



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **97578** (13) **U**
(51) МПК
G01N 15/02 (2006.01)
G01N 21/01 (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

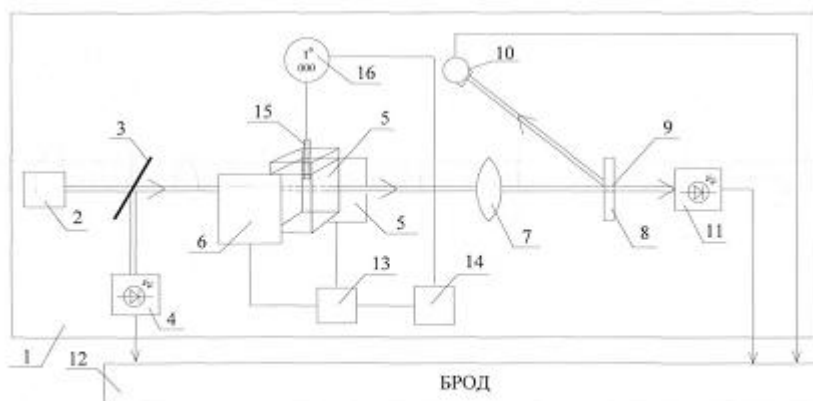
(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: u 2014 09965	(72) Винахідник(и): Таранов Віктор Васильович (UA), Курлянцева Аліна Юріївна (UA)
(22) Дата подання заявки: 10.09.2014	(73) Власник(и): ІНСТИТУТ КОЛОЇДНОЇ ХІМІЇ ТА ХІМІЇ ВОДИ ІМ. А.В. ДУМАНСЬКОГО НАЦІОНАЛЬНОЇ АКАДЕМІЇ НАУК УКРАЇНИ, бул. Вернадського, 42, м. Київ-142, 03680 (UA)
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 25.03.2015	(74) Представник: Дроздович Сергій Васильович, реєстр. №7
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 25.03.2015, Бюл.№ 6	

(54) ПРИСТРІЙ ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ ЧАСТОК

(57) Реферат:

Пристрій для визначення часток включає корпус із послідовно встановленими на оптичній осі джерелом лазерного випромінювання, ділильним склом, оптично зв'язаним з фотодіодом (4), кюветою, лінзою Фур'є, екраном з отвором, оптично з'єднаними з фотоприймачем, підключеним до блока реєстрації й обробки даних (БРОД), та фотодіодом (11), встановленим за екраном і підключеним до БРОД. Кювета встановлена між двома термоелементами Пельтьє, підключеними до джерела живлення з можливістю регулювання величини сили струму та зміни полярності.



Фіг. 1

UA 97578 U

Корисна модель належить до області дослідження речовин за допомогою оптичних засобів, зокрема до вивчення якісних та кількісних характеристик мікрогетерогенних дисперсних систем з рідким дисперсійним середовищем, і може бути використана для визначення розмірного спектра та концентрації часток дисперсної фази в об'ємі водних розчинів, суспензій, емульсій.

Відомий пристрій для визначення фальсифікату рідких продуктів (UA, патент 85406, МПК (2009) G01N 15/02, G01N 33/14, G01N 33/15, G01N 21/00, опубл. 26.01.2009, Бюл. № 2) [1].

Пристрій [1] містить послідовно встановлені джерело лазерного випромінювання, перше ділильне скло, кювету, щілину, друге ділильне скло, сферичне дзеркало, установлений під кутом до дзеркала екран і фотоприймач. Ділильні стекла оптично з'єднані з фотодіодами, підключеними до блока реєстрації й обробки даних (БРОД) через електронний перетворювач. БРОД також з'єднаний і з фотоприймачем.

Пристрій працює у такий спосіб. Досліджували можливий фальсифікат мінеральної води "Архыз" відносно еталону (істинної мінеральної води "Архыз"). Попередньо визначали розмірні спектри дисперсної фази істинного розчину. Пробу істинної мінеральної води "Архыз" поміщають у кювету. Включають джерело випромінювання, лазер марки "СТБ-1". Промінь лазера послідовно проходить через ділильне скло, кювету з мінеральною водою, щілину, друге ділильне скло; далі, відбиваючись від сферичного дзеркала, попадає на екран і фотографується електронним пристроєм (фотоприймачем). Електронний сигнал від фотоприймача передається на БРОД. Одночасно на БРОД надходить електронний сигнал від фотодіодів. За допомогою відповідного програмного забезпечення електронні сигнали відображаються у вигляді графіка розмірного спектра часток дисперсної фази істинного розчину. Аналогічним чином здійснюється дослідження зразка води на відповідність показників зразка показникам істинної мінеральної води "Архыз". Отримано графік розмірного спектра часток дисперсної фази досліджуваного зразка води. При співставленні графіків розмірних спектрів часток дисперсної фази істинної мінеральної води "Архыз" і досліджуваної води виявлено, що графіки не збігаються. Це однозначно показує, що досліджувана вода не відповідає за якістю істинній мінеральній воді "Архыз".

Недоліками технічного рішення [1] є неможливість визначення концентрації і кількості часток певного розміру, значні габарити приладу, які обумовлені просторовим розташуванням великої кількості конструктивних елементів, а також висока ціна пристрою.

Найбільш близьким аналогом до корисної моделі за технічною суттю і результатом, що досягається, є пристрій для визначення часток (UA, патент 96787, МПК G01N 15/02, G01N 21/01, опубл. 12.12.2011, Бюл. № 23) [2].

Пристрій [2] включає корпус із послідовно встановленими на оптичній осі джерелом лазерного випромінювання, діафрагмою, ділильним склом з фотодіодом (I), кюветою, лінзою Фур'є, екраном з отвором, оптично з'єднаними з фотоприймачем, підключеним до БРОД, та фотодіодом (II), встановленим за екраном і підключеним до БРОД.

Екран виконаний з кераміки, яка має відбиву здатність 82-95 % на довжині хвилі 0,405-0,870 мкм. Діаметр отвору екрана виконується відповідно до сфокусованого діаметра пучка нульового порядку джерела оптичного випромінювача за наступною залежністю, $D_{\text{отв}} \geq d_n$, де d_n - діаметр променя. Діаметр променя визначається за формулою

$$d_n = k \frac{\lambda F}{D}, \text{ мкм}$$

де k - коефіцієнт якості променя, $k \approx 7,8$; λ - довжина хвилі, мкм; F - фокусна відстань оптичного елемента, мм; D - діаметр променя, який потрапляє на лінзу Фур'є, мм. Для вимірювань у стаціонарних умовах використовується стандартна спектроскопічна кювета.

Пристрій працює у такий спосіб. Пробу зразка поміщають у кювету. Включають джерело випромінювання, лазер марки "ИДЛ-650 А" ($\lambda=610$ до 670 нм). Промінь лазера послідовно проходить через діафрагму, ділильне скло, кювету із зразком, лінзу Фур'є, попадає на екран і фотографується фотоприймачем. Електронний сигнал від фотоприймача передається на БРОД. Частина променя через отвір в екрані потрапляє на фотодіод (II), електричний сигнал з якого надходить на електронний перетворювач, куди також надходить електричний сигнал із фотодіода (I). З перетворювача сигнал надходить на БРОД. Отримані дані БРОДом обробляються системою програмного забезпечення Кластер-1. На основі аналізу отриманих даних будують графіки розмірних спектрів часток дисперсної фази, яка знаходиться в зразку. Одночасно програма виводить на дисплей розрахунок концентрації часток.

При визначенні розміру і кількості часток дисперсної фази у рідкому середовищі як досліджуваний зразок використовували важку воду (100 % D_2O). Зразок води поміщали у кювету, вмикали лазер та визначали розмір і концентрацію гігантських гетерофазних кластерів води (ГГКВ), величини яких представлені у таблиці 1.

Таблиця 1

Розмір ГГКВ, мкм (D)	Рахункова концентрація ГГКВ, шт./см ³ (N)	Об'ємна концентрація ГГКВ, мм ³ /см ³ (W)	Питома площа поверхні ГГКВ, см ⁻¹ (S)
12±0,2	264498±10	0,0224±0,0016	0,0286±0,0017

Отримані дані показують, що вимірювання розмірів і концентрації ГГКВ здійснюється з точністю, що характеризується відносною похибкою вимірювання, яка складає для розміру часток - 2,04 %, для їх концентрації -3,28 %.

При вимірюванні дисперсних характеристик пристроєм [2] температура досліджуваного зразка відповідала температурі навколишнього середовища. Нами було проведено експериментальне дослідження впливу температури навколишнього середовища на точність вимірювання розмірів і концентрації ГГКВ. Як досліджуваний зразок використовували дистильовану воду, електропровідність якої складала 4,2 мкСм/см, інтервал рН - 5,8-6,1. Розмір і концентрацію ГГКВ при 20 та 25 °С представлено у таблиці 2.

Таблиця 2

Температура, °С	Розмір ГГКВ, мкм (D)	Рахункова концентрація ГГКВ, шт./см ³ (N)	Об'ємна концентрація ГГКВ, мм ³ /см ³ (W)	Питома площа поверхні ГГКВ, см ⁻¹ (S)
20	6,93931±0,1	2285,766±10	0,004±0,0001	0,08645±0,001
25	6,03152±0,1	1409,859±10	0,00246±0,0001	0,0532±0,001

Аналізуючи представлені у таблиці 2 дані, відмічаємо зменшення кількості ГГКВ, що можна пояснити деструктивною дією на них температури. Розрив частини водневих зв'язків внаслідок температурного впливу приводить до достатньо інтенсивного відносного підвищення малих і зменшення вмісту великих ГГКВ.

Отримані дані показують, що для прецизійного вимірювання структурних характеристик водного середовища температура дослідного зразка для всієї серії експериментів має залишатися однакою.

Як впливає з технічної суті пристрою [2], його конструктивне виконання не забезпечує регулювання та підтримання заданої температури у процесі вимірювання якісних та кількісних характеристик дисперсних систем.

Таким чином, основним недоліком відомого пристрою [2] є неможливість прецизійного вимірювання структурних характеристик досліджуваних зразків при однакових температурах для всієї серії експериментів.

В основу корисної моделі поставлена задача розробити пристрій для визначення розмірного спектра та концентрації часток дисперсної фази з можливістю регулювання температури досліджуваного зразка та проведення вимірювання при заданих температурах. Це здійснюється шляхом обладнання пристрою термоелементами Пельтьє, що дозволить вимірювати дисперсні характеристики досліджуваних зразків як при заданій температурі, незалежній від температури навколишнього середовища, так і при регульованому переході досліджуваного середовища з рідкого до твердого агрегатного стану, забезпечуючи таким чином розширення функціональних можливостей приладу.

Поставлена задача вирішується тим, що включає корпус із послідовно встановленими на оптичній осі джерелом лазерного випромінювання, ділильним склом, оптично зв'язаним з фотодіодом (4), кюветою, лінзою Фур'є, екраном з отвором, оптично з'єднаними з фотоприймачем, підключеним до блока реєстрації й обробки даних (БРОД), та фотодіодом (11), встановленим за екраном і підключеним до БРОД, в якому, згідно з корисною моделлю, кювета установлена між двома термоелементами Пельтьє, підключеними до джерела живлення з можливістю регулювання величини сили струму та зміни полярності.

Основною відмінною ознакою пристрою, що заявляється, є введення нового конструкційного елемента - термоелементів Пельтьє (http://uk.wikipedia.org/wiki/Елемент_Пельтьє) [3]. Оскільки основою роботи термоелементів Пельтьє є контакт двох струмопровідних матеріалів з різними рівнями енергії електронів у зоні провідності, то при протіканні струму через контакт таких матеріалів, електрон повинен отримати енергію для переходу у більш високоенергетичну зону провідності іншого напівпровідника. При поглинанні цієї енергії відбувається охолодження місця

контакту напівпровідників, тоді як при протіканні струму в зворотному напрямку відбувається нагрівання місця контакту напівпровідників.

Таким чином, термоелементи Пельтьє, підключені до джерела живлення, дозволяють змінювати та підтримувати температуру досліджуваного рідкого середовища шляхом регулювання сили струму та зміни полярності. При зміні полярності термоелементи Пельтьє виступають як нагрівачі, так і охолоджувачі досліджуваного зразка, що дає можливість проводити високоточні вимірювання дисперсних характеристик досліджуваного середовища при заданій температурі, яка може бути як вище, так і нижче температури навколишнього середовища. Широкий температурний діапазон (від -20 до +50 °C) дозволяє з великою точністю вимірювати структурні особливості досліджуваних зразків не тільки при заданій температурі, а і при регульованому переході досліджуваних зразків з рідкого до твердого агрегатного стану.

Корисна модель пояснюється кресленнями, де на фіг. 1 представлена функціональна схема пристрою для визначення часток; на фіг. 2 та фіг. 3 представлені графіки рахункового та об'ємного розмірного спектра часток латексу при 20 °C, відповідно; на фіг. 4 представлені температурні залежності часток ГГКВ двох розмірних груп: 1 - (6...12 мкм) та 2 - (50...60 мкм) при регульованому переході водного середовища з рідкого до твердого агрегатного стану.

Пристрій для визначення часток включає корпус (1) з послідовно встановленими на оптичній осі джерелом лазерного випромінювання (лазер, марка "38-1028-ND", з довжиною хвилі 780 нм) (2), ділильним склом (3), оптично зв'язаним з фотодіодом (4), стандартною спектроскопічною кюветою (5), оснащеною з двох боків термоелементами Пельтьє (6), лінзою Фур'є (7) і екраном (8) з отвором (9), оптично з'єднаними з фотоприймачем (10). Фотодіод (4), фотоприймач (10) та встановлений за екраном (8) фотодіод (11) підключені до БРОД (12).

Термоелементи Пельтьє (ТЕС1-03705; 20×20×4,2; 0,62 Ом) (6) підключені до джерела живлення (13) з можливістю регулювання величини сили струму та зміни полярності терморегулятором (14). В кюветі (5) встановлений сенсор (15) електронного цифрового термометра (16), похибка вимірювань якого не перевищує 0,5 °C. Останній підключений до терморегулятора (14).

Діаметр отвору (9) екрана (8) виконується відповідно до сфокусованого діаметра пучка нульового порядку джерела оптичного випромінювача за наступною залежністю $D_{\text{отв}} \geq d_n$, де d_n - діаметр променя. Діаметр променя визначається за формулою

$$d_n = k \frac{\lambda F}{D}, \text{ мкм}$$

де k - коефіцієнт якості променя, $k \approx 7,8$; λ - довжина хвилі, мкм; F - фокусна відстань оптичного елемента, мм; D - діаметр променя, який потрапляє на лінзу Фур'є, мм.

Пристрій працює у такий спосіб. Пробу досліджуваного зразка поміщають у кювету (5). Вимірювання дисперсних характеристик досліджуваних зразків здійснюється при заданих температурах. Досягнення та підтримання температури забезпечується за допомогою джерела живлення (13) та терморегулятора (14). Терморегулятор (14) аналізує дані, отримані за допомогою сенсора (15) електронного цифрового термометра (16). При температурі, яка вище або нижче заданої, терморегулятор (14) формує сигнал на джерело живлення (13), з допомогою якого регулюється величина сили струму та зміна полярності. Величина сили струму та полярність встановлюється у відповідності до заданої температури досліджуваного зразка.

Включають лазер марки "38-1028-ND" (2). Промінь лазера послідовно проходить через ділильне скло (3), оптично зв'язане з фотодіодом (4), кювету зі зразком (5), лінзу Фур'є (7), попадає на екран (8) і фотографується фотоприймачем (10). Частина променя через отвір (9) в екрані (8) потрапляє на фотодіод (11), який, як і фотодіод (4), підключений до БРОД (12). Електронний сигнал від фотоприймача (10) також передається на БРОД (12).

Отримані БРОДом результати вимірювання обробляються системою програмного забезпечення Кластер-1. Вимірюються наступні інтегральні та диференціальні характеристики дисперсності: рахункова та об'ємна концентрації частин дисперсної фази, рахунковий та об'ємний розмірний спектр частин дисперсної фази в інтервалі від 0,5 до 100 мкм і питома площа поверхні частин дисперсної фази (сумарна площа частин (м²) на сумарний об'єм (см³)).

Правильність роботи приладу і точність визначення дисперсних характеристик часток пристроєм, що заявляється, здійснювали з використанням зразка із завідомо відомими розмірами часток і їх кількістю. Правильність роботи приладу характеризується систематичною похибкою, яку визначають згідно з (Сыроешкин А.В. Основы применения лазерного малоуглового измерителя дисперсности для стандартизации и контроля качества лекарственных средств / А.В. Сыроешкин, И.В. Попов, А.В. Балышев и др. // Хим.-фарм. ж.- 2004. - 38, № 11. - С. 43-48. (стр. 47)) [4], а точність визначення дисперсних характеристик часток характеризується відносною похибкою, яку визначають згідно з (Зайдель А.Н.

Погрешность измерений физических величин / А.Н. Зайдель. - Л.: Наука, 1985.-112 с. (стр. 14-15)) [5].

Досліджуваний зразок об'ємом 3 см^3 готували на дистильованій воді, додаючи частки латексу розміром $10 \pm 0,1 \text{ мкм}$ у кількості $467000 \pm 100 \text{ шт./см}^3$. Приготовлену суспензію поміщали у кювету (6). Вмикали лазер марки "38-1028-ND" (2). Промінь лазера послідовно проходив через ділильне скло [3], кювету зі зразком (6), лінзу Фур'є (7), попадав на екран (8) і фотографувався фотоприймачем (10). Електронний сигнал від фотоприймача (10) передавався на БРОД (12). Частина променя через отвір (9) у екрані (8) потрапляла на фотодіод (11). При цьому фотодіоди (4) і (11) також підключені до БРОД (12). Вимірювання проводили при температурі досліджуваних зразків 20 та 25 °С.

Отримані БРОДом (12) дані обробляли системою програмного забезпечення Кластер-1. На основі аналізу даних будували графіки рахункового та об'ємного розмірних спектрів часток латексу при 20 °С (фіг. 2, фіг. 3, відповідно). Одночасно програма виводила на дисплей розмір, рахункову та об'ємну концентрацію часток латексу, що представлено в таблиці 3.

Таблиця 3

Температура, °С	Правильність роботи пристрою		Точність визначення дисперсних характеристик часток пристроєм					
	Систематична похибка вимірювання, %		Введено		Знайдено			
	Розмір латексу	Концентрація латексу	Розмір латексу, мкм	Концентрація латексу, шт./см ³	Розмір латексу, мкм	Відносна похибка, %	Концентрація латексу, шт./см ³	Відносна похибка, %
20	0,67	2,14	$10 \pm 0,1$	467000 ± 100	$9,83 \pm 0,1$	1,7	452380 ± 100	3,23
25	0,67	2,14			$9,83 \pm 0,1$	1,7	452405 ± 100	3,23

За представленими даними, правильність роботи пристрою, при вимірюванні розміру і концентрації часток латексу, характеризується систематичною похибкою вимірювання, яка складає для розміру - 0,67 %, для концентрації - 2,14 %; точність вимірювання дисперсних характеристик часток латексу пристроєм, що заявляється, характеризується відносною похибкою вимірювання, яка складає для розміру часток - 1,7 %, для їх концентрації - 3,23 %.

Приклади виконання за винаходом.

Приклад 1. Визначення розміру і кількості гігантських гетерофазних кластерів водного середовища при різній температурі навколишнього середовища.

Як досліджуваний зразок використовували дистильовану воду, електропровідність якої складала $4,2 \text{ мкСм/см}$, інтервал рН - 5,8-6,1.

Зразок води поміщали у кювету (5). Вимірювання дисперсних характеристик води проводили при однаковій температурі зразків води -20 °С, які знаходилися при різній температурі навколишнього середовища - 18, 20, 22, 25 °С. Підтримання заданої температури здійснювали за допомогою джерела живлення (13) та терморегулятора (14).

Вмикали лазер марки "38-1028-ND" (2). Промінь лазера послідовно проходив через ділильне скло (3), кювету зі зразком (5), лінзу Фур'є (7), попадав на екран (8) і фотографувався фотоприймачем (10). Електронний сигнал від фотоприймача (10) передавався на БРОД (12). Частина променя через отвір (9) в екрані (8) потрапляла на фотодіод (11), який, як і фотодіод (4), також підключений до БРОД (12).

Отримані БРОДом (12) дані обробляли системою програмного забезпечення Кластер-1. Розмір, рахункову та об'ємну концентрацію, а також питому площу поверхні гігантських гетерофазних кластерів води представлено у таблиці 4.

Таблиця 4

Температура навколишнього середовища, °С	Температура досліджуваного зразка, °С	Розмір ГГКВ, мкм (D)	Рахункова концентрація ГГКВ, шт./см ³ (N)	Об'ємна концентрація ГГКВ, мм ³ /см ³ (W)	Питома площа поверхні ГГКВ, см ⁻¹ (S)
18	20	$6,93872 \pm 0,1$	$2253,753 \pm 10$	$0,0038 \pm 0,0001$	$0,08609 \pm 0,001$
20		$6,93933 \pm 0,1$	$2236,367 \pm 10$	$0,0037 \pm 0,0001$	$0,08603 \pm 0,001$
22		$6,94091 \pm 0,1$	$2228,267 \pm 10$	$0,0036 \pm 0,0001$	$0,08595 \pm 0,001$
25		$6,93757 \pm 0,1$	$2235,791 \pm 10$	$0,0037 \pm 0,0001$	$0,08601 \pm 0,001$

Аналізуючи представлені у таблиці 4 дані, відмічаємо їх тотожність для різних температурах навколишнього середовища. Отримані результати показують, що пристрій можна використовувати для прецизійного вимірювання структурних характеристик водного середовища при заданій температурі, незалежній від температури навколишнього середовища.

5 Приклад 2. Визначення розміру ГГКВ при регульованому переході водного середовища з рідкого до твердого агрегатного стану.

Як досліджуваний зразок використовували легку воду ($D/H=4$ ppm).

Зразок води поміщали у кювету (5). Регулювання температури води та вимірювання її дисперсних характеристик здійснювали аналогічно до прикладу 1.

10 Для переходу легкої води до твердого агрегатного стану поступово зменшували температуру зразка від температури навколишнього середовища (20°C) до температури -2°C з градієнтом 1°C/хв . Отримані БРОДом (12) дані обробляли системою програмного забезпечення Кластер-1.

15 Одержані температурні залежності часток ГГКВ двох розмірних груп: 1 - ($6\ldots 12$ мкм) та 2 - ($50\ldots 60$ мкм) при регульованому переході водного середовища з рідкого до твердого агрегатного стану представлені на фіг. 4.

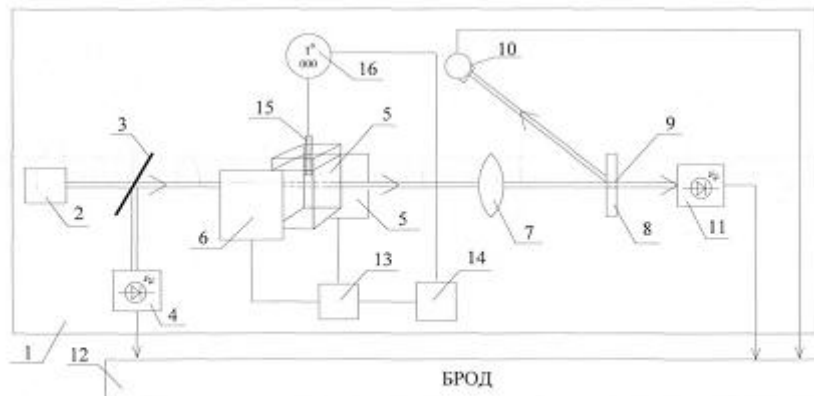
20 Аналізуючи отриманий графік, відмічаємо, що при зменшенні температури від 20 до 1°C відбувається поступове відносне зменшення малих ($6\ldots 12$ мкм) і підвищення вмісту великих ($50\ldots 60$ мкм) ГГКВ. У діапазоні температур фазового переходу ($1 \ldots -1^{\circ}\text{C}$) відбувається інтенсивне відносне зменшення малих і підвищення вмісту великих ГГКВ.

Отримані дані показують, що пристрій дозволяє здійснювати високоточні вимірювання структурних характеристик досліджуваних зразків при їх регульованому переході з рідкого до твердого агрегатного стану.

25

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

30 Пристрій для визначення часток, що включає корпус із послідовно встановленими на оптичній осі джерелом лазерного випромінювання, ділильним склом, оптично зв'язаним з фотодіодом (4), кюветою, лінзою Фур'є, екраном з отвором, оптично з'єднаними з фотоприймачем, підключеним до блока реєстрації й обробки даних (БРОД), та фотодіодом (11), встановленим за екраном і підключеним до БРОД, який **відрізняється** тим, що кювета встановлена між двома термоелементами Пельтьє, підключеними до джерела живлення з можливістю регулювання величини сили струму та зміни полярності.



Фіг. 1

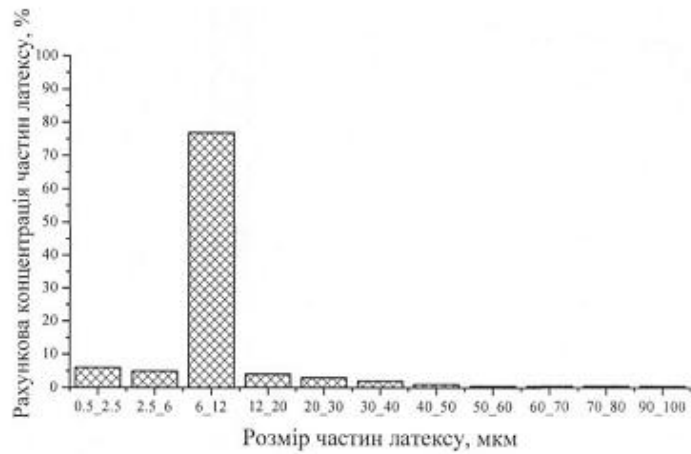


Fig. 2

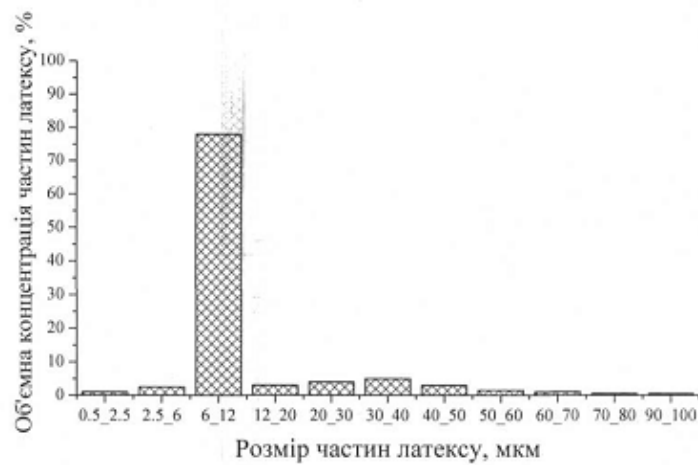


Fig. 3

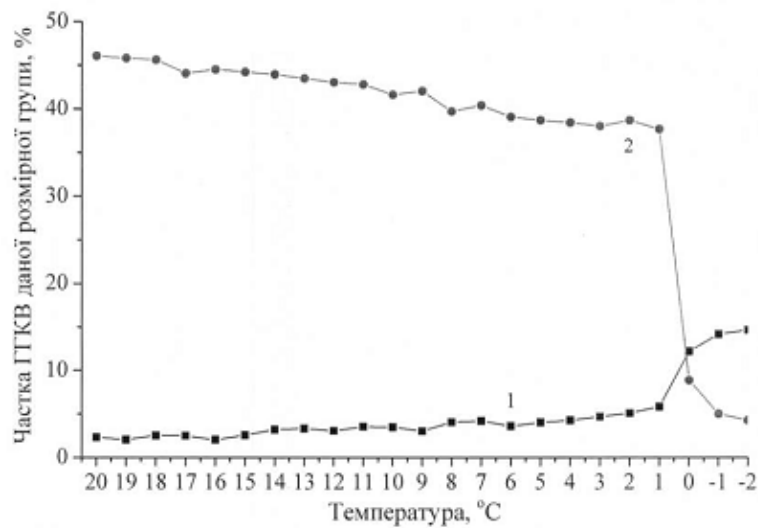


Fig. 4

Комп'ютерна верстка А. Крижанівський

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