C)$.

При использовании ПЗС-фотоприемника распределение интенсивности рассеянного излучения может быть представлено дифференциальной индикатрисой, которую обычно строят в декартовых координатах. Анализ дифференциальной индикатрисы показывает, что она может быть аппроксимирована гауссовой кривой:

$$R_{cp}(x) = \exp\left(\frac{-x^2}{2\sigma_{cp}^2}\right), \tag{1}$$

где дисперсия σ_{cp}^2 является функцией свойств среды, содержащей частицы, т.е. диаметра частиц D и их концентрации C .

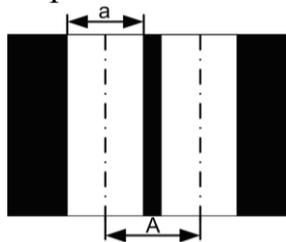


Рисунок 1 – Тест-объект в виде парных штрихов

На рисунке 1 показан тест-объект, используемый в экспериментальных исследованиях. Тест-объект математически может быть представлен в виде свертки двух δ -функций с прямоугольной функцией $rect(x/a)$, характеризующей ширину штриха:

$$f(x) = \left\{ \delta\left(x - \frac{A}{2}\right) + \delta\left(x + \frac{A}{2}\right) \right\} * rect\left(\frac{x}{a}\right) \tag{2}$$

где (*) – операция свертки; a – размер светлого штриха; A – расстояние между центрами штрихов. Соотношение геометрических величин a и A называют коэффициентом заполнения: $K_{зан} = a / A$.

На рисунке 2 представлен процесс формирования распределения интенсивности света в области изображения тест-объекта. Его можно представить как свертку

идеального изображения тест-объекта (2) с импульсной характеристикой среды и оптико-электронной системы (1):

$$F(x) = \left\{ \delta\left(x - \frac{A}{2}\right) + \delta\left(x + \frac{A}{2}\right) \right\} * \text{rect}\left(\frac{x}{a}\right) * e^{\frac{x}{2\sigma^2}}. \quad (3)$$



Рисунок 2 – Схема процесса формирования изображения

В результате данного преобразования формируется изображение, на котором можно выделить максимум S_{max} и минимум S_{min} сигнала. Очевидно, что максимум сигнала S_{max} подчиняется закону Бугера – Ламберта – Бера:

$$I = I_0 \times 10^{-\mu Cl}. \quad (4)$$

где I_0 – начальная интенсивность света; μ – натуральный показатель ослабления (экстинкции); l – толщина светопоглощающего слоя; C – концентрация светопоглощающего вещества.

Таким образом, из закона (4) следует изменение максимума сигнала в изображении тест-объекта:

$$S_{max} = S_{max0} \times 10^{-\mu Cl}. \quad (5)$$

Зависимость максимального значения сигнала от концентрации представляет экспоненциальную функцию. Причем функция уменьшается с увеличением концентрации. Для приведения графика к линейному виду необходимо прологарифмировать выражение (5). Аналогичным образом можно описать минимум сигнала в изображении тест-объекта, т.е. интенсивность темного штриха.

Так как ослабление светового потока происходит за счет поглощения и рассеяния, десятичный показатель ослабления μ представляют в виде суммы десятичных показателей поглощения a и рассеяния r . Тогда закон Бугера – Ламберта – Бера можно записать в виде:

$$I = I_0 \times 10^{-(a+r)Cl}. \quad (6)$$

Однако интенсивность темного штриха увеличивается с увеличением коэффициента рассеяния r . Таким образом, часть прошедшего светового потока будет рассеяна. Так как темный штрих освещается рассеянным от светлого штриха светом, то знак «минус» в показателе степени следует поменять на «плюс». Таким образом, зависимость минимума сигнала от концентрации можно выразить соотношением:

$$S_{min} = S_{max} \times 10^{rCl} - S_{max}. \quad (7)$$

Как было сказано ранее, оптические свойства вещества зависят, в том числе, от размера частиц, т.е. по соотношению показателей рассеяния r и поглощения a можно оценить размер мелкодисперсных частиц.

На рисунке 3 показаны теоретические графики зависимости десятичных логарифмов максимума S_{max} и минимума S_{min} сигнала от концентрации мелкодисперсных частиц C для различных показателей рассеяния r и поглощения a .

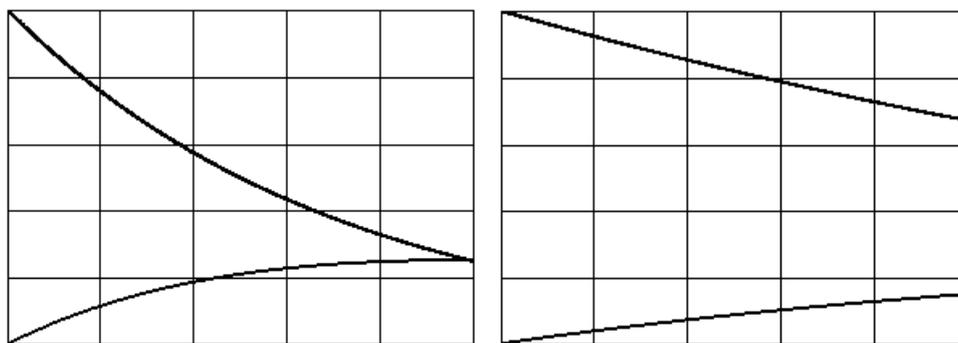


Рисунок 3 – Теоретические графики зависимости максимума S_{max} и минимума S_{min} сигнала от концентрации мелкодисперсных частиц C для различных r и a

Таким образом, по указанным зависимостям можно оценить размер мелкодисперсных частиц. Тем не менее, использование двух прямых для анализа не слишком удобно. Поэтому необходимо перейти к комплексному показателю. Таким показателем является оптический контраст.

Согласно научно-технической литературе под контрастом понимают отношение разности максимума S_{max} и минимума S_{min} сигнала к их сумме:

$$K = (S_{max} - S_{min}) / (S_{max} + S_{min}). \quad (8)$$

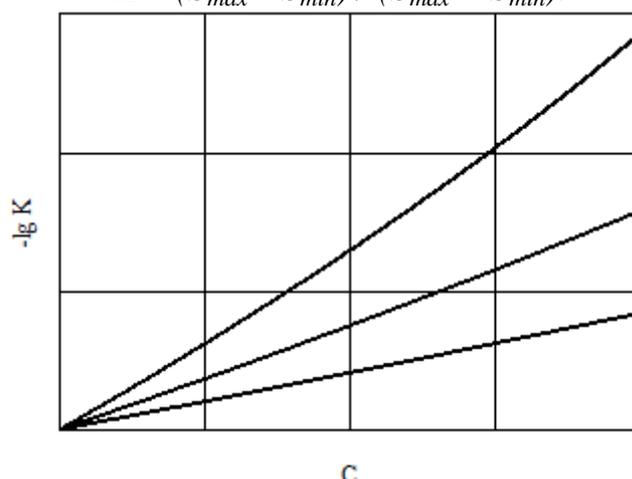


Рисунок 4 – Теоретические графики зависимости логарифма оптического контраста от концентрации для различных показателей поглощения и рассеяния

Теоретические графики зависимости логарифма оптического контраста от концентрации для различных показателей поглощения и рассеяния для области малых значений концентрации показаны на рисунке 4. Для удобства представления значение логарифма оптического контраста взято со знаком «минус».

Построение подобного экспериментального графика затруднительно, так как определение концентрации мелкодисперсных частиц с приемлемой точностью является технически сложным. Поэтому необходимо поменять концентрацию на другую тождественную физическую величину, определение которой проще с технической точки зрения.

В фотометрии при определении концентрации растворенных веществ используют понятие оптической плотности – величины равной произведению концентрации C , десятичного показателя ослабления μ и толщины светопоглощающего слоя l :

$$D = \mu C l. \quad (9)$$

При этом заметим, что $S_{max} = S_{max0} \times 10^{-\mu C l}$, тогда это выражение можно переписать в виде $S_{max} = S_{max0} \times 10^{-D}$. Тогда, приняв $S_{max0} = 1$, получим:

$$D = -\lg S_{max}. \quad (10)$$

Таким образом, оптическая плотность эквивалентна десятичному логарифму максимума сигнала со знаком «минус». Это позволяет считать значение S_{max} функцией концентрации C :

$$S_{max} = 10^{-\mu C l} \quad (11)$$

Как правило, для определения оптической плотности используют фотометры, например, КФК-3. В нашем случае изображение тест-объекта уже содержит значение максимума сигнала. Поэтому графоаналитическую модель можно представить в виде зависимости десятичного логарифма контраста от логарифма максимума сигнала, взятого со знаком «минус» (рисунок 5).

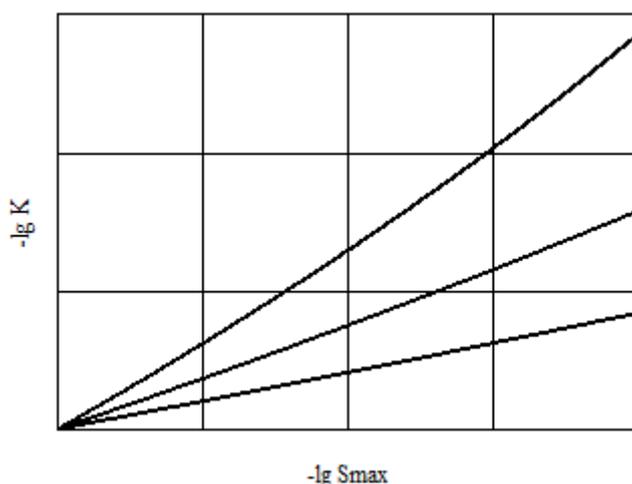


Рисунок 5 – Теоретические графики зависимости логарифма оптического контраста от десятичного логарифма максимума сигнала в изображении тест-объекта

Представленная модель может быть использована при контроле размеров мелкодисперсных частиц различных материалов. Пусть различные образцы содержат частицы различных размеров. Очевидно, что показатели преломления вещества частиц и вещества среды будут одинаковыми для всех образцов. Тогда оптические свойства каждого образца зависят только от диаметра частиц в образце. В итоге наклон прямых, представленных на рисунке 5, зависит от диаметра частиц.

Для определения наклона каждого из графиков удобно характеризовать получившиеся зависимости уравнениями вида $y = kx + b$. Коэффициент k , или тангенс угла наклона графика можно считать показателем, характеризующим размер частиц.

В третьей главе описаны экспериментальные исследования зависимости изменения контраста в изображении тест-объекта от концентрации и диаметра мелкодисперсных частиц, с помощью специально созданного программно-аппаратного комплекса.

Экспериментальная установка для контроля диаметра мелкодисперсных частиц представлена на рисунке 6.

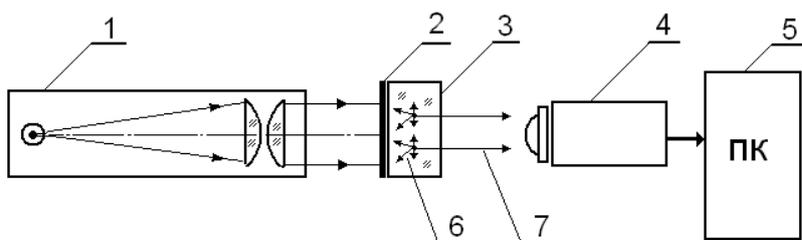


Рисунок 6 – Экспериментальная установка для контроля диаметра мелкодисперсных частиц

Экспериментальная установка включает основные элементы: 1 –осветитель; 2 – тест-объект; 3 – кювета, в которую заливают водную суспензию; 4 – видеокамера; 5 – персональный компьютер. Стрелкой 6 изображен рассеянный свет, а стрелкой 7 – прошедший.

Для получения параллельного пучка света осветитель оснащен коллиматором гониометра Г5. Тест-объект и кювета расположены на юстировочном столе, который позволяет юстировать пространственное положение изображения штрихов тест-объекта относительно строк фотоприемника. Образец вещества помещается в стандартную прямоугольную кварцевую кювету для спектрофотометра. В качестве приемника оптического излучения используется видеокамера Samsung VP-W61.

На изображении фиксируется минимальные и максимальные значения сигнала S_{min} и S_{max} . По полученным значениям вычисляются значения десятичных логарифмов оптического контраста и максимума сигнала. По вычисленным значениям строили графики зависимости десятичного логарифма оптического контраста от десятичного логарифма максимума сигнала и аппроксимировали прямой, для которой определяется тангенс угла наклона и коэффициент детерминации R^2 .

Для возможности контроля с помощью контраста в изображении тест-объекта необходимо правильно подобрать его геометрические размеры. В связи с тем, что подобрать пару параллельных штрихов, подходящих для различных сред невозможно, предложено использовать несколько пар, отличающихся геометрическими размерами. На основании серии предварительных экспериментов в качестве тест-объекта были выбраны три пары параллельных штрихов (рисунок 7).

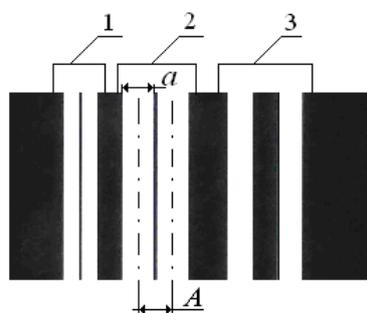


Рисунок 7 – Тест-объект

Для проверки возможности контроля мутных сред по оптическому контрасту предложено провести эксперимент по контролю мутности. Для проведения экспериментов использовали государственный стандартный образец мутности (формазиновая суспензия), предназначенный для приготовления градуировочных растворов и

аттестованных смесей (4 ЕМ/см^3). Для получения различных значений мутности суспензию разбавляли дистиллированной водой. Было получено семь значений мутности: 16, 8, 4, 2, 1 и $0,5 \text{ ЕМ/дм}^3$ или ЕМФ (единиц мутности по формазину).

График зависимости десятичного логарифма контраста от мутности представлен на рисунке 8. Коэффициент детерминации равен 0,991.

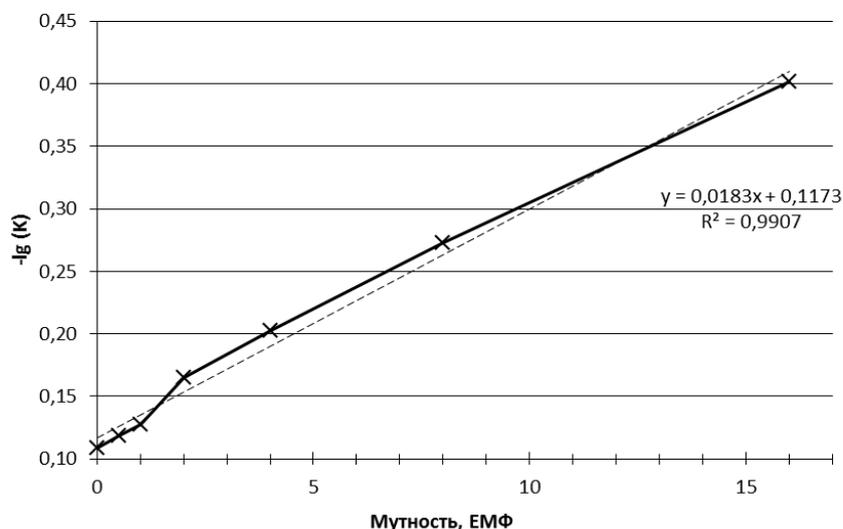


Рисунок 8 – График зависимости десятичного логарифма контраста в изображении тест-объекта от мутности

На рисунке 9 представлена зависимость изменения десятичного логарифма контраста в изображении тест-объекта и изменения оптической плотности жидкости. Коэффициент детерминации этих величин составляет 0,997, т.е. результаты измерений мутности, выполненных фотометром КФК-3 и автоматизированной экспериментальной установкой равнозначны. Анализ показал, что чувствительность метода определения мутности по оптическому контрасту в 6 раз превосходит чувствительность турбидиметрического метода, применяемого по ГОСТ 3351-74.

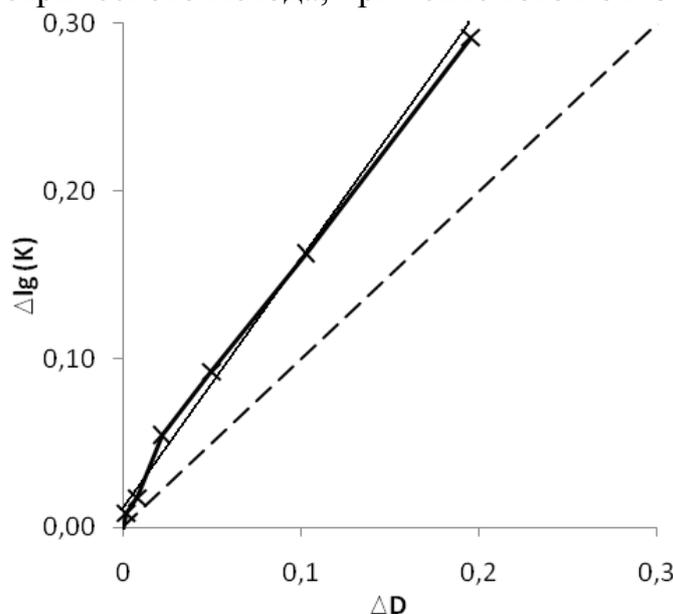


Рисунок 9 – Зависимость изменения десятичного логарифма контраста в изображении тест-объекта и изменения оптической плотности жидкости

Таким образом, предлагаемый метод позволяет производить контроль мутности произвольных образцов жидкостей, в частности может применяться для контроля качества питьевых и промышленных вод, жидких пищевых продуктов, а также различных технических жидкостей.

Для экспериментальной проверки математической модели зависимости изменения контраста в изображении тест-объекта от концентрации и диаметра мелкодисперсных частиц были использованы стандартные образцы частиц монодисперсного полистирольного латекса диаметрами $51,4 \pm 0,6$ нм, $95,6 \pm 1,2$ нм и $504,5 \pm 6,4$ нм соответственно производства компании Polysciences Inc., калиброванные по стандартным образцам Национального института стандартов и технологий США (NIST), и государственные стандартные образцы гранулометрического состава (монодисперсный полистирольный латекс) Д050 и Д100 содержащие частицы среднего диаметра 520 нм и 1130 нм соответственно производства ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» (г. Санкт-Петербург), а также алмазный гидрозоль производства ОАО «Федеральный научно-производственный центр «Алтай».

Для выявления соответствия экспериментальных данных предложенной модели проведена оценка методом наименьших квадратов. В результате для каждой зависимости получена аппроксимирующая прямая вида $y=kx+b$, имеющая собственный коэффициент детерминации R^2 . Данный коэффициент позволяет оценить степень соответствия экспериментальных данных предложенной модели.

Пара штрихов №3 обеспечивает возможность контроля на всем исследуемом диапазоне размеров мелкодисперсных частиц, так как коэффициент детерминации весьма высок для всех образцов (от 0,930 до 0,996).

В соответствии с предложенной математической моделью, тангенс угла наклона аппроксимированных прямых зависит от диаметра мелкодисперсных частиц. На рисунке 10 представлены аппроксимированные зависимости десятичного логарифма контраста от десятичного логарифма максимума сигнала для пары штрихов №3. Тангенс угла наклона меняется в зависимости от размеров частиц в образце. Чем больше размер частиц в образце, тем больше тангенс угла наклона. Таким образом, предложенная модель хорошо согласуется с экспериментальными данными.

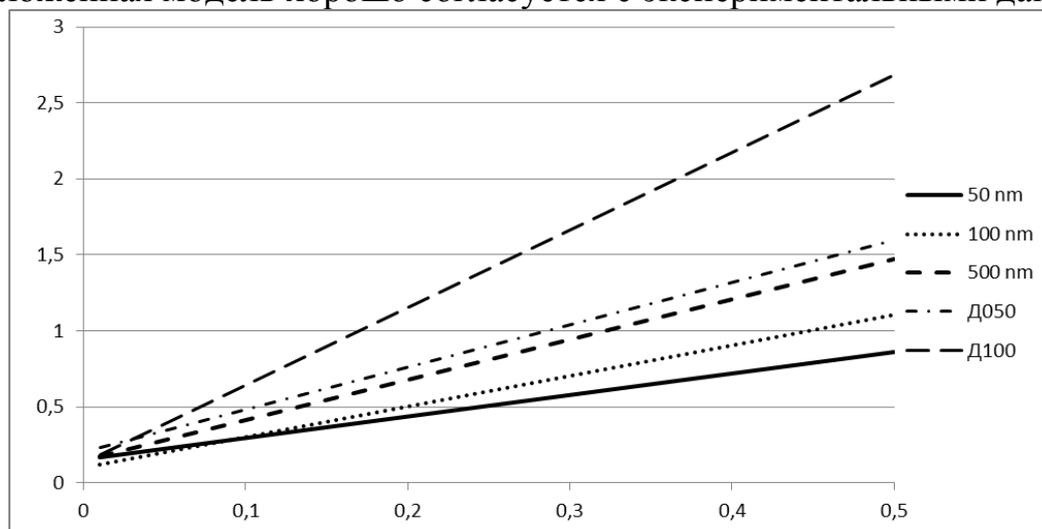


Рисунок 10 – Аппроксимированные зависимости десятичного логарифма контраста от десятичного логарифма максимума сигнала для пары №3

На рисунке 10 хорошо заметно, что углы наклона графиков зависимости для образцов 500 nm и D050 одинаковы. Размер частиц в этих образцах почти одинаков, как и материал, из которых они изготовлены.

Таким образом, проведенные эксперименты хорошо согласуются с предложенной математической моделью контроля размеров мелкодисперсных частиц.

В четвертой главе описан метод контроля размеров мелкодисперсных частиц в жидкой среде, приведен алгоритм работы программного обеспечения, реализующий указанный метод.

Для проведения измерений необходимо подготовить несколько объемов образца различной концентрации. Для получения надежных результатов необходимо наличие не менее трех объемов образца в широком диапазоне концентраций.

Калибровка производится следующим образом. В кювету наливается дистиллированная вода, после чего производится калибровка источника света. Увеличение видеокамеры выбирается таким образом, чтобы калибровочная рамка тест-объекта соответствовала границе кадра.

После калибровки в кювету вместо дистиллированной воды помещается первая концентрация образца. Кадр, содержащий изображение тест-объекта обрабатывается с помощью программного обеспечения. В процессе обработки программным обеспечением на изображении выбирается десять строк пикселей на равном расстоянии между ними и перпендикулярных светлым штрихам тест-объекта. На основании этого значения находятся локальные максимумы и минимумы для каждой пары штрихов в каждой строке и определяются их средние значения.

По полученным величинам определяются значения логарифма максимума сигнала и логарифма оптического контраста:

$$\lg K = \lg \frac{S_{\max} - S_{\min}}{S_{\max} + S_{\min}}. \quad (12)$$

После обработки первого кадра, соответствующего первой концентрации, в кювету помещается вторая концентрация. Процедура вычислений полностью повторяется. Аналогично выполняются измерения для всех подготовленных концентраций образца. Для аппроксимации полученных зависимостей применяется метод наименьших квадратов. По имеющимся результатам вычисляются коэффициенты линейного уравнения.

Таким образом, каждой паре штрихов соответствует пара коэффициентов k и b линейного уравнения, являющиеся характеристикой размеров мелкодисперсных частиц. Указанные коэффициенты определяются с точностью до тысячных.

Для оценки адекватности полученных уравнений используется коэффициент детерминации R^2 . Если значение коэффициента детерминации составляет менее критического значения R^2_{\min} , который задается оператором, делается вывод о неприемлемости полученной аппроксимации. Если ни одно из уравнений не отвечает установленным требованиям, дальнейшие операции не проводятся.

Полученное значение тангенса угла наклона сравнивается с эталонным. Для определения степени соответствия выбранной эталонной модели данному образцу одновременно подсчитывается коэффициент детерминации. Если полученное зна-

чение составляет менее установленного допуска, делается вывод о том, что выбранная эталонная модель не является подходящей для данного образца. В противном случае оператор получает информацию о найденном размере мелкодисперсных частиц, соответствующем размеру частиц подходящего эталона. Таким образом, описанный метод и его реализация позволяют определять размер мелкодисперсных частиц образца известного вещества при наличии в базе данных эталонных значений.

Принцип контроля размеров мелкодисперсных частиц гидрозоля позволил также разработать экспресс-метод контроля мелкодисперсных частиц, применение которого возможно на производстве. Метод позволяет практически мгновенно получать данные о соответствии размеров частиц исследуемого образца эталонным частицам.

Суть экспресс-метода контроля размеров мелкодисперсных частиц в жидкой среде состоит в получении величины десятичного логарифма максимума сигнала и десятичного логарифма оптического контраста в изображении тест-объекта и сравнении ее с заданными значениями, полученными с помощью эталонных образцов.

Для того чтобы образец был признан удовлетворяющим установленным требованиям, необходимо, чтобы значения логарифма максимума сигнала и логарифма оптического контраста лежали в пределах установленных допусков.

Таким образом, описанный экспресс-метод и его реализация позволяют осуществлять контроль размеров мелкодисперсных частиц и могут быть использованы в условиях производства мелкодисперсных частиц.

Методическая погрешность метода составила 5,1%. Реальная погрешность определена путем сравнения экспериментальных значений для частиц одного размера, но разных производителей. Значение погрешности составило 2,9%.

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ И РЕЗУЛЬТАТЫ РАБОТЫ

1. Разработаны методы и средство контроля размеров мелкодисперсных частиц в жидкой среде диаметрами от 50 нм до 1000 нм с использованием тест-объекта в виде параллельных штрихов и ПЗС-видеокамеры. Лабораторный метод состоит в определении тангенса угла наклона зависимости логарифма контраста изображения тест-объекта от логарифма максимума сигнала при изменении концентрации вещества в жидкой среде. Экспресс-метод заключается в сравнении полученных значений оптического контраста и максимума сигнала с эталонными значениями.

2. Разработана графоаналитическая модель контроля размеров мелкодисперсных частиц по контрасту изображения тест-объекта, основанная на законе Бугера – Ламберта - Бера. Модель позволяет теоретически оценить влияние размеров мелкодисперсных частиц на тангенс угла наклона графика зависимости десятичного логарифма контраста от десятичного логарифма максимума сигнала в изображении тест-объекта, которая подтверждена экспериментально.

3. Разработан тест-объект в виде пары параллельных светлых штрихов, который обеспечивает контроль размеров мелкодисперсных частиц в широком диапазоне и высокую чувствительность. Тест-объект выполнен на прозрачном материале. Первая пара имеет коэффициент заполнения 0,84 и размеры светлых штрихов 0,6

мм, вторая пара имеет коэффициент заполнения 0,86 и размеры светлых штрихов 1,2 мм, третья пара имеет коэффициент заполнения 0,46 и размеры светлых штрихов 0,9 мм. Установлено, что только третья пара штрихов обеспечивает контроль размеров мелкодисперсных частиц в широком диапазоне и с наименьшей погрешностью.

4. Разработан программно-аппаратный комплекс, позволяющий контролировать размеры мелкодисперсных частиц в жидкой среде. На основе разработанной графоаналитической модели исследованы изменения контраста изображения тест-объекта в зависимости от размеров и концентрации частиц. Для исследований были использованы стандартные образцы частиц монодисперсного полистирольного латекса диаметрами $51,4 \pm 0,6$ нм, $95,6 \pm 1,2$ нм и $504,5 \pm 6,4$ нм производства компании Polysciences Inc., калиброванные по стандартным образцам Национального института стандартов и технологий США (NIST), и государственные стандартные образцы гранулометрического состава (монодисперсный полистирольный латекс) Д050 и Д100 содержащие частицы среднего диаметра 520 нм и 1130 нм соответственно производства ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» (г. Санкт-Петербург). На основе эталонных образцов мелкодисперсных частиц получена погрешность 3%. Зависимость носит линейный характер, коэффициент детерминации при аппроксимации экспериментальных данных составил более 0,99. Экспериментально установлено, что при изменении диаметра частиц на 3%, тангенс угла наклона изменяется на 6%, что соответствует реальной погрешности 3%.

5. Проведены исследования зависимости контраста изображения тест-объекта от размеров мелкодисперсных частиц алмазного гидрозоля диаметрами 160 нм производства ОАО «Федеральный научно-производственный центр «Алтай». Установлено, что при изменении показателя преломления мелкодисперсных частиц сохраняется линейная зависимость десятичного логарифма контраста от логарифма максимума сигнала. При увеличении показателя преломления тангенс угла наклона уменьшается. Для мелкодисперсных частиц алмазного гидрозоля диаметром 180 нм тангенс угла наклона составил 1,03.

6. Разработанный метод контроля размеров мелкодисперсных частиц внедрен в учебный процесс в Алтайском государственном техническом университете на кафедре физики и технологии композиционных материалов и в ОАО ПО «Алтайский шинный комбинат».

7. Экспериментально установлено, что метод способен обеспечить контроль мутных сред по оптическому контрасту. При этом получена более высокая чувствительность, чем при использовании прибора-фотокolorиметра КФК-3, который рекомендован по ГОСТ 3351-74.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ РАБОТЫ ОТРАЖЕНЫ В СЛЕДУЮЩИХ ПУБЛИКАЦИЯХ

Статьи в изданиях, рекомендованных ВАК РФ для представления основных научных результатов кандидатской диссертации

1. Кальной Д.Г., Пронин С.П. Сравнение метода контроля мутности по оптическому контрасту с турбидиметрическим методом // Естественные и технические науки. - № 2(46) 2010 г. – С. 341 – 346.

2. Кальной Д.Г., Пронин С.П. Моделирование процесса контроля размеров и концентрации мелкодисперсных частиц по оптическому изображению тест-объекта // Ползуновский вестник. - № 2 / 2010. – С. 134 – 138.

Статьи в других изданиях

3. Кальной Д.Г., Пронин С.П. Исследование зависимости контраста, максимального и минимального сигналов в изображении тест-объекта от оптической плотности жидкости // Ползуновский альманах. - № 2 / 2009. – С. 132-134.

4. Кальной Д.Г., Пронин С.П. Метод контроля размеров частиц по изменению контраста в изображении штрихов тест-объекта // Прикладные аспекты химической технологии полимерных материалов и наносистем («Полимер-2010»): тезисы и доклады IV Всероссийской научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых 17-19 июня 2010 / Алт. гос. техн. у-нт, БТИ. – Бийск: Изд-во Алт. гос. техн. ун-та, 2010. – 160 с. – С. 62-64.

5. Кальной Д.Г., Пронин С.П. Оценка применимости функции Бесселя при измерении размеров малых частиц // XV Международная научно-практическая конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Современные техника и технологии» / Сборник трудов в 3-х томах. Т. 3. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2009. – 604с. – С. 495–496.

6. Кальной Д.Г., Пронин С.П. Моделирование процесса измерения наночастиц с использованием штриховой пирамидальной миры // II ВСЕРОССИЙСКАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ «Многомасштабное моделирование процессов и структур в нанотехнологиях». Сборник тезисов докладов. М.: МИФИ, 2009. – 492 с. – С. 191-192.

7. Пронин С.П., Кальной Д.Г. Теоретическая оценка изменения оптического сигнала в плоскости изображения объектива от геометрических размеров тест-объекта и радиуса мелкодисперсной частицы // Измерение, контроль, информатизация: Материалы десятой международной научно-технической конференции. Под ред. Л.И. Сучковой. – Барнаул: АлтГТУ, 2009. – 85 – 89 с.

8. Кальной Д.Г., Пронин С.П. Математическая модель измерения показателя рассеяния по контрасту в изображении тест-объекта в виде парных штрихов // Компьютерная интеграция производства и ИПИ-технологии. / Сборник материалов четвертой Всероссийской научно-практической конференции. – Оренбург: ИПК ГОУ ОГУ, 2009. – 576 с. – С. 208-209.

9. Кальной Д.Г., Пронин С.П. Контроль концентрации аэрозоля по контрасту в изображении пирамидальной миры // Измерение, контроль, информатизация: Материалы девятой международной научно-технической конференции. Под ред. Л.И. Сучковой. – Барнаул: АлтГТУ, 2008. – 300 с. – С. 39 – 42.

10. Кальной Д.Г., Пронин С.П. Исследование факторов изменения контраста в изображении пирамидальной миры при контроле запыленности воздушной среды // Ползуновский альманах. - № 2 / 2008. – С. 107.