

На правах рукописи

Квеско Наталья Геннадьевна

**ЗАКОНОМЕРНОСТИ ПРОЦЕССА СЛОЕВОЙ СЕДИМЕНТАЦИИ
ЧАСТИЦ В ЖИДКОЙ СРЕДЕ ПРИМЕНИТЕЛЬНО К ПРАКТИЧЕСКОЙ
ГРАНУЛОМЕТРИИ**

Специальность 05.17.08 - процессы и аппараты химической технологии

Автореферат
диссертации на соискание учёной степени
доктора технических наук

Томск - 2002

**Работа выполнена в научно-исследовательском институте прикладной
математики и механики при Томском госуниверситете**

Научный консультант:

Росляк А.Т. доктор технических наук,
ст.н.с.

Официальные оппоненты:

Сваровский А.Я. доктор технических наук, профессор

Тихомиров И.А. доктор физико-математических наук,
профессор, заслуженный деятель
науки и техники РФ

Ульянов Б.А. доктор технических наук, профессор

Ведущая организация: Федеральный научно-производственный
центр "Алтай" (г. Бийск)

Защита состоится "14"мая 2002 г. в 12 часов на заседании диссертационного
совета Д212.269.08 при Томском политехническом университете по адресу:
634034, г. Томск, пр. Ленина, 30.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Томского
политехнического университета.

Автореферат разослан "11" апреля 2002 г.

Учёный секретарь диссертационного совета,
к.т.н. _____ Петровская Т.С.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность исследований.

Современный научно-технический прогресс характеризуется интенсивной разработкой и совершенствованием технологий, использующих материалы в высокодисперсном состоянии. Основным критерием качества промежуточной и готовой порошковой продукции является гранулометрический состав и связанные с ним показатели, характеризующие поведение дисперсных систем в потоках и процессах. Оптимизация гранулометрического состава порошкообразных материалов, выпускаемых и перерабатываемых промышленностью в количестве сотен миллионов тонн, является важной составляющей комплекса мероприятий по повышению качества продукции и экономии энергетических ресурсов, что является одним из решающих условий промышленного производства.

Несмотря на то, что существует множество приборов анализа гранулометрического состава дисперсных материалов, созданных ведущими фирмами Германии, Франции, Японии, Великобритании, большинство из них работает в ограниченном диапазоне дисперсности, не удовлетворяет современным требованиям продолжительности, репрезентативности и достоверности измерений, не пригодно для анализа гранулометрического состава материалов с существенно анизометричной формой частиц. Технически совершенные современные импортные автоматизированные приборы, использующие новые методы измерений, оснащённые микропроцессорами и ПК, для большинства производств не доступны по своей высокой стоимости. В России серийного выпуска аналогичных приборов нет, уровень выполненных ведомственных разработок существенно уступает зарубежному.

Многолетние экспериментальные работы в области определения гранулометрического состава дисперсных материалов убедительно свидетельствуют, что наиболее распространёнными и востребованными методами, отвечающими условиям большинства производств, являются седиментационные. Особенностью этого класса методов является то, что определяемый с их помощью размер частиц, называемый эквивалентным диаметром, характеризует не только геометрические параметры частиц, но и учитывает их взаимодействие с дисперсионной средой через коэффициент сопротивления.

С развитием методов математического моделирования различных технологических процессов появилась необходимость получения информации о взаимодействующих фазах, как о совокупной системе, так как именно такая характеристика дисперсной системы даёт о ней максимальную информацию. Вот почему методы весовой гравитационной

седиментации, учитывающие взаимодействие фаз через коэффициент сопротивления среды движущимся частицам, получили столь широкое распространение и до сих пор используются в практических исследованиях, несмотря на имеющиеся недостатки. Особенно это относится к методам весовой седиментации, которые дают массовое распределение частиц по размерам.

В то же время эти методы нельзя назвать совершенными, так как, реализуемый в ходе эксперимента процесс осаждения, в подавляющем большинстве случаев осуществляется из равномерно гомогенизированной суспензии, распределённой по всему исследуемому объёму, что делает начальный момент осаждения неопределённым и влияет на точность определения крупных фракций. Используемый в седиментационных исследованиях линейный закон сопротивления в форме Стокса, хотя и позволяет определять размеры частиц в зависимости от их скорости из аналитического выражения, существенно ограничивает рамки применения седиментации скоростью оседающих частиц, использование же нелинейных законов сопротивления не практикуется в связи со сложными математическими расчётами. Недостаточное использование современных возможностей, обеспечиваемых компьютерной техникой, практически не позволяет точно описывать гранулометрический состав полимодальных распределений частиц по размерам, имеющих в практике широкое распространение.

Цель работы: разработка методов и приборов автоматизированного анализа гранулометрического состава дисперсных материалов с различной формой частиц в широком интервале плотностей и размеров на основе седиментации в жидкой среде, отвечающих требованиям современных порошковых технологий с целью повышения конкурентоспособности порошковой продукции и изделий из неё.

Задачами работы, в соответствии с поставленной целью, являются:

- экспериментальные исследования различных методов и приборов анализа гранулометрического состава порошков с целью выявления наиболее перспективных направлений их усовершенствования с точки зрения величины интервала дисперсности, точности, воспроизводимости, универсальности, экспрессности, анализа частиц со сложной геометрией и полимодальных составов; разработка методов оценки точности результатов измерений гранулометрического состава, получаемых с помощью различных приборов;
- развитие математических моделей, описывающих процесс осаждения твёрдой фазы в вязкой среде с учетом изменения коэффициентов сопротивления в зависимости от чисел

Рейнольдса и других факторов, а также методов аналитической аппроксимации кривых накопления осадка для более точного описания экспериментальных зависимостей;

- поиск и оптимизация физико-химических эффектов определяющих качественное пофракционное осаждение исследуемых порошков; разработка приборов, реализующих процесс пофракционной седиментации из стартового слоя в гравитационном и центробежном полях, предусматривающих бесконтактные методы измерения определяемых параметров и функциональную связь приборов с персональным компьютером; разработка методического обеспечения работы приборов;
- разработка методик определения гранулометрического состава нетрадиционных для седиментометрических измерений материалов с существенно анизометричной формой частиц (пластинчатой, игольчатой), пористой структурой, полимодальными распределениями частиц по размерам;
- практическая реализация полученных результатов в производственных условиях и научных исследованиях.

Работа проводилась в рамках госбюджетных тем, выполняемых в НИИ прикладной математики и механики: "Комплексные исследования гидродинамики гетерогенных потоков и создание физических основ технологии дисперсных материалов и субмикронных порошков" (тема 3.3.96 Ф, № Гос. регистрации 01. 20.00 00733); региональной научно-технической программы Министерства образования РФ "Мелкосерийная, малотоннажная и наукоёмкая продукция"(1992-1993), инновационных научно-технических программ "Трансфертные технологии, комплексы и оборудование" (1994-1997), "Тиражирование наукоёмкой продукции" (1998-1999), Федеральной целевой программы «Интеграция» (1998 -2000).

Методы исследования. В работе использовались:

- методы математического и физического моделирования;
- методы теории статистики и аналитической аппроксимации;
- объектно-ориентированные методы компьютерного моделирования при обработке и аппроксимации экспериментальных данных.

Обоснованность и достоверность полученных научных положений, выводов и рекомендаций обеспечиваются:

- научной корректностью постановки задач с принятием исходных посылок, вытекающих из фундаментальных положений гидродинамики и физикохимии поверхностных явлений;

- тестированием и последующим сравнительным анализом наиболее известных в практике гранулометрии приборов определения гранулометрического состава дисперсных сред с помощью эталонного порошка на основе теории статистики, с разработанными автором методом и прибором слоевой седиментации;
- согласованием теоретических и экспериментальных результатов;
- положительными результатами применения в ряде организаций и предприятий приборов и методик, созданных на базе научных положений.

Научная новизна.

1. Выявлен механизм образования стартового слоя частиц на поверхности седиментационной жидкости с помощью специально подобранной пары взаимно растворяющихся жидкостей с особыми свойствами, сочетание природы и взаимодействия которых позволяет организовать монослой частиц на зеркале седиментационной жидкости.
2. Предложена математическая модель процесса осаждения частиц в вязком потоке для описания переходного режима движения с учётом инерционной составляющей скорости за счёт использования нелинейных законов сопротивления. Впервые показано, что использование нелинейных законов сопротивления среды движущейся частице позволяет на порядок расширить область применения седиментационных методов по сравнению с традиционными границами плотностей и размеров.
3. Установлено, что точности существующих теоретических и эмпирических зависимостей не достаточно для описания многомодальных распределений частиц по размерам, поэтому разработан метод аппроксимации кривых накопления таких распределений в виде рядов, составленных из известных аналитических представлений.
4. Предложен метод оценки точности различных приборов для анализа дисперсности на основе теории статистики и разработанной методики аппроксимации экспериментальных данных аналитическими зависимостями, в частности нелинейными, с помощью искусственно созданных методом воздушно-центробежной классификации эталонных порошков. Разработана методика такой оценки для наиболее часто используемых в практической гранулометрии методов и приборов.
5. Разработан аналитико-статистический метод пересчёта параметров распределений и диаметров частиц, полученных разными методами, в проекционный микроскопический диаметр для частиц с существенно анизометричной формой.

Новизна подтверждается авторскими свидетельствами и патентом на изобретение.

Практическая ценность.

1. Практическая реализация созданных на основе весовой седиментации из стартового слоя приборов анализа гранулометрического состава порошковых материалов в гравитационном и центробежном полях, вместе с оригинальными методиками, позволила подтвердить их применимость в ряде новых для них областей.
2. Предложенный аналитико-статистический метод пересчёта параметров распределений и диаметров частиц, полученных разными методами, в проекционный микроскопический диаметр позволил получить эмпирические зависимости, устанавливающие взаимосвязь между седиментационным диаметром анизометричных частиц и их проекционным диаметром, для плоских частиц слюды и игольчатых частиц волластонита.
3. Разработанный метод аппроксимации кривых накопления полимодальных распределений в виде рядов, составленных из известных аналитических представлений, позволил не только аналитически достоверно описать бимодальные распределения нанопорошков металлов, полученных электровзрывом, но и экстраполировать параметры распределений подобных материалов при ограниченном числе экспериментальных точек.
4. Применение нелинейных законов сопротивления, частично учитывающих инерционную составляющую скорости осаждения твёрдых частиц в вязкой среде, для определения размеров оседающих частиц при значениях параметра $Re > 0.01$ позволило существенно (на порядок) расширить диапазон дисперсности, определяемый методом весовой гравитационной седиментации;
5. Разработанный на основе эталонного порошка и теории статистики, метод оценки точности определения гранулометрического состава диспергированных материалов, позволил оценить достоинства и недостатки широко распространённых в практике приборов определения гранулометрического состава, выявить перспективные направления развития современного приборного обеспечения гранулометрических исследований, предложить новые подходы, базирующиеся на широком использовании компьютерной техники.

Реализация результатов работы.

- Приборы ВС-3 внедрены в производство на ряде промышленных предприятий России и Беларуси: в специальном конструкторско-технологическом бюро СКТБ «Катализатор» (Новосибирск, 1993), на производственном объединении ПО «Ставропольполимер» (Будённовск, 1993), в открытом акционерном обществе ОАО «Оргсинтез» (Казань, 1993), на косметической фабрике «Рассвет» (Москва, 1993), в ПО «Полимир» (Новополоцк, 1994), в

Новосибирском государственном проектно-изыскательском институте ВНИПИЭТ (Новосибирск, 1995), на заводе химреактивов (Новосибирск, 1995), на Сибирском химическом комбинате (СХК) (Северск, 1997), в Сибирском физико-техническом институте (СФТИ) (Томск, 1997).

- Методика аналитической аппроксимации кривых накопления используется в Томском политехническом университете на кафедрах общей химии и технологии силикатов, отделом электровзрывной технологии Конструкторско-технического центра Томского научного центра СО РАН (КТЦТНЦ СО РАН) (Томск).
- Прибор ВС-3 вместе с методиками исследования гидродинамики и взаимодействия частиц при их осаждении в режиме ползущего течения используются в учебном процессе на физико-техническом факультете Томского государственного университета при выполнении курсовых и дипломных работ, в дистанционном обучении студентов по программе "Открытое образование" для демонстрации удалённого эксперимента, а также в научно-исследовательской работе НИИ прикладной математики и механики.

Положения, выносимые на защиту:

1. Метод и приборы анализа гранулометрического состава дисперсных материалов на основе седиментации из стартового слоя в гравитационном и центробежном полях.
2. Правомерность применения нелинейных законов сопротивления, частично учитывающих инерционную составляющую скорости осаждения твёрдых частиц в вязкой среде, для определения размеров оседающих частиц при значениях параметра $Re > 0.01$.
3. Метод аппроксимации кривых накопления полимодальных распределений в виде рядов, составленных из известных аналитических представлений.
4. Метод и результаты сравнения характеристик различных приборов для определения гранулометрического состава порошковых материалов, на основе эталонного порошка и теории статистики.
5. Аналитико-статистический подход при пересчёте параметров распределений и диаметров частиц, полученных разными методами анализа гранулометрического состава, в проекционный микроскопический диаметр.
6. Методики определения гранулометрического состава ламинарных, фибропластинчатых, пористых частиц и полимодальных распределений методом весовой жидкостной седиментации из стартового слоя с помощью седиментометра ВС-3.

Апробация работы.

Основные положения и отдельные результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на Всесоюзных научных и научно-технических конференциях: “Механика сыпучих материалов” (Одесса, 1980), “Проблемы тонкого измельчения, классификации и дозирования” (Иваново, 1982), “Технология сыпучих материалов - Химтехника 86” (Белгород, 1986), “Состояние исследований и перспективы развития технологии получения и переработки поливинилхлоридных материалов” (Дзержинск, 1986), “Применение аппаратов порошковой технологии и процессов термосинтеза в народном хозяйстве” (Томск, 1987), “Фундаментальные исследования и новые технологии в строительном материаловедении” (“Химия и технология передовой керамики” Белгород, 1989), “Механика и тепло-массообмен двухфазных сред в технике и порошковой технологии” (Томск, 1991), “Гидромеханика процессов разделения гетерогенных систем» (Тамбов, 1991); Всесоюзных научных и научно-технических семинарах: VIII Всесоюзном семинаре “Дезинтеграторная технология” (Киев, 1991); Всероссийских научных и научно-технических конференциях “Фундаментальные и прикладные проблемы современной механики “ (Томск, 1998, 2000), “Методы и средства измерений физических величин”(Нижний Новгород, 1999, 2000); региональных научных и научно-технических конференциях: «Уральской региональной конференции по порошковой металлургии и композиционным материалам» (Пермь, 1985), «По химии и химической технологии, посвященной 70-летию Октября» (Томск. 1987), “Применение порошковых композиционных материалов и покрытий в машиностроении” (Пермь, 1987), “Химтехника 90” (Новосибирск, 1990); Всесоюзных и отраслевых совещаниях: “Проблемы и перспективы развития ПО ТНХК”, (Томск, 1987, 1988, 1989, 1995), “Керамика 90”, “Новые технологии - источники экологически чистого производства” (Москва, 1990); республиканских научных и научно-технических конференциях: “Физико-химическая механика дисперсных систем и материалов” (Киев, 1983), “Исследования и разработка новых методов и расширение номенклатуры деталей, изготовленных методами порошковой металлургии, и покрытий в машиностроении Узбекистана» (Ташкент, 1985); научных, научно-практических и научно-технических семинарах: “Применение методов и аппаратов порошковой технологии в народном хозяйстве” (Томск, 1983), “Конверсия в приборостроении” (Томск. 1994); школах-конференциях: “Порошковая металлургия и керамическая технология в современном материаловедении” (Киев, 1984), “Вибротехнология 89” (Одесса, 1989), международной научно-технической конференции “Горно-геологическое образование в Сибири. 100 лет на службе науки и производства” (Томск, 2001).

Разработки по теме диссертации экспонировались:

на Томской региональной конференции "Конверсия в приборостроении" (ТПУ, 1994); на выставке-презентации прибора ВС-3 для Омских предприятий (Омск, ПТП "Автоматика", 1994); на международной ярмарке научно-технических достижений ВУЗов "Вузовская наука на международном рынке научно-технической продукции" (Барнаул, 1995); на международной конференции "Business Links" "Поиск партнёра - гарантия успеха" (Томск, 1995); на международной конференции "Фундаментальные и прикладные проблемы охраны окружающей среды" (Томск, 1995); на ярмарках-выставках "Интеграция 97" , "Интеграция - 98" (Томск, 1997, 1998); на международной сибирской ярмарке-выставке "Сибирь: экспорт-импорт" (Новосибирск, 1999); включены в первый выпуск "Каталога научно-технических достижений организаций высшей школы России" (Москва, 1994); электронная копия проспекта прибора помещена в компьютерную сеть "Интернет".

Публикации. По теме диссертации опубликовано шестьдесят пять работ, в том числе 2 авторских свидетельства и 1 патент на изобретение.

Объём и структура диссертации. Работа состоит из введения, шести глав, основных выводов и приложений. Материал изложен на 255 страницах машинописного текста, содержит 23 рисунка, 40 таблиц; список литературы включает 140 наименований.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована необходимость развития методов анализа гранулометрического состава дисперсных материалов в связи с неуклонным ростом применения порошков в различных технологических процессах, для которых гранулометрический состав является одной из важнейших характеристик промежуточных продуктов и конечных изделий. Проанализированы причины, по которым, несмотря на высокое качество приборов анализа гранулометрического состава, производимых в Германии и Японии – ведущих мировых поставщиков аналитического оборудования – необходимо развивать это направление в нашей стране, значительно отстающей от существующего мирового уровня.

В качестве объекта исследования особое внимание уделяется весовым методам жидкостной седиментации, позволяющим определять массовое распределение частиц по размерам с высокой воспроизводимостью и удовлетворительной точностью. Работы в этом направлении в НИИ прикладной математики и механики при Томском госуниверситете

ведутся с семидесятых годов. Диссертант начал принимать в них активное участие с 1978 года.

На основании анализа и обобщения теоретических и экспериментальных результатов отечественных и зарубежных исследований сформулированы цели и задачи работы. Введение содержит сведения об актуальности работы, формулировку выносимых на защиту научных положений, новизне и практической ценности.

В первой главе проанализированы современные тенденции развития методов и приборов гранулометрического анализа порошков, интерес к которым возник в связи с внедрением в большинство производственных процессов порошковых технологий. Производство дисперсных материалов с различными физико-механическими свойствами требует непрерывного контроля качества конечного и промежуточных продуктов, которое в значительной мере определяется гранулометрическим составом.

Рост масштабов промышленного производства порошковой продукции переводит гранулометрический состав из уникальных единичных исследований в повседневный непрерывный массовый контроль сотен тонн различного по своим характеристикам дисперсного сырья. Поэтому компьютеризация аналитического оборудования по определению гранулометрического состава порошков стала безусловным требованием всех современных лабораторий и производств.

В то же время компьютерная обработка данных гранулометрического анализа не единственный критерий выбора того или иного прибора в каждом конкретном случае. Многообразие методов и приборов анализа гранулометрического состава порошков свидетельствует об отсутствии среди них универсальных, в равной степени удовлетворяющих требованиям любого производства. Поэтому в настоящей главе проведён подробный анализ результатов, заимствованных из научно-технической литературы и являющихся собственным экспериментальным материалом автора, эксплуатационных характеристик различных, наиболее широко используемых в практике гранулометрического анализа методов и приборов. При этом исследования проводились с точки зрения определяемого диапазона дисперсности, точности и достоверности получаемых результатов, обоснованности и границ применения теоретических положений, лежащих в основе косвенных методов, продолжительности анализа, аппроксимации и экстраполяции результатов, пригодности их для анализа ярко выраженных анизометричных частиц.

Обобщая представленные в первой главе исследования, можно сделать следующие выводы.

Диапазон достоверно определяемых размеров частиц для каждого метода индивидуален и зависит от физико-химических свойств дисперсных систем в рамках поставленной физической задачи. Помимо прямого ситового метода достаточно широким диапазоном обладает косвенный метод оптической фотометрии с лазерными источниками излучения.

Преимуществом прямых методов измерения размеров частиц является возможность визуального изучения их формы (микроскопия) и фракционирования на достаточно узкие массовые доли с последующим взвешиванием (сита) не требующие калибровки. К основным недостаткам этих методов можно отнести трудоёмкость, дискретный характер получаемой информации и невозможность определения гранулометрического состава существенно анизометричных частиц.

Косвенные методы анализа могут предоставлять информацию о колоссальном количестве объектов с минимальным шагом дискретизации, легко поддаются автоматизации регистрируемых процессов и компьютеризации, но размер исследуемых частиц определяется в них по зависимостям, косвенно связывающим его с той или иной физической величиной, поэтому для них, как правило, требуется калибровка. Зачастую все физические аналогии, используемые в косвенных методах анализа дисперсности, относятся к гладким сферическим частицам, в то время как среди промышленных порошков трудно обнаружить сферы с гладкой поверхностью. Поэтому под размерами частиц в косвенных методах подразумеваются некоторые осреднённые характеристики, с той или иной степенью точности связанные с действительным их размером. Когда же речь идёт о сравнении результатов, полученных тем или иным методом, чаще всего можно наблюдать параллельное смещение интегральных характеристик в сторону укрупнения или, наоборот, уменьшения.

Частицы с существенно анизометричной формой (иглы, пластины) анализировать косвенными методами вообще не рекомендуется, хотя и прямыми это сделать достаточно трудно.

Для описания тепло-массообменных процессов, протекающих с участием порошков, не достаточно сведений о гранулометрическом составе. Чтобы правильно прогнозировать ход процессов, их скорости, необходимо оперировать не просто геометрическими размерами и функцией плотности распределения частиц по размерам, важно иметь характеристики, учитывающие взаимодействие контактирующих в тепло-массообменных процессах сред. Такие характеристики можно получить методами седиментации, в которых размер частиц определяется по скорости их оседания в вязкой среде с учётом сил взаимодействия между вязкой средой и частицами твёрдой фазы.

Из многообразия седиментационных методов анализа дисперсности наиболее привлекателен весовой, который сочетает в себе прямое измерение стандартной физической величины - массы, с косвенным определением размера частицы. При организации осаждения частиц из стартового монослоя, созданного на зеркале чистой седиментационной жидкости, этот процесс, по сути, будет аналогичен ситовому рассеву, но с непрерывной регистрацией накапливающегося веса. Запись этого процесса в реальном масштабе времени, в виде кумулятивной кривой накопления, легко поддаётся компьютерной обработке и может быть описана аналитически.

Вторая глава посвящена всестороннему изучению метода стартового слоя при организации слоевого осаждения в весовой седиментации. С этой целью проведено физическое и теоретическое обоснование метода стартового слоя с точки зрения обеспечения максимально точного определения размеров частиц в условиях их осаждения в гравитационном и центробежном полях. Осуществлён анализ существующих способов и устройств и выявлены причины, не позволяющие использовать их для повышения точности определения гранулометрического состава порошков в седиментации.

Основной задачей в создании стартового слоя частиц является подбор пары жидкостей, при взаимодействии которых мог бы образоваться достаточно тонкий слой одной из них на поверхности другой с гомогенно распределёнными в слое частицами пробы.

Помимо этого необходимо минимизировать объём вводимой пробы при достаточной репрезентативности, чтобы предотвратить локальные перетоки масс и, как следствие, струеобразование, вносящее основные погрешности в организуемый процесс.

Оптимизация условий создания стартового слоя предполагает:

- выбор дисперсионной среды, на основе которой готовится питающая суспензия;
- разработку корректного способа нанесения питающей суспензии на поверхность седиментационной жидкости с созданием монослоя;
- исследование механизма слоеобразования с точки зрения поверхностных явлений;
- расчёт оптимальных концентраций дисперсной фазы и дисперсионной среды в питающей суспензии для обеспечения нестеснённого оседания частиц и достаточной представительности вводимой пробы.

Практически эта идея осуществлена в способе анализа [5], в котором ввод суспензии на поверхность дисперсионной жидкости осуществляется либо с помощью мелкопористого керамического фильтра (рис.1a) для грубодисперсных порошков, либо впрыскивающим устройством (рис.1b) - для тонкодисперсных. Создание монослоя включает в себя три

основные стадии (рис.2а-2с). Введённая на поверхность жидкой среды капля спирта с содержащимися в ней частицами твёрдой фазы под действием гравитационных и инерционных сил увлекается на некоторую незначительную глубину внутрь седиментационной жидкости рис.2а. Вода выталкивает на поверхность и каплю, и содержащиеся в ней частицы твёрдой фазы (рис. 2б) благодаря большей плотности воды по сравнению с плотностью спирта. Капля суспензии равномерно распределяется по зеркалу седиментационной жидкости (рис.2с) с образованием монослоя частиц твёрдой фазы.

Жидкость, на основе которой готовится суспензия частиц, вводимая в стартовый слой, за счет интенсивного тепло-массообмена и физико-химических свойств, при взаимодействии с дисперсионной средой, способствует дополнительной дезагрегации частиц исследуемого образца, и препятствует их объединению в новые агрегаты, образуя на их поверхности тонкий плёночный слой.

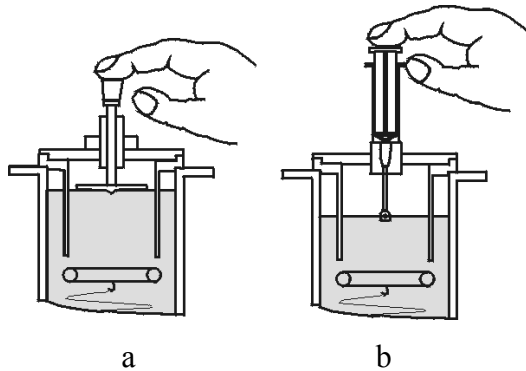


Рис. 1 Варианты ввода пробы при создании стартового слоя

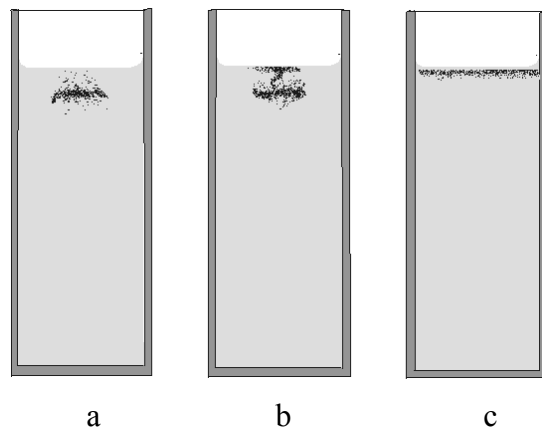


Рис.2. Процесс образования монослоя

При попадании на поверхность дисперсионной среды спирт начинает взаимодействовать с водой, что приводит к турбулентному перемешиванию обеих жидкостей вместе с присутствующими в них частицами и сопровождается повышением температуры. Повышение температуры на границе спирта и воды приводит к ещё большему снижению поверхностного натяжения, которое и без того снизилось благодаря воздействию спирта. Мелкомасштабные турбулентные пульсации способствуют дополнительной дезагрегации вторичных частиц и созданию спиртовой плёнки на дезагрегированных частицах вещества, препятствующей их объединению в новые агрегаты.

В третьей главе рассмотрены вопросы математического моделирования задач седиментации частиц из стартового слоя в гравитационном и центробежном полях. В отличие от существующего в практике седиментометрии подхода, использующего закон

Стокса в качестве закона сопротивления при вязком обтекании сферических частиц, в работе предложено применять переменный коэффициент сопротивления в зависимости от числа Рейнольдса. Рассмотрены теоретические предпосылки влияния концентрации частиц и пристенных эффектов на точность расчета процесса осаждения. Разработаны физически обоснованные методы аппроксимации кривых седиментации при измерении гранулометрического состава порошков.

Гидромеханический процесс осаждения твёрдых или жидких частиц в жидкой (газовой) среде широко распространен в технике и, особенно, в химической технологии. Условия протекания этого процесса тесно связаны с теорией пограничного слоя и законом сопротивления. Обобщенная зависимость для коэффициента сопротивления является функцией числа Рейнольдса

$$\Psi = f(\text{Re}) \quad (1)$$

Графически для шарообразных частиц (1) представляет собой полученную экспериментально, хорошо известную диаграмму Рэлея. Теоретически закон сопротивления для шарообразных частиц, движущихся в вязкой среде, чаще всего представляется в виде ряда

$$\Psi = \frac{F_k}{\frac{1}{2} \rho w_0^2 \pi R^2} = \frac{24}{\text{Re}} \left(1 + \frac{3}{16} \text{Re} - \frac{19}{1280} \text{Re}^2 + \dots \right), \quad (2)$$

где: ρ – плотность жидкости; w_0 – скорость потока, обтекающего частицу (вдали от неё).

Иногда данные экспериментов выражают степенной зависимостью

$$\Psi = \frac{A}{\text{Re}^n} \quad (3)$$

Хотя формула Стокса применима в диапазоне значений $1 > \text{Re} > 10^{-3}$, точность её внутри этого диапазона неравнозначна. При значении $\text{Re} = 0.05$ ошибка в определении коэффициента сопротивления составляет $\approx 5.3\%$, а при $\text{Re} = 1.0$ – порядка 15% .

Преимуществом использования закона Стокса в седиментации является возможность находить аналитическое решение при определении скорости оседания и, следовательно, размеров оседающих частиц, то есть минимально упростить математический аппарат, но при сравнительно небольшом рабочем диапазоне определяемых размеров частиц, ограниченных подситовой зоной. Использование нелинейных законов сопротивления, то есть частичный учёт сил инерции в уравнении Навье - Стокса, позволяет на порядок увеличить рабочий диапазон седиментационного метода по сравнению с традиционным, но усложняет

математический аппарат. Поэтому наличие ПК становится обязательным условием не только для того чтобы автоматизировать процесс измерения, но и для повышения точности анализа за счёт использования более сложных, нежели закон Стокса, законов сопротивления среды движущейся частице, например, формулы Клячко:

$$\Psi = \frac{24}{\text{Re}_\delta} + \frac{4}{\sqrt[3]{\text{Re}_\delta}} \quad (4)$$

В табл.1 приведены результаты расчетов значений диаметров осаждающихся частиц с использованием разных законов сопротивления и величины Re для этих частиц.

Таблица 1.

Значения диаметров частиц, рассчитанных с использованием разных законов сопротивления ($\rho_1 = 0.998 \text{ г/см}^3$; $\rho_2 = 2.65 \text{ г/см}^3$; $\eta = 1.005 \text{ сПз}$; $H = 10.8 \text{ см}$).

Время оседания, с	Значения диаметров частиц, $\mu\text{м}$			Величина параметра Re		
	Закон Стокса	Формула Озеена	Формула Клячко	Закон Стокса	Формула Озеена	Формула Клячко
2.5	218.0	480.0	302.0	9.300	20.000	13.000
5.0	154.0	209.0	183.0	3.290	4.500	3.900
10.0	109.0	122.0	119.0	1.160	1.300	1.300
20.0	77.0	80.1	80.6	0.410	0.428	0.430
30.0	62.9	64.3	64.9	0.224	0.229	0.230
40.0	54.5	55.3	55.8	0.146	0.148	0.149
50.0	48.8	49.2	49.7	0.104	0.105	0.106
60.0	44.5	44.8	45.2	0.079	0.080	0.0804
70.0	41.2	41.5	41.8	0.063	0.063	0.064
100.0	34.5	34.6	34.8	0.037	0.037	0.037

Нижняя граница размеров, определяемых гравитационной седиментацией, обусловлена броуновским движением, отрицательно сказывающимся на результатах анализа. В гравитационной седиментации броуновское движение становится существенным при размерах частиц $< 0.5 \text{ мкм}$. То есть для нормального гравитационного осаждения частицы дисперсной фазы должны быть большими по сравнению с молекулами дисперсионной среды. По мере уменьшения размеров частиц, доминирующей силой становится молекулярная бомбардировка, а не гравитационные силы. Поэтому для анализа

тонкодисперсных частиц лучше всего использовать центробежные поля. В центробежном поле, по сравнению с гравитационным, время седиментации сокращается пропорционально соотношению

$$\frac{\omega^2(y_1 + y_2)}{2g}, \quad (5)$$

где: ω - угловая скорость вращения; y_1, y_2 - уровни на которых фиксируется начало и конец оседания частиц (измерительная база); g - ускорение свободного падения.

Важной задачей математического моделирования в седиментации является теоретическое описание кривых накопления осадка аналитическими зависимостями, которых в настоящее время существует достаточно много. Особый интерес представляет описание многомодальных распределений, качественно описать которые предлагаемыми аналитическими зависимостями или уже используемыми методами практически невозможно.

Практический опыт решения подобных задач позволил использовать для описания массового распределения частиц по размерам ряды, составленные из уже известных и практически проверенных законов, например, Розина – Раммлера – Беннета, логарифмически-нормального или обобщённого с соответствующими масштабными множителями, дисперсиями и медианами. Дифференциальная функция распределения частиц по размерам в данном случае будет выглядеть следующим образом

$$f(\delta) = \sum_{i=1}^n \frac{A_i}{\sqrt{2\pi} \cdot \delta \sigma_i} \exp \left[-\frac{1}{2} \left(\frac{\ln \delta - \ln \delta_{0,1}}{\sigma_i} \right)^2 \right] \quad (6)$$

где A_i - масштабные множители (доли), сумма которых равна 1; σ_i - дисперсии мод (острота моды); $\delta_{0,i}$ - медианный размер.

Четвёртая глава посвящена разработке и описанию приборов анализа гранулометрического состава на основе седиментации частиц в гравитационном и центробежном полях с использованием стартового слоя. Главными принципами их создания являются: применение стандартного ПК и систем функциональной связи ПК с датчиками физических величин, а также разработка современного программного обеспечения. Программное обеспечение прибора осуществляет управление сбором информации с заданным шагом по времени с последующим сохранением её на жёстком диске; выбор оптимального варианта аппроксимирующей зависимости; расчёт и графическое построение интегральных и дифференциальных функций распределения частиц по размерам по

массовым долям и по числу частиц с использованием различных законов сопротивления среды движущейся частице в зависимости от числа Рейнольдса; расчёт статистических характеристик распределений; расчёт удельной поверхности.

Отличительным признаком современного приборостроения является широкое использование персональных компьютеров, позволяющих легко разрешать сложные математические проблемы в реальном масштабе времени, которые до недавнего времени представлялись непреодолимыми. Применение вычислительной техники в экспериментальных исследованиях, в частности приборостроении, идет двумя путями. Первый путь - оснащение измерительных систем и приборов микропроцессорами с жестко фиксированной программой обработки результатов измерений. Второй - подключение измерительных приборов посредством аналого-цифровых преобразователей непосредственно к стандартным персональным компьютерам, с возможностью программирования процедуры обработки результатов измерений.

Первое направление до недавнего времени широко применялось в зарубежном приборостроении. Использование вшитой платы для математической обработки экспериментальных данных применяется в приборе для определения гранулометрического состава порошков “Анализетте –20” фирмы Фрич (Германия). К такому же типу приборов относятся известные в нашей стране “Счетчик Коултера”, “Седиграф – 5000- Е” производства французской компании «Культроникс Франс», “Малверн –3600-Е”, и др.

Наиболее перспективным, с нашей точки зрения, направлением использования ПК в приборостроении, несомненно, является подключение исследовательских приборов к имеющимся персональным компьютерам с адаптацией математического обеспечения к типу имеющегося компьютера и современным программным оболочкам, а также работа с сетями и базами данных.

С учётом сказанного выше, был разработан и всесторонне исследован гравитационный весовой седиментометр ВС-3, включающий: механический блок, содержащий систему ввода пробы и измерительную систему регистрации веса осадка; блок связи прибора с персональным компьютером; персональный компьютер с принтером и дисплеем. Принципиальная схема седиментометра представлена на рисунке (рис.3).

Механический блок седиментометра состоит из цилиндрического осадительного сосуда (кюветы), измерительной системы регистрации веса осадка, включающей в себя чувствительный элемент с чашечкой сбора осадка и датчиком микроперемещений.

Чувствительный элемент помимо приемной чашечки с поплавком содержит пружинку с грузом (якорем). Чашечка сбора осадка чувствительного элемента является одновременно

сердечником трансформаторного датчика микроперемещений.

Системой ввода пробы является мелкопористый керамический фильтр с устройством регулировки хода опускания фильтра до его касания поверхности дисперсионной жидкости или впрыскивающее устройство (когда введение пробы осуществляется в виде суспензии).

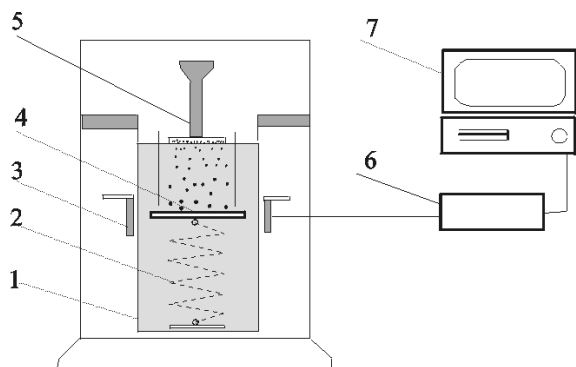


Рис.3 Принципиальная схема
седиментометра ВС - 3

- 1 - осадительный цилиндр;
2 - чувствительная система; 3 - датчик
микроперемещений; 4 - чашка сбора осадка;
5 - устройство ввода; 6 - блок связи;
7 - компьютер

Внутри осадительного сосуда размещается дополнительный цилиндр со съемными кольцами, препятствующий рассеянию частиц при их осаждении, устанавливаемый в кювете над приемной чашечкой.

Преобразование и передачу сигнала с датчика микроперемещений в компьютер осуществляет блок связи, представляющий собой аналого-цифровой преобразователь с дополнительными функциями по обеспечению электропитания датчика микроперемещений и установки нуля прибора.

Работа седиментометра осуществляется следующим образом. В осадительный сосуд (кювету) заливается дистиллированная вода. Внутри сосуда размещается чашечка сбора осадка с поплавком и с грузом (якорем) и цилиндр меньшего диаметра, препятствующий рассеянию частиц. Датчик микроперемещений, посредством перемещения трансформаторной катушки относительно чашки сбора осадка, выводится в нулевое положение. С помощью устройства ввода пробы в верхней части осадительного сосуда создается монослой частиц. Одновременно с запуском суспензии включается счетчик времени. Визуально весь процесс отображается на экране монитора, где высвечивается координатная сетка в масштабе “вес–время”, и по мере оседания частиц вычерчивается кривая, отражающая приращение веса осадка в реальном масштабе времени. По окончании процесса осаждения, о котором информируют звуковой сигнал и надпись на дисплее, запускается программа аппроксимации кривой накопления аналитической зависимостью и расчета кумулятивной и дифференциальной характеристик дисперсности исследуемого образца. Результаты расчетов выводятся на экран дисплея в табличном и графическом виде и могут быть распечатаны на бумажный носитель. Параллельно данные сохраняются в архиве.

Обработка накопленной информации ведется по схеме. Поступившие в компьютер данные приращения веса осадка во времени, так называемая седиментационная кривая, гладкая непрерывная кривая с шагом по времени равным 0.8 с., нормируется и после

определения числа Re по формуле Стокса или Клячко переводится в зависимость веса осадка от размеров частиц. Для получения информации о гранулометрическом составе пробы в дифференциальной форме и для дальнейшей обработки данных необходимо полученную кумулятивную кривую описать с помощью известных аппроксимирующих формул или законов. На основании имеющейся функции распределения частиц по размерам определяются параметры данного распределения, такие как мода, медиана, удельная поверхность. Для иллюстрации полученных результатов в графической форме выводятся на экран кумулятивная и дифференциальная кривые распределения частиц по размерам и табличная форма записи результатов анализа.

Использование центробежных полей для анализа размеров частиц впервые было применено А. Думанским для определения размеров монодисперсных частиц золя серебра, и Сведбергом, который добился в этом направлении хороших результатов и был автором первых высокоточных, скоростных центрифуг.

Для центробежного поля остаются справедливыми ограничения, используемые и в гравитационной седиментации, то есть скорость частицы не зависит от времени после начала ее движения. Это условие позволяет использовать для определения размеров частиц при их осаждении в центробежном поле известное уравнение Тальбо – Сведберга.

При разработке центробежного седиментометра были учтены и устранены негативные стороны использования центробежного поля в седиментометрии. Был выбран непрерывный режим работы центрифуги, заполненной до некоторого уровня чистой седиментационной жидкостью; подготовленная с использованием этилового спирта питающая суспензия вводилась в уже вращающуюся центрифугу с образованием стартового слоя; осуществлялся бесконтактный оптический способ регистрации изменения концентрации суспензии.

Одним из главных преимуществ таких приборов является практическое отсутствие влияния способа регистрации процесса на движение частиц в среде.

Для анализа высокодисперсных материалов был разработан и испытан лабораторный вариант центробежного лазерного седиментометра “ЦЛС – 1”. Прибор предназначен для автоматизированного определения гранулометрического состава дисперсных систем в диапазоне изменения размеров частиц $0.1 - 20 \text{ } \mu\text{m}$ при плотности материала частиц $1.1 - 9.0 \text{ г/см}^3$, относящийся к типу роторных центрифуг с оптической регистрацией концентрации суспензии.

Конструктивными элементами прибора (рис.4) являются:

- электропривод;

- прозрачная цилиндрическая кювета из полированного органического стекла, в верхней крышке которой по центру предусмотрено отверстие для ввода рабочей суспензии;
- источник излучения (гелий – неоновый лазер с длиной волны зондирующего излучения $\lambda = 0.6328 \mu\text{m}$ и мощностью 10 мВт);
- приёмники излучения в виде кремниевых фотодиодов;
- интерфейс для связи прибора с персональным компьютером.

Перед запуском установки кювета заполняется чистой дистиллированной водой до соответствующей отметки и с помощью электропривода приводится во вращательное

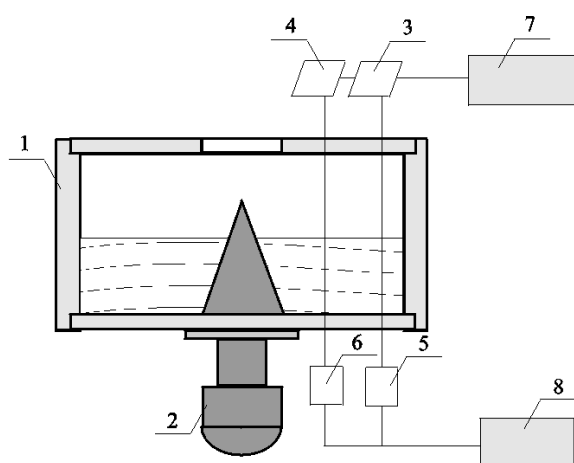


Рис. 4. Принципиальная схема лазерного центробежного седиментометра ЦЛС-1

1 - седиментационный сосуд; 2 - электропривод; 3 - полупрозрачное зеркало; 4 - зеркало; 5- фотоприёмник запуска; 6 - измерительный фотоприёмник; 7 - источник излучения; 8 - измерительно-вычислительный комплекс

движение. После достижения стабильного режима работы двигателя и определения скорости вращения ротора в кювету вводится через отверстие в крышке подготовленная спиртовая суспензия с диспергированными в ней частицами твердой фазы. Конус, расположенный в центре нижней крышки кюветы и обращенный вершиной к отверстию для подачи пробы, способствует мгновенному и равномерному распределению введенной питающей суспензии по вращающейся поверхности жидкости, создавая тем самым стартовый слой частиц, из которого и начинается осаждение частиц на стенки кюветы. Частицы разных размеров движутся к стенкам кюветы с соответствующими их размерам и массе скоростями. Измерительный фотоприемник

регистрирует их приход в строго определенное время, рассчитанное по уравнению Стокса. Физическая кривая изменения концентрации на измеряемой базе будет выглядеть как дифференциальная непрерывная кривая. Информация, поступившая через интерфейс в компьютер, подвергается математической обработке по зависимостям, выведенным Ми.

Пятая глава посвящена сравнению результатов анализов, полученных различными по своей физической сути методами на наиболее широко распространённых в практике гранулометрического анализа приборах, а также предлагаемого в настоящей работе седиментометра ВС-3, с использованием разработанной автором методики, в основе которой лежит метод эталонного порошка и теория статистики.

Как у нас в стране, так и за рубежом разработчики уделяют этому вопросу не достаточно внимания, прежде всего из-за существенных различий в определении самого понятия диаметра применительно к косвенным методам анализа, основанным на различных физических принципах.

Обычно для такого рода сравнений используется либо стандартный прибор, принятый за эталон, либо эталонный порошок. Чаще всего в качестве эталонных приборов используются прямые методы измерения размеров частиц, такие как микроскопия или ситовой анализ. Для приборов, основанных на осаждении частиц в вязкой среде, в качестве эталона применяется косвенный седиментометрический метод пипетки Андреазена, по многочисленным свидетельствам дающий точные и хорошо воспроизводимые результаты при определении эквивалентного диаметра частиц.

Использование для калибровки приборов и проверки точности методов **эталонного порошка** тоже не простая задача. Прежде всего это касается выбора предпочтительной формы частиц. Одни авторы считают, что форма частиц должна быть типичной для большинства промышленных материалов, другие, что она должна быть сферической. В пользу второго может служить аргументом то обстоятельство, что порошок именно со сферическими частицами при реализации любого косвенного метода будет вызывать минимальную погрешность, поскольку большинство физических законов, используемых в косвенных методах определения дисперсности порошкообразных материалов, применимы к идеальным сферам.

С нашей точки зрения, было бы естественным подбирать дисперсность порошков – эталонов искусственным путем, составляя из отдельных узких фракций смеси с известным массовым содержанием каждой фракции.

При проведении сравнительных испытаний необходимо учитывать, что **средний диаметр является только одной из характеристик дисперсного состава порошка или аэрозоля, причем определение этого показателя неоднозначно, особенно применительно к частицам неправильной формы.**

Основываясь на положениях математической статистики, средние размеры частиц порошка определяют как средневзвешенные по числу частиц с учетом влияния каждой фракции на средний диаметр.

В работе было проведено сравнение широко применяемых в практике гранулометрического анализа приборов, в том числе и предлагаемого автором настоящей работы, по единой методике на эталонных порошках, используя для этого анализ проверки статистических гипотез.

Чтобы избежать существенных ошибок, в качестве исходных данных при проведении статистического анализа гранулометрического состава дисперсных систем использовались интегральные характеристики распределений. Статистической обработке подвергались результаты гранулометрического анализа одного и того же (контрольного) порошка, полученные на конкретном приборе при проведении “ n ” параллельных опытов.

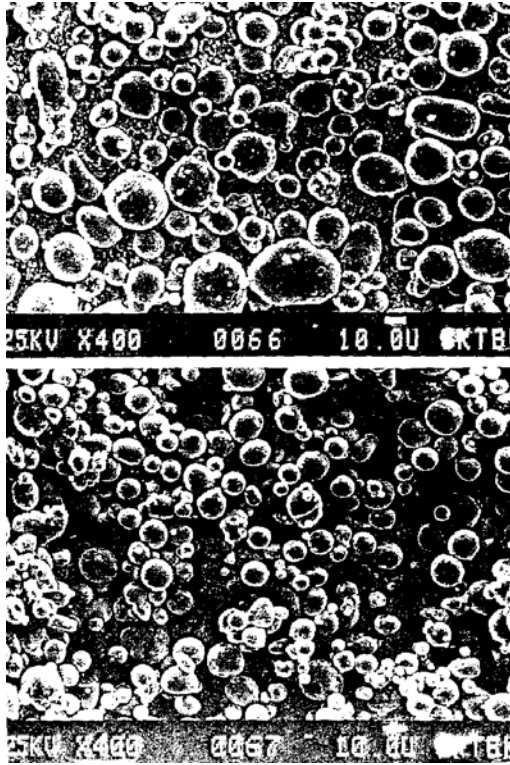


Рис. 5. Фотография контрольного порошка алюминия марки АСД - 1

различной представительностью частиц разной крупности (интервал дисперсности от 5 до 75 мкм): полифракционная смесь (исходный продукт), узкая фракция с повышенным содержанием крупных частиц, узкая фракция с повышенным содержанием мелких частиц и тонкодисперсный состав. Каждая серия состояла из “ n ” параллельных опытов, при этом в каждом опыте определялась функция накопления массы “ Y ” в “ m ” точках, соответствующих значениям δ_j ($j = 1, 2, \dots, m$). Таким образом, в каждой точке δ_j (при проведении n опытов) имелся ряд значений массового содержания Y_j . Исключение грубых “промахов” проводилось по τ критерию при уровне значимости $\alpha = 0.05$ и числе степеней свободы $f = n - 2$. После чего величины Y_{ji} , $\bar{Y}_j$ и S_j вычислялись заново по оставшимся $n-1$ измерениям. Процедура выбраковки продолжалась до тех пор, пока для крайних членов вариационного ряда значение τ не оказывалось $\leq \tau_{табл.}$

Контрольным материалом служил порошок алюминия АСД - 1, полученный методом распыления расплава. Как видно на рис.5, форма частиц порошка позволяет исключить ошибки измерения, связанные с несферичностью.

В некоторых исследованиях в качестве порошка-эталоны использовался картофельный крахмал, частицы которого по форме близки к эллипсам при идеально гладкой поверхности, не вызывающей дополнительного сопротивления со стороны жидкой фазы в процессе осаждения.

Проведены тестовые испытания приборов на чувствительность к диапазону дисперсности исследуемых составов. Для этого использовались 4 искусственно полученных контрольных состава с

формировались конечные значения числа опытов n_j на каждом интервале дисперсности и самих интервалов m .

Оценка точности измерений осуществлялась на основе анализа статистической обработки каждого j – го вариационного ряда массовых долей по опытам. Оценка статистических характеристик (доли влияния случайных факторов $P_{z,0}$, среднего доверительного интервала d и коэффициента вариации V_0) материалов с различной дисперсностью приведена на рис. 6.

Полученная оценка точности измерений для конкретных приборов позволяет сделать следующие выводы.

- **Для микроскопического метода (М)** коэффициент вариации V_0 независимо от дисперсности исследуемого материала всегда лежит выше 20%, что не позволяет использовать метод для точных количественных исследований. Доверительный интервал в микроскопических исследованиях практически не зависит от дисперсности исследуемого порошка и по существу может считаться постоянным для данного прибора, являясь максимальным по абсолютной величине. Доля влияния случайных факторов тоже не зависит от дисперсности.
- **Кондуктометрический метод (К)** обладает удовлетворительной воспроизводимостью ($20\% > V > 10\%$), а для узких распределений даже высокой. Поэтому для получения воспроизводимых результатов достаточно малой серии параллельных опытов. Доверительные интервалы можно считать независимыми от интервала дисперсности, влияние случайных факторов хотя и сказывается на результатах измерений, но гораздо слабее, чем в микроскопии, и зависит от распределения частиц по размерам. В частности, для материалов с симметричным распределением (порошки 3,4) оно минимально.
- **В методе микровесов Фигуровского (Ф)** воспроизводимость результатов стоит на одном уровне с кондуктометрическим методом, но в меньшей степени зависит от вида распределения, и тем выше, чем уже интервал дисперсности порошка. Величина доверительного интервала зависит от степени симметричности распределений, то есть соотношения между крупными и мелкими фракциями. Достоверность анализа растёт, если содержание отдельной фракции (или близких фракций) преобладает над другими. Аналогичные изменения претерпевает и доля влияния случайных факторов (рис. 6).
- **Для фотоседиментационного метода (А) и электростатического рассева (Э)** характерна высокая воспроизводимость результатов. В распределениях с преобладанием крупных фракций она существенно падает, хотя и остаётся в допустимых пределах ($V > 20\%$). Величины доверительных интервалов для полидисперсных смесей с

преобладающим содержанием мелких фракций существенно меньше, чем в предшествующих методах. Влияние асимметрии распределений проявляется для них по-разному. Так в фотоседиментации это приводит к уменьшению доверительного интервала, что для электростатического рассева возможно лишь с увеличением доли крупных фракций (порошок 3).

Степень достоверности измерения гранулометрического состава на каждом интервале диапазона дисперсности для конкретного прибора определялась по значению коэффициента вариации V_j . При значении $V_j < 10\%$, исследуемый прибор работает стабильно в данном диапазоне дисперсности. При V_j порядка $10 - 20\%$, надежность измерения в данном интервале дисперсности можно считать удовлетворительной для практических измерений. При $V_j > 20\%$, прибор не пригоден для анализа порошков в данном диапазоне дисперсности.

Зависимость точности определения гранулометрического состава от диапазона дисперсности исследуемого материала позволяет провести анализ различий между фракциями по доверительному интервалу. Если доверительные интервалы перекрывают два соседних диапазона, то следует считать полученные результаты лишь качественными, количественные оценки в этом случае будут не объективны.

Для практического использования того или иного прибора по определению гранулометрического состава дисперсного материала целесообразно определить степень однородности измерений по диапазону дисперсности, то есть выявить, существует ли зависимость точности измерений от размеров исследуемых частиц. С этой целью, при одинаковых $n = n_j$ для всех интервалов дисперсности, использовался критерий Кохрена C_o .

При разных объемах выборок n_j использовался критерий Бартлетта, основанный на сравнении взвешенных арифметических и геометрических средних k – дисперсий. Для неоднородных дисперсий анализ изменения неоднородностей производился по критерию Фишера.

Достоверность анализов, полученных на разных приборах, оценивалась по доле влияния случайных факторов P_z . Предполагалось, что прибор, для которого влияние случайных факторов минимально, обладает наиболее объективной информацией.

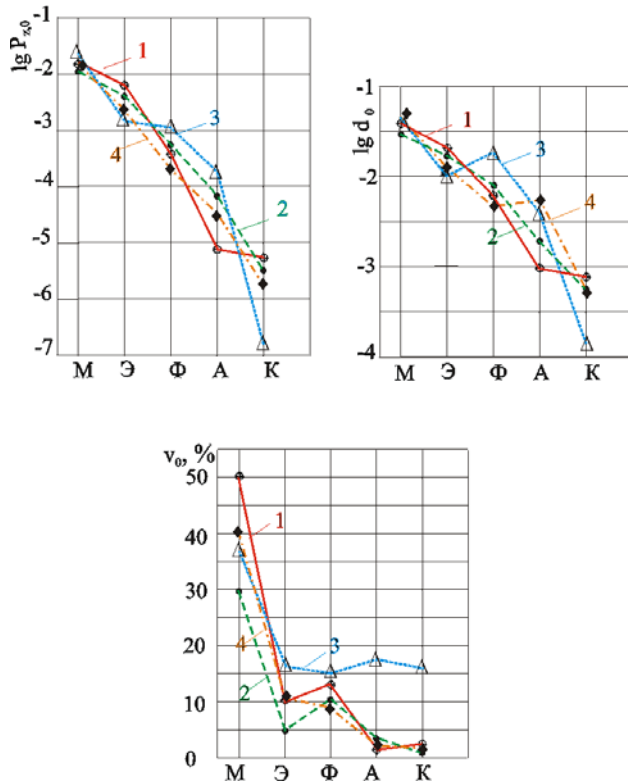


Рис. 6. Изменение доли влияния случайных факторов $P_{z,0}$, среднего доверительного интервала d_0 , коэффициента вариаций V_0 контрольных порошков для различных приборов (составы 1-4)
 М - микроскоп; Э - "ЭЛСА – М";
 Ф - микровесы Фигуровского;
 А - "Анализетте - 20";
 К - счетчик Коултера

Сравнение точности приборов между собой по качеству определения гранулометрического состава во всем диапазоне дисперсности проводилось по критерию Фишера. При этом в качестве входных данных использовались дисперсии опытов σ_z^2 и степени свободы случайных факторов v_z .

Дифференциальные и интегральные кривые дисперсного состава четырёх контрольных порошков с доверительными интервалами в реперных точках дисперсности, полученные методом седиментации из слоя, представлены на рис. 7. Доля крупных фракций, определяемая этим методом, существенно превышает соответствующую величину, полученную с помощью микровесов Фигуровского, хотя моды

распределений в обоих случаях близки по значению. Очевидно, что такой вид распределения ближе к действительному, поскольку полученное "укрупнение" фракционного состава связано с регистрацией крупных фракций, в отличие от микровесов Фигуровского, где эти фракции теряются из-за их большой скорости оседания, так как не могут быть зарегистрированы в начале процесса.

Анализ доверительных интервалов показывает незначительную зависимость точности измерений от величины дисперсности исследуемых образцов, а также количества используемого материала в определённом интервале дисперсности. Данный вывод подтверждается исследованием равноточности измерений по величине дисперсии воспроизводимости S^2 и критериям Кохрена и Бартлетта.

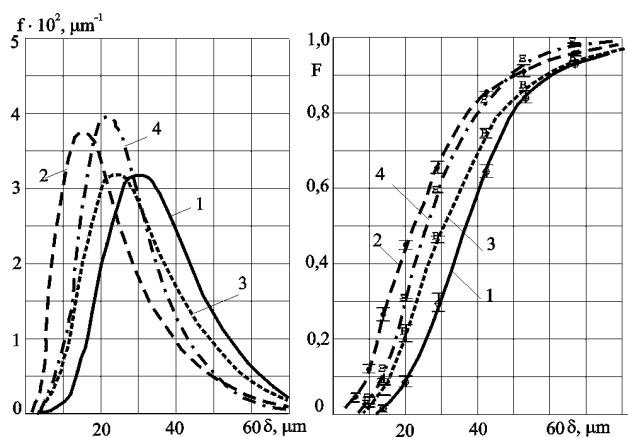


Рис. 7. Дифференциальные и интегральные распределения контрольных порошков (составы 1-4), полученные седиментацией из слоя; † - доверительные интервалы

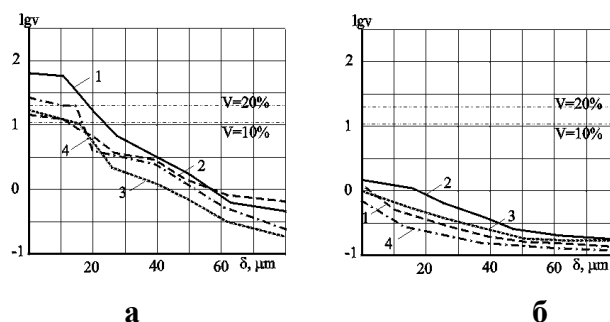


Рис. 8. Зависимость коэффициента вариации V от диапазона дисперсности для контрольных порошков (составы 1-4) при седиментации из слоя

а) - неавтоматизированный прибор;
б) - весовой седиментометр ВС - 3

На рис. 8. представлена зависимость коэффициента вариации V от диапазона дисперсности δ для контрольных порошков при седиментации из слоя, которая свидетельствует о **хорошей воспроизводимости опытов практически во всех диапазонах дисперсности**. Исключение составляют тонкодисперсные материалы с большим содержанием мелких фракций. Как и в седиментации из объёма это вызвано длительностью проводимых экспериментов и неполным улавливанием мелких фракций. При этом воспроизводимость тем лучше, чем уже диапазон дисперсности исследуемого порошка.

В шестой главе работы приведены примеры практической реализации весового седиментометра в различных отраслях промышленности (табл.2) и научных исследованиях, в которых ранее гранулометрический состав либо вообще не определялся, либо определялся методами, не удовлетворяющими запросам производства.

1. Применение метода седиментации из стартового слоя для определения гранулометрического состава катализаторов типа ИКТ. При разработке новой технологии в производстве катализаторов типа ИКТ из-за специфических свойств (наличия развитой внутренней поверхности) использование для определения гранулометрического состава разных по физической сути косвенных методов и приборов не позволяло сравнивать данные по гранулометрическому составу - основному контрольному показателю катализаторов различных марок. Унифицировать систему контроля можно было только применением одного и того же метода определения гранулометрического состава во всей отрасли.

Таблица 2.

Организация, использующая в производстве седиментометр	Анализируемые материалы	Удельный вес ρ_m , г/см ³	Диапазон анализируемых размеров частиц, μm
1	2	3	4
СКТБ КАТАЛИЗАТОРОВ, г. Новосибирск	Катализаторы ИКТ, "Devison 955", Силикагель	1.49	10 – 350
		1.49	14 – 100
		2.65	10 – 160
"Ставропольполимер" ПО, г. Буденовск	Катализаторы ИКТ, "Devison 955"	1.49	10 – 350
		1.49	14 – 100
1	2	3	4
ПО "Полимир" г. Новополюцк	Катализаторы ИКТ - 6	1.49	10 – 125
ОАО "Оргсинтез", г. Казань	Катализаторы ИКТ-6	1.49	10 – 300
Косметическая. ф-ка "Рассвет", г. Москва	Тальк, слюда, пудра, тени для век	2.60 ÷ 3.00	3 – 125 5 – 100
ВНИПИЭТ, г. Новосибирск	Высокоактивные отходы		
Завод химреактивов, г. Новосибирск	Соединения редкозе- мельных элементов	4.00 ÷ 6.50	2 – 50
Сибирский химический комбинат, г. Северск	Фторид неодима	4.93	2 – 40
	Ферросилициум	8.00	2 – 40
	Лопаритовый концентрат	9.00	40 – 200
	Оксиды тяж. элементов	9.00	2 – 50
Филиал института структурной макрокинетики, г. Томск	Хром	6.80;	2 – 125
	Медь	8.90	2 – 125
	Феррованадий	7.80	2 – 40
СФТИ, г. Томск	Окись олова	6.0	1 – 40

Особенностью использования седиментационных методов для исследования гранулометрического состава катализаторов является необходимость расчёта эффективной плотности оседающих частиц, имеющих пористую структуру. Для определения эффективной плотности частиц катализатора была разработана методика. Частицы катализатора визуально исследовались с помощью оптического светового микроскопа, определялся размер максимальных частиц и их массовое процентное содержание в пробе. Достоверность результатов достигалась проведением серии опытов. В дальнейших расчётах использовалось среднестатистическое распределение с доверительными интервалами для каждого рассмотренного диапазона, рассчитанными при уровне значимости равном 0.05. Затем этот же порошок анализировался на седиментометре ВС-3, причём в качестве

пикнометрической плотности исходного продукта выбиралась примерная теоретически рассчитанная величина. Результаты анализа сравнивались и корректировались в зависимости от величины отклонения в большую или меньшую сторону. Контроль проводился сравнением с известным гранулометрическим составом катализатора марки “Девиссон” (США).

2. Метод седиментации из стартового слоя впервые был успешно применён для анализа гранулометрического состава **ламинарных** (два размера существенно преобладают над третьим) и **фибропластинчатых** (преобладающий размер один) частиц. Традиционно применяемые для этих целей микроскопический и ситовой анализы чрезвычайно трудоёмки в сочетании с низкой точностью. Применение прибора ВС-3 для анализа мусковитовых слюд с ламинарными частицами и волластонитового концентрата с фибропластинчатыми позволяет не только определить распределение частиц по размерам, но и, используя параллельно метод оптической счётной микроскопии, получить соотношения для пересчёта их в отношения характерных величин, применяемых в практике.

В работе приводятся некоторые результаты определения гранулометрического состава компонентов декоративной косметики (тени для век, пудра, румяна), а также основного сырья для их производства – талька и слюды. Определяемый в ходе анализа седиментационный диаметр, пересчитывался в данном случае в характерный размер частиц, наблюдаемых в оптическом микроскопе (пластин, толщиной которых можно пренебречь, по сравнению с двумя другими размерами).

При решении указанных задач проводились серии опытов по определению размеров частиц слюды методом весовой гравитационной седиментации с использованием стартового слоя и микроскопический анализ того же порошка. В том и другом случае были получены среднестатистические значения массового содержания частиц слюды по стандартным диапазонам фракций с использованием программы, реализующей предложенный ранее метод аппроксимации экспериментальных данных рядом из нормально-логарифмических законов. На рис.9 приведены средние интегральные и дифференциальные кривые распределения одного и того же состава слюды, полученные методом седиментации из слоя и микроскопическим анализом.

Из полученных кумулятивных кривых выбирались значения одинаковых проходов, для которых определялись соответственно седиментационные и микроскопические диаметры. Затем графически строилась зависимость седиментационного диаметра от микроскопического.

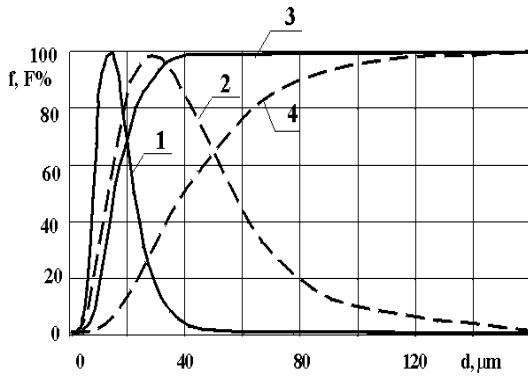


Рис. 9. Распределения дисперсного состава слюды, полученные методом седиментации из слоя и методом оптической счётной микроскопии

1,2 – дифференциальные и 3,4 – интегральные кривые седиментационного и микроскопического методов соответственно

Обобщённая зависимость, характеризующая связь между микроскопическим и седиментационным диаметром для слюды смешанного состава описывается уравнением

$$d_m / d_s = 3.26. (7)$$

Аналогичный подход был реализован при определении гранулометрического состава волластонитовых концентратов, особенностью которых является игольчатая форма частиц. Задача эта чрезвычайно актуальна, так как в мировой экономике

потребление волластонита непрерывно растёт и составляет на настоящий момент в производстве керамических теплоизоляционных и строительных материалов порядка 60%.

При пересчёте седиментационного диаметра в длину игл или в отношение l/d параллельно с результатами седиментации использовались данные микроскопического анализа. Из микроскопических исследований стало очевидным, что в силу природных особенностей минерала при разрушении толщина образуемых игл кратна по размеру толщине минимальной иглы, равной 5 μm . Поэтому помимо обычного микроскопического анализа был проведён анализ частоты попадания игл с разным отношением l/d в зависимости от их диаметра (рис.10). Это частотное распределение хорошо описывается для грубодисперсного состава уравнением

$$\frac{l_m}{d_m} = 22.3 d_m^{-0.4}, (8)$$

а для тонкодисперсного

$$\frac{l_m}{d_m} = 80.5 d_m^{-0.7}. (9)$$

Соотношение между седиментационным и микроскопическим диаметрами, также как и для слюды, носит линейный характер и описывается уравнением

$$d_m / d_s = 1.4. (10)$$

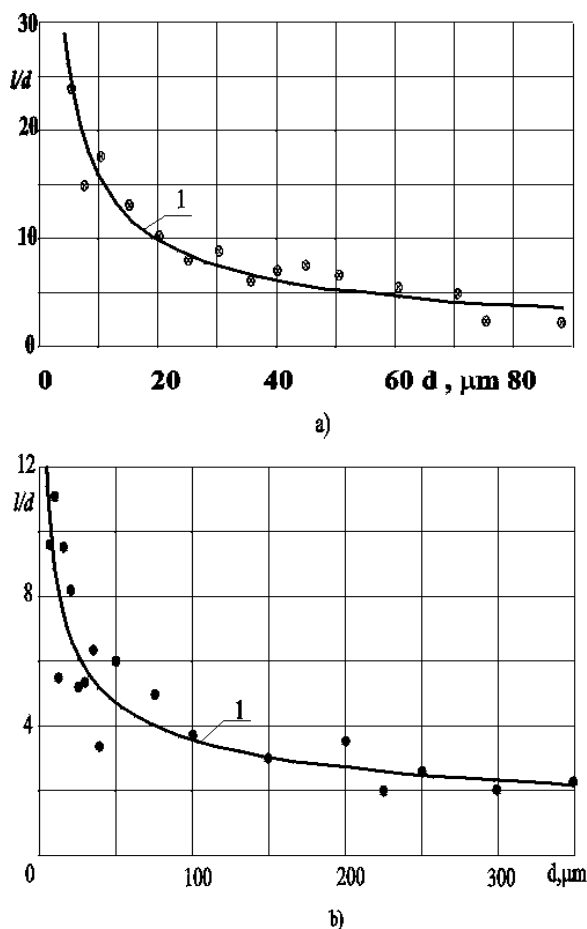


Рис. 10. Зависимость коэффициента формы l/d частиц волластонита от их диаметра d
 а - грубодисперсный волластонит;
 б - мелкодисперсный волластонит
 1 - линии тренда экспериментальных данных

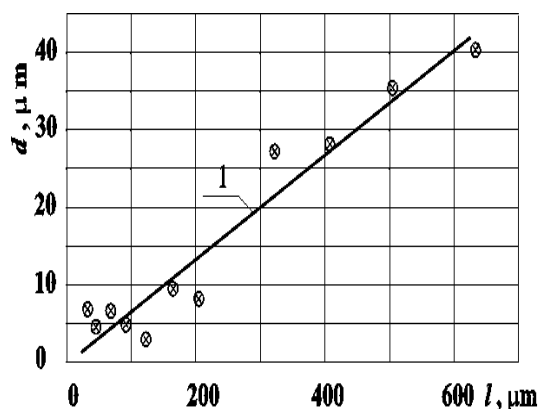


Рис. 11. Зависимость микроскопического d_m диаметра от седиментационного d_s
 1 - линия тренда экспериментальных точек

Обработка экспериментальных данных для определения связи средневзвешенного по числу частиц диаметра от длины частиц показана на (рис.11). Как видно из рисунка, несмотря на колебания, эта зависимость носит практически линейный характер. Наличие колебаний можно объяснить недостаточной представительностью частиц в отдельных диапазонах по данным микроскопического анализа. При проведении тренда (обработка кривой по методу наименьших квадратов) выявляется линейная зависимость, описываемая уравнением

$$d_s / l = 0.067 \quad (11)$$

с величиной достоверности аппроксимации $R^2 = 0.9279$. Эта простая связь между длиной частицы и её седиментационным диаметром позволяет установить зависимость между длиной частиц и микроскопическим диаметром, используя уравнения (8) - (10). Следует отметить, что в данном случае мы определяем не реальную, а наиболее вероятную, с точки зрения средневзвешенной величины, длину

$$l_m = 80.5d_m^{-0.7} \quad d_m = 80.5d_m^{0.3} \quad (12)$$

3. Метод стартового слоя и седиментометр ВС-3 успешно использовались для экспериментального изучения эффекта группового осаждения тонкодисперсных частиц при решении задач гидродинамической очистки водоёмов от загрязнений угледобывающих производств. В Кемеровской области предприятия угледобывающей промышленности в качестве отходов производства выводят на поверхность шахтные воды, загрязненные частицами угольного шлама. Очистка сточных

шахтных вод от частиц угольного шлама осуществляются химическими методами с помощью пептизирующих добавок. Однако сами эти добавки трудно удалить, а продукты их разложения являются источником заражения окружающей среды.

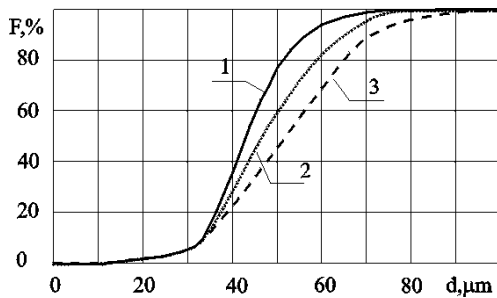


Рис. 12. Интегральные кривые распределений крахмала при различных начальных объёмных концентрациях α стартового слоя
1 – $\alpha = 0.08$; 2 – $\alpha = 0.25$;
3 – $\alpha = 0.32$;

Эффект группового осаждения моделировался на монофракции крахмала ($\rho_m = 1.5 \text{ г/см}^3$), полученной методом отмучивания. Анализ дисперсного состава монофракции осуществлялся по стандартной методике на седиментометре ВС-3, используя два диапазона чувствительности прибора (20 и 40 мГ).

Объёмная концентрация частиц в стартовом монослое варьировалась от 0.012 % до 0.32 %.

В ходе эксперимента интегральные кривые распределения, с ростом концентрации, параллельно смещались в сторону крупных частиц, а максимальный размер увеличился при этом с 63/80 до 100/120 μm . Это обстоятельство свидетельствует о зависимости скорости оседания тонкодисперсных частиц от величины начальной концентрации. Интегральные зависимости изменения гранулометрического состава в зависимости от концентрации представлены на рис.12.

4. Расширение границы применимости (диапазона определяемых размеров частиц) метода жидкостной гравитационной седиментации за счёт использования нелинейных законов сопротивления позволило использовать седиментометр ВС-3 для определения размеров частиц материалов, обладающих высоким удельным весом, что традиционно ограничивается рамками применимости закона Стокса. Так, например, для частиц меди с удельным весом 8.96 г/см^3 , максимально возможный размер частиц, определяемый методом седиментации, составляет всего 5 μm , а для хрома, с удельным весом 7.2 г/см^3 – 10 μm .

Усовершенствованный метод стартового слоя для организации процесса осаждения, реализованный в седиментометре ВС-3, позволивший применять для расчета скоростей оседания формулу Клячко, даёт возможность с высокой степенью точности определять величину коэффициента сопротивления для значений параметра Re превышающих 1. Для измеряемых диаметров частиц это расширяет границы в 5 – 10 раз.

С помощью седиментометра ВС-3, в рамках выполнения хоздоговорных работ (табл.2), определялся гранулометрический состав оксида олова для Сибирского физико-технического института (СФТИ); порошков хрома, феррованадия и меди для филиала Института

структурной макрокинетики (ФИСМАН); порошков фторида неодима, лопаритового концентрата для Сибирского химического комбината (СХК).

5. Современные технологии все шире внедряют в практику тонкодисперсные и ультрадисперсные порошкообразные материалы. Анализ таких систем желательно осуществлять в центробежных полях, где скорости оседания в несколько раз превышают скорости оседания в гравитационном поле. Однако для материалов, обладающих большими удельными весами, возможно использование и гравитационного поля для определения скорости их оседания в вязкой среде. Особенность таких процессов - длительные периоды измерений, причём зачастую осаждение самых крупных частиц в таких системах начинается через один – два часа после начала анализа. В этом случае кривая накопления осадка содержит очень длинный горизонтальный участок, описывающий процесс до прихода на приёмную седиментационную чашечку первой частицы. Для таких систем в меню прибора предусмотрен особый режим, который включает так называемое “время запаздывания”.

Иногда в случае ультрадисперсных систем используемая аппроксимация вносит существенные ошибки в результаты измерений. Обычно это сказывается на содержании крупных фракций. То есть, в результате аппроксимации кривая распределения смещается в сторону крупных фракций, в то время как прибор их не регистрирует в ходе анализа и физическая кривая накопления осадка их не содержит. Для обработки кривых накопления в таком случае эффективнее использовать графический метод построения функций распределения частиц по размерам, для чего разработана специальная программа, имеющаяся в меню прибора.

6. Утилизация отходов производства редкоземельных и тяжёлых элементов - задача чрезвычайной важности. Некоторые производства предпринимали небезуспешные попытки решить эту задачу. В частности, разработаны методики очистки сточных вод химическим путём с помощью пептизаторов, способных объединить в комплексы не видимые глазом тонкодисперсные частицы и дать им возможность осесть на дно отстойников, откуда они удаляются и утилизируются уже известными методами.

В Новосибирском государственном проектно-исследовательском институте ВНИПИЭТ на стадии разработки такой методики использовался седиментометр ВС-3 для контроля кинетики оседания частиц из отстоя. С помощью седиментометра определялась скорость очистки отстоя после введения соответствующих пептизаторов и вес образующегося осадка.

7. Использование ВС-3 в учебном процессе. Ориентация ВУЗов на дистанционное образование при всей ее перспективности создает проблемы доступа студентов к

экспериментальным базам, сокращает их участие в проведении лабораторных работ. Получение теоретических знаний, не подкреплённое практическими работами, сказывается на качестве образования, и ставит получающих такое образование в неравные условия с обучающимися по очной программе. В настоящее время появилась возможность компенсировать этот недостаток используя всемирную сеть Internet. В рамках программы "Открытое образование" уделяется большое внимание возможности проведения удалённого эксперимента через сеть Internet в режиме реального времени. Такая возможность может быть реализована только для компьютеризированных экспериментальных комплексов, каковым является и седиментометр ВС-3.

Работа по определению гранулометрического состава дисперсных систем включена в программу, выполняемую Томским госуниверситетом. Седиментометр ВС-3 используется в качестве экспериментального базового оборудования при изучении гидродинамики ползущего течения, обтекания шара вязким ламинарным потоком, влияния стеснённого осаждения на скорость оседающих частиц, а также непосредственно для определения размеров частиц и содержания отдельных фракций полидисперсных составов по скорости их оседания в жидкой вязкой среде с применением различных способов аналитических аппроксимаций и графического дифференцирования.

ОБЩИЕ ВЫВОДЫ

1. Теоретически и практически показано, что единственным методом, сочетающим в себе преимущества прямых и косвенных, является метод весовой седиментации в жидкой среде из стартового слоя, обеспечивающий прямое измерение стандартной физической величины массы, косвенно связывающий размер оседающих частиц со скоростью осаждения, и учитывающий взаимодействие частиц со средой, в которой они оседают. Сочетание двойной природы метода позволяет представлять информацию о процессе с минимальным шагом дискретизации, легко поддаётся автоматизации и компьютеризации.
2. Экспериментально установлено, что для организации стартового слоя необходима пара взаимно растворяющихся жидкостей с особыми свойствами, сочетание природы и взаимодействия которых создаёт монослой частиц на зеркале седиментационной жидкости. Выявлено, что наиболее приемлемыми для организации стартового слоя частиц являются спирт и вода, которые за счёт разности поверхностного натяжения, плотностей и вязкостей обеспечивают одновременное начало оседания всех частиц из

стартового слоя, не создавая при этом струйных течений и препятствуя коагуляции частиц в агрегаты.

3. Впервые применительно к задачам гранулометрии разработана математическая модель процесса осаждения частиц в вязкой среде для описания переходного режима движения с учётом инерционной составляющей скорости за счёт использования нелинейных законов сопротивления, которая на порядок расширяет область применения седиментационных методов по сравнению с традиционными границами плотностей и размеров.
4. Созданные программные продукты для обработки кривых накопления в весовой седиментации из слоя на основе их аппроксимации уравнением Розина-Раммлера-Беннета, рядом логарифмически-нормальных законов, а также методом графического определения позволяют получать аналитические выражения законов распределения частиц по размерам для простых и полимодальных составов и рассчитывать параметры процессов, проходящих с их участием.
5. Разработан бесконтактный способ регистрации веса накапливаемого осадка с помощью датчика микроперемещения, состоящего из трансформаторной катушки, расположенной на внешней поверхности осадительного цилиндра и сердечника, находящегося в седиментационном сосуде в виде чашечки сбора осадка, который измеряет массу осадка в двух диапазонах чувствительности (цена деления 0.078 – 0.15 мГ) без вмешательства в физический процесс.
6. Разработан метод технического расчёта режимно-геометрических параметров весового седиментометра, включающий в себя обоснование и выбор размеров осадительного сосуда, приёмной седиментационной чашки, якоря и упругого элемента, габаритных размеров и электрических показателей трансформаторного датчика микроперемещения, используемый в создании приборов, на основе осаждения частиц из стартового слоя.
7. Предложенные инженерно-технические расчёты и принципиально новые устройства ввода порошков и измерения веса осадка или концентрации частиц на основе бесконтактных высокочувствительных датчиков позволяют разрабатывать более точные и оптимальные с точки зрения гидродинамики осаждения приборы седиментационного анализа из стартового слоя в гравитационном и центробежном полях с непрерывной регистрацией процесса.
8. Экспериментально апробирован метод оценки точности различных приборов для анализа дисперсности с помощью искусственно созданных эталонных порошков на

основе оценки статистических параметров, который позволяет проводить качественное и количественное сравнение параметров распределений частиц по размерам, получаемое различными методами. Разработанные методики сравнения качества работы и статистической оценки точности различных приборов гранулометрического анализа пригодны для метрологической аттестации разработанного метода и прибора седиментационного анализа из стартового слоя, а также получения практических рекомендаций по применению различных методов и приборов в зависимости от требований конкретных производств.

9. Апробированные в условиях производства методики анализа с помощью прибора ВС-3 позволяют определять гранулометрический состав, удельную поверхность и статистические параметры, включая гидродинамический и геометрический коэффициенты формы, для различных промышленных материалов, в том числе с полимодальным распределением и с резко анизометричной формой частиц.
10. Весовой седиментометр ВС-3 внедрён в эксплуатацию в технологиях производства силикагеля и катализаторов, тонкодисперсного оксида олова, компонентов декоративной косметики, фторида неодима, ферросилиция, лопаритового концентрата, оксидов тяжёлых элементов, высокоактивных отходов и редкоземельных элементов на 9 промышленных предприятиях и НИИ. Методики определения гранулометрического состава с помощью весового седиментометра ВС-3 разработаны более чем для 50 различных материалов.
11. В работе развиты физические представления о процессе седиментации частиц из стартового слоя, разработаны теоретические аспекты задач осаждения в условиях переменных коэффициентов сопротивления, получены научно обоснованные технические решения, позволяющие проводить анализ гранулометрического состава анизометричных, тонкодисперсных полимодальных материалов, реализация которых вносит значительный вклад в ускорение научно-технического прогресса.

Результаты исследований опубликованы в следующих работах:

1. Квеско Н. Г., Никульчиков В.К. Сравнительные испытания некоторых методов анализа дисперсности микропорошков. // Вопросы аэрогидромеханики и тепломассообмена в приложении к некоторым технологическим процессам. Сб. научн. трудов.— Томск, Изд-во Том. ун-та, 1981.С. 90-97.

2. Никульчиков В.К., Квеско Н.Г., Росляк А.Т. Разработка метода экспресс-анализа дисперсного состава порошкообразных материалов в технологических линиях. //Материалы Всесоюзной конференции «Исследование и разработка теоретических проблем в области порошковой металлургии и защитных покрытий.- Минск, 1983, Ч.1, С. 94-98.
3. Квеско Н.Г. Исследования метода слоевой загрузки материала в условиях весовой седиментации. //Вопросы аэрогидромеханики и тепломассообмена. Сб. научн. трудов.– Томск, Изд-во Том. ун-та, 1986, С. 36-41.
4. Никульчиков В.К., Квеско Н.Г. Исследования метрологических характеристик ситового и микроскопического методов анализа дисперсного состава порошков. //Вопросы аэрогидромеханики и тепломассообмена. Сб. научн. трудов.– Томск, Изд-во Том. ун-та, 1986, С. 42-46.
5. А.С. № 1226175 (СССР). Способ седиментационного анализа. Квеско Н.Г., Ходаков Г.С., Пачин В.Н. – Оpubл. в Б.И., 1986, № 15.
6. Квеско Н.Г., Квеско Б.Б., Асадчая Е.В. Сравнительная оценка некоторых приборов определения гранулометрического состава порошков на основе статистического анализа. //Деп. в ВИНТИ. – 1987, № ДР 3731-пр 87. – 16 с. Оpubл. Указатель ВИНТИ ДНР №7, 1987.
7. Верещагин В.И., Квеско Н.Г. Физико-химические принципы слоевой седиментации с активным дезагрегированием твердой фазы. //Деп. в ОНИИТЭХИМ. – Черкассы, 1987, № 788хп-87, – 24 с.
8. А.С. № 317327 (СССР). /Седиментометр. Ходаков Г.С., Квеско Н.Г., Пачин В.Н., Танков Н.К., Баев Л.С. Оpubл. в Б.И, 1987, № 22, - 4 с.
9. Квеско Н.Г., Кунашенко А.М., Пачин В.Н. Процесс слоевой седиментации и прибор для его осуществления. //Инж.-физ. сб. – Томск, Изд-во Том. ун-та, 1988, С.92-97.
10. Квеско Б.Б., Квеско Н.Г. Аппроксимация гранулометрических функций аналитическими зависимостями. //Вопросы прикладной аэрогидромеханики и тепломассообмена. Сб. научн. трудов.– Томск, Изд-во Том. ун-та, 1988, С. 47-53.
11. Квеско Н.Г. Современное состояние исследований в области седиментометрического анализа дисперсных сред. //Вопросы прикладной аэрогидромеханики и тепломассообмена. Сб. научн. трудов.– Томск, Изд-во Том. ун-та, 1989, С.146-158.
12. Квеско Н.Г., Квеско Б.Б. Выбор способа контроля дисперсности порошков на основе теории статистики. // Конспект лекций научной школы-семинара “Вибротехнология 89”.Т.2.- Одесса, 1989. С. 82-85.

13. Квеско Н.Г. Применение метода слоевой седиментации для определения дисперсного состава керамического сырья. //Новые технологии – источники экологически чистого производства. Научн.–техн. совещ. “Керамика 90”.– Москва, 1990.С.112.
14. Шиляев М.И., Дорохов А.Р., Колесников А.А., Квеско Н.Г., Царегородцев В.В. О разделении дисперсных материалов в роторных пневмокласификаторах. //В сб. научн. тр. Актуальные вопросы теплофизики: Энергетика и экология. Новосибирск, ИТФ, 1991. С. 96-100.
15. Квеско Н.Г., Квеско Б.Б. Аналитическое представление мультимодальных функций распределения полидисперсных материалов. //Сибирский физико-технический журнал СО АН СССР.- Новосибирск, 1992, №3, С.78-80.
16. Квеско Н.Г., Квеско Б.Б. Оценка точности и области применения некоторых методов анализа дисперсности порошков. //Сибирский физико-технический журнал СО АН СССР.- Новосибирск, 1992, №3, С.81-85.
17. Патент РФ № 2000563. /Седиментометр. Квеско Н.Г., Колесников А.А. Опубл. Б.И. №33-36, 1993.– 4 с.
18. Квеско Н.Г., Росляк А.Т. Автоматизированный седиментометр ВС-3 для измерения распределения частиц по размерам методом седиментации из стартового слоя. //Материалы IV Всерос. научн. - техн. конф. Методы и средства измерений физических величин.– Нижний Новгород, 1999.С. 32-36.
19. Квеско Н.Г., Квеско Б.Б. К вопросу об аппроксимации седиментационных кривых накопления осадка аналитическими зависимостями. //Материалы IV Всерос. научн. - техн. конф. Методы и средства измерений физических величин. – Нижний Новгород, 1999. С. 37-38.
20. Квеско Н.Г., Росляк А.Т. Весовой седиментометр для автоматизированного анализа гранулометрического состава порошков. //Трансферные технологии в информатике. Научно-технический сборник. Вып.1.- Томск, 1999. С.23 – 27.
21. Квеско Н.Г., Росляк А.Т. Весовой седиментометр для автоматизированного измерения гранулометрического состава порошков. // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. № 7, 2000, С. 37-40.
22. Квеско Н.Г., Квеско Б.Б. Использование статистических гипотез для оценки качества определения гранулометрического состава порошков. //Материалы V Всероссийской научно-технической конференции «Методы и средства измерений физических величин».– Нижний Новгород, 2000. С.15-17.

23. Квеско Н.Г. Определение характеристик дисперсности по кривой седиментации при пофракционном осаждении. //Фундаментальные и прикладные проблемы современной механики. II Всерос. науч. конф. – Томск, 2000. С.235-236.
24. Квеско Б.Б., Квеско Н.Г. Описание многомодальных распределений частиц по размерам аналитическими зависимостями. //Материалы международной научно-технической конференции "Горно-геологическое образование в Сибири. 100 лет на службе науки и производства." - Томск, 2001. С.127-128.
25. Квеско Б.Б., Квеско Н.Г., Савельев Г.Г., Юрмазова Т.А. Ускоренный метод определения гранулометрического состава ультрадисперсных сред седиментационным методом. //Материалы международной научно-технической конференции "Горно-геологическое образование в Сибири. 100 лет на службе науки и производства." - Томск, 2001. С.128-130.
26. Квеско Б.Б., Квеско Н.Г. Определение гранулометрического состава анизометричных частиц седиментационными методами. //Материалы международной научно-технической конференции "Горно-геологическое образование в Сибири. 100 лет на службе науки и производства." - Томск, 2001. С.130-132.
27. Квеско Н.Г. Определение дисперсного состава анизометричных частиц слюды и волластонита методом седиментации из слоя. //Стекло и керамика. №8, 2001. С. 20-23.