

*Калугин В.В.<sup>1</sup>, Контуш С.М.<sup>2</sup>, Гимп А.В.<sup>1</sup>, Машиненко К.П.<sup>1</sup>*

*<sup>1</sup>ООО Новатек-электро, Одесса,*

*<sup>2</sup>Одесская государственная академия холода*

### **Измерение дисперсности порошков с помощью автоматизированной системы определения дисперсности АСОД–300**

*Представлено описание прибора для измерения дисперсного (гранулометрического) состава порошков и в некоторых случаях – аэрозолей в диапазоне размеров частиц 5–300 мкм. Его работа основана на регистрации тени отдельных частиц в лазерном луче при их движении в потоке воздуха. Для анализа порошков небольшая навеска распыляется так, чтобы в образующейся аэрозольной среде отсутствовали агрегаты частиц. С помощью встроенного микроконтроллера производится цифровая обработка возникающих импульсов, и затем в течении 1–2 мин на жидкокристаллическом дисплее строится функция распределения частиц по размерам. Даны примеры определения дисперсного состава порошков некоторых веществ.*

Порошки различных веществ находят широкое применение в современной технологии (абразивные порошки, шлиф-порошки, порошковая металлургия, порошковые краски, сыпучие строительные материалы, пылеугольные горючие вещества, пищевая и фармацевтическая промышленность и т.д.). Свойства порошков чрезвычайно зависят от размеров частиц. Соответственно весьма актуальной является задача измерения размеров частиц в порошках и/или функции распределения частиц по размерам. Классическим (прямым) методом проведения таких измерений является так называемый дисперсный микроскопический анализ, когда частицы порошка наносятся на прозрачную подложку (предметное стекло) и их размер определяется с помощью окулярной сетки подходящего микроскопа. Если необходимо определить функцию распределения частиц по размерам, проводятся измерения размеров многих частиц, и затем строится дифференциальная или интегральная кривая распределения частиц по размерам. Резко увеличивается скорость микроскопического анализа путем использования видеокамеры (цифрового фотоаппарата), присоединенной к окуляру микроскопа. Соответствующие компьютерные программы почти мгновенно проводят процедуру распознавания изображений частиц, и дают сведения об их размерах с учетом отличия их формы от сферической. Чаще всего с помощью такой методики (визуальной либо компьютерной) определяется так называемый проекционный размер [1–3].

Еще один метод измерения размеров частиц, взвешенных в воздухе либо в жидкости, реализуется в так называемых фотоэлектрических счетчиках частиц [3]. В этих приборах регистрируется интенсивность света, рассеянного отдельными частицами, либо их тень, и по амплитуде возникающих электрических импульсов определяют размер частиц (с помощью подходящих электронных

устройств). Такой методический подход известен как SPOS-метод – single particle optical sizing (оптический метод измерения размеров отдельных частиц) [4].

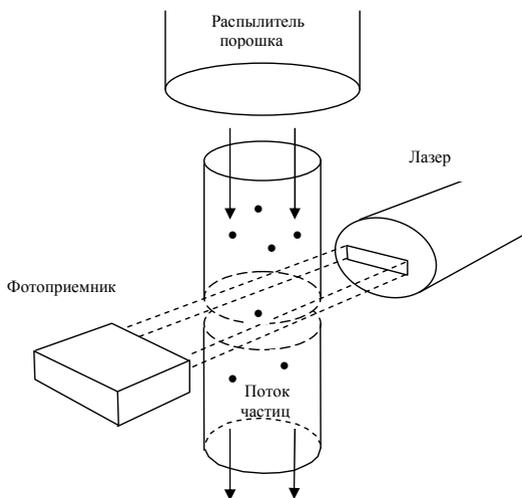
Измерения дисперсности порошков фотоэлектрическими счетчиками аэрозольные частицы, регистрирующие рассеянный свет, практически не проводятся по двум причинам. Во-первых, достаточно трудно перевести порцию порошка в аэрозольное состояние; во-вторых, частицы разной природы рассеивают свет по-разному из-за разницы в коэффициентах преломления света разными веществами. Фотоэлектрические счетчики одиночных частиц используются и в случае суспензий, и именно для этого случая разработаны приборы, в которых регистрируется тень частиц, что позволило резко уменьшить зависимость измерений от оптических параметров системы [3].

Большое распространение для измерения дисперсности порошков получили оптические методы, в которых из порошка готовится суспензия, и далее измеряется интенсивность света, рассеянного коллективом частиц под разными углами (дифракционные методы или SLS-методы, static light scattering). Однако недостатком таких методов является необходимость решения так называемой обратной задачи для нахождения функции распределения частиц по размерам на основании вышеуказанных измерений [5].

В разработанной автоматизированной системе определения дисперсности порошков производится прямое измерение размеров частиц по их тени, которая образуется при пересечении частиц в среднем по одной тонкого светового (лазерного) луча. Чаще всего такой метод используется для изучения суспензий [6].

Схема измерительного блока системы приведена на рис.1. Он состоит из двух основных частей – фотоэлектрической ячейки измерения размеров частиц и дозатора-распылителя порошка. В фотоэлектрической ячейке диодный лазер создает плоский луч света, пересекающий поток воздуха с частицами. Этот поток света падает на фотоприемник (фотодиод), который генерирует некоторую постоянную разность потенциалов. При пересечении одной частицей лазерного луча освещенность фотоприемника падает, и на входе регистрирующей схемы возникает короткий отрицательный импульс (рис.2). Если толщина светового луча больше диаметра частицы, то амплитуда этого импульса будет пропорциональна проекционному размеру частицы. В другом случае, когда размер частицы значительно больше толщины луча, размер частицы можно определить по длительности импульса (при постоянной скорости движения частиц).

Важнейшим свойством такого метода измерений является тот факт, что при стабильной освещенности фотоприемника и известном сечении луча света ее уменьшение дает прямую информацию о размере частицы, и поэтому, в отличие от других методов измерений, система не требует калибровки, то есть не требуется проверка ее работы с помощью порошков с известным распределением частиц по размерам. Например, пусть сечение светового луча равно  $0.5 \times 0.05 \text{ мм}^2$  ( $500 \times 50 \text{ мкм}^2$ ), мощность светового излучения в этом сечении – 0.2 мВт. Легко подсчитать, что частица диаметром 10 мкм поглотит из полного потока света долю, равную  $3 \cdot 10^{-3}$ . Следовательно, поток света уменьшится на  $6 \cdot 10^{-4}$  мВт. Пусть чувствительность фотоприемника равна 0.5 А/Вт, а коэффи-

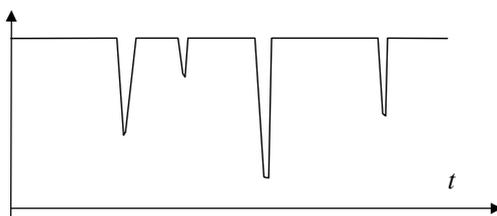


*Рис.1. Принципиальная схема измерений размеров частиц теньвым методом*

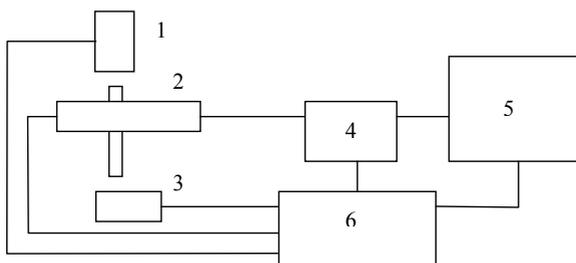
коэффициент преобразования равен  $10^6$  Ом. Тогда изменение входного тока составит  $3 \cdot 10^{-7}$  А, напряжения – 0.3 В. Современная электроника вполне способна измерить такое изменение разности потенциалов, так как уровень шума системы усилитель плюс лазер составляет величину порядка 10 мВ. Более того, вполне можно уменьшить сечение светового луча, увеличить мощность лазера, регистрировать сигналы порядка 50 мВ и тем самым снизить порог чувствительности счетчика до 1-2 мкм.

Для введения частиц порошка в фотоэлектрическую ячейку служит распылитель, установленный над этой ячейкой. В нем из небольшой порции порошка с помощью центробежного устройства образуется аэрозоль, в которой полностью разрушены агрегаты частиц. Параметры распылителя выбраны таким образом, что счетная концентрация частиц в аэрозоли невелика, и при ее движении через фотоэлектрическую ячейку частицы пересекают световой луч практически по одной.

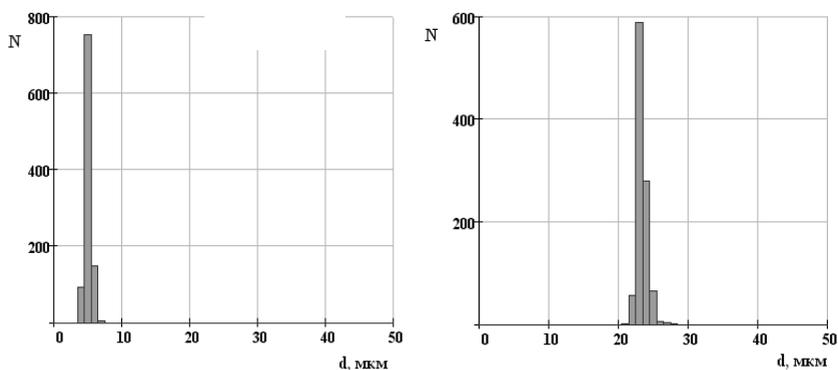
Полная блок-схема АСОД-300 приведена на рис.3. Наряду с фотоэлектрической ячейкой и распылителем-дозатором, система содержит электронный блок, регистрирующий сигналы от фотоприемника, и блок обработки электрических импульсов. Последний служит для преобразования сигналов в цифровую форму и их селекции по амплитуде или длительности для построения распределения частиц по размерам.



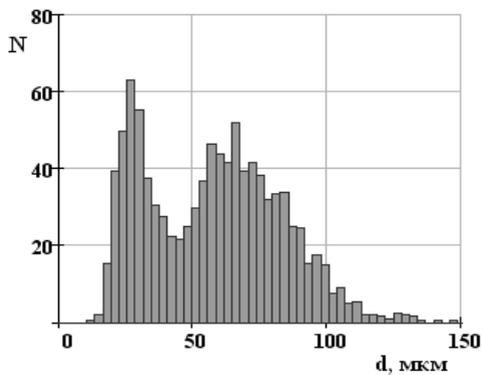
**Рис.2.** Импульсные сигналы на фотоприемнике.



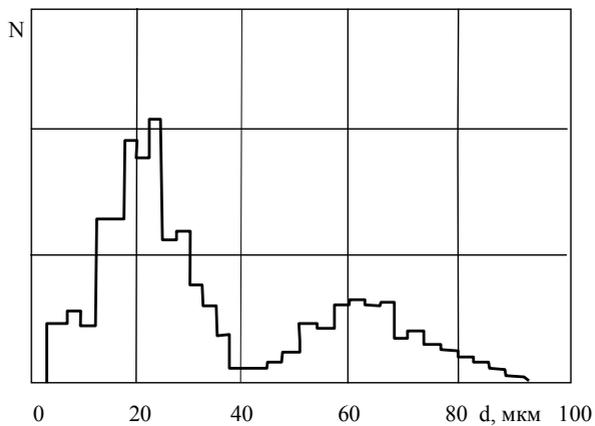
**Рис.3.** Блок-схема автоматизированной системы определения дисперсности порошков АСОД-300: 1 – распылитель, 2 – электронно-оптический блок, 3 – насос, 4 – блок преобразования сигналов, 5 – дисплей, 6 – блок питания



**Рис.4.** Примеры измерений распределений по размерам почти монодисперсных частиц (слева – частицы латекса, справа – монодисперсные капли воды).



*Рис.5. Распределение частиц по размерам для пробы титанового порошка, полученной смешением двух разных фракций*



*Рис.6. То же распределение частиц по размерам, что и на рис.5, полученное с помощью цифрового микроскопа*



*Рис.7. Общий вид прибора АСОД-300*

Приведенные на рис. 4-7 результаты измерений показывают, что разработанная система определения дисперсного состава порошков имеет ряд преимуществ по сравнению с известными устройствами. Так, найдено хорошее совпадение результатов измерений размеров монодисперсных капель и частиц латекса с расчетными данными, что позволяет не проводить процедуру градуировки. Сравнение данных, полученных на разработанной системе и с помощью цифрового микроскопа, подтверждают сложность приготовления репрезентативной пробы на предметном стекле, так как частицы порошка далеко не всегда отделены друг от друга. Поэтому процедура измерений на микроскопе носит во многом субъективный характер при выборе того либо иного поля зрения, что приводит к большим ошибкам. Использование распылителя в АСОД-300 практически исключает такие ошибки. Прямое измерение размеров частиц с помощью этой системы особенно полезно в случае, когда порошки имеют два и более максимумов в распределении частиц по размерам. Это наглядно подтверждается измерениями, проведенными для смеси двух фракций порошка титана с помощью прибора АСОД-300 (рис.5) и цифрового микроскопа (рис 6).

Наконец, во всех случаях использование АСОД-300 дает преимущество по времени измерений, так как однократное измерение занимает время порядка нескольких минут с учетом короткого подготовительного этапа.

### Литература:

1. Коузов П.А. Основы анализа дисперсного состава промышленных пылей и измельченных материалов. – Л.: Химия, 1974. – 279с.
2. Градус Л.Я. Руководство по дисперсионному анализу методом микроскопии. М.: Химия, 1979. – 232 с.
3. Беляев С.П., Никифорова Н.К., Смирнов В.В., Щелчков Г.И. Оптико-электронные методы изучения аэрозолей. – М., Энергоиздат, 1981. – 232 с.
4. White D. J. PSD measurement using the single particle optical sizing (SPOS) method. – Geotechnique 53, (2003). №. 3, PP. 317–326.
5. Анализатор “Analizette-22” фирмы Fritsch GmbH, Германия ([www.fritsch.de/russian](http://www.fritsch.de/russian))
6. Hokanson J.V., Reed B.W. Apparatus and method for particle analysis. Patent USA, No. 5426501 от 20.06.1995 г.

**Калугін В.В., Контуш С.М., Гімн А.В., Машненко К.П.**

### **Вимірювання дисперсності порошків з допомогою автоматичної системи визначення дисперсності АСВД–300**

#### АНОТАЦІЯ

*Представлений опис приладу для вимірювання дисперсного (гранулометричного) складу порошків і в деяких випадках – аерозолів в діапазоні розмірів частинок 5-300 мкм. Його робота заснована на реєстрації тіні окремих частинок в лазерному промені при їх русі в потоці повітря. Для аналізу порошків невелике навішування розпилюється так, щоб в аеросуспензії, що утворюється, були відсутні агрегати частинок. За допомогою вбудованого мікроконтролера проводиться цифрова обробка виникаючих імпульсів, і потім в перебігу 1-2 мін на рідкокристалічному дисплеї будується функція розподілу частинок за розмірами. Дані приклади визначення дисперсного складу порошків деяких речовин.*

**Kalugin V.V., Kontush S.M., Gimn A.V., Mashnenco K.P.**

#### SUMMARY

*Description of device is presented for measuring of dispersion composition of powders and on occasion – aerosols in the range of sizes of particles of 5-300 μ. His work is based on registration of shade of separate particles in a laser ray at their motion in a blast. For the analysis of powders a small portion is sprayed so that the aggregates of particles were absent in formed aerosol. By built-in microcontroller digital treatment of nascent impulses is made, and then in the flow of 1-2 mines on a liquid-crystal display the function of distributing of particles is built on sizes. The examples of determination of dispersion composition of powders of some matters are given*