



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ  
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **72563** (13) **U**  
(51) МПК (2012.01)  
**G01N 21/00**

## (12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: <b>u 2012 00465</b>	(72) Винахідник(и): <b>Черненко Іван Михайлович (UA)</b>
(22) Дата подання заявки: <b>16.01.2012</b>	(73) Власник(и): <b>ДЕРЖАВНИЙ ВИЩИЙ НАВЧАЛЬНИЙ ЗАКЛАД "УКРАЇНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ ХІМІКО-ТЕХНОЛОГІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ", пр. Гагаріна, 8, м. Дніпропетровськ, 49005, Україна (UA)</b>
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: <b>27.08.2012</b>	
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: <b>27.08.2012, Бюл.№ 16</b>	

## (54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ ПОКАЗНИКА ЗАЛОМЛЕННЯ ДИСПЕРСНОЇ ФАЗИ РІДИННИХ ДИСПЕРСНИХ СИСТЕМ

### (57) Реферат:

Спосіб визначення показника заломлення дисперсної фази рідинних дисперсних систем включає визначення питомої мутності, хвильового експоненту і об'ємної концентрації колоїдних частинок. Об'ємну концентрацію частинок визначають як відношення вимірянних об'ємів висушеної дисперсної фази і об'єму рідини дисперсійного середовища і на цій основі, використовуючи спектр мутності системи, знаходять показник заломлення дисперсної фази.

UA 72563 U

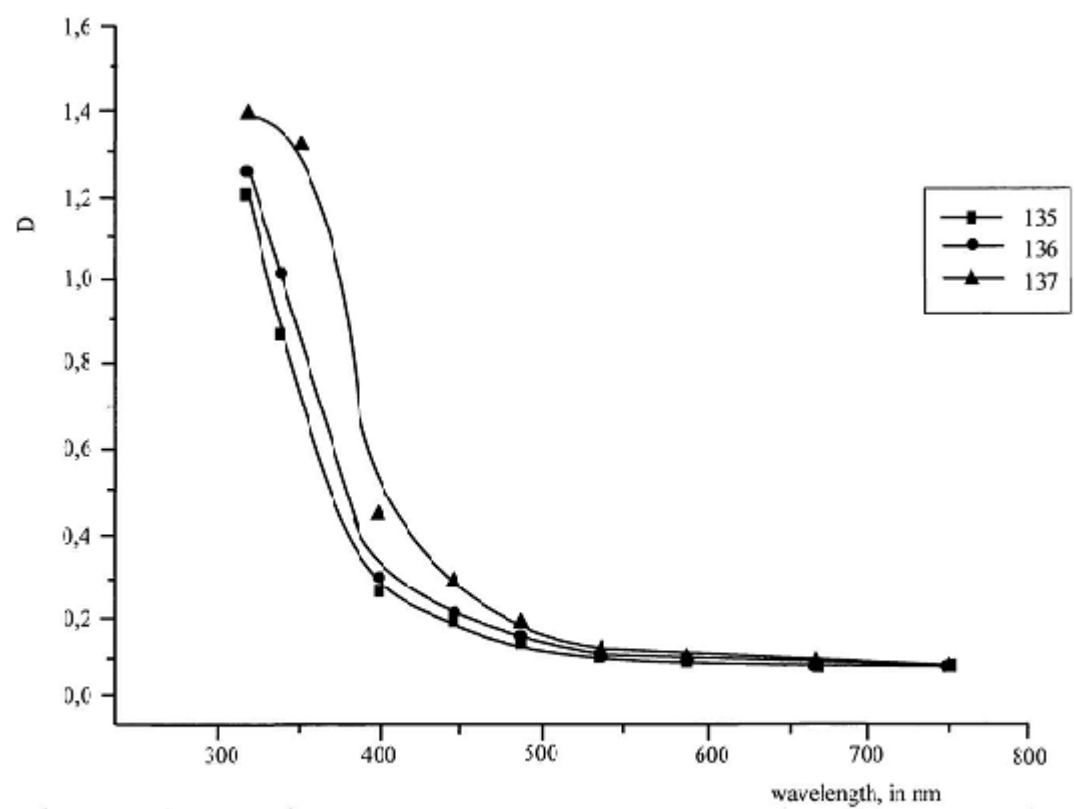


Fig. 1

Корисна модель належить до способів визначення показника заломлення дисперсійної фази рідинних дисперсійних систем, які є об'єктом колоїдної хімії та широко застосовуються для створення наноматеріалів, наносистем і в нанотехнологіях.

Відомий спосіб визначення показника заломлення рідинних хімічних систем передбачає застосування будь-якого рефрактометра, наприклад рефрактометра Аббе. Цей спосіб оснований на використанні явища повного внутрішнього відбиття і визначені кута виходу променя, який проходить через тонкий шар рідини і вимірювальну призму з показником заломлення більшим, ніж у рідини.

Вимірювання показника заломлення виконують у такій послідовності. Спочатку промивають спиртом поверхні призми рефрактометра. Потім, перевіряють точність приладу по дистильованій воді, показник заломлення якої складає  $n = 1,3330$ . Після закінчення підготовки до вимірювань одну-дві краплі досліджуваної рідини наносять за допомогою піпетки на поверхню вимірювальної призми та з'єднують її з освітлювальною призмою. Маніпулюють ручками керування рефрактометра, досягаючи чіткої світлотіні в полі зору окуляра рефрактометра. Значення показника заломлення рідини відраховують по шкалі приладу (ГОСТ 18995.2-73. Продукты химические жидкие. Метод определения показателя преломления).

Однак, цей спосіб має недоліки, які полягають у наступному.

1. Реалізація способу основана на застосуванні спеціального оптичного приладу - рефрактометра, який є дорогим і вимагає специфічної підготовки для його використання.

2. Цей спосіб не дозволяє окремо визначити показник заломлення дисперсної фази колоїдних розчинів.

3. Склопризмові рефрактометри не можуть застосовуватись для виконання вимірювань хімічно-активних рідин.

4. Рефрактометричний спосіб дозволяє вимірювати показник заломлення рідин у відносно вузькому діапазоні значень, наприклад рефрактометр Аббе забезпечує вимірювання значень  $n = 1,3 \div 1,70$ .

Відомий спосіб визначення показника заломлення рідинних дисперсних систем інтерференційним методом. Суть його полягає в знаходженні показника заломлення по результату складання двох когерентних хвиль (це називається - інтерференцією): одної - сформованою середовищем з відомим  $n_1$  і другої - сформованою середовищем з невідомим показником  $n_2$ . Аналіз інтерференційної просторової картини дає змогу визначити величину  $n_2$ . Знаходження показника заломлення рідини інтерференційним методом виконують за допомогою приладу інтерферометра, який складається з лазерного джерела, когерентне світло якого розділяють при допомозі спеціального пристосування на два паралельних пучки, які проходять через дві кювети, заповнені рідинами і потрапляють у зорову трубу, в якій здійснюється інтерференція. Визначення показника заломлення рідини виконують в наступній послідовності. Спочатку в обидві кювети заливають однакову рідину з відомим показником заломлення  $n_1$  (наприклад, дистильовану воду, для якої  $n_1 = 1,3330$  на довжині хвилі  $\lambda = 589$  нм). Включають лазер і фіксують у зоровій трубі інтерференційну картину у формі концентричних кілець темного і світлого вигляду. Потім лазер вимикають. Після цього одну із кювет після спорожнення заливають рідиною, для якої необхідно визначити показник заломлення  $n_p$ . Вмикають лазер і фіксують у зоровій трубі нову інтерференційну картину, яка відрізняється від зафіксованої раніше тим, що концентричні кільця будуть зсунуті на деяку кількість кілець  $m$  відносно до попередньої картини. Значення показника заломлення  $n_p$  обчислюють за формулою:

$$n_p = n_1 + m\lambda / \ell,$$

де  $\lambda$  - довжина хвилі випромінювання лазера;

$\ell$  - довжина кювети (Азаренков Н.А., Грицына В.Т., Кобяков В.А. Оптика. Ч I. - Харьков: ХНУ,

2004. - 59 с; Окишев К.Н. Определение показателя преломления интерференционным методом.

50 - Хабаровск: Изд. ДВГУПС, 2008. - 20с).

Вищеописаний спосіб має наступні недоліки.

1. Реалізація способу передбачає застосування спеціального оптичного приладу - інтерферометра, який є складним, коштовним і вимагає професіональних знань для користування ним.

2. Визначене при допомозі цього способу значення показника заломлення є параметром однієї частоти, що визначається довжиною хвилі випромінювання оптичного квантового генератора.

3. Для складних сумішей рідин визначене значення показника заломлення є інтегральною величиною і не може бути віднесене до конкретного компонента.

60 4. Спосіб не дозволяє опрацьовувати кольорові, поглинаючі рідини.

5. Спосіб непридатний для аналізу колоїдних розчинів. Найбільш близьким за технічною суттю та досягнутому результату до заявленої корисної моделі є спосіб визначення показника заломлення дисперсної фази рідинних дисперсних систем, що базується на використанні спектра мутності. Цей спосіб виконується наступним чином. Готують декілька колоїдних розчинів з різною величиною об'єму дисперсної фази  $V_{\phi}$ . Для визначення значення  $V_{\phi}$  один з розчинів масою  $m_p$ , об'ємом  $V_p$  і густиною  $\rho_p$  висушують та вимірюють вагу сухого залишку (дисперсної фази)  $m_{\phi}$ . Знаходять значення вагової концентрації дисперсної фази:  $C_{\phi} = m_{\phi}/m_p$ . Після цього визначають густину дисперсної фази  $\rho_{\phi}$ . Використовуючи  $C_{\phi}$  та  $\rho_{\phi}$ , знаходять об'ємну концентрацію дисперсної фази  $V_{\phi} = C_{\phi} \rho_p / \rho_{\phi}$ . Так визначають  $V_{\phi}$  для всіх розчинів. Після цього, використовуючи мутномір, - прилад, який дає змогу вимірювати відношення інтенсивностей розсіяного  $I_p$  і падаючого світла  $I_0$ , визначають мутність розчинів  $\tau = I_p/I_0$ . Виходячи з цього будують графік залежності питомої мутності  $\tau/V_{\phi}$  від  $V_{\phi}$  і екстраполюючи його до значення  $V_{\phi} \rightarrow 0$ , знаходять величину  $(\tau/V_{\phi})_0$ . Це є одна з допоміжних величин визначення показника заломлення дисперсної фази  $n_{\phi}$ . Наступним етапом виконання способу є визначення мутності досліджуваного розчину при різних довжинах хвиль світла  $\lambda$ . Отримавши ці результати, будують графічну залежність  $\lg \tau(\lg \lambda)$  у відповідних координатах. За допомогою цього графіку визначають значення  $\varphi = \partial \lg \tau / \partial \lg \lambda$ . Це друга допоміжна величина, яку називають хвильовим експонентом і використовують для знаходження  $n_{\phi}$ . Наступним кроком для реалізації способу є використання для розрахунку  $n_{\phi}$  універсальної графічної діаграми в прямокутних координатах  $(\tau/V_{\phi})_0 - \varphi$ , яка є сім'єю з параметрами  $m \sim n_{\phi}$  та  $\alpha \sim r$  ( $r$  - радіус частинок дисперсної фази). При допомозі цієї діаграми знаходять значення  $m$ , за яким обчислюють розмір показника заломлення дисперсної фази  $n_{\phi}$  досліджуваної рідинної дисперсної системи (Щёголев С.Ю., Кленин В.И. Определение размера и показателя преломления частиц из спектра мутности дисперсных систем. Оптика и спектроскопия, 1971. - Т. 31. - Вып. 5. - С. 794-802) (прототип).

До недоліків прототипу варто віднести:

1. Складність визначення об'ємної концентрації дисперсної фази, бо вона включає набір процедур знаходження маси, густини висушеної дисперсної фази та маси і густини дисперсної системи, а також обчислювальні операції.

2. Крім того, це призводить до появи збільшеної похибки визначення об'ємної концентрації, бо кожна вказана процедура вносить свій вклад у загальну похибку.

3. Визначення маси сухої дисперсної фази дисперсних систем є складною технічною операцією, тому що звичайно така фаза є порошком з розміром частинок, які мають значення в діапазоні 10-100 нм і в зв'язку з цим легко розпорошуються та прилипають до будь-якої поверхні.

4. Необхідність застосування для його реалізації дорогої спеціальної вимірювальної апаратури, такої як аналітичні ваги з високою розрізнявальною здатністю.

В основу корисної моделі поставлено задачу розробити процес визначення показника заломлення дисперсної фази рідинних дисперсних систем при допомозі простого способу знаходження об'ємної концентрації частинок дисперсної фази шляхом вимірювання об'ємів висушеної дисперсної фази та об'єму рідини.

Поставлена задача вирішується тим, що у відомому способі визначення показника заломлення дисперсної фази рідинних дисперсних систем, який включає визначення питомої мутності та хвильового експоненту і об'ємної концентрації колоїдних частинок, згідно з корисною моделлю, об'ємну концентрацію частинок визначають як відношення вимірюваних об'ємів висушеної дисперсної фази та об'єму рідини дисперсного середовища і на цій основі, використовуючи спектр мутності системи, знаходять показник заломлення дисперсної фази.

Суть способу полягає у наступному. Використовують набір рідинних дисперсних систем з різними невідомими концентраціями об'ємної частки  $V_{\phi}$  однієї і тієї твердої дисперсної фази, для якої необхідно визначити показник заломлення. Для вирішення цієї задачі за допомогою мутноміра знімають для кожної рідини залежність мутності  $\tau$  від довжини світлової хвилі  $\lambda$ . По цих даних будують графік залежностей  $\lg \tau(\lg \lambda)$  і знаходять значення  $\varphi = \partial \lg \tau / \partial \lg \lambda$ . Значення  $\varphi$  усереднюють. Після цього рідинні середовища висушують та, використовуючи мензурки з нейтральною рідиною (наприклад, дистильованою водою), насипають в них порошки дисперсної фази. За різницею об'ємів визначають об'єм фази  $V_{\phi}$ . Потім будують графіки залежності питомої мутності  $\tau/V_{\phi}$  від  $V_{\phi}$  і, екстраполюючи їх до значення  $V_{\phi} \rightarrow 0$ , знаходять величину  $(\tau/V_{\phi})_0$ . Вона поряд з  $\varphi$  є другою величиною, яку використовують для знаходження показника заломлення дисперсної фази  $n_{\phi}$ .

Цю процедуру виконують таким чином. Існують універсальні графічні діаграми в координатах  $(\tau/V_{\phi})_0 - \varphi$  (див. Кленин В.И., Щёголев С.Ю., Лаврушин В.И. Характеристические

функции светорассеивания дисперсных систем. - Саратов: изд. СУ, 1977. - 177 с), які дають змогу по відомих значеннях  $(\tau/V_\phi)_0$  та  $\phi$  знайти величину  $n_\phi/n$ , де  $n$  - показник заломлення дисперсійного середовища, яке беруть з довідника.

Використання корисної моделі порівняно із прототипом дозволяє досить просто та швидко виконати процедуру визначення об'ємної концентрації дисперсної фази й, що важливо, з меншою похибкою. Загальна тривалість виконання способу помітно скорочується. Загальна похибка визначення показника заломлення зменшується.

Наводимо приклади виконання запропонованої корисної моделі.

Приклад 1. Беруть попередньо приготовлене дисперсійне водне середовище у вигляді колоїдного розчину ванадиту амонію з деякою невідомою концентрацією дисперсної фази  $V_\phi$ . При допомозі спектрофотометра SPEKOL 11 знімають залежність оптичної густини цього середовища  $D$  від довжини хвилі світла  $\lambda$ , яке проходить через кювету із середовищем довжиною  $\ell = 5$  см. Результат цього експерименту наведений на фіг. 1 у вигляді кривої 135.

Цю залежність перестроюють у координатах мутність  $\tau$  - довжина хвилі  $\lambda$ :  $\tau$ - $\lambda$ , використовуючи відому залежність  $\tau = 2,3D/\ell$ . Після цього будують функцію  $\lg\tau(\lg\lambda)$  та за нею знаходять  $\phi = \partial \lg\tau / \partial \lg\lambda = 1,8$ . Наступним етапом є сушіння дисперсійного середовища в термостаті при температурі  $90^\circ\text{C}$  протягом 20 годин.. Отриману суху дисперсну фазу певної дози розміщують у мензурку з дистильованою водою об'ємом 10 мл і визначають об'єм дисперсної фази, який складає 0,24 мл. Після цього створене у мензурці рідинне середовище переливають у хімічний стакан та доливають воду, доводячи до об'єму 50 мл. Цю рідину переливають у кювету спектрофотометра і визначають її мутність, яка дорівнює  $\tau = 1,17\text{ см}^{-1}$ , а питома мутність складає  $\tau/V_\phi = 244\text{ см}^{-1}$ . Подібну операцію визначення,  $\tau/V_\phi$  виконують ще для трьох середовищ з різними об'ємами дисперсної фази. На фіг.2 наведена графічна залежність  $\tau/V_\phi$ - $V_\phi$ . Екстраполяція цієї залежності до  $V_\phi \rightarrow 0$  дає значення  $(\tau/V_\phi)_0 = 125\text{ см}^{-1}$ , яка спільно з  $\phi = 1,8$  дає змогу визначити за допомогою діаграми характеристичних функцій (фіг. 3) значення  $m = n_\phi/n$  ( $n$  - показник заломлення води  $n = 1,3330$ ). Звідси знаходять  $n_\phi = 1,53$ .

Приклад 2. Беруть як в прикладі 1 друге попередньо приготовлене дисперсійне водне середовище у вигляді колоїдного розчину амонію з деякою невідомою концентрацією дисперсної фази  $V_\phi$ . Виконують, як і в прикладі 1, усі операції по визначенню  $n_\phi$ . Залежність  $D(\lambda)$  наведена на фіг. 1 крива 136. Після сушіння дисперсійного середовища отримують суху дисперсійну фазу, яку використовують для визначення  $n_\phi = 1,51$ .

Приклад 3. Використовують матеріали, прилади і алгоритм визначення  $n_\phi$ , як і в прикладі 1. На фіг. 1 до цього середовища залежність  $D(\lambda)$ , зображена кривою 137. Для цього середовища знаходять  $n_\phi = 1,55$ .

Отримані на прикладах 1, 2, 3 значення  $n_\phi$  усереднюють. Обчислене середнє значення  $n_\phi = 1,53$  і воно використовується як показник заломлення дисперсних частинок ванадату амонію.

Корисна модель забезпечує підвищення точності визначення показника заломлення твердих частинок дисперсної фази рідинних дисперсійних середовищ за рахунок зменшення похибок вимірювальних операцій. Крім цього, процес визначення показника заломлення спрощується, оскільки корисна модель передбачає для встановлення об'ємної концентрації необхідно виконати тільки одну вимірювальну процедуру. Це також скорочує тривалість виконання способу.

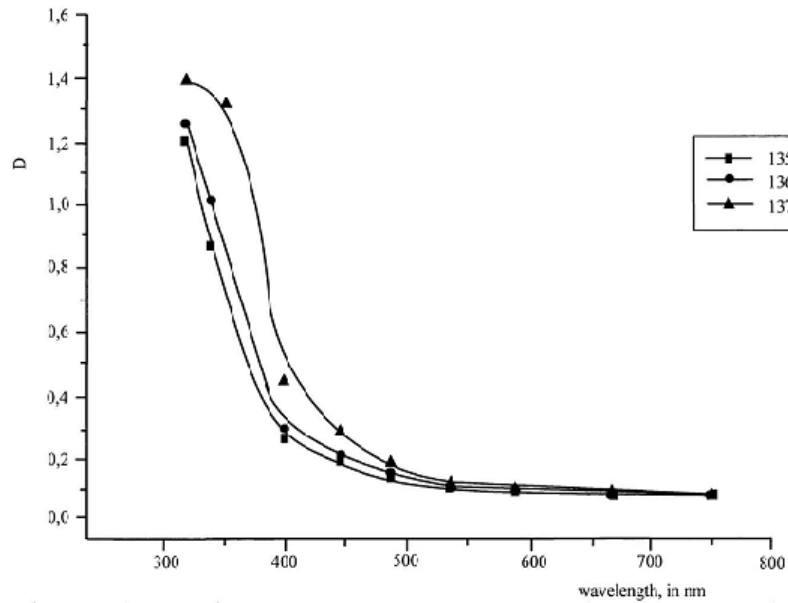
Важливим для застосування способу є те, що він дозволяє визначення показника заломлення матеріалів в залежності від їх походження, хімічного складу та структурного стану.

Запропонована корисна модель може бути використана в промисловості для вимірювання показника заломлення частинок дисперсної фази колоїдних систем, таких як каталізатори хімічних процесів, неорганічні пігменти, сорбенти, керамічні наноккомпозити в процесі технології їх виготовлення. Спосіб, що пропонується, є унікальним для вказаних вище систем, оскільки всі інші відомі способи визначення показника заломлення не дають такої можливості. Це є важливою перевагою способу, виходячи з того, що в наш час все більше поширюються технології отримання наночастинок різноманітних речовин із рідинних середовищ. Крім цього, спосіб корисної моделі може бути використаний в промисловості при необхідності визначення в процесі виробництва нанопорошків для керамічних матеріалів розміру частинок, оскільки при допомозі показника заломлення ця величина легко визначається.

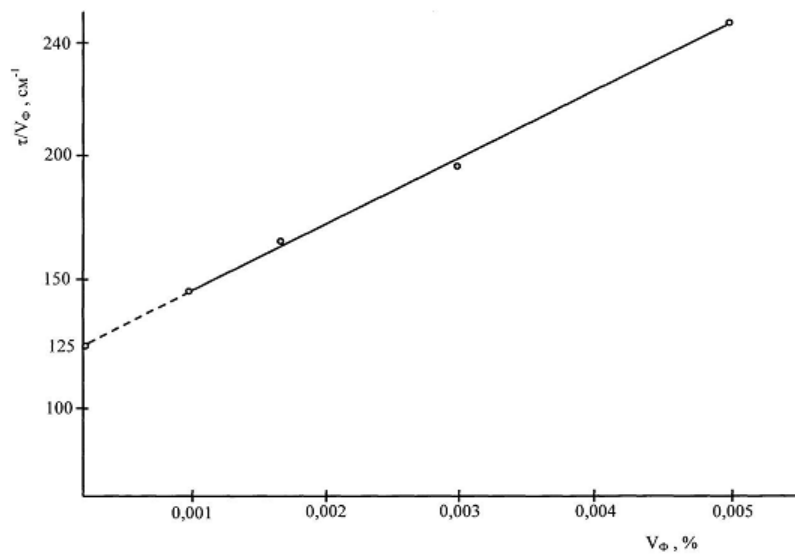
#### ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб визначення показника заломлення дисперсної фази рідинних дисперсних систем, що включає визначення питомої мутності, хвильового експоненту і об'ємної концентрації колоїдних частинок, який **відрізняється** тим, що об'ємну концентрацію частинок визначають як

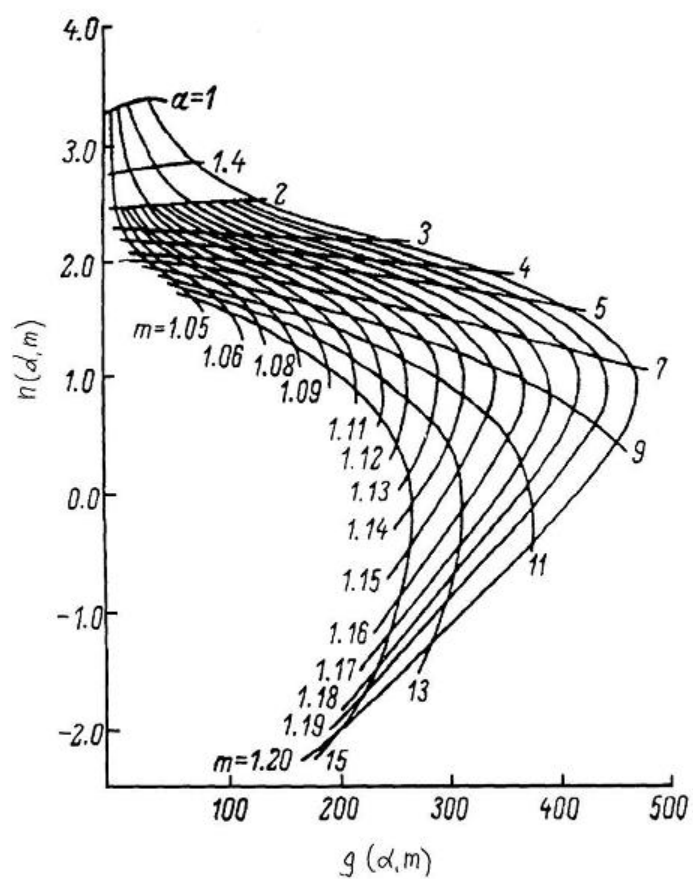
відношення виміряних об'ємів висушеної дисперсної фази і об'єму рідини дисперсійного середовища і на цій основі, використовуючи спектр мутності системи, знаходять показник заломлення дисперсної фази.



Фіг. 1



Фіг. 2



Фиг. 3

---

Комп'ютерна верстка М. Мацело

---

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

---

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601