



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **45625** (13) **U**
(51) МПК (2009)
G01N 15/02

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ НАЯВНОСТІ І КОНЦЕНТРАЦІЇ НАНОЧАСТИНОК В РОБОЧІЙ ЗОНІ

1

2

(21) а200810352

(22) 12.08.2008

(24) 25.11.2009

(46) 25.11.2009, Бюл.№ 22, 2009 р.

(72) КУНДІЄВ ЮРІЙ ІЛЛІЧ, КАПЛУНЕНКО ВОЛОДИМИР ГЕОРГІЙОВИЧ, КОСІНОВ МИКОЛА ВАСИЛЬОВИЧ, КУЧЕРУК ТЕТЯНА КУЗЬМІВНА, САЛНИКОВА НАДІЯ АНДРІЇВНА

(73) ДЕРЖАВНА УСТАНОВА "ІНСТИТУТ МЕДИЦИНИ ПРАЦІ АМН УКРАЇНИ"

(57) Спосіб визначення наявності і концентрації наночастинок в робочій зоні, що включає забір проби, приготування суміші проби і рідини, спо-

стереження і оцінку ступеня оптичного розсіювання пучка когерентного світла наночастинок в рідині за допомогою ефекту Тиндаля шляхом вимірювання інтенсивності конуса Тиндаля, і подальший аналіз шляхом порівняння отриманих даних з аналогічними даними, отриманими на колоїдних розчинах з відомими концентраціями і відомими розмірами наночастинок, який **відрізняється** тим, що оцінку величини оптичного розсіювання пучка когерентного світла проводять при спостереженні конуса Тиндаля назустріч напряму розповсюдження когерентного світла в тілесному кутку з кутлом розкриття переважно менше 30°.

Корисна модель відноситься до області охорони праці, зокрема до способів контролю забруднення повітря наночастинами.

В дослідженнях, пов'язаних з охороною навколишнього середовища, необхідно виміряти параметри аерозоля з дуже малими концентраціями. Для того, щоб набрати достатнє для вивчення число частинок потрібно відсмоктати великий об'єм повітря, а для того, щоб зробити ці частинки доступними вивченню, їх потрібно концентрувати, тобто переміщати в менший об'єм повітря. Крім того, у багатьох випадках частинки необхідно розділяти на фракції залежно від їх розміру. Відомі різні способи дослідження і вимірювання складу і кількості частинок, зважених в газах. До них відносяться: ситовий, седиментометричний, мікроскопічний, ультрамікроскопічний, фотоелектричний, кондуктометричний способи. Відомі також способи, засновані на конденсації пари індикаторної рідини на центрах конденсації в струмені парогазової суміші, що розширюється (Штокман Е.А. Очистка воздуха от пыли на предприятиях пищевой промышленности. М.: Агропромиздат, 1989.)

При визначенні наявності частинок, зважених в газах, основні труднощі виникають при визна-

ченні наявності частинок розміром менше 0,01мкм. Вказані труднощі, обумовлені обмеженнями, що накладаються фізичними законами розсіювання світла на частинках малого розміру, а також законами термодинаміки і гідродинаміки витікання парогазової суміші в об'єм.

Відомий спосіб оперативного контролю запиленості повітря, заснований на вимірюванні діелектричної проникності середовища, що містить наночастинки (Патент России №2147739. УСТРОЙСТВО КОНТРОЛЯ ЗАПЫЛЕННОСТИ ВОЗДУХА. МПК7 G01N15/02. Опубликовано: 2000.04.20).

Недоліком способу є його складність.

Відомий спосіб визначення розмірів частинок водних дисперсних систем шляхом пропускання аналізованої проби паралельно через декілька фільтруючих елементів з різним розміром пір і визначенні вмісту дисперсної фази в аналізованій пробі по її вмісту на фільтруючих елементах, при цьому в якості фільтруючих елементів використовують пористі мембрани (Заявка России №96105480. СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА ВОДНЫХ ДИСПЕРСНЫХ СИСТЕМ. МПК6 B01D61/00, G01N15/06. Опубликовано: 1997.07.27)

(19) **UA** (11) **45625** (13) **U**

Недоліком відомого способу є його висока трудомісткість і низька оперативність.

Відомий спосіб визначення розмірів наночастинок в забарвлених рідких середовищах, заснований на освітленні в дифузійній кюветі досліджуваного забарвленого розчину і другого забарвленого розчину речовини з відомим розбавленням і порівнянні фотоЕРС (Патент Росії №49624. УСТРОЙСТВО ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАЗМЕРОВ НАНОЧАСТИЦ В ОКРАШЕННЫХ ЖИДКИХ СРЕДАХ. МПК7 G01N15/02. Опубликовано: 2005.11.27).

Недоліком способу є його складність.

Відомий спосіб визначення статистичного розподілу частинок за розмірами, що включає пропускання досліджуваного потоку частинок через лазерне випромінювання, що зондує, і визначення розподілу сигналів відгуку від частинок, при цьому через лазерний промінь, що зондує, заздалегідь пропускають потоки монодисперсних частинок, визначають кількісний розподіл по інтенсивності сигналів, що утворюються, потім пропускають через промінь, що зондує, досліджувані потік частинок, а з отриманих кількісних значень розподілу сигналів відгуку послідовно віднімають внесок сигналів від еталонних монодисперсних частинок, починаючи з сигналами від частинок максимального розміру (Патент Росії №2200314. СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТАТИСТИЧЕСКОГО РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ЧАСТИЦ ПО РАЗМЕРАМ. МПК7 G01N15/02. Опубликовано: 2001.06.22).

Недоліком способу є його складність.

Відомий спосіб визначення кількості наночастинок в газах, що включає забір проби, приготування суміші проби і пари індикаторної рідини, отримання перенасиченої пари при термічному охолодженні суміші до вибраної температури і розширенні струменя, що витікає через сопло, і реєстрацію фотоелектронним приймачем крапель конденсату, що пролітають через зону контролю, по світлу, розсіяному ними, який відрізняється тим, що проводять додаткове перенасичення парогазової суміші стрибкоподібним вимірюванням її об'єму при термічному охолодженні або в струмені, що витікає через сопло (Патент Росії №2096758. СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОЛИЧЕСТВА СУБМИКРОННЫХ ЧАСТИЦ В ГАЗАХ. МПК7 G01N15/02. Опубликовано: 1997.11.20).

Недоліком способу є труднощі, що виникають при виявленні частинок розміром менше 0,01мкм. Вказані недоліки обумовлені тим, що спосіб заснований на принципі витікання струменя заздалегідь охолодженої парогазової суміші через сопло в зону контролю, де здійснюється переохолодження парогазової суміші за рахунок адіабатичного розширення струменя. Мінімальний розмір частинок, що виявляються в прототипі, 0,01мкм. Це пояснюється наявністю турбулентності в струмені парогазової суміші, що витікає.

Найближчим до пропонованого є експрес-метод визначення концентрації і розмірів наночастинок, заснований на ефекті Тиндалля, що полягає в освітленні наночастинок колоїдного розчину

пучком світла, оцінці величини оптичного поглинання і розсіяння випромінювання і подальшому аналізі отриманих даних шляхом порівняння отриманих даних з аналогічними даними, що отримані на колоїдних розчинах з відомими концентраціями і відомими розмірами наночастинок, при цьому освітлення наночастинок проводять в приповерхневому шарі колоїдного розчину паралельним пучком когерентного світла, а оцінку величини оптичного поглинання і розсіяння випромінювання проводять шляхом вимірювання довжини і інтенсивності керна конуса Тиндалля, що світиться і спостерігається в пучку світла в приповерхневому шарі колоїдного розчину (див. Патент України №32126. МПК (2006) G01N15/00. Експрес-метод визначення концентрації і розмірів наночастинок колоїдного розчину. Опубл. 12.05.2008).

Недоліком відомого способу є те, що при низьких концентраціях наночастинок різко зменшується розсіювання світла в напрямі, перпендикулярному напрямку розповсюдження пучка світла, в якому необхідно спостерігати конус Тиндалля. Це призводить до великої погрішності, яка тим більше, чим менше концентрація наночастинок. Крім того, відомий спосіб необхідно здійснювати в затемненому приміщенні.

В основу корисної моделі поставлена задача підвищення чутливості способу.

Запропонований, як і відомий спосіб визначення наявності і концентрації наночастинок в робочій зоні включає забір проби, приготування суміші проби і рідини, спостереження і оцінку ступеня оптичного розсіяння пучка когерентного світла наночастинок в рідині за допомогою ефекту Тиндалля шляхом вимірювання інтенсивності конуса Тиндалля і подальшому аналізі шляхом порівняння отриманих даних з аналогічними даними, отриманими на колоїдних розчинах з відомими концентраціями і відомими розмірами наночастинок, і, відповідно до цієї пропозиції, оцінку величини оптичного розсіяння пучка когерентного світла проводять при спостереженні конуса Тиндалля назустріч напрямку розповсюдження когерентного світла в тілесному кутку з кутом розкриття переважно менше 30°.

В запропонованому способі оцінку величини оптичного розсіяння пучка когерентного світла проводять при спостереженні конуса Тиндалля назустріч напрямку розповсюдження когерентного світла. Це дозволяє підвищити чутливість способу, оскільки розсіяння випромінювання при спостереженні конуса Тиндалля назустріч напрямку розповсюдження когерентного світла набагато більше, ніж в напрямі, перпендикулярному напрямку розповсюдження пучка світла, в якому зазвичай спостерігають конус Тиндалля.

В запропонованому способі оцінку величини оптичного розсіяння пучка когерентного світла проводять при спостереженні конуса Тиндалля в тілесному кутку з кутом розкриття переважно менше 30°. Це також дозволяє підвищити чутливість способу, оскільки інтенсивність розсіювання випромінювання в тілесному кутку зростає у міру зменшення тілесного кута і у міру наближення

напрямів розсіювання світла до лінії розповсюдження пучка світла, що дозволяє упевнено спостерігати ефект Тиндаля навіть в незатемненому приміщенні.

На Фіг. представлена фотографія спостереження розсіювання світла наночастинками, узятими з проб повітря робочої зони і поміщеними у воду. На фотографії показано спостереження конуса Тиндаля, що виникає від розсіювання світла наночастинками. Конус Тиндаля упевнено спостерігається в незатемненому приміщенні.

Спосіб визначення наявності і концентрації наночастинок в робочій зоні здійснюють таким чином.

Спосіб заснований на застосуванні ефекту Тиндаля. Ефект Тиндаля - це свічення оптично неоднорідного середовища унаслідок розсіювання світла, що проходить через нього. Ефект обумовлений дифракцією світла на окремих наночастинках або елементах структурної неоднорідності середовища, розмір яких набагато менше довжини хвилі світла, що розсіюється. Світло виходить від окремих крапок - дифракційних плям, при освітленні колоїдного розчину. Інтенсивність розсіювання в даному напрямі світла, при постійних параметрах падаючого світла, залежить від числа частинок, що розсіюють, і їх розміру. Ефект Тиндаля характерний для колоїдних систем, що мають показник заломлення, відмінний від показника заломлення дисперсійного середовища. Даний ефект зазвичай спостерігається у вигляді світлого конуса на темному фоні при пропусканні світлового пучка збоку через скляну кювету з плоскопаралельними стінками, заповнену колоїдним розчином (Коузов П.А., Основы анализа дисперсного состава промышленных пылей и измельченных материалов, 3 изд., Л., 1987.). Проте, при малих концентраціях різко зменшується розсіювання світла в напрямі, перпендикулярному напрямку розповсюдження пучка світла, в якому необхідно спостерігати конус Тиндаля, оскільки ефект Тиндаля в цьому випадку проявляється слабо, що вимагає затемненого приміщення. При цьому в тілесному кутку з малим кутом розкриття в області, прилеглій до лінії розповсюдження пучка світла, інтенсивність розсіювання залишається високою. Тому необхідно спостерігати конус Тиндаля в тілесному кутку з кутом розкриття переважно менше 30° , тоді ефект Тиндаля упевнено спостерігається навіть при малих концентраціях наночастинок в розчині і в незатемненому приміщенні.

Проби досліджуваного повітря відбирають в робочій зоні, наприклад, під час електрозварювання. Повітря, з певною об'ємною витратою за допомогою пробовідбірника аспірують через

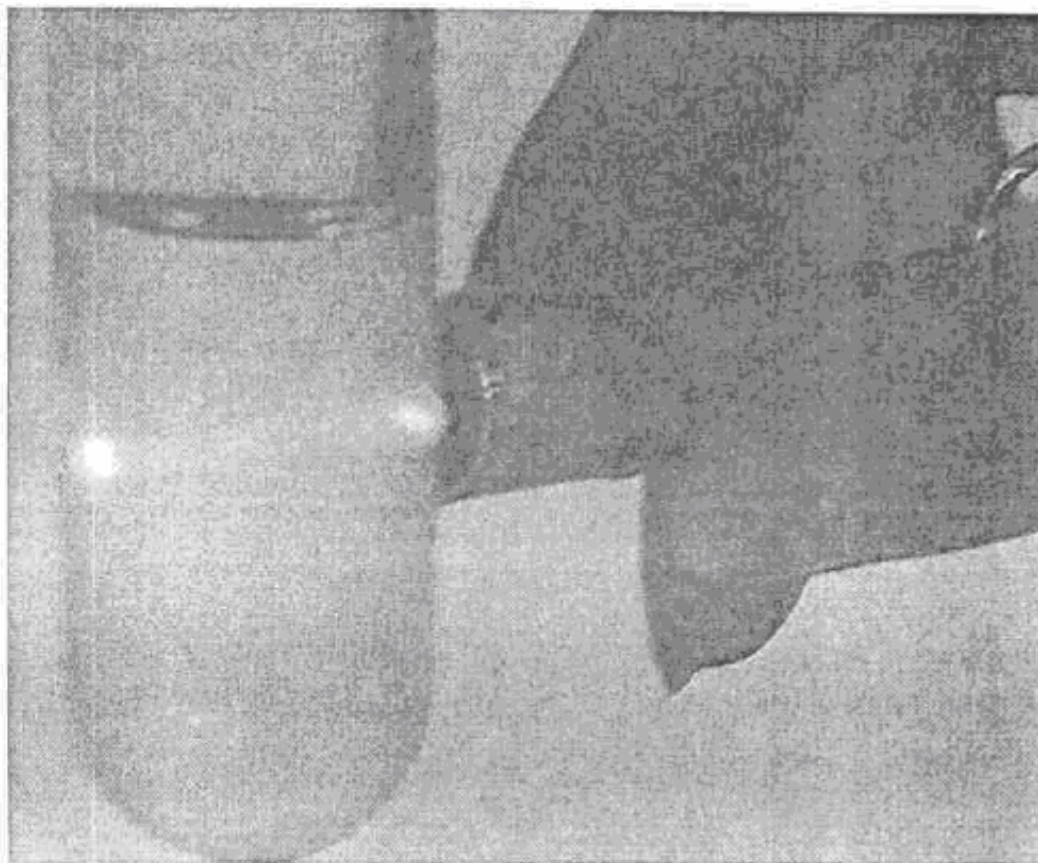
фільтр і послідовно з'єднану з ним склянку Дрекслея, що містить деіонізовану воду. У воді накопичуються наночастинки, які утворюють колоїдний розчин. Колоїдний розчин поміщають в скляну кювету з плоскопаралельними стінками. Проводять освітлення наночастинок колоїдного розчину пучком світла від лазера, направляючи пучок світла через шар колоїдного розчину. При пропусканні через колоїдний розчин паралельного пучка світла від гелій-неонового лазера в ньому виникає свічення. По осі пучка світла спостерігається kern, що світиться, має форму конуса та сходиться. Довжина керна, що світиться, і інтенсивність його свічення залежать від концентрації колоїдного розчину і розмірів наночастинок. Здійснюють спостереження і вимірювання довжини і інтенсивності керну конуса Тиндаля, що світиться. Оцінку величини оптичного розсіювання пучка когерентного світла проводять при спостереженні конуса Тиндаля в тілесному кутку з кутом розкриття переважно менше 30° .

По розсіяному світлу не можна безпосередньо визначити істинні розміри, форму і структуру частинок. Проте, порівнюючи інтенсивності світлорозсіювання колоїдних розчинів, один з яких має відому концентрацію і відомі середні розміри частинок, шляхом зіставлення отриманих даних визначають концентрацію або ступінь дисперсності досліджуваного колоїдного розчину. Використовуючи дані, отримані на еталонних колоїдних розчинах, можна достатньо точно встановити наявність, чисельну концентрацію частинок, середній розмір частинок (Физика. Большой энциклопедический словарь.- М.: Большая Российская энциклопедия, 1999.- С.90, 460.)

Дані, отримані на еталонних колоїдних розчинах з відомими концентраціями і відомими розмірами наночастинок і при цьому отримані при спостереженні в тілесному кутку з кутом розкриття переважно менше 30° , зводяться в таблиці, які використовують для визначення концентрації і розмірів наночастинок в досліджуваній зоні.

Приклад.

Проби відбиралися під час зварки із зони укриття. Повітря, з об'ємною витратою 1л/хвилина за допомогою пробовідбірника ТАЙФУН Р-20-2 аспірували через фільтротримач з фільтром АФА-ВП і послідовно з'єднану з ним склянку Дрекслея, що містить 450мл деіонізованої води. Для аналізу було відібрано 20 літрів повітря. Деіонізовану воду з наночастинками помішували в пробірку. Через воду пропускали пучок світла від гелій-неонового лазера. Наявність наночастинок в рідині упевнено спостерігалася в незатемненому приміщенні (див. фотографію).



Фіг.