

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт проблем химико-энергетических технологий
Сибирского отделения Российской академии наук (ИПХЭТ СО РАН)

На правах рукописи

МЕЦЛЕР ЭДУАРД АНДРЕЕВИЧ

**ОПТИЧЕСКИЙ МЕТОД ДИСТАНЦИОННОЙ ЭКСПРЕСС-
ДИАГНОСТИКИ ДИСПЕРСНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК ДВУХФАЗНЫХ
СРЕД**

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

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель:
доктор физико-математических наук,
доцент А.А. Павленко

Бийск 2018

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение.....	5
Глава 1. Обзор методов измерения и контроля размеров мелкодисперсных частиц	13
1.1 Методы микроскопирования	13
1.2 Ситовый анализ	16
1.3 Седиментометрические методы анализа	18
1.4 Кондуктометрический метод	20
1.5 Бесконтактные методы определения дисперсности частиц	22
1.5.1 Метод спектральной прозрачности	23
1.5.2 Турбидиметрический высокоселективный метод	24
1.5.3 Метод малых углов	26
1.5.4 Метод полной индикатрисы.....	28
1.5.5 Модифицированный метод малоуглового рассеяния	30
1.5.6 Лидарный метод	33
1.5.7 Метод динамического рассеяния света	34
1.5.8 Особенности измерений ослабления лазерного излучения в оптически плотных субмикронных дисперсных средах.....	35
Выводы по первой главе.....	41
Глава 2. Теоретические основы разработки метода спектральной прозрачности на дискретных длинах волн	43
2.1 Решение обратных задач оптики аэрозолей	46
2.1.1 Выбор параметра регуляризации при решении обратной задачи.....	49
2.2 Описание совокупности частиц с использованием аналитических функций.....	51
2.3 Разработка метода восстановления функции распределения частиц по размерам.....	54

2.3.1 Модификация методики измерения среднего объемно-поверхностного диаметра частиц	59
2.3.2 Изменение информативного диапазона определения среднего объемно-поверхностного диаметра частиц	63
2.4 Оценка необходимого числа длин излучения волн для зондирования двухфазных сред.....	64
2.5 Оценка работоспособности разработанного алгоритма решения обратной задачи оптики аэрозолей	68
Выводы по второй главе.....	71
Глава 3. Экспериментальная установка измерения параметров дисперсности двухфазных сред.....	72
3.1 Анализ формирования многоволнового пучка зондирующего лазерного излучения	73
3.1.1 Схема формирования многоволнового пучка лазерного излучения с использованием призмы.....	74
3.1.2 Схема формирования многоволнового пучка лазерного излучения с использованием отражательной дифракционной решетки.....	75
3.1.3 Схема формирования многоволнового пучка с использованием оптоволокна	76
3.1.4 Схема формирования многоволнового пучка лазерного излучения с использованием револьверты и телескопической системы.....	78
3.1.5 Схема формирования многоволнового пучка с использованием полупрозрачных зеркал и дихроических зеркал.....	79
3.2 Определение линейного режима работы фотоприемников.....	81
3.3 Проверка условий применимости закона Бугера-Ламберта-Бера прямого оптического излучения	87
3.4 Разработка экспериментальной установки для восстановления функции распределения частиц по размерам.....	91
Выводы по третьей главе.....	95

Глава 4. Исследование дисперсных характеристик двухфазных сред	96
4.1 Экспериментальное исследование динамики среднего объемно-поверхностного диаметра частиц	97
4.2 Экспериментальное определение функции распределения частиц по размерам двухфазной среды	103
Выводы по четвертой главе	115
Заключение	116
Список сокращений и условных обозначений.....	118
Список литературы	119
Приложение А (справочное) Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ № 2017610241(копия).....	132
Приложение Б (справочное) Акт использования результатов работы в БТИ АлтГТУ.....	133
Приложение В (справочное) Акт использования результатов работы в ИПХЭТ СО РАН	134
Приложение Г (справочное) Акт использования результатов работы в НИИ ПММ ТГУ	135

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность работы. Субмикронные аэрозольные системы широко распространены и часто встречаются в природе. Они нашли применение во многих отраслях промышленности, современной технике. Контроль дисперсных характеристик аэрозольных сред (концентрации и размеров частиц) остается одной из актуальных научных и технических задач [1-8]. Дисперсный состав частиц в аэрозольных средах является важнейшей характеристикой, которая зачастую определяет эффективность технологических процессов, а также состояние окружающей среды.

Существует большое количество методов измерения размеров частиц двухфазных дисперсных сред. Эти методы основаны на различных физических эффектах. При этом актуальна задача разработки бесконтактных методов, как не вносящих возмущений в контролируемую среду [3-4, 7-9].

Большинство промышленных установок по контролю гранулометрического состава частиц относится к анализаторам с предварительным отбором проб. При таком контроле важно обеспечить представительность проб, то есть соответствие отобранного образца реальному контролируемому объекту, что достаточно трудно, а иногда невозможно осуществить, особенно для быстропротекающих процессов. Для жидкокапельных аэрозолей метод отбора не применим, что является одним из недостатков пробоотборных методов. На практике часто требуется оперативное получение информации о состоянии окружающей среды, среды в жилых и производственных помещениях и при контроле дисперсности двухфазной среды в условиях распыления, осаждения, коагуляции, испарения частиц.

Исходя из вышесказанного следует, что создание средства контроля и диагностики, удовлетворяющего следующим требованиям: возможность контроля *in situ* (то есть, на месте, размещение оборудования в полевых условиях); универсальность (контроль сред как с жидкой, так и с газообразной дисперсионной средой); экспрессность получения результатов; высокое временное разрешение;

большая длина оптического пути (до нескольких метров); возможность работы с оптически плотными средами; дистанционность измерений; портативность аппаратуры – является актуальной задачей.

Степень разработанности темы. Для контроля дисперсности в реальных двухфазных потоках, аэрозольных образованиях существует ограниченный парк приборов, например, измерительный комплекс Spraytec (компания «Malvern Instruments», Great Britain), измерительная установка «ТИПАС-1» (турбидиметрический измеритель параметров аэрозольных сред, разработанный в ИПХЭТ СО РАН). Но применение этих приборов ограничено для некоторых типов задач, таких как измерение размеров частиц в дисперсных средах, имеющих большую спектральную оптическую плотность или протяженные пространственные зоны контроля. Эти ограничения связаны с особенностями методов измерения и их реализацией. Однако использование источников узкоколлимированного, монохроматического излучения на различных длинах волн (лазеров) при реализации турбидиметрического принципа измерений позволит создать метод и измерительную установку, позволяющую проводить экспресс измерения дисперсности двухфазных дисперсных сред с высоким временным разрешением в широком диапазоне спектральной оптической плотности.

Работа направлена на развитие и модификацию турбидиметрического метода (метода спектральной прозрачности) измерения дисперсности двухфазных сред путем перехода от использования источника излучения с непрерывным спектром к источнику излучения с набором дискретных длин волн зондирующего лазерного излучения с рабочим названием «Метод спектральной прозрачности с дискретными длинами волн» (СПДВ). Приемником оптического излучения вместо спектрометра в этом случае является набор фотодиодов с системой селекции длин волн. К преимуществам разрабатываемого метода относятся:

- возможность диагностики дисперсных сред с большой (до нескольких метров) длиной оптического пути за счет использования коллимированного монохроматического излучения;

- возможность контроля оптически плотных сред с обеспечением применимости закона Бугера-Ламберта-Бера;
- повышение точности измерения ослабления излучения за счет увеличения отношения сигнал/шум при использовании фотодиодов в качестве приемников излучения;
- компактность, мобильность, портативность экспериментальной установки, возможность использования в лабораторных, производственных и полевых условиях.

Объектом исследования являются двухфазные дисперсные среды.

Предметом исследования являются оптические методы контроля дисперсных характеристик двухфазных сред.

Целью работы является разработка метода контроля и экспериментальной установки для измерения дисперсных характеристик нано- и субмикронных частиц двухфазных сред с большой спектральной оптической плотностью и программно-аппаратного комплекса с автоматизированной системой обработки экспериментальных данных.

Задачи исследования

1. Разработать математическую модель метода для измерения функции распределения частиц по размерам с использованием априорной информации об экспериментально измеренном значении среднего объемно-поверхностного диаметра частиц при контроле дисперсности исследуемой среды.

2. Разработать экспериментальную многочастотную лазерную установку для измерения функции распределения частиц по размерам, концентрации и среднего объемно-поверхностного размера частиц двухфазных сред с большой спектральной оптической плотностью.

3. Разработать программно-аппаратный измерительный комплекс, реализующий метод измерения динамики дисперсности частиц при экспресс-диагностике дисперсных характеристик двухфазных сред.

4. Провести верификацию разработанного метода СПДВ при измерении дисперсности частиц с использованием разработанной экспериментальной установки и современных измерительных установок: измерительного комплекса «Spraytec» («Malvern Instruments», GBR), измерительной установки «ТИПАС-1» (ИПХЭТ СО РАН).

Научная новизна работы

Разработана новая методика измерения среднего объемно-поверхностного диаметра частиц двухфазных сред, с методической погрешностью, не превышающей заданного значения, что повышает корректность поиска решения за счет учета процессов взаимодействия зондирующего излучения со средами с различной степенью дисперсности.

Разработана методика измерения функции распределения нано- и субмикронных частиц по размерам двухфазных сред, основанная на решении обратной задачи оптики аэрозолей методом регуляризации в ансамбле гладких функций с привлечением априорной информации в виде измеренного значения среднего объемно-поверхностного диаметра частиц, что упрощает процесс вычисления параметров функции распределения частиц по размерам.

Теоретически и экспериментально показана возможность дистанционного измерения динамики дисперсного состава двухфазных сред большой спектральной оптической плотности в непрерывном режиме. Разработан программно-аппаратный комплекс контроля дисперсных характеристик двухфазных сред.

При решении обратной задачи оптики аэрозолей с применением турбидиметрического метода показана возможность восстановления функции распределения частиц по размерам с использованием оптимального количества дискретных длин волн зондирующего излучения.

Практическая значимость состоит в разработке и непосредственной реализации метода СПДВ на базе созданной экспериментальной установки, позволяющей в автоматическом режиме в реальном масштабе времени измерять

дисперсный состав и концентрацию частиц при контроле дисперсных характеристик двухфазных сред.

Работы проводились в рамках проекта фундаментальных исследований СО РАН по приоритетному направлению V.49 «Фундаментальные исследования в области химии и материаловедения в интересах обороны и безопасности страны»; грантов Российского фонда фундаментальных исследований (РФФИ) № 15-32-50547 «Развитие метода турбидиметрической диагностики субмикронных аэрозольных сред большой оптической плотности» и № 16-32-50111 мол_нр «Развитие оптического метода определения характеристик дисперсности аэрозольных сред».

Методология работы и методы исследований. В процессе выполнения работы применялись как теоретические, так и экспериментальные методы исследования, направленные на достижение поставленной цели. Применялось физико-математическое моделирование взаимодействия оптического излучения с дисперсной средой. Результаты, полученные при проведении экспериментальных работ с использованием экспериментальной установки, сравнивались с данными полученных с использованием других современных измерительных комплексов и установок.

Положения, выносимые на защиту

1. Методика определения функции распределения нано- и субмикронных частиц по размерам двухфазных сред, основанная на решении обратной задачи оптики аэрозолей по экспериментальным данным об ослаблении оптического излучения на дискретных длинах волн.

2. Программное обеспечение, реализующее разработанный метод определения динамики дисперсных характеристик двухфазных сред, программно-аппаратный комплекс, выполняющий сбор и обработку измерительной информации в автоматическом режиме.

3. Экспериментальная лазерная портативная установка для дистанционного определения динамики среднего размера, концентрации и функции распределения частиц по размерам при контроле дисперсных характеристик двухфазной среды.

4. Верификация разработанного метода определения дисперсности частиц с использованием разработанной экспериментальной установки и современных измерительных установок: измерительной установки «ТИПАС-1», комплекса «Spraytec».

Достоверность полученных результатов основывается на:

- физической обоснованности и корректности постановки решаемых задач;
- использовании математически строгих преобразований в разработанной физико-математической модели;
- использовании современной измерительной техники высокой точности и выполнении калибровки измерительных приборов;
- верификации экспериментальных данных, полученных при измерении с использованием разработанного метода с данными, полученными с использованием других методов и измерительных установок.

Апробация работы. Результаты работы обсуждались на научно-технических семинарах Лаборатории физики преобразования энергии высокоэнергетических материалов ИПХЭТ СО РАН, а также обсуждались на конференциях различного уровня: III Всероссийской научно-практической конференции молодых ученых и специалистов «Материалы и технологии XXI века» (г. Бийск, 2013 г.); Всероссийской конференции «Информационные технологии в науке, экономике и образовании» (г. Бийск, 2013 г.); на XX, XXI и XXII Рабочих группах «Аэрозоли Сибири» (г. Томск, 2013 г., 2014 г., 2015 г.); XI, XII Всероссийской конференции «Измерения, автоматизация и моделирование в промышленности и научных исследованиях» (г. Бийск, 2014 г., 2017 г.); Международной конференции ATMOSPHERIC DUST (Italy, Castellaneta Marina, 2014 г.); на V, VI Всероссийской научно-технической конференции молодых ученых «Перспективы создания и применения конденсированных высокоэнергетических материалов» (г. Бийск,

2014 г., 2016 г.); XXIV Всероссийском семинаре с международным участием по струйным, отрывным и нестационарным течениям (г. Новосибирск, 2015 г.); на XII, XIV Международной конференции NEMs-2016, (Россия, г. Томск, 2016 г.); VI Международном симпозиуме «Энергетические материалы и их применение ISEM2017», (Япония, г. Сендай, 2017 г.); VIII Международном управленческом форуме «Алтай. Точки Роста» (г. Белокуриха, 2016 г.); XV Конференция молодых ученых «Взаимодействие полей и излучения с веществом» (г. Иркутск, 2017 г.); конкурсе инновационных и исследовательских проектов среди студентов, аспирантов и молодых специалистов наукограда Бийск «Молодые ученые Наукограда» «Разработка методики определения среднего объемно-поверхностного диаметра частиц субмикронных дисперсных сред» (г. Бийск, 2015 г.).

Личный вклад автора. Автором лично получены основные результаты, которые заключаются в формировании основных научных идей, создании математических моделей расчета, планировании и проведении экспериментальных исследований, обработке полученных данных, написании статей на основе интерпретации накопленных результатов, а также их реализация в технологических процессах.

Публикации. Материалы по теме диссертации изложены в 20 научных работах, в том числе в 6 статьях журналов, входящих в перечень ВАК. Получено 1 Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, 4 разделов, заключения, списка литературы из 108 наименований и 4 приложений. Диссертация изложена на 135 страницах машинописного текста, содержит 9 таблиц и 49 рисунков.

Автор выражает глубокую благодарность и искреннюю признательность своему научному руководителю, д.ф.-м.н. Павленко Анатолию Александровичу, консультанту к.т.н. Титову Сергею Сергеевичу за помощь в разработке новых алгоритмов, рекомендованную литературу и ценные замечания при обсуждении

результатов экспериментов, а также коллективу Лаборатории физики преобразования энергии высокоэнергетических материалов ИПХЭТ СО РАН за помощь в проведении экспериментов. Автор благодарит профессора Томского государственного университета, д.ф.-м.н. Архипова Владимира Афанасьевича за консультации по экспериментальным и теоретическим расчётам.

Глава 1. Обзор методов измерения и контроля размеров мелкодисперсных частиц

Актуальность задач по контролю основных параметров нано- и субмикронных частиц дисперсных сред возрастает в связи с интенсификацией применения таких сред в технологических процессах, научно-исследовательских и прикладных задачах. Такой интерес возникает вследствие развитой поверхности нано- и субмикронных частиц, что позволяет им активно взаимодействовать со средой или объектом. Однако на практике часто требуется производить оперативный контроль размеров частиц *in situ* в дисперсных средах, имеющих большую концентрацию частиц. Для решения подобных задач существует большое количество методов и средств измерения и контроля, большая часть которых базируется на методах с предварительным отбором проб, к тому же эти методы имеют существенные ограничения, связанные с пределами измерения концентрации частиц. Методы измерения дисперсности и концентрации частиц могут быть основаны на использовании несколько физических закономерностей и, наоборот, на одних и тех же физических явлениях, но использующие принципиально разное аппаратное обеспечение [1-4, 7-18]. При этом не существует универсального метода, который мог бы использоваться в большинстве приложений. Таким образом, для разработки нового метода требуется провести анализ существующих методов измерения размеров частиц. На основе анализа методов установить метод, подходящий для решения поставленной задачи.

1.1 Методы микроскопирования

Для данного метода измеряемый диапазон частиц может варьироваться от единиц нанометров до единиц миллиметров. Этот метод предназначен для анализа статических двухфазных дисперсных сред. Методы микроскопирования относятся

к методам с предварительным отбором проб. Этот класс методов требует обеспечения представительности пробы, требователен к подготовке отобранной пробы (например, помещение иммерсионной жидкости между образцом и объективом; напыление слоя платины на частицы, относящиеся к диэлектрикам при электронном микроскопировании). Данный метод не подходит для анализа частиц в течениях газа с взвешенными в нем твердыми или жидкими частицами.

В методах микроскопирования контроль гранулометрического состава пыли или порошка осуществлен с использованием визуализации отдельных частиц, агломератов и агрегатов. Данный метод основан на анализе изображения частиц, полученных либо прямым методом, то есть непосредственное наблюдение под микроскопом, либо фотоснимков или визуализации изучаемого объекта. Визуализация объекта исследования может быть получена различными методами, например, в методе сканирующей туннельной микроскопии используется туннельный ток между зондом и исследуемой частицей. Все методы микроскопирования сводятся к анализу изображения по принципу контраст-фон, при этом информативными параметрами являются число, форма и площадь проекции частиц [9, 10, 19-20].

К простейшей реализации относится оптическая микроскопия [19-23]. Где анализируются фотоснимки объекта измерения, с известным увеличением. Важнейшей характеристикой такой системы является разрешающая способность микроскопа, которая определяется выражением:

$$d_{\text{микр}} = \frac{\lambda}{2A_c}, \quad (1.1)$$

где λ – длина волны источника излучения; A_c – числовая апертура объектива.

Для анализа мелких частиц предъявляются особые требования по устранению оптических искажений (сферической и хроматической аберраций) и по увеличению разрешающей способности микроскопа. Устранение аберраций

осуществляется с использованием специальных ахроматических или апохроматических объективов. Увеличение разрешающей способности реализуется двумя способами: используется источник освещения с меньшей длиной волны; для увеличения численной апертуры пространство между линзой и объектом исследования заполняется иммерсионной жидкостью.

Значительно большую разрешающую способность можно получать, используя электронную микроскопию [19-21, 24-25]. Поскольку длина волны на несколько порядков меньше длины волны видимого оптического излучения, разрешающая способность существенно возрастает и может достигать $6 \cdot 10^{-6}$ мкм. В электронной микроскопии различают два способа регистрации излучения: сканирующую и просвечивающую электронную микроскопию. Диапазон размеров частиц анализируемых частиц для сканирующей электронной микроскопии составляет 0,001 – 5 мкм, а для просвечивающей электронной микроскопии составляет – 0,02 – 200 мкм. На рисунке 1.1 приведен внешний вид электронного микроскопа Carl Zeiss (Germany).



Рисунок 1.1 – Внешний вид электронного микроскопа Carl Zeiss

Использование методов микроскопирования для определения размеров частиц целесообразно в приложениях, где важной характеристикой является форма частиц, вследствие дороговизны измерительного оборудования и сложности отбора проб.

Общим недостатком методов микроскопирования является сложность подготовки представительной пробы, так как количество вещества, анализируемого с помощью микроскопа, мало для получения статистически приемлемых результатов.

В настоящее время основную часть парка приборов, основанных на методах микроскопирования, представляют измерительные комплексы с автоматизированной системой анализа изображений. Это позволяет решить проблемы погрешности оператора и значительно сократить время анализа. Современные системы контроля частиц (например, Camsizer фирмы «Retsch Technology», Germany, PIP9.0 фирмы «Olympus», Japan, Morphologi G3 компании «Malvern Instruments», Great Britain) позволяют полностью автоматизировать процесс измерения размеров частиц.

1.2 Ситовый анализ

Данный метод предназначен для измерения размеров частиц от 5 мкм до единиц миллиметров, используется для анализа статических двухфазных дисперсных сред (порошки). Этот метод требователен к представительности отбора пробы и предназначен для анализа твердых сыпучих двухфазных дисперсных сред.

Анализ дисперсного состава твердых частиц, основанный на их механическом разделении по крупности, называется ситовым анализом. Исследуемый образец (сыпучий порошок) загружается в сито с заранее известным размером ячеек, и вибрационным воздействием на сито образец разделяется на две части: остаток и проход. Обычно исследуемый образец просеивают через набор

таких сит, тем самым разделяя пробу на отдельные фракции. Размер текущей фракции ограничен размером ячейки сита. Размер ячейки сита – длина стороны квадрата. Информацию о дисперсности исследуемого образца получают взвешиванием остатка на каждом из сит и строят гистограмму распределения частиц по размерам [10, 26]. На рисунке 1.2 приведен внешний вид ситового анализатора частиц.



Рисунок 1.2 – Внешний вид ситового анализатора частиц

Минимальный размеров ячеек сит находится на уровне 5 мкм. Отношение длины ячейки сита к длине последующей ячейки (более мелкой) называется модулем набора и является постоянной величиной (1,6; 1,25; 1,12; 1,06). Сетка сита изготавливается из проволоки сплавов цветных металлов, капрона, шелка [26].

Существуют автоматизированные ситовые анализаторы (АС-200У фирмы «RO-TAP», Россия, MF S-D фирмы «KROOSH Technologies», Israel, AS 450 фирмы «Retsch Technology», Germany), в которых имеется функция автоматического взвешивания остатка и виброустановка (в некоторых приложениях используется ультразвуковое воздействие). Иногда вместо вибрации используют поток воздуха, проталкивающий образец через сита [10, 27].

Основной недостаток ситового анализа – интерпретация результатов измерения для частиц неправильной формы. Например, частицы игольчатой

формы могут проникать через размер сита, соответствующему наименьшему геометрическому размеру частицы. Другая проблема ситового анализа – это слипание частиц исследуемого образца. В таком случае применяют влажное просеивание или просеивание в жидкости, что существенно увеличивает время анализа и усложняет процедуру определения дисперсного состава образца.

На практике ситовый анализ со стороны оператора требует постоянного контроля засоренности сит, так как засорение ячеек сита может приводить к большой погрешности в определении размера частиц некоторых фракций.

1.3 Седиментометрические методы анализа

Данный метод предназначен для измерения размеров частиц от 0,3 до 200 мкм при анализе статических двухфазных дисперсных сред, требователен к представительности отобранной пробы и седиментационной устойчивости исследуемых частиц (частицы не должны слипаться во время оседания и не должны иметь отличную от шара формы), имеет большое время анализа для фракций мелкодисперсных частиц.

Анализ дисперсного состава, основанный на различной скорости осаждения частиц разных размеров в поле силы тяжести, либо в поле центробежных сил – называется седиментационный метод. Для сферической частицы с диаметром D в вязкой жидкости при малых числах Рейнольдса $Re < 1$, используя закон Стокса, можно получить формулу для оценки диаметра частиц по измеренной скорости стационарного осаждения u_0 [10, 26]:

$$D = \sqrt[2]{\frac{18u_0\mu}{(\rho_p - \rho)g}}, \quad (1.2)$$

где μ – коэффициент динамической вязкости жидкости; ρ_p – плотность материала частицы; ρ – плотность жидкости; g – ускорение свободного падения.

В таком методе более мелкие частицы оказывают влияние на броуновское движение, поэтому они под действием гравитационных сил практически не осаждаются [27]. Для упрощения процесса измерения на дно мерного сосуда помещают микровесы, которые через заданные промежутки времени измеряют массу осадка. По известной интегральной функции массы осадка от времени вычисляют дисперсный состав образца и строят гистограмму распределения частиц по размерам [10, 16, 27]. На рисунке 1.3 приведен внешний вид анализатора размеров частиц VI-DCP фирмы «Brookhaven Instruments», USA, использующего метод седиментационного центрифугирования.



Рисунок 1.3 – Внешний вид анализатора размеров частиц VI-DCP

В настоящее время широкое распространение получили фотоседиментометры [28]. Принцип действия основан на том, что световой пучок, проходя через исследуемую среду, ослабляется тем сильнее, чем больше концентрация частиц. Причем измерение ослабления света, прошедшего через исследуемую среду, ведется вдоль вертикальной оси всего измерительного объема. Такой подход позволяет повысить чувствительность и точность определения, увеличить надежность полученных результатов. В некоторых приложениях вместо оптического излучения применяют рентгеновское излучение.

Основным недостатком метода седиментации является большое время анализа мелкодисперсных частиц – до 10 часов. Это ограничивает применение метода при контроле дисперсности двухфазных сред непосредственно на производстве. При длительном времени седиментации в лабораторных условиях сложно обеспечить термостабильность, которая исключает конвекционные потоки. Кроме того, предъявляются определенные требования к дисперсной среде – она не должна быть седиментационно устойчива, то есть частицы дисперсной среды должны иметь одинаковую плотность, а их форма должна быть близка к шарообразной. В противном случае погрешность измерений высока [16].

Анализ дисперсного состава мелкодисперсных частиц проводят с использованием ультрацентрифуги, то есть метод скоростной седиментации. Нижняя граница размеров частиц данного метода может достигать сотен нанометров [15, 16, 28-30].

Основное отличие скоростной седиментации от рассмотренного выше метода седиментации состоит в том, что частицы движутся в поле центробежных сил при вращении центрифуги. Стоит отметить, что центробежное ускорение, действующее на частицу, зависит от скорости вращения центрифуги и от расстояния частицы от оси вращения.

Метод скоростной седиментации позволяют существенно сократить время анализа, так как воздействующие на частицу центростремительные силы на порядок превышают поле силы тяжести. Седиментационный метод считается одним из самых точных и применяется для получения калибровочных образцов.

1.4 Кондуктометрический метод

Данный метод предназначен для анализа размеров частиц от 0,2 до 1600 мкм и используется для анализа статических двухфазных дисперсных сред [26]. При реализации этого метода требуется нахождение частиц в растворе электролита, что ограничивает применение метода для некоторых материалов частиц.

Анализ дисперсности в кондуктометрическом методе основан на измерении электропроводности электролита в капилляре в момент прохождения частицы через него. Данный метод позволяет определять концентрацию и размеры частиц в суспензиях [31].

Наибольшее распространение получил счетчик Коултера. Исследуемая суспензия протекает через капилляр, к которому приложено напряжение. При прохождении частицы через «электрочувствительную зону» происходит кратковременное изменение сопротивления между электродами. Количество импульсов изменения сопротивления соответствует числу частиц, а их амплитуды пропорциональны объему проходящих частиц [26].

Часто в счетчиках Коултера используется метод, основанный на изменении электропроводности, вызываемой частицей при ее прохождении через измерительное отверстие, заполненное электролитом. При этом изменение электропроводности пропорционально объему частицы.

Счетная концентрация частиц определяется следующим образом:

$$C_n = \frac{f}{V_s}, \quad (1.3)$$

где f – частота импульсов, V_s – объемный расход суспензии ($\text{м}^3/\text{с}$).

Для измерения функции распределения частиц по размерам анализируют амплитуды импульсов. Для этого калибруют измерительную систему, то есть производят измерения для стандартных образцов гранулометрического состава. Нижняя граница диапазона контроля размеров частиц определяется тепловыми шумами датчика. На рисунке 1.4 приведен внешний вид автоматизированного кондуктометрического анализатора частиц Beckman Coulter Z1, USA.



Рисунок 1.4 – Внешний вид кондуктометрического анализатора частиц Beckman Coulter Z1

Кондуктометрический метод предполагает нахождение дисперсности анализируемых частиц в растворе электролита, что существенно ограничивает область применения данной методики. Также предъявляются высокие требования к максимальному размеру частиц в исследуемом образце, то есть крупные частицы могут застревать в капилляре или оседать, не доходя до него.

1.5 Бесконтактные методы определения дисперсности частиц

В физике аэрозолей актуальна задача использования средств диагностики дисперсных сред различной природы происхождения, исключающих процедуру отбора проб, то есть не вносящих возмущений в исследуемую среду. К таким перспективными средствам относятся бесконтактные оптические средства диагностики дисперсного состава. На основе теории рассеяния света малыми частицами разработаны различные подходы к созданию методов определения дисперсности частиц [1-4, 7, 9, 26, 32-40]. Существуют три основных подхода к решению обратных задач оптики аэрозолей: основанные на ослаблении, рассеянии под малыми углами и обратном рассеянии оптического излучения частицами двухфазных сред.

1.5.1 Метод спектральной прозрачности

Данный метод предназначен для определения размеров частиц двухфазных дисперсных сред от сотен нанометров до десяти мкм. Предельное значение спектральной оптической плотности дисперсной среды $\tau \approx 2,5$ и небольшой длиной оптического пути до 0,4 метров. Метод предназначен для анализа только оптически «мягких» частиц (показатель преломления материала частиц близок к показателю преломления дисперсионной среды). Подходит для анализа частиц в течениях газа с взвешенными в нем твердыми или жидкими частицами.

Метод спектральной прозрачности (МСП) основан на измерении спектральной оптической плотности дисперсной среды в заданном диапазоне длин волн зондирующего излучения. Исходным для МСП является уравнение [32]:

$$I(\lambda) = I_0(\lambda) \exp \left[-\frac{\pi C_n l}{4} \int_0^{\infty} Q \left(\frac{\pi D}{\lambda}, m(\lambda) \right) D^2 f(D) dD \right], \quad (1.4)$$

где $I(\lambda)$ – интенсивность света, прошедшего через среду; $I_0(\lambda)$ – интенсивность падающего пучка света; C_n – счетная концентрация частиц, l – длина оптического пути; $Q \left(\frac{\pi D}{\lambda}, m(\lambda) \right)$ – фактор эффективности ослабления излучения частицей с диаметром D ; $m(\lambda) = (n - i\kappa)$ – комплексный показатель преломления материала частиц (n – показатель преломления, κ – показатель поглощения); $f(D)$ – функция счетного распределения частиц по размерам.

Для случая, когда комплексный показатель преломления материала частиц двухфазной среды близок к показателю преломления дисперсионной фазы (случай оптически «мягких» частиц), К.С. Шифриным получено аналитическое решение уравнения (1.4):

$$f(D) = \frac{1}{D^2} \left[-\frac{1}{\pi^2 i} \int_{c-i\infty}^{c+i\infty} (1+\rho) \cos \frac{\pi \rho}{2} \gamma(\rho) D^{-\rho} d\rho \right], \quad (1.5)$$

$$\text{где } \gamma(\rho) = \int_0^{\infty} \tau(v\beta) v^{-\rho} dv; \quad v = \lambda^{-1}; \quad \beta = 2\pi(m-1).$$

МСП применим в области, где вид зависимости фактора эффективности ослабления наиболее выражен от λ (в окрестностях максимума функции Q). Устойчивое решение уравнения 1.6 возможно, если спектральная оптическая плотность определена во всем диапазоне длин волн $\lambda \in [0, \infty]$. Если учесть асимптотику поведения функции $\tau(v\beta)$, то есть при $v\beta \rightarrow 0$ – рассеяние Релея, при $v\beta \rightarrow \infty$ – приближение геометрической оптики, необходимый диапазон λ можно сузить:

$$\lambda_{min} = \beta D_0 / 2, \quad (1.6)$$

$$\lambda_{max} = 5\beta D_0, \quad (1.7)$$

где D_0 - модальный диаметр частиц.

Техническая реализация МСП, как правило, связана с использованием источников излучения с непрерывным спектром (лампа накаливания) в сочетании со спектрометром в качестве приемника излучения [26, 32, 40-44].

1.5.2 Турбидиметрический высокоселективный метод

Данный метод предназначен для измерения размеров частиц двухфазных дисперсных сред с жидкой и газообразной дисперсионной средой от 0,1 до 6 мкм. Предельное значение спектральной оптической плотности дисперсной среды $\tau \approx 2,5$ и небольшой длиной оптического пути до 0,4 метров. Подходит для анализа частиц в течениях газа с взвешенными в нем твердыми или жидкими частицами.

Основополагающим уравнением в турбидиметрическом высокоселективном методе (ТВСМ) является уравнение Фредгольма второго рода:

$$I(\lambda) = I_0(\lambda) \exp \left[-\frac{\pi C_n l}{4} \int_0^{\infty} Q \left(\frac{\pi D}{\lambda}, m(\lambda) \right) D^2 f(D) dD \right]. \quad (1.8)$$

В качестве вида искомой функции распределения частиц по размерам часто используется гамма-распределение. И такое распределение часто встречается в природных аэрозолях [9, 26, 32, 45-47].

При решении обратной задачи оптики аэрозолей используется экспериментальная информация о спектральной оптической плотности среды в видимом и ближнем инфракрасном диапазоне (ИК) длин волн:

$$\tau_{\lambda}^{\text{эксп}} = \ln \frac{I_0(\lambda)}{I(\lambda)}, \quad (1.9)$$

далее находится:

$$k_{\text{эксп}} = \frac{\tau_{\lambda_1}^{\text{эксп}}}{\tau_{\lambda_2}^{\text{эксп}}}, \quad (1.10)$$

где $\tau_{\lambda_1}^{\text{эксп}}$ – экспериментально измеренная спектральная оптическая плотность для длины волны λ_1 ; $\tau_{\lambda_2}^{\text{эксп}}$ – экспериментально измеренная спектральная оптическая плотность для длины волны λ_2 . Выбор длины волны λ_2 в выражении (1.10) осуществляется произвольным образом.

Далее рассчитывается отношение расчетных спектральной оптической плотности (формула 1.9) для фиксированных значений длин волн λ_1 и λ_2 :

$$k_{\text{теор}} = \frac{\tau_{\lambda_1}^{\text{теор}}}{\tau_{\lambda_2}^{\text{теор}}} = \frac{\int_0^{\infty} Q\left(\frac{\pi D}{\lambda_1}, m(\lambda_1)\right) D^2 f(D) dD}{\int_0^{\infty} Q\left(\frac{\pi D}{\lambda_2}, m(\lambda_2)\right) D^2 f(D) dD}. \quad (1.11)$$

Фактор эффективности ослабления зондирующего излучения (Q) рассчитывается в соответствии с теорией Ми, используя выражение [13]:

$$Q\left(\frac{\pi D}{\lambda}, m(\lambda)\right) = \frac{2}{\left(\frac{\pi D}{\lambda}\right)^2} \sum_{n=1}^{\infty} (2n+1) \text{Re}(a_n + b_n), \quad (1.12)$$

где a_n, b_n – коэффициенты Ми.

Нахождение отношений спектральной оптической плотности (выражения (1.10) и (1.11)), а не их абсолютных значений осуществляется для того, чтобы исключить из расчета априорную информацию о счетной концентрации частиц C_n и длине оптического пути l .

На следующем этапе производится минимизация функционала Ω согласно выражению

$$\Omega = \min_{a, b} \left\{ \left| k_{\text{эксн}} - k_{\text{теор}} \right| \right\}. \quad (1.13)$$

Решение в виде функции распределения частиц по размерам будет соответствовать положению точки минимума функции невязки Ω , где a и b параметры гамма-распределения [47-48].

1.5.3 Метод малых углов

Данный метод предназначен для измерения размера частиц двухфазных дисперсных сред с жидкой и газообразной дисперсионной средой от 2 до 100 мкм, при значениях спектральной оптической плотности до $\tau \approx 1,5$ и относительно небольшой длиной оптического пути до 0,3 метров. Этот метод оптимален для анализа частиц в потоках газа с взвешенными в нем твердыми или жидкими частицами.

Для крупных частиц при $\rho > 30$ ($\pi D / \lambda$ - безразмерный параметр дифракции) фактор эффективности ослабления излучения стремится к своему постоянному асимптотическому значению $Q = 2$. Это явление называется «парадокс экстинкции», которое заключается в том, что частица изымает из падающего пучка количество света, превышающее в два раза излучение, попавшее на нее. Вся энергия излучения, попавшая на одиночную частицу рассеивается или поглощается, то есть изымается из проходящего потока излучения. Это определяет эффективное сечение, как равное площади проекции частицы S . Кроме того, имеется дифракционная составляющая, обуславливающая определенную

индикатрису рассеяния, которая, согласно принципу Бабинне, соответствует дифракционной картине отверстия имеющего такую же площадь S . Таким образом, энергия исключенная из светового пучка, соответствует эффективному сечению $2S$. Парадоксальный характер исчезает если взять во внимание следующие допущения: во-первых, весь рассеянный свет считается изъятым из пучка; во-вторых, наблюдение проводится на большом расстоянии [11, 13, 14].

Таким образом, половина изымаемой энергии относится к дифрагированной составляющей, которая не проявляет зависимости от комплексного показателя преломления материала частиц. При этом рассеяние в направлении вперед происходит в угловом конусе тем большим, чем меньше размер частицы. Индикатриса рассеяние в области малых углов описывается следующим выражением:

$$I_p(\Theta, \rho) = Y_1^2(\Theta, \rho) / \pi \Theta^2, \quad (1.14)$$

где $Y_1(\Theta, \rho)$ – функция Бесселя первого рода первого порядка; Θ – угол между направлением оптической оси зондирующего луча и направлением от элементарного объема на этой оси к приемнику излучения.

Основное уравнение метода малых угла (ММУ) имеет вид:

$$I_p(\Theta) = \int_0^{\infty} I\left(\Theta, \frac{\pi D}{\lambda}\right) f(D) dD, \quad (1.15)$$

где $I_p(\Theta)$ – полидисперсная индикатриса; $I\left(\Theta, \frac{\pi D}{\lambda}\right)$ – индикатриса рассеяния одиночной частицы. К.С. Шифриным получено строгое обращение уравнения (1.14) с ядром (1.15) [9]:

$$f(\rho) = -\frac{2}{\rho^2} \int_0^{\infty} F(\Theta, \rho) \varphi(\Theta) d\Theta, \quad (1.16)$$

где $\varphi(\Theta)$ определяется:

$$\varphi(\Theta) = \frac{d}{d\Theta} \left[\pi I_p(\Theta) \frac{(2\pi/\lambda)^3}{I_0} \right], \quad (1.17)$$

Ядро интеграла (1.18):

$$F(x) = xY_1(x)Y_2(x), \quad (1.18)$$

где $Y_2(x)$ – функция Бесселя второго рода первого порядка.

Техническая реализация ММУ возможна следующим способом: лазерное излучение проходит через измерительный объем с двухфазной средой (облаком аэрозоля). Измерения интенсивности рассеяния излучения на разных углах производятся в плоскости, перпендикулярной оптической оси приёмной линзы (или без линзы) на линейке фотоприемников.

Нижняя граница применимости ММУ по размеру частиц определяется условием корректности и, например, для длины волн 0,63 мкм $D_{min} \sim 2$ мкм. Верхняя граница определяется технической возможностью средства регистрации, так как для крупных частиц компонента рассеянного излучения в направлении вперед находится в узком конусе ($\Theta \approx \rho^{-4}$) и такую компоненту трудно отделить от прямого излучения, на практике верхняя граница $D_{max} \cong 100$ мкм.

Достоинством метода малоуглового рассеяния является слабая зависимость результатов измерения от комплексного показателя преломления материала частиц [16, 32, 49].

1.5.4 Метод полной индикатрисы

Данный метод предназначен для измерения размеров частиц двухфазных дисперсных сред с жидкой и газообразной дисперсионной средой в диапазоне от 0,2 до 100 мкм (в случае с оптически «мягкими» частицами) при длине волны зондирующего излучения $\lambda = 0,55$ мкм и регистрации индикатрисы рассеяния в интервале углов до 180° . Применимость метода ограничена предельным значением спектральной оптической плотности дисперсной среды до $\tau \approx 1,5$ и относительно

небольшой длины оптического пути, до 0,3 метров. Этот метод подходит для анализа дисперсности частиц в потоках газа с взвешенными в нем твердыми или жидкими частицами.

Основным уравнением метода полной индикатрисы (МПИ) выступает уравнение 1.15, то же, что и в методе малоуглового рассеяния. В отличие от ММУ индикатриса рассеяния определяется в широком диапазоне углов рассеяния $\Theta = \Theta_{min} \div \Theta_{max}$. При этом точное обращение уравнения возможно для случая оптически «мягких» частиц. К.С. Шифриным получено аналитическое решение этой задачи в виде [9]:

$$f(D) = \frac{4}{\pi D^2} \left[\sum_{i=1}^N g\left(\frac{x_i}{2}\right) q_1\left(\rho \sin \frac{\beta_i}{2}\right) \Delta x_i + C x_N q_2\left(\rho \sin \frac{\beta_N}{2}\right) + \frac{B}{x_N} q_3\left(\rho \sin \frac{\beta_N}{2}\right) \right], \quad (1.19)$$

где $x_i = 4\rho^* \sin(\beta_i / 2)$; $\rho^* = 2\pi r^* / \lambda$; r^* – масштаб длины; $g\left(\frac{x_i}{2}\right)$ – экспериментальная индикатриса, определённая на интервале $[0..x_N]$, а за пределами этого интервала $g(x/2)$:

$$g\left(\frac{x}{2}\right) = c + \frac{B}{x^2}. \quad (1.20)$$

Функции q_1 , q_2 , q_3 имеют вид:

$$q_1(y) = \left(\frac{8}{y^3} - \frac{4}{y}\right) \sin y + \left(1 - \frac{8}{y^2}\right) \cos y + \frac{1}{3}; \quad (1.21)$$

$$q_2(y) = \left(\frac{4}{y^3} - \frac{2}{y}\right) \sin y + \frac{4}{y^2} \cos y - \frac{1}{3}; \quad (1.22)$$

$$q_3(y) = \left(\frac{2}{y^3} - \frac{1}{y}\right) \sin y - \frac{2}{y^2} \cos y + \frac{1}{3}. \quad (1.23)$$

По оценкам К.С. Шифрина, например, в случае с «оптически мягкими» частицами, имеющими гамма-распределение частиц по размерам, достаточно

зарегистрировать индикатрису рассеяния для десяти углов при погрешности измерения 1 % для восстановления $f(D)$. При этом диапазон углов регистрации рассеянного излучения зависит от модального значения функции распределения частиц по размерам. В случае, когда $D_0=0,2$ мкм и длина волны зондирующего излучения $\lambda =0,550$ мкм – необходим диапазон $\Theta \in [30..130]$, когда $D_0= 5$ мкм, то необходим диапазон $\Theta \in [1..5]$. Для длины волны зондирующего излучение $\lambda =0,550$ мкм при регистрации индикатрисы рассеяния в диапазоне углов $\Theta \in [0..180]$ возможно получить значения $D_0=0,175$ мкм, которое будет является нижней границей чувствительности метода. Для смещения этой нижней границы в область меньших диаметров необходимо использовать более коротковолновое лазерное излучение, но при этом также происходит смещение верхней границы чувствительности метода в сторону меньших диаметров частиц [9, 12].

1.5.5 Модифицированный метод малоуглового рассеяния

Данный метод предназначен для измерения размеров частиц двухфазных дисперсных сред с жидкой и газообразной дисперсионной средой в диапазоне от 1 до 100 мкм. При длине волны зондирующего излучения 0,632 мкм предельное значение спектральной оптической плотности дисперсной среды $\tau \approx 1,5$, а длины оптического пути – до 1 метра. Этот метод подходит для анализа частиц в потоках газа с взвешенными в нем твердыми или жидкими частицами.

Условная схема, описывающая процесс образования интегрального рассеянного излучения в направлении вперед на единичную площадку dS_θ , при прохождении оптического излучения через слой аэрозоля, приведена на рисунке 1.5. Такая схема, в частном случае, описывает рассеяние под малыми углами.

Излучение лазера Л, проходя через облако аэрозоля, имеющего условные границы 1 и 2, образует на плоскости П дифракционную картину. Находящиеся в

сечении лазерного луча частицы облака аэрозоля рассеивают излучение. Причем каждый элементарный объем частиц производит вклад в освещенность плоскости Π , то есть в дифракционную картину. В результате, общее распределение интенсивности излучения на плоскости Π будет определяться прямым лучом и суммарным рассеянием каждого элементарного объема. Расстояние от источника лазерного излучения до границы измерительного объема равно l_1 . Длина оптического пути прямого излучения равна l [50].

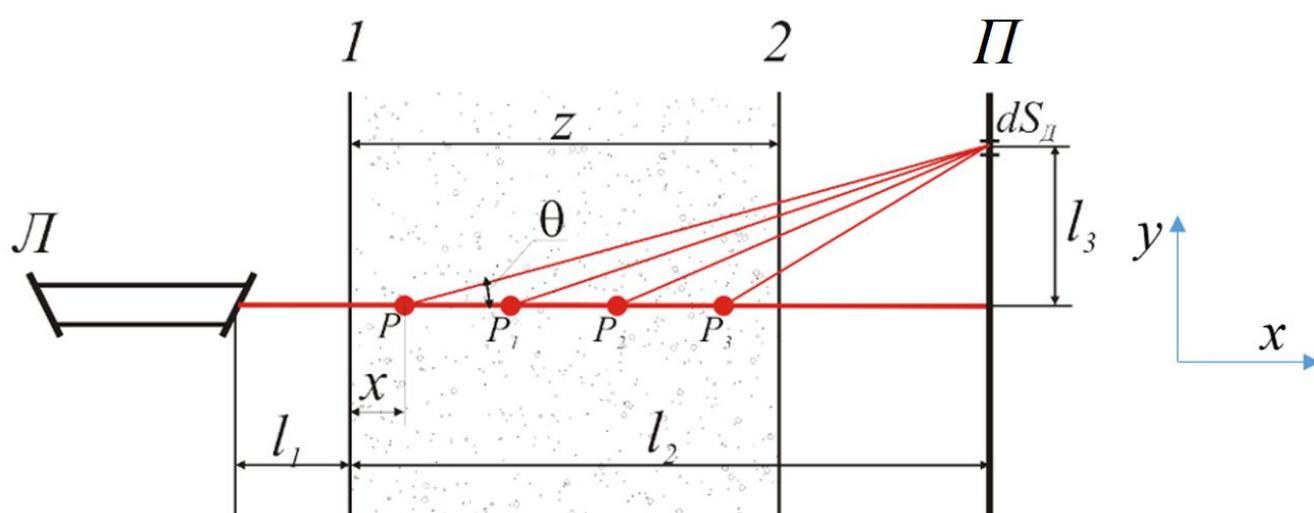


Рисунок 1.5 – Схема формирования интегральной индикатрисы рассеяния

Уравнение для рассеянного потока излучения, падающего на плоскость Π примет вид:

$$I(y) = \frac{\pi S C_n z}{4} \int_0^z [I_0(x) B(x, y) F(x)] dx, \quad (1.24)$$

где $F(x) = \int_0^\infty Q_s(D, \Theta(x)) D^2 f(D) dD$; $I_0(x) = I_0 \exp[-C_n x K_\lambda]$ – интенсивность падающего в точку x излучения; x – расстояние от границы «1» облака аэрозоля до точки P , K_λ – коэффициент ослабления. Данное уравнение справедливо при допущении равномерности концентрации частиц и монодисперсности облака аэрозоля. Рассеянное излучение одиночной частицей в области малых углов Θ определяется в виде аналитической зависимости:

$$Q_s(a_{Mi}, \theta) = \frac{a_{Mi}^2}{4\pi} \left[\frac{2J_1(\theta a_{Mi})}{\theta a_{Mi}} \right]^2, \quad (1.25)$$

где $J_1(\theta a_{Mi})$ – функция Бесселя первого рода первого порядка.

Множитель $B(x, y)$ в выражении (1.24), учитывающий ослабление рассеянного излучения от элементарного объема на расстоянии x в направлении Θ , определяется выражением:

$$B(x, y) = \exp \left[-C_n K_\lambda \frac{z-x}{\cos \Theta(x, y)} \right], \quad (1.26)$$

где $\Theta(x, y) = \tan^{-1}(y/l_2 - x)$, $y = l_3$.

При значениях $\tau > 0,15$ необходимо ввести поправки в выражение для индикатрисы рассеяния на плоскости Д:

$$I_e(y) = \frac{\pi S C_n}{4} \int_0^z \left[I_0(x) B(x, y) F(x) \left[\frac{1}{1 - \Delta(\tau(z), \Theta(x, y))} \right] \right] dx. \quad (1.27)$$

Решение обратной задачи оптики аэрозолей по нахождению функции распределения частиц по размерам заключается в сопоставлении измеренной малоугловой индикатрисы рассеяния с серией теоретически расчетных индикатрис рассеяния (1.27) при $\tau > 0,15$.

Поиск искомой функции распределения частиц по размерам для измеренной индикатрисы рассеяния $I_e(y)$ осуществляется минимизацией функционала:

$$\Omega = \min_{a, b} \left\{ \left| I_e(y_i) - I(y_i) \right| \right\}, \quad (1.28)$$

где $I_e(y_i)$ ($i = 1, 2, \dots, n$) – измеренные значения индикатрисы рассеяния для дискретных положений y_i на плоскости Д [50].

Достоинством метода малоуглового рассеяния является слабая зависимость результата измерения от комплексного показателя преломления материала частиц [16, 32, 49].

Методы измерения, основанные на регистрации индикатрисы рассеяния излучения под малыми углами, описаны в работах [50-53].

1.5.6 Лидарный метод

Лидарные методы характеризуются большой дальностью определения параметров дисперсности двухфазных сред (километры), высоким пространственным разрешением. Основное применение лидарных методов – определение параметров дисперсности атмосферы.

Использование обратного рассеяния при зондировании двухфазных сред для измерения размеров частиц ($\theta \cong 180^\circ$) можно отнести в отдельную группу методов дистанционного измерения, контроля и мониторинга аэрозольных образований (облака) [9, 32, 54-59].

Работа лидарного устройства заключается в следующем: короткий (10^{-8} с) импульс узконаправленного ($\sim 10^{-3}$ рад) лазерного излучения рассеивается в аэрозольной среде. Приёмный телескоп устанавливается соосно главной оптической оси источника зондирующего излучения, собирает рассеянное лазерное излучение в обратном направлении, фокусирует на приемную площадку фотоприемника. По времени прихода сигнала определяется расстояние L до исследуемого объекта. Соотношение между характеристиками рассеяния аэрозоля и регистрируемым сигналом $P(L)$ даётся лидарным уравнением:

$$P(L) = \frac{E}{R^2} AT_\lambda^2(R) \beta_\pi(R), \quad (1.29)$$

где $T_\lambda^2(L) = \exp\left[-\int_0^L K_\lambda(x) dx\right]$ – прозрачность по линии зондирования; A – аппаратная константа; β_π – коэффициент обратного рассеяния, который связан с коэффициентом ослабления K_λ с помощью лидарного отношения k_π соотношением $\beta_\pi = k_\pi K_\lambda$; E – энергия излучения импульса. Если пренебречь

молекулярным рассеянием и поглощением, то коэффициенты β_π и K_λ в лидарном уравнении полностью определяются характеристиками аэрозоля. Характеристики сигнала определяются двумя независимыми величинами: T_λ и β_π или k_π и профилем K_λ , поэтому в общем случае уравнение (1.29) не может быть решено, но существуют частные случаи, когда решение возможно [9].

1.5.7 Метод динамического рассеяния света

Данный метод предназначен для анализа размеров частиц в диапазоне от 0,05 до 6 мкм, и используется для диагностики статических двухфазных дисперсных сред.

Метод динамического рассеяния света основан на анализе спектра рассеянного лазерного излучения на частицах исследуемой дисперсной среды. После взаимодействия лазерного излучения с частицами в исследуемом образце по характеристике рассеянного излучения можно судить о размере частиц. Метод является бесконтактным, не вносящим возмущение в исследуемую среду. Кроме того, он является абсолютным, не требующим предварительной калибровки с использованием стандартных образцов. В основе метода лежит использование броуновского движения частиц, которое вызывает микроскопические флуктуации плотности. При прохождении светового луча он будет рассеиваться. Причем интенсивность рассеянного света будет зависеть от величины флуктуации. На рисунке 1.6 приведен внешний вид анализатора частиц, основанного на методе динамического рассеяния света Photocor Complex фирмы «Фотокор», Россия.

Для анализа используют формулу Стокса-Эйнштейна, определяющую коэффициент диффузии d_s [26]:

$$d_s = \frac{k_b T}{3\pi\eta D}, \quad (1.30)$$

где k_b – константа Больцмана; T – абсолютная температура; η – сдвиговая вязкость среды.



Рисунок 1.6 – Внешний вид анализатора частиц, основанного на методе динамическом рассеянии света Photocor Complex

Как видно из формулы (1.30), результаты анализа зависят от температуры и вязкости жидкости, поэтому очень важно строго соблюдать неизменность этих двух параметров, что в лабораторных и производственных условиях проблематично. Также важно соблюдать требуемую концентрацию частиц в образце. Используемый фотоприемник должен иметь высокую чувствительность и очень низкий уровень тепловых шумов [4, 26, 60-62].

1.5.8 Особенности измерений ослабления лазерного излучения в оптически плотных субмикронных дисперсных средах

При измерении спектральной оптической плотности двухфазных сред особое внимание стоит уделить условиям применимости закона Бугера-Ламберта-Бера для прямого оптического излучения, так как неучтение особенностей рассеяния и условий проведения эксперимента зачастую приводит к погрешности измерительных данных.

При попадании лазерного излучения на одиночную частицу происходит ослабление интенсивности излучения за счет поглощения и рассеяния света. На рисунке 1.7 приведена иллюстрация ослабления света одиночной частицей.

При прохождении монохроматического излучения длиной волны λ через дисперсную среду происходит ослабление интенсивности на отдельных частицах. Коэффициент пропускания T_λ определяет степень ослабления интенсивности излучения и связан со спектральной оптической плотностью τ_λ законом Бугера-Лаберта-Бера [9]:

$$T_\lambda = I_\lambda / I_{\lambda 0} = \exp(-\tau_\lambda), \quad (1.31)$$

где I_λ – поток излучения, прошедший через дисперсную среду; $I_{\lambda 0}$ – поток излучения, падающий на дисперсную среду.

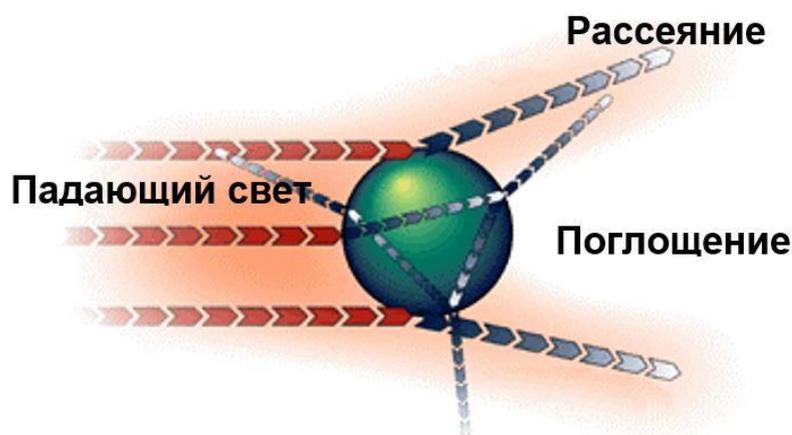


Рисунок 1.7 – Ослабление оптического излучения одиночной частицей

При описании ослабления оптического излучения в направлении вперед с использованием закона Бугера-Ламберта-Бера предполагается, что энергия рассеянная частицами изымается из пучка, а коэффициент, пропуская, определяется интегрированной во все стороны энергией. При регистрации ослабленного излучения частицами дисперсных сред на фотоприёмник всегда попадает доля рассеянного вперед излучения. Доля зарегистрированного

рассеянного вперед излучения будет определяться, как условиями проведения эксперимента, так и свойствами частиц дисперсной среды. Это доля определяет степень отклонения закона ослабления интенсивности излучения в двухфазной среде от экспоненциального закона ослабления (закон Бугера-Ламберта-Бера).

Основные условия применимости закона Бугера-Ламберта-Бера прямого оптического излучения можно сформулировать следующим образом [49]:

- 1) отсутствие собственного свечения среды в исследуемом интервале длин волн;
- 2) отсутствие индуцированного свечения среды (нет долгоживущих возбужденных состояний);
- 3) излучение строго монохроматично;
- 4) эффекты многократного рассеяния пренебрежительно малы;
- 5) отсутствуют кооперативные эффекты, в том числе каждая частица рассеивает излучения независимо от присутствия других.

К перечисленным выше условиям применимости стоит добавить еще условия, связанные с необходимостью учета нелинейного взаимодействия излучения с веществом. Эти условия, подробно описанные в работе В.Е. Зуева [8]:

- 6) плотность мощности оптического пучка недостаточна для проявления нелинейных эффектов;
- 7) длительность импульсов оптического излучения недостаточно мала для проявления нелинейных эффектов нестационарного взаимодействия.

В случае изотропно рассеивающей дисперсной среды ослабление оптического излучения определяется несколькими параметрами. Если дисперсная среда является анизотропно рассеивающей (или самосветящаяся), тогда ослабление оптического излучения характеризуется набором параметров энергетических характеристик [8].

На практике многократное рассеяние является наиболее важной причиной, приводящей к отклонению закона ослабления интенсивности излучения от закона Бугера-Ламберта-Бера. Это связано с регистрацией доли рассеянного в

направлении вперед оптического излучения, в какой-то степени присутствующего при измерениях интенсивности света [8].

Удобнее основные факторы, определяющие изменение интенсивности света, при прохождении излучения через дисперсную среду, рассмотреть, используя уравнение переноса излучения [8]:

$$\frac{\partial I}{\partial l} = -kI + \frac{k_p}{4\pi} \int I f(\gamma) \partial\omega + b_0, \quad (1.31)$$

где $k = k_p + k_n$ – объемный коэффициент ослабления, k_p – объемный коэффициент рассеяния, k_n – объемный коэффициент поглощения, $f(\gamma)$ – индикатриса рассеяния.

Член уравнения kI (1.31) описывает ослабление интенсивности, пропорционально коэффициенту k и определяет когерентную часть. Второй член в правой части определяет увеличение интенсивности за счет вклада доли рассеянного вперед излучения и определяет некогерентную составляющую. Третий член описывает вклад интенсивности света, которая создается в двухфазной среде от посторонних источников излучения (устройства освещения, солнце).

От каждой частицы, находящейся в элементарном объеме на расстоянии L от фотоприемника, будет фиксироваться доля рассеянного вперед излучения, сосредоточенная внутри конуса с угловым раствором ψ (рисунок 1.8).

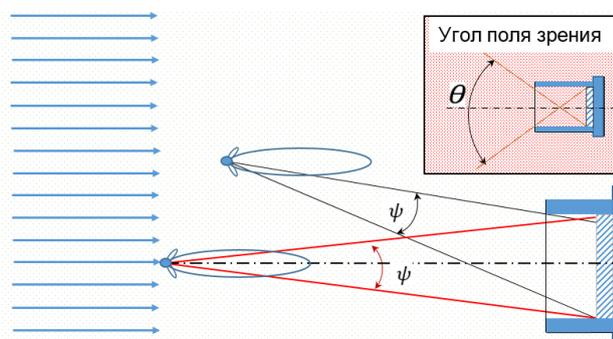


Рисунок 1.8 – Иллюстрация увеличения интенсивности света, падающего на фотоприемник за счет рассеянного излучения на частицах

На рисунке 1.8 для сферических частиц приведены индикатрисы рассеяния и угол поля зрения оптической системы коллиматор-фотоприемник. При учете только однократного рассеяния эта доля рассеянного вперед излучения для больших сферических частиц определяется [8]:

$$F(\xi) = -\frac{k_p}{4\pi} 2\pi \int_0^\psi f(\gamma) \gamma d\gamma, \quad (1.32)$$

где $\xi = \rho\psi$, $\rho = \pi D / \lambda$ (безразмерный параметр дифракции).

На рисунке 1.9 приведены нормированные индикатрисы рассеяния для частиц диаметром $D=1$ мкм ($\rho \approx 5$) и $D=4$ мкм ($\rho \approx 20$), для длины волны зондирующего излучения $\lambda = 0,632$ мкм, в выноске справа приведены индикатрисы рассеяния для тех же частиц в полярной системе координат. Из зависимостей, приведенных на рисунке 1.9, можно увидеть, что почти вся энергия рассеянного света заключена в конусе с половинным углом 15 градусов.

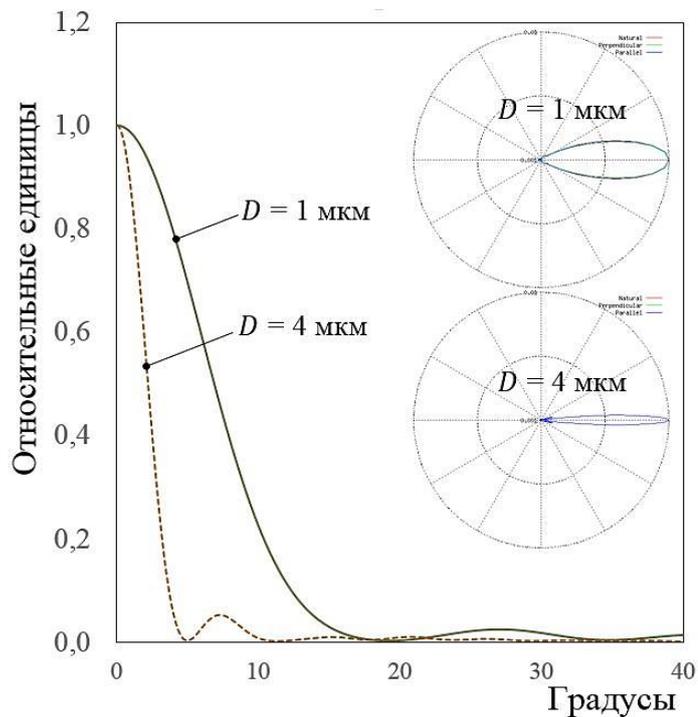


Рисунок 1.9 – Индикатрисы рассеяния частиц для длины волны 0,63 мкм

Для регистрации интенсивности излучения, вызванного только поглощением среды, угол поля зрения оптической системы коллиматор-фотоприемник Θ

должен быть намного меньше, чем ψ . В общем, почти весь рассеянный свет заключен в пределах конуса с половинным углом равным $10\lambda / \pi D$ [11]. Таким образом, для частиц фиксированного размера самая короткая длина волны будет определять максимально возможный угол поля зрения оптической системы коллиматор-фотоприемник.

В работе Зуева В.Е. [8] показано, что отклонение от условия закономерности рассеивания независимыми частицами (условие 5) обнаруживается для малых рассеивателей ($\rho \leq 10$) при расстоянии между ними менее 2 диаметров, а для больших ($\rho > 10$) при расстоянии менее 5 диаметров. Расстояние между частицами L_p определяется выражением:

$$L_p = \frac{1 - D\sqrt[3]{C_n}}{\sqrt[3]{C_n}}. \quad (1.33)$$

Так как доля зарегистрированного рассеянного оптического излучения зависит от условий проведения эксперимента и определяет основную роль в отклонении закона ослабления излучения от экспоненциального, то при проведении экспериментальных исследований необходимо дополнительно соблюдать следующие условия [11]:

$$\Theta \ll \frac{10\lambda}{\pi D}; \quad (1.34)$$

$$\frac{l}{L_m} \ll 1, \quad (1.35)$$

где L_m – расстояние между кюветой с дисперсной средой и фотоприемником.

Таким образом, для корректного измерения ослабления оптического излучения субмикронными дисперсными средами необходимо проверять применимость закона Бугера-Ламберта-Бера для конкретных условий проведения эксперимента.

Выводы по первой главе

Из анализа приведенных в обзоре методов диагностики дисперсных характеристик двухфазных сред – оптические методы исследования являются наиболее актуальными. Они не требуют введения в исследуемый объект зондов и не искажают его, позволяют вести непрерывный дистанционный контроль размеров и концентрации частиц непосредственно в потоке. Кроме того, оптические методы измерения дисперсных характеристик могут быть легко автоматизированы как с точки зрения проведения эксперимента, так и обработки экспериментальных данных при условии использования современной вычислительной техники.

Для контроля дисперсных сред с большой концентрацией частиц подходят турбидиметрические методы, основанные на регистрации ослабления лазерного излучения, так как они менее подвержены влиянию эффектов многократного рассеяния. А в нефелометрических методах, при измерениях в дисперсных средах с большой концентрацией частиц, будут возникать эффекты многократного рассеяния при регистрации рассеянного излучения. Это обуславливает основные ограничения границ применимости нефелометрических и турбидиметрических методов. Учёт эффекта многократного рассеяния в нефелометрических методах не позволяет существенно расширить рабочий диапазон применимости для измерений в дисперсных средах с большой концентрацией частиц.

В базовом варианте схема реализации турбидиметрических методов основана на использовании источников зондирующего излучения с непрерывным спектром, что и обуславливает некоторые ограничения, связанные в техническом плане с невозможностью добиться строго коллимированного пучка излучения. Это ограничивает длину оптического пути и максимальную контролируемую концентрацию частиц. Кроме того, это ограничивает и возможность получение наиболее полной информации о контролируемом объекте, поскольку время

обработки измерительной информации может превышать на два-три порядка время сбора этой информации.

Однако использование в турбидиметрических методах лазерного излучения на различных длинах волн позволяет существенно расширить диапазон контроля концентрации частиц и увеличить длину оптического пути, так как использование узких световых пучков при относительно небольшой их расходимости существенно расширяют границы применимости закона Бугера-Ламберта-Бера [63]. Использование информации об ослаблении оптического излучения дисперсной средой на ограниченном числе длин волн позволит существенно увеличить скорость сбора и обработки измерительной информации. Исходя из перечисленных особенностей, возникающих при замене источника излучения, решение поставленной задачи является актуальным. Также специфика применения турбидиметрических методов позволяет проводить измерения с жидкой и газообразной дисперсионной средой (суспензии и аэрозоли). Таким образом, для решения поставленной цели наиболее подходящими являются турбидиметрические методы (МСП и ТВСМ), в существующем исполнении [64-72], однако данные методы используют источник излучения с непрерывным спектром.

Глава 2. Теоретические основы разработки метода спектральной прозрачности на дискретных длинах волн

В настоящей главе изложена работа, направленная на разработку математической модели для измерения функции распределения частиц по размерам в средствах контроля дисперсных характеристик двухфазных сред. В аппаратном плане модификация метода спектральной прозрачности осуществляется путем перехода от использования зондирующего излучения с непрерывным спектром к зондирующему излучению с набором дискретных длин волн.

Контроль параметров аэрозольной среды с использованием источника зондирующего излучения с конечным (фиксированным) числом длин волн может приводить к неопределенности (к ошибке) при восстановлении функции распределения частиц по размерам [73-76]. Такая неопределенность связана с привлечением меньшего количества измерительной информации о контролируемой дисперсной среде. Аппаратное увеличение числа длин волн зондирующего источника излучения (добавление лазерных источников) заметно усложняет конструкцию измерительного комплекса. Снижение вероятности ошибки при восстановлении (решении обратной задачи оптики аэрозолей) функции распределения частиц по размерам достигается предварительным измерением среднего объемно-поверхностного диаметра частиц (D_{32}) исследуемой дисперсной среды. Таким образом, для решения обратной задачи используется дополнительная априорная информация об исследуемой дисперсной среде, которая характеризует искомую функцию распределения частиц по размерам. Искомая функция распределения частиц по размерам задается в виде двухпараметрического распределения. Средний объемно-поверхностный диаметр частиц (D_{32}) имеет функциональную связь с параметрами распределения частиц по размерам. При известном значении D_{32} для восстановления искомой функции

распределения частиц по размерам необходимо совершать вариацию одного параметра, а второй вычисляется по известной зависимости характеризующей функциональную связь D_{32} с параметрами функции распределения частиц по размерам. Таким образом, априорное знание D_{32} позволяет существенно уменьшить (сузить) область поиска решения, то есть упростить решение некорректно поставленной задачи.

Рассмотрим основные принципы решения обратных задач оптики аэрозолей. Во-первых, необходимо выбрать вид функции распределения частиц по размерам для описания совокупности частиц двухфазной среды. Затем с учетом особенностей решения обратных задач оптики аэрозолей необходимо разработать метод восстановления функции распределения частиц по размерам на основе информации об ослаблении оптического излучения исследуемой дисперсной средой на нескольких длинах волн с использованием экспериментально измеренного значения среднего объемно-поверхностного диаметра частиц (D_{32}). Далее необходимо модифицировать методику измерения среднего объемно-поверхностного диаметра частиц дисперсной среды с целью оценки методической погрешности измерения, так как значение D_{32} и методическая погрешность при решении обратной задачи оптики аэрозолей будут определять область решений. Затем требуется оценить оптимальное число длин волн, необходимое для адекватного решения поставленной задачи. После чего необходимо оценить устойчивость разработанного алгоритма решения обратной задачи оптики аэрозолей.

При решении обратной задачи оптики аэрозолей поиск искомого закона распределения из множества перебираемых осуществляется поиском положения точки минимума на поверхности $\chi(\alpha, b)$, где по двум осям отложены параметры распределения (в случае двухпараметрического распределения частиц по размерам), а по третьей, абсолютное значение, определяющее степень близости

расчетных и экспериментальных данных, то есть каждой точке этой поверхности соответствует одна функция распределения.

На рисунке 2.1 приведены две поверхности $\chi(\alpha, b)$, полученные при экспериментальном определении размеров частиц суспензии оксида алюминия Al_2O_3 с использованием измерительной установки «ТИПАС-1», реализующей ТВСМ (пункт 1.5.2). Поверхность $\chi(\alpha, b)$ приведенная на рисунке 2.1 а, построена по всему ансамблю длин волн (0,4-0,9 мкм), а поверхность $\chi(\alpha, b)$ на рисунке 2.1 б построена для 5 длин волн, выбранных равномерно из всего ансамбля длин волн зондирующего излучения.

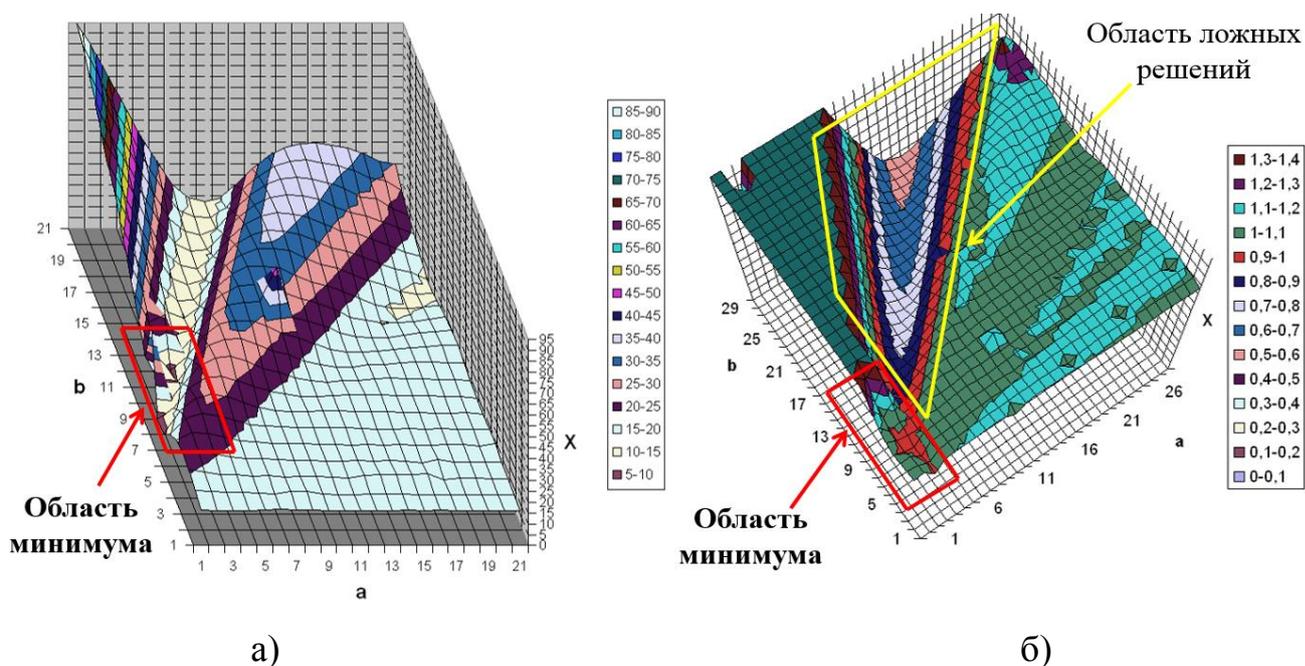


Рисунок 2.1 – Поверхности $\chi(\alpha, b)$ построенные при решении обратной задачи оптики аэрозолей

Из анализа поверхностей $\chi(\alpha, b)$, приведенных на рисунке 2.1, следует, что поверхность $\chi(\alpha, b)$, построенная для всего ансамбля длин волн, имеет обособленную область минимума, то есть решение существует и единственное, следовательно, такая задача может быть корректно решена. А поверхность $\chi(\alpha, b)$,

построенная для 5 длин волн, помимо обособленной области минимума имеет область ложных решений, в этом случае решение не может быть устойчивым, поскольку в области ложных решений градиенту минимумов соответствуют нефизические функции распределения частиц по размерам. Таким образом, использование дополнительной априорной информации в виде измеренного значения D_{32} позволяет оптимизировать решение обратной задачи оптики аэрозолей существенно ограничив область ложных решений.

2.1 Решение обратных задач оптики аэрозолей

Задачи по измерению функции распределения частиц по размерам на основе данных об ослаблении оптического излучения двухфазной средой относятся к классу обратных задач оптики аэрозолей и с математической точки зрения обычно являются некорректно поставленными. Основной особенностью таких задач является то, что даже малое, неконтролируемое, изменение исходных значений измерительных данных приводит к значительному изменению результата решения [32, 75]. Некорректность задачи связана чрезмерной общностью в постановке задачи. При решении такой задачи спектр решений оказывается непрерывным, таким образом, в окрестностях физически приемлемого решения могут оказаться бессмысленные решения. Однако при наложении дополнительных условий на этапе постановки задачи и использовании регуляризирующих алгоритмов возможно исключение абсурдных решений [32]. Вопросы решения обратных задач оптики аэрозолей отражены в ряде монографий и статей [9-14, 16, 32, 39-40, 45-46].

Задача восстановления функции распределения частиц по размерам обычно формулируется с использованием интегрального уравнения Фредгольма первого рода, которое в обобщенном виде имеет вид:

$$\int K(x, s)u(s)ds = z(s); \quad (2.1)$$

$K(x,s)$ – ядро интегрального уравнения, в данном случае рассчитывается в соответствии с точными формулами теории Ми; $u(s)$ – функция, содержащая данные о размерах частиц контролируемой дисперсной среды; $z(s)$ – функция, содержащая данные об оптических свойствах исследуемой дисперсной среды.

В качестве основного объекта рассматривается операторное уравнение:

$$Au = z, \quad (2.2)$$

где A – линейный оператор, действующий из гильбертова пространства U в гильбертово пространство Z . Задача решения операторного уравнения является корректно поставленной по Адамару, если выполнены следующие три условия:

- 1) решение существует $\forall z \in Z$;
- 2) решение единственно;
- 3) если $z_n \rightarrow z$, $Au_n = z_n$, $Au = z$, то $u_n \rightarrow u$.

Условие (2) обеспечивается тогда и только тогда, когда оператор A является взаимно однозначным. Условия (1) и (2) означают, что существует обратный оператор A^{-1} , причем, его область определения $D(A^{-1})$ совпадает с Z . Условие (3) означает, что обратный оператор A^{-1} является непрерывным, то есть «малым» изменениям правой части z соответствуют «малые» изменения решения u , что обеспечивает устойчивость решения [74, 77].

Рассмотрим интегральное уравнение Фредгольма 1-го рода (2.1) с гладким ядром $K(x,s)$. Это уравнение (2.1) не имеет аналитического решения. Большое распространение при решении данного уравнения получил метод регуляризации, предложенный А.Н. Тихоновым. В работах [74, 76-78] подробно описаны основные подходы к решению некорректно поставленных задач. В рамках данного подхода уравнение (2.1) можно записать:

$$Au = \int_a^b K(x,s)u(s)ds = z(x), \quad x \in [c,d], \quad (2.3)$$

где $K(x,s) \in C([c,d] \times [a,b]); z(x) \in L_2[c,d]$.

Пусть вместо z нам известно такое приближенное значение z_δ , что $z - z_\delta \in L_2 \leq \delta$. Функция $u(s)$ является гладкой, тогда примем $U = W_2^1[a, b]$, где U – гильбертово пространство. Пусть вместо $K(x, s)$ известна такая функция $K_h(x, s)$, что $K - K_h \leq h$, тогда $A - A_h \in W_2^1 \rightarrow L_2 \leq h$, где A_h – интегральный оператор, соответствующий ядру $K_h(x, s)$ [77].

В основе способа решения уравнения (2.1) лежит введение дополнительного ограничения на класс получаемых решений, а именно: класс решений должен быть гладким. В методе, предложенном А.Н. Тихоновым, минимизируется функционал:

$$M^\xi[u] = A_h u - z_\delta \in L_2 + \xi u \in W_2^1, \quad (2.4)$$

или

$$M^\xi[u] = \int_c^d \left(\int_a^b K_h(x, s) u(s) ds - z_\delta(x) \right)^2 + \xi \int_a^b \left[u^2(s) + (u'(s))^2 \right] ds, \quad (2.5)$$

где ξ – неотрицательный параметр регуляризации, множитель Лагранжа, u – стабилизирующий множитель, который определяет гладкость решения.

Невязка $A_h u - z_\delta$ характеризует насколько близко найденное решение соответствует измеренным экспериментальным данным (в нашем случае спектральная оптическая плотность τ_λ). Таким образом, при $\xi \rightarrow \infty$ решение является абсолютно гладким, а при $\xi \rightarrow 0$ метод регуляризации А.Н. Тихонова сводится к методу наименьших квадратов. Корректный выбор значения множителя Лагранжа является ключевым моментом в задачах регуляризации.

Для получения конечномерной аппроксимации функционала $M^\xi[u]$ используют квадратурные формулы, с сеткой по x и по s с шагами $h_s = (b - a) / n$, $h_x = (d - c) / m$; $s_j = a + (j - 1)h_s$, $x_i = c + (i - 1)h_x$. Обозначим $u(s_j) = u_j$, $z(x_i) = z_i$, $K(x_i, s_j) = k_{ij}$. Используя квадратурную формулу прямоугольников для

вычисления интегралов и аппроксимируя производную $u'(s)$ конечной разностью, получим функционал [77]:

$$M^\xi[u_j] = h_x \sum_{i=1}^m \left(\sum_{j=1}^n h_s k_{ij} u_j - z_i \right)^2 + \xi h_s \sum_{j=1}^n \left[u_j^2 - \frac{(u_{j+1} - u_j)^2}{h_s^2} \right] h_s. \quad (2.6)$$

Используя условие минимума функционала

$$\frac{\partial M^\xi[u_j]}{\partial u} = 0, \quad (2.7)$$

перейдем к линейной алгебраической системе с симметричной матрицей:

$$B^\xi u = F. \quad (2.8)$$

Для решения системы линейных уравнений (2.8) можно использовать различные численные методы решения системы линейных алгебраических уравнений, например, метод квадратного корня [78]. При этом следует учитывать, что матрица системы является симметричной и положительно определенной [79].

2.1.1 Выбор параметра регуляризации при решении обратной задачи

В теории методов решения некорректно поставленных задач вопросу выбора параметра регуляризации ξ уделяется значительное внимание, так как от его оптимального выбора зависит работоспособность вычислительного алгоритма и устойчивость решения. Большое распространение получили следующие методы: выбор параметра регуляризации «по невязке», «обобщенной невязке» (учет погрешности в задании не только правой части уравнения, но и оператора A), «квазиоптимальный выбор» [73]. Значение параметра регуляризации ξ согласовывается с погрешностью исходных входных данных δ следующим образом: чем меньше погрешность измерительных данных δ , тем меньшее значение будет принимать оптимальный параметр регуляризации ξ . Также стоит отметить, что чем меньше значение параметра регуляризации ξ , тем сильнее будет

проявляться «некорректность» задачи. Таким образом, существует некоторое значение для параметра регуляризации ξ , которое будет является оптимальным, то есть при котором погрешность приближенного решения будет минимальной.

Определяющим уравнением при выборе параметра регуляризации ξ «по невязке» является:

$$A_h u - z_\delta = \delta. \quad (2.9)$$

Обоснование такого выбора параметра регуляризации ξ основано на сходимости приближенного решения z_δ с $\xi = \xi(\delta)$ при $\delta \rightarrow 0$ к точному решению уравнения (2.9).

Невязка зависит от параметра регуляризации ξ . Обозначим:

$$f(\xi) = A_h u - z_\delta, \quad (2.10)$$

тогда нахождение параметра регуляризации в соответствии с этим уравнением (2.10).

При общих условиях функция $f(\xi)$ является неубывающей и уравнение (2.10) имеет решение. Для приближенного решения уравнения (2.10) используется последовательность

$$\xi_k = \xi_0 q^k, q > 0. \quad (2.11)$$

Вычисление ξ_k производится $k \in [0..K]$, при котором равенство (2.11) достигает прицеливаемого значения.

Выбор «квазиоптимального» значения параметра регуляризации напрямую не связан с уровнем погрешностей δ . Выбирается значение $\xi > 0$, которое минимизирует функцию

$$f(\xi) = \xi \frac{du_\xi}{d\xi}. \quad (2.12)$$

Для нахождения квазиоптимального значения чаще всего используется последовательность (2.11). Минимизация (2.12) на таких значениях параметра регуляризации соответствует поиску минимума

$$\tilde{f}(\xi_{k+1}) = u_{\xi_{k+1}} - u_{\xi_k}. \quad (2.13)$$

Таким образом, для численного вычисления необходимо проводить оценку лишь нормы разности приближенных решений на двух соседних итерациях.

2.2 Описание совокупности частиц с использованием аналитических функций

Важнейшей характеристикой дисперсной системы является форма и размер частиц, так как они являются определяющими параметрами основных физических и химических свойств исходной системы. Поэтому для полной характеристики вводится функция распределения частиц по размерам. Реальные дисперсные системы содержат широкий спектр частиц разного размера, то есть являются полидисперсными. Таким образом, для описания размеров частиц в таких системах используют дифференциальную функцию счетного распределения частиц по размерам, которая определяется [9, 32]:

$$\int_{D_1}^{D_2} f(D) dD \equiv P[D_1 < D < D_2], \quad (2.14)$$

где $P[D_1 < D < D_2]$ – вероятность нахождения частиц диаметром D в интервале $[D_1, D_2]$. При этом должно соблюдаться условие нормировки функции распределения частиц по размерам, которое определяется выражением:

$$\int_0^{\infty} f(D) dD = 1. \quad (2.15)$$

Для аналитического описания зависимости функции распределения частиц по размерам используют теоретические и эмпирические формулы, которые, в свою очередь, могут быть одно-, двух- и трехпараметрическими. Теоретические зависимости выведены на основе некоторых физических представлений о закономерностях распределения частиц по размерам дисперсных сред.

Эмпирические зависимости получены путем описания экспериментальных результатов дисперсионного анализа.

Практически любое одномодальное распределение $f(D)$ можно аппроксимировать четырёхпараметрической формулой (так называемое обобщённое гамма-распределение):

$$f(D) = aD^\alpha \exp(-bD^\beta), \quad (2.16)$$

где параметры a, b, α, β – положительные вещественные числа. При $\beta = 1$ (1.9) сводится к обычному гамма-распределению:

$$f(D) = aD^\alpha \exp(-bD). \quad (2.17)$$

В уравнениях (2.16) и (2.17) для $f(D)$ входит нормирующий множитель a , который определяется из условия (2.15).

Часто используется для описания полидисперсных частиц логарифмически нормальное распределение (ЛНР):

$$f(D) = \frac{1}{D\sqrt{2\pi \ln \sigma}} \exp\left[-\frac{(\ln D - \ln \bar{D})^2}{2(\ln \sigma)^2}\right], \quad (2.18)$$

где $\ln \sigma$ – логарифм среднеквадратического отклонения диаметров (σ – параметр, определяющий ширину функции распределения частиц по размерам); $\ln \bar{D}$ – логарифм математического ожидания диаметров частиц.

Для описания частиц аэрозоля, диаметры которых находятся в диапазоне от 0,2 до 2 мкм, справедливо распределение Юнга:

$$f(D) = aD^{-\alpha}, \quad (2.19)$$

где a – нормирующий множитель; α – положительное вещественное число, варьируется от 3 до 6.

При моделировании грубодисперсных пылей и туманов, полученных механическим распылением, используется распределение Розена-Рамблера:

$$f(D) = a \exp^{-bD^\alpha}. \quad (2.20)$$

При образовании аэрозольной среды конденсационным способом используют распределение Харгиана-Мазина:

$$f(D) = aD^2 \exp^{-bD}. \quad (2.21)$$

Наряду с одномодальным существуют и полимодальные распределения, которые описываются суммой рассмотренных функций $f(D)$ с соответствующей нормировкой.

$$D_{mn} = \left[\frac{\int_0^\infty D^m f(D) dD}{\int_0^\infty D^n f(D) dD} \right]^{\frac{1}{m-n}}, \quad (2.22)$$

Варьируя целочисленными параметрами m, n , можно получить множество осреднённых размеров частиц D_{mn} . Наиболее употребимыми являются: D_{10} – средний арифметический, D_{20} – средний геометрический, D_{32} – средний объёмно-поверхностный, D_{43} – средневзвешенный (массовый) диаметры.

Одним из наиболее используемых размеров описания двухфазных систем – средний объёмно-поверхностный диаметр частиц, который согласно (2.22) равен:

$$D_{32} = \frac{\int_0^\infty D^3 f(D) dD}{\int_0^\infty D^2 f(D) dD}. \quad (2.23)$$

В зарубежной литературе D_{32} называют Заутеровским диаметром. Этот размер имеет функциональную связь с параметрами распределения, например, для ЛНР:

$$\ln D_{32} = \ln \bar{D} + \frac{5}{2} (\ln \sigma)^2, \quad (2.24)$$

для обобщённого гамма-распределения:

$$D_{32} = \frac{\alpha}{3+b}. \quad (2.25)$$

Для описания дисперсной системы выбрано логарифмически нормальное распределение частиц по размерам, так как его часто используют для описания дисперсных систем [9, 16, 26, 44, 58]. Оно подходит для описания совокупности

частиц с максимальным размером до 10 мкм. Вид этого распределения удобен для математического моделирования дисперсной среды, так как ширина распределения задается одним параметром, в отличие от гамма-распределения частиц по размерам (1.18).

2.3 Разработка метода восстановления функции распределения частиц по размерам

Восстановление функции распределения частиц по размерам при дистанционной диагностике дисперсных сред по экспериментальным данным об ослаблении оптического излучения этой средой осуществляется путем решения обратной задачи оптики аэрозолей. В качестве основного уравнения для решения данной задачи выступает интегральное уравнение Фредгольма первого рода:

$$I(\lambda) = I_0(\lambda) \exp \left[-\frac{\pi C_n I \infty}{4} \int_0^{\infty} Q(\rho, m(\lambda)) D^2 f(D) dD \right],$$

(2.26)

где C_n – счетная концентрация частиц; $Q(\rho, m(\lambda))$ – фактор эффективности ослабления излучения одиночной частицей; $m(\lambda) = (n - i \kappa)$ – комплексный показатель преломления материала частиц (n – показатель преломления; κ – показатель поглощения); $f(D)$ – функция счетного распределения частиц по размерам.

Искомую функцию распределения частиц по размерам $f(D)$ априорно зададим в виде логарифмически нормального закона распределения частиц по размерам (выражение 2.18).

Решение обратной задачи заключается в том, что из априорно заданного массива данных $\{\bar{D}; \sigma\}$ (параметры распределения), который определяет массив всех возможных функций распределения частиц по размерам с использованием регуляризационного алгоритма выбираются параметры, наиболее оптимально

описывающие экспериментальные данные об ослаблении оптического излучения. В качестве экспериментальных данных используется информация о спектральной оптической плотности исследуемой дисперсной среды для нескольких длин волн $\tau(\lambda_i) \ i \in [1..P]$, где P – число длин волн.

Восстановление функции распределения частиц по размерам осуществляется с привлечением дополнительной априорной информации о среднем объемно-поверхностном диаметре частиц (D_{32}) этой исследуемой дисперсной среды. Измерение D_{32} осуществляется с использованием информации о спектральной оптической плотности $\tau(\lambda_i)$ из исходного массива данных (например, для водного аэрозоля измерение D_{32} осуществляется с использованием двух длин волн $\lambda = 3,390$ мкм, $\lambda = 0,405$ мкм). Знание D_{32} исследуемой среды позволяет использовать дополнительную априорную информацию, которая характеризует искомую функцию распределения частиц по размерам.

Известное значение D_{32} позволяет варьировать одним параметром распределения, а второй – находить из выражения (2.24). Таким образом, предварительное измерение D_{32} позволяет исключить возможности некорректного решения при нахождении $f(D)$.

Поскольку в рассматриваемом случае $Q(\rho, m(\lambda))$ представляет собой сильно осциллирующую функцию, то решение уравнения (2.26) невозможно без применения специальных регуляризирующих методов решения обратных задач. Для решения обратной задачи оптики аэрозолей используется вариационный подход к построению регуляризирующего алгоритма А.Н. Тихонова. Выбор метода регуляризации А.Н. Тихонова обусловлен тем, что он является в аналитическом отношении одним из наиболее обоснованных методов регуляризации при решении обратных задач оптики аэрозолей [36]. При этом на рассматриваемое множество функций распределения частиц по размерам $\{f\} (f = f(D))$ накладывается ограничение, используя априорную информацию

о D_{32} . Задача сводится к поиску минимума функционала А.Н. Тихонова $\min_{f \in G} M^\xi[f]$ на множестве G , где G – замкнутое множество, ξ – параметр регуляризации. В соответствии с алгоритмом решения некорректно поставленных задач осуществляется минимизация функционала А.Н. Тихонова:

$$M^\xi[f] = \int_{\lambda_{\min}}^{\lambda_{\max}} \left(\frac{\pi}{4} C_n l \int_0^\infty Q\left(\frac{\pi D}{\lambda}, m(\lambda)\right) f(D) D^2 dD - \tau_\delta(\lambda) \right)^2 d\lambda + \xi \int_0^\infty \left[f^2(D) + (f'(D))^2 \right] dD, \quad (2.27)$$

где $\tau_\delta(\lambda)$ – экспериментально измеренная спектральная оптическая плотность исследуемой дисперсной среды с погрешностью δ ; λ_{\min} , λ_{\max} – минимальная и максимальная длина волны зондирующего излучения.

Спектральная оптическая плотность $\tau(\lambda)_{\text{теор}}$ рассчитывается в соответствии с точными формулами теории Ми [44]:

$$\tau(\lambda)_{\text{теор}} = \frac{\pi}{4} C_n l \int_0^\infty Q\left(\frac{\pi D}{\lambda}, m(\lambda)\right) f(D) D^2 dD. \quad (2.28)$$

Функция распределения частиц по размерам ($f(D)$), которая соответствует положению минимума функционала А.Н. Тихонова $\left(\min_{f \in G} M^\xi[f] \right)$, является решением обратной задачи.

Измерение среднего объемно-поверхностного диаметра частиц (D_{32}) основано на измерении спектральной оптической плотности аэрозольной среды для двух фиксированных длин волн зондирующего лазерного излучения. Основным уравнением метода измерения D_{32} является выражение для спектральной оптической плотности равномерно распределенных полидисперсных частиц [44]:

$$\tau_\lambda = \frac{3 C_m l \bar{Q}(\lambda, D_{32})}{2 \rho_p D_{32}}, \quad (2.29)$$

где C_m – массовая концентрация частиц; $\bar{Q}(\lambda, D_{32})$ – усредненный фактор эффективности ослабления излучения; ρ_p – плотность материала частиц.

Усредненный фактор эффективности ослабления \bar{Q} является важнейшей характеристикой, определяющей оптические свойства совокупности полидисперсных частиц и определяется выражением:

$$\bar{Q}(\lambda, D_{32}) = \frac{\int_0^\infty Q\left(\frac{\pi D}{\lambda}, m(\lambda)\right) f(D) D^2 dD}{\int_0^\infty f(D) D^2 dD}. \quad (2.30)$$

Фактор эффективности ослабления зондирующего излучения (Q) рассчитывается в соответствии с теорией Ми [13], используя выражение:

$$Q\left(\frac{\pi D}{\lambda}, m(\lambda)\right) = \frac{2}{\left(\frac{\pi D}{\lambda}\right)^2} \sum_{n=1}^{\infty} (2n+1) \operatorname{Re}(a_n + b_n), \quad (2.31)$$

и считается найденным при выполнении условия:

$$\left[\sum_{n=1}^N (2n+1) \operatorname{Re}(a_n + b_n) \right] 10^{-8} > (2N+3) \operatorname{Re}(a_{N+1} + b_{N+1}). \quad (2.32)$$

Точность выполнения расчёта фактора эффективности ослабления оптического излучения проверялась сравнением получаемых результатов с данными, приводимыми в литературе [13].

Отношение τ_λ для двух соответствующих длин волн λ_1 и λ_2 является однозначной функцией D_{32} :

$$\frac{\tau_{\lambda_2}}{\tau_{\lambda_1}} = \frac{\bar{Q}(\lambda_2, D_{32})}{\bar{Q}(\lambda_1, D_{32})} = F(D_{32}). \quad (2.33)$$

Таким образом, по экспериментально измеренной спектральной оптической плотности τ_λ для двух длин волн и расчетной зависимости $F(D_{32})$ можно непосредственно найти значение D_{32} . При этом рабочий диапазон для измерения D_{32} ограничивается первым максимумом зависимости $F(D_{32})$. На рисунке 2.2

приведена зависимость $F(D_{32})$ для длин волн 3,39 мкм и 0,405 мкм для водного аэрозоля.

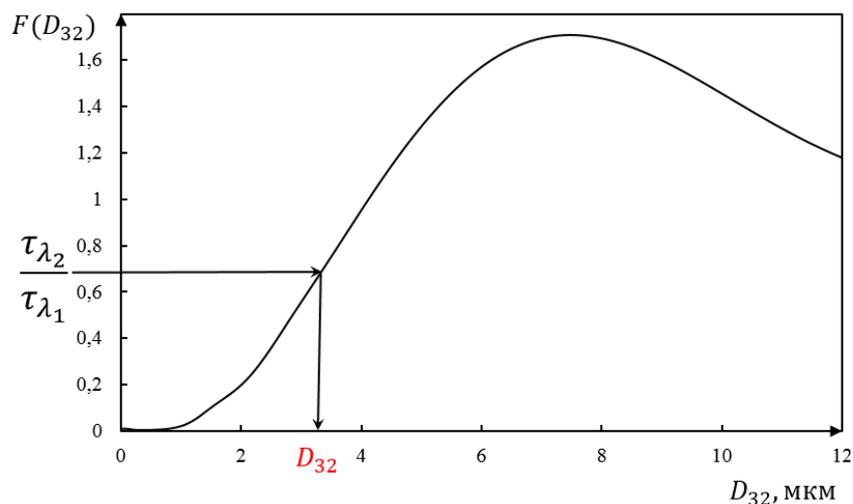


Рисунок 2.2 – Зависимость $F(D_{32})$ для длин волн 3,390 мкм и 0,405 мкм для водного аэрозоля

Таким образом, используя информацию об ослаблении оптического излучения аэрозольной среды на различных длинах волн, решается обратная задача оптики аэрозолей по восстановлению функции распределения частиц по размерам. Граничные условия обратной задачи устанавливаются с учетом экспериментально измеренного значения D_{32} . Далее осуществляется минимизация функционала А.Н. Тихонова. Выбирается $f(D)$ соответствующая положению минимума и рассчитывается C_m , используя следующее выражение:

$$C_m = \frac{1}{k} \sum_{i=1}^k \frac{\tau_{\lambda}^{\text{эксн}} \rho_p D_{32}}{1,5l\bar{Q}(\lambda, D_{32})}, \quad (2.34)$$

где k – число длин волн.

Для снижения статистической погрешности измерения C_m производится оценка среднего значения по нескольким длинам волн.

В случае частиц, имеющих комплексный показатель преломления материала частиц m_1 , взвешенных в прозрачной среде с показателем преломления среды m_2 ,

отличным от 1, например, водная суспензия оксида алюминия, при расчёте ослабления оптического излучения используются значения $m = m_1/m_2$, $\rho = \pi D m_2 / \lambda$.

Для процессов с быстрым изменением дисперсного состава (характерно для аэрозольных сред) регистрация данных об ослаблении оптического излучения происходит с высоким временным разрешением до 2 мс, то есть за короткий промежуток времени происходит накопление большого количества измерительной информации. Предварительно измеренное значение D_{32} конкретизирует область решения обратной задачи оптики аэрозолей, значительно уменьшая время обработки измерительной информации, обеспечивая экспрессность методики измерения $f(D)$ аэрозольной среды [80-87].

2.3.1 Модификация методики измерения среднего объемно-поверхностного диаметра частиц

Метод измерения среднего объемно-поверхностного диаметра частиц дисперсной среды, основанный на измерении спектральной оптической плотности для двух фиксированных длин волн зондирующего лазерного излучения приведен в пункте 2.4.

Приведенный выше подход измерения D_{32} основан на предположении о независимости $F(D_{32})$ от вида функции распределения (обобщенное гамма распределение, логарифмически нормальное распределение и др.), поскольку усредненные факторы эффективности ослабления определяются интегрированием от $f(D)$ (выражение 2.29). В действительности функция $F(D_{32})$ (выражение 2.33) зависит от ширины функции распределения частиц по размерам, что приводит к возникновению методической погрешности в измерении D_{32} . Таким образом, для корректного измерения D_{32} дисперсной среды необходимо осуществлять оценку методической погрешности измерений. Для оценки влияния ширины

распределения проведено математическое моделирование взаимодействия оптического излучения с дисперсной системой, имеющей различные параметры распределения частиц по размерам (ширина распределения) [88-91].

Рассмотрим влияние функций распределения частиц по размерам с различной шириной распределения на общий вид усредненного фактора эффективности ослабления. На рисунке 2.3 приведены зависимости $\bar{Q}(D_{32})$ для различных значений ширины распределения σ в логарифмически нормальном распределении частиц по размерам. Из зависимостей $\bar{Q}(D_{32})$, приведенных на рисунке 2.3, видно, что существенное влияние на характер зависимости \bar{Q} оказывает ширина функции распределения частиц по размерам. Увеличение ширины распределения частиц по размерам приводит к уменьшению максимального значения \bar{Q} . Сглаживание осцилляций и размытие экстремумов для зависимостей $\bar{Q}(D_{32})$ с $\sigma > 1$ обусловлено интегральным взаимодействием ансамбля частиц.

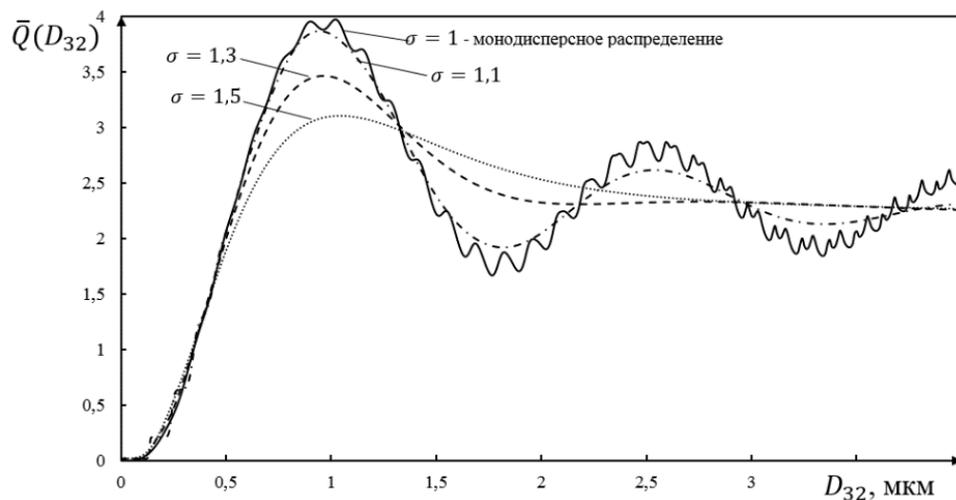


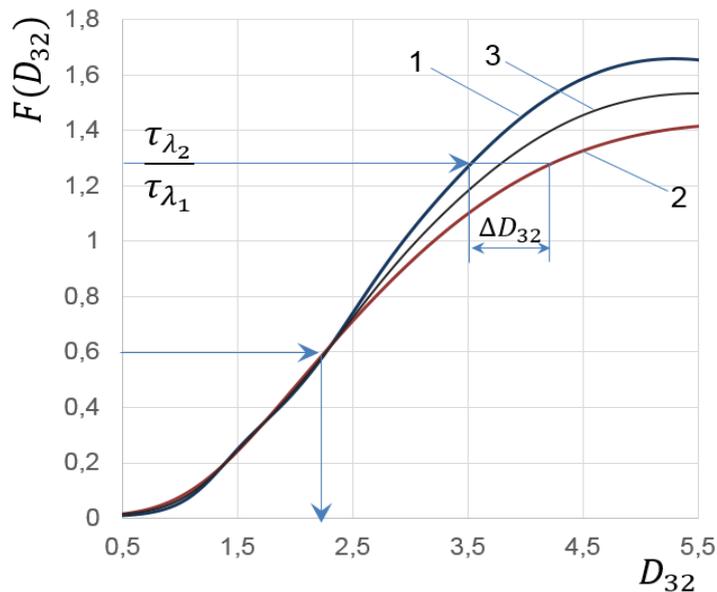
Рисунок 2.3 – Зависимости $\bar{Q}(D_{32})$ для различных значений ширины (σ) логарифмически нормального распределения

Такое поведение функции усредненного фактора эффективности ослабления ограничивает диапазон измерения среднего объемно-поверхностного диаметра, так

как данный подход заключается в нахождении области, где $\bar{Q}(D_{32})$ не зависит от формы функции распределения. Таким образом, оценка диапазона измерения D_{32} сводится к анализу поведения функции $F(D_{32})$ (выражение 2.33).

Для математического моделирования полидисперсной системы использовалось логарифмически нормальное распределение частиц по размерам (выражение 1.19).

Путем математического моделирования установлено, что функция $F(D_{32})$ (выражение 2.33) зависит от ширины функции распределения частиц по размерам (σ), что может приводить к возникновению методической погрешности в измерении D_{32} . На рисунке 2.4 приведены зависимости $F(D_{32})$ для ЛНР с $\sigma = 1,2$ и $\sigma = 1,6$ для длин волн $\lambda = 3,390$ мкм и $\lambda = 0,405$ мкм (водный аэрозоль). Оптические константы взяты из источника [92].



1 - ЛНР для $\sigma = 1,2$; 2 - ЛНР для $\sigma = 1,6$; 3 - среднее

Рисунок 2.4 – Зависимости $F(D_{32})$ для ЛНР с различной шириной распределения

При построении рабочих зависимостей $F(D_{32})$ выбирается значение параметра σ от 1,2, чтобы избежать осцилляций второго порядка функции $\bar{Q}(D_{32})$.

Выбор диапазона значений $\sigma \in (1,2; 1,6)$ обусловлен тем, что такой диапазон значений обеспечивает всевозможную вариацию функций распределения частиц по размерам с диапазоном диаметров частиц до 10 мкм.

При этом выбор рабочих длин волн для измерения D_{32} основан на следующем обобщённом принципе: чем более разнесены рабочие длины волн в спектральном диапазоне, тем в большей степени отличается вид зависимости $\bar{Q}(D_{32})$ на этих длинах волн, тем более широкий диапазон измерения D_{32} .

Таким образом, используя набор функций $F(D_{32})$, построенных для различных значений параметров распределения, можно найти область, где $F(D_{32})$ не имеет выраженной зависимости от формы функции распределения частиц по размерам. Для осуществления контроля методической погрешности измерения D_{32} проводится расчет диапазона, в котором относительное отклонение размаха величины D_{32} от среднего значения D_{32}^{cp} не превышает заданного значения. Размах значения D_{32} определяется как разность между максимальным и минимальным значениями функции. Относительное отклонение величины размаха от среднего значения будет определяться следующим выражением:

$$\Delta F = (\max(D_{32}) - \min(D_{32})) / D_{32}^{cp}. \quad (2.35)$$

В таком случае область решения обратной задачи ограничивается диапазоном ΔD_{32} (рисунок 2.8). Знание методической погрешности измерения D_{32} уменьшает вероятность возникновения ошибки восстановления $f(D)$, также позволяет ограничить область решения обратной задачи оптики аэрозолей. Далее осуществляется минимизация функционала А.Н. Тихонова. Выбирается $f(D)$ соответствующая положению минимума. Затем по известным параметрам $f(D)$ уточняется значение D_{32} и рассчитывается значение C_m с использованием выражения (2.34).

Использование разработанного метода измерения D_{32} позволяет проводить теоретический расчет информативного диапазона, для которого методическая погрешность определения не будет превышать заданного значения, например 5 %.

2.3.2 Изменение информативного диапазона определения среднего объемно-поверхностного диаметра частиц

Методика измерения D_{32} основана на использовании области, где вид зависимости $\bar{Q}(D_{32})$ наиболее выражен от λ , то есть в области до первого максимума функции. А функция $\bar{Q}(D_{32}, m(\lambda))$ зависит от комплексного показателя преломления частиц. Он индивидуален для каждого вещества, то есть положение максимума функции может изменяться в зависимости от его значения. Таким образом, положение максимума функции $\bar{Q}(D_{32}, m(\lambda))$ влияет на ширину и максимальное определяемое значение информативного диапазона измерения D_{32} .

Изменение информативного диапазона измерения D_{32} можно рассмотреть относительно значения комплексного показателя преломления для водного аэрозоля. На рисунке 2.5 приведена зависимость $\bar{Q}(D_{32})$ для разных значений комплексного показателя преломления материала частиц [82].

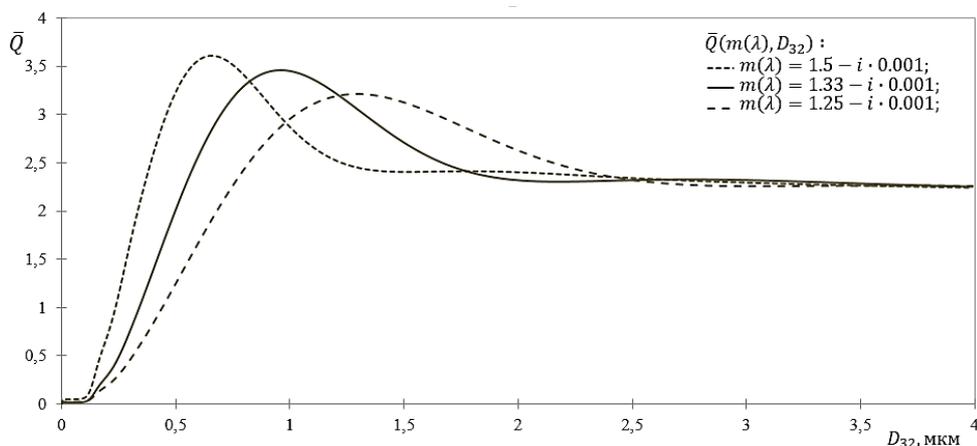
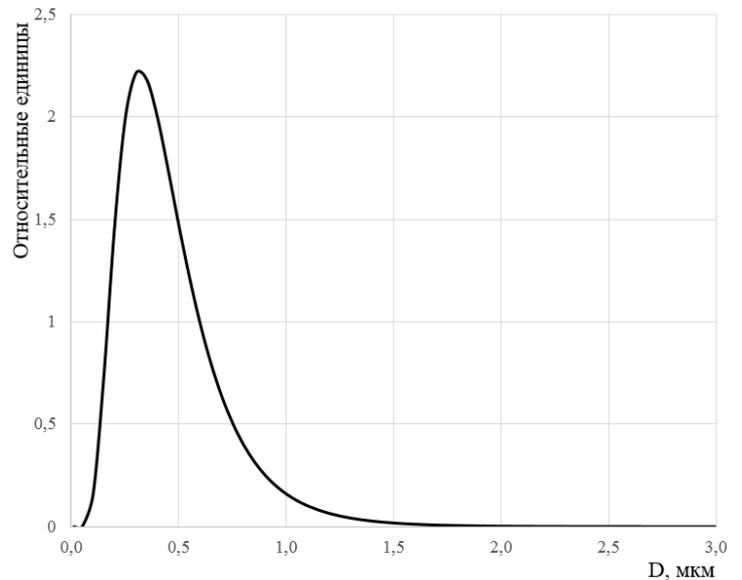
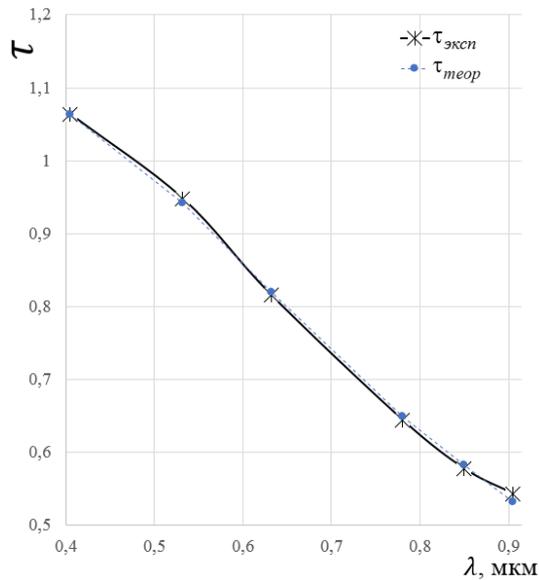


Рисунок 2.5 – Зависимость $\bar{Q}(D_{32})$ для разных значений комплексного показателя преломления материала частиц

Из анализа зависимостей, приведенных на рисунке 2.9 видно что увеличение значения действительной части комплексного показателя преломления приводит к смещению максимума $\bar{Q}(D_{32})$ в сторону меньших диаметров, и, наоборот, уменьшение значения действительной части комплексного показателя преломления приводит к смещению максимума $\bar{Q}(D_{32})$ в сторону больших диаметров. Таким образом, информативный диапазон измерения будет индивидуален для каждого вещества и определяться значением комплексного показателя преломления материала частиц [82].

2.4 Оценка необходимого числа длин излучения волн для зондирования двухфазных сред

Для оценки числа длин волн, необходимых для решения обратной задачи оптики аэрозолей, будут рассмотрены длины волн внутри спектрального диапазона от 0,405 до 0,905 мкм. Такие границы обусловлены применимостью теории рассеяния света для частиц в диапазоне диаметров частиц от 0,1 до 10 мкм, основанной на строгом решении формул теории Ми. В данном диапазоне выберем длины волн, соответствующие общедоступным лазерным источникам излучения: $\lambda_1 = 0,405$ мкм; $\lambda_2 = 0,532$ мкм; $\lambda_3 = 0,632$ мкм; $\lambda_4 = 0,780$ мкм; $\lambda_5 = 0,850$ мкм; $\lambda_6 = 0,905$ мкм. Влияние ширины спектрального диапазона зондирующего излучения на решение обратной задачи оптики аэрозолей оценивалось при восстановлении функции распределения частиц по размерам при различных сочетаниях экспериментальных данных (ширина спектрального диапазона и число длин волн). Экспериментальные данные – спектральная оптическая плотность $\tau_{\text{эсп}}$ для оксида алюминия Al_2O_3 . На рисунке 2.6 приведены экспериментальные результаты и расчетные данные, полученные при решении обратной задачи оптики аэрозолей.

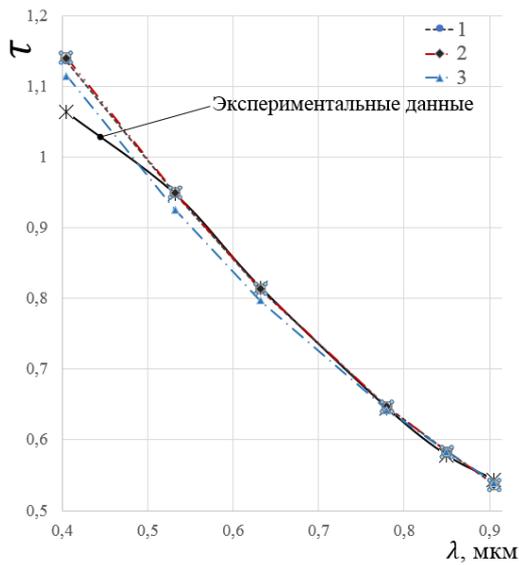


а) зависимость спектральной оптической плотности от λ б) функция распределения частиц по размерам

Рисунок 2.6 – Экспериментальные результаты и теоретические данные, полученные при решении обратной задачи оптики аэрозолей

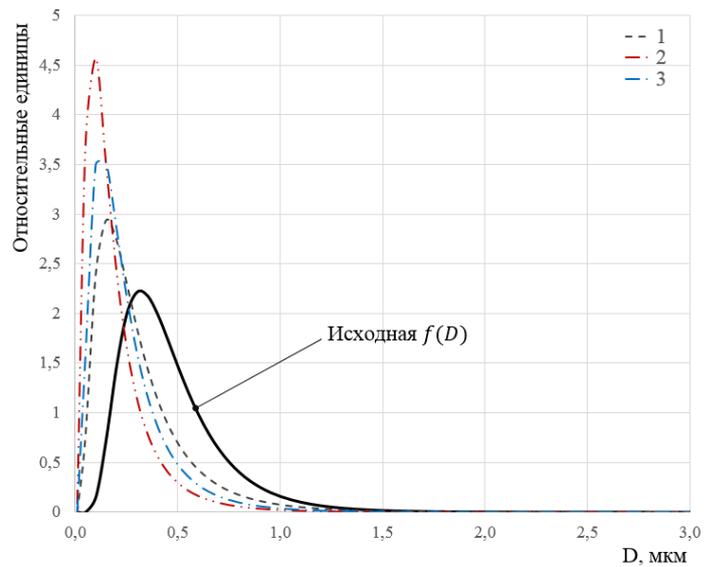
Набор экспериментальных данных обозначен цифровым диапазоном, который соответствует номерам лазерных источников (например, 2-4 соответствует набору данных об ослаблении лазерного излучения исследуемой средой на длинах волн $\lambda_2 = 0,532$ мкм (2), $\lambda_3 = 0,632$ мкм (3), $\lambda_4 = 0,780$ мкм (4)). Функцию распределения частиц по размерам, приведенную на рисунке 2.6 б), примем за исходную $f(D)$, так как она получена при решении обратной задачи оптики аэрозолей по всему набору экспериментальных данных (1-6).

На рисунках 2.7 – 2.9 приведены экспериментальные результаты и расчетные данные, полученные при решении обратной задачи оптики аэрозолей с использованием различных наборов экспериментальных результатов.



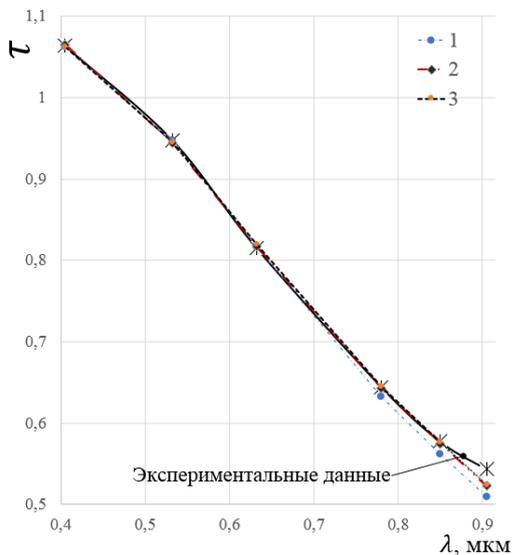
1 – 2-6; 2 – 3-6; 3 – 4-6

а) зависимость спектральной оптической плотности от λ



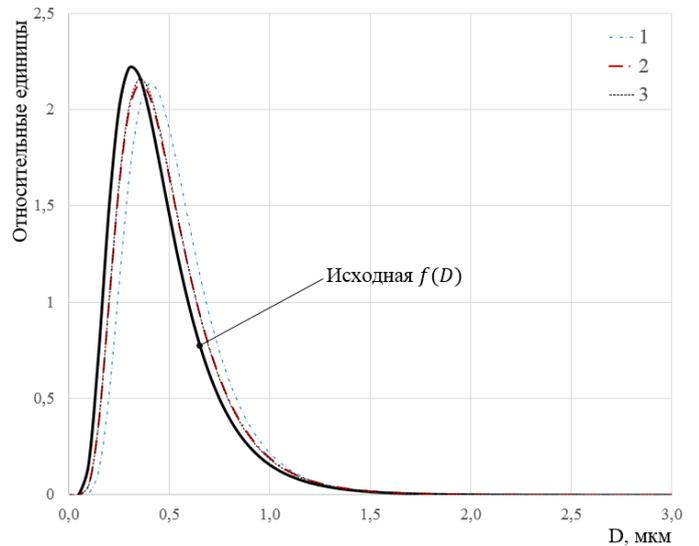
б) функции распределения частиц по размерам

Рисунок 2.7 – Экспериментальные результаты и расчетные данные, полученные при решении обратной задачи оптики аэрозолей



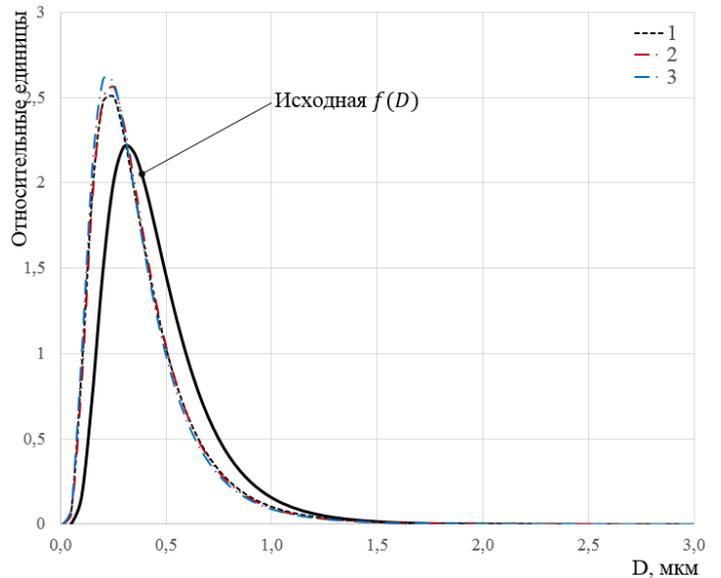
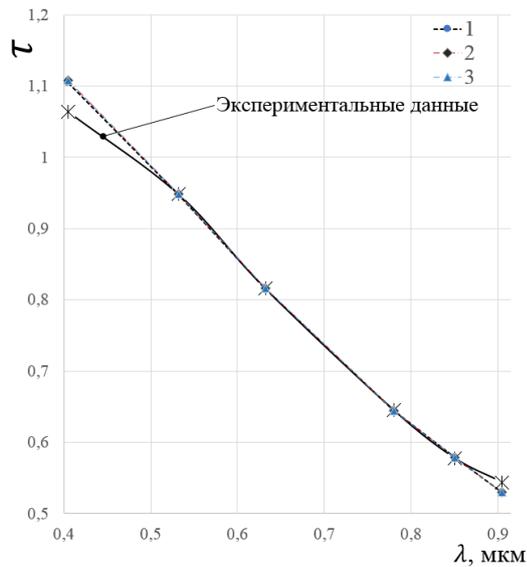
1 – 1-5; 2 – 1-4; 3 – 1-3;

а) зависимость спектральной оптической плотности от λ



б) функции распределения частиц по размерам

Рисунок 2.8 – Экспериментальные результаты и расчетные данные, полученные при решении обратной задачи оптики аэрозолей



1 – 2-5; 2 – 2-4; 3 – 3-5;

а) зависимость спектральной оптической плотности от λ б) функции распределения частиц по размерам

Рисунок 2.9 – Экспериментальные результаты и расчетные данные, полученные при решении обратной задачи оптики аэрозолей

Анализ зависимостей, приведенных на рисунках 2.7-2.9, позволяет сделать следующий вывод: исключение из расчета $\tau(\lambda_i)$ с λ_i , близких к размерам частиц исследуемой дисперсной среды (исходное $f(D)$ до 0,650 мкм содержит 90 % частиц), приводит к возникновению ошибки при восстановлении функции распределения частиц по размерам.

Таким образом, для обеспечения измерений функции распределения частиц по размерам в широком диапазоне размеров частиц необходимо использовать весь спектральный диапазон, то есть от $\lambda_1 = 0,405$ мкм до $\lambda_2 = 0,905$ мкм. Для расширения диапазона измерения функции распределения частиц по размерам в область больших диаметров необходимо дополнительно использовать лазерный источник с длиной волны более 0,905 мкм.

2.5 Оценка работоспособности разработанного алгоритма решения обратной задачи оптики аэрозолей

Измерение $f(D)$ осуществляется по информации об ослаблении оптического излучения ($\tau(\lambda)$) этой дисперсной средой, а такая задача относится к классу обратных задач оптики аэрозолей, то есть малое, неконтролируемое, изменение исходных данных $\tau(\lambda)$, например, связанное с погрешностью измерения, может приводить к значительному изменению решения. Поэтому, проведена теоретическая оценка влияния погрешности измерения $\tau(\lambda)$ на результат восстановления геометрических характеристик $f(D)$.

При анализе двухфазной дисперсной системы оценивается форма функций распределения частиц по размерам с помощью геометрических характеристик (рисунок 2.10) [9]:

- модальный диаметр D_0 ;
- полуширина распределения Δ ;
- коэффициент асимметрии $\varepsilon = \frac{D_0 - D_1}{2\Delta}$.

Проведена оценка влияния погрешности измерения $\tau(\lambda)$ на результат восстановления функции распределения частиц по размерам. За исходные функции распределения частиц по размерам выбраны $f(D)$, имеющие следующие параметры σ : 1,3; 1,6; и D_{32} (мкм): 0,713; 1,04; 1,9; 3,88; 4,52. Такой диапазон параметров D_{32} и σ обеспечивает вариацию теоретически возможных $f(D)$ в диапазоне размеров частиц не более 10 мкм.

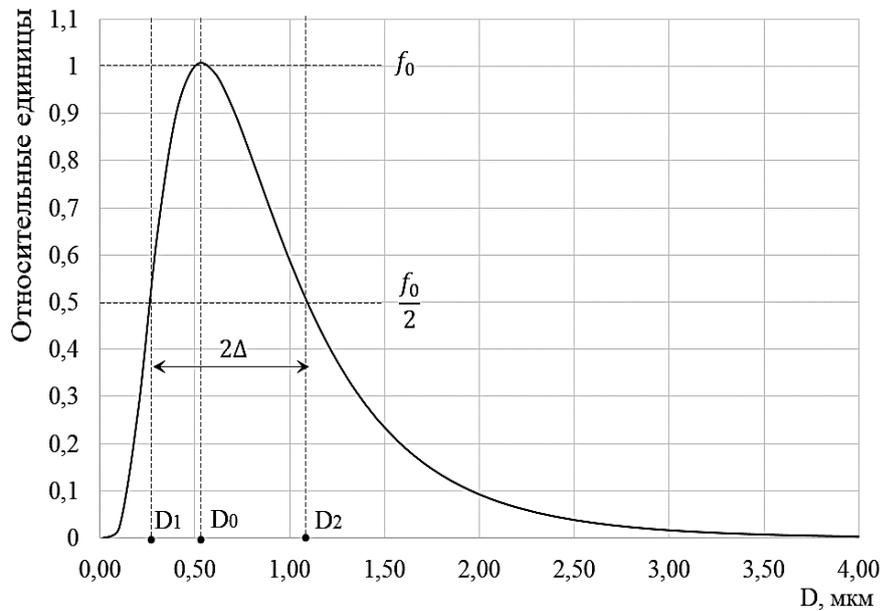


Рисунок 2.10 – Геометрические характеристики функции распределения частиц по размерам

Теоретическая оценка погрешности восстановления геометрических параметров функции распределения частиц по размерам осуществлялась следующим образом:

- для выбранной $f(D)$ из исходного массива рассчитывается теоретическое ослабление $\tau(\lambda)_{теор}$ в соответствии с (2.29);
- решается задача восстановления $f(D)$ для данных $\tau^\delta(\lambda) = \tau(\lambda)_{теор} \pm \delta$, где δ – относительная погрешность, значения которой выбираются случайным образом на уровнях $\pm 3\%$; $\pm 5\%$; $\pm 10\%$;
- сравниваются геометрические характеристики исходной $f(D)$ и восстановленной $f(D)$ по данным $\tau^\delta(\lambda)$ (в таблицу 2.1 заносятся данные по максимальной погрешности из D_0 , Δ , ε).

В качестве теоретической аэрозольной среды используется водный аэрозоль. Погрешности восстановления геометрических характеристик функций распределения частиц по размерам приведены в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Погрешности восстановления функций распределения частиц по размерам

Параметры функции распределения частиц по размерам	Относительная погрешность		
	$\delta(\pm 3 \%)$	$\delta(\pm 5 \%)$	$\delta(\pm 10 \%)$
$D_{32} = 0,713$ мкм ($\bar{D} = 0,6$ $\sigma = 1,3$)	6 %	9 %	35 %
$D_{32} = 1,04$ мкм ($\bar{D} = 0,6$ $\sigma = 1,6$)	5 %	13 %	40 %
$D_{32} = 1,9$ мкм ($\bar{D} = 1,6$ $\sigma = 1,3$)	7 %	12 %	44 %
$D_{32} = 2,78$ мкм ($\bar{D} = 1,6$ $\sigma = 1,6$)	7 %	13 %	42 %
$D_{32} = 3,88$ мкм ($\bar{D} = 2,6$ $\sigma = 1,3$)	7 %	14 %	48 %
$D_{32} = 4,52$ мкм ($\bar{D} = 2,6$ $\sigma = 1,6$)	8 %	13 %	56 %

Таким образом, для корректного восстановления функции распределения частиц по размерам с использованием данных $\tau(\lambda)$ требуется контролировать погрешность измерения на уровне, не превышающим 5 %.

Выводы по второй главе

Разработан метод восстановления (измерения) функции распределения частиц по размерам, в котором расчёты осуществляются при использовании дополнительной априорной информации в виде экспериментального измеренного значения D_{32} . В качестве искомого вида функции распределения частиц по размерам выбран логарифмически нормальный закон распределения. Для обеспечения корректности поставленной задачи по Адамару при решении обратной задачи оптики аэрозолей используется метод регуляризации А.Н. Тихонова.

Разработана методика измерения D_{32} , использование которой позволяет определить методическую погрешность измерений, находить диапазон, в котором эта погрешность не превышает заданного значения, например, 5 %. При этом разработанная методика измерения D_{32} может быть использована независимо в приложениях, где для характеристики аэрозоля достаточно значения осредненного размера частиц (D_{32}).

Проведена теоретическая оценка влияния погрешности измерения $\tau(\lambda)$ на результат восстановления основных геометрических характеристик $f(D)$. Теоретически показано, что при погрешности измерения $\tau(\lambda)$ не более 5 %, погрешность восстановления основных геометрических характеристик $f(D)$ не превышает 14 %.

Глава 3. Экспериментальная установка измерения параметров дисперсности двухфазных сред

В аппаратном плане разрабатываемая экспериментальная установка должна обеспечивать сбор и хранение экспериментальных данных об ослаблении оптического излучения дисперсной средой для определенного набора длин волн. Таким образом, основная задача в аппаратном плане заключается в разработке источника излучения, состоящего из набора лазеров, имеющих различные длины волн излучения фотоприемного блока, блока регистрации и обработки сигналов. Для построения источника излучения, состоящего из набора лазеров с различными длинами волн, требуется произвести выбор схемы селекции. При этом схема формирования многоволнового пучка лазерного излучения должна быть технически проста в реализации, должна обеспечивать высокую точность сведения лазерного излучения в один пучок, должна обеспечивать небольшие потери мощности лазерного излучения.

Такая структурная модификация при замене непрерывного спектра зондирующего излучения на набор источников монохроматического узкоколлимированного излучения (лазерных источников) дает ряд положительных особенностей:

1) значительное увеличение оптической длины пути до нескольких метров (вследствие высокой коллимированности излучения и большой пространственной плотности энергии);

2) возможность исследования оптически плотных дисперсных сред или имеющих большую концентрацию частиц (выполнимость закона Бугера-Ламберта-Бера значительно расширяется для узких световых пучков при относительно небольшой их расходимости вплоть до 30° , что легко достигается при использовании лазерных источников);

3) увеличение чувствительности (увеличение отношения сигнал/шум при использовании фотодиодов в качестве приемников излучения);

4) компактность, мобильность, портативность экспериментальной установки, возможность использования в лабораторных, производственных и полевых условиях.

При измерении ослабления лазерного излучения двухфазными средами (аэрозольными образованиями, суспензиями) особое внимание стоит уделить условиям применимости закона Бугера-Ламберта-Бера для прямого оптического излучения. Так как отклонение закона ослабления оптического излучения от экспоненциального будет приводить к погрешности измерения спектральной оптической плотности, что приведет к неверной интерпретации измерительных данных. При этом зачастую основной вклад в отклонение закона ослабления оптического излучения от экспоненциального происходит из-за условий проведения эксперимента, а не особенностей рассеивающей среды.

Таким образом, для получения адекватных измерений ослабления лазерного излучения дисперсной средой необходимо провести проверку фотодиодов на линейный режим работы (оценка инструментальной погрешности); проверить применимость закона Бугера-Ламберта-Бера (оценка условий проведения эксперимента). Далее необходимо, основываясь на выполнимости закона Бугера-Ламберта-Бера, для конкретных двухфазных сред и параметров экспериментальной установки, оценить диапазоны измерения концентрации частиц.

3.1 Анализ формирования многоволнового пучка зондирующего лазерного излучения

Источник излучения должен состоять из набора лазеров с соответствующими длинами волн излучения (0,405, 0,532, 0,632, 0,780, 0,850, 0,905, 3,39 мкм). Задача формирования многоволнового пучка лазерного излучения с различными длинами волн в один разделена на два этапа. На первом этапе проводится сведение лазерного излучения в видимом и ближнем инфракрасном (ИК) диапазоне (от 0,405 до 0,905 мкм). На втором этапе проводится добавление лазерного излучения с

длиной волны 3,390 мкм. Это разделение обусловлено использованием комплектующих элементов, состоящих из оптических материалов, имеющих различную степень поглощения в ближней ИК-области.

Формирование многоволнового пучка излучения лазеров с различными длинами волн в один луч может быть осуществлено разными методами, основанными на различных характеристиках оптических свойствах элементов. Ниже приведен анализ некоторых способов формирования многоволнового пучка лазерного излучения.

3.1.1 Схема формирования многоволнового пучка лазерного излучения с использованием призмы

Формирование многоволнового пучка лазерного излучения на различных длинах волн можно осуществлять с использованием явления дисперсии света в среде. Дисперсией света называется зависимость фазовой скорости света в среде от его частоты ν , при этом:

$$\nu = \frac{c}{n}, \quad (3.1)$$

где c – скорость света в вакууме, а n – показатель преломления среды.

Существование дисперсии света обусловлено проявлением частотной зависимости показателя преломления среды, в которой распространяется свет. Такая зависимость легко обнаруживается, например, при прохождении пучка белого света через призму, изготовленную из оптически прозрачной среды, частотная зависимость показателя преломления которой $n(\nu)$ нелинейная и немонотонная [93].

Если лучи падают под углом к главному сечению, то они преломляются тем сильнее, чем больший угол соответствует плоскости падения с главным сечением [94]. На рисунке 3.1 представлена структурная схема формирования многоволнового пучка лазерного излучения с использованием призмы.

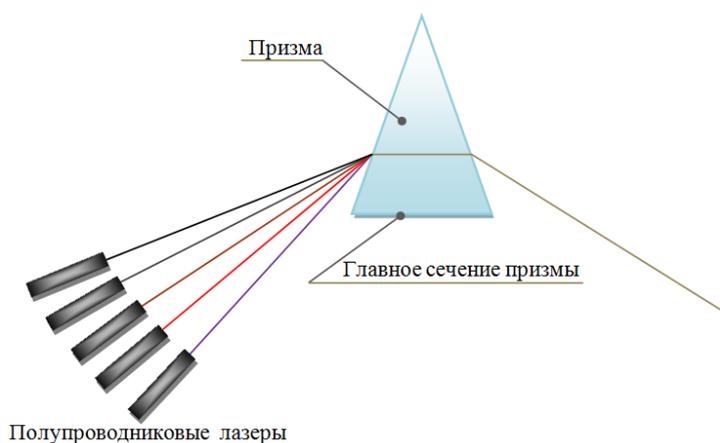


Рисунок 3.1 – Схема формирования многоволнового пучка лазерного излучения с использованием призмы

Так как шаг между дискретными спектральными линиями зондирующего излучения невелик (порядка 80 нм), то соответственно при сведении лазерного излучения будут и малы углы между осями лучей лазерных источников. Геометрические размеры лазерных источников не позволяют обеспечить компактное расположение лазерных источников. Использование дополнительных зеркал для более компактного расположения лазерных источников заметно усложняет конструкцию. Таким образом, реализация данной схемы формирования лазерного излучения затруднительна вследствие технической сложности юстировки системы оптических компонентов.

3.1.2 Схема формирования многоволнового пучка лазерного излучения с использованием отражательной дифракционной решетки

Формирование многоволнового пучка лазерного излучения может быть осуществлено с использованием отражательной дифракционной решетки и фокусирующей линзы (рисунок 3.2).

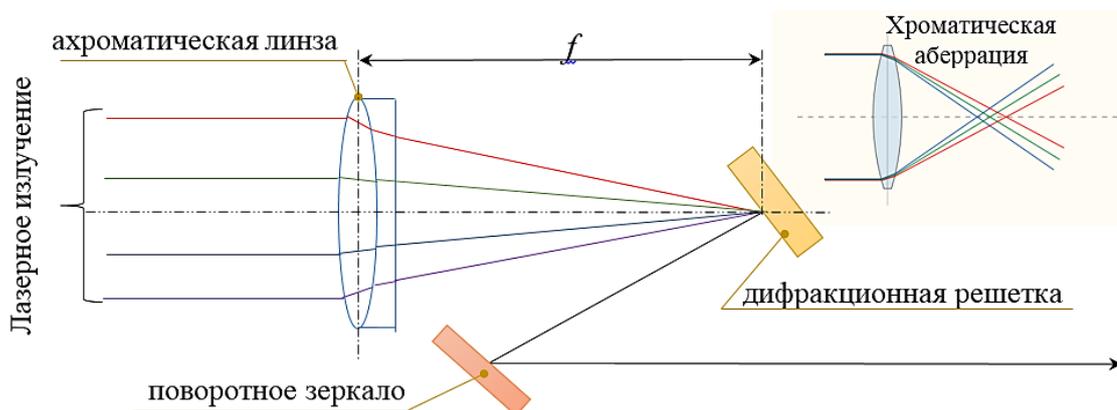


Рисунок 3.2 – Структурная схема формирования многоволнового пучка лазерного излучения с использованием отражательной дифракционной решетки

Вследствие широкого спектрального диапазона зондирующего излучения от 0,405 мкм до 0,905 мкм большое влияние на точность сведения лазерного излучения будет оказывать хроматическая aberrация (пример хроматической aberrации приведен на рисунке 3.2 в сноске справа вверху). Использование ахроматической линзы повышает точность сведения лазерного излучения.

В данной схеме для дифракционной решетки рабочими являются отражательные спектры нулевого, первого и второго порядка. При этом потери мощности при сведении лазерного излучения в один пучок для каждой длины волны определяются поглощением ахроматической линзы и номером рабочего порядка отражательной дифракционной решетки. Такая реализация схемы сведения лазерного излучения в один пучок технически сложна.

3.1.3 Схема формирования многоволнового пучка с использованием оптоволоконна

Формирование многоволнового пучка лазерного излучения возможно реализовать с использованием фоконa. Фокон – это фокусирующий конус, стеклянный монолитный, полый зеркальный или волоконно-оптический,

изготовленный из спеченных вместе стеклянных нитей. Сердцевина каждого световода имеет более высокий показатель преломления, чем внешняя оболочка. Изображение, спроецированное на один из торцов, переносится с соответствующим изменением масштаба на другой торец. Используется в качестве концентратора в оптических системах с малой угловой апертурой.

При сведении лазерного излучения с использованием фокусирующего конуса невозможно добиться совмещения лазерных лучей в один пучок. Зондирующее излучение, в данном случае состоит из ряда параллельных оптической оси фокона лучей лазерного излучения, отстоящих от оптической оси на некоторое расстояние. При этом необходимо учитывать спектральный коэффициент пропускания материала фокона.

Данная схема эквивалентна схеме сведения с полностью совмещенными лучами только при условии абсолютной дисперсной и концентрационной однородности исследуемой дисперсной среды.

Следовательно, данная схема сведения подходит для решения задач по измерению дисперсности двухфазной среды с низкой скоростью течения потока, например, для измерения дисперсного состава и концентрации суспензий. На рисунке 3.3 представлена структурная схема формирования многоволнового пучка с использованием фокона.

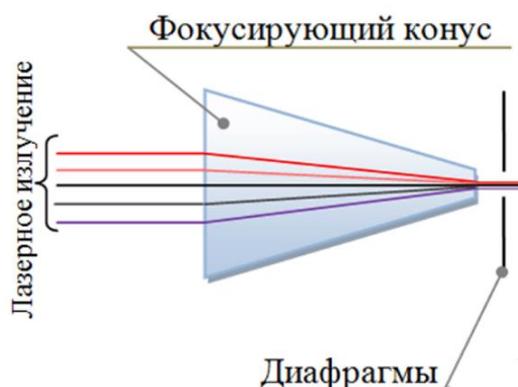


Рисунок 3.3 – Структурная схема формирования многоволнового пучка с использованием фокона

Диафрагма между фоконом и кюветой необходима для коллимирования пучка, прошедшего через фокон, а диафрагма после кюветы не позволяет рассеянному излучению попасть на конденсор.

Преимущество данного метода состоит в относительной простоте конструкции и юстировки. Однако излучение непосредственно от лазеров должно направляться параллельно в каждую точку фокусирующего конуса, что, учитывая габариты лазеров и конуса, создает дополнительные трудности. Ограничение использования сведения зондирующего излучения с использованием фокона для измерения параметров аэрозольных сред с методической точки зрения состоит в том, что при высоких скоростях течения потока, концентрация частиц может изменяться достаточно быстро, что в свою очередь вызовет неодновременное изменение интенсивности для каждой из длин волн зондирующего излучения (так как лучи не совпадают с оптической осью), а это не позволит корректно восстанавливать функцию распределения частиц по размерам.

3.1.4 Схема формирования многоволнового пучка лазерного излучения с использованием револьверты и телескопической системы

Револьверта представляет собой цилиндрическое основание с закрепленными на ней по краям юстировочными платформами, причем юстировка лазеров осуществляется только в плоскости, проходящей между главной оптической осью и центром лазера. На рисунке 3.4 изображена схема формирования многоволнового пучка лазерного излучения с помощью револьверты и телескопической системы на основе трубы Галилея.

Полупроводниковые лазеры на револьверте расположены под углом к главной оптической оси экспериментальной установки. Далее расположена отрицательная линза, которая формирует падающее лазерное излучение в параллельный набор лазерных лучей, причем расстояние между соседними лучами меньше, чем у лазеров, расположенных на револьверте. После чего лазерное

излучение проходит через длиннофокусную положительную линзу. Измерительный объем располагается в окрестностях фокуса длиннофокусной линзы, так как лазерные лучи находятся на максимально близком расстоянии друг от друга в оптической системе сведения.

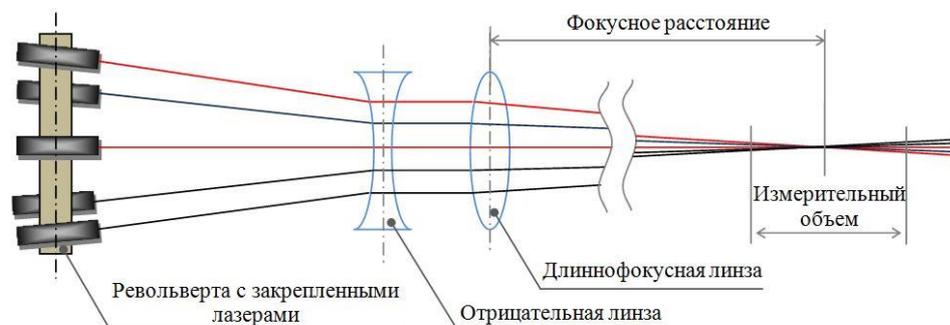


Рисунок 3.4 – Схема формирования многоволнового пучка лазерного излучения с использованием револьверты и телескопической системы

Преимущество данной схемы состоит в том, что она позволяет использовать большое количество лазеров без больших потерь мощности лазерного излучения. Но использование данного метода формирования лазерного излучения требует точной юстировки и достаточно сильно усложняет схему разделения лазерного пучка в блоке селекции зондирующего излучения.

3.1.5 Схема формирования многоволнового пучка с использованием полупрозрачных зеркал и дихроических зеркал

Данный метод основан на разделении полупрозрачным зеркалом падающего луча на две составляющие: отраженную и прошедшую. Коэффициент отражения и пропускания зависит как от спектральной характеристики полупрозрачного зеркала, так и от угла падения. На рисунке 3.5 приведена схема формирования многоволнового пучка лазерного излучения в один пучок с использованием полупрозрачных зеркал.

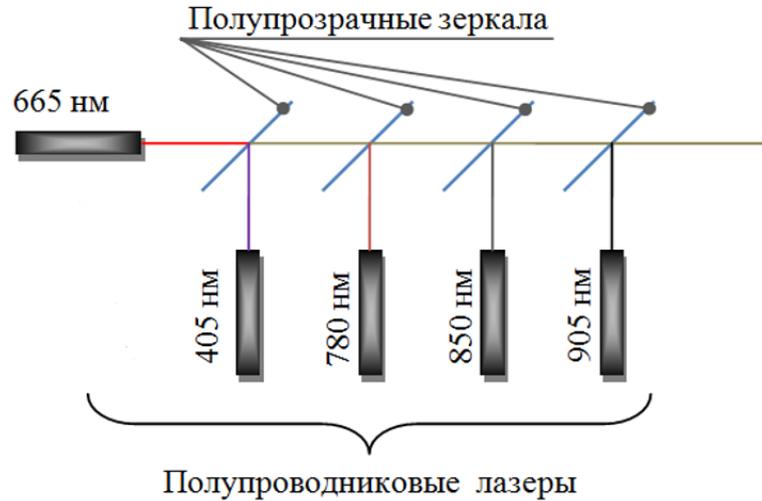


Рисунок 3.5 – Схема формирования многоволнового пучка лазерного излучения в использовании полупрозрачных зеркал

В данной схеме формирования многоволнового пучка, при прохождении через полупрозрачное зеркало снижается интенсивность за счёт отражения от 30 % до 60 % и поглощения, что в свою очередь приводит к ограничению числа сводимых лучей в один пучок. К тому же каждый луч претерпевает многократное переотражение на гранях зеркал.

Структурная схема формирования многоволнового пучка лазерного излучения с использованием дихроических зеркал аналогична схеме, представленной на рисунке 3.5. Дихроическое зеркало – особый вид интерференционного фильтра, который отражает определенную часть спектра оптического излучения, а остальную часть спектра пропускает. Таким образом, использование специализированных дихроических зеркал минимизирует потери мощности излучения в сравнении с полупрозрачными зеркалами.

Для реализации излучающей части измерительной установки выбран данный метод, так как с использованием дихроических зеркал можно свести лазерное излучение в один луч с достаточно высокой точностью, без существенной потери мощности излучения.

3.2 Определение линейного режима работы фотоприемников

Инструментальная погрешность измерения спектральной оптической плотности $\tau(\lambda)$ определяется погрешностью измерения величины ослабления лазерного излучения, прошедшего через двухфазный поток, который регистрируется при помощи фотодиодов. При оценке режима работы фотодиода, ослаблению лазерного излучения ставится в соответствие спектральная оптическая плотность комбинированных светофильтров. В случае работы фотодиода в нелинейном режиме при измерении спектральной оптической плотности будет возникать большая погрешность измерительных данных. Случайная составляющая погрешности измерения спектральной оптической плотности определяется с использованием набора калибровочных светофильтров, устанавливается путем статистической обработки результатов многократных измерений.

На рисунке 3.6 приведена типовая спектральная чувствительность кремниевого фотодиода ФДУК-11.

Проведена проверка линейного режима работы фотодиодов с использованием нейтральных светофильтров НС1 и НС7 (ГОСТ 3514-94). На рисунке 3.7 приведены зависимости $\tau(\lambda)$, измеренные для различных комбинаций нейтральных светофильтров НС1 и НС7 (результаты расчёта доверительных интервалов приведены ниже). В линейном режиме работы фотодиода осуществляется следующее соотношение: сумма значений $\tau(\lambda)$ для нейтральных светофильтров НС1 и НС7, измеренная по отдельности для каждого светофильтра, равна $\tau(\lambda)$, измеренная при одновременном ослаблении оптического излучения обоими нейтральными светофильтрами НС1 и НС7.

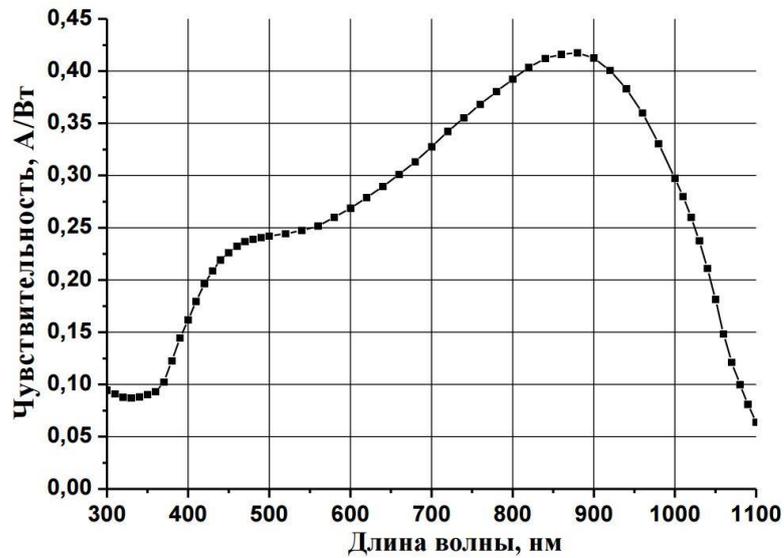


Рисунок 3.6 – Типовая спектральная чувствительность фотодиода ФДУК-11

Для оценки воспроизводимости параллельных опытов и расчета доверительного интервала ($\Delta\tau$) использовались статистические величины для обработки экспериментальных данных, приведенные ниже [95-96].

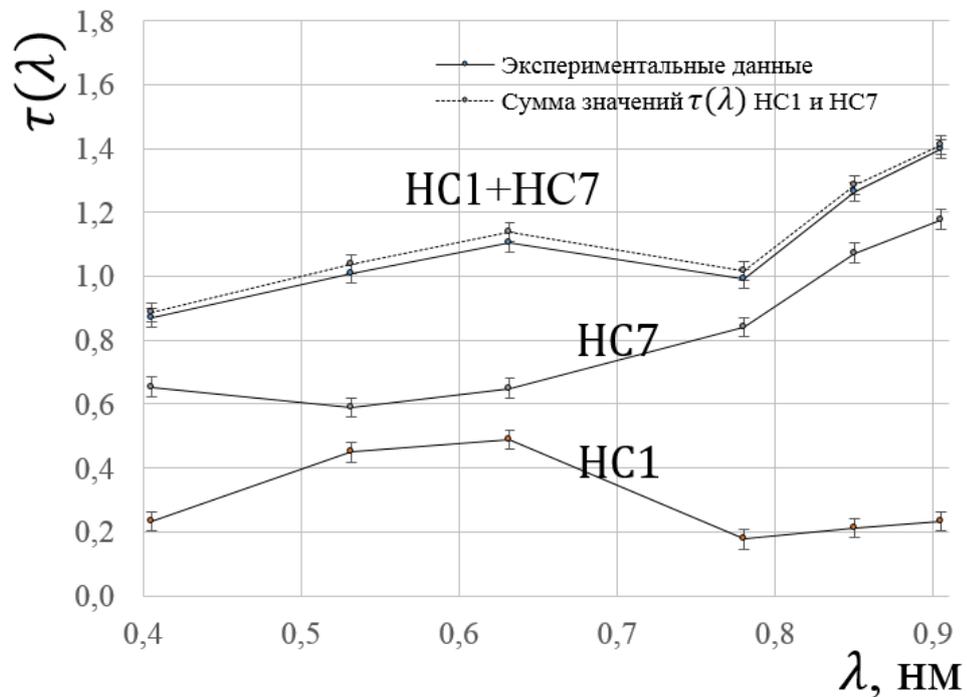


Рисунок 3.7 – Зависимость спектральной оптической плотности $\tau(\lambda)$ от длины волны λ для различных комбинаций нейтральных светофильтров НС1 и НС7

Среднее значение спектральной оптической плотности ($\bar{\tau}$) светофильтра определяется по формуле:

$$\bar{\tau} = \frac{1}{k} \sum_{i=1}^k \tau_i, \quad (3.2)$$

где k – число параллельных опытов.

Дисперсию определяют, как средний квадрат отклонения отдельных результатов от среднего значения:

$$\sigma^2 = \frac{1}{k-1} \sum_{i=1}^k (\tau_i - \bar{\tau})^2. \quad (3.3)$$

Среднеквадратичное отклонение отдельного измерения:

$$\sigma_{\tau} = \sqrt{\frac{1}{k-1} \sum_{i=1}^k (\tau_i - \bar{\tau})^2}. \quad (3.4)$$

Среднеквадратичная ошибка среднего из k измерений определяется по формуле:

$$\sigma_{\bar{\tau}} = \frac{\sigma_{\tau}}{\sqrt{N}} = \sqrt{\frac{1}{N(k-1)} \sum_{i=1}^k (\tau_i - \bar{\tau})^2}, \quad (3.5)$$

где N – число оценок.

Оценка воспроизводимости параллельных опытов измерения $\tau(\lambda)$ основана на критерии Кохрена. Расчетное значение критерия Кохрена ($G_{расч}$) определяется отношением наибольшей из оценок дисперсий к сумме всех оценок дисперсий:

$$G_{расч} = \frac{\max \{ \sigma_i^2 \}}{\sum_{i=0}^N \sigma_i^2}. \quad (3.6)$$

Если выполняется условие $G_{расч} < G_{табл}$, то считается, что параллельные опыты воспроизводимы и оценки дисперсии однородности. Значение $G_{табл}(N, k)$ ($f = (k-1)$ – число степеней свободы) выбирается из таблицы при соответствующей доверительной вероятности $P = 0,95$ [97].

Вычисление доверительного интервала $\bar{\tau}$ при заданном значении доверительной вероятности (например, $P=95\%$) производится по формуле:

$$\Delta\tau = \sigma_{\bar{\tau}} \cdot t(P, k), \quad (3.7)$$

где $t(P, k)$ – коэффициент Стьюдента, зависящий от доверительной вероятности P и числа измерений k (для $t(0,95; 10)=2,3$) [96].

Величина $\Delta\tau$ в общем случае может быть различна для разных светофильтров. Значения $\tau(\lambda)$ нейтральных светофильтров НС1, НС7 и их комбинации (НС1 + НС7) при параллельных опытах ($k=10$), их среднее значение ($\bar{\tau}$), дисперсия (σ^2), среднеквадратичное отклонение ($\sigma_{\bar{\tau}}$), абсолютная ($\Delta\tau$) и относительная ($\delta\tau = \frac{\Delta\tau}{\bar{\tau}}$) погрешности измерения приведены в таблицах 3.1 – 3.3.

Таблица 3.1 – Спектральная оптическая плотность светофильтра НС1 и некоторые статистические величины

№ опыта \ λ мкм	0,405	0,532	0,632	0,78	0,85	0,905
1	0,237	0,461	0,501	0,184	0,198	0,228
2	0,226	0,438	0,478	0,178	0,205	0,224
3	0,231	0,471	0,472	0,167	0,208	0,248
4	0,240	0,452	0,514	0,173	0,215	0,224
5	0,227	0,451	0,491	0,189	0,22	0,229
6	0,224	0,447	0,481	0,181	0,206	0,235
7	0,236	0,435	0,494	0,168	0,205	0,239
8	0,248	0,452	0,482	0,176	0,22	0,23
9	0,227	0,447	0,475	0,167	0,223	0,229
10	0,221	0,437	0,501	0,181	0,213	0,242
Статистические величины						
$\bar{\tau}$	0,2317	0,4491	0,4889	0,1764	0,2113	0,2328
σ^2	0,00007	0,00012	0,00018	0,00006	0,00007	0,00006
$\sigma_{\bar{\tau}}$	0,0034	0,0046	0,0055	0,0031	0,0033	0,0033
$\Delta\tau$	0,0079	0,0105	0,0128	0,0071	0,0077	0,0075
$\delta\tau, \%$	3,39	2,33	2,61	4,05	3,63	3,22

Из данных, приведенных в таблице 3.1, расчетное значение критерия Кохрена

$G_{расч} = 0,318 < G_{табл} (N = 6; f = 9) = 0,368$. Так как для экспериментальных данных расчетное значение критерия Кохрена меньше табличного – опыты воспроизводимы. Максимальная относительная погрешность измерений спектральной оптической плотности $\delta\tau_{НС1}$ составляет 4,05 %.

Таблица 3.2 – Спектральная оптическая плотность светофильтра НС7 и некоторые статистические величины

№ опыта \ λ мкм	0,405	0,532	0,632	0,78	0,85	0,905
1	0,649	0,581	0,642	0,827	1,066	1,200
2	0,675	0,574	0,648	0,861	1,099	1,169
3	0,630	0,581	0,670	0,823	1,098	1,139
4	0,666	0,587	0,650	0,819	1,035	1,195
5	0,660	0,598	0,667	0,821	1,101	1,140
6	0,639	0,598	0,635	0,824	1,053	1,181
7	0,647	0,601	0,638	0,857	1,094	1,198
8	0,644	0,592	0,640	0,856	1,037	1,137
9	0,681	0,591	0,650	0,841	1,046	1,209
10	0,646	0,585	0,658	0,873	1,101	1,207
Статистические величины						
$\bar{\tau}$	0,6537	0,589	0,650	0,840	1,073	1,1775
σ^2	0,00027	0,00008	0,00014	0,00040	0,00080	0,00086
$\sigma_{\bar{\tau}}$	0,0067	0,0036	0,0049	0,0082	0,0116	0,0119
$\Delta\tau$	0,0153	0,0082	0,0112	0,0188	0,0266	0,0275
$\delta\tau, \%$	2,34	1,40	1,73	2,23	2,48	2,33

Из данных, приведенных в таблице 3.2, расчетное значение критерия Кохрена $G_{расч} = 0,338 < G_{табл} (N = 6; f = 9) = 0,368$. Так как для экспериментальных данных расчетное значение критерия Кохрена меньше табличного – опыты воспроизводимы. Максимальная относительная погрешность измерений спектральной оптической плотности $\delta\tau_{НС7}$ составляет 2,48 %.

Из данных, приведенных в таблице 3.3, расчетное значение критерия Кохрена

$G_{расч} = 0,244 < G_{табл}(N = 6; f = 9) = 0,368$. Так как для экспериментальных данных расчетное значение критерия Кохрена меньше табличного – опыты воспроизводимы. Максимальная относительная погрешность измерений спектральной оптической плотности $\delta\tau_{НС1+НС7}$ составляет 3,19 %.

Таблица 3.3 – Спектральная оптическая плотность нейтральных светофильтров (НС1 + НС7) и некоторые статистические величины

№ опыта \ λ мкм	0,405	0,532	0,632	0,780	0,850	0,905
1	0,843	1,019	1,110	1,017	1,292	1,387
2	0,879	0,977	1,128	1,001	1,282	1,366
3	0,891	0,994	1,126	1,021	1,297	1,422
4	0,906	0,967	1,065	0,994	1,302	1,358
5	0,907	1,018	1,083	0,954	1,216	1,437
6	0,838	0,986	1,117	0,948	1,259	1,357
7	0,850	1,037	1,138	0,980	1,276	1,439
8	0,883	1,017	1,120	0,983	1,256	1,444
9	0,882	1,032	1,071	1,014	1,228	1,404
10	0,823	1,042	1,106	0,995	1,243	1,378
Статистические величины						
$\bar{\tau}$	0,8702	1,009	1,106	0,991	1,2651	1,3992
σ^2	0,00087	0,00069	0,00063	0,00063	0,00088	0,00119
$\sigma_{\bar{\tau}}$	0,0121	0,0107	0,0103	0,0102	0,0121	0,0141
$\Delta\tau$	0,0278	0,0246	0,0236	0,0235	0,0278	0,0324
$\delta\tau, \%$	3,19	2,44	2,13	2,37	2,20	2,32

Для зависимости, приведенной на рисунке 3.7, пунктирная линия, которая соответствует сумме значений $\tau(\lambda)$ отдельных нейтральных светофильтров НС1 и НС7, доверительный интервал ($\Delta\tau$) рассчитан исходя из общей дисперсии (σ_{Σ}^2), определяемой как сумма дисперсий ($\sigma_{НС1}^2 + \sigma_{НС7}^2$). В таблице 3.4 приведены: расчетная спектральная оптическая плотность комбинации светофильтров (НС1 + НС7); статистические величины – дисперсия (σ_{Σ}^2), среднеквадратичное отклонение ($\sigma_{\bar{\tau}}$), абсолютная ($\Delta\tau$) и относительная ($\delta\tau$) погрешности измерения.

Таблица 3.4 – Расчетная спектральная оптическая плотность нейтральных светофильтров (НС1 + НС7) и некоторые статистические величины

λ мкм	0,405	0,532	0,632	0,780	0,850	0,905
$\bar{\tau}_{НС1} + \bar{\tau}_{НС7}$	0,885	1,038	1,139	1,017	1,284	1,410
Статистические величины						
σ_{Σ}^2	0,0003	0,0002	0,0005	0,0009	0,0009	0,0009
$\sigma_{\bar{\tau}}$	0,0075	0,0058	0,0074	0,0087	0,0120	0,0124
$\Delta\tau$	0,0172	0,0133	0,0170	0,0201	0,0277	0,0285
$\delta\tau, \%$	1,94	1,28	1,49	1,97	2,15	2,019

Таблица 3.5 – Расчетные (НС1+НС7) и экспериментальные значения спектральной оптической плотности нейтральных светофильтров

λ мкм	0,405	0,532	0,632	0,780	0,850	0,905
$\bar{\tau}_{НС1} + \bar{\tau}_{НС7}$	0,885	1,038	1,139	1,017	1,284	1,410
$\bar{\tau}_{НС1+НС7}$	0,8702	1,009	1,106	0,991	1,2651	1,3992
$\delta\tau, \%$	1,74	2,87	2,92	2,61	1,67	0,794

Экспериментально установлено, что относительное отклонение режима работы фотодиода от линейного в диапазоне длин волн $\lambda = 0,405$ мкм до $\lambda = 0,905$ мкм не превышает 5 %.

3.3 Проверка условий применимости закона Бугера-Ламберта-Бера прямого оптического излучения

Структурная схема экспериментальной установки для оценки применимости закона Бугера-Ламберта-Бера приведена на рисунке 3.8. Экспериментальное исследование условий применимости закона Бугера-Ламберта-Бера проводилось с использованием набора из 6 кварцевых кювет (с длиной оптического пути, равной 5, 10, 20, 30, 40 и 50 мм) и двух дисперсных сред, имеющих крупные и малые рассеиватели. Кюветы располагались на расстоянии L_m до фотоприемника (15 мм, 150 и 250 мм). Угол поля зрения системы коллиматор-фотоприемник устанавливался изменением диаметра ирисовой диафрагмы. Источник излучения –

гелий-неоновый лазер HRP120 «ThorLabs» (длина волны 0,63 мкм, диаметр луча 1 мм) [96].

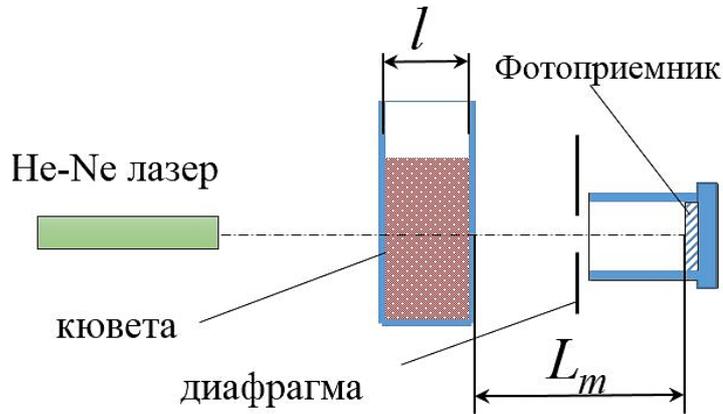


Рисунок 3.8 – Структурна схема экспериментальной установки

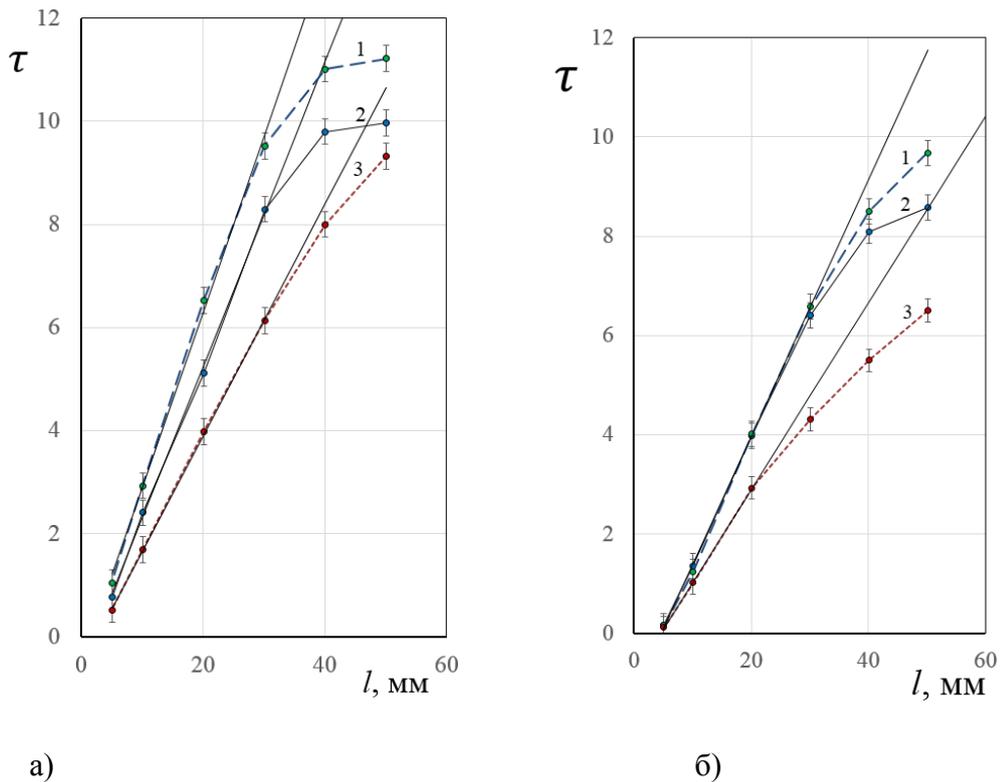
На рисунке 3.9 и 3.10 приведены экспериментальные зависимости ослабления лазерного излучения от длины оптического пути для малых рассеивателей $\rho = 5,9$ (суспензия оксида алюминия) и крупных рассеивателей $\rho = 22,5$ (водная эмульсия молока) соответственно. Зависимости под номерами 1, 2 и 3 соответствуют расстояниям (L_m) 15, 150 и 250 мм. Ось ординат имеет логарифмический масштаб и отклонение зависимостей ослабления оптического излучения от линейного соответствует отклонению от экспоненциального закона Бугера-Ламберта-Бера.

Такое отклонение экспериментальных зависимостей (рисунки 3.9 и 3.10) от экспоненциального объясняется вкладом многократного рассеяния (некогерентная составляющая).

Из анализа зависимостей ослабления оптического излучения малыми рассеивателями, приведенных на рисунке 3.9, видно, что существенное влияние на отклонение закона ослабления оптического излучения от закона Бугера-Ламберта-Бера оказывает как дистанция между фотоприемником и кюветой, так и поле зрения системы коллиматор-фотоприемник. Для экспериментальных точек, соответствующих минимальной длине оптического пути 5 мм (рисунок 3.9 а,

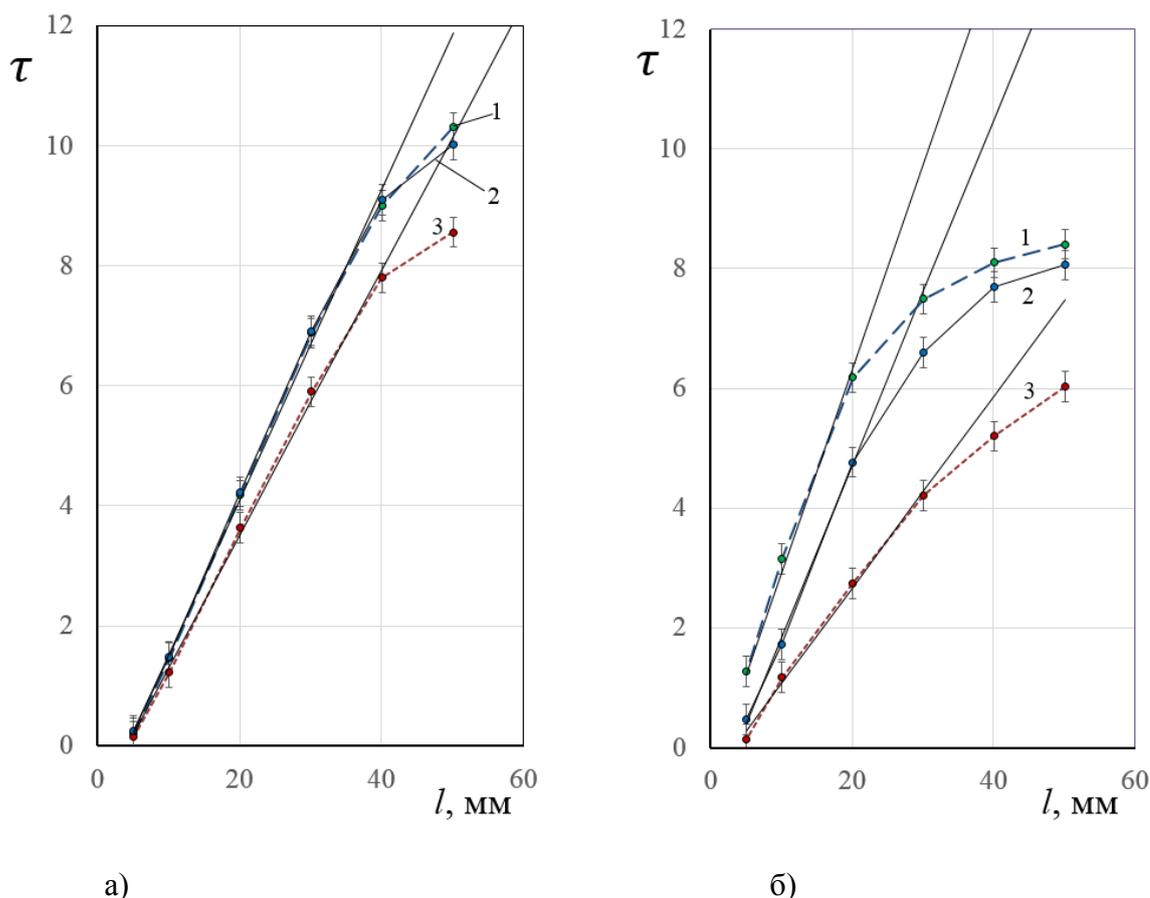
зависимости 1 и 2), видно, что имеется существенный вклад рассеянного излучения для расстояний (L_m) 150 и 250 мм. Также зависимости 1, 2 и 3 имеют различный тангенс угла наклона, который соответствует коэффициенту ослабления K_λ и для фиксированной длины волны является константой.

Из анализа зависимостей ослабления оптического излучения большими рассеивателями, приведенных на рисунке 3.10, видно, что существенное влияние рассеянное излучение проявляет только на минимальном расстоянии $L_m = 15$ мм. Для зависимостей 1 и 2 (рисунок 3.10 а, б) независимо от поля зрения системы коллиматор-фотоприемник коэффициент ослабления остается одинаковым $K_\lambda = 0,259 \text{ мм}^{-1}$, вследствие более вытянутой вперед индикатрисы рассеяния (рисунок 1.9) [98-102].



а – поле зрения системы коллиматор-фотоприемник 3° ; б – поле зрения системы коллиматор-фотоприемник 34°

Рисунок 3.9 – Зависимости ослабления интенсивности лазерного излучения от длины оптического пути для суспензии Al_2O_3 при различных значениях поля зрения



а – поле зрения системы коллиматор-фотоприемник 3° ; б – поле зрения системы коллиматор-фотоприемник 34° .

Рисунок 3.10 – Зависимости ослабления интенсивности лазерного излучения от длины оптического пути для эмульсии молока при различных значениях поля зрения

Установлено, что при измерении ослабления оптического излучения субмикронными дисперсными средами с использованием разработанной экспериментальной установки, в диапазоне длин волн от $\lambda = 0,405$ мкм до $\lambda = 0,905$ мкм применимость закона Бугера-Ламберта-Бера осуществляется до значений $\tau \approx 8$, при этом относительная погрешность отклонения не превышает 5 %.

Используя формулу (2.34), проведены оценки измеряемой концентрации частиц для некоторых веществ. В таблице 3.6 приведены оценочные диапазоны измерений максимальной и минимальной массовой концентрации частиц для различных материалов частиц.

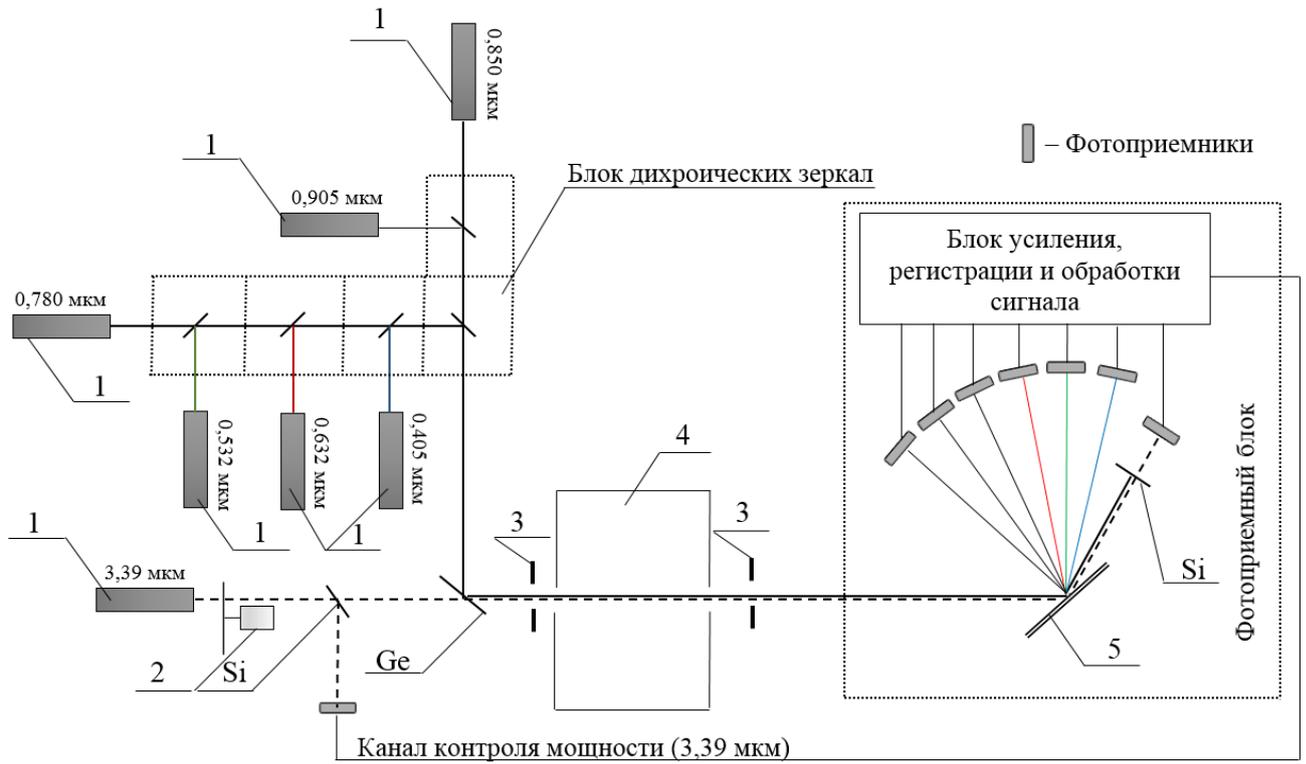
Таблица 3.6 – Оценочный диапазон измеряемой концентрации частиц

№	Наименование	C_m (min), г/м ³	C_m (max), г/м ³	Плотность, г/см ³
1	H_2O	0,003	8,890	0,998
2	АСД (Al)	0,016	13,010	2,698
3	Al_2O_3	0,024	19,200	3,990
4	TiO_2	0,025	20,500	4,235
5	Сажа	0,001	0,834	1,200

Диапазоны измерения C_m для различных материалов частиц варьируются вследствие разных оптических характеристик и плотностей материалов частиц.

3.4 Разработка экспериментальной установки для восстановления функции распределения частиц по размерам

Структурная схема экспериментальной установки приведена на рисунке 3.11. Экспериментальная установка состоит из семи источников лазерного излучения (1): гелий-неоновый лазер $\lambda = 3,390$ мкм и $\lambda = 0,632$ мкм, полупроводниковые лазеры $\lambda = 0,905$ мкм, $\lambda = 0,850$ мкм, $\lambda = 0,780$ мкм $\lambda = 0,532$ мкм и $\lambda = 0,405$ мкм. Формирования многоволнового пучка лазерного излучения в диапазоне длин волн от $\lambda = 0,405$ мкм до $\lambda = 0,905$ мкм происходит с использованием блока дихроических зеркал (компании «Mightex Systems»). Внешний вид полупроводникового лазера и дихроического зеркала в оправе приведен на рисунке 3.12. Затем объединение светового пучка с лазерным излучением $\lambda = 3,390$ мкм происходит с использованием плоскопараллельной пластины из германия (Ge).



1 – лазерные источники излучения; 2 – механический модулятор лазерного излучения; 3 – диафрагмы; 4 – измерительный объем; 5 – дифракционная решетка; Si – плоскопараллельная пластина из кремния; Ge – плоскопараллельная пластина из германия

Рисунок 3.11 – Структурная схема экспериментальной установки



а)



б)

а – дихроическое зеркала в оправе; б – полупроводниковый лазер

Рисунок 3.12 – Внешний вид элементов экспериментальной установки

Для длины волны $\lambda = 3,390$ мкм гелий-неонового лазера осуществляется контроль мощности. Канал контроля мощности состоит из светоделительной плоскопараллельной пластины из кремния (Si) и фотоприемника. Лазерное излучение, пройдя через диафрагму (3), попадает в измерительный объем (4), где ослабляется аэрозольным облаком. Далее ослабленное лазерное излучение попадает в фотоприемный блок, где происходит разделение лазерного пучка на исходные составляющие с использованием отражательной дифракционной решетки (5) (600 штрихов на миллиметр; Государственный Оптический Институт им. С.И. Вавилова). На рисунке 3.13 приведен внешний вид разработанной экспериментальной установки для измерения дисперсных характеристик двухфазных сред. Использование полупроводниковых лазерных источников позволит создавать более компактную конструкцию экспериментальной установки.

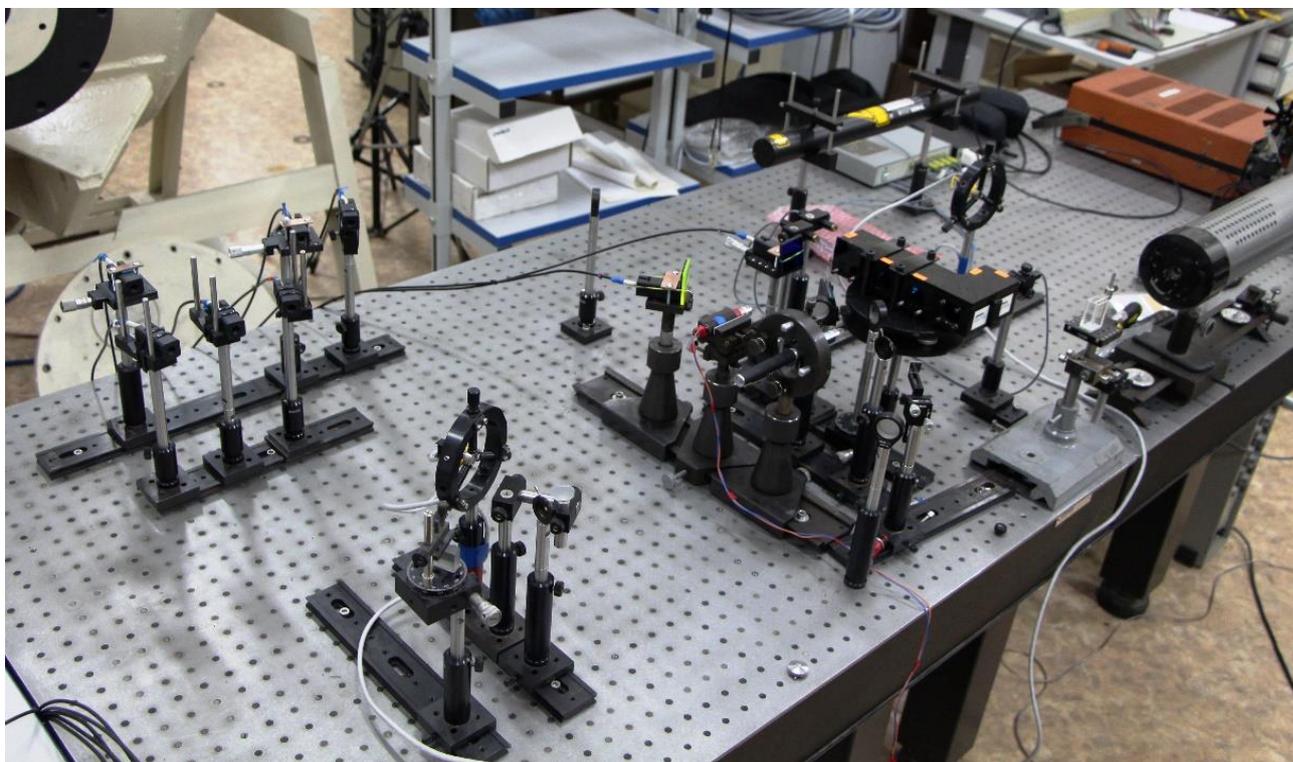


Рисунок 3.13 – Внешний вид разработанной экспериментальной установки измерения дисперсных характеристик

Лазерное излучение, ослабленное аэрозольной средой, регистрируется фотоприемниками отдельно для каждой длины волны. Для регистрации лазерного излучения в диапазоне длин волн от $\lambda = 0,405$ мкм до $\lambda = 0,905$ мкм используются кремниевые фотоприемники «ФДУК-11» (компании «ТЕХНОЭКСАН»), для регистрации лазерного излучения $\lambda = 3,390$ мкм используются фотоприемные устройства «АМР48» (компании «АИБИ») на основе гетероструктуры GaSb/GaInAsSb/GaAlAsSb с однокаскадным термоэлектрическим модулем (рисунок 3.14). Фотоприемники «АМР48» предназначены для регистрации оптического излучения в диапазоне от 0,8 мкм до 4,9 мкм с частотой от 150 Гц до 350 кГц. Механический модулятор лазерного излучения (2) производит модуляцию оптического излучения с частотой до 0,5 кГц и скважностью 2. Сигналы с фотоприемников усиливаются блоком усилителей.

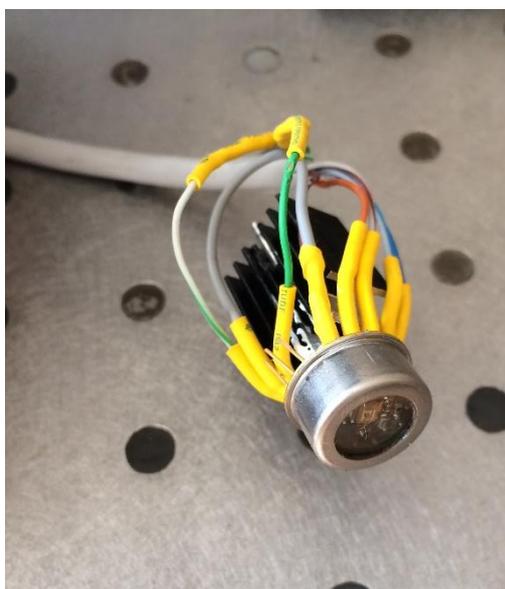


Рисунок 3.14 – Внешний вид фотоприемного устройства «АМР48»

Регистрация сигналов с блока усилителей осуществляется аналого-цифровым преобразователем (АЦП) L-502 (фирмы «L – Card»), имеющим 16 дифференциальных входов с частотой дискретизации до 400 кГц. Данная модель АЦП внесена в Госреестр средств измерения (RU.C.30.390.A № 68764).

Выводы по третьей главе

Разработана экспериментальная установка для контроля дисперсных параметров двухфазных дисперсных сред с длиной оптического пути до 0,4 м. Проведена оценка линейности работы фотодиодов, установлено, что отклонение от линейного режима работы фотодиода не превышает 5 %. Установлено, что при измерении ослабления оптического излучения субмикронными дисперсными средами для малых и крупных рассеивателей с использованием разработанной экспериментальной установки в диапазоне длин волн от $\lambda = 0,405$ мкм до $\lambda = 0,905$ мкм, применимость закона Бугера-Ламберта-Бера осуществляется до значений $\tau \approx 8$, при этом относительная погрешность измерений спектральной оптической плотности не превышает 5 %.

Глава 4. Исследование дисперсных характеристик двухфазных сред

Для оценки работоспособности метода и алгоритма решения обратной задачи оптики аэрозолей, а также разработанной экспериментальной установкой необходимо провести экспериментальные исследования по измерению D_{32} во времени D_{32} с оценкой методической погрешности, которые в дальнейшем используются для конкретизации решения обратной задачи оптики аэрозолей при нахождении функции распределения частиц по размерам. Значение D_{32} и уровень методической погрешности будут определять область решения обратной задачи оптики аэрозолей. По значениям параметров найденной функции $f(D)$ происходит уточнение первично измеренного значения D_{32} из известной зависимости (2.24).

Поскольку при решении обратной задачи оптики аэрозолей первичной искомой величиной является $f(D)$, а другие параметры дисперсности D_{32} и C_m рассчитываются исходя из данных об ослаблении оптического излучения двухфазной средой и параметров $f(D)$. Для оценки адекватности измерений необходимо провести верификацию разработанного метода определения $f(D)$ путем измерения дисперсности с использованием разработанной экспериментальной установки и других средств измерения дисперсности, например, измерительного комплекса «Spraytec», измерительной установки «ТИПАС-1». В данном случае стоит уделить внимание представительности пробы для проведения эксперимента, так как параметры $f(D)$ имеют выраженную зависимость от времени вследствие основных действующих факторов: гравитационное осаждение, коагуляция и испарение.

4.1 Экспериментальное исследование динамики среднего объемно-поверхностного диаметра частиц

Исследования изменения среднего объемно-поверхностного диаметра и концентрации частиц во времени проведены на модельных аэрозольных средах, состоящих из частиц, образованных при распылении воды и раствора глицерина. В качестве средства диспергирования использовался ультразвуковой генератор аэрозоля «Муссон-2».

Разработанная математическая модель взаимодействия оптического излучения с дисперсной средой позволяет рассчитывать влияние параметров функции распределения частиц по размерам и заранее оценивать методическую погрешность определения D_{32} . Таким образом, определяется оптимальный диапазон измерения размеров частиц с заданным уровнем методической погрешности, например, 5 % или 8,5 %.

На рисунке 4.1 приведены результаты расчетно-теоретического моделирования для аэрозольных сред, состоящих из частиц глицерина и воды. Полем выделен диапазон корректного определения D_{32} с методической погрешностью, не превышающей 5 % и 8,5 %. Для водного аэрозоля этот диапазон составляет для 5 % – от 1,5 до 2,8 мкм, для 8,5 % – от 1,5 до 3,8 мкм, а для аэрозоля из глицерина для 5 % – от 1,2 до 2,9 мкм, для 8,5 % – от 1,2 до 3,2 мкм. Эти диапазоны различны, поскольку материалы частиц имеют разные оптические характеристики.

Перед проведением исследования по измерению динамики дисперсности двухфазных сред с использованием разработанной экспериментальной установки были определены начальные значения дисперсности модельной среды, создаваемой ультразвуковым генератором «Муссон-2». Измерения дисперсности проводились с использованием измерительного комплекса «Spraytec» (компании «Malvern Instruments», Great Britain). «Spraytec» – это оптический измерительный

комплекс, предназначенный для определения дисперсных характеристик аэрозольных сред с размером частиц от 0,1 до 1000 мкм.

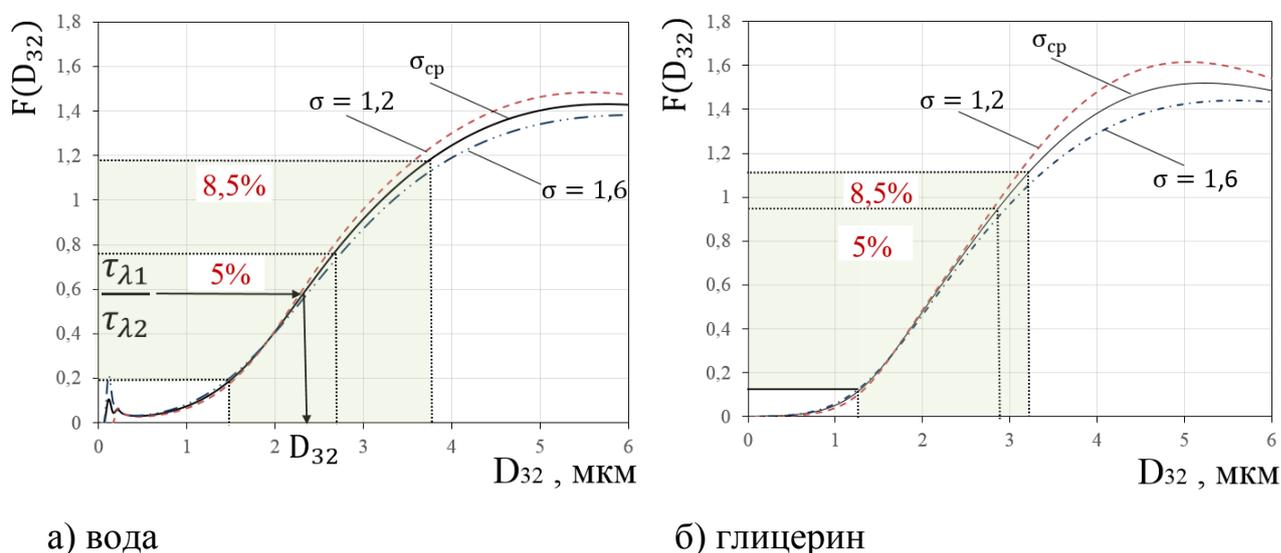


Рисунок 4.1 – Зависимости $F(D_{32})$ для ЛНР с $\sigma = 1,2$ и $\sigma = 1,6$ для длин волн 3,39 и 0,405 мкм

На рисунке 4.2 приведена гистограмма распределения частиц по размерам для водного аэрозоля, полученного ультразвуковым «Муссон-2». Данная гистограмма частиц по размерам соответствует произвольно выбранному моменту времени во время генерации аэрозоля, при расположении среза сопла генератора от оптической оси «Spraytec» на расстоянии 0,1 м.

Из анализа гистограммы распределения частиц по размерам, приведенной на рисунке 4.2, видно, что это распределение соответствует унимодальному закону.

Для измерения параметра дисперсности двухфазной среды в виде среднего объемно-поверхностного диаметра частиц используются два измерительных канала в разработанной экспериментальной установке (рисунок 3.11), соответствующие длинам излучения волн $\lambda = 0,405$ мкм и $\lambda = 3,390$ мкм.

Непосредственно перед измерениями дисперсности с использованием разработанной экспериментальной установки производится оценка линейного режима работы фотодиода.

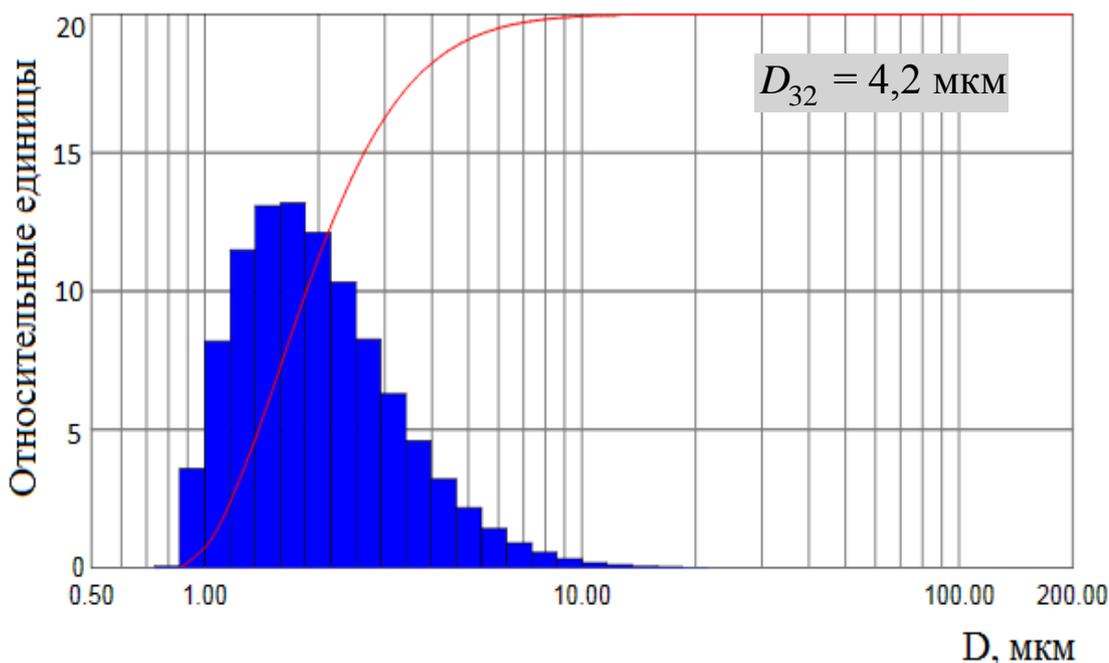
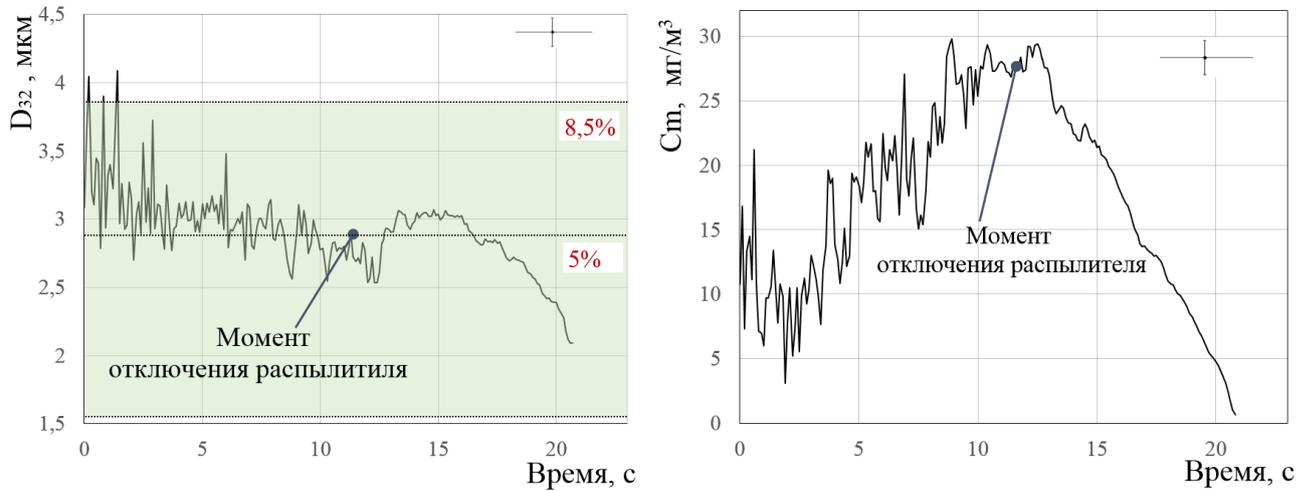


Рисунок 4.2 – Гистограмма распределения частиц водного аэрозоля по размерам, полученная с использованием измерительного комплекса «Spraytec»

С использованием разработанной экспериментальной установки осуществлялось определение динамики дисперсных параметров аэрозоля и его концентрации частиц во времени в аэрозольной камере объемом $0,01 \text{ м}^3$. Окна аэрозольной камеры изготовлены из лейкосапфира, который имеет спектральную прозрачность в диапазоне длин волн от $0,3$ до $6,0 \text{ мкм}$. Генерация аэрозоля проводилась в течение 12 с . На рисунках 4.3 и 4.4 представлено изменение D_{32} и концентрации частиц во времени для водного аэрозоля и аэрозоля из глицерина соответственно. Выделены диапазоны D_{32} , для которых методическая погрешность определения не превышает 5% и $8,5 \%$.

Эволюция аэрозоля определяется тремя основными конкурирующими процессами: коагуляция, испарение и гравитационное осаждение [103-106].

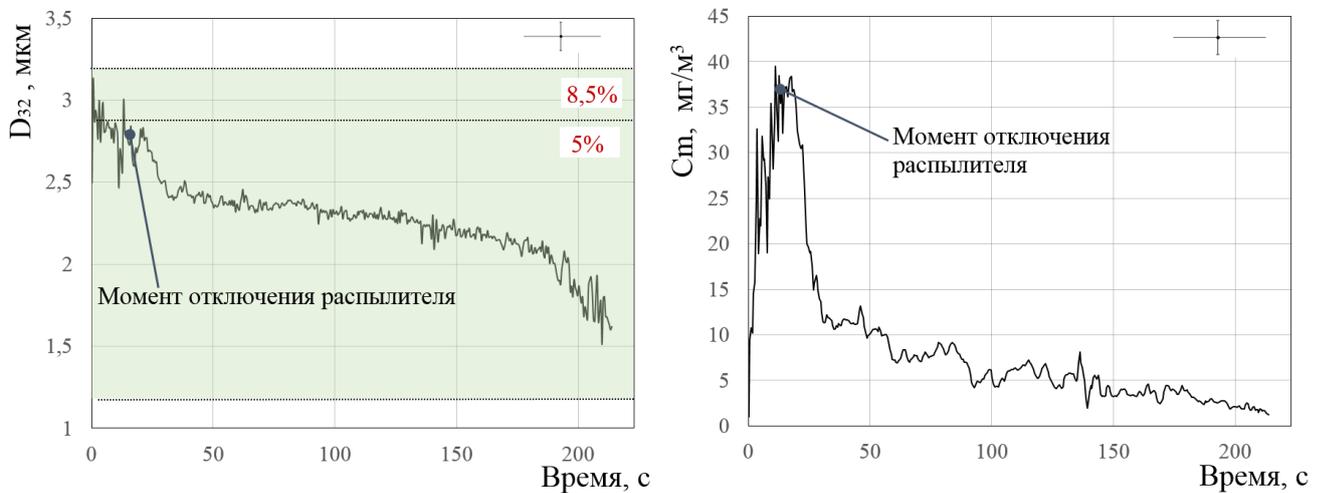
Совокупное воздействие перечисленных факторов определяет динамику концентрации и размеров частиц аэрозольной среды [103].



а) изменение D_{32} во времени

б) изменение концентрации (C_m) во времени

Рисунок 4.3 – Зависимость изменения параметров водного аэрозоля во времени в замкнутом объеме



а) изменение D_{32} во времени

б) изменение концентрации (C_m) во времени

Рисунок 4.4 – Зависимость изменения параметров аэрозоля глицерина во времени в замкнутом объеме

Из анализа зависимостей, приведенных на рисунке 4.3, можно сделать вывод, что процесс образования облака аэрозоля является нестационарным. В течение

всего времени генерации водного аэрозоля в замкнутом объеме наблюдается общая тенденция уменьшения среднего размера частиц.

Это свидетельствует о преобладании гравитационного осаждения крупной фракции аэрозоля. После окончания генерации аэрозоля начинает преобладать процесс коагуляции частиц (рисунок 4.3, 13-14 секунды), наблюдается увеличение размеров частиц.

Далее преобладает процесс испарения, который приводит к снижению размеров и концентрации частиц. Интересен промежуток времени с 14 по 16 секунду (рисунок 4.3), где наблюдается баланс процессов коагуляции, испарения и гравитационного осаждения, и размер частиц стабилизируется. Стоит отметить, что этому промежутку времени соответствует тенденция быстрого снижения концентрации частиц аэрозоля (C_m).

На рисунке 4.4 динамика изменения параметров аэрозоля из раствора глицерина аналогична. Максимальная тенденция снижения концентрации аэрозоля приходится на активную фазу испарения воды из капель раствора глицерина. Далее на плавное уменьшение размеров и концентрации частиц основное действие оказывает гравитационное осаждение.

На рисунках 4.5 и 4.6 приведены фрагменты измерений спектральной оптической плотности (τ_λ) облака водного аэрозоля, соответствующие зависимостям, приведенным на рисунке 4.3. Эти фрагменты данных соответствуют двум промежуткам времени: 0-3 с – генерация аэрозоля; 15-18 с – гравитационное осаждение частиц. Также приведены соответствующие ослаблению оптического излучения измеренные значения D_{32} .

Внешний вид зависимостей, приведенных на рисунках 4.5-4.6, показывает, что при пересечении оптического тракта облаком аэрозоля происходит ослабление лазерного излучения, различного для каждой длины волны. Степень ослабления определяется дисперсным составом облака аэрозоля и оптическими константами материала частиц [11-14]. На рисунке 4.6 при гравитационном осаждении степень

ослабления для зависимостей спектральной оптической плотности во времени, соответствующих длинам волн $\lambda = 0,405 \text{ мкм}$ и $\lambda = 3,390 \text{ мкм}$, становится более выраженной. Причем для длины волны $\lambda = 3,390 \text{ мкм}$ спектральная оптическая плотность принимает меньшие значения вследствие меньших значений усреднённого фактора эффективности ослабления для данной длины волны.

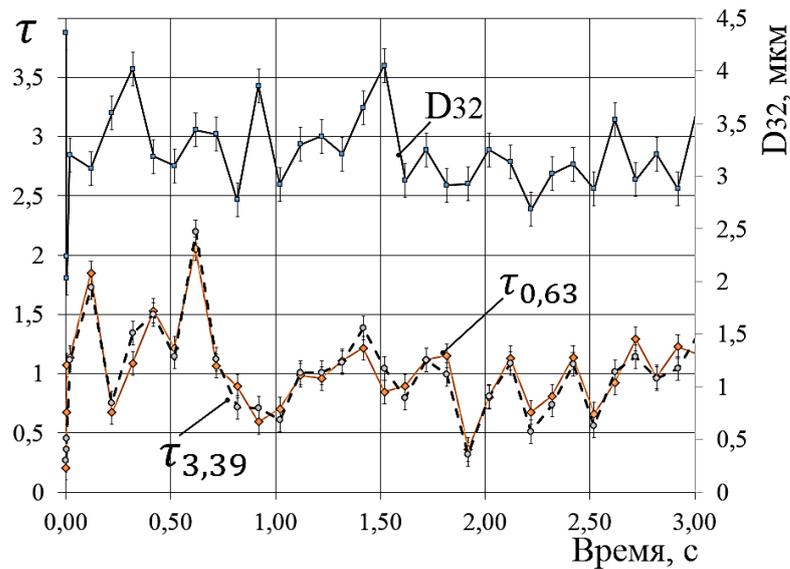


Рисунок 4.5 – Изменение оптической плотности (τ_λ) облака водного аэрозоля для двух длин волн во время генерации

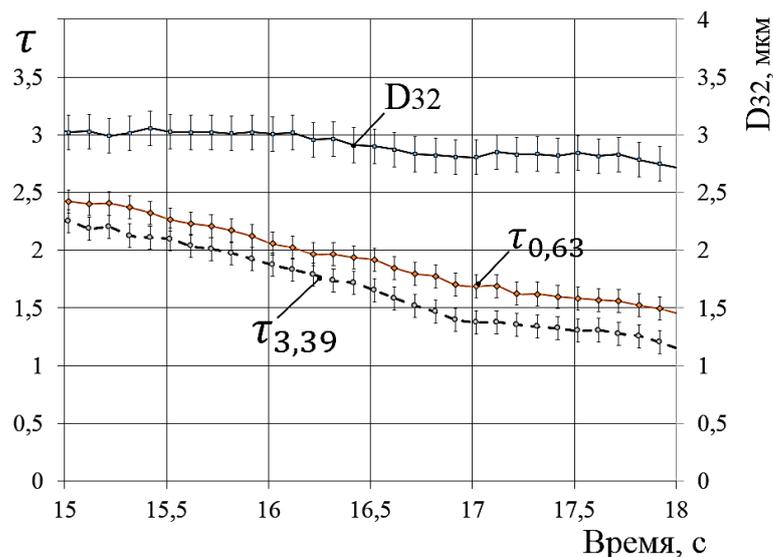


Рисунок 4.6 – Изменение оптической плотности (τ_λ) облака водного аэрозоля для двух длин волн при гравитационном осаждении

Таким образом, на основе первичных данных об измеренном значении D_{32} можно судить о расширении или уменьшении области решения обратной задачи оптики аэрозолей (чем больше методическая погрешность, тем больше область решения), что позволяет оптимизировать время получения решения. На практике это позволяет оптимизировать время реакции измерительной системы для контроля параметров дисперсности двухфазных сред.

4.2 Экспериментальное определение функции распределения частиц по размерам двухфазной среды

Для оценки адекватности измерений с помощью разработанной экспериментальной установки и методики определения дисперсности двухфазных сред проведена верификация путем измерения дисперсности двухфазной среды с использованием разработанной экспериментальной установки, установки «ТИПАС-1» и измерительного комплекса «Spraytec».

При проведении верификации по измерению $f(D)$ требуется обеспечить представительность проб, отобранных для измерения на разных установках. Однако достаточно трудно обеспечить постоянство объекта измерений в виде двухфазной среды, поскольку $f(D)$ является функцией времени и всегда в какой-то степени изменяется с различной скоростью (зависит от начальной дисперсности и внешних условий).

Для уменьшения случайной составляющей погрешности требуется использование параллельных одновременных измерений одной и той же физической величины ($f(D)$) [107]. Для этого необходимо использовать сразу несколько измерительных установок, таких как разработанная экспериментальная установка, установка «ТИПАС-1» и измерительный комплекс «Spraytec».

Для сравнения дисперсных характеристик двухфазных сред выбрана суспензия, так как изменение $f(D)$ в этой двухфазной среде (то есть частиц,

находящихся во взвешенном состоянии) менее выражена от времени. Для выбранной модельной двухфазной среды в виде водной суспензии требуется оценить основные процессы, влияющие на деформацию $f(D)$ во времени для частиц, находящихся во взвешенном состоянии. Основные процессы, которые могут приводить к изменению $f(D)$ в суспензии [99]:

- коагуляция частиц;
- гравитационное осаждение.

В качестве дисперсной фазы выбраны порошки оксида титана (TiO_2) и оксида алюминия (Al_2O_3), так как относятся к материалам с гидрофильной поверхностью, то есть хорошо смачиваются, например, дистиллированной водой. Поскольку частицы дисперсной фазы хорошо смачиваются дисперсионной средой, то возле их поверхности образуется сольватная оболочка, которая препятствует слипанию частиц. Исходя из вышеуказанного, выбранные суспензии будут являться агрегативно устойчивыми системами, то есть вероятность коагуляции частиц во взвешенном состоянии незначительна.

Оценка влияния гравитационного осаждения в изменении $f(D)$ во времени для частиц, находящихся во взвешенном состоянии, будет осуществляться для стационарного режима. В стационарном режиме скорость осаждения частицы u определяется уравнением [7]:

$$u = \frac{(\rho - \rho_w) D^2}{18\mu} g. \quad (4.1)$$

где ρ – плотность материала частиц; ρ_w – плотность дисперсионной фазы (дистиллированная вода); g – ускорение свободного падения; μ – коэффициент динамической вязкости дистиллированной воды.

Тогда время T прохождения частицей длины пути L будет определяться:

$$T = \frac{L}{u}. \quad (4.2)$$

На рисунке 4.7 приведена зависимость времени прохождения пути 3 см (высота слоя суспензии в кювете) от диаметра частиц.

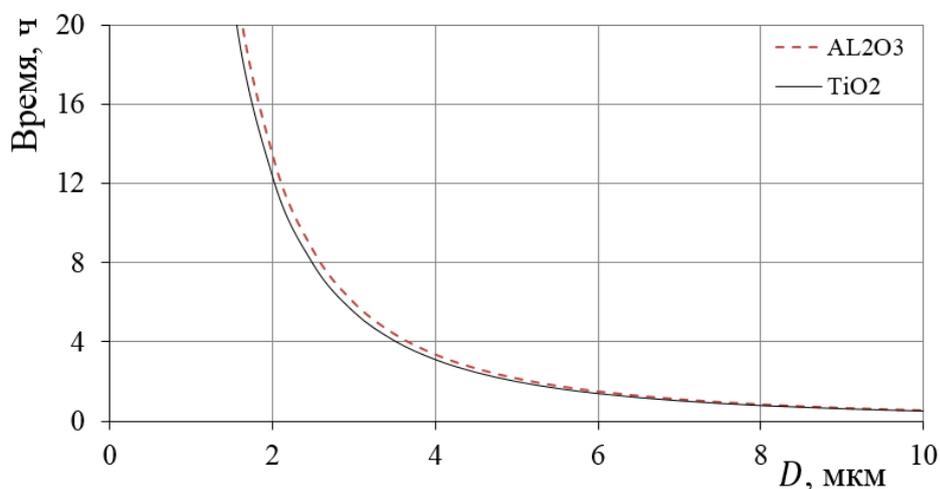


Рисунок 4.7 – Зависимость времени прохождения пути 3 см от диаметра частиц при осаждении

Внешний вид зависимостей, приведенных на рисунке 4.7, позволяет оценить время, в течение которого, после приготовления суспензии, вклад гравитационного осаждения в изменение $f(D)$ во времени будет минимизирован. Ниже приведены оценки времени представительности пробы, находящейся в кювете (время указано для пути, равной половине высоты кюветы – 1,5 см):

- суспензия с диапазоном диаметров частиц до 10 мкм – 16 минут;
- суспензия с диапазоном диаметров частиц до 5 мкм – 64 минуты;
- суспензия с диапазоном диаметров частиц до 3,5 мкм – 130 минут.

Таким образом, для отобранной пробы с последующим измерением дисперсности на трех установках в течение времени, приведенного выше, будет обеспечена представительность.

Так как выбранные материалы (порошки оксида титана (TiO_2) и оксида алюминия (Al_2O_3)) относятся к веществам 4 класса опасности в соответствии с ГОСТ 12.1.007-764 [108], работа ведется с использованием средств индивидуальной защиты: резиновые перчатки, защитная маска и защитные очки.

Для приготовления суспензии навеска исходного порошка массой 150 мг помещается в стеклянный реактор, далее в реактор заливается 100 мл дистиллированной воды. Частицы дисперсной фазы могут находиться в агломерированном состоянии вследствие слеживаемости порошкообразных материалов. Разбиение агломератов оксида металла осуществляется с использованием ультразвукового миксера «Алена», за счет процессов кавитации. Для размешивания суспензии рабочий элемент ультразвукового миксера помещается в стеклянный реактор с суспензией. Далее на суспензию осуществляется ультразвуковое воздействие в течение 1 часа. Поскольку рабочий элемент ультразвукового излучателя нагревается, то для охлаждения реактора с суспензией он помещается в охлаждающую рубашку с холодной водой. На рисунке 4.8 приведен внешний вид рабочего элемента ультразвукового миксера «Алена» с реактором.



Рисунок 4.8 – Рабочий элемент ультразвукового миксера «Алёна» с реактором

После приготовления суспензии проводилась серия экспериментальных исследований по определению дисперсных характеристик с использованием разработанной экспериментальной установки, измерительного комплекса «Spraytec» и измерительной установки «ТИПАС-1». Измерение дисперсности суспензий осуществлялось следующим образом: в измерительный объем каждой

установки устанавливаются кюветы с дистиллированной водой; производится измерение ослабления зондирующего излучения кюветы с дистиллированной водой; из реактора с приготовленной суспензией осуществлялся забор пробы с использованием механического дозатора «Proline Plus» (объем забора пробы 300 мкл) с последующим разбавлением пробы в измерительной кювете для каждой установки отдельно; после разбавления суспензии осуществляется измерение дисперсности.

На рисунках 4.9, 4.10 приведены типичные функции распределения частиц по размерам, полученные с использованием разработанной установки (аббревиатура СПДВ), измерительной установки «ТИПАС-1», измерительного комплекса «Spraytec» для водной суспензии из частиц TiO_2 и Al_2O_3 .

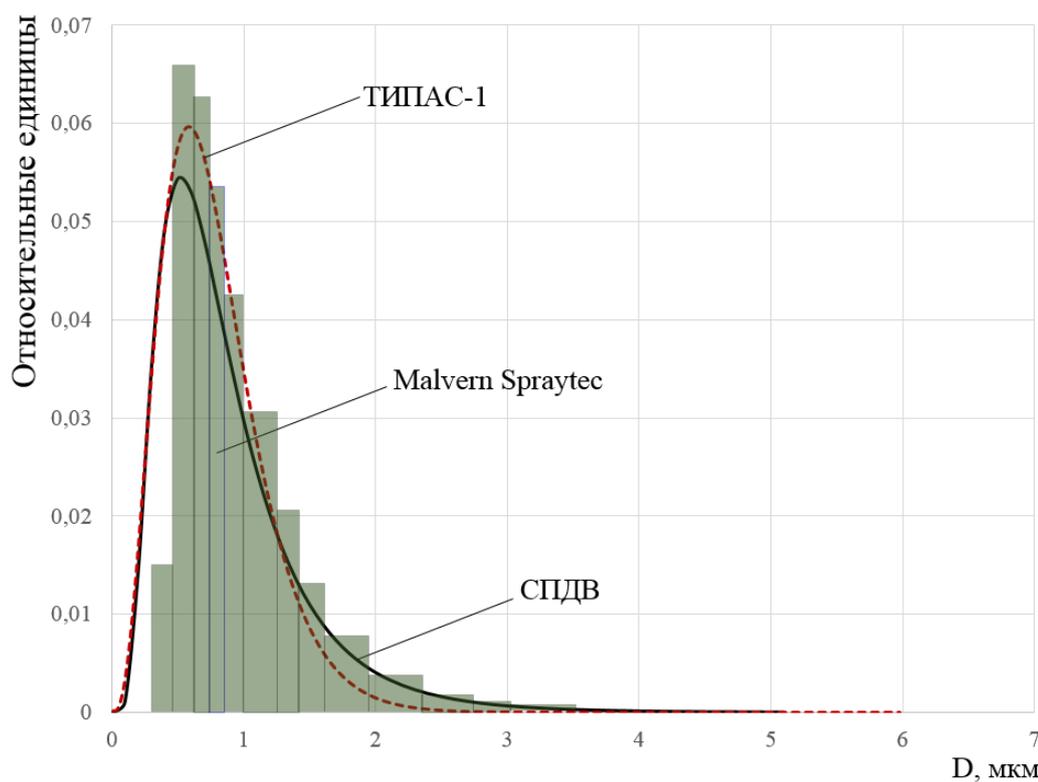


Рисунок 4.9 – Функции распределения частиц по размерам суспензии из частиц оксида титана (TiO_2)

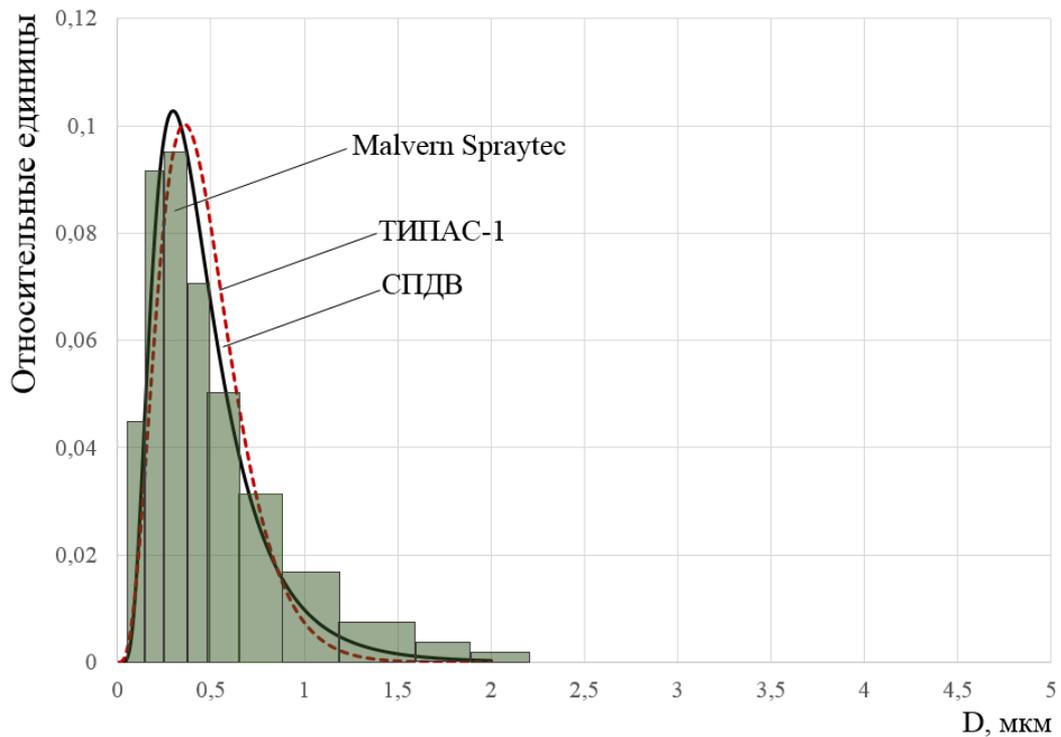


Рисунок 4.10 – Функции распределения частиц по размерам суспензии из частиц оксида алюминия (Al_2O_3)

Для суспензии из оксида алюминия с целью сравнения была отобрана проба, которая помещалась на предметное стекло для дальнейшего измерения размеров частиц на электронном микроскопе «JSM-840».

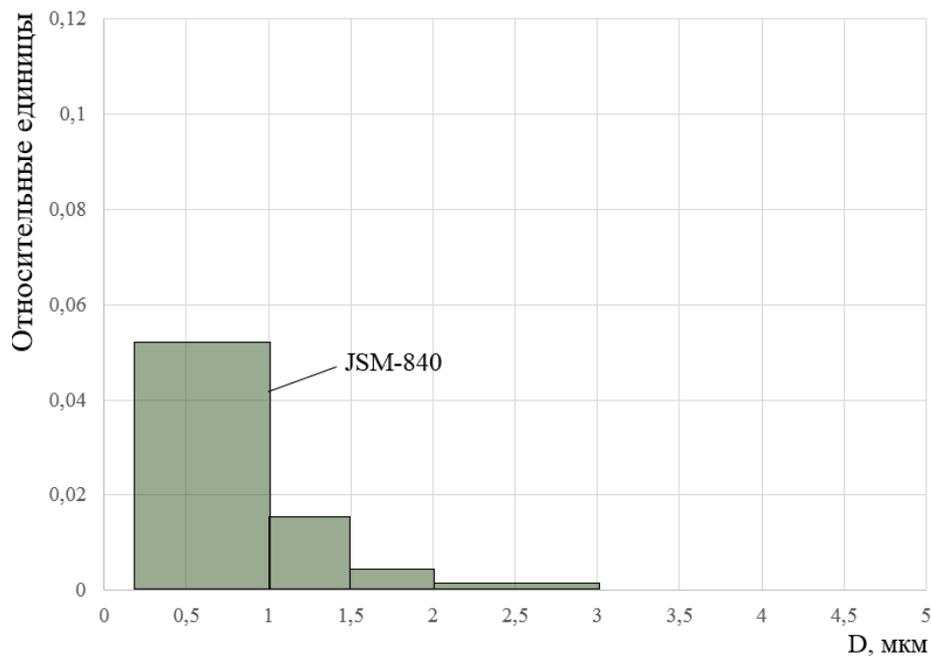


Рисунок 4.11 – Гистограмма распределения частиц по размерам суспензии из частиц оксида алюминия (Al_2O_3)

На рисунке 4.11 для сравнения приведена гистограмма распределения частиц по размерам оксида алюминия, полученная с использованием электронного микроскопа «JSM-840» (общее число частиц в выборках – 1300) [95].

Внешний вид функций распределения частиц по размерам, приведенных на рисунках 4.9-4.11, для водных суспензий из части оксида алюминия (Al_2O_3) и оксида титана (TiO_2), позволяет сделать вывод о согласовании результатов измерений, полученных с использованием разработанной установки, измерительной установки «ТИПАС-1», измерительного комплекса «Spraytec» и электронного сканирующего микроскопа «JSM-840» (данные приведены только для Al_2O_3).

На рисунке 4.12 приведена фотография фрагмента одной выборки частиц оксида алюминия, полученная с использованием сканирующего электронного микроскопа «JSM-840». Однако при анализе фотографий выбрана большая ширина столбцов гистограммы распределения частиц по размерам порядка ~ 1 мкм, вследствие низкого разрешения исходных фотографий. Для измеренного образца оксида алюминия доля частиц в одном столбце составляет 85 %, что затрудняет процесс сопоставления результатов измерения для разных методов при статистических оценках. Таким образом, при сравнении результатов измерения дисперсности частиц, полученных разными методами, результату измерения электронного микроскопа «JSM-840» можно давать только качественную оценку.

Для сравнения результатов параллельных измерений в качестве критерия оценки выбраны основные геометрические характеристики функции распределения частиц по размерам (рисунок 2.10): модальный диаметр D_0 ; полуширина распределения Δ ; коэффициент асимметрии ε . Сравнение результатов измерения осуществляется попарно:

- для разработанной экспериментальной установки и измерительного комплекса «Spraytec»;
- для разработанной экспериментальной установки и установки «ТИПАС-1».

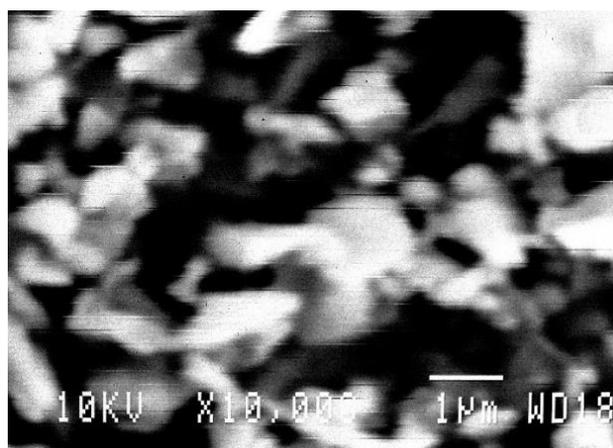


Рисунок 4.12 – Фотография частиц оксида алюминия, полученная сканирующим электронным микроскопом «JSM-840»

При сравнении результатов измерения проведена оценка относительной погрешности параллельных измерений между значениями геометрических характеристик функции распределения частиц по размерам, и выбрано максимальное значение среди оцениваемых параметров.

В таблице 4.1 и 4.2 приведены значения геометрических характеристик для функций распределения частиц по размерам, приведенных на рисунках 4.9 и 4.10 соответственно.

Таблица 4.1 – Основные геометрические характеристики $f(D)$ суспензий из TiO_2 и Al_2O_3 , полученные с использованием «Spraytec» и СПДВ.

TiO_2	D_0	Δ	ε	Al_2O_3	D_0	Δ	ε
«Spraytec»	0,640	0,350	0,286	«Spraytec»	0,281	0,205	0,373
СПДВ	0,505	0,392	0,313	СПДВ	0,302	0,215	0,319
Относительная погрешность, %	21	12	9	Относительная погрешность, %	7	5	15

Таблица 4.2 – Основные геометрические характеристики $f(D)$ суспензий из TiO_2 и Al_2O_3 , полученные с использованием «ТИПАС-1» и СПДВ.

TiO_2	D_0	Δ	ε	Al_2O_3	D_0	Δ	ε
«Spraytec»	0,571	0,395	0,368	«Spraytec»	0,353	0,230	0,378
СПДВ	0,505	0,392	0,313	СПДВ	0,302	0,215	0,319
Относительная погрешность, %	12	1	15	Относительная погрешность, %	14	7	16

Анализ экспериментальных данных, приведенных в таблицах 4.1, 4.2, позволяет сделать вывод о том, что погрешность восстановления основных геометрических характеристик $f(D)$ для «Spraytec» и СПДВ выше, чем (21 %) для «ТИПАС-1» и СПДВ (16 %). Такое различие объясняется в различных методологических и аппаратных подходах при получении результата измерения.

Исходя из предварительной информации о дисперсности частиц измеряемой среды, была уточнена область решения обратной задачи оптики аэрозолей. На рисунке 4.13 приведен фрагмент экспериментальных и расчетных данных $\tau(\lambda)$ для водной суспензии из частиц оксида алюминия (Al_2O_3). Расчетные данные являются результатом решения обратной задачи оптики аэрозолей, то есть соответствуют наилучшему совпадению экспериментальных и расчетных данных.

Из анализа полученной зависимости, приведенной на рисунке 4.13, можно сделать вывод о значительном совпадении расчетных и экспериментальных данных. Это свидетельствует об адекватности математического аппарата при решении обратной задачи оптики аэрозолей.

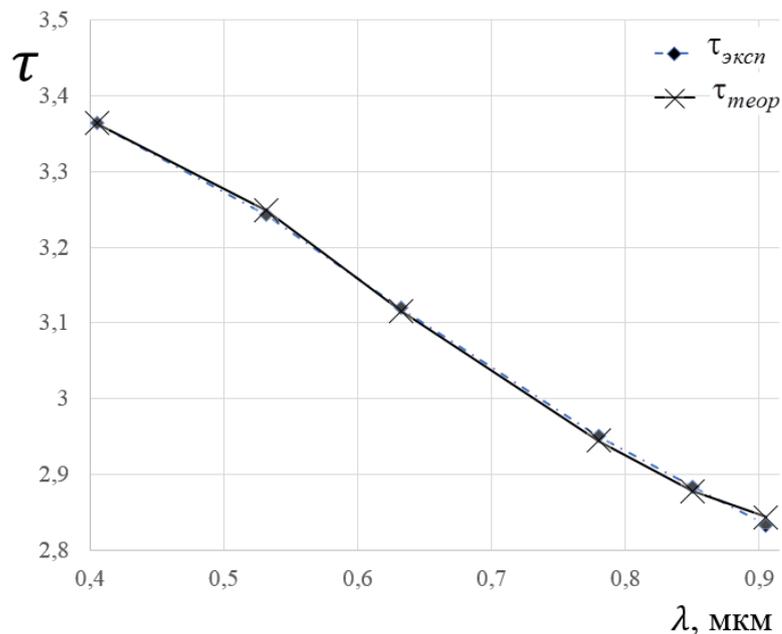


Рисунок 4.13 – Экспериментальные данные $\tau(\lambda)$ для водной суспензии из Al_2O_3 и теоретические данные, полученные при решении обратной задачи оптики аэрозолей

С использованием разработанной экспериментальной установки проведена серия экспериментальных исследований по измерению динамики дисперсных параметров двухфазной среды (D_{32}) и концентрации частиц во времени, в аэрозольной камере объемом 0,01 м³. Генерация аэрозоля велась в течение 5 с. Измерение дисперсных характеристик двухфазной среды осуществлялось при заполнении измерительного объема облаком аэрозоля, создаваемым ультразвуковым генератором «Муссон-2». На рисунках 4.14 и 4.15 приведены типичные зависимости изменения параметров аэрозоля в измерительном объеме.

Из анализа зависимостей, приведенных на рисунках 4.14 и 4.15, видно, что в течение всего времени распыливания (до 9 с) водного аэрозоля в замкнутый объем наблюдается общая тенденция уменьшения размера D_{32} аэрозольной среды. Далее наблюдается тенденция плавного снижения значений D_{32} , соответствующая экспоненциальному уменьшению концентрации частиц (рисунок 4.12).

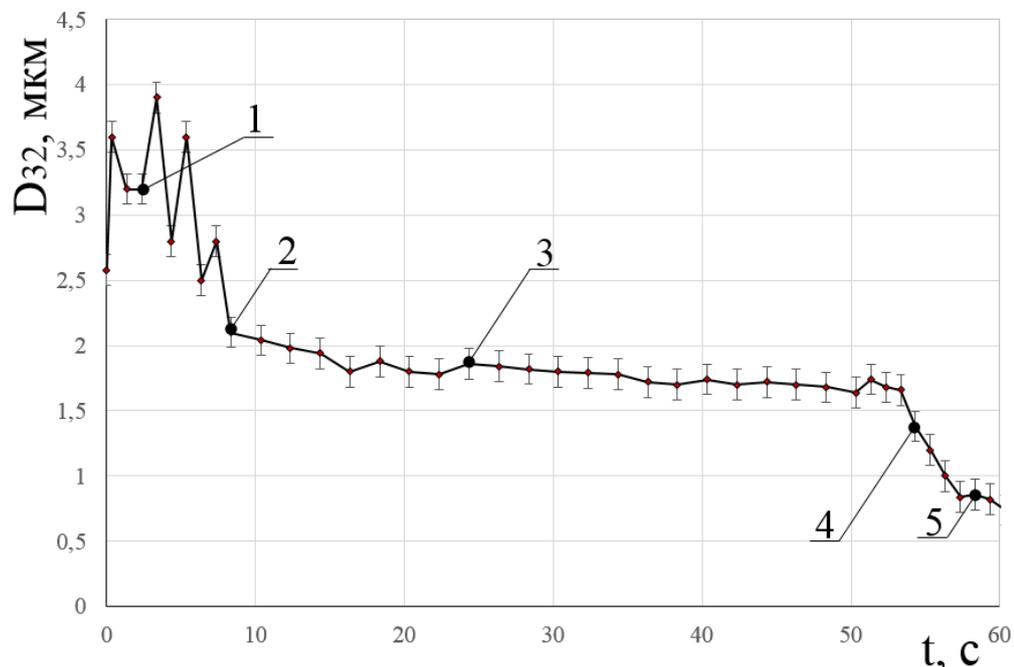


Рисунок 4.14 – Зависимость изменения D_{32} во времени

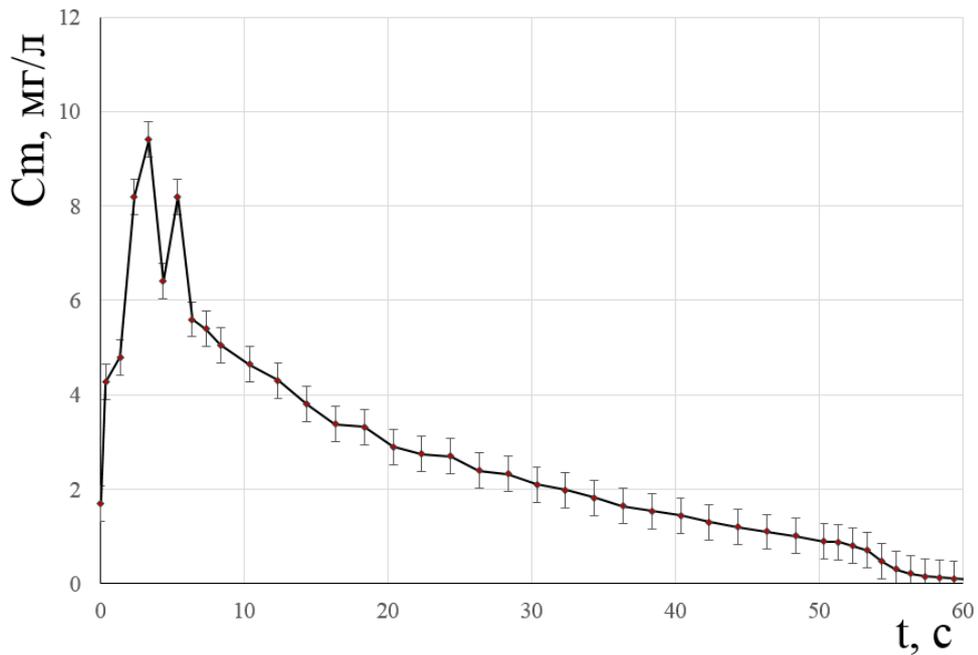
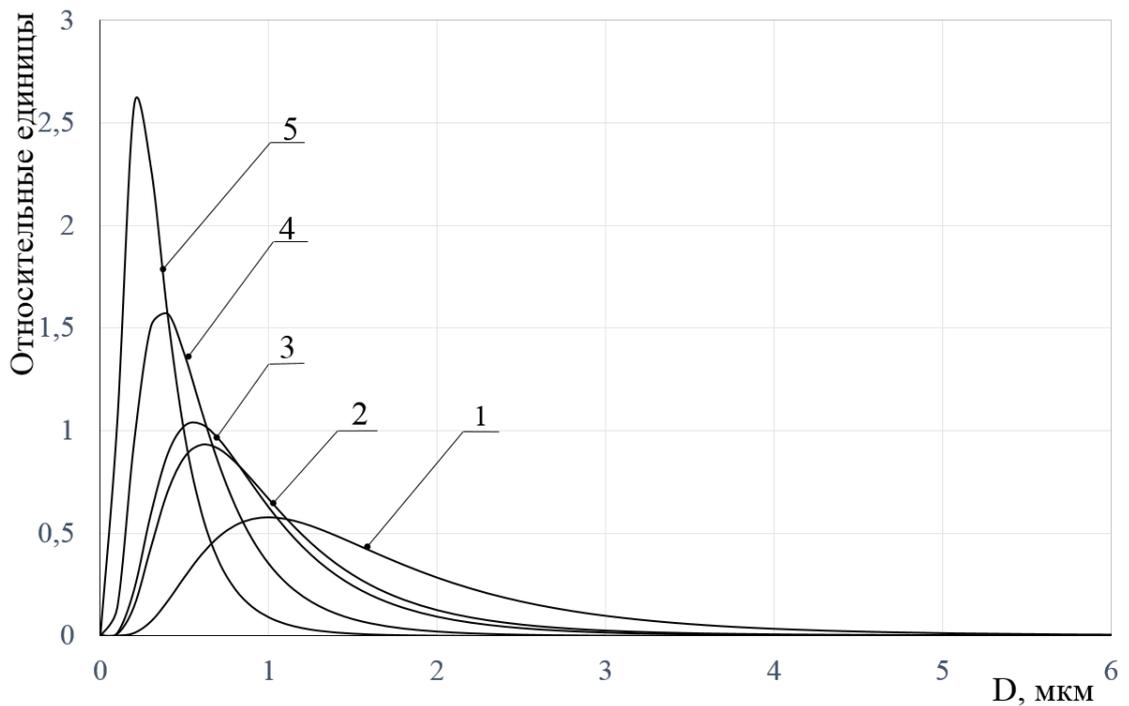


Рисунок 4.15 – Зависимость изменения массовой концентрации во времени

Для выбранных моментов времени 1-5 (рисунок 4.14) приведены соответствующие функции распределения частиц по размерам (рисунок 4.16).



1 – 2 с; 2 – 8 с; 3 – 24 с; 4 – 55 с; 5 – 59 с.

Рисунок 4.16 – Функции распределения частиц по размерам водного аэрозоля

Внешний вид зависимостей, приведенных на рисунке 4.16, демонстрирует деформацию функции распределения частиц по размерам в сторону меньших диаметров в течение времени эксперимента. Это объясняется влиянием основных действующих процессов: коагуляции, испарения и гравитационного осаждения частиц [103-107].

Выводы по четвертой главе

Проведено экспериментальное исследование динамики D_{32} частиц водного аэрозоля, аэрозоля из частиц глицерина в замкнутом измерительном объеме $0,01 \text{ м}^3$. Измерение D_{32} осуществлялось с применением разработанной методики с использованием двух длин волн $3,39$ и $0,405 \text{ мкм}$. Эта методика позволяет оценивать методическую погрешность измерения среднего размера частиц D_{32} .

Проведена верификация разработанного метода СПДВ при измерении дисперсности двухфазной среды водной суспензии, состоящей из частиц оксида титана (TiO_2) и частиц оксида алюминия (Al_2O_3), с использованием разработанной экспериментальной установки и измерительного комплекса «Spraytec», установкой «ТИПАС-1». Показано, что в этом случае погрешность восстановления основных геометрических характеристик функции распределения частиц по размерам для двухфазных сред не превышает 21% , а при сравнении с измерительной установкой «ТИПАС-1», реализующей ТВСМ, погрешность восстановления основных геометрических характеристик функции распределения частиц по размерам для двухфазных сред не превышает 16% .

Экспериментально показана возможность экспресс-диагностики дисперсных характеристик при эволюции двухфазной среды с использованием разработанного метода СПДВ и экспериментальной установки.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1 Разработана новая методика измерения среднего объемно-поверхностного диаметра частиц двухфазных сред, позволяющая находить диапазон, в котором методическая погрешность измерений не превышает заданного значения, например, 5 %.

2 Впервые разработан математический аппарат решения обратной задачи оптики аэрозолей с привлечением дополнительной априорной информации в виде измеренного значения среднего объемно-поверхностного диаметра частиц исследуемой среды. Проведена оценка устойчивости разработанного алгоритма восстановления функции распределения частиц по размерам. Показано, что при погрешности измерений спектральной оптической плотности $\pm 5\%$, погрешность восстановления основных геометрических характеристик функции распределения частиц по размерам не превышает 14 %.

3 Разработано программное обеспечение, реализующее метод спектральной прозрачности на дискретных длинах волн (СПДВ) и осуществляющее сбор и обработку измерительной информации, расчет и сохранение параметров дисперсности двухфазной среды в автоматическом режиме.

4 Разработана экспериментальная установка и программно-аппаратный комплекс для измерения концентрации и среднего объемно-поверхностного диаметра частиц, функции распределения частиц по размерам в диапазоне размеров диаметров от сотен нанометров до десяти микрометров, с возможностью контроля дисперсных характеристик оптически плотных двухфазных сред.

5 Проведена верификация разработанного СПДВ при измерении дисперсности двухфазных сред водных суспензий, состоящих из частиц оксида титана (TiO_2) и оксида алюминия (Al_2O_3) с использованием разработанной экспериментальной установки, а также измерительного комплекса «Spraytec», измерительной установки «ТИПАС-1». Установлено, что погрешность

восстановления основных геометрических характеристик функции распределения частиц по размерам для двухфазных сред не превышает 21 %.

6 Установлено, что при измерении ослабления оптического излучения субмикронными дисперсными средами для разработанной экспериментальной установки, в диапазоне длин волн зондирующего излучения от 0,405 мкм до 0,905 мкм, применимость закона Бугера-Ламберта-Бера осуществляется до значения спектральной оптической плотности $\tau \approx 8$, что позволяет осуществлять контроль дисперсных характеристик двухфазных сред на протяженных атмосферных трассах или в оптически плотных двухфазных средах.

7 Проведена серия экспериментальных исследований по измерению динамики среднего объемно-поверхностного диаметра и массовой концентрации частиц водного аэрозоля. Установлена закономерность трансформации во времени функции распределения частиц по размерам при распространении двухфазной среды, обусловленной конкурирующими процессами испарения, коагуляции и осаждения частиц. Экспериментально показана возможность экспресс-диагностики дисперсных характеристик при эволюции двухфазной среды с использованием разработанного метода СПДВ и экспериментальной установки.

СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ И УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ

Список сокращений и условных обозначений:

АЦП – аналого-цифровой преобразователь

ГР – гамма-распределение

ИК – инфракрасный

ЛНР – логарифмически нормальный закон распределения частиц по размерам

МСП – метод спектральной прозрачности

ММСП – модифицированный метод спектральной прозрачности

ММУ – метод малых углов

МПИ – метод полной индикатрисы

НС – нейтральный светофильтр

СПДВ – метод спектральной прозрачности с дискретными длинами волн

ТВСМ – турбидиметрический высокоселективный метод

ТИПАС – турбидиметрический измеритель параметров аэрозольных сред

ОГР – обобщенное гамма-распределение.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Козинцев, В.И. Оптико-электронные системы экологического мониторинга природной среды / В.И. Козинцев, В.М. Орлов, М.Л. Белов, В.Н. Рождествин. – М.: Изд. МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2002. – 528 с.
2. Kokhanovsky, A.A. Optics of light scattering media: problems and solutions / A.A. Kokhanovsky. – Springer-Praxis, 2001. – 228 p.
3. Шифрин, К.С. Рассеяние света в мутной среде / К.С. Шифрин. – М.: Гостехиздат, 1951. – 288 с.
4. Лопатин, В.Н. Методы светорассеяния в анализе дисперсных биологических сред / В.Н. Лопатин, А.В. Приезжаев, А.Д. Апонасенко. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2004. – 384 с.
5. Ивлев, Л.С. Физика атмосферных аэрозольных систем / Л.С. Ивлев, Ю.А. Довгальюк. – СПб.: НИИХ СПбГУ, 1999. – 194 с.
6. Грин, Х. Аэрозоли-пыли, дымки, туманы / Х. Грин, В. Лейн. – Л.: Химия, 1969. – 428 с.
7. Mishchenko, M. I. Scattering, absorption, and emission of light by small particles / M.I. Mishchenko, L.D. Travis, A.A. Lacis. – Cambridge university press, 2002. – 486 p.
8. Зуев, В.Е. Оптика атмосферного аэрозоля / В.Е. Зуев, М.В. Кабанов. – Современные проблемы атмосферной оптики. Том 4. – Л.: Гидрометеоиздат, 1987. – 254 с.
9. Архипов, В.А. Оптические методы диагностики гетерогенной плазмы продуктов сгорания: учеб. пособие / В.А. Архипов, С.С. Бондарчук. – Томск: ТГУ, 2012. – 265 с.
10. Коузов, П.А. Основы анализа дисперсионного состава промышленных пылей и измельченных материалов / П.А. Коузов. – М.: Химия, 1987. – 264 с.

11. Bohren, C.F. Absorption and Scattering of Light by Small Particles / C.F. Bohren, D.R. Huffman. – New York: Wiley-Interscience, 1983. – 530 p.
12. Дейрменджан, Д. Рассеяние электромагнитного излучения сферическими полидисперсными частицами / Д. Дейрменджан. – М.: Мир, 1971. – 303 с.
13. Ван де Хюлст, Г. Рассеяние света малыми частицами / Г. Ван де Хюлст. – Москва, 1961. – 460 с.
14. Исимару, А. Распространение и рассеяние волн в случайно-неоднородных средах / А. Исимару. – Т.1. – М.: Мир, 1981. – 280 с.
15. Измерения в промышленности. Справ. изд. В 3-х кн. Пер. с нем. [Текст] / под ред. Профоса П. – 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Metallurgia, 1990. – 334 с.
16. Беляев, С.П. Оптико-электронные методы изучения аэрозолей [Текст] / С.П. Беляев, Н.К. Никифорова, В.В. Смирнов, Г.И. Щелчков. – М.: Энергоиздат, 1981. – 233 с.
17. Исимару, А. Распространение и рассеяние волн в случайно-неоднородных средах / А. Исимару. – Т.2. – М.: Мир, 1981. – 322 с.
18. Kerker, M. The scattering of light and other electromagnetic radiation / M. Kerker. – Physical chemistry, New York.: Academic Press, 1969. – 688 p.
19. Гаврилова, Н.Н. Микроскопические методы определения размеров частиц дисперсных материалов / Н.Н. Гаврилова, В.В. Назаров, О.В. Яровая. – М.: РХТУ им. Д. И. Менделеева, 2012. – 52 с.
20. Асеев, В.А. Приборы и методы исследования наноматериалов фотоники: учеб. пособие / В.А. Асеев, В.М. Золотарев, Н.В. Никоноров. – СПб: Изд-во Университета ИТМО, 2015. – 130 с.

21. Kerker, M. The scattering of light and other electromagnetic radiation / M. Kerker. – N.-Y.: AP, 1969. – 666 p.
22. Heath, J. Dictionary of microscopy / J. Heath. – Wiley-VCH. – 2005. – 358 p.
23. Webb, R.H. Theoretical basis of confocal microscopy / R.H. Webb. – Methods in enzymology. – Academic Press, 1999. – Т. 307. – С. 3-20.
24. Морозова, К.Н. Электронная микроскопия в цитологических исследованиях: методическое пособие / К.Н. Морозова. – Издательство Новосиб. гос. ун-та. Новосибирск, 2013. – 85 с.
25. Миронов, В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии / В.Л. Миронов. – Нижний Новгород: РАН ИФМ, 2004. – 114 с.
26. Архипов, В.А. Движение частиц дисперсной фазы в несущей среде: учеб. пособие / В.А. Архипов, А.С. Усанина. – Томск: Издательский Дом Томского государственного университета, 2014. – 252 с.
27. Сумм, Б.Д. Основы коллоидной химии / Б.Д. Сумм. – М.: Академия, 2007. – 240 с.
28. Редькина, Н.И. Автоматический фотоседиментометр для анализа гранулометрического состава порошков / Н.И. Редькина, Е.В. Семенов, Г.С. Ходаков. – Завод, лаб. Диагностика материалов. – 2001. – Т. 67, № 3. – С. 31-37.
29. Воюцкий, С.С. Курс коллоидной химии / С.С. Воюцкий. – М.: Химия, 1975. – 512 с.
30. Квеско, Н.Г. Весовой седиментометр для автоматизированного измерения гранулометрического состава порошков / Н.Г. Квеско, А.Т. Росляк. – Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2000. – № 7. – С. 37-40.
31. Глинкин, Е.И. Информационные технологии кондуктометрии / Е.И. Глинкин, А.А. Одиноква // Вестник Тамбовского университета.

- Серия: Естественные и технические науки. – 2012. – Т. 17, № 2. – С. 674-678.
32. Степанов, Б.И. Теоретические и прикладные проблемы рассеяния света / Б.И. Степанов, А.П. Иванов. – Минск: Наука и техника, 1971. – 487 с.
 33. Межерис, Р. Лазерное дистанционное зондирование / Р. Межерис. – М.: Мир, 1987. – 550 с.
 34. Bunkin, A.F. Laser Remote Sensing of the Ocean: Methods and Applications / A.F. Bunkin, K.I. Voliak. – John Wiley & Son, 2001. – 256 p.
 35. Зуев, В.Е. Современные проблемы атмосферной оптики. Т.8. Дистанционное оптическое зондирование атмосферы / В.Е. Зуев, В.В. Зуев. – СПб.: Гидрометеиздат, 1992. – 231 с.
 36. Зуев, В.В. Лидарный контроль стратосферы / В.В. Зуев. – Новосибирск: Наука, 2004. – 306 с.
 37. Mishchenko, M.I. Scattering, absorption, and emission of light by small particles / M.I. Mishchenko, L.D. Travis, A.A. Lacis. – New York: Cambridge University Press, 2002. – 128 p.
 38. Xu, R Particle Characterization: Light Scattering Methods / R. Xu. – New York: Kluwer Academic Publishers, 2002. – 399 p.
 39. Кучко, А.В. Расчёт функции распределения объёмов наночастиц и удельной поверхности методом статистической регуляризации из индикатрисы рентгеновского малоуглового рассеяния / А.В. Кучко, А.В. Смирнов // Наносистемы: физика, химия, математика. – 2012. – Т. 3. – № 3. – С. 76-91.
 40. Зуев, В.Е. Обратные задачи оптики атмосферы. Современные проблемы атмосферной оптики Т.7. / В.Е. Зуев, И.Э. Наац. – Л.: Гидрометеиздат, 1990. – 287 с.
 41. Berdahl, P. Near-Infrared Turbidity of β -FeOOH Particle Suspensions / P. Berdahl, L.H. Espinoza, D. Littlejohn, D. Lucas, D.L. Perry // Applied Spectroscopy. – 2000. – Т. 54. – № 2. – С. 262-267.

42. Apfel, U. A turbidity study of particle interaction in latex suspensions / U. Apfel, R. Grunder, M. Ballauff // *Colloid and Polymer Science*. – 1994. – Т. 272. – № 7. – С. 820-829.
43. Becker, W. Turbidimetric method for the determination of particle sizes in polypropylene/clay-composites during extrusion / W. Becker, V. Guschin, I. Mikonsaari, U. Teipel, S. Kölle, P. Weiss // *Analytical and bioanalytical chemistry*. – 2017. – Т. 409. – № 3. – С. 741-751.
44. Архипов, В.А. Модифицированный метод спектральной прозрачности измерения дисперсности аэрозолей [Текст] / В.А. Архипов, И.Р. Ахмадеев, С.С. Бондарчук, Б.И. Ворожцов, А.А. Павленко, М.Г. Потапов // *Оптика атмосферы и океана*. – 2007. – Т. 20, № 1. – С. 48-52.
45. Kudryashova, O. Remote optical diagnostics of nonstationary aerosol media in a wide range of particle sizes / O Kudryashova, A. Pavlenko, B. Vorozhtsov, S. Titov, V. Arkhipov, S. Bondarchuk, E. Maksimenko, I. Akhmadeev, E. Muravlev // *Photodetectors*. – InTech, 2012. – P. 341-364.
46. Дюррани, Т. Лазерные системы в гидродинамических измерениях [пер. с англ.] / Т. Дюррани, К. Грейтид. – Москва: Энергия, 1980. – 284 с.
47. Титов, С.С. Метод определения дисперсности субмикронных аэрозолей по их спектральной прозрачности / С.С. Титов, А.А. Павленко, О.Б. Кудряшова, Е.В. Максименко // *Ползуновский вестник*. – 2009. – № 3. – С. 262-266.
48. Титов, С.С. Создание средств оптической диагностики параметров ансамбля субмикронных частиц [Текст] / С.С. Титов, А.А. Павленко, В.А. Архипов, С.С. Бондарчук, Э.А. Мецлер // *Известия ВУЗов. Физика*. – 2013. – Т. 56, № 9-2. – С. 86-89.
49. Донченко, В.А. Рассеяние оптических волн дисперсными средами. Часть II. Система частиц / В.А. Донченко, М.В. Кабанов, Б.А. Савельев. – Томск: ТФ СО АН СССР, 1983. – 185 с.

50. Ахмадеев, И.Р. Метод и быстродействующая лазерная установка для исследования генезиса техногенного аэрозоля по рассеянию луча в контролируемом объеме [Текст]: дис. канд. тех. наук: Институт проблем химико-энергетических технологий. – Бийск, 2008. – 98 с.
51. Шифрин, К.С. Введение в оптику океана / К.С. Шифрин. – Л.: Гидрометеиздат, 1983. – 273 с.
52. Kokhanovsky, A.A. Optics of Light Scattering Media: Problems and Solutions / A.A. Kokhanovsky. – John Wiley & Son Ltd, 1999. – 228 p.
53. Ахмадеев, И.Р. Применение метода малоуглового рассеяния лазерного излучения при исследовании импульсного распыления жидкостей [Текст] / И.Р. Ахмадеев, А.Н. Ишматов // Оптика атмосферы и океана. – 2013. – Т. 26, № 1. – С. 81-84.
54. Зуев, Е.В. Лазерное зондирование промышленных аэрозолей / Е.В. Зуев, Б.В. Кауль, И.В. Самохвалов, К.И. Кирков, В.И. Цанев. – Новосибирск: Наука, 1986. – 188 с.
55. Хинкли, Э.Д. (ред.) Лазерный контроль атмосферы / Э.Д. Хинкли. – М.: Мир, 1979. – 416 с.
56. Костко, О.К. Применение лазеров для определения состава атмосферы / О.К. Костко, В.С. Протасов, В.У. Хаттатов, Э.А. Чаянова. – Л.: Гидрометеиздат, 1983. – 216 с.
57. Самохвалов, И.В. Лазерное зондирование тропосферы и подстилающей поверхности / И.В. Самохвалов, Ю.Д. Копытин, И.И. Ипполитов. – Новосибирск: Наука, 1987. – 262 с.
58. Зуев, В.Е. Лазерное зондирование тропосферы и подстилающей поверхности / В.Е. Зуев. – Новосибирск: Сибирское отделение, Наука, 1987. – 258 с.
59. Захаров, В.М. Лидары и исследование климата / В.М. Захаров, О.К. Костко, С.С. Хмелевцов. – Л.: Гидрометеиздат, 1990. – 320 с.

60. Лебедев, А.Д. Лазерная корреляционная спектроскопия в биологии / А.Д. Лебедев, Ю.Н. Левчук, А.В. Ломакин, В.А. Носкин. – Киев: Наукова думка, 1987. – 256 с.
61. Зуев, В.Е. Границы применимости закона Бугера в рассеивающих средах для коллимированных световых пучков. / В.Е. Зуев, М.В. Кабанов, Б.А. Савельев. – Изв.АН СССР. ФизО, 1967. – Т. 3, № 7, – С. 54.
62. Скипетров, С.Е. Анализ методом Монте-Карло применимости диффузионного приближения для анализа динамического многократного рассеяния света в случайно-неоднородных средах / С.Е. Скипетров, С.С. Чесноков // Квантовая электроника. – 1998. – Т. 25. – № 8. – С. 753-757.
63. Бункин Н.Ф. Исследование нанопузырьковой фазы водных растворов NaCl методом динамического рассеяния света / Н.Ф. Бункин, А.В. Шкирина, И.С. Бурханов, Л.Л. Чайков, А.К. Ломкова // Квантовая электроника. – 2014. – Т. 44, № 11. – С. 1022-1028.
64. Пат. SU 1435955 A1 G 01J 1/44. Фотометр дисперсных сред. – 1986 г.
65. Пат. SU 1420474 A1 G 01N 15/02. Способ определения параметров частиц аэрозоля в газовом потоке. – 1986 г.
66. Пат. SU 717628 G 01N 15/02. Способ измерения среднего радиуса металлических капель в двухфазных потоках. – 1976 г.
67. Пат. SU 1467447 A1 G 01N 15/02. Способ оптического анализа вирусных суспензий. – 1986 г.
68. Пат. SU 811108 G 01N 15/02. Прибор для определения дисперсности и концентрации аэрозоля. – 1978 г.
69. Пат. RU 2335760 C2 G 01N 15/02. Оптический способ определения размеров частиц дисперсной системы. – 2006 г.
70. Пат. RU 2235990 C1 G 01N 15/02. Способ определения дисперсности аэрозольных частиц. – 2003 г.

71. Пат. RU 2098794 C1 G 01N 15/02. Оптический способ определения размера частиц в суспензии. – 1997 г.
72. Пат. RU 2061223 C1 G 01N 15/14. Способ измерения размеров микрочастиц. – 1996 г.
73. Тихонов, А.Н. Численные методы решения некорректных задач / А.Н. Тихонов, А.В. Гончарский, В.В. Степанов, А.Г. Ягола. – М.: Наука, 1990. – 232 с.
74. Ягола, А. Г. Обратные задачи и методы их решения. Приложения к геофизике [Электронный ресурс] / А.Г. Ягола, Ван Янфей, И.Э. Степанова и др. - 2-е изд. (эл.). – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2014. – 216 с.
75. Тихонов, А.Н. Методы решения некорректных задач / А.Н. Тихонов, В.Я. Арсенин. – М: Наука, 1986. – 287 с.
76. Бакушинский, А.Б. Некорректные задачи. Численные методы и приложения / А.Б. Бакушинский, А.В. Гончарский. – М.: Изд-во Моск. ун-та, 1989. – 199 с.
77. Самарский, А.А. Численные методы решения обратных задач математической физики / А.А. Самарский, П.Н. Вабищевич. – М.: ЛКИ, 2009. – 480 с.
78. Вольперт, А.И. Анализ в классах разрывных функций и уравнения математической физики / А.И. Вольперт, С.И. Худяев. – М.: Наука, 1975. – 395 с.
79. Годунов, С.К. Гарантированная точность решения систем линейных уравнений в евклидовых пространствах / С.К. Годунов, А.Г. Антонов, О.П. Кирилюк, В.И. Костин. – Новосибирск, Наука, 1998. – 360 с.
80. Мецлер, Э.А. Оптический метод экспресс-диагностики дисперсных характеристик многофазных сред с высоким временным разрешением [Текст] / Э.А. Мецлер, С.С. Титов, А.А. Павленко // Аэрозоли Сибири:

- тезисы докладов XX юбилейной Рабочей группы. – Томск: Изд-во Института оптики атмосферы СО РАН, 2013. – С. 8.
81. Мецлер, Э.А. Математическое моделирование в оптических методах определения параметров нано- субмикронных аэрозолей [Текст] / Э.А. Мецлер, С.С. Титов, А.А. Павленко // Информационные технологии в науке, экономике и образовании: материалы докладов Всероссийской конференции. – Бийск-Кизляр, 2013. – С. 68-70.
82. Мецлер, Э.А. Аспекты реализации обработки измерительных данных при модификации турбидиметрического метода определения дисперсности аэрозолей [Текст] / Э.А. Мецлер, С.С. Титов, А.А. Павленко // Перспективы создания и применения конденсированных высокоэнергетических материалов: материалы докладов V Всероссийской научно-технической конференции молодых ученых. – Барнаул: Изд-во Алт. гос. техн. ун-та, 2014. – С. 204-211.
83. Мецлер, Э.А. Модификация турбидиметрического метода дистанционного определения дисперсности аэрозолей [Текст] / Э.А. Мецлер, С.С. Титов, А.А. Павленко // Аэрозоли Сибири: тезисы докладов XXI Рабочей группы. – Томск: Изд-во Института оптики атмосферы СО РАН, 2014. – С. 73.
84. Titov, S.S. Optical methods and algorithms for determination of fine aerosol parameters [Текст] / S.S. Titov, A.A. Pavlenko, V.A. Arkhipov, S.S. Bondarchuk, I.R. Akhmadeyev, E.A. Metsler, A.A. Zhirnov // Book of abstracts International Conference on ATMOSPHERIC DUST Castellana Marina. – Italy: DUST, 2014. – 417 p.
85. Мецлер, Э.А. Модификация турбидиметрического высокоселективного метода в виде макета установки для экспресс-оценки дисперсных характеристик многофазных сред [Текст] / Э.А. Мецлер, С.С. Титов, А.А. Павленко // Материалы и технологии XXI века: материалы докладов III Всероссийской научно-практической

- конференции молодых ученых и специалистов. – Бийск: Изд-во Алт. гос. техн. ун-та им. И.И. Ползунова, 2013. – С. 26-30.
86. Мецлер, Э.А. Экспериментальная установка определения дисперсных параметров субмикронных аэрозольных сред [Текст] / Э.А. Мецлер, С.С. Титов, А.А. Павленко, В.А. Архипов // Ползуновский вестник. – 2017. – Т. 1, № 4. – С. 49-54.
87. Мецлер, Э.А. Разработка методики турбидиметрического определения среднего объемно-поверхностного диаметра частиц аэрозольных сред [Текст] / Э.А. Мецлер, С.С. Титов, А.А. Павленко, В.А. Архипов // Аэрозоли Сибири: труды конференции XXII Рабочей группы. – Томск: Изд-во Института оптики атмосферы СО РАН, 2015. – С. 68.
88. Титов, С.С. Создание средств оптической диагностики параметров ансамбля субмикронных частиц [Текст] / С.С. Титов, А.А. Павленко, В.А. Архипов, С.С. Бондарчук, Э.А. Мецлер // Известия ВУЗов. Физика. – 2013. – Т. 56, № 9-2. – С. 86-89.
89. 14. Мецлер, Э.А. Разработка методики определения дисперсных параметров аэрозольных сред с использованием турбидиметрического метода [Текст] / Э.А. Мецлер, С.С. Титов, А.А. Павленко // Взаимодействие полей и излучения с веществом: труды XV конференции молодых ученых. – Издательский отдел ИСЗФ СО РАН, 2017. – С. 187-189.
90. Архипов, В.А. Определение усредненных характеристик аэрозолей в модификации турбидиметрического высокоселективного метода [Текст] / В.А. Архипов, Е.А. Маслов, С.Е. Орлов, А.А. Павленко, С.С. Титов, Э.А. Мецлер // Струйные, отрывные и нестационарные течения: тезисы докладов XXIV Всероссийского семинара с международным участием. – Новосибирск: Изд-во Параллель, 2015. – С. 15-16.

91. Титов, С.С. Разработка методики определения динамики средних размеров частиц субмикронных аэрозольных сред в быстропротекающих и установившихся процессах [Текст] / С.С. Титов, Э.А. Мецлер, А.А. Павленко, В.А. Архипов // Высокоэнергетические материалы: демилитаризация, антитерроризм и гражданское применение: материалы XII Международной конференции НЕМs-2016. – Томск: Национальный исследовательский Томский государственный университет, 2016. – С. 107-108.
92. Refractive index database [Электронный ресурс] // Режим доступа: <http://refractiveindex.info> (дата обращения: 18.08.2015).
93. Детлаф, А.А. Курс физики: учебное пособие для вузов [Текст] / А.А. Детлаф, Б.М. Яворский. – М.: Высш. Шк. – 2012. – 718 с.
94. Лансберг, Г.С. Оптика [Текст] / Г.С. Лансберг, С.Г. Раутина, И.А. Яковлева. – М.: – 1976. – 928 с.
95. Решетников, М. Т. Планирование эксперимента и статистическая обработка данных: учебное пособие / М. Т. Решетников. – Томск: Изд-во ТГУСУиР, 2000. – 231 с.
96. Зайдель, А.Н. Погрешности измерений физических величин / А.Н. Зайдель. – Л.: Наука, 1985. – 112 с.
97. Елисеева, И.И. Общая теория статистики / И.И. Елисеева, М.М. Юзбашев. – М.: Финансы и статистика, 2003. – 480 с.
98. Мецлер, Э.А. Особенности измерений ослабления лазерного излучения в оптически плотных субмикронных дисперсных средах [Текст] / Э.А. Мецлер, С.С. Титов, А.А. Жирнов, А.А. Павленко, В.А. Архипов // Ползуновский вестник. – 2016. – Т. 1, № 4. – С. 49-54.
99. Титов, С.С. Экспериментальная установка определения среднего объемно-поверхностного диаметра частиц дисперсных сред [Текст] / С.С. Титов, Э.А. Мецлер, А.А. Павленко, В.А. Архипов // Ползуновский вестник. – 2015. – Т. 2, № 4. – С. 47-51.

100. Жирнов, А.А. Границы применимости высокоселективного турбидиметрического метода [Текст] / А.А. Жирнов, Э.А. Мецлер, С.С. Титов, А.А. Павленко, О.Б. Кудряшова // Ползуновский вестник. – 2016. – Т. 1, № 4. – С. 55-58.
101. Мецлер, Э.А. Модификация методики определения среднего объемно-поверхностного диаметра частиц дисперсных сред [Текст] / Э.А. Мецлер, А.А. Павленко, С.С. Титов, В.А. Архипов // Южно-Сибирский научный вестник. – 2017. – № 4(20). – С. 48-51.
102. Ахмадеев, И.Р. Увеличение диапазона измерения дисперсных характеристик аэрозолей в модифицированном методе малоуглового рассеяния [Текст] / И.Р. Ахмадеев, Э.А. Мецлер // Южно-Сибирский научный вестник. – 2017. – № 4(20). – С. 52-56.
103. Kudryashova, O.B. Physicomathematical Modelling of the Explosion-Induced Generation of Submicron Liquid-Droplet Aerosols / O.B. Kudryashova, V.I. Vorozhtsov, A.N. Ishmatov, I.R. Akhmadeev, E.V. Muravlev, A.A. Pavlenko // In book: Aerosols: Properties, Sources and Management Practices. Chapter 5. New-York: Nova Science Publishers, Inc., 2012. – P. 227-248.
104. Кудряшова, О.Б. Распространение аэрозольного облака в замкнутом пространстве / О.Б. Кудряшова, Н.В. Коровина, А.А. Павленко, В.А. Архипов, В.Д. Гольдин, Е.В. Муравлев // Инженерно-физический журнал, 2015. – Т. 88 – № 3. – С. 552-559.
105. Kudryashova, O.B. Mechanisms of Aerosol Sedimentation by Acoustic Field / O.B. Kudryashova, A.A. Antonnikova, N.V. Korovina, I.R. Akhmadeev // Archives of Acoustics. – 2015. – Т.40. – № 4. – С. 485-489.
106. Архипов, В.А. Аэрозольные системы и их влияние на жизнедеятельность: учебное пособие / В.А. Архипов,

У.М. Шереметьева. – Томск: Издательство Томского государственного педагогического университета. – 2007. – 136 с.

107. Брюханов, В.А. Методы повышения точности измерений в промышленности / В.А. Брюханов. – М.: Изд-во стандартов. – 1991. – 108 с.
108. ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности. – М.: Стандартиформ, 2007. – 7 с.

Приложение А (справочное) Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ № 2017610241(копия)

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



СВИДЕТЕЛЬСТВО

о государственной регистрации программы для ЭВМ

№ 2017610241

Программа расчета усредненных факторов эффективности ослабления зондирующего излучения для определения оптимального диапазона измерения средних размеров частиц аэрозольной среды

Правообладатели: *Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем химико-энергетических технологий Сибирского отделения Российской академии наук (ИПХЭТ СО РАН) (RU), Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский Томский государственный университет» (Томский государственный университет, НИ ТГУ, ТГУ) (RU)*

Авторы: *см. на обороте*

Заявка № **2016662232**

Дата поступления **11 ноября 2016 г.**

Дата государственной регистрации

в Реестре программ для ЭВМ **09 января 2017 г.**

Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности

 Г.П. Ивлиев



**Приложение Б (справочное) Акт использования результатов работы в БТИ
АлтГТУ**



МИНИСТЕРСТВО
ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РФ

**Бийский технологический
институт (филиал) ФГБОУ ВПО
«Алтайский государственный
технический университет
им. И.И. Ползунова» (БТИ АлтГТУ)**
ул. Трофимова, 27, г. Бийск, 659305
тел.(3854)432285, факс:(3854)435300
E-mail: info@bti.secna.ru
<http://www.bti.secna.ru>

« _____ » _____ 2018 г. № _____
об использовании результатов
диссертационной работы

УТВЕРЖДАЮ

Зам. директора по научной работе
Д.С. профессор



Хмелев В.Н.
_____ 2018 г.

**Акт
использования результатов диссертационной работы
Мецлера Эдуарда Андреевича
«ОПТИЧЕСКИЙ МЕТОД ДИСТАНЦИОННОЙ ЭКСПРЕСС-
ДИАГНОСТИКИ ДИСПЕРСНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК ДВУХФАЗНЫХ
СРЕД»**

Комиссия в составе: главного метролога лаборатории акустических процессов и аппаратов к.т.н., доцента Абраменко Д.С., ведущего инженера лаборатории акустических процессов и аппаратов, к.т.н., доцента Барсукова Р.В., директора по производству лаборатории акустических процессов и аппаратов, к.т.н., доцента Цыганок С.Н., составила настоящий акт о том, что результаты диссертационной работы Мецлера Э.А. используются в учебном процессе факультета информационных технологий, автоматизации и управления БТИ АлтГТУ в виде разделов курсов лекций и лабораторных работ в дисциплине «Методы неразрушающего контроля» для студентов специальности 200100.62 «Приборостроение».

Научные положения диссертационной работы послужили основой для исследования эволюции дисперсного состава и концентрации частиц, при проведении экспериментов по ультразвуковому воздействию на аэрозольные среды.

Члены комиссии: _____ к.т.н., доцент Абраменко Д.С.

_____ к.т.н., доцент Барсуков Р.В.

_____ к.т.н., доцент Цыганок С.Н.

**Приложение В (справочное) Акт использования результатов работы в ИПХЭТ
СО РАН**



Федеральное государственное
бюджетное учреждение науки
**Институт проблем химико-
энергетических технологий
Сибирского отделения
Российской академии наук
(ИПХЭТ СО РАН)**

659322, г. Бийск Алтайского края, ул. Социалистическая 1
т. (3854) 305-955, ф. 303-043, 301-725, e-mail: admin@ipcet.ru
ОКПО 10018691, ОГРН 1022200571051, ИНН 2204008820,
КПП 220401001



УТВЕРЖДАЮ

Директор ИПХЭТ СО РАН, профессор

С.В. Сысолятин

«10» июня 2018 г.

АКТ

использования результатов диссертационной работы
Мецлера Эдуарда Андреевича
**ОПТИЧЕСКИЙ МЕТОД ДИСТАНЦИОННОЙ ЭКСПРЕСС-
ДИАГНОСТИКИ ДИСПЕРСНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК ДВУХФАЗНЫХ
СРЕД**

Комиссия в составе: ученого секретаря ИПХЭТ СО РАН, к.т.н. Титов С.С., г.н.с., д.ф.-м.н. Павленко А.А., с.н.с., к.т.н. Муравлева Е.В., рассмотрев материалы кандидатской диссертации Мецлера Э.А. «Оптический метод дистанционной экспресс-диагностики дисперсных характеристик двухфазных сред», установила, что результаты исследований использовались в рамках проекта: V.49.1.4: «Разработка теоретических основ, методов и высокотехнологичных средств преобразования энергии высокоэнергетических материалов (ВЭМ) для генерации пространственно-распределенных полей субмикронных и наноразмерных частиц со специальными контролируруемыми свойствами с целью дезактивации опасных химических агентов с одновременным дистанционным обнаружением и идентификацией опасных веществ» по приоритетному направлению V.49 «Фундаментальные исследования в области химии и материаловедения в интересах обороны и безопасности страны», а также в ряде хоздоговорных НИР.

Члены комиссии:

С.С. Титов

А.А. Павленко

Е.В. Муравлев

Приложение Г (справочное) Акт использования результатов работы в НИИ ПММ
ТГУ



УТВЕРЖДАЮ
Директор НИИ ПММ ТГУ

А.А. Глазунов

«14» июня 2018 г.

АКТ № 2/И

об использовании результатов, полученных при выполнении диссертационной работы Мецлера Эдуарда Андреевича «Оптический метод дистанционной экспресс-диагностики дисперсных характеристик двухфазных сред»

14.06.2018 г.

г. Томск

Комиссия в составе:

Председатель	зав. отделом	В.А. Архипов
Члены комиссии	вед. научн. сотр.	И.К. Жарова
	ст.. научн. сотр.	Е.А. Маслов

1. Комиссии предъявлены:

1.1. Материалы кандидатской диссертации Мецлера Э.А. «Оптический метод дистанционной экспресс-диагностики дисперсных характеристик двухфазных сред».

2. Комиссией установлено:

2.1. Результаты исследований (оптический метод измерения дисперсности конденсированных частиц в двухфазных потоках) использован в отд. 10 НИИ ПММ ТГУ при определении функций распределения по размерам капель в факеле распыла центробежной и эжекционной форсунок и частиц конденсированной фазы в продуктах сгорания высокоэнергетических материалов.

2.2. Результаты по п.2.1 были использованы при разработке методики и экспериментальной установки для контроля загрязненности твердыми и жидкими аэрозолями в рамках выполнения СЧ НИР «Физико-математическое моделирование эволюции аэрозоля в замкнутом помещении с учетом динамики параметров состояния внутреннего воздушного пространства», договор № 05-3/17 от 24.08.2017 г. (шифр «Модель-1БИ»).

Председатель комиссии

Зав. отделом газовой динамики и физики взрыва НИИ ПММ ТГУ,
д. ф.-м. н., профессор

В.А. Архипов

Члены комиссии:

Вед. научн. сотр. НИИ ПММ ТГУ,
д. ф.-м. н.

И.К. Жарова

Ст. научн. сотр. НИИ ПММ ТГУ,
к. ф.-м. н.

Е.А. Маслов